

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

4.1 ศึกษาอิทธิพลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลและวัสดุคาร์บอนที่เตรียมแบบเป็น bulk ที่มีผลต่อลักษณะและสมบัติรูพรุน

ในการทดลองนี้จะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่แตกต่างกัน 3 ชนิดคือ กรดไฮโดรคลอริก โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไฮดรอกไซด์ สำหรับการสังเคราะห์รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล กรณีใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่าสารละลายที่ประกอบด้วยพอลิเมอร์รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์/พอลิเมอร์ไดรบล็อกจะเกิดขึ้นหลังจากใช้เวลาในการปั่นกวนและบ่ม (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

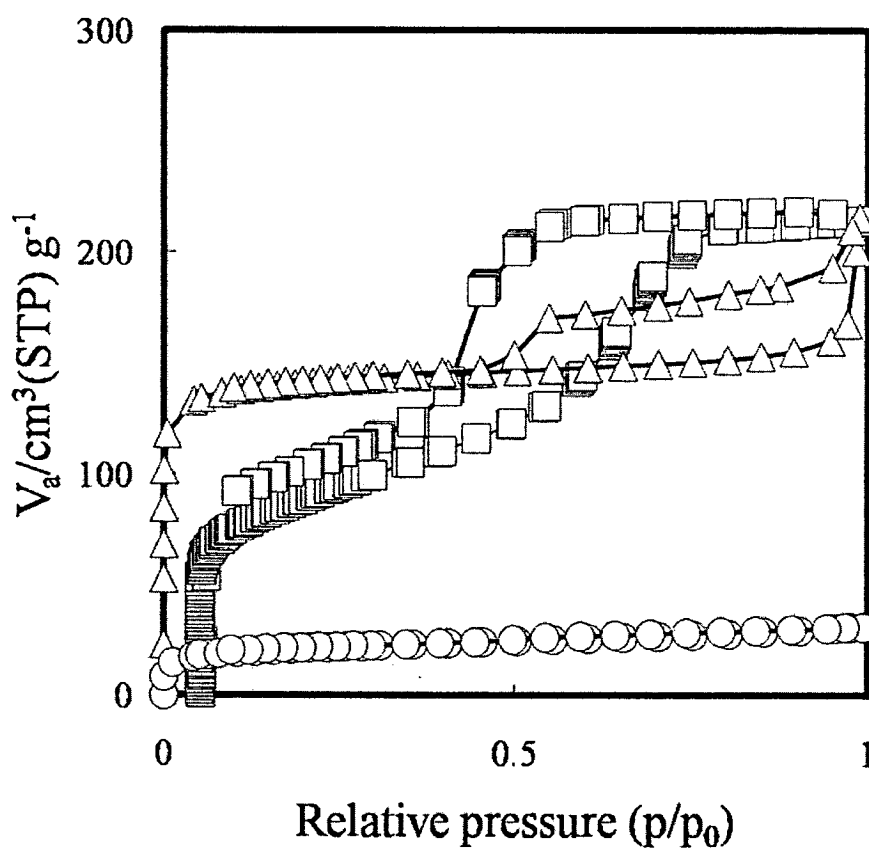
เพื่อนำมาเป็นตัวเปรียบเทียบกับอนุภาคที่ทำการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่จะกล่าวถึงในการทดลอง ส่วนถัดไป ไอโซเทอร์มการดูดซับ-คายซับไนโตรเจนที่ -196 องศาเซลเซียสของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่เตรียมแบบ bulk ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างชนิดกันแสดงไว้ดังรูปที่ 4.1 กระจายตัวของขนาดรูพรุนของวัสดุคาร์บอนที่เตรียมแบบ bulk ที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา 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 ซึ่งแสดงว่าเกิดการฟอร์มไมเซลของไตรบิล็อกโคพอลิเมอร์พอลิโพรพิลีน F127 และไมเซลได้สร้างพันธะกับรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์มอนอเมอร์ จึงทำให้เกิดโครงสร้างที่มีรูพรุนแบบ

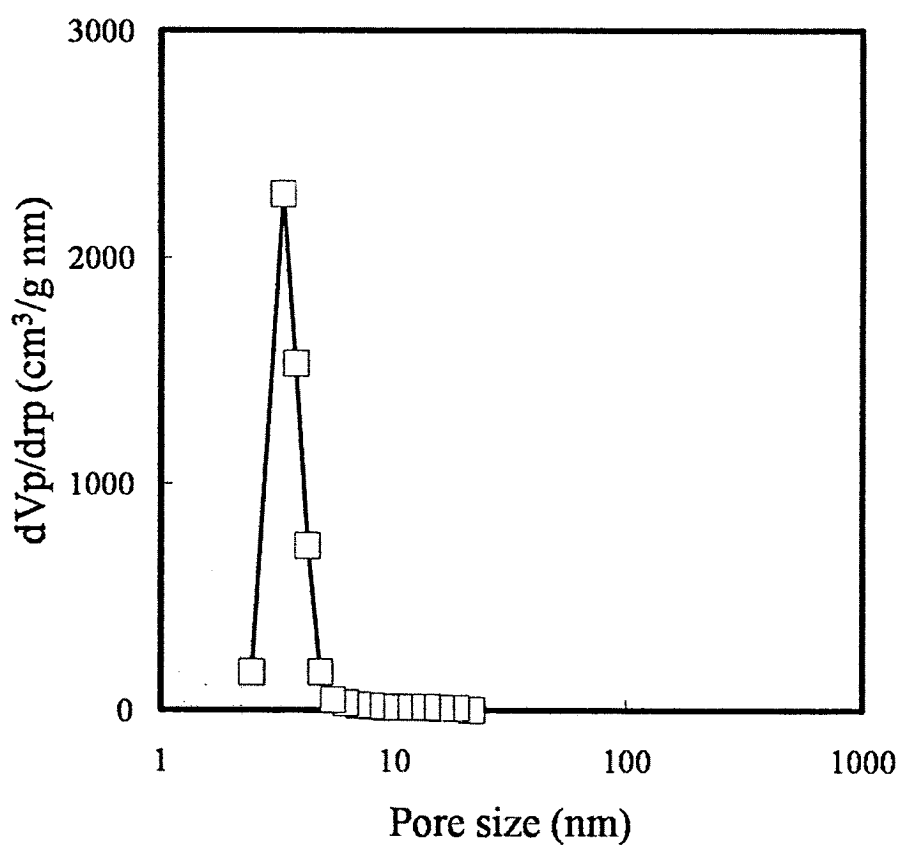
เมโซเกิดขึ้น แต่เมื่อพิจารณากรณีใช้โซเดียมคาร์บอเนตและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่า bulk ที่สังเคราะห์ได้ไม่เกิดการสร้างรูพรุนแบบเมโซขึ้น ซึ่งมีสาเหตุมาจากค่าความเป็นกรด-ด่างที่มีค่าสูงเกินไปส่งผลต่อการฟอร์มไมเซลของไตรบลิคโคพอลิเมอร์พลูโรนิคF127 (กรณีใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา, pH= 10.82, กรณีใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา, pH= 11.26) ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Bloor และคณะในปี 1970 ที่ได้ทำการศึกษาอิทธิพลของค่าความเป็นกรด-ด่างที่ส่งผลต่อการฟอร์มไมเซลของสารลดแรงตึงผิวชนิดไร้ประจุ ซึ่งพบว่าการฟอร์มไมเซลของสารลดแรงตึงผิวจะลดลงเมื่อค่าความเป็นกรด-ด่างมีค่าสูงขึ้น ดังนั้นสำหรับในกรณีที่ใช้ด่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เมื่อนำไปผ่านกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย จึงต้องอาศัยความสัมพันธ์กันระหว่างการเกิดปฏิกิริยาการระเหยตัวทำละลายและปฏิกิริยาคอนเดนเซชันเพื่อที่จะให้ได้วัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบเมโซนั่นเอง

ตารางที่ 4.1 แสดงลักษณะสมบัติรูพรุนของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่เตรียมแบบ bulk ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างชนิดกัน

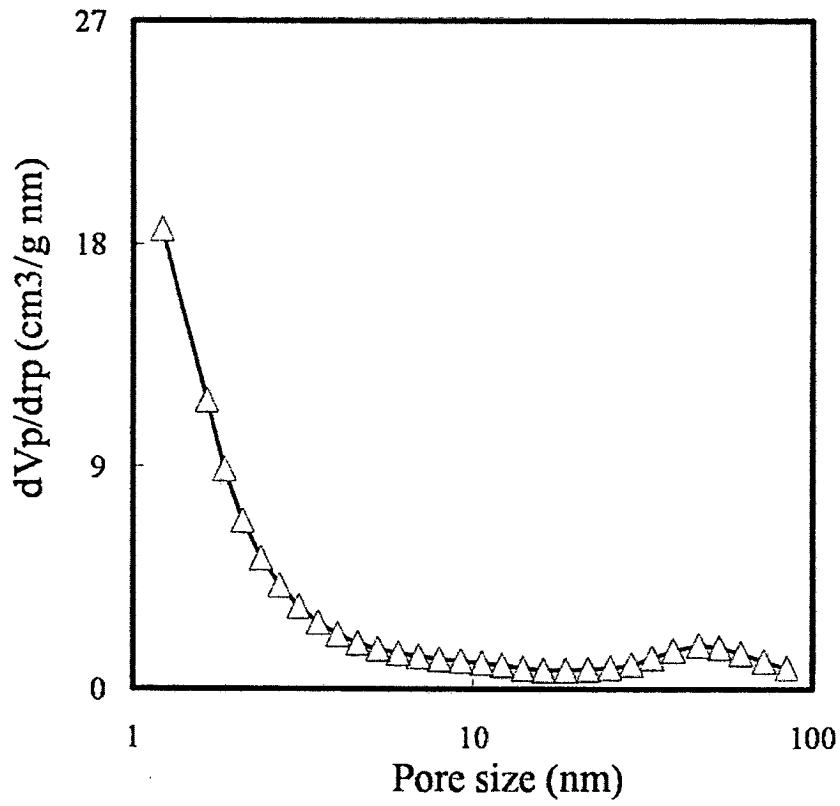
ตัวอย่าง	พื้นที่ผิว (ตารางเมตรต่อกรัม)	ปริมาตรรูพรุน (ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม)	รัศมีรูพรุน (นาโนเมตร)
C-HCl	277	0.33	1.64
C-Na2CO3	341	0.33	1.21
C-NaOH	59	0.05	-



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



รูปที่ 4.2 การกระจายตัวของขนาดรูพรุนของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมแบบ 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 วัน ที่อุณหภูมิห้อง สารจะแยกเป็น 2 เฟส (Phase) ทำการบ่มสารต่อเป็นเวลา 10 วัน ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นกำจัดเฟสบน แล้วนำพอลิเมอร์ที่ได้ในเฟสล่างไปผ่านกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย โดยวัดค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายพบว่า มีค่า 1.41 กรณีใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง พบว่าเวลาในการกลายเป็นเจลของสารละลายนั้นจะเกิดขึ้นเมื่อทำการปั่นกวนครบ 40 นาที กรณีที่เตรียมสารละลายเพื่อนำไปทำการอบแห้งแบบพ่นฝอยนั้น จะทำการปั่นกวนสารละลายตั้งต้นเป็นเวลา 30 นาที แล้วนำสารละลายที่ได้ไปผ่านกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย โดยวัดค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายพบว่า มีค่า 10.82 กรณีใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง พบว่า เวลาในการกลายเป็นเจลของสารละลายนั้นจะเกิดขึ้นเมื่อทำการปั่นกวนครบ 60 นาที กรณีที่เตรียมสารละลายเพื่อนำไปทำการอบแห้งแบบพ่นฝอยนั้น จะทำการปั่นกวนสารละลายตั้งต้นเป็นเวลา 40 นาที แล้วนำสารละลายที่ได้ไปผ่านกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย โดยวัดค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายพบว่า มีค่า 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) โดยปรากฏฮิสเทอรีซิส (Hysteresis) ซึ่งบ่งบอกว่ามีรูพรุนในช่วงเมโซพอร์ภายในโครงสร้าง เมื่อพิจารณาลักษณะสมบัติ

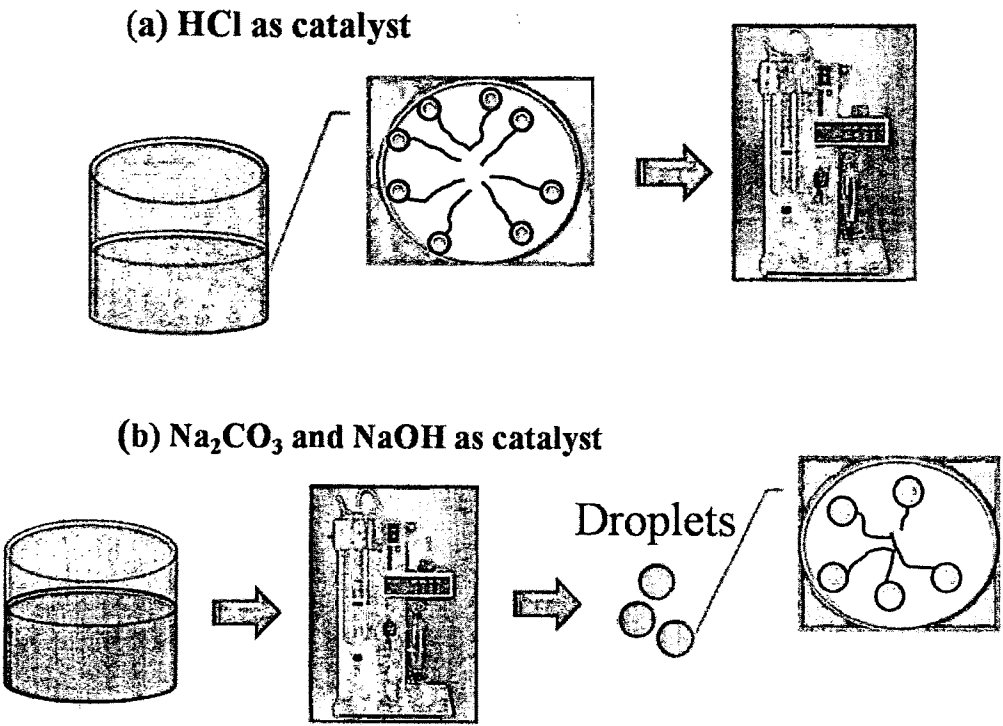
พบว่ามีพื้นที่ผิว 275 ตารางเมตรต่อกรัม มีขนาดรัศมีรูพรุน 3.09 นาโนเมตร และมีปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.32 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม เมื่อพิจารณาการกระจายขนาดรัศมีรูพรุนในช่วงเมโซพอร์ พบว่าเส้นกราฟการกระจายขนาดรัศมีรูพรุนในช่วงเมโซพอร์มีลักษณะที่ค่อนข้างแคบ ซึ่งอาจบ่งชี้ได้ว่าคาร์บอนที่ทำการสังเคราะห์เป็นวัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบเมโซที่มีการจัดเรียงตัวแบบเป็นระเบียบและมีการกระจายรูพรุนที่สม่ำเสมอ กรณีใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่ารูปร่างลักษณะของไอโซเทอร์มที่ได้แสดงว่าเป็นวัสดุคาร์บอนที่มีความสามารถในการดูดซับที่ต่ำ ซึ่งบ่งบอกได้ว่าวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไม่มีรูพรุนหรือมีรูพรุนน้อยมาก โดยมีพื้นที่ผิว 0.06 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.007 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม เมื่อใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่ารูปร่างลักษณะไอโซเทอร์มที่ได้แสดงว่าเป็นวัสดุคาร์บอนที่มีความสามารถในการดูดซับที่ต่ำ ซึ่งบ่งบอกได้ว่าวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไม่มีรูพรุนหรือมีรูพรุนน้อยมาก เมื่อพิจารณาลักษณะสมบัติรูพรุนพบว่าพื้นที่ผิว 3 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.005 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม

จากค่าสมบัติรูพรุนของวัสดุคาร์บอนที่กล่าวมา พบว่ากรณีใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา วัสดุคาร์บอนที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยมีรูพรุนขนาดเมโซ และมีการกระจายรูพรุนที่สม่ำเสมอ ซึ่งสาเหตุที่สามารถสังเคราะห์ได้วัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนขนาดเมโซ มีสาเหตุมาจากเมื่อใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เกิดการฟอร์มไมเซลของไตรบลิคโคพอลิเมอร์พลูโรนิค F127 และไมเซลได้สร้างพันธะกับรีไซโคล-ฟอร์มอลดีไฮด์มอนอเมอร์ตั้งแต่อนำไปผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยแล้ว ดังนั้นเมื่อนำไปผ่านกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย อนุภาคที่ได้จึงยังคงเป็นวัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนขนาดเมโซ แตกต่างจากกรณีใช้ต่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่ากรณีใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา วัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไม่มีรูพรุนหรือมีรูพรุนน้อยมาก ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่าในขั้นตอนการเตรียมสารละลายรีไซโคล-ฟอร์มอลดีไฮด์ของตัวอย่างที่เป็น bulk สารละลายจะแยกเป็นสองเฟสอย่างชัดเจน เมื่อทำการปั่นกวนครบ 40 นาที ซึ่งบ่งบอกว่าเวลาที่ใช้เพื่อให้ปฏิกิริยาการเกิดเจลดำเนินไปอย่างสมบูรณ์คือ 40 นาที แต่การเตรียมสารละลายรีไซโคล-ฟอร์มอลดีไฮด์ของตัวอย่างที่ต้องนำไปผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยนั้น ทำการปั่นกวนแค่ 30 นาที ดังนั้นปฏิกิริยาในการเกิดเจลจึงยังไม่สมบูรณ์ กล่าวคือ มอนอเมอร์รีไซโคล-ฟอร์มอลดีไฮด์กับพลูโรนิค F127 ยังไม่สามารถเข้าทำปฏิกิริยากันได้ทั้งหมด รูพรุนจึงยังไม่ถูกฟอร์มขึ้น ส่งผลให้มีปริมาตรรูพรุนที่ต่ำ ดังแสดงการฟอร์มตัวของไมเซลกรณีใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและใช้โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในรูปที่ 4.4 ประกอบกับอัตราการระเหยของน้ำและตัวทำละลายกับอัตราการเกิดปฏิกิริยาคอน

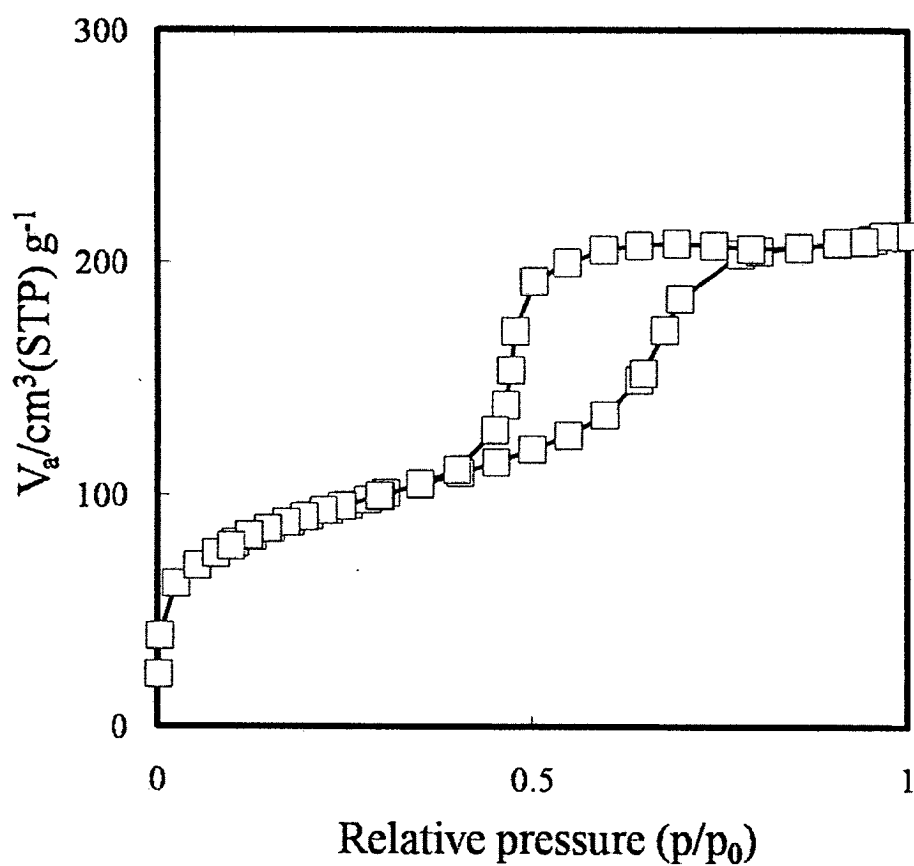
เดนเซชันในระหว่างขั้นตอนการอบแห้งแบบพ่นฝอยไม่สมดุลกัน เนื่องจากเวลาที่สารละลายจะกลายเป็นของแข็งนั้นเกิดขึ้นค่อนข้างรวดเร็ว และเมื่ออนุภาคกลายเป็นของแข็ง จะเป็นการไประงับการสร้างฟอร์มไมเซลของพลูโรนิค F127 อีกด้วย ดังนั้นวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์จึงไม่มีรูพรุนนั่นเอง (Alonso และคณะ, 2004) นอกจากนี้เมื่อนำสารละลายไปป้อนเข้าเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยอนุภาคจะกลายเป็นของแข็งและไปเกาะติดหัวฉีด (Nozzle) จนทำให้เกิดการอุดตันและไม่สามารถดำเนินการอบแห้งแบบพ่นฝอยต่อไปได้ และยังอาจทำให้เกิดความเสียหายต่ออุปกรณ์อีกด้วย จากผลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าวิธีโซลินอล-ฟอร์มมอลดีไฮด์เจลที่เตรียมโดยใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาไม่เหมาะสมที่จะนำไปสังเคราะห์อนุภาคผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอย กรณีใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา วัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไม่มีรูพรุนหรือมีรูพรุนน้อยมาก ซึ่งมีสาเหตุมาจากปฏิกิริยาที่ใช้ในการเกิดเจลไม่สมบูรณ์ ส่งผลทำให้พลูโรนิค F127 ซึ่งทำหน้าที่สร้างแบบจำลองโครงสร้างรูพรุน (Template) เกิดการจัดเรียงโครงสร้างฟอร์มตัวเป็นไมเซล (Micelles) ที่ไม่สมบูรณ์ตามไปด้วย ดังนั้นรูพรุนของคาร์บอนที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยจึงมีสมบัติความเป็นรูพรุนต่ำ ประกอบกับอัตราการระเหยของน้ำและตัวทำละลายกับอัตราการเกิดปฏิกิริยาคอนเดนเซชันในระหว่างขั้นตอนการอบแห้งแบบพ่นฝอยไม่สมดุลกันจึงทำให้ไม่สามารถฟอร์มโครงสร้างรูพรุนให้เกิดขึ้นได้ รูปที่ 4.8 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุคาร์บอนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยซึ่งพบว่าอนุภาคที่ได้มีลักษณะรวมเข้ากันเป็นก้อน ไม่เกิดเป็นอนุภาคทรงกลมขึ้น ซึ่งอาจมีสาเหตุมาจากเมื่อนำเจลไปผ่านกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย ปฏิกิริยาดำเนินไปอย่างรวดเร็วจนทำให้ไม่สามารถสร้างอนุภาคที่มีความหนาแน่นเพียงพอ รูปที่ 4.9 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุคาร์บอนที่ใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยซึ่งพบว่าอนุภาคที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลมที่ยังไม่แยกตัวจากกัน (Undivide spheres) ซึ่งเนื่องมาจากอัตราการระเหยของน้ำและตัวทำละลายกับอัตราการเกิดปฏิกิริยาคอนเดนเซชันในระหว่างขั้นตอนการอบแห้งแบบพ่นฝอยไม่สมดุลกันนั่นเอง รูปที่ 4.10 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอย ซึ่งพบว่าอนุภาคที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลม

ตารางที่ 4.2 แสดงลักษณะสมบัติของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างชนิดกัน

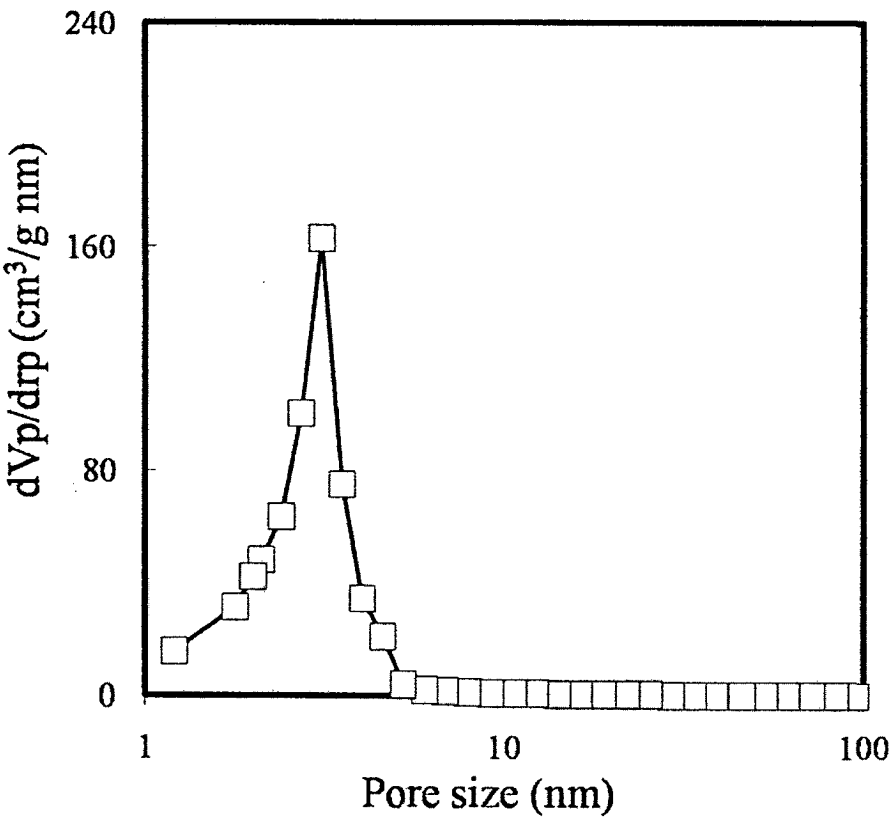
ตัวอย่าง	อุณหภูมิเข้า (องศาเซลเซียส)	พื้นที่ผิว (ตารางเมตร ต่อกรัม)	ปริมาตรรูพรุน (ลูกบาศก์เซนติเมตร ต่อกรัม)	รัศมีรูพรุน (นาโนเมตร)
C-HCl-160	160	275	0.32	3.09
C-Na ₂ CO ₃ -160	160	0.06	0.007	-
C-NaOH-160	160	3	0.005	-



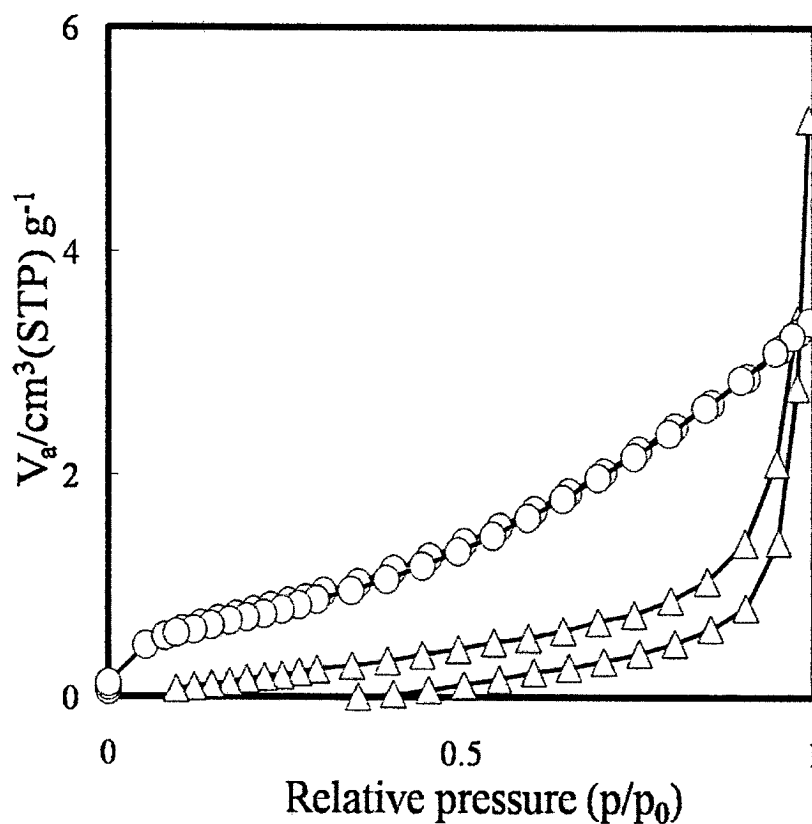
รูปที่ 4.4 แสดงการฟอร์มตัวของไมเซลกรณี (a) ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและ (b) ใช้โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา



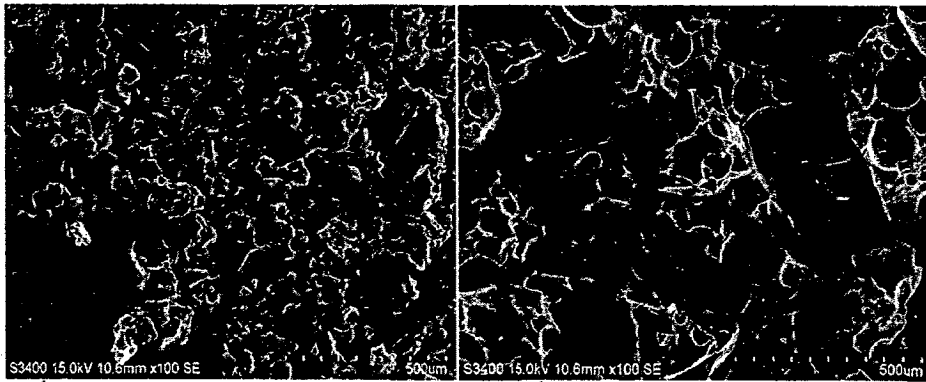
รูปที่ 4.5 ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ ($\square$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิเข้า 160 องศาเซลเซียส หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส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



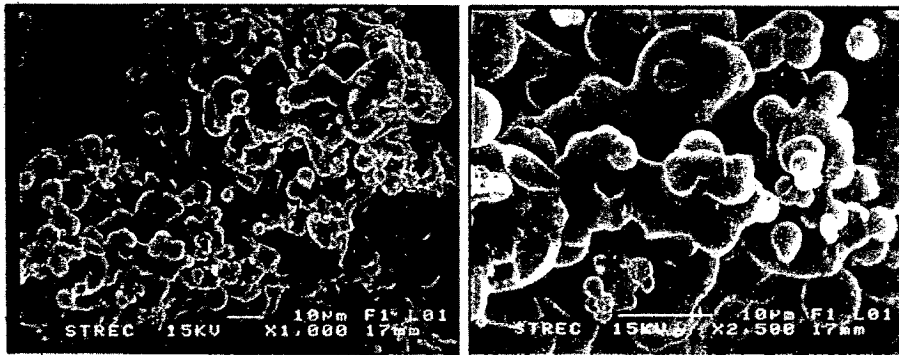
รูปที่ 4.6 การกระจายตัวของขนาดรูพรุนของ (□)วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิเข้า 160 องศา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



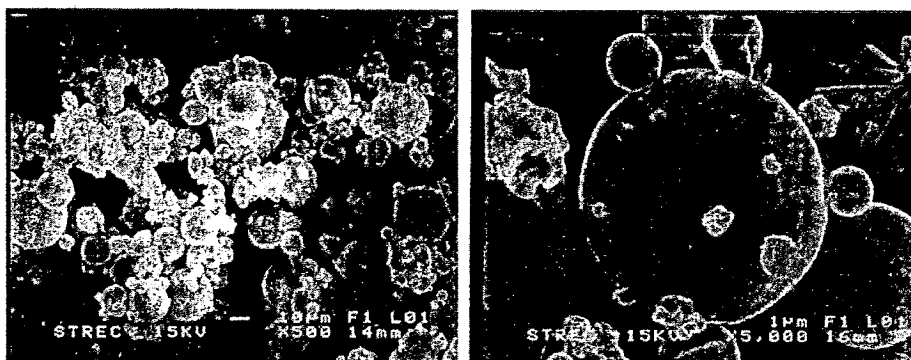
รูปที่ 4.7 ไอโซเทอร์มในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (Δ) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอย และของ (O) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอย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



รูปที่ 4.8 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุคาร์บอนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส หลังเผาให้เป็นคาร์บอนที่ 800 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.9 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิขาเข้า 160 องศาเซลเซียส หลังเผาให้เป็นคาร์บอนที่ 800 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.10 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิขาเข้า 160 องศาเซลเซียส หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส

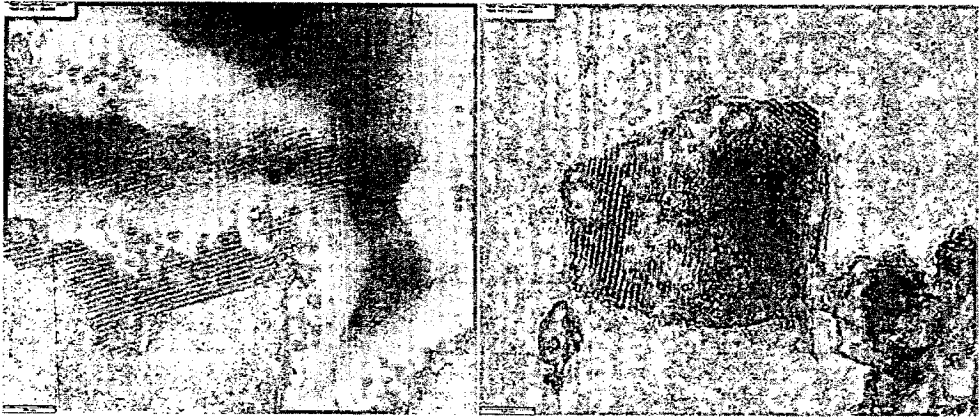
4.3 ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิขาเข้าที่ใช้ของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยที่มีผลต่อลักษณะและสมบัติรูพรุน

การทดลองในส่วนนี้จะทำการอบแห้งแบบพ่นฝอยรีไซเคิล-ฟอรัมอลดีไฮด์เจลที่เตรียมโดยใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้อุณหภูมิขาเข้าของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยที่ 160 และ 180 องศาเซลเซียสตามลำดับ เนื่องจากพบว่าเมื่อใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้มีคุณสมบัติรูพรุนที่ดี มีรูพรุนขนาดเมโซพอร์มากในโครงสร้าง ไอโซเทอร์มการดูดซับ-คายซับไนโตรเจนที่ -196 องศาเซลเซียสของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิขาเข้าต่างกันแสดงไว้ดังรูปที่ 4.12 กระจายตัวของขนาดรูพรุนของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิขาเข้าต่างกันแสดงไว้ดังรูปที่ 4.13 และค่าลักษณะสมบัติรูพรุนแสดงไว้ในตารางที่ 4.3 เมื่อพิจารณาสมบัติรูพรุนพบว่าวัสดุคาร์บอนที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิขาเข้าของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยที่ 160 องศาเซลเซียส มีพื้นที่ผิว 275 ตารางเมตรต่อกรัม มีขนาดรัศมีรูพรุน 3.09 นาโนเมตร และมีปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.32 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม วัสดุคาร์บอนที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิขาเข้าของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยที่ 180 องศาเซลเซียส มีพื้นที่ผิว 467 ตารางเมตรต่อกรัม มีขนาดรัศมีรูพรุน 2.38 นาโนเมตร และมีปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.42 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนแล้วพบว่า วัสดุคาร์บอนที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียสจะมีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนมากที่สุด เมื่อพิจารณาการกระจายขนาดรัศมีรูพรุนในช่วงเมโซพอร์ พบว่าเส้นกราฟการกระจายขนาดรัศมีรูพรุนในช่วงเมโซพอร์ของทั้งสองตัวอย่างมีลักษณะที่ค่อนข้างแคบ ซึ่งอาจบ่งชี้ได้ว่าคาร์บอนที่ทำการสังเคราะห์เป็นวัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบเมโซที่มีการจัดเรียงตัวแบบเป็นระเบียบและมีการกระจายรูพรุนที่สม่ำเสมอ โดยเมื่อพิจารณาเปรียบเทียบระหว่างวัสดุคาร์บอนที่ทำการสังเคราะห์โดยไม่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอย (bulk) และวัสดุคาร์บอนที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยแล้วพบว่าวัสดุคาร์บอนที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยมีขนาดรัศมีรูพรุนใหญ่กว่าวัสดุคาร์บอนที่ทำการสังเคราะห์โดยไม่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอย (bulk) ซึ่งอาจอธิบายได้ว่าเมื่อนำสารละลายรีไซเคิล-ฟอรัมอลดีไฮด์เจลไปผ่านกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย โครงสร้างโมเลกุลของเจลจะได้รับความร้อนที่ค่อนข้างสูงจึงส่งผลให้โมเลกุลในโครงสร้างของเจลเกิดช่องว่างขึ้น ทำให้เจลมีขนาดรัศมีรูพรุนที่ใหญ่กว่าการเตรียมเจลแบบ bulk และจากการพิจารณาภาพถ่าย TEM ของวัสดุ

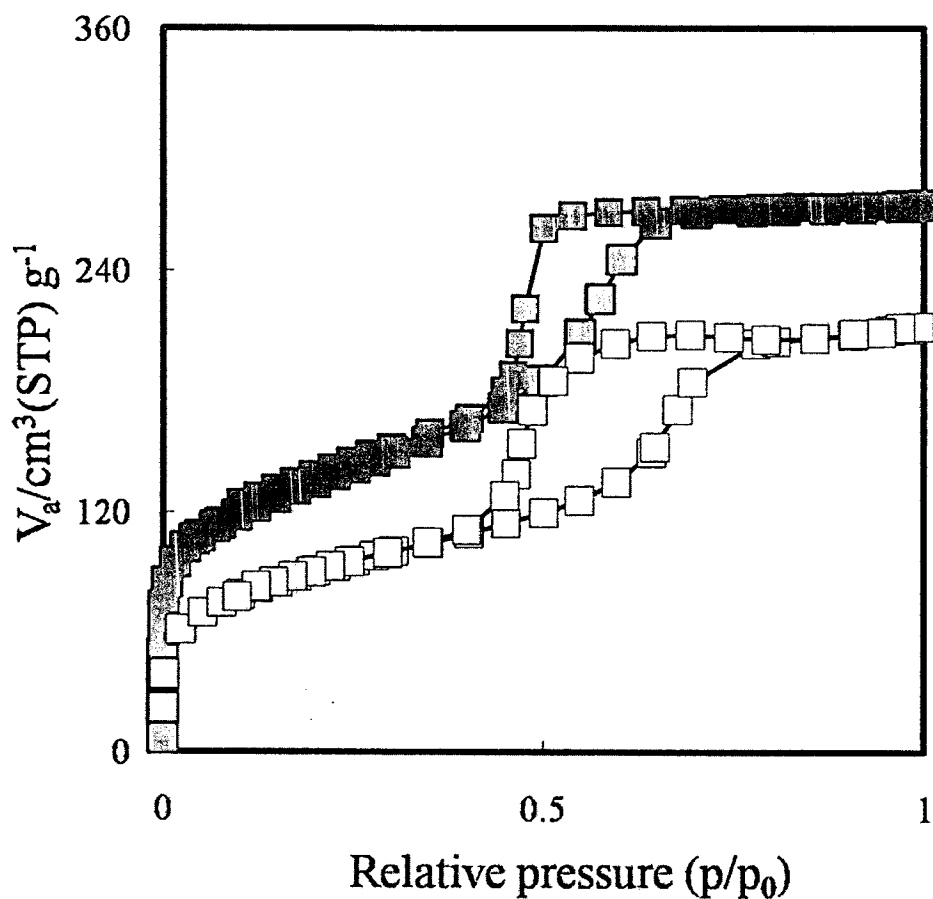
คาร์บอนที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียสหลังการเผาให้เป็นคาร์บอนในรูปที่ 4.11 พบว่า ช่องว่างระหว่างรูพรุนมีการจัดเรียงตัวเป็นโครงสร้างแบบหกเหลี่ยม (Hexagonal structure) และมีการจัดเรียงตัวของรูพรุนอย่างเป็นระเบียบซึ่งสอดคล้องกับภาพ TEM ของวัสดุคาร์บอนรูพรุนในงานวิจัยของ Jin และคณะในปี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

ตารางที่ 4.3 แสดงลักษณะสมบัติรูพรุนของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิเข้าต่างกัน

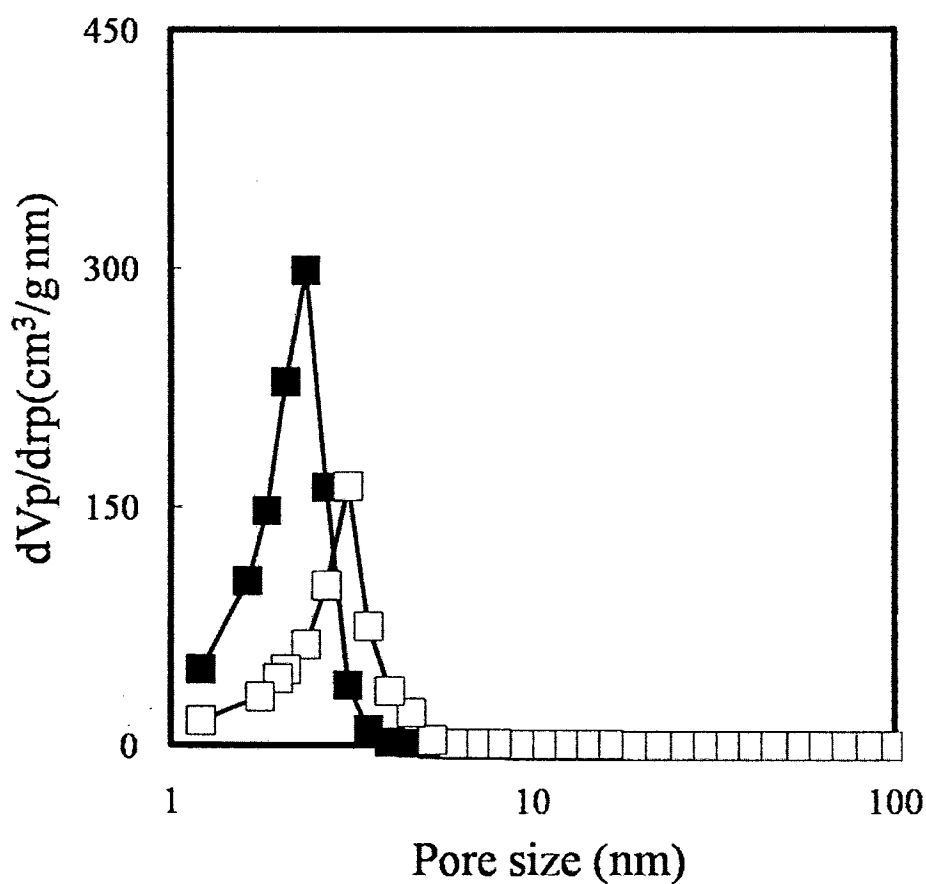
ตัวอย่าง	อุณหภูมิเข้า (องศาเซลเซียส)	พื้นที่ผิว (ตารางเมตรต่อกรัม)	ปริมาตรรูพรุน (ลูกบาศก์เซนติเมตร ต่อกรัม)	รัศมีรูพรุน (นาโนเมตร)
C-HCl-160	160	275	0.32	3.09
C-HCl-180	180	467	0.42	2.38



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



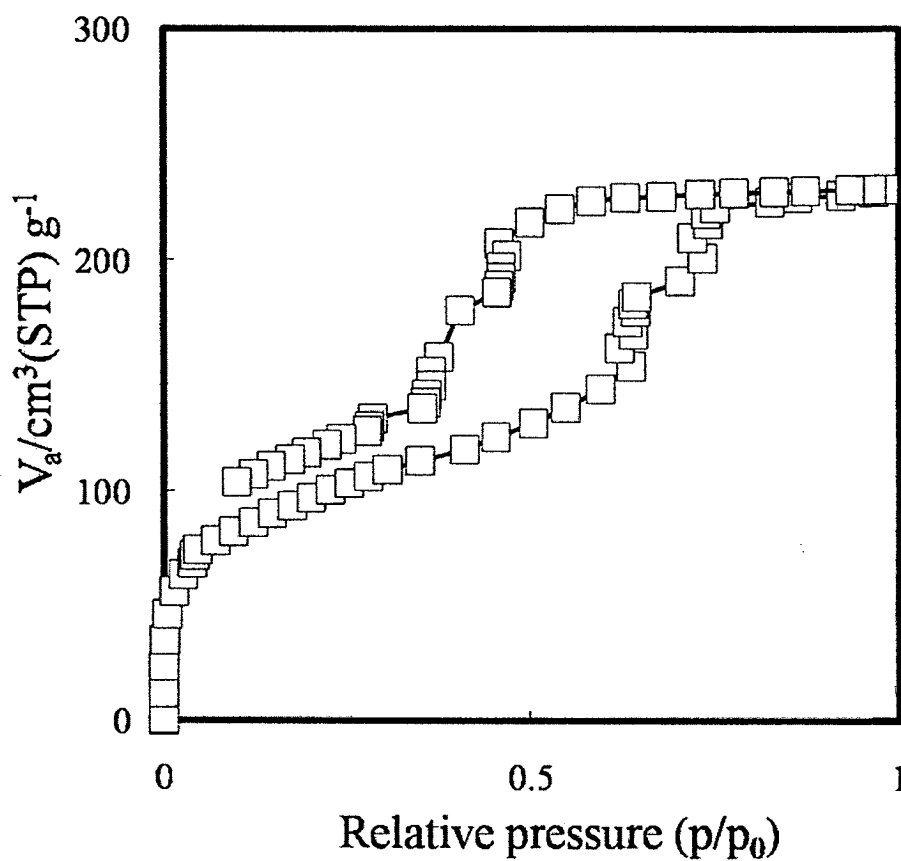
รูปที่ 4.13 การกระจายตัวของขนาดรูพรุนของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิเข้า 160 องศาเซลเซียส และ (■) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิเข้า 180 องศาเซลเซียส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

4.4 อิทธิพลของค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์ ที่มีต่อไอโซเทอร์มการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน และลักษณะสมบัติรูพรุน

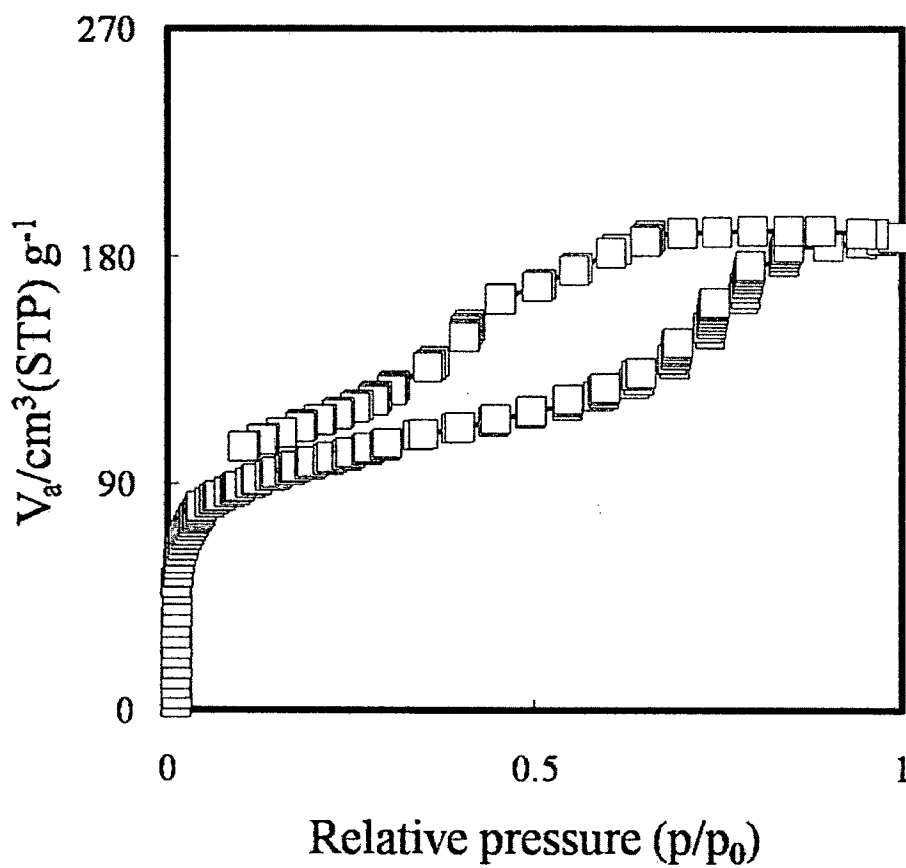
การสังเคราะห์วัสดุคาร์บอนที่มีลักษณะรูปร่างที่แตกต่างกันนั้น สามารถทำได้โดยมีหลายปัจจัยที่เป็นตัวกำหนด เช่น ลักษณะของสารตั้งต้น เงื่อนไขที่ใช้ในการสังเคราะห์ วิธีการอบแห้ง และตัวแปรที่สำคัญอีกอย่างหนึ่งก็คือ ความเป็นกรด-ด่างของสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์ เมื่อพิจารณาผลการทดลองข้างต้นจะเห็นได้ว่าเมื่อใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ($\text{pH} = 1.41$) วัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จะมีพื้นที่ผิวสูง และมีรูพรุนแบบเมโซ แต่อนุภาคที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยมีลักษณะเกาะกันเป็นก้อน เมื่อใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ($\text{pH} = 11.26$) อนุภาคที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยมีลักษณะเป็นทรงกลม แต่พื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนมีค่าต่ำ ดังนั้นเพื่อพัฒนาสมบัติรูพรุนของคาร์บอนจึงได้ทำการทดลองโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาสองชนิดผสมกันระหว่างกรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยในการเตรียมสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์จะใส่กรดไฮโดรคลอริกลงไปในการละลายก่อนเพื่อเป็นตัวนำให้เกิดการสลายโซลอย่างสมบูรณ์ หลังจากนั้นทำการปั่นกวสสารละลายเป็นเวลา 72 ชั่วโมงแล้วจึงเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เพื่อเป็นการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย ซึ่งสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์จะถูกเติมลงไปเพื่อทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง สำหรับการเกิดปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชัน แต่ในความจริงแล้วโซเดียมไฮดรอกไซด์ไม่ได้ทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอย่างที่ถูกลกล่าวถึง 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-ฟอร์มอลดีไฮด์และลักษณะสมบัติรูพรุนของคาร์บอนที่ทำการสังเคราะห์ที่เงื่อนไขต่าง ๆ

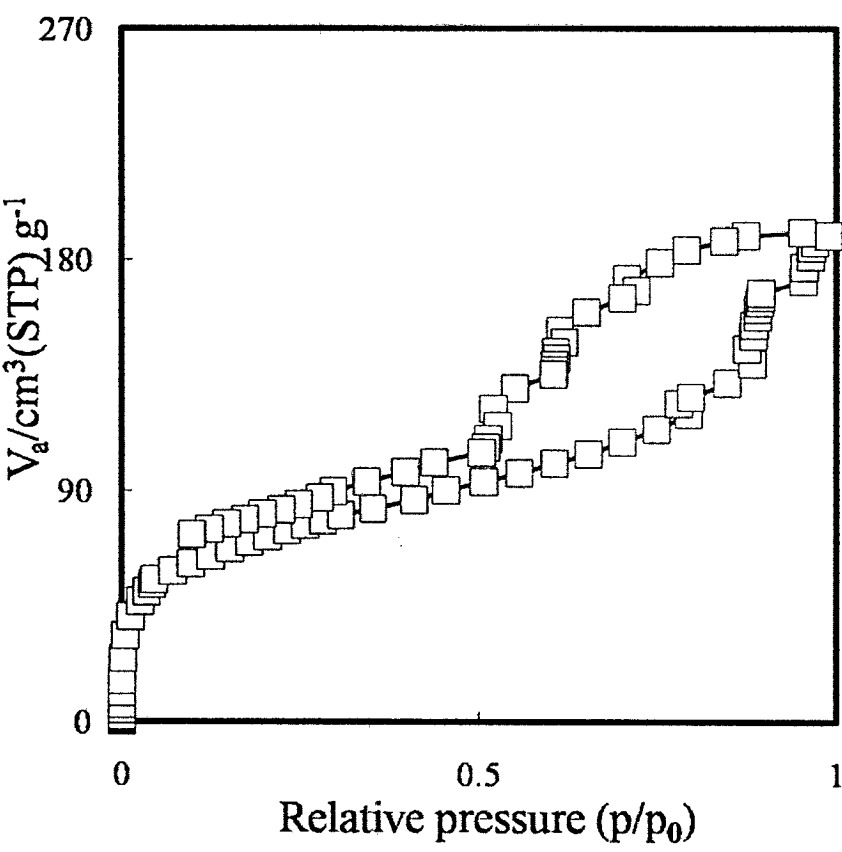
เงื่อนไขในการ สังเคราะห์	ค่าความเป็น กรด-ด่าง	พื้นที่ผิว (ตารางเมตรต่อ กรัม)	รัศมีรูพรุน (นาโนเมตร)	ปริมาตรรูพรุน (ลูกบาศก์ เซนติเมตรต่อกรัม)
C-HCl	1.41	277	1.64	0.29
C-HN-1	1.59	341	1.85	0.31
C-HN-2	1.61	264	1.64	0.20
C-HN-3	1.89	216	2.1	0.25
C-HN-4	2.41	328	2.1	0.20
C-HN-5	4.22	6	-	0.006
C-HN-5.5	6.69	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



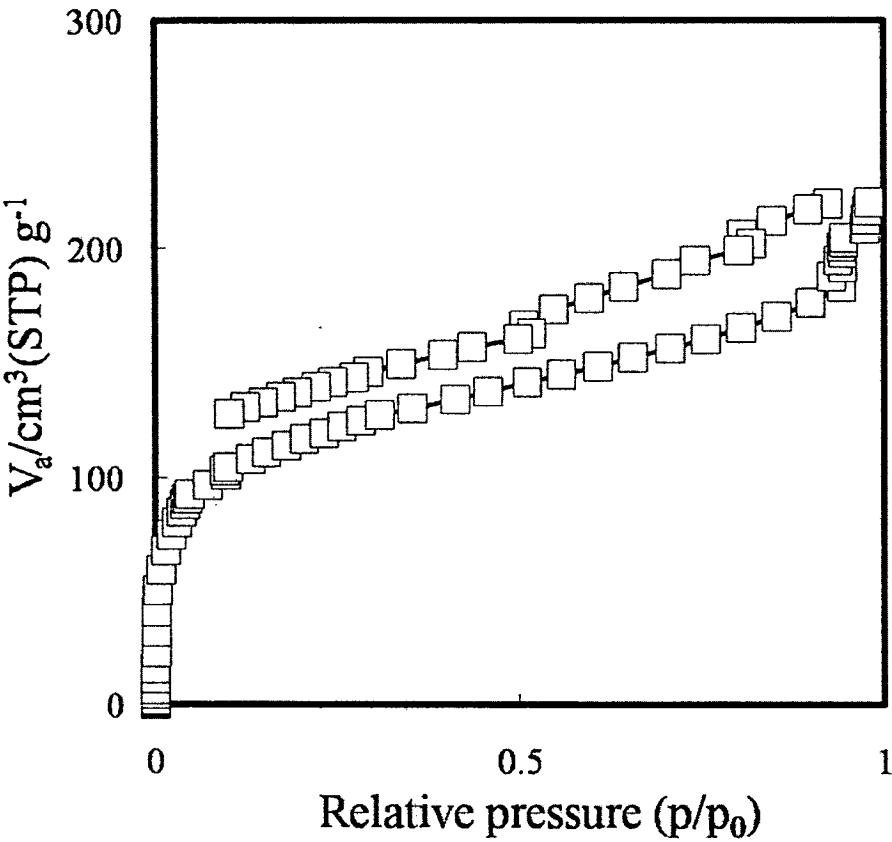
รูปที่ 4.14 ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ ($\square$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 1 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



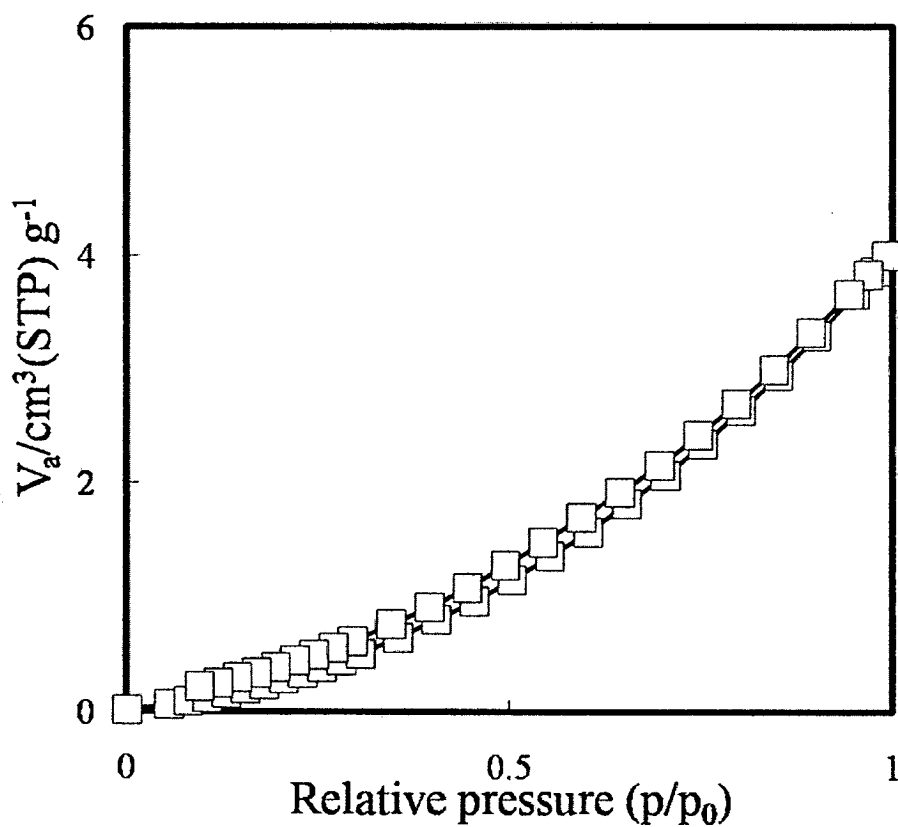
รูปที่ 4.15 ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ ($\square$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 2 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



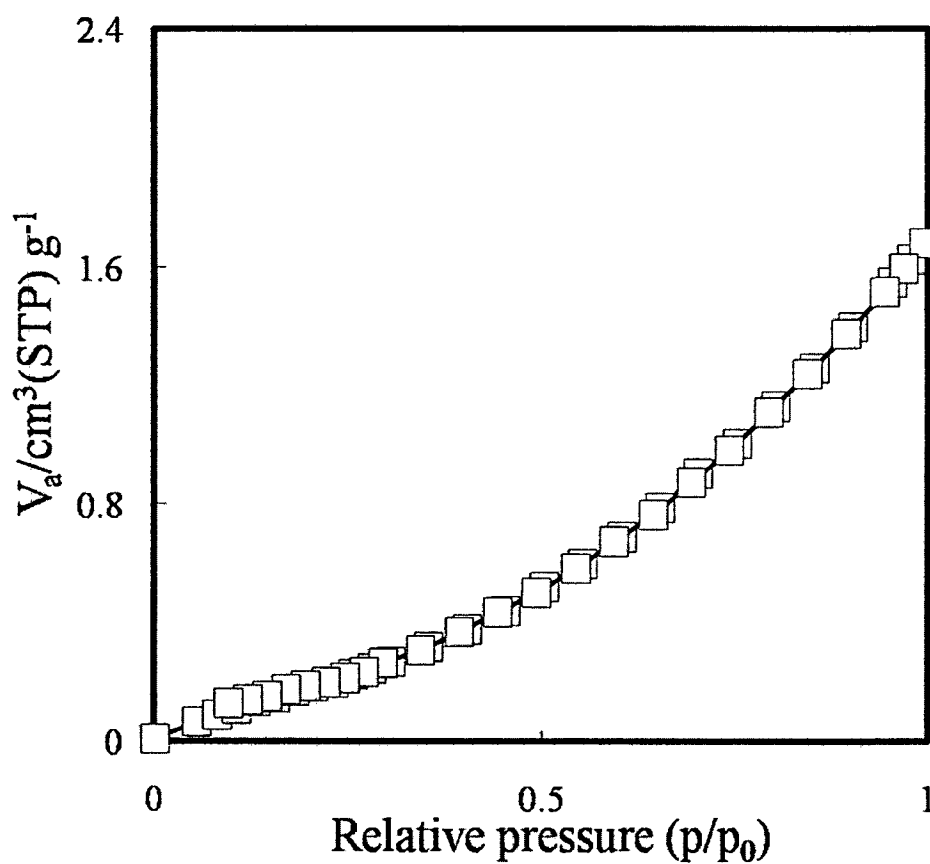
รูปที่ 4.16 ไอโซเทอร์มในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 3 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



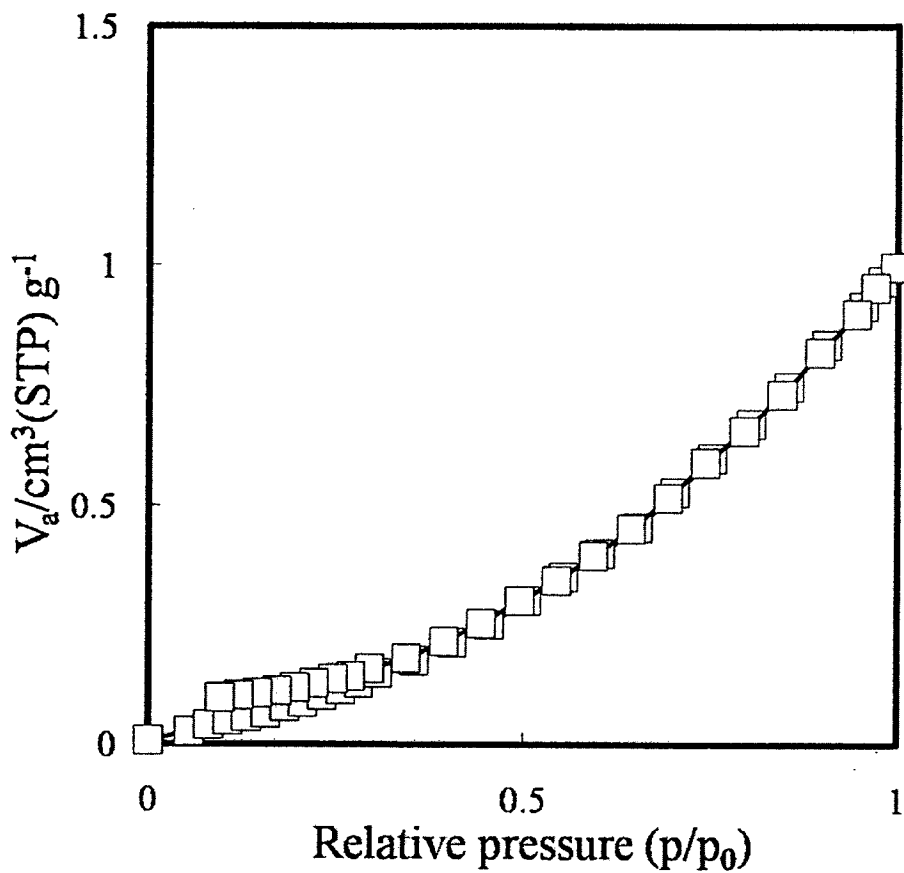
รูปที่ 4.17 ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 4 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



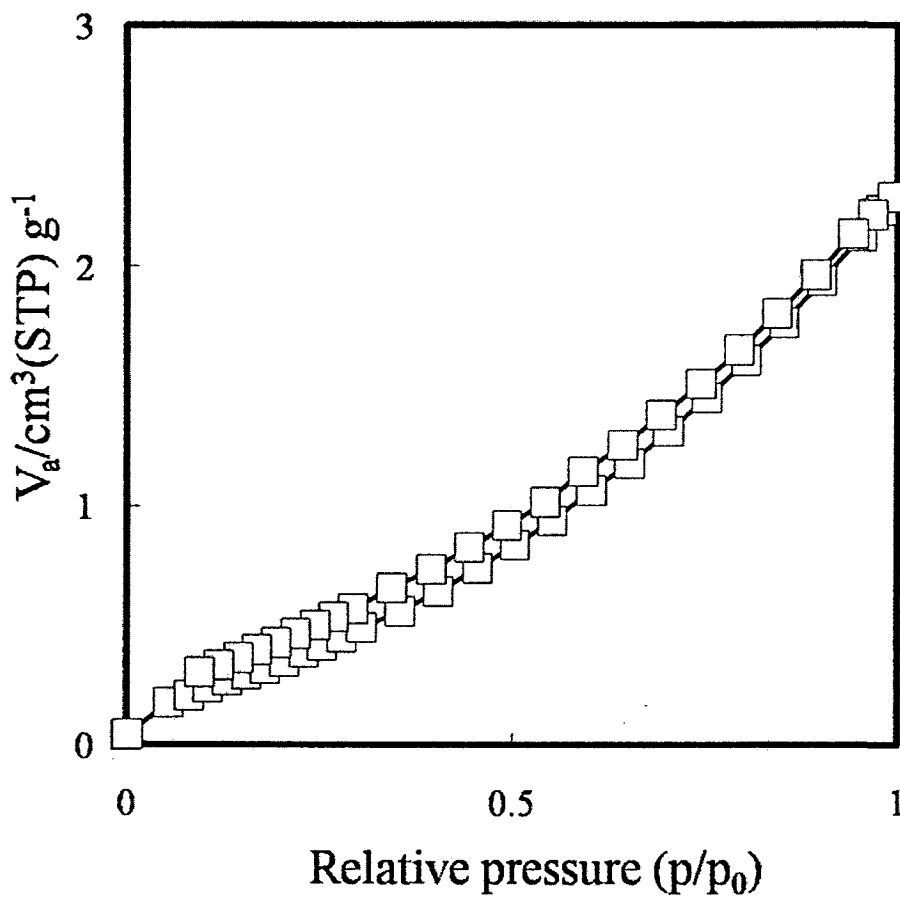
รูปที่ 4.18 ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ ($\square$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 5 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



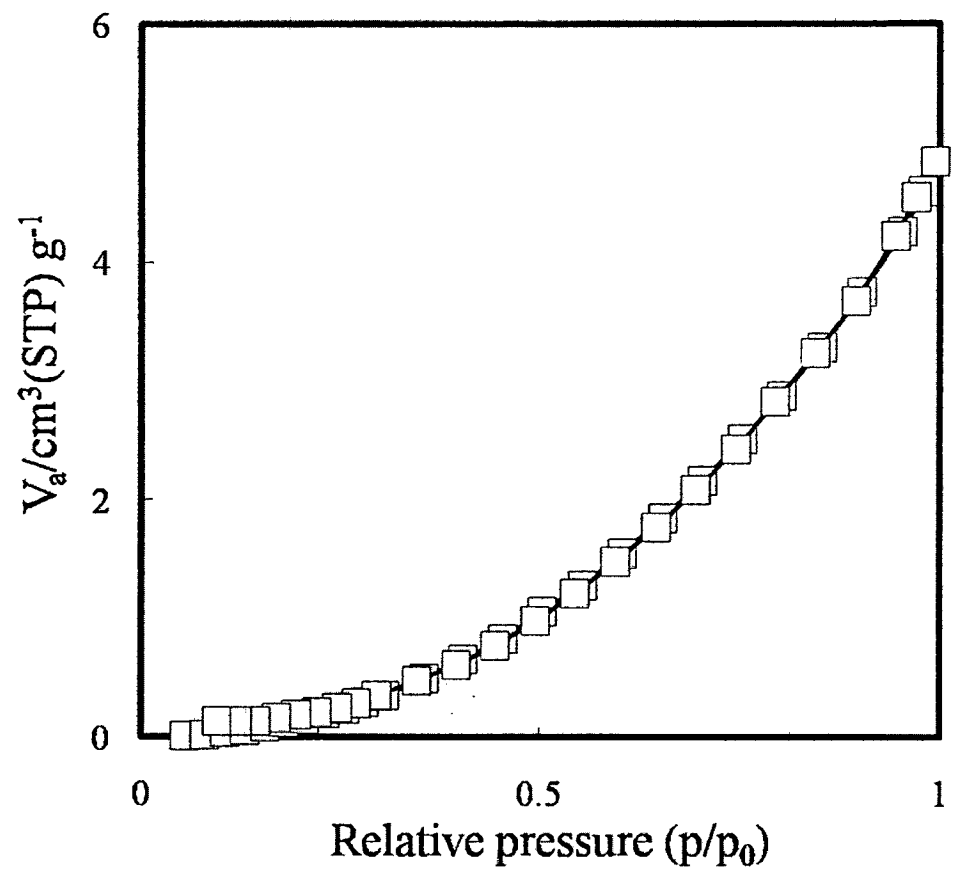
รูปที่ 4.19 ไอโซเทอร์มในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ ($\square$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 5.5 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



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 ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-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 (□) 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) และมีค่ามากที่สุด (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-ฟอร์มอลดีไฮด์ที่โอบล้อมพลูโรนิค F127 นั้นแตกต่างกัน จึงทำให้โครงสร้างของรูพรุนถูกทำลายหรือเปลี่ยนไปจากเดิมได้ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Bloor และคณะในปี 1970 ที่ได้ทำการศึกษาอิทธิพลของค่าความเป็นกรด-ด่างที่ส่งผลต่อการฟอร์มไมเซลของสารลดแรงตึงผิวชนิดไร้ประจุ ซึ่งพบว่าการฟอร์มไมเซลของสารลดแรงตึงผิวจะลดลงเมื่อค่าความเป็นกรด-ด่างมีค่าสูงขึ้น โดยในผลการศึกษาต่อไปจึงจะทำการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของวัสดุคาร์บอนเพื่อตรวจหาฟีกของหมู่ฟังก์ชันหลักในโครงสร้างที่ปรากฏ

4.5 ศึกษาหมู่ฟังก์ชันของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล

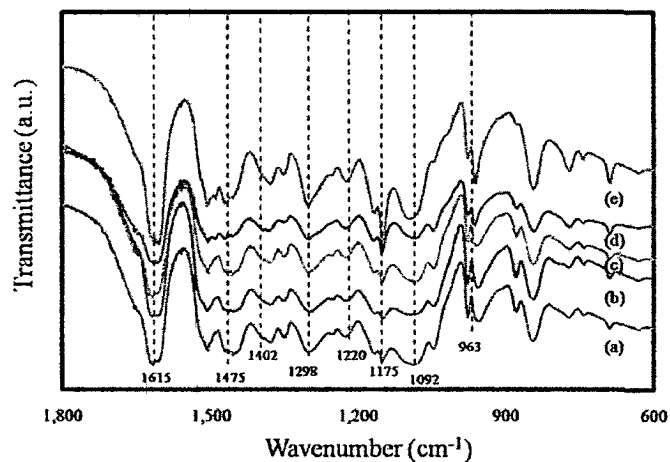
4.5.1 ศึกษาหมู่ฟังก์ชันของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างชนิดกัน

ในการทดลองนี้จะทำการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของรีโซซินอล-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 -) คำนวณได้จากความสูงของพีกเมทิลีน (CH_2 -)หารด้วยความสูงของพีกวงแหวนแอโรเมติก และ signal ratio ของพันธะเมทิลีนอีเทอร์ ($\text{CH}_2\text{-O-CH}_2$) คำนวณได้จากความสูงของพีกเมทิลีนอีเทอร์ ($\text{CH}_2\text{-O-CH}_2$) หารด้วยความสูงของพีกวงแหวนแอโรเมติก โดยในการคำนวณจะใช้ความสูงของพีกวงแหวนแอโรเมติกเป็นตัวส่วนเนื่องจากมีค่าคงที่ 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 (CH₂-O-CH₂) จะพบที่แถบคลื่น 1220 และ 1092 ต่อลูกบาศก์เซนติเมตร โดยพันธะเมทิลีนอีเทอร์ (CH₂-O-CH₂) นั้นเป็นการเชื่อมต่อกันระหว่างวงแอรอเมติก เนื่องมาจากปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชันของรีโซซินอลด้วยฟอร์มอลดีไฮด์ ตารางที่ 4.5 แสดงช่วงเลขคลื่นของแถบการสั่นของหมู่ฟังก์ชันในรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล และรูปที่ 4.24, 4.25 และ 4.26 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน และเมทิลีนอีเทอร์ ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอรอเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริก โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาตามลำดับ

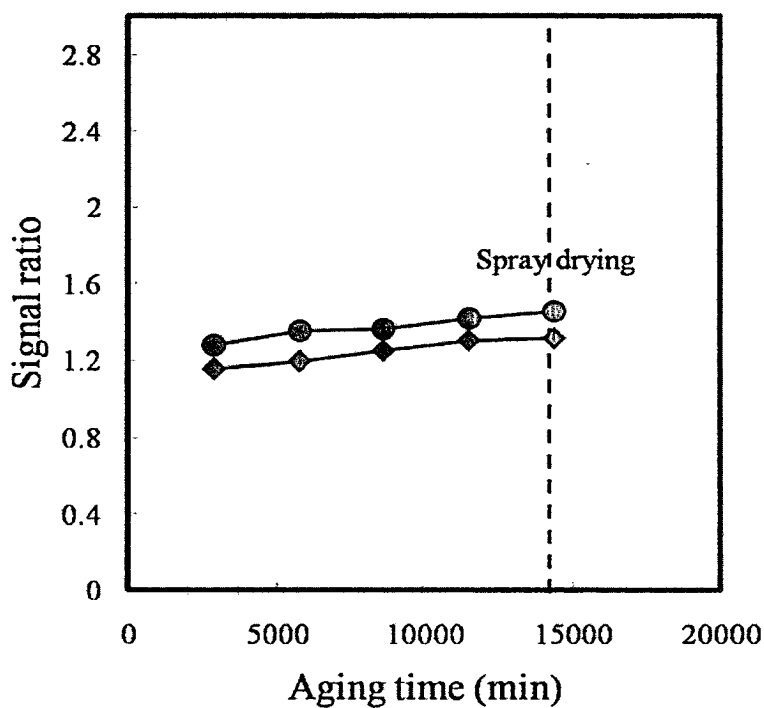
ตารางที่ 4.5 แสดงช่วงเลขคลื่นของแถบการสั่นของหมู่ฟังก์ชันในรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล ((Pekala และคณะ, 1989), (Caballero และคณะ, 2008), (Elsayed และคณะ, 2007), (Li และคณะ, 2001))

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

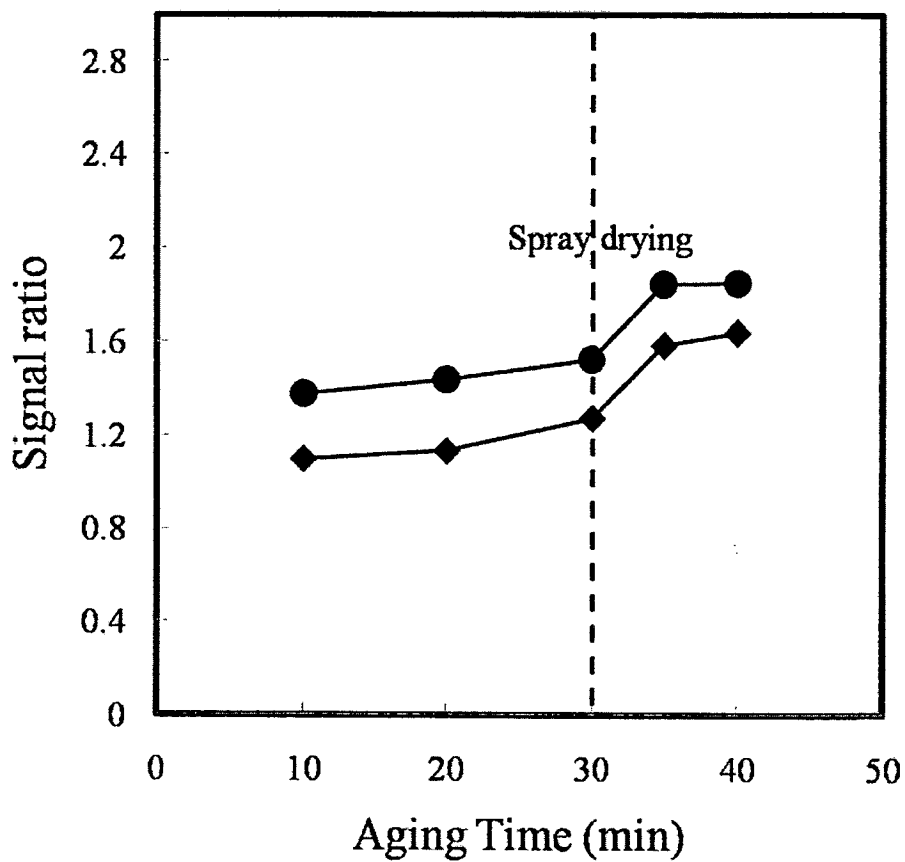


รูปที่ 4.23 แสดง FT-IR สเปกตรัมของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ผ่านการบ่มสาร (aging)

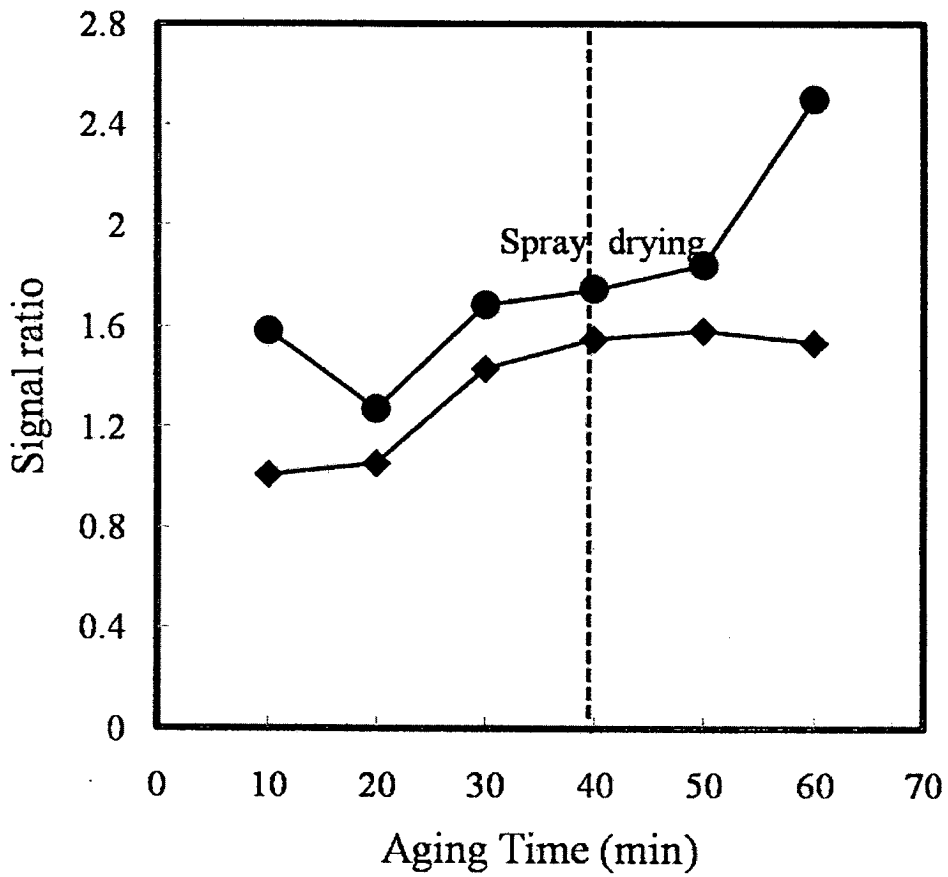
(a), 2 วัน (b), 4 วัน (c), 6 วัน (d), 8 วัน และ (e), 10 วัน



รูปที่ 4.24 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและทำการบ่ม (aging) เป็นเวลา 10 วัน (ค่าความเป็นกรด - ต่าง = 1.41)



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

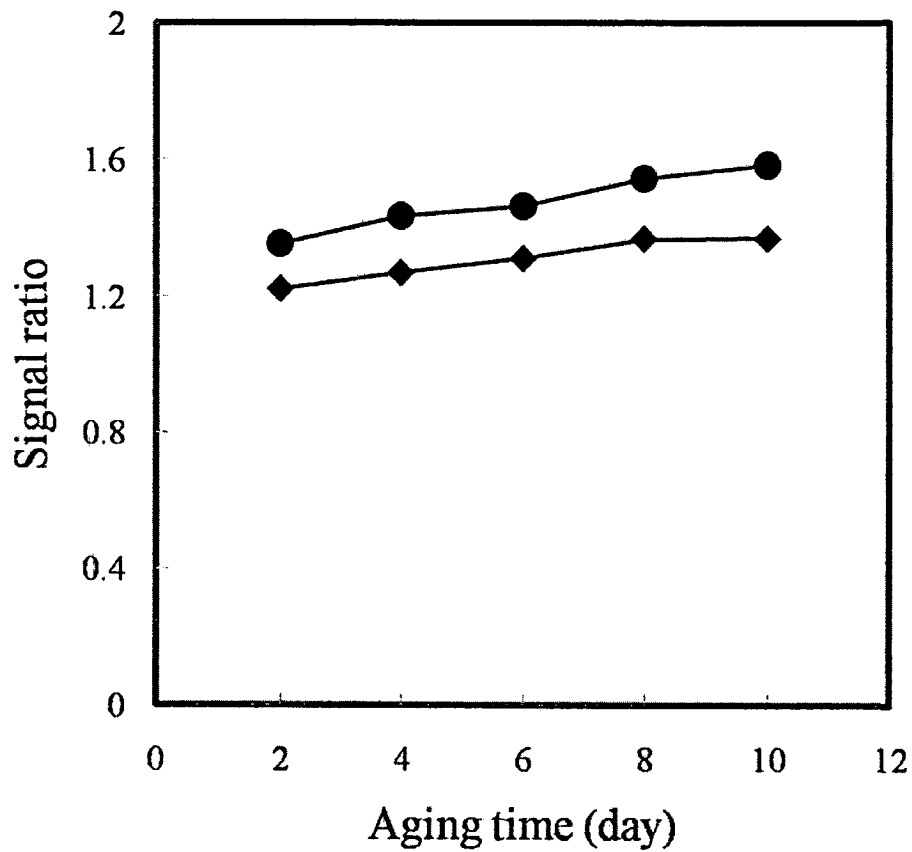


รูปที่ 4.26 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยเวลาที่สารละลายกลายเป็นเจลอยู่ที่ 60 นาที (ค่าความเป็นกรด - ต่าง = 11.26)

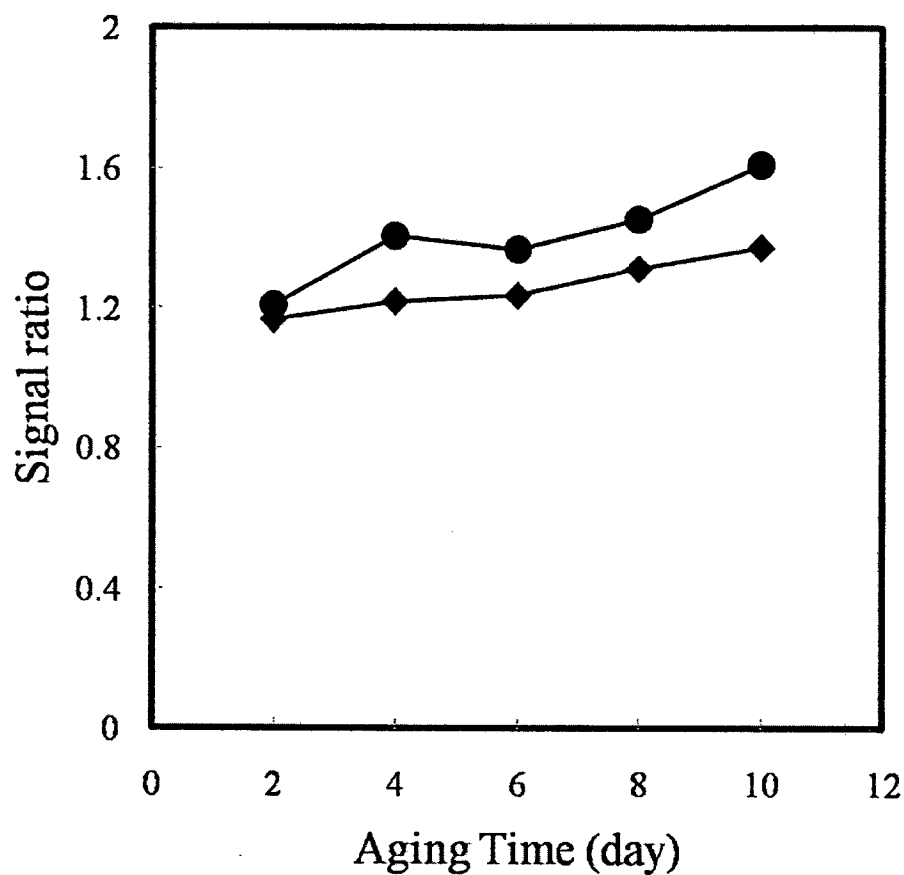
รูปที่ 4.24, 4.25 และ 4.26 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีนและเมทิลีนอีเทอร์ของ รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลต่อเวลาที่ใช้ในการบ่ม (Aging) เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างกัน ซึ่งเมื่อพิจารณาแล้วพบว่ากรณีใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ปริมาณเมทิลีน และเมทิลีนอีเทอร์ จะมีค่าเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ จนเกือบคงที่เมื่อทำการบ่ม (aging) เป็นระยะเวลา 10 วัน กรณีใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่าปริมาณเมทิลีน และเมทิลีนอีเทอร์มีค่าเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ และเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วในนาที่ที่ 30 – 40 ซึ่งเป็นเวลาที่ใช้การฟอร์มเจลของสารละลาย ดังนั้นเมื่อเข้าใกล้เวลาดังกล่าวหมู่เมทิลีนและเมทิลีนอีเทอร์จะมาเชื่อมต่อกัน (cross-linking) และรวมตัวกันเป็นกลุ่มเพื่อฟอร์มเจลนั่นเอง เช่นเดียวกันกับกรณีใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ ปริมาณเมทิลีน และเมทิลีนอีเทอร์มีค่าเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ และสูงสุดเมื่อถึงเวลาที่สารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์จะกลายเป็นเจล เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบ FTIR signal ratios ของเมทิลีน และเมทิลีนอีเทอร์เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างกัน พบว่าปริมาณเมทิลีนและเมทิลีนอีเทอร์ของรีโซซินอล - ฟอร์มอลดีไฮด์เจลก่อนนำไปทำการอบแห้งแบบพ่นฝอยเมื่อใช้โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีปริมาณเมทิลีนและเมทิลีนอีเทอร์มากกว่าเมื่อใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาถึงแม้ว่าเวลาที่ใช้ในการบ่มสารจะมีค่าน้อยกว่าก็ตาม ซึ่งมีสาเหตุมาจากกรณีใช้โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เมื่อสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์กลายเป็นเจลแล้วเจลที่ได้จะมีลักษณะเป็นของแข็ง ซึ่งแสดงว่าพันธะที่มาเชื่อมต่อกันมีลักษณะโครงร่างแหที่แข็งแรงมากกว่ากรณีใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่เมื่อเกิดเป็นเจลแล้วเจลที่ได้จะมีลักษณะเป็นของเหลว ซึ่งอาจเป็นสาเหตุที่ทำให้เมื่อนำเจลไปผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอย อนุภาคที่ได้จึงมีลักษณะรวมกันเป็นก้อน แต่เมื่อทำการอบแห้งแบบพ่นฝอยเจลที่ใช้ต่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งมีโครงร่างแหที่แข็งแรงมากกว่า อนุภาคที่ได้จะมีลักษณะเป็นทรงกลมนั่นเอง

4.5.2 ศึกษาอิทธิพลของค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายรีไซเคิล-ฟอร์มอลดีไฮด์ที่มีผลต่อหมู่ฟังก์ชันของรีไซเคิล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล

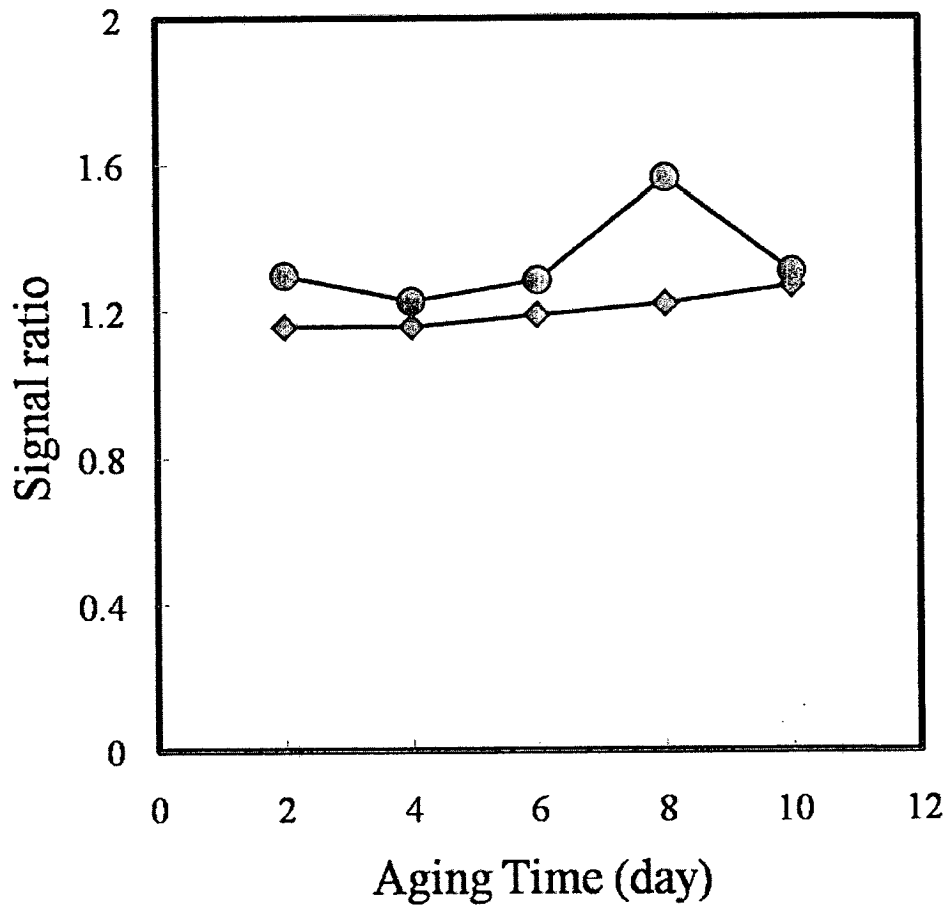
จากการทดลองข้างต้นเมื่อใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ผสมกันเพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยานั้น เมื่อพิจารณารูปร่างลักษณะไอโซเทอร์มดังรูปที่ 4.14 - 4.22 พบว่าเมื่อค่าความเป็นกรด - ด่างมีค่าอยู่ในช่วง 1.59 – 2.41 รูปร่างลักษณะไอโซเทอร์มที่ได้จัดอยู่ใน Type IV ซึ่งบ่งบอกว่ามีรูพรุนในช่วงเมโซพอร์ภายในโครงสร้างซึ่งได้แก่วัสดุคาร์บอนที่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาตร 1,2,3 และ 4 มิลลิลิตรตามลำดับ แต่เมื่อความเป็นกรด-ด่างมีค่าเพิ่มสูงมากขึ้น (ความเป็นกรด-ด่างมีค่ามากกว่าหรือเท่ากับ 4.22) พบว่าคาร์บอนที่ทำการสังเคราะห์มีสมบัติความเป็นรูพรุนต่ำลง เมื่อพิจารณาลักษณะไอโซเทอร์มพบว่าเป็นวัสดุคาร์บอนที่มีความสามารถในการดูดซับที่ต่ำ ซึ่งบ่งบอกได้ว่าวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไม่มีรูพรุนหรือมีรูพรุนน้อยมาก ดังนั้นเพื่อพัฒนาสมบัติรูพรุนของคาร์บอนจึงได้ทำการทดลองโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาสองชนิดผสมกันระหว่างกรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยในการเตรียมสารละลายรีไซเคิล-ฟอร์มอลดีไฮด์จะได้กรดไฮโดรคลอริกลงไปในการละลายก่อนเพื่อเป็นตัวทำให้เกิดการสร้างโซลอย่างสมบูรณ์ 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



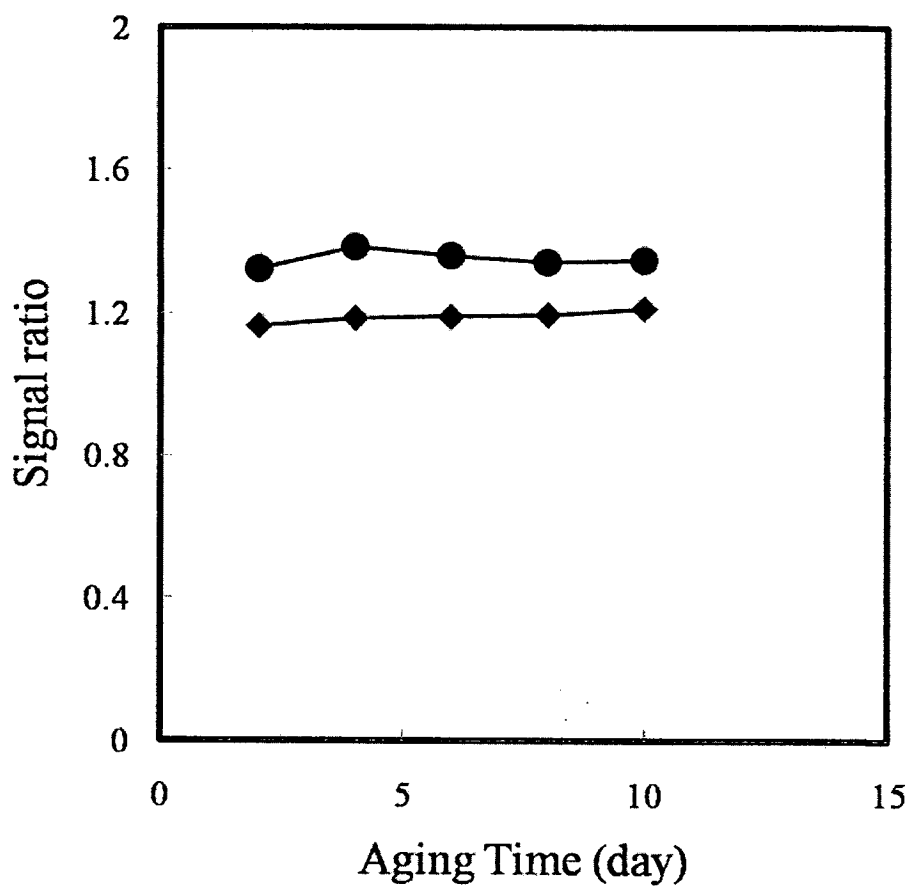
รูปที่ 4.27 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซทินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 1 มิลลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด - ต่าง = 1.59)



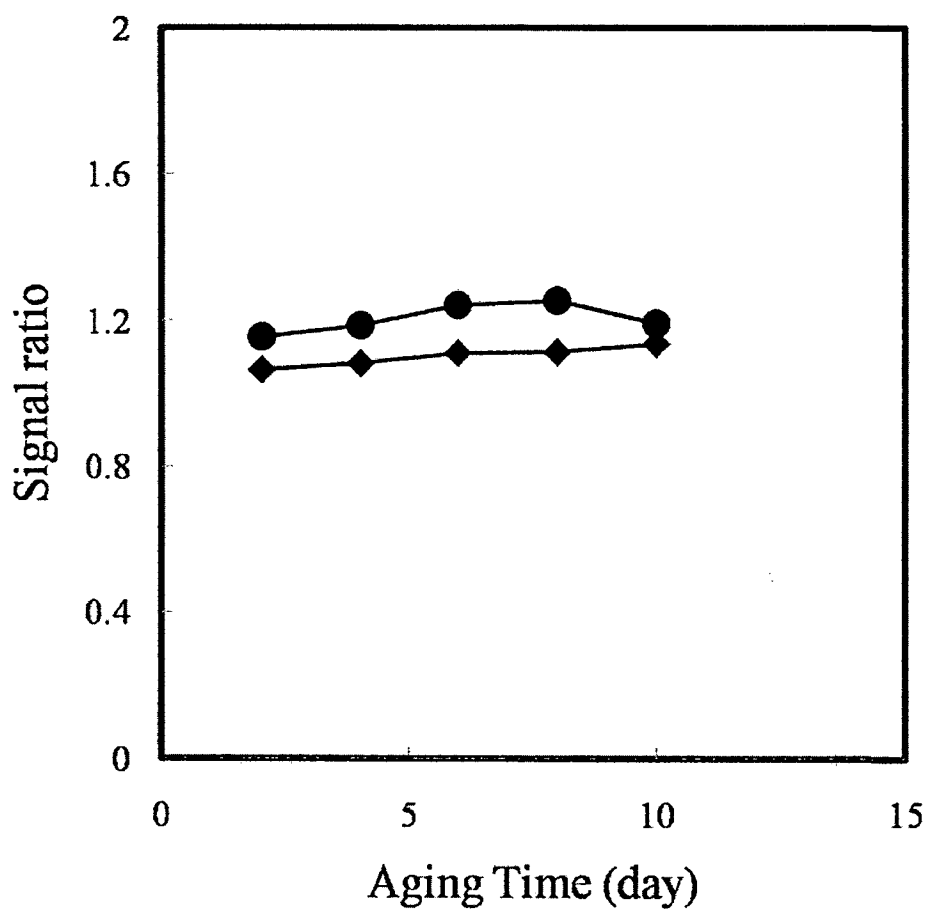
รูปที่ 4.28 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับบาง แหวนแอโรเมติกของรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 2 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา(ค่าความเป็นกรด - ด่าง = 1.61)



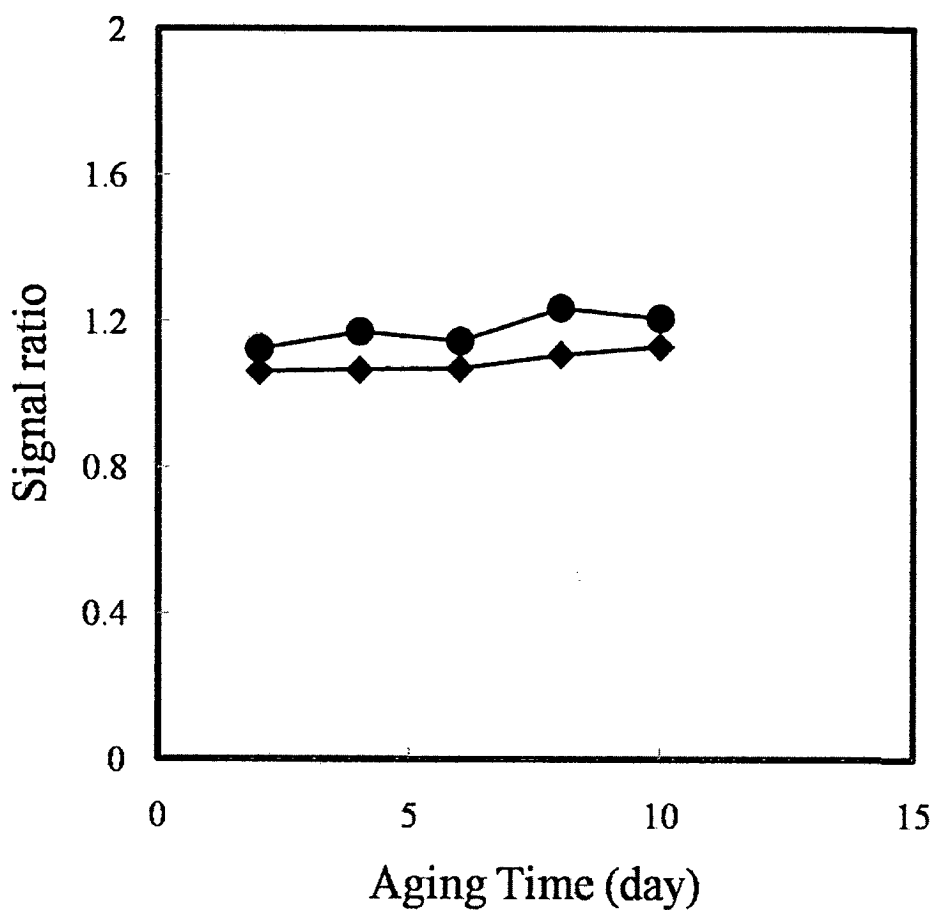
รูปที่ 4.29 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 3 มิลลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด - ด่าง = 1.89)



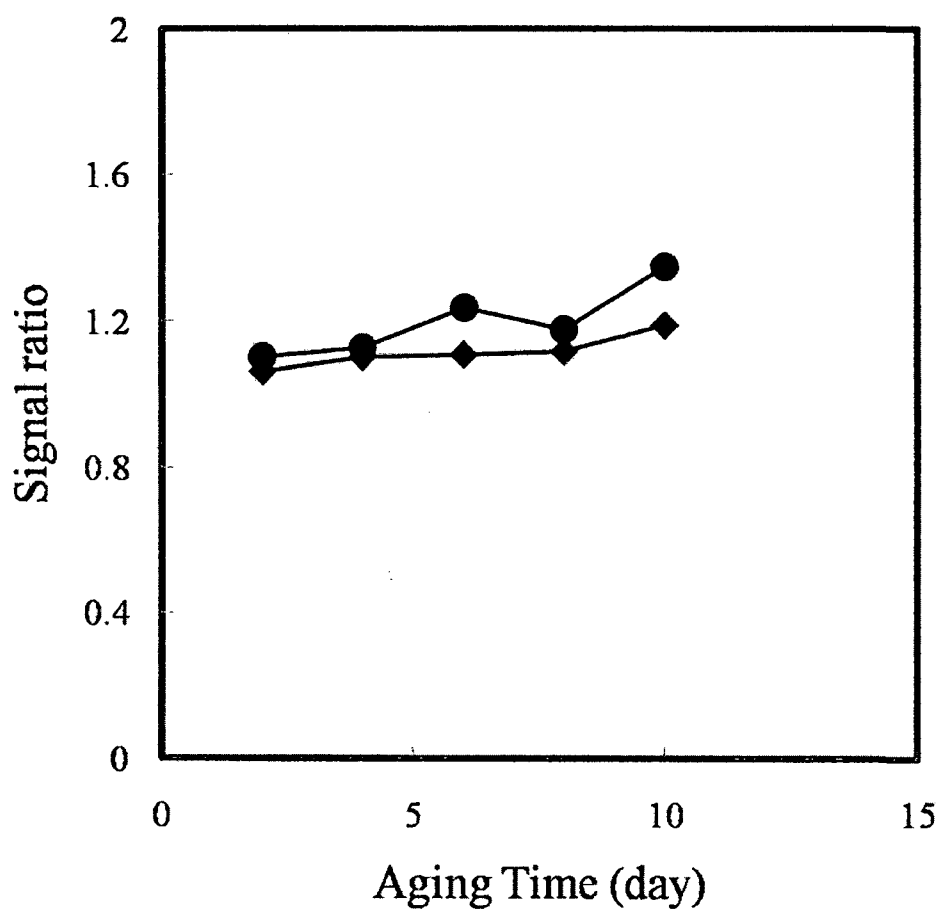
รูปที่ 4.30 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของวีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 4 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด - ค่าเบส = 2.41)



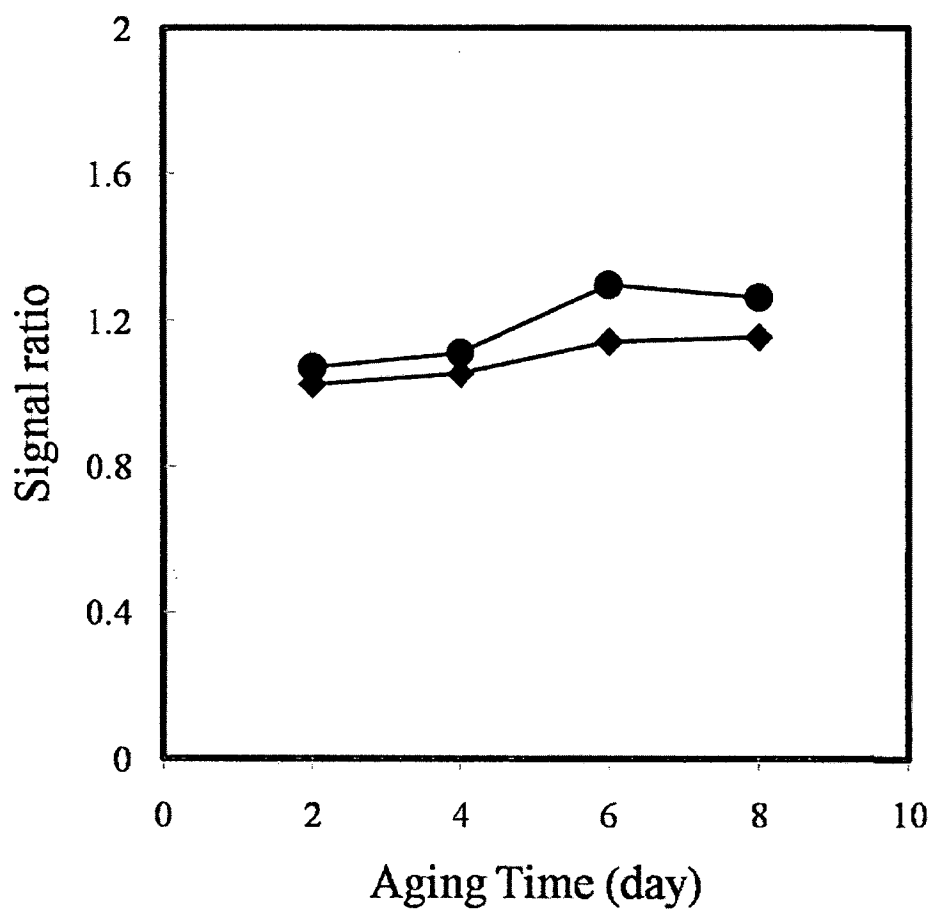
รูปที่ 4.31 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 5 มิลลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด - ด่าง = 4.22)



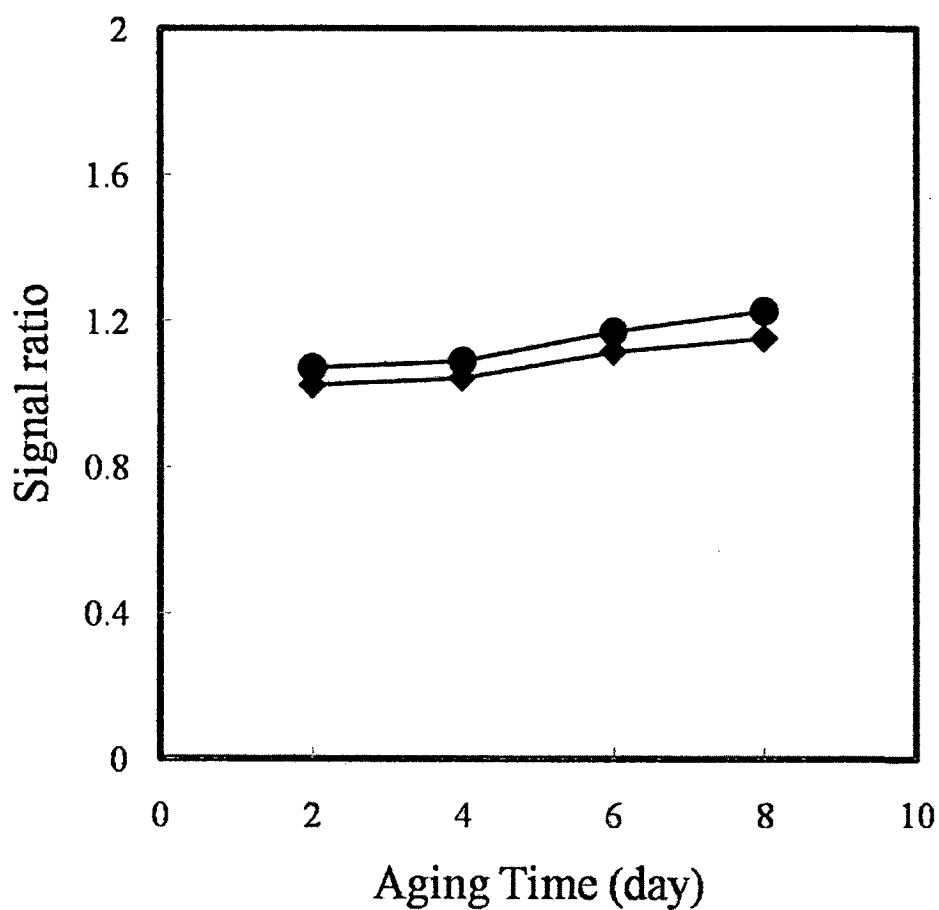
รูปที่ 4.32 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 5.5 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด - ด่าง = 6.69)



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 มิลลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด - ด่าง = 7.55)



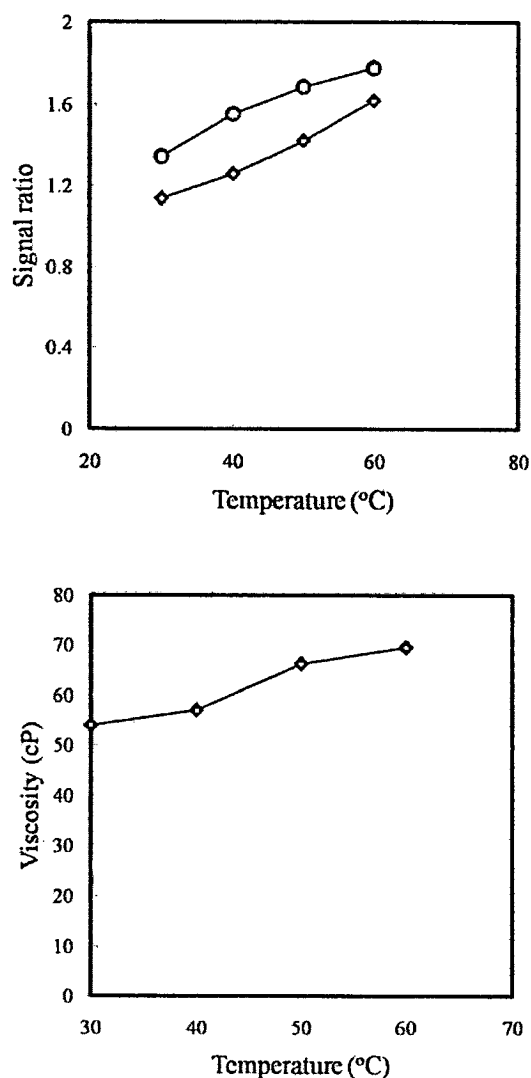
รูปที่ 4.35 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 8 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด - ด่าง = 8.24)

เมื่อพิจารณาปริมาณของเมทิลีนและเมทิลีนอีเทอร์พบว่าเมื่อค่าความเป็นกรด – ด่างมีค่าอยู่ในช่วง 1.59 – 2.41 ซึ่งได้แก่ รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 1,2,3 และ 4 มิลลิลิตรเป็นตัวเร่งปฏิกิริยานั้น จะมีปริมาณหมู่เมทิลีนและเมทิลีนอีเทอร์สูงกว่ารีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่มีค่าความเป็นกรด-ด่างมากกว่า 4.22 ขึ้นไปซึ่งได้แก่ รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 5,5.5,6,7 และ 8 มิลลิลิตรเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากไอโซเทอร์มการดูดซับ - คายซับในโตรเจน โดยอาจอธิบายได้ว่าเมื่อค่าความเป็นกรด - ด่างมีค่าเพิ่มสูงขึ้นอาจส่งผลให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาการควบแน่นแตกต่างกัน ดังนั้นทำให้เกิดโครงสร้างของพอลิเมอร์รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์ที่โอบล้อมฟลูโอรีน C 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

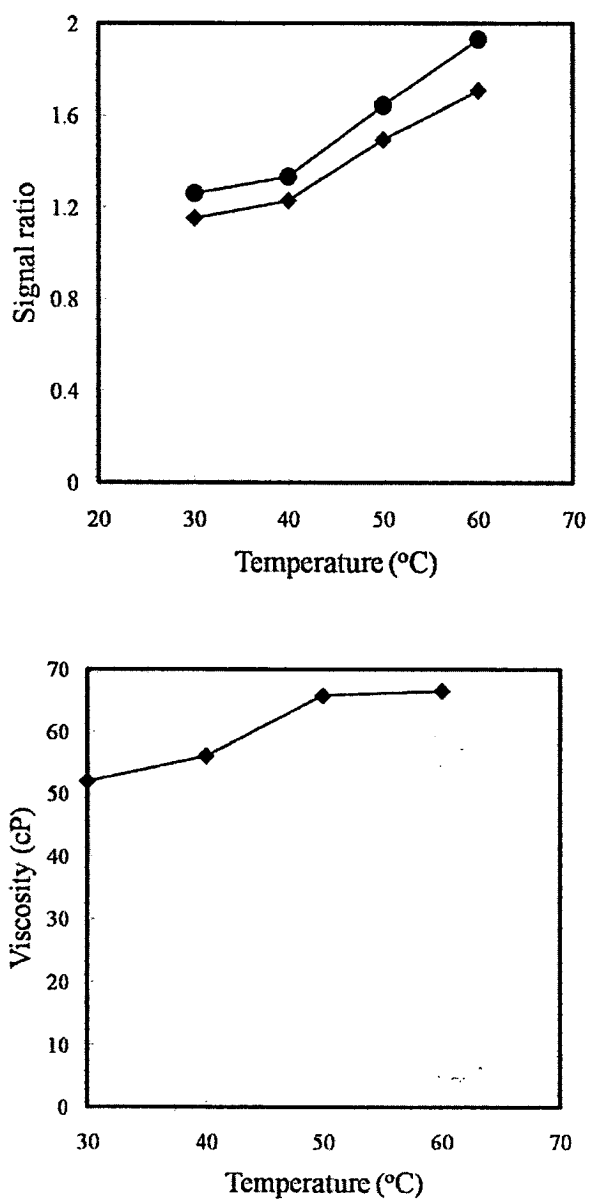
4.5.3 ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่มีผลต่อหมู่ฟังก์ชันของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล

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

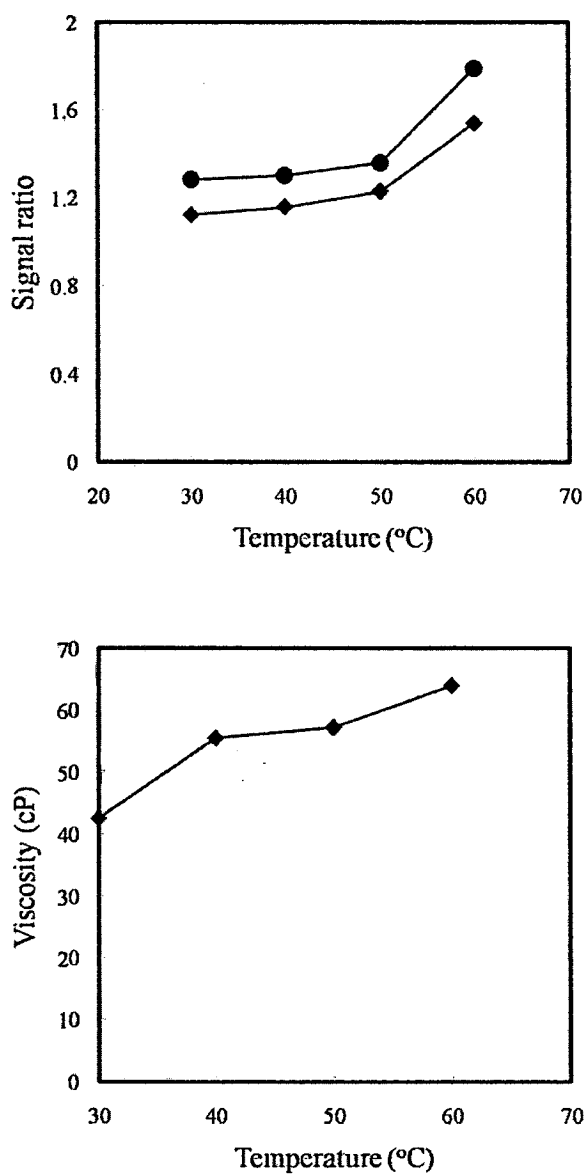
รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล และ FTIR signal ratios ของเมทิลีน และเมทิลีนอีเทอร์ของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการบ่มสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ



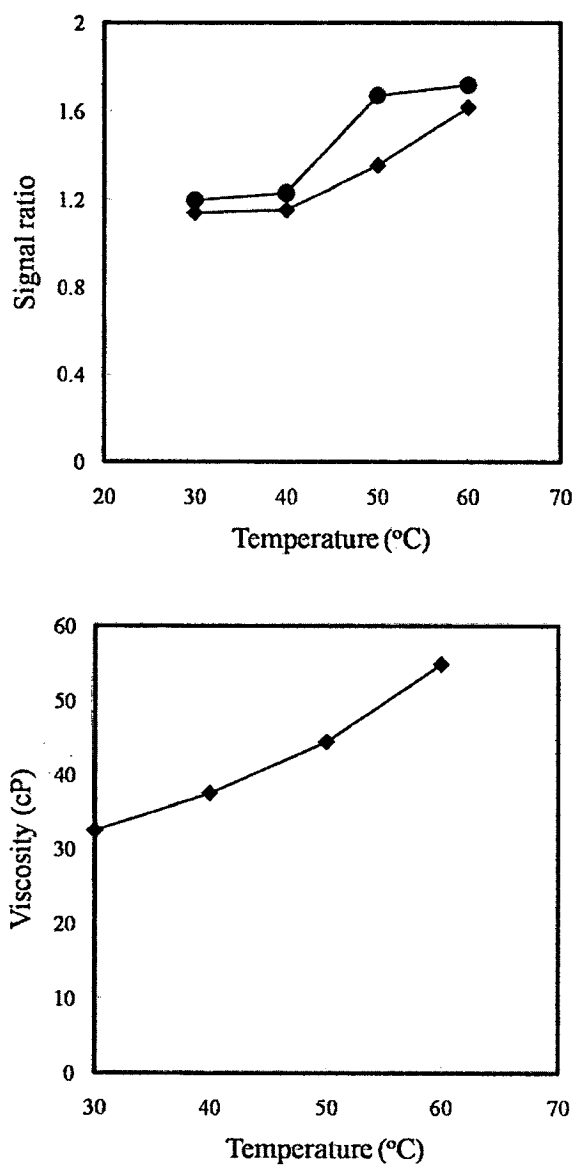
รูปที่ 4.36 แสดงค่าความหนืดของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล และ FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◇) และเมทิลีนอีเทอร์ (O) ของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการบ่มสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ (ค่าความเป็นกรด - ด่าง = 1.41)



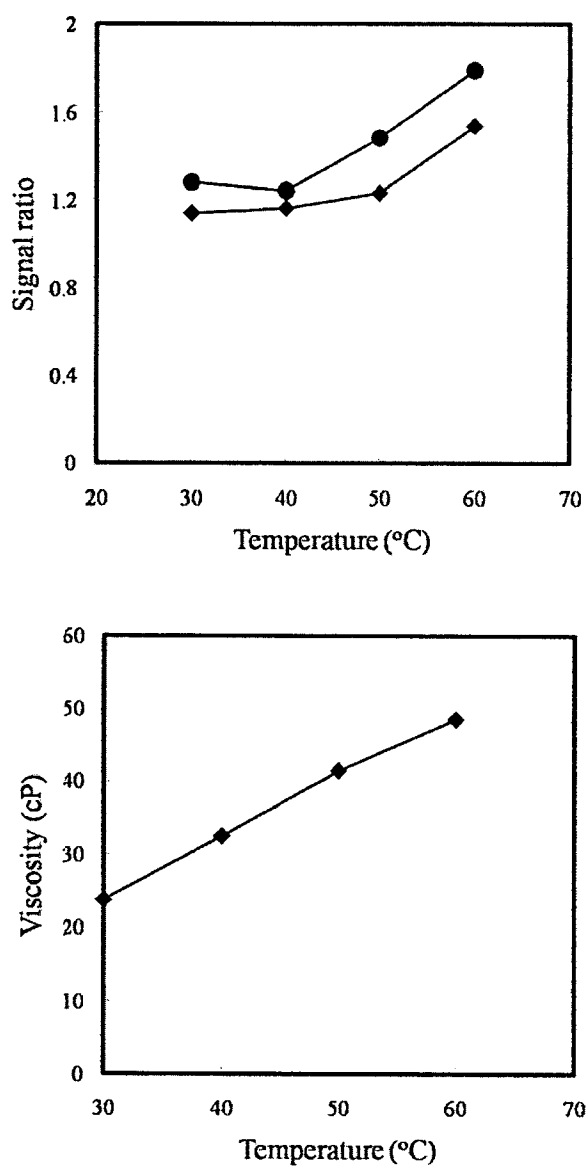
รูปที่ 4.37 แสดงค่าความหนืดของรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจล และ FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ของรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับไซเตียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 1 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการบ่มสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ (ค่าความเป็นกรด – ต่าง = 1.59)



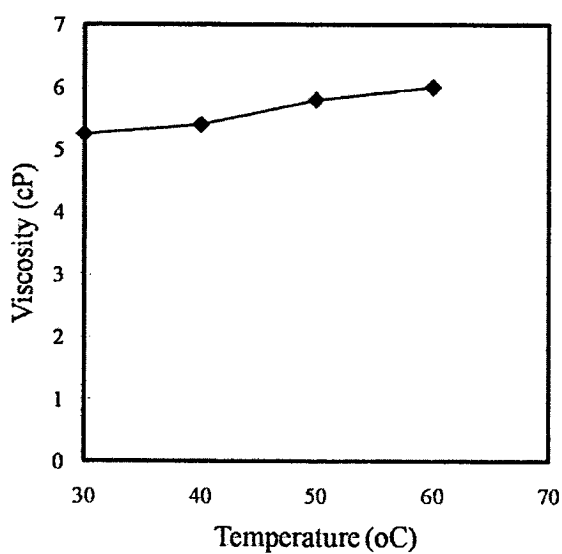
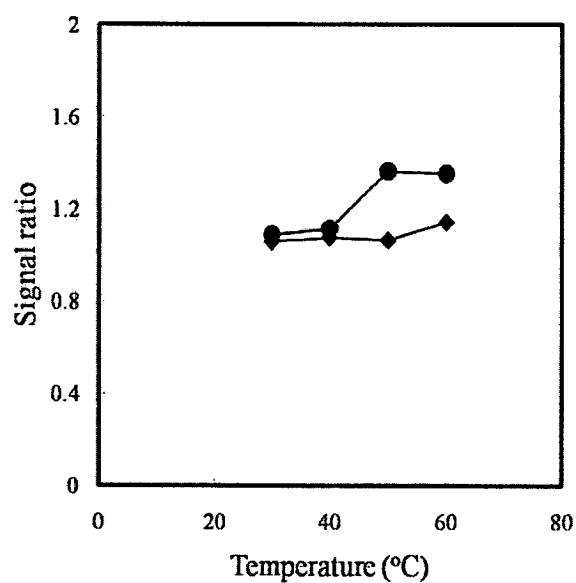
รูปที่ 4.38 แสดงค่าความหนืดของรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจล และ FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ของรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 2 มิลลิกรัม เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการบ่มสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ (ค่าความเป็นกรด - ต่าง = 1.61)



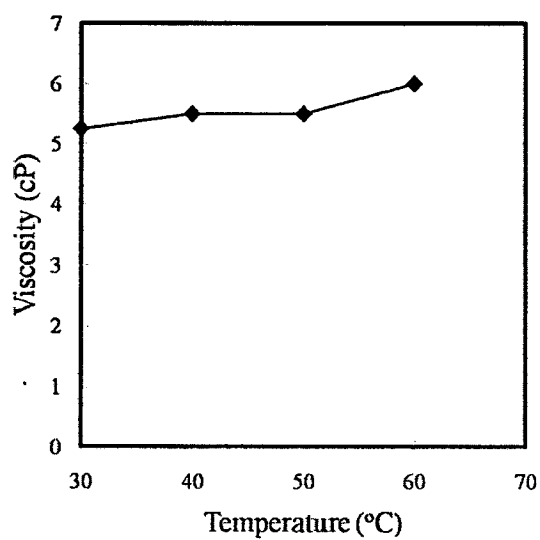
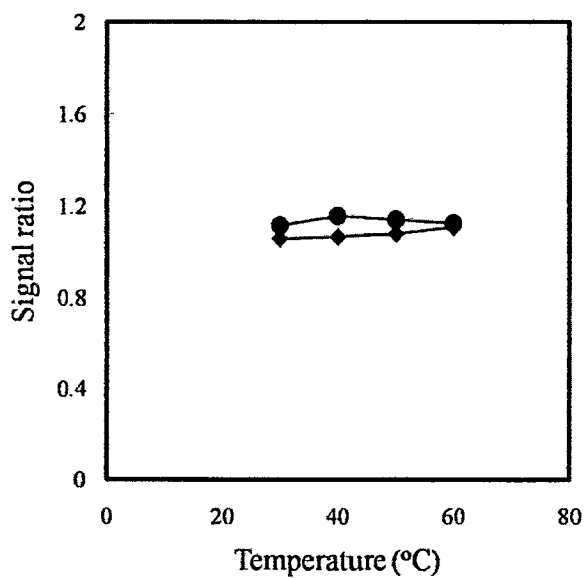
รูปที่ 4.39 แสดงค่าความหนืดของวีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล และ FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ของวีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 3 มิลลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการบ่มสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ (ค่าความเป็นกรด - ด่าง = 1.89)



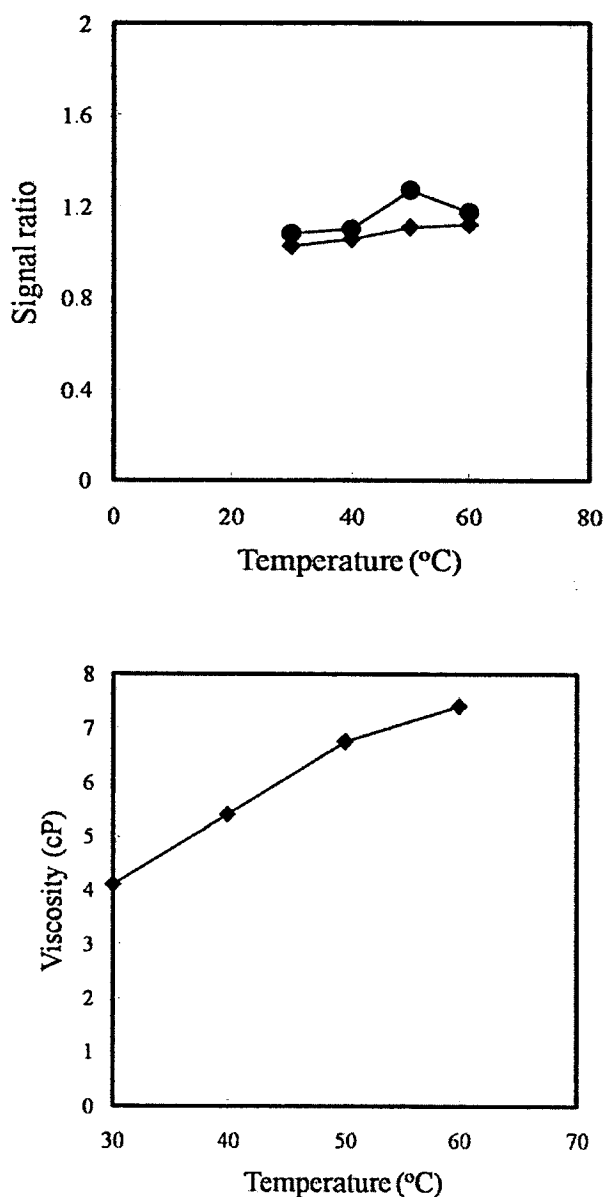
รูปที่ 4.40 แสดงค่าความหนืดของรีไซเคิล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล และ FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ของรีไซเคิล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 4 มิลลิกรัม เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการบ่มสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ (ค่าความเป็นกรด - ค่าเบส = 2.41)



รูปที่ 4.41 แสดงค่าความหนืดของรีไซเคิล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล และ FTIR signal ratios ของเมทิลีน (♦) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ของรีไซเคิล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับไซเตียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 5 มิลลิกรัม เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการบ่มสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ (ค่าความเป็นกรด - ต่าง = 4.22)

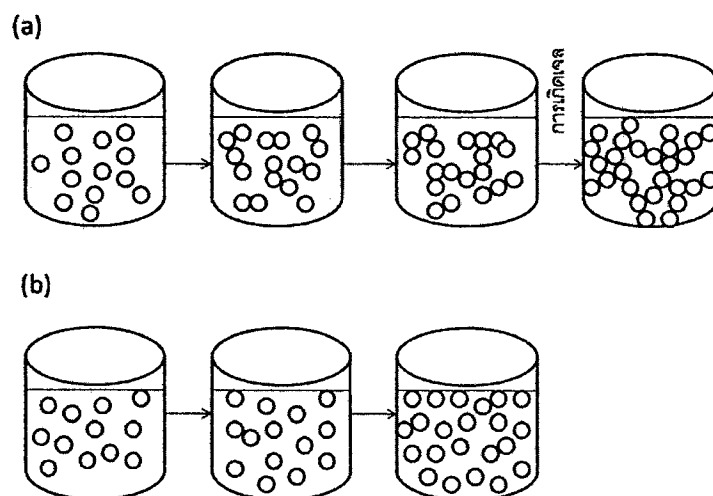


รูปที่ 4.42 แสดงค่าความหนืดของวีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล และ FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ของวีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 5.5 มิลลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการบ่มสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ (ค่าความเป็นกรด - ต่าง = 6.69)



รูปที่ 4.43 แสดงค่าความหนืดของรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจล และ FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ของรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 6 มิลลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการบ่มสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ (ค่าความเป็นกรด - ด่าง = 7.06)

เมื่อพิจารณาแล้วพบว่าความหนืดของรีไซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลจะเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการบ่มมีค่าสูงขึ้นซึ่งสอดคล้องกับการเพิ่มขึ้นของอนุพันธ์เมทิลีน และเมทิลีนอีเทอร์ เนื่องมาจากเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นน้ำและตัวทำละลายจะถูกกระเหยออกไป ทำให้เจลที่ได้มีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น คือเกิดการสร้างพันธะร่วมกัน (cross-linking) เพื่อที่จะฟอร์มเจลมากขึ้นนั่นเอง โดยรีไซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับไซเตียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 5, 5.5 และ 6 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีความหนืดน้อยกว่ารีไซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับไซเตียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 1, 2, 3 และ 4 มิลลิลิตรเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เนื่องมาจากในขั้นตอนการกลายเป็นเจlnั้น 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 โดยการแยกเฟสของเจlnั้นเกิดจากการยุบตัวของชั้นร่างแหสองชั้นที่หลักกันอยู่เพื่อทำให้โซลเจ็ท ซึ่งในการวัดความหนืดจะกำจัดเฟสบนทิ้ง แล้วนำเฟสล่างไปทำการวัดความหนืด ซึ่งน้ำและเอทานอลได้ถูกกำจัดออกไปบางส่วนแล้ว จากปฏิกิริยาการกลายเป็นเจลของสารละลายเอง ดังนั้นเจลที่ได้จึงมีความหนืดที่มากกว่า เนื่องจากพอลิเมอร์เฟสล่างนั้นเกิดการสร้างโครงสร้างร่างแหในปริมาณมาก



รูปที่ 4.44 แสดงการเปลี่ยนแปลงรูปร่างอนุภาคในสารละลายวีไธซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลกรณี

(a) ความหนืดมีค่าสูง และ (b) ความหนืดมีค่าต่ำ