

การปรับปรุงสมบัติความเป็นรูปพรุนของรีโซซินอลฟอร์มัลดีไฮด์คาร์บอนเจลที่ผ่านขั้นตอนการทำให้แห้ง
ด้วยคลื่นไมโครเวฟซึ่งเตรียมโดยใช้คลื่นเหนือเสียง



นายบรรยง วารีนิล

สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

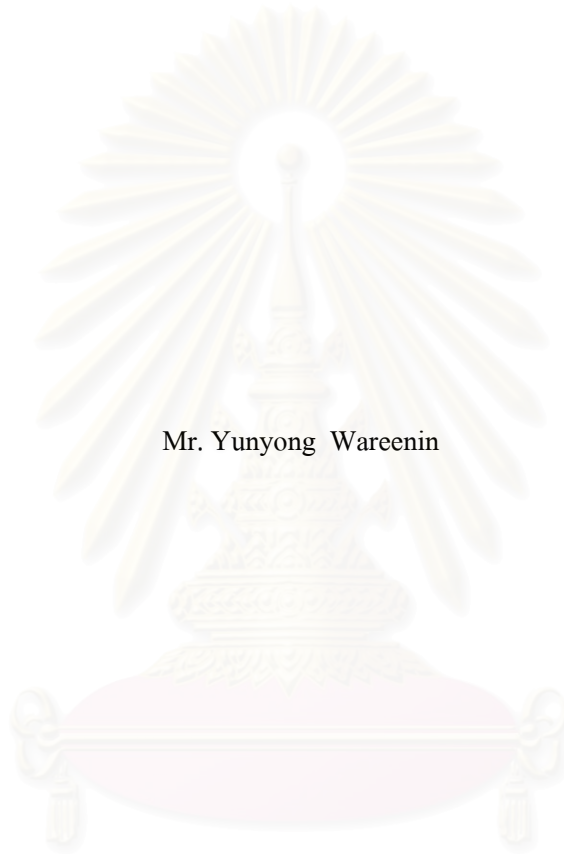
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี
คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2547

ISBN 974-53-1292-4

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

IMPROVEMENT IN POROSITY OF MICROWAVE DRIED RESORCINOL FORMALDEHYDE
CARBON GELS PREPARED BY USING ULTRASONIC IRRADIATION



Mr. Yunyong Wareenin

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Engineering in Chemical Engineering

Department of Chemical Engineering

Faculty of Engineering

Chulalongkorn University

Academic Year 2004

ISBN 974-53-1292-4

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การปรับปรุงสมบัติความเป็นรูปทรงของรีโซซินอลฟอร์มาลดีไฮด์คาร์บอน
เจลที่ผ่านขั้นตอนการทำให้แห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟซึ่งเตรียมโดยใช้คลื่น
เหนือเสียง

โดย นายขรรจง วารินิล

สาขาวิชา วิศวกรรมเคมี

อาจารย์ที่ปรึกษา อาจารย์ณัฐพร โทณานนท์

อาจารย์ที่ปรึกษา (ร่วม) ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สิริรุ่ง ปริชานนท์

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยรับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

.....คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร. ดิเรก ลาวัณย์ศิริ)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ
(ศาสตราจารย์ ดร.วิวัฒน์ ตัณฑะพานิชกุล)

.....อาจารย์ที่ปรึกษา
(อาจารย์ณัฐพร โทณานนท์)

.....อาจารย์ที่ปรึกษา (ร่วม)
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สิริรุ่ง ปริชานนท์)

.....กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.ธวัชชัย ชรินพานิชกุล)

.....กรรมการ
(คุณปริษา แสงธีระปิติกุล)

ยรรยง วารินิต: การปรับปรุงสมบัติความเป็นรูพรุนของรีโซซินอลฟอร์มัลดีไฮด์คาร์บอนเจลที่ผ่านขั้นตอนการทำให้แห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟซึ่งเตรียมโดยใช้คลื่นเหนือเสียง (IMPROVEMENT IN POROSITY OF MICROWAVE DRIED RESORCINOL FORMALDEHYDE CARBON GELS PREPARED BY USING ULTRASONIC IRRADIATION) อ.ที่ปรึกษา: อ.ณัฐพร โทณานนท์, อ.ที่ปรึกษาร่วม: ผศ.ดร.สิริรุ่ง ปรึชานนท์. 72 หน้า. ISBN 974-53-1292-4

คาร์บอนเจลที่มีรูพรุนแบบมีโซ (Mesoporous carbon gel) โดยปรกติแล้วได้จากการเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbonization) ของ รีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ เจล หรือ RF gel ซึ่งสังเคราะห์ได้จากกระบวนการโซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน (Sol-gel Polycondensation) ของ รีโซซินอลกับฟอร์มัลดีไฮด์ ในสารละลายที่มีฤทธิ์เป็นด่างอ่อน และตามด้วยการอบแห้งด้วยสภาวะเหนือวิกฤตหรือการอบแห้งแบบเย็นเยือก โดยในขั้นตอนของการอบแห้ง ผู้ทำวิจัยได้ศึกษาถึงความเป็นไปได้ในการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟซึ่งพบว่าเมื่อใช้คลื่นไมโครเวฟในการอบแห้ง ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างหรือค่า C/W ต้องมีค่าน้อยกว่า 40 โมลต่อลูกบาศก์เมตร เพื่อรักษารูพรุนแบบมีโซไว้ แต่เมื่อค่า C/W มาก (C/W มากกว่า 40 โมลต่อลูกบาศก์เมตร) คาร์บอนเจลจะมีรูพรุนแบบมีโซน้อยมาก ในงานวิจัยนี้คาร์บอนเจลที่มีรูพรุนแบบมีโซถูกเตรียมขึ้นโดยการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างหรือค่า R/C ในสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ และการใช้คลื่นเหนือเสียงระหว่างขั้นตอนโซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน แล้วตามด้วยการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave drying) พบว่าภายใต้สภาวะการเตรียมที่มีค่า C/W สูง (C/W เท่ากับ 80 โมลต่อลูกบาศก์เมตร) การใช้คลื่นเหนือเสียงและการเพิ่มค่า R/C ในสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ในช่วง 100 ถึง 200 โมลต่อโมล ทำให้คาร์บอนเจลที่ได้จากการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟสามารถรักษารูพรุนแบบมีโซไว้ได้หลังการเผาให้เป็นคาร์บอน นอกจากนี้ยังพบว่าสามารถใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการอบแห้ง คาร์บอนที่มีสัดส่วนของช่องว่างแบบแมคโครระหว่างอนุภาคคาร์บอนที่เชื่อมทะลุถึงกันทั่วทั้งเนื้อวัสดุ (3 Dimensional interconnected macroporous monolith carbon gel; 3D-IMM) ได้

ภาควิชา.....วิศวกรรมเคมี.....ลายมือชื่อนิสิต.....
 สาขาวิชา.....วิศวกรรมเคมี.....ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....
 ปีการศึกษา.....2547.....ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

4670445821: MAJOR DEPARTMENT OF CHEMICAL ENGINEERING

KEYWORD: MICROWAVE DRYING / POROUS CARBON / CARBONIZATION /
ADSORPTION / PROSITY

YUNYONG WAREENIN: IMPROVEMENT IN POROSITY OF MICROWAVE
DRIED RESORCINAL FORMALDEHYDE CARBON GELS PREPARED BY USING
ULTRASONIC IRRADIATION. THESIS ADVISOR: MISS NATTAPORN
TONANON, M.Sc., THESIS CO-ADVISOR: ASST. PROF. SEEROONG
PRICHANONT, Ph.D., 72 pp. ISBN 974-53-1292-4

Mesoporous carbon gels are usually obtained by carbonizing resorcinol-formaldehyde (RF) gels, which are synthesized via the sol-gel polycondensation of resorcinol with formaldehyde in a slightly basic aqueous solution followed by drying. In the drying stage, the authors verified the possibility of using a more economical drying method, microwave drying. When microwave drying is used, the catalyst concentration or C/W value of RF solution should be kept smaller than 40 mol/m^3 to obtain mesoporous carbon gels. At high C/W value ($C/W > 40 \text{ mol/m}^3$) of RF solution, microwave dried mesoporous carbon gels had a few mesopores. In this work, mesoporous carbon gels are prepared by adjusting molar ratio of resorcinol to catalyst (R/C [mol/mol]) and using ultrasonic irradiation to RF solution during sol-gel polycondensation step followed by microwave drying. Mesoporous properties of microwave dried mesoporous carbon gels can be retained by using ultrasonic irradiation and the increment of R/C value, 100-200 mol/mol, of RF solution at high C/W value ($C/W = 80 \text{ mol/m}^3$). In addition, microwave can used for drying of 3 Dimensional Interconnected Macroporous Monolith (3D-IMM).

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Department.....Chemical Engineering..... Student's signature.....

Field's of study...Chemical Engineering..... Advisor's signature.....

Academic year2004..... Co-advisor's signature.....

กิติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยความช่วยเหลือจากคณาจารย์และบุคคลหลายฝ่าย ผู้ทำวิจัยขอขอบพระคุณ

อาจารย์ ธีรพร โทณานนท์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สิริรุ่ง ปริษานนท์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ที่ได้กรุณาให้ความช่วยเหลือ ให้คำปรึกษาแนะนำ และชี้แนะความรู้ความเข้าใจต่าง ๆ มากมายตลอดระยะเวลาที่ทำการศึกษาวิจัย ตลอดจนแก้ไข วิทยานิพนธ์จนเสร็จสมบูรณ์

ศาสตราจารย์ ดร.วิวัฒน์ ตันตะพานิชกุล ประธานกรรมการ รองศาสตราจารย์ ดร.รัชชัย ชรินพานิชกุล คุณปรีชา แสงธีระปิติกุล กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ให้ความช่วยเหลือให้ คำแนะนำตลอดจนแก้ไขเพิ่มเติมส่วนที่บกพร่องของงานวิจัยนี้

ศาสตราจารย์ ดร. Hajime Tamon ภาควิชาวิศวกรรมเคมี มหาวิทยาลัยเกียวโต สำหรับ คำแนะนำและรองศาสตราจารย์ ดร. Shin R. Mukai ให้ความช่วยเหลือเรื่องการวิเคราะห์สารที่ ใช้ในงานวิจัย

คุณอดิศักดิ์ ไสยสุข สำหรับการช่วยเหลือ ให้คำปรึกษาแนะนำความรู้ความเข้าใจต่าง ๆ ตลอดระยะเวลาที่ทำการศึกษาวิจัย

คุณวรรณคารา อินทรปัญญา สำหรับการช่วยเหลือด้านเครื่องมือวิเคราะห์ที่เกี่ยวข้องใน งานวิจัย

คุณสวลี เสนาพิทักษ์ และ สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับการ ติดต่อประสานงานที่เกี่ยวข้องในงานวิจัยและสถานที่ทำการวิจัย

คณาจารย์และเจ้าหน้าที่ ภาควิชาจุลชีววิทยา คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ ให้ความช่วยเหลือในด้านเครื่องอบแห้งแบบเย็นเยือก (Freeze Dryer) สำหรับใช้ในงานวิจัย

สุดท้ายนี้คณะผู้จัดทำขอขอบพระคุณครอบครัว ที่ช่วยส่งเสริม และสนับสนุนในการศึกษา มาตลอดจนกระทั่งสำเร็จการศึกษา ถ้ามีสิ่งผิดพลาดประการใด ผู้ทำวิจัยขอน้อมรับและขออภัยมา ณ ที่นี้ด้วย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฅ
สารบัญรูป.....	ฉ
สัญลักษณ์และอักษรย่อ.....	ฐ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 บทนำและมูลเหตุจูงใจ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของวิทยานิพนธ์.....	2
1.3 แนวทางในการทดลอง.....	2
1.4 ขอบเขตงานวิจัย.....	3
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
บทที่ 2 ความรู้เบื้องต้น.....	5
2.1 รีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ เจล และคาร์บอนเจล.....	5
2.2 การใช้คลื่นเหนือเสียงในกระบวนการเคมี.....	13
2.3 การตรวจวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของวัสดุที่มีรูพรุน.....	17
บทที่ 3 การทดลองและการตรวจวิเคราะห์.....	20
3.1 วัสดุดิบและเครื่องมือที่ใช้.....	20
3.2 รายละเอียดและวิธีการทดลอง.....	20
3.3 การตรวจวิเคราะห์.....	28
บทที่ 4 ผลการศึกษาและการอภิปรายผล.....	30
4.1 รีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจลที่มีโครงสร้างรูพรุนแบบมีโซ.....	30

	หน้า
4.2 คาร์บอนที่มีสัณฐานของช่องว่างแบบแมคโครระหว่างอนุภาคคาร์บอนเชื่อม ทะลุถึงกันทั่วทั้งเนื้อวัสดุ.....	44
บทที่ 5 สรุปและข้อเสนอแนะ.....	48
5.1 สรุป.....	48
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	49
รายการอ้างอิง.....	50
ภาคผนวก	53
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	72

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	การเปลี่ยนสภาวะการเผาให้เป็นคาร์บอนที่ส่งผลต่อลักษณะสมบัติรูพรุนของคาร์บอนเจล.....	9
3.1	สภาวะในการเตรียม RF carbon gel ที่มีโครงสร้างแบบมีโซเมื่อค่า C/W ต่ำ โดยใช้คลื่นเหนือเสียงและใช้วิธีอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ.....	21
3.2	สภาวะในการเตรียม RF carbon gel ที่มีโครงสร้างแบบมีโซเมื่อค่า C/W สูง โดยใช้คลื่นเหนือเสียงและใช้วิธีทำให้แห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ.....	22
3.3	สภาวะในการเตรียม 3D-IMM โดยใช้คลื่นเหนือเสียงและใช้วิธีทำให้แห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ.....	27
4.1	ค่าลักษณะสมบัติรูพรุนของ Carbon gel และ Carbon sonogel ที่สภาวะต่างๆ.....	35
4.2	แสดงการเปรียบเทียบค่าลักษณะสมบัติรูพรุนของ Carbon gel และ Carbon sonogel ที่ผ่านขั้นตอนการอบแห้งแบบเย็นเยือกและการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟเมื่อสภาวะในการเตรียมเหมือนกัน.....	41
ก.1	ผลการการดูดซับ-คายซับ ในโตรเจน ที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของ RF carbon sonogel และ RF carbon gel ที่มีค่า C/W เท่ากับ 20 mol/m^3 , $R/C = 200 \text{ mol/mol}$	55
ก.2	ผลการการดูดซับ-คายซับ ในโตรเจน ที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของ RF carbon sonogel และ RF carbon gel ที่มีค่า C/W เท่ากับ 40 mol/m^3 , $R/C = 200 \text{ mol/mol}$	56
ก.3	ผลการการดูดซับ-คายซับ ในโตรเจน ที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของ RF carbon sonogel และ RF carbon gel ที่มีค่า C/W เท่ากับ 80 mol/m^3 , $R/C = 200 \text{ mol/mol}$	57

ตารางที่	หน้า
ก.4 ผลการการดูดซับ-คายซับ ไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของ RF carbon sonogel และ RF carbon gel ที่มีค่า C/W เท่ากับ 80 mol/m^3 , $R/C = 100 \text{ mol/mol}$	58
ก.5 ผลการการดูดซับ-คายซับ ไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของ RF carbon sonogel และ RF carbon gel ที่มีค่า C/W เท่ากับ 80 mol/m^3 , $R/C = 50 \text{ mol/mol}$	59
ก.6 ผลของการซึม-ไหลออก ของปรอทที่ความดันต่างๆ ภายในรูพรุนของ Monolith carbon gel ที่มีค่า $C/W = 10 \text{ mol/m}^3$, $R/C = 800 \text{ mol/mol}$ ซึ่งผ่านขั้นตอนการอบแห้งแบบเย็นเยือก.....	63
ก.7 ผลของการซึม-ไหลออก ของปรอทที่ความดันต่างๆ ภายในรูพรุนของ Monolith carbon gel ที่มีค่า $C/W = 10 \text{ mol/m}^3$, $R/C = 800 \text{ mol/mol}$ ซึ่งผ่านขั้นตอนการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ.....	67
ก.8 ผลของการซึม-ไหลออก ของปรอทที่ความดันต่างๆ ภายในรูพรุนของ Monolith carbon gel ที่มีค่า $C/W = 10 \text{ mol/m}^3$, $R/C = 1200 \text{ mol/mol}$ ซึ่งผ่านขั้นตอนการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ.....	71

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	การเกิดวัสดุรูพรุน RF gel.....	6
2.2	กลไกการเกิดปฏิกิริยาที่เกี่ยวข้องในการสังเคราะห์ RF Gel.....	6
2.3	แนวคิดของกลไกการกลายเป็นเจลของรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ เจล (a) กรณีที่มีค่า C/W มาก และ (b) กรณีที่มีค่า C/W น้อย.....	8
2.4	การให้ความร้อนแบบธรรมดาเปรียบเทียบกับการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟ.....	11
2.5	ลักษณะต่างๆของไอโซเทอมของการดูดซับ-คายซับ ตามหลักของ IUPAC	19
3.1	ขั้นตอนการเตรียมสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์.....	23
3.2	การใช้คลื่นเหนือเสียงในขั้นตอน โซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน ของสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์.....	24
3.3	ขั้นตอนการอบแห้ง RF gel ด้วยคลื่นไมโครเวฟ.....	26
3.4	แผนผังกระบวนการเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbonization Process).....	26
		20
4.1	แผนผังศึกษาผลของการใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนของการอบแห้ง เพื่อเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจล.....	31
4.2	ไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับ ในโตรเจน ที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของ Carbon gel และ Carbon sonogel ที่ผ่านการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟเมื่อ $R/C = 200 \text{ mol/mol}$ และมีค่า C/W เป็น (a) 20 mol/m^3 (b) 40 mol/m^3 และ (c) 80 mol/m^3	33
4.3	แสดงไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับ ในโตรเจน ที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของ Carbon gel และ Carbon sonogel ที่ผ่านการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟเมื่อ $C/W = 80 \text{ mol/m}^3$ และมีค่า R/C เป็น (a) 50 mol/mol (b) 100 mol/mol และ (c) 200 mol/mol	34
4.4	ค่าปริมาตรรูพรุนแบบมีโซที่ค่า C/W ต่างๆ ของ Carbon gel และ Carbon sonogel เมื่อค่า R/C เท่ากันคือ 200 mol/mol	37

รูปที่	หน้า
4.5 การกระจายขนาดรัศมีรูพรุนในช่วงมีโซพอร์ (r_p) ของ Carbon gel และ Carbon sonogel เมื่อ $R/C = 200 \text{ mol/mol}$ และมีค่า C/W เป็น (a) 20 mol/m^3 , (b) 40 mol/m^3 และ (c) 80 mol/m^3	37
4.6 แสดงค่าปริมาตรรูพรุนในช่วงมีโซพอร์ที่ค่า R/C ต่างๆ ของ Carbon gel และ Carbon sonogel เมื่อค่า C/W เท่ากันคือ 80 mol/m^3	39
4.7 การกระจายขนาดรัศมีรูพรุนในช่วงมีโซพอร์ (r_p) ของ Carbon gel และ Carbon sonogel และภาพถ่าย SEM ของ Carbon sonogel เมื่อค่า $C/W = 80 \text{ mol/m}^3$ และ ค่า R/C เป็น (a) 50 mol/mol , (b) 100 mol/mol และ (c) 200 mol/mol	40
4.8 ไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับ ในโตรเจน ที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของ Carbon gel และ Carbon sonogel เมื่อ $C/W = 80 \text{ mol/m}^3$ และมีค่า $R/C = 100 \text{ mol/mol}$ โดยที่ (a) Freeze drying (b) Microwave drying.....	42
4.9 การกระจายขนาดรัศมีรูพรุนในช่วงมีโซพอร์ (r_p) ของ Carbon gel และ Carbon sonogel เมื่อค่า C/W เท่ากับ 40 mol/m^3 และ 80 mol/m^3 โดยผ่านขั้นตอน (a), (c) การอบแห้งแบบเย็นเยือก และ (b), (d) การอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ.....	43
4.10 การกระจายขนาดรูพรุนของ Monolith carbon gel เมื่อใช้การอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟเปรียบเทียบกับ การอบแห้งแบบเย็นเยือก ที่สภาวะในการเตรียมเมื่อ $C/W = 80 \text{ mol/m}^3$ และมีค่า $R/C = 800 \text{ mol/mol}$	45
4.11 การกระจายขนาดรูพรุนของ Monolith carbon gel ที่สภาวะการเตรียมต่างๆ เมื่อ $C/W = 80 \text{ mol/m}^3$	46
4.12 ภาพถ่าย SEM ของ Monolith carbon gel ที่มีค่า R/C เท่ากับ (a) 400 mol/mol (b) 800 mol/mol และ (c) 1200 mol/mol เมื่อ C/W เท่ากับ 10 mol/m^3	47

สัญลักษณ์และอักษรย่อ

Vol. at STP	ปริมาณการดูดซับ-คายซับในโตรเจนที่สภาวะ STP [cm^3/g]
P/P_0	ค่าความดันสัมพัทธ์ของการดูดซับคายซับ [-]
V_{Macro}	ปริมาตรรูพรุนแบบแมคโคร [cm^3/g]
V_{Meso}	ปริมาตรรูพรุนแบบมีโซ [cm^3/g]
V_{Micro}	ปริมาตรรูพรุนแบบไมโคร [cm^3/g]
S_{BET}	ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะบีอีที [cm^2/g]
r_p	ค่ารัศมีรูพรุนในช่วงมีโซพอร์ [nm]
R_p	ค่ารัศมีสูงสุดของการกระจายขนาดรัศมีรูพรุนในช่วงมีโซพอร์ [nm]
$P_{\text{Ultrasonic}}$	ค่ากำลังของคลื่นเหนือเสียง [W]
C/W	ค่าสัดส่วนเชิงโมลของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างกับน้ำ [-]
R/C	ค่าสัดส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง [-]

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 1

บทนำ

1.1 บทนำและมูลเหตุจูงใจ

รีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจล (Carbon gel) ซึ่งเป็นวัสดุโพรงคาร์บอนที่ได้จากการเผาให้เป็นคาร์บอน (carbonization) ของรีโซซินอลฟอร์มัลดีไฮด์เจล (RF gels) ซึ่งจะมีพื้นที่ผิวจำเพาะในช่วง 500 ถึง 1200 ตารางเมตรต่อกรัม และปริมาตรรูพรุนแบบมีโซ (Mesopore) มากกว่า 0.89 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม [R.W. Pekala, 1989] ซึ่งเหมาะสำหรับงานในด้านการเป็นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาเคมี ใช้เป็น Column ใน HPLC (High Performance Liquid Chromatography) นอกจากนี้ยังสามารถใช้เป็นตัวเก็บประจุแบบสองชั้นที่มีขนาดเล็กมากได้อีกด้วย

การศึกษาวิจัยในเรื่องของ Carbon gel นั้นมีการทำอย่างต่อเนื่อง ไม่ว่าจะเป็นในแง่ของการปรับเปลี่ยนสัดส่วนของสารตั้งต้นได้แก่ ตัวเร่งปฏิกิริยา รีโซซินอล และ ฟอร์มัลดีไฮด์เจล [T. Yamamoto et.al., 2002] ค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) [N. Job et.al., 2004] ผลของสารลดแรงตึงผิว [N. Tonanon et.al., 2003] กรรมวิธีการอบแห้ง [H. Tamon et.al., 1999, 2003] ข้อมูลที่ได้จากงานวิจัยก่อนหน้านี้ทำให้เกิดความสับสนและความคล่องตัวในการควบคุมหรือสังเคราะห์ Carbon gel ให้มีสมบัติความเป็นรูพรุนเหมาะสมกับการนำไปใช้งาน

ถึงแม้ว่าได้มีการทำวิจัยที่เกี่ยวกับ Carbon gel อยู่มากพอสมควรแล้วก็ตาม ยังมีความพยายามที่จะลดเวลาและค่าใช้จ่ายในการผลิต/สังเคราะห์ Carbon gel สำหรับในขั้นตอนของการอบแห้งโดยทั่วไปใช้วิธีอบแห้งด้วยสภาวะเหนือวิกฤติ (Supercritical drying) และวิธีอบแห้งแบบเย็นเยือก (Freeze drying) ซึ่งเป็นวิธีที่เหมาะสมเนื่องจากไม่เกิดการยุบตัวของโครงสร้าง แต่ค่าใช้จ่ายค่อนข้างสูง โดยในปี 2003 Tamon และคณะได้การนำคลื่นไมโครเวฟมาใช้ในขั้นตอนการอบแห้ง พบว่าการใช้คลื่นไมโครเวฟประสบความสำเร็จเมื่อ Carbon gel สังเคราะห์ในสภาวะที่ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างค่า (C/W ค่า) แต่เมื่อปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างสูงการยุบตัวของโครงสร้างจะเกิดขึ้นอย่างมาก ทำให้ปริมาตรของรูพรุนแบบมีโซลดลงอย่างมากหลังจากการเผาให้เป็นคาร์บอน โดยต่อมาในปี 2004 Tonanon และคณะ ได้ใช้คลื่นเหนือเสียงในการสังเคราะห์ Carbon gel พบว่าเมื่อปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างสูงสามารถรักษาสมบัติรูพรุนแบบมีโซไว้ได้ และใช้เวลาในการสังเคราะห์เร็วขึ้น ดังนั้นในงานวิจัยนี้จะศึกษาความเป็นไปได้สำหรับการใช้คลื่น

ไมโครเวฟในขั้นตอนการอบแห้งโดยใช้คลื่นเหนือเสียงมาช่วยสังเคราะห์ Carbon gel โดยจะทำการปรับเปลี่ยนสัดส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างโซเดียมคาร์บอเนตกับน้ำหรือค่า C/W และสัดส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างโซเดียมคาร์บอเนตหรือค่า R/C ที่สภาวะเริ่มแรกเพื่อปรับปรุง/รักษาโครงสร้างของรูพรุนเอาไว้และจากการใช้คลื่นเหนือเสียงในการสังเคราะห์ Carbon gel พบอีกว่าเมื่อปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างที่ใช้ในการสังเคราะห์ต่ำและการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของสารตั้งต้นที่เหมาะสมจะทำให้ได้ “คาร์บอนที่มีสัณฐานของช่องว่างแบบแมโครระหว่างอนุภาคคาร์บอนที่เชื่อมทะลุถึงกันทั่วทั้งเนื้อวัสดุ (3 Dimensional Interconnected Macroporous Monolith; 3D-IMM)” ซึ่งถ้าเปรียบเทียบกับวิธีอื่นที่ใช้ในการสังเคราะห์วัสดุรูพรุนที่มีโครงสร้างแบบนี้พบว่าการใช้คลื่นเหนือเสียงช่วยในการสังเคราะห์นั้นทำได้ง่ายและรวดเร็วกว่ามาก

สำหรับการใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการอบแห้งนั้น พบว่ามีแนวโน้มว่าถูกกว่าการอบแห้งแบบเย็นเยือกเป็นอย่างมาก ดังนั้นเมื่อคำนึงถึงความสะดวก และประหยัดในการสังเคราะห์ รวมถึงการลดต้นทุนในการผลิตในขั้นอุตสาหกรรม การอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟจึงเป็นเรื่องที่มีความสำคัญต่อการพัฒนาไปสู่การผลิตในเชิงอุตสาหกรรมต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์ของวิทยานิพนธ์

เพื่อหาแนวทางในการปรับปรุงสมบัติรูพรุนของรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์คาร์บอนเจล (Carbon gel) ที่ใช้การอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ ซึ่งเตรียมโดยใช้คลื่นเหนือเสียง โดยการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างโซเดียมคาร์บอเนตหรือค่า R/C

1.3 แนวทางในการทดลอง

เป็นการทดลองในระดับห้องปฏิบัติการ โดยแบ่งขั้นตอนในการเตรียมวัสดุเพื่อศึกษาเป็น 3 ขั้นตอนคือ

1. ขั้นตอนการเตรียมรีโซซินอลฟอร์มัลดีไฮด์ เจล ก่อนการอบแห้ง ซึ่งแบ่งตามลักษณะรูพรุนได้เป็น 2 ลักษณะคือ

1.1 แบบมีโซพอร์ (mesopore)

ทำการปรับเปลี่ยนตัวแปรเพื่อเปรียบเทียบคือ สัดส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างโซเดียมคาร์บอเนตกับน้ำที่สภาวะเริ่มแรก หรือค่า C/W และสัดส่วนของรีโซซินอลฟอร์มัลดีไฮด์

กับตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างโซเดียมคาร์บอเนต หรือค่า R/C โดยในแต่ละสภาวะที่ใช้ในการเตรียม นั้นจะมีทั้งการใช้คลิ่นเหนื่อเสียงและไม่ใช้คลิ่นเหนื่อเสียงช่วยในการเตรียมเพื่อเปรียบเทียบกัน

1.2 แบบ 3D-IMM

ทำการปรับเปลี่ยนตัวแปรเพื่อเปรียบเทียบคือ สัดส่วนของรีโซซินอลฟอร์มัลดีไฮด์ กับตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างโซเดียมคาร์บอเนต หรือค่า R/C

2. ขั้นตอนการอบแห้ง ด้วยวิธีการอบแห้งโดยใช้คลิ่นไมโครเวฟ (Microwave Drying) โดยควบคุมสภาวะการอบแห้งเหมือนกันทุกตัวอย่างการทดลอง

3. ขั้นตอนการเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbonization) โดยควบคุมสภาวะการเผาให้เป็นคาร์บอนเหมือนกันทุกตัวอย่างการทดลอง

1.4 ขอบเขตของงานวิจัย

1.4.1 ปรับปรุงสมบัติความเป็นรูพรุนแบบมีโซ (Mesopore) ของ Carbon gel ด้วยคลิ่นเหนื่อเสียงโดยผ่านขั้นตอนการอบแห้งด้วยคลิ่นไมโครเวฟ

ปัจจัยในการศึกษา

1. สัดส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างกับน้ำที่สภาวะเริ่มแรกหรือค่า C/W เป็น 20, 40 และ 80 โมลต่อลูกบาศก์เมตร ตามลำดับ
2. สัดส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างที่สภาวะเริ่มแรกหรือค่า R/C เป็น 50, 100 และ 200

1.4.2 ศึกษาการอบแห้งด้วยคลิ่นไมโครเวฟ ในการเตรียม 3D-IMM

ปัจจัยในการศึกษา

1. สัดส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างกับน้ำที่สภาวะเริ่มแรกหรือค่า C/W เป็น 10 โมลต่อลูกบาศก์เมตร
2. สัดส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างที่สภาวะเริ่มแรกหรือค่า R/C เป็น 400, 800 และ 1200

ปัจจัยควบคุมร่วม

1. ขั้นตอนการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ เจล ก่อนการอบแห้ง
 - ค่าสัดส่วนเชิงโมลของรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ เจล เป็น 0.5
 - กำลังของคลิ่นเหนื่อเสียงที่ใช้ระหว่างขั้นตอน โชล-เจลโพลีคอนเดนเซชัน เป็น 22 วัตต์

- ความถี่ของคลื่นเหนือเสียงที่ใช้ระหว่างขั้นตอน โชล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน เป็น 20 กิโลเฮิร์ตซ์
- อุณหภูมิที่ใช้ระหว่างขั้นตอน โชล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน และอุณหภูมิการบ่ม (Aging) เป็น 35 และ 75 องศาเซลเซียส ตามลำดับ
- ระยะเวลาในการบ่ม 7 วัน
- ใช้ t-Butanol ในการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายก่อนการอบแห้ง ด้วยปริมาตร 10 เท่า ของ เจล จำนวน 3 ครั้ง ทุก 24 ชั่วโมง

2. ขั้นตอนการอบแห้ง (Drying)

- การอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟโดยกำลังของคลื่นไมโครเวฟเป็น 200 วัตต์

3. ขั้นตอนการเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbonization)

- อุณหภูมิระหว่างการเผาให้เป็นคาร์บอน 750 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศของ ก๊าซไนโตรเจน

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ความเป็นไปได้สำหรับการใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการทำเจลให้แห้ง ทำให้สามารถลดต้นทุนในการสังเคราะห์ Carbon gel เพื่อพัฒนาไปสู่การผลิตในเชิงอุตสาหกรรมต่อไป
2. ทราบถึงผลของการปรับเปลี่ยนสัดส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างที่สภาวะเริ่มแรกของการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจล ที่มีต่อลักษณะสมบัติรูพรุนซึ่งได้แก่ 1) แบบไมโคร (Micropore Volume) แบบมีโซ (Mesopore Volume) และแบบแมโคร (Macropore Volume) 2) การกระจายขนาดปริมาตรรูพรุน (Pore Size Distribution) และ 3) พื้นที่ผิว BET (BET Surface Area)
3. ความเป็นไปได้ในการค้นพบเทคนิคการใช้คลื่นเหนือเสียงในการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์คาร์บอนเจลที่มีลักษณะโครงสร้างรูพรุนแบบแมโคร เพื่อพัฒนาวัสดุดังกล่าวสำหรับการประยุกต์ใช้งาน เช่น ตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาแบบโลหะและชีวภาพ หรือเป็น Column ใน HPLC (High Performance Liquid Chromatography)

บทที่ 2

ความรู้เบื้องต้น

2.1 รีโซซินอล-ฟอร์มาลดีไฮด์ เจล และคาร์บอนเจล

การแบ่งแยกวัสดุที่มีรูพรุนนั้นอาจแบ่งตามการขึ้นรูปของวัสดุที่มีรูพรุนเป็น แอกรีเกต (aggregates), แบบร่างแห (network), แบบรังผึ้ง (honeycomb) ฯลฯ หรือแบ่งตามขนาดของรูพรุนเป็น 3 แบบคือ แบบไมโครพอร์ (micropores : $r_p \leq 2$ นาโนเมตร) แบบมีโซพอร์ (mesopores : $2 < r_p < 50$ นาโนเมตร) และแบบแมโครพอร์ (macropores : $r_p \geq 50$ นาโนเมตร)

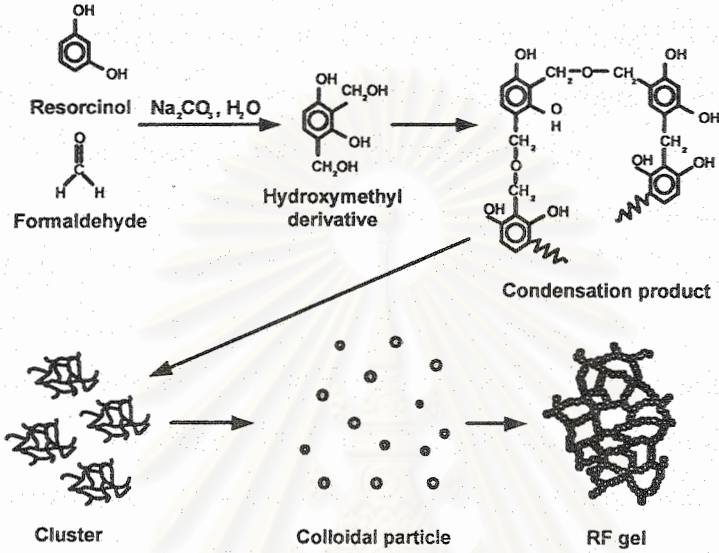
ในปัจจุบันนี้วัสดุที่มีรูพรุนได้ก้าวเข้ามามีบทบาทอย่างมากในอุตสาหกรรมชนิดต่างๆ โดยเฉพาะอย่างยิ่งความสามารถในการดูดซับของวัสดุที่มีรูพรุนได้ก่อให้เกิดประโยชน์เป็นอย่างมากในอุตสาหกรรมเคมี โดยทั่วไปแล้ววัสดุที่มีรูพรุนแบบไมโคร (Micropores) มักจะถูกนำมาใช้เป็นตัวดูดซับเนื่องจากมีพื้นที่ผิวและมีแรงดูดซับของรูในระดับไมโครสูง ในขณะที่วัสดุที่มีรูพรุนแบบมีโซ (Mesopores) นิยมนำมาใช้เป็นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาเคมี (Catalyst) ถึงแม้ว่าวัสดุที่มีรูพรุนแบบมีโซจะมีพื้นที่ผิวและแรงในการดูดซับต่ำกว่าวัสดุที่มีรูพรุนแบบไมโคร แต่ก็มีข้อดีในด้านการถ่ายเทมวลสารได้ง่ายกว่าแต่ก็ยังมีข้อจำกัดบางอย่างในการใช้งานเช่น ถ้าอัตราเร็วที่ใช้ในการถ่ายเทมวลสารนั้นมากเกินไปอาจจะทำให้ประสิทธิภาพในการใช้งานนั้นลดต่ำลง ดังนั้นจึงอาจเลือกใช้วัสดุรูพรุนแบบแมโคร (Macropores) ซึ่งรองรับอัตราเร็วที่ใช้ในการถ่ายเทมวลสารที่มีค่ามากได้ดีกว่าเช่น ใช้เป็น Column ใน HPLC

การเตรียมคาร์บอนเจลที่มีรูพรุนจากวัสดุที่เป็นแหล่งกำเนิดคาร์บอน (Carbon precursor) ที่มีสภาพความพรุน (Porosity) สูงและสามารถควบคุมลักษณะสมบัติความเป็นรูพรุนได้ง่ายจึงทำให้คาร์บอนที่ได้มีลักษณะสมบัติความเป็นรูพรุนได้ตามความต้องการที่จะนำไปประยุกต์ใช้

รีโซซินอล-ฟอร์มาลดีไฮด์ คาร์บอนเจล มีขั้นตอนในการเตรียมหลายขั้นตอน ซึ่งแต่ละขั้นตอนมีตัวแปรที่สามารถกำหนดลักษณะสมบัติรูพรุนของวัสดุคาร์บอน ดังต่อไปนี้

2.1.1 ขั้นตอนการเตรียมเจลก่อนการอบแห้ง

รีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ เจลสามารถเตรียมได้จากกระบวนการ โซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน (Sol-gel Polycondensation) [R.W. Pekala et al., 1989] ของ รีโซซินอล (R) กับ ฟอร์มัลดีไฮด์ (F) โดยมี โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดังรูปที่ 2.1

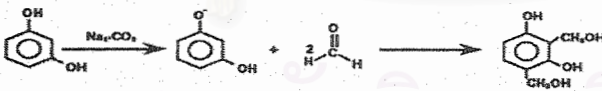


รูปที่ 2.1 แสดงการเกิดวัสดุรูพรุน RF gel [T. Yamamoto et al., 2002]

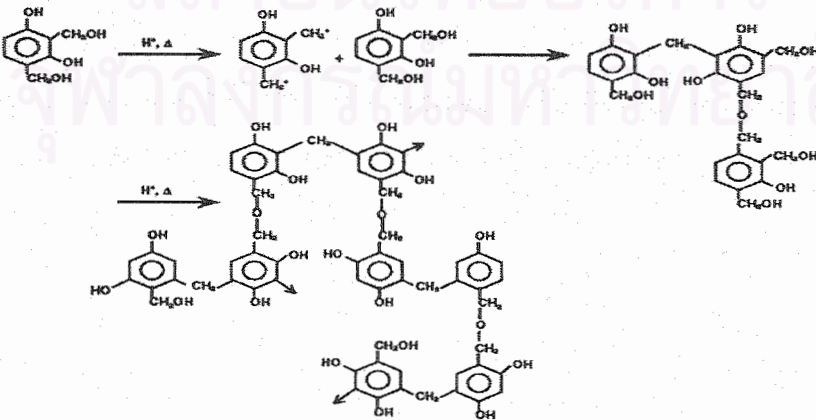
สำหรับกลไกหลักที่ใช้ในการสังเคราะห์รีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ เจล มี 2 กลไกหลักได้แก่ ปฏิกิริยาการเติม (Additional reaction) และปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชัน (Polycondensation) ดังรูปที่

2.2

1. Addition Reaction



2. Condensation Reaction

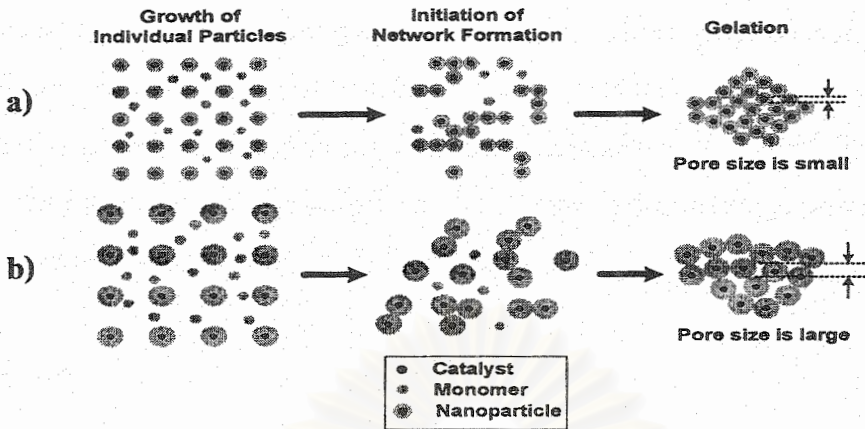


รูปที่ 2.2 กลไกการเกิดปฏิกิริยาที่เกี่ยวข้องในการสังเคราะห์ RF Gel [J.A. Ritter et al, 2003]

จากรูปที่ 2.2 แสดงกลไกการเกิดปฏิกิริยาที่เกี่ยวข้องในกระบวนการสังเคราะห์ รีโซซินอล-ฟอร์มาลดีไฮด์ เจล ซึ่งสามารถอธิบายได้ดังนี้คือ ภายใต้สภาวะที่เป็นด่าง รีโซซินอลจะกลายเป็น รีโซซินอล แอนไอออน (Resorcinol anion) เนื่องจากสูญเสียโปรตอนหรือไฮโดรเจนไอออน ขึ้น ต่อมา รีโซซินอล แอนไอออน (Resorcinol anion) จะรวมตัวกับฟอร์มาลดีไฮด์ด้วยปฏิกิริยาการเติม เกิดเป็นอนุพันธ์ของ Hydroxymethyl ($-CH_2OH$) ซึ่งมีความว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยามาก

อนุพันธ์ของ Hydroxymethyl ($-CH_2OH$) และสารตั้งต้นที่เหลือจะรวมตัวกันด้วยปฏิกิริยา โพลีคอนเดนเซชัน (Polycondensation) และเชื่อมต่อกันด้วยหมู่ Methyl ($-CH_2-$) และหมู่ Methyl ether ($-CH_2-O-CH_2-$) และรวมตัวกันเป็นกลุ่ม (Cluster) และเติบโตจนเป็นอนุภาคปฐมภูมิที่ยึด เกาะกันเป็นโครงร่างตาข่าย 3 มิติ อย่างไรก็ตามปฏิกิริยาการเติม กับปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชันจะ เกิดขึ้นพร้อมกันในระบบ [R.W. Pekala et.al, 1992, R.W. Pekala et.al., 1998]

จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าการปรับเปลี่ยนสัดส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างกับน้ำ หรือ ค่า C/W เป็นปัจจัยที่มีบทบาทสำคัญมากสำหรับ โครงสร้างรูพรุนของรีโซซินอล-ฟอร์มาลดีไฮด์ เจล (RF gel) และ รีโซซินอล-ฟอร์มาลดีไฮด์ คาร์บอนเจล (Carbon gel) ดังนั้นในปี 2002 Yamamoto และคณะได้ศึกษาการก่อตัวของโครงสร้างของ RF gel โดยใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่ง ปฏิกิริยา(C) และใช้น้ำ (W) เป็นตัวทำละลาย โดยทำการปรับเปลี่ยนสัดส่วนเชิงโมลของรีโซซินอล กับน้ำหรือค่า R/C และสัดส่วนของรีโซซินอลกับน้ำหรือ R/W ให้อยู่ในช่วง 12.5 ถึง 200 โมลต่อ โมล และ 0.125 ถึง 0.500 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ โดยให้สัดส่วนของรีโซซินอล กับฟอร์มาลดีไฮด์หรือค่า R/F คงที่ที่ 0.500 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร จากการทดลองพบว่า ในช่วง แรกนั้นอัตราการเติบโตของอนุภาคคอลลอยด์ (Growth rate of colloidal particles) ขึ้นอยู่กับ สัดส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างกับน้ำหรือค่า C/W ในสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มาลดีไฮด์ เริ่มแรก โดยเมื่อค่า C/W สูงขึ้น จะทำให้อัตราการเติบโตของอนุภาคคอลลอยด์สูงขึ้นด้วย แต่ใน ขณะเดียวกันอัตราการเติบโตของอนุภาคคอลลอยด์ในขั้นสุดท้ายจะมีค่าลดลงอีกด้วย และเมื่อศึกษา ผลต่อเนื่องไปถึงลักษณะรูพรุนของรีโซซินอล-ฟอร์มาลดีไฮด์ เจล (RF gel) พบว่าที่ค่า C/W สูงขึ้น ขนาดรูพรุนจะมีขนาดเล็กลง นอกจากนี้ปริมาตรรูพรุนแบบมีโซก็มีค่าลดลงด้วย จึงได้มีการเสนอ แนวคิดเกี่ยวกับบทบาทของค่า C/W ที่มีต่อกลไกการกลายเป็นเจล ดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 แนวคิดของกลไกการกลายเป็นเจลของรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ เจล (a) กรณีที่มีค่า C/W สูง และ (b) กรณีที่มีค่า C/W ต่ำ [T. Yamamoto et al., 2002]

แนวคิดของกลไกดังกล่าวอธิบายได้ว่า เมื่อปริมาณ C/W มีค่ามาก ภายใต้สภาวะดังกล่าวเป็นการสนับสนุนการเกิด รีโซซินอล แอนไอออน (Resorcinol anion) ทำให้สามารถเร่งอัตราการเกิดปฏิกิริยาการเติมเป็นผลให้อัตราการเพิ่มจำนวนอนุพันธ์ของ Hydroxymethyl ($-\text{CH}_2\text{OH}$) มีจำนวนมาก ทำให้มีการรวมกลุ่ม (Cluster) กันด้วยปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชัน หรือ เกิดเป็นอนุภาคก่อกำเนิด (Initiator Particle) จำนวนปริมาณมากในช่วงแรก ทำให้อนุภาคปฐมภูมิ (Primary Particle) ที่ได้มีขนาดเล็ก ผลที่ตามมาคือ อนุพันธ์ของ Hydroxymethyl ($-\text{CH}_2\text{OH}$) ที่เกิดขึ้นทีหลังจะมีปริมาณที่น้อยลงและจะเข้าร่วมตัวกับอนุภาคก่อกำเนิดที่มีอยู่ก่อนแล้วด้วยปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชัน เป็นผลให้อนุภาคปฐมภูมิที่ได้มีขนาดเล็กด้วยเหตุนี้ เจลที่ได้จะมีช่องว่างระหว่างอนุภาคที่เล็กหรือมีขนาดรูพรุนแบบมีไซท์เล็ก

ในทางตรงข้ามเมื่อค่า C/W มีค่าลดลง อัตราการเกิดปฏิกิริยาการเติมจะช้าลง เนื่องจากปริมาณ รีโซซินอล แอนไอออน (Resorcinol Anion) เป็นผลให้อัตราการเพิ่มจำนวนอนุพันธ์ของ Hydroxymethyl ($-\text{CH}_2\text{OH}$) มีจำนวนน้อย ทำให้มีการรวมกลุ่ม (Cluster) หรือ จำนวนอนุภาคก่อกำเนิดมีปริมาณน้อยในช่วงแรก ผลที่ตามมาคือ อนุพันธ์ของ Hydroxymethyl ($-\text{CH}_2\text{OH}$) ที่เกิดขึ้นทีหลังซึ่งมีปริมาณมากจะเข้าร่วมตัวกับอนุภาคก่อกำเนิดที่มีอยู่ก่อนแล้วด้วยปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชัน เป็นผลให้อนุภาคปฐมภูมิที่ได้มีขนาดเพิ่มขึ้น ด้วยเหตุนี้เจลที่ได้จะมีขนาดช่องว่างระหว่างอนุภาคใหญ่ หรือมีขนาดรูพรุนแบบมีไซท์ใหญ่

จากข้างต้นจะเห็นได้ว่าการปรับเปลี่ยนค่า C/W นั้นมีผลต่อลักษณะความเป็นรูพรุนของ RF gel และ Carbon gel ที่สังเคราะห์ได้อย่างเห็นได้ชัด นอกจากการปรับเปลี่ยนค่า C/W แล้วยังมีงานวิจัยอีกหลายชิ้นที่ศึกษาถึงผลของการปรับเปลี่ยนค่าอัตราส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับตัวเร่ง

ปฏิกิริยา หรือ ค่า R/C ซึ่งพบว่า ค่ารัศมีสูงสุด (r_p , Peak radius) ที่ได้จากการกระจายขนาดรัศมีของรูพรุน (Pore size distribution) จะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อค่า R/C สูงขึ้น [T. Yamamoto et al., 2001] เนื่องจากว่าปริมาณของสารตั้งต้นสูงขึ้นเมื่อเทียบกับปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาทำให้มีการรวมกลุ่ม (Cluster) หรือ จำนวนอนุภาคก่อนกำเนิดมีปริมาณน้อยในช่วงแรก เป็นผลให้อนุภาคปฐมภูมิที่ได้ในต่อมามีขนาดเพิ่มขึ้น จากเหตุผลที่กล่าวไว้แล้วข้างต้น

2.1.2 การอบแห้ง

การอบแห้งเป็นขั้นตอนที่สำคัญขั้นตอนหนึ่งในการเตรียมวัสดุรูพรุน โดยกระบวนการโซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน (Sol-gel Polycondensation) ซึ่งในแต่ละวิธีของการอบแห้งนั้นก็มีผลต่อลักษณะรูพรุนของ RF gel และ Carbon gel ที่ได้ โดยส่วนใหญ่วิธีที่ใช้ในการอบแห้งนั้นจะนิยมใช้กันอยู่ทั้งหมด 4 วิธี ดังนี้

การอบแห้งด้วยลมร้อน (Subcritical Drying) เป็นการระเหยสารละลายที่อยู่ในโครงสร้างของเจลด้วยลมร้อนที่ความดันบรรยากาศ RF gel ที่ได้จากการอบแห้งด้วยวิธีนี้จะเรียกว่า “RF xerogel” จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า การอบแห้ง RF gel ด้วยวิธีนี้จะทำให้คุณสมบัติความเป็นรูพรุนนั้นค่อนข้างต่ำ เนื่องจากว่าจะเกิดการหดตัวของเจลอย่างมากขณะทำการอบแห้ง โดยขนาดของการหดตัวนี้จะขึ้นอยู่กับอัตราเร็วของลมร้อนที่ใช้ในการอบแห้งและขนาดของ RF gel ซึ่งขนาดของการหดตัวจะสูงเมื่ออัตราเร็วของลมร้อนมีค่ามากหรือ RF gel ที่นำมาอบแห้งนั้นมีขนาดใหญ่ [H. Tamon et al., 2000] แต่ถ้าให้อัตราเร็วของลมร้อนต่ำก็จะทำให้เวลาที่ใช้ในการอบแห้งนั้นนานขึ้นด้วย

การอบแห้งด้วยสภาวะเหนือวิกฤติ (Supercritical Drying) เป็นการทำให้สารละลายที่อยู่ในโครงสร้างของ RF gel อยู่ในสภาวะเหนือวิกฤติหลังจากนั้นจะทำการปล่อยสารละลาย (ก๊าซคาร์บอน ไดออกไซด์เหลว) อีกตัวหนึ่งที่มีแรงดึงผิวต่ำกว่าเข้าไปแทนที่แล้วปล่อยอากาศที่สภาวะเหนือวิกฤติที่อัตราเร็วต่ำๆ ตามเข้าไปเพื่อกำจัดสารละลาย (ก๊าซคาร์บอน ไดออกไซด์เหลว) ที่อยู่ในโครงสร้างของ RF gel ออกไป โดย RF gel ที่ได้จากการอบแห้งด้วยวิธีนี้จะเรียกว่า “RF aerogel” ซึ่งการอบแห้งด้วยวิธีนี้จะแก้ปัญหาเรื่องการหดตัวของ RF gel หลังการอบแห้ง [S. Berthhon et al., 2001]

การอบแห้งแบบเยือกเยือก (Freeze Drying) ใช้หลักการระเหิดตัวทำละลายออกจากรูพรุนของ RF gel โดยการทำให้สารละลายที่อยู่ในโครงสร้างของ RF gel เกิดการแข็งตัวที่อุณหภูมิเยือกเยือก (Pre-Freezing) หลังจากนั้นทำการระเหิด (Sublimation) สารละลายออกมา โดย RF gel ที่ได้จากการอบแห้งด้วยวิธีนี้จะเรียกว่า “RF cryogel” ซึ่งการอบแห้งด้วยวิธีนี้จะช่วยแก้ปัญหาเรื่องการ

หัดตัวของ RF gel หลังการอบแห้งด้วย โดยพบว่า Carbon cryogel ที่ได้จากการอบแห้งด้วยวิธีนี้จะมีพื้นที่ผิวจำเพาะมากกว่า 800 ตารางเมตรต่อกรัม และปริมาตรของรูพรุนสูงกว่า 0.55 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม [H. Tamon et.al., 1999, T. Yamamoto et.al., 2002] แต่พื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนแบบมีโซของ Carbon cryogel จะมีค่าต่ำกว่า Carbon aerogel

จากวิธีการอบแห้ง 3 วิธีข้างต้นพบว่าแต่ละวิธีจะมีทั้งข้อดีและข้อเสียแตกต่างกัน โดยการอบแห้งด้วยลมร้อนจะมีปัญหาเรื่องการหดตัวของ RF gel และเวลาที่ใช้ในการอบแห้งส่วนการอบแห้งด้วยสถานะเหนือวิกฤติและการอบแห้งแบบเย็นเยือกถึงแม้จะช่วยแก้ปัญหาเรื่องการหดตัวของ RF gel แต่ค่าใช้จ่ายในการอบแห้งค่อนข้างสูงดังนั้นจึงมีงานวิจัยที่ศึกษาวิธีการอบแห้งโดยใช้คลื่นไมโครเวฟ (Microwave Drying) เพื่อแก้ปัญหาในเรื่องเวลา และค่าใช้จ่ายที่ใช้ในการอบแห้ง

การอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave Drying) เป็นการทำให้สารละลายที่อยู่ในโครงสร้างของเจลเกิดการระเหยเมื่อได้รับพลังงานความร้อนจากคลื่นไมโครเวฟโดย RF gel ที่ได้จากการอบแห้งด้วยวิธีนี้จะเรียกว่า “RF MW gel” สำหรับการอบแห้งด้วยวิธีนี้พบว่าเมื่อค่า C/W ที่ใช้ในการเตรียม Carbon MW gel มีค่ามากกว่า 20 โมลต่อลูกบาศก์เมตร สมบัติความเป็นรูพรุนของ Carbon MW gel นั้นค่อนข้างต่ำมาก [H. Tamon et.al., 2003] เมื่อเปรียบเทียบกับ Carbon aerogel และ Carbon cryogel แต่สูงกว่า Carbon xerogel สำหรับคุณสมบัติของคลื่นไมโครเวฟมีดังต่อไปนี้

ก. คุณสมบัติของคลื่นไมโครเวฟ

คลื่นไมโครเวฟมีคุณสมบัติเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้ามีลักษณะเหมือนแสงที่เคลื่อนที่เป็นเส้นตรง และสามารถทะลุผ่านสสารที่มีความโปร่งใสได้ โดยคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าจะมีความยาวคลื่นและความถี่ที่แตกต่างกับคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าชนิดอื่น ๆ คืออยู่ในช่วงของคลื่นวิทยุกับรังสีอินฟราเรด ความยาวคลื่นของแม่เหล็กไฟฟ้าจะแปรผกผันกับความถี่ซึ่งมีความถี่อยู่ในช่วงประมาณ 300 MHz ถึง 300 GHz คลื่นไมโครเวฟสามารถที่จะสะท้อนและหักเหกับโลหะและตัวกลางอื่นๆได้ แต่ไม่ทุกชนิด เช่น แก้วบางชนิด กระจกและพลาสติก คลื่นไมโครเวฟสามารถถูกดูดกลืนได้ด้วยสารจำพวกไดอิเล็กตริก (dielectric) เช่น น้ำ เมื่อคลื่นไมโครเวฟวิ่งเข้าไปชนวัตถุหนึ่งๆและถูกสะท้อนกลับแสดงว่ามันไม่สามารถให้ความร้อนกับวัตถุนั้นได้ มันจะให้ความร้อนเฉพาะกับวัตถุที่ดูดกลืนมันเท่านั้น ในการให้ความร้อนมันจะสูญเสียพลังงานแม่เหล็กไฟฟ้า (Loss factor) ดังนั้นวัตถุที่ดูดกลืนไมโครเวฟได้สูงสามารถถูกทำให้ร้อนได้ง่ายด้วยคลื่นไมโครเวฟ

ข. กลไกการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟ

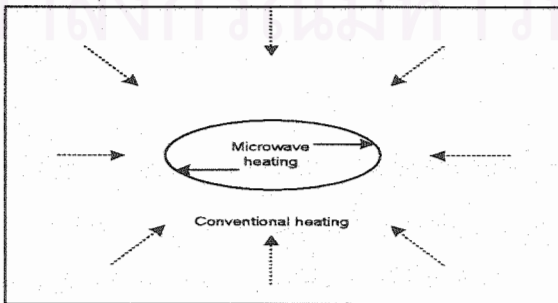
วัตถุโดยทั่วไปจะประกอบไปด้วยอนุภาคประจุไฟฟ้าบวก และอนุภาคประจุไฟฟ้าลบจำนวนเท่าๆ กัน จึงทำให้วัตถุนั้นแสดงความเป็นกลางทางไฟฟ้า ซึ่งเรียกว่า “สาร ไดอิเล็กตริก” แต่เมื่อนำไปวางในสนามแม่เหล็กไฟฟ้า โมเลกุลเหล่านี้จะถูกเหนี่ยวนำทำให้เกิดการเคลื่อนที่ไปใน

ทิศทางต่างๆ และพยายามเรียงตัวตามสนามแม่เหล็กไฟฟ้า ในสนามแม่เหล็กไฟฟ้านี้โมเลกุลจะพยายามทำตัวเหมือนมีสองขั้วและหมุนรอบตัวตามแกน โมเลกุลเหล่านี้จะจัดเรียงตัวตามแนวขั้วบวกและขั้วลบ กระแสไฟฟ้าทั่วไปจะเปลี่ยนทิศทางกลับไปกลับมา 60 ครั้งใน 1 วินาที ในทำนองเดียวกันคลื่นไมโครเวฟที่มีความถี่ในช่วง 915-2450 เมกะเฮิรต เมื่อถูกผ่านเข้าไปในโมเลกุลทำให้โมเลกุลที่มีขั้วมีแนวโน้มที่จะเรียงตัวเป็นเส้นตรงตามสนามแม่เหล็ก แต่สนามแม่เหล็กจะกลับไปกลับมา 915-2540 ล้านครั้งต่อวินาที โมเลกุลซึ่งพยายามจะแกว่งที่ความถี่นั้นจะทำให้เกิดแรงเสียดทานระหว่างโมเลกุลจึงทำให้เกิดความร้อนขึ้นอย่างรวดเร็ว

จากการที่สารไดอิเล็กตริกสามารถทำให้ร้อนขึ้นได้จากการให้พลังงานของคลื่นไมโครเวฟเข้าไปโดยความร้อนที่เกิดขึ้น มาจากการจัดเรียงตัวของสารไดอิเล็กตริกตามขั้วไฟฟ้าภายใต้สนามแม่เหล็กไฟฟ้า ซึ่งมีการสลับไปมาอย่างรวดเร็วเรียกว่า “การไดโพลโรเทชัน” (Dipole rotation) ผลจากการเกิดไดโพลโรเทชันทำให้สารไดอิเล็กตริกร้อนขึ้นอย่างรวดเร็ว ยกตัวอย่างเช่น โมเลกุลของน้ำ ซึ่งปกติเป็นโมเลกุลที่มีขั้ว ภายใต้ภาวะปกติโมเลกุลของมันจะจัดเรียงตัวแบบอิสระ แต่เมื่อมันมีสนามไฟฟ้ามากระทำ มันจะพยายามจัดเรียงตัวตามสนามไฟฟ้า ผลจากการสลับไปมาของขั้วไฟฟ้า ทำให้โมเลกุลของมันต้องปรับตัวตามการเปลี่ยนแปลงมีผลทำให้ความร้อนเกิดขึ้น อันเนื่องมาจากการเสียดสีกันในระหว่างการหมุนของโมเลกุลตามสนามไฟฟ้า

ค. ความแตกต่างของการให้ความร้อน

การให้ความร้อนจากคลื่นไมโครเวฟเมื่อเปรียบเทียบกับ การให้ความร้อนโดยทั่วไป เช่น การใช้เปลวไฟโดยตรง การแผ่รังสี และการใช้อากาศร้อน แหล่งความร้อนจะให้โมเลกุลของวัตถุร้อนจากภายนอกเข้าไปข้างใน ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ (Temperature gradient) ซึ่งอาจจะเผาไหม้ส่วนนอกก่อนที่อุณหภูมิข้างในจะสูงถึงระดับที่ต้องการ ในทางตรงข้ามไมโครเวฟจะทะลุทะลวงวัตถุที่หนาหลายๆ เซนติเมตรพร้อมกันหมด ทำให้โมเลกุลที่มีขั้วต้นสะท้อนในเวลาเดียวกันจะไม่มีการนำความร้อนจากผิวนอกเข้าไปข้างใน แต่ความร้อนจะถูกสร้างขึ้นอย่างรวดเร็วพร้อมๆ กันทั่ววัตถุ ดังรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 แสดงการให้ความร้อนแบบธรรมดาเปรียบเทียบกับ การให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟ

2.1.3 การเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbonization)

การเผาให้เป็นคาร์บอนเป็นขั้นตอนที่ทำให้วัสดุอินทรีย์เกิดการแตกตัวทางเคมีของสารที่ไม่ใช่คาร์บอน เช่น ออกซิเจน ไนโตรเจน และไฮโดรเจน ออกมาในรูปของแก๊สทำให้ได้โครงสร้างที่เกือบจะเป็นคาร์บอนที่บริสุทธิ์ โดยการเผาในบรรยากาศเฉื่อยที่อุณหภูมิประมาณ 400-600 องศาเซลเซียส

สำหรับโครงสร้างของ RF Gel ที่ผ่านกระบวนการเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbonization) เรียกว่า “Carbon gel” การเผาให้เป็นคาร์บอนของ RF Gel โดยส่วนมากแล้วมักกระทำในเตาเผาแบบท่อ (Tube Furnace) โดยมีก๊าซเช่น ไนโตรเจน ฮีเลียม เป็นต้น ไหลผ่านด้วยอัตราการไหลเชิงปริมาตรคงที่และเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิต่ำไปจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการ และจากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าขั้นตอนในการเผาให้เป็นคาร์บอนนั้นมีผลต่อความเป็นรูพรุนของ Carbon gel ที่ได้ ดังตารางที่ 2.1 ซึ่งแสดงสถานะต่างๆในกระบวนการเผาให้เป็นคาร์บอนว่ามีผลต่อลักษณะสมบัติรูพรุนของคาร์บอนเจลอย่างไร

สถานะที่ปรับเปลี่ยน	อิทธิพล
1. เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาให้เป็นคาร์บอน	<ul style="list-style-type: none"> - ลดองค์ประกอบออกซิเจน - คาร์บอนเจลที่ได้มีพื้นที่ผิวลดลง - ปริมาตรรูพรุนมีค่าลดลง - เพิ่มการกระจายขนาดรูพรุนขนาดแมโคร (Macropore Size Distribution) - เพิ่มการกระจายขนาดรูพรุนขนาดมิโซ (Mesopore Size Distribution)
2. เพิ่มระยะเวลาการเผาให้เป็นคาร์บอน	<ul style="list-style-type: none"> - เพิ่มขนาดรูพรุน ปริมาตร และพื้นที่ผิว

ตารางที่ 2.1 การเปลี่ยนสถานะการเผาให้เป็นคาร์บอนที่ส่งผลต่อลักษณะสมบัติรูพรุนของคาร์บอนเจล

[J.A. Ritter et.al., 2003]

จากที่การเผาให้เป็นคาร์บอนเป็นการกลั่นสลายของสารอินทรีย์เพื่อเพิ่มปริมาณคาร์บอนในสารอินทรีย์ โดยจะเกิดการหักออกของโมเลกุลตรงบริเวณที่มีพันธะอ่อน ทำให้กลุ่มโมเลกุลที่เป็นวงแหวนแตกออกจากกันเป็นกลุ่มๆ จำนวนมาก ส่งผลให้เกิดรูพรุนและช่องว่างภายใน Carbon gel

ซึ่งการจัดเรียงตัวของคาร์บอนอะตอมจะเปลี่ยนแปลงไปตามอุณหภูมิที่เผาทำให้สมบัติความเป็นรูพรุนของ Carbon gel ที่ได้แตกต่างกัน โดยส่วนมากจะใช้อุณหภูมิในช่วง 600 – 2100 องศาเซลเซียส [T. Yamamoto et.al., 2001, J.L. Kaschmitter et.al., 1998]

ผลของการเผาให้เป็นคาร์บอนนั้นทำให้รูพรุนแบบแมโครของ Carbon gel นั้นลดลง เนื่องจากการหดตัวของ RF gel แต่จะทำให้รูพรุนแบบไมโครและมีโซเพิ่มขึ้น ซึ่งทำให้พื้นที่ผิวจำเพาะของ Carbon gel นั้นเพิ่มขึ้นด้วย [H. Tamon et.al., 1997]

2.2 การใช้คลื่นเหนือเสียงในกระบวนการเคมี (Sonochemistry)

อิทธิพลทางเคมีและสมบัติเชิงกลของคลื่นเหนือเสียงมีสาเหตุมาจากการเกิดและการยุบตัวของฟองคาวิเทชัน (Cavitation bubble) ซึ่งถูกสร้างขึ้นระหว่างช่วงขยายของคลื่นเหนือเสียง และเกิดการยุบตัวอย่างรวดเร็ว (Collapse) ในช่วงของการอัดตัว (Compression) การสั่นของคลื่นเหนือเสียงจะช่วยลดความหนาของชั้นฟิล์มและของเหลวซึ่งเป็นการเพิ่มการถ่ายเทแก๊ส (Gas transfer) การยุบตัวอย่างรวดเร็วของฟองคาวิเทชันจะทำให้เกิดจุดความร้อน (Local temperature) ซึ่งมีอุณหภูมิที่สูง และความดันจากการยุบตัวของฟองคาวิเทชันที่รุนแรง แม้ว่าสภาวะที่รุนแรงนี้จะเกิดขึ้นในช่วงเวลาที่สั้น ๆ แต่ผลของมันก็สร้างอนุมูลอิสระที่มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยา เช่น $H\cdot, OH\cdot$ [A. Henglein et.al., 2003]

สำหรับงานวิจัยที่ใช้คลื่นเหนือเสียงช่วยในการสังเคราะห์ Carbon gel นั้นยังมีไม่มากนัก แต่ในงานวิจัยของ Tonanon และคณะ (2004) ได้ใช้คลื่นเหนือเสียงในการสังเคราะห์ Carbon gel จาก ริโซซินอลกับฟอร์มัลดีไฮด์ โดยใช้กำลังของคลื่นเหนือเสียง ในช่วง 0-30 วัตต์ และทำการปรับเปลี่ยนค่า C/W 3 ค่า (20, 40, 80 mol/m³) พบว่าเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ Carbon gel นั้นลดลงอย่างมาก และที่ C/W เท่ากับ 20 และ 80 โมลต่อลูกบาศก์เมตร พบว่าคลื่นเหนือเสียงจะช่วยทำให้ค่า R_p (Peak radius) ของการกระจายตัวของรูพรุน (Pore size distribution) ใน Carbon gel นั้นสูงขึ้น แต่กำลังของคลื่นเหนือเสียงนั้นไม่มีผลต่อสมบัติความเป็นรูพรุนแบบมีโซ (mesopore) ของ Carbon gel นอกจากนี้ที่ C/W เท่ากับ 80 โมลต่อลูกบาศก์เมตร Carbon gel ที่สังเคราะห์โดยใช้คลื่นเหนือเสียงสามารถรักษาสมบัติความเป็นรูพรุนไว้ได้ ซึ่งแตกต่างจาก Carbon gel ที่ไม่ได้ใช้คลื่นเหนือเสียงในการสังเคราะห์นั้นจะไม่มีรูพรุนเหลืออยู่

จากการที่คลื่นเหนือเสียงมีผลต่อการสังเคราะห์วัสดุรูพรุน โดยเกี่ยวข้องกับการเกิดและการยุบตัวของฟองคาวิเทชัน (Cavitation bubble) ขณะเกิดปฏิกิริยาเคมีซึ่งจะส่งผลกระทบต่อสมบัติของวัสดุรูพรุน ดังนั้นการควบคุมการเกิดฟองคาวิเทชันจึงมีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาเคมีด้วย โดยปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อการเกิดคาวิเทชันมีดังต่อไปนี้

ปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อควาวิเทชัน

ปัจจัยที่มีอิทธิพลอย่างมากต่อความรุนแรงของควาวิเทชันซึ่งเป็นผลโดยตรงต่ออัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยาหรือผลได้ของปฏิกิริยา (Yield) เงื่อนไขเหล่านี้เกี่ยวข้องกับอุณหภูมิ ความดัน ความถี่ของคลื่นเหนือเสียง กำลังของคลื่นเหนือเสียง ความเข้มของคลื่นเหนือเสียง และปัจจัยอื่น ๆ ที่รวมไปถึงธรรมชาติของก๊าซที่ละลายในของเหลว ตัวทำละลาย การเตรียมตัวอย่าง ดังรายละเอียดต่อไปนี้

ธรรมชาติของก๊าซที่ละลายในของเหลว

ก๊าซที่ละลายแสดงการเกิดของควาวิเทชัน (Cavitation) ก๊าซจะถูกเคลื่อนย้ายจากของผสมที่ทำปฏิกิริยาเนื่องจากการระเบิดจากการยุบตัวอย่างรวดเร็วของฟองควาวิเทชันมีอยู่ทั่วทั้งของผสมและมีผลต่อการเกิดขึ้นของควาวิเทชัน แต่ชนิดของก๊าซก็มีความสำคัญ ก๊าซที่มีสัดส่วนของความร้อนจำเพาะ (Specific heat ratio) สูงจะมีผลต่อการเกิดควาวิเทชันมากกว่าก๊าซที่มีสัดส่วนความร้อนจำเพาะต่ำ เนื่องจากการยุบตัวอย่างรวดเร็วของฟองเกิดขึ้นในช่วงเวลาน้อย โดยสมมติฐานว่าเป็นการยุบตัวของฟองควาวิเทชันแบบกระบวนการไม่สูญเสียความร้อน (Adiabatic)

ก๊าซโมเลกุลเดี่ยวเช่น อาร์กอน ฮีเลียม เปลี่ยนเป็นพลังงานจำนวนมากบนควาวิเทชันสูงกว่าพวก Diatomic gas เช่น N_2 , O_2 เนื่องจากมีสัดส่วนความร้อนจำเพาะมากกว่า

ค่าสภาพการนำความร้อน (Thermal conductivity) ของก๊าซมีความสำคัญเนื่องจาก ก๊าซที่มีค่าสภาพการนำความร้อนสูงกว่าจะทำให้อุณหภูมิที่เกิดจากการยุบตัวอย่างรวดเร็วของควาวิเทชันน้อยกว่าก๊าซที่มีค่าสภาพการนำความร้อนต่ำกว่า เนื่องด้วยความร้อนปริมาณน้อยของก๊าซที่มีค่าสภาพการนำความร้อนสูงกว่าจะถ่ายเทไปสู่กระแสน้ำของของเหลวผสมที่ทำปฏิกิริยาระหว่างที่เกิดการยุบตัวอย่างรวดเร็วเป็นปริมาณที่มากกว่า

สภาพการละลายได้ (Solubility) ของก๊าซในของเหลวมีผลต่อการเกิดควาวิเทชันดังนั้นก๊าซที่มีค่าสภาพการละลายได้ของก๊าซสูงจึงมีแนวโน้มอย่างมากที่จะแพร่เข้าสู่ฟองควาวิเทชันง่ายซึ่งจะช่วยในการเกิดฟองควาวิเทชันได้จำนวนมาก

ในปี 1997 Entezari และคณะ ได้ศึกษาลักษณะการละลายได้ของก๊าซที่มีผลต่อความเข้มข้นของควาวิเทชัน โดยศึกษาอิทธิพลของคลื่นเหนือเสียงต่ออัตราเร็วของการสลายคาร์บอน ไดซัลไฟด์ (Carbon disulfide) พบว่า ฮีเลียมให้อัตราเร็วของการเกิดปฏิกิริยาเร็วกว่าคาร์บอน ไดออกไซด์ ซึ่งอัตราการลดลงของอัตราเร็วเป็นไปตามชนิดของก๊าซดังนี้ $He > H_2 > Ar > O_2 > CO_2$ แม้ว่าก๊าซอาร์กอนจะมีค่าสัดส่วนความร้อนจำเพาะสูงกว่าฮีเลียม ทำให้ Entezari และคณะค่อนข้างแปลกใจกับผลการ

ทดลองที่ได้และได้สรุปว่าอิทธิพลที่มีผลในระบบเกิดจากสภาพการละลายได้ของก๊าซซึ่งอาร์กอนมีสภาพการละลายได้ต่ำกว่าฮีเลียม สภาพการละลายได้สูงของฮีเลียมทำให้มีแหล่งกำเนิดต่อการเกิดคาวิเทชันมาก

อุณหภูมิต่ำ

ในการเพิ่มอุณหภูมิต่ำของปฏิกิริยาทำให้ลดอิทธิพลของการเกิดปฏิกิริยาด้วยคลื่นเหนือเสียง (Sonochemistry) การลดลงของอัตราเร็วเกิดเนื่องมาจากอย่างแรกคือ เมื่ออุณหภูมิต่ำของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ความดันไอของระบบจะเพิ่มขึ้น (สร้างฟองได้ง่ายเพราะเป็นการลดคาวิเทชันเทรชโฮลด์ (Cavitation threshold)) อย่างไรก็ตามฟองที่ถูกสร้างขึ้นจำนวนมาก ๆ จะลดอิทธิพลของคลื่นเหนือเสียงเพราะจะไปลดการระเบิด (Cushion) เนื่องจากการยุบตัวอย่างรวดเร็วของฟอง โดยใช้เอนทัลปีที่สร้างขึ้นในการกลั่นตัวของไอ โดยปกติแล้วปฏิกิริยาเคมีภายใต้คลื่นเหนือเสียงจะมีอิทธิพลมากที่อุณหภูมิต่ำ ๆ เมื่อฟองประกอบด้วยก๊าซเป็นองค์ประกอบหลัก

ในปี 1981 Sehgal และ Wang สังเกตว่าอัตราเร็วของปฏิกิริยาจะเพิ่มขึ้นอย่างมีขีดจำกัดเมื่อเพิ่มอุณหภูมิต่ำ และลดลงเมื่อลดอุณหภูมิต่ำ ในการเกิดปฏิกิริยาดีกราดเอชัน (Degradation) ของ Thymine อิทธิพลของอุณหภูมิต่ำที่ถูกสังเกตโดยมีอิทธิพลต่อจลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาเคมีที่มีฟองคาวิเทชัน (Cavitation bubble) รอบ ๆ เหตุผลที่อธิบายปรากฏการณ์นี้เนื่องด้วย Thymine เป็นสารที่ไม่ระเหย โดยปฏิกิริยาดีกราดเอชัน (Degradation) เกิดขึ้นในฟิล์มของก๊าซและของเหลวที่อยู่ระหว่างฟองคาวิเทชันและกระแสน้ำของของเหลวที่ทำปฏิกิริยา ดังนั้นเมื่ออุณหภูมิต่ำขึ้นอัตราการแพร่ของ Thymine จากกระแสน้ำของของเหลวเข้าสู่พื้นที่ที่เข้าทำปฏิกิริยาจะถูกเร่งขึ้น อย่างไรก็ตามเมื่อเพิ่มอุณหภูมิต่ำก็จะเกิดการลดความเข้มข้นของคาวิเทชันด้วย ด้วยเหตุนี้จึงเป็นการลดจำนวนอนุโมลอิสระที่ถูกผลิตขึ้นในฟอง (คาดคะเนว่าอนุโมลอิสระถูกใช้สำหรับการเกิดปฏิกิริยาดีกราดเอชัน (Degradation) และจากการแพร่ของไอของสารตั้งต้นในคาวิเทชันเข้าสู่ชั้นฟิล์มของก๊าซและของเหลว)

ความดัน

การเพิ่มความดันให้กับปฏิกิริยาโดยปกติแล้วผลของมันเป็นเพิ่มอิทธิพลของปฏิกิริยาภายใต้คลื่นเหนือเสียง เนื่องจากการลดลงของของผสม การลดความดันไอจะเพิ่มความเข้มข้นของคาวิเทชันเนื่องจากการยุบตัวอย่างรวดเร็วของฟอง ดังนั้นจึงเป็นการสร้างพลังงานบนคาวิเทชัน

อย่างไรก็ตามสิ่งนี้ก็มิชอบเขตจำกัด โดยในปี 1983 และ 1987 Moulton และคณะได้ทดสอบปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชัน (Hydrogenation) ภายใต้คลื่นเหนือเสียงของน้ำมันถั่วเหลือง ขณะที่ดำเนินปฏิกิริยาที่ 200 psig และมากกว่านั้น พบว่าคลื่นเหนือเสียงมีอิทธิพลน้อยมากต่อกิจกรรม

การเร่งปฏิกิริยา ขณะที่ความดันลดลงเป็น 115 psig อิทธิพลของคลื่นเหนือเสียงกลับเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ ดูเหมือนว่าการดำเนินปฏิกิริยาที่ความดัน 200 psig และมากกว่านั้น จะเป็นการเพิ่มควาวิเทชันเทรตโฮลด์ (Cavitation threshold) ในระบบสู่ระดับที่ซึ่งฟองควาวิเทชันไม่สามารถที่จะถูกผลิตให้อยู่อย่างยาวนานหรือถูกผลิตได้จำนวนน้อย ดังนั้นจึงไม่มีอิทธิพลที่มีนัยสำคัญต่อปฏิกิริยา

การเลือกตัวทำละลาย

ควาวิเทชันถูกสร้างขึ้นอย่างรวดเร็วเมื่อใช้ตัวทำละลายที่มีความดันไอน้ำ ความหนืดต่ำ และแรงตึงผิวต่ำ อย่างไรก็ตามความเข้มข้นของควาวิเทชันจะมีประโยชน์ต่อปฏิกิริยาเมื่อดำเนินการภายใต้เงื่อนไขที่ตรงข้ามจากที่ได้กล่าวมา

ในปี 1987 Lorimer และ Mason ได้ตรวจสอบอิทธิพลทางธรรมชาติของแรงยึดเหนี่ยวของตัวทำละลายบนควาวิเทชันและพบว่าควาวิเทชันที่มีความเข้มข้นมากเกิดขึ้นในตัวทำละลายที่มีความหนืดมาก นักวิจัยท่านอื่น ๆ พบว่าควาวิเทชันถูกยับยั้งเมื่อใช้ตัวทำละลายที่ระเหยได้มาก

ความถี่ของคลื่นเหนือเสียง

ความถี่ของคลื่นเหนือเสียงมีอิทธิพลอย่างมีนัยบนกระบวนการสร้างควาวิเทชันเนื่องจากสามารถทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงขนาดวิกฤตของฟองควาวิเทชัน เมื่อความถี่ของคลื่นเหนือเสียง สูง อิทธิพลของความเข้มข้นของควาวิเทชันจะลดลงเนื่องจากเวลาในรอบของการขยายตัวของฟองเหลวในช่วงความดันลดซึ่งไม่เพียงพอที่จะเริ่มต้นสร้างควาวิเทชัน หรือไม่กี่ช่วงการอัดเกิดขึ้นเร็วกว่าเวลาที่ใช้สำหรับการที่ฟองอากาศเล็ก ๆ จะยุบตัวอย่างรวดเร็ว ไม่อย่างใดก็อย่างหนึ่ง

คลื่นเหนือเสียงที่มีความถี่ต่ำจะทำให้ผลของการยุบตัวอย่างรวดเร็วของควาวิเทชันเป็นไปอย่างรุนแรงทำให้ได้อุณหภูมิเฉพาะจุดที่สูงและความดันที่สูงอย่างไรก็ตามมีงานวิจัยบางส่วนพบว่าที่ความถี่สูงทำให้อัตราเร็วของการเกิดปฏิกิริยามีค่าเพิ่มขึ้นเช่น ปฏิกิริยาออกซิเดชัน เนื่องด้วยเมือให้ความถี่สูงอาจจะช่วยเพิ่มจำนวนอนุโมลอิสระ (แม้ว่าจะลดความรุนแรงของการยุบตัวของควาวิเทชันไปมาก) เพราะจำนวนของควาวิเทชันที่มีมากขึ้น ดังเช่น ในปี 1996 Francoy และ Petrier พบว่าอัตราการสลายตัวของคาร์บอนเตตระคลอไรด์มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อใช้ความถี่คลื่นเหนือเสียงเป็น 500 กิโลเฮิร์ต เมื่อเปรียบเทียบกับการใช้คลื่นเหนือเสียงที่มีความถี่ 20 กิโลเฮิร์ต แต่ถ้าใช้ความถี่ที่สูงมากๆ อิทธิพลของควาวิเทชันก็จะลดลง

กำลังของคลื่นเหนือเสียง

นักวิจัยหลายคนพบว่ากำลังของคลื่นเหนือเสียง ที่ส่งผ่านสู่ของผสมที่ทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น จะทำให้อัตราเร็วของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นแต่เมื่อถึงจุดสูงสุดจะลดลงเมื่อมีการเพิ่มกำลังของคลื่นเหนือเสียง (จากงานของ **Gutierrez และ Henglein ในปี 1990**) ความเป็นไปได้ที่อธิบายสาเหตุนี้คือที่กำลังของคลื่นเหนือเสียงมากความหนาแน่นของควิเทชัน (เปรียบเสมือนกลุ่มหมอก) ที่ถูกสร้างขึ้นก็จะมากบริเวณที่ปลายของแหล่งกำเนิดของคลื่นเหนือเสียง ซึ่งจะขัดขวางการส่งผ่านพลังงานจากแหล่งกำเนิดสู่ของไหล (จากงานของ **Ratoasinoro และคณะในปี 1995, Contamine และคณะในปี 1994**) และในปี 1997 **Whillock และ Harvey** ได้เสนอว่ากำลังของคลื่นเหนือเสียงที่เหมาะสมจะขึ้นกับความถี่ที่ใช้

2.3 การตรวจวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของวัสดุที่มีรูพรุน

สภาวะการเป็นรูพรุนของวัสดุพรุนสามารถแบ่งออกเป็น 3 กลุ่มด้วยกันตามขนาดของรูพรุนภายในโครงสร้างของวัสดุดังนี้

รูพรุนแบบไมโคร (Micropore) เป็นรูพรุนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กกว่า 2 นาโนเมตร และมีความสามารถในการดูดซับโมเลกุลสูงมาก

รูพรุนแบบมีโซ (Mesopore) เป็นรูพรุนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางระหว่าง 2 ถึง 50 นาโนเมตร เป็นขนาดรูพรุนที่มีความเหมาะสมกับตัวดูดซับที่ใช้ในกระบวนการดูดซับในวัฏภาคของเหลว

รูพรุนแบบแมโคร (Macropore) เป็นรูพรุนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางมากกว่า 50 นาโนเมตร เดิมทีมีความเข้าใจว่าไม่มีบทบาทในกระบวนการดูดซับนอกจากเป็นช่องทางนำส่งโมเลกุลที่ถูกดูดซับไปยังรูพรุนที่มีขนาดเล็กกว่า แต่อย่างไรก็ดีงานวิจัยในระยะหลังๆ ได้ค้นพบว่าวัสดุที่มีโครงสร้างรูพรุนในช่วงแมโครพอร์ภายในโครงสร้างแบบ Monolith เป็นประโยชน์ในการประยุกต์ใช้เป็น Column ใน HPLC เนื่องจากสามารถเพิ่มอัตราการถ่ายเทมวลสารเหนือขีดจำกัดของ Column แบบเดิมที่ใช้อนุภาคเม็ดบรรจุภายใน Column ทำให้เพิ่มอัตราเร็วและผลได้จากกระบวนการแยกด้วย HPLC

ไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับ ในโครเจน

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

เมื่อบันทึกค่าระหว่างปริมาตรของของไหลที่ถูกดูดซับหรือมวลของของไหลที่ถูกดูดซับกับความดันสัมพัทธ์ (Relative Pressure) เราจะเรียกความสัมพันธ์ที่ได้ว่า ไอโซเทอมของการดูดซับ-คายซับ (Adsorption – Desorption Isotherm) โดยปกติแล้วในโตรเจนจะถูกเลือกใช้เป็นตัวถูกดูดซับในการประเมินลักษณะสมบัติรูพรุนของของแข็ง ซึ่งลักษณะของไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับของไนโตรเจนที่ได้สามารถแบ่งประเภทเป็น 5 แบบตามหลักของ IUPAC ดังรูปที่ 2.5 ซึ่งไอโซเทอมการดูดซับ - คายซับของไนโตรเจนแต่ละแบบสามารถบอกลักษณะสมบัติรูพรุนของวัสดุได้ดังต่อไปนี้

แบบที่ 1 (Type I) ซึ่งจะบ่งบอกว่าลักษณะสมบัติรูพรุนของวัสดุเป็นวัสดุที่มีรูพรุนในช่วงไมโครพอร์ (Micropore) เท่านั้น ลักษณะของเส้นไอโซเทอมจะเป็นรูปเส้นโค้งที่ความดันต่ำมากจะมีความชันมากเนื่องจากโมเลกุลที่ถูกดูดซับ (Adsorbed) จะเริ่มถูกดูดซับลงในรูพรุนในช่วงไมโครพอร์และจะเริ่มเป็นระนาบขนานกับแกนนอนเมื่อความดันสูงขึ้นเนื่องจากรูพรุนในช่วงไมโครพอร์เต็มไปด้วยโมเลกุลตัวถูกดูดซับแล้ว ซึ่งไอโซเทอมจะมีลักษณะดังรูปที่ 2.4 ก.

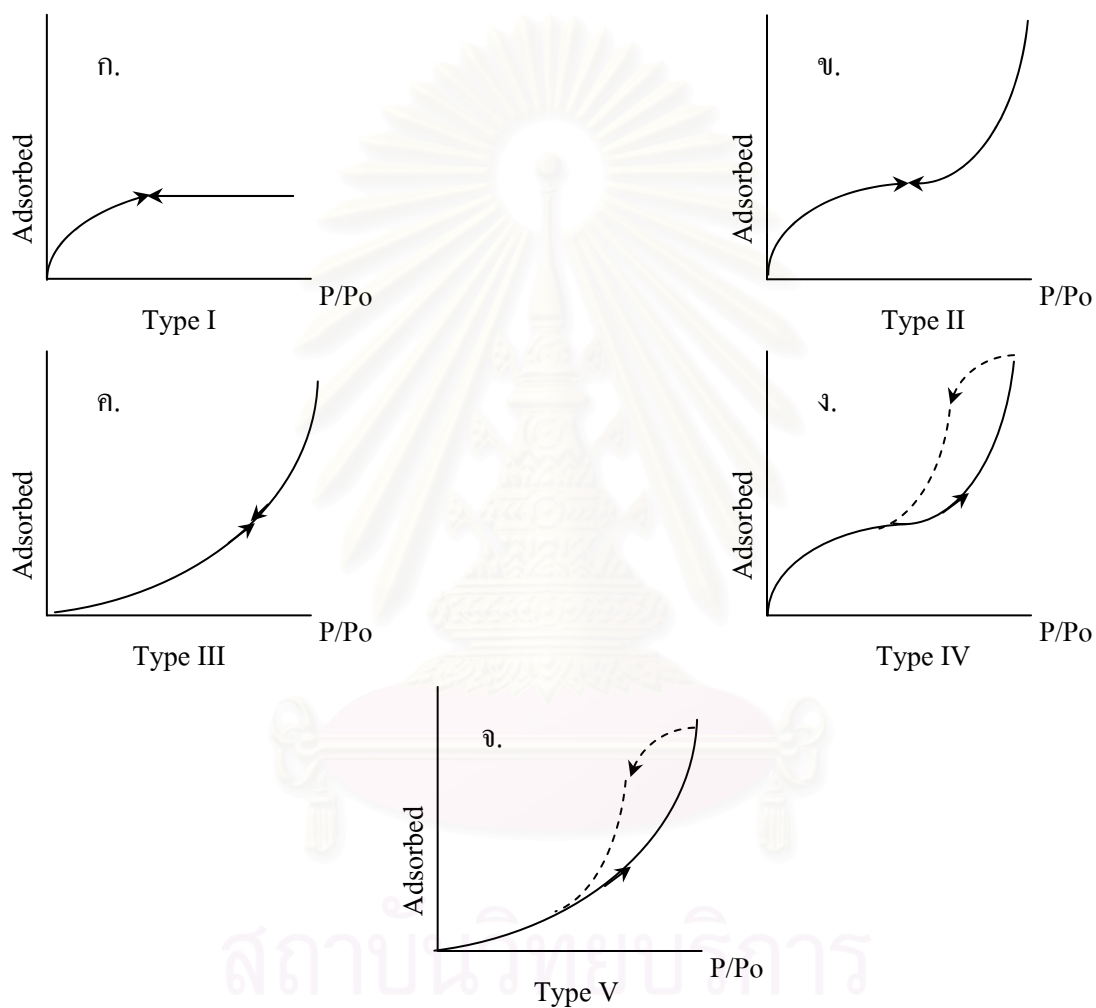
แบบที่ 2 (Type II) ลักษณะของเส้นโค้งไอโซเทอมจะเป็นเส้นโค้งที่ในช่วงความดันต่ำซึ่งเกิดจากอิทธิพลของการดูดซับของรูพรุนในช่วงไมโครพอร์และจะกลายเป็นเส้นโค้งหงายหรือมีการดูดซับเพิ่มขึ้นเมื่อความดันมีค่าสูงขึ้น ซึ่งเกิดขึ้นจากการดูดซับแบบ Multilayer หรือเกิดการซ้อนทับกันเองของโมเลกุลตัวถูกดูดซับและเส้นการดูดซับจะทับซ้อนทับกับเส้นการคายซับ ดังรูปที่ 2.4 ข. ซึ่งไอโซเทอมแบบที่ 2 บ่งบอกถึงลักษณะสมบัติรูพรุนของวัสดุว่าเป็นวัสดุที่ไม่มีรูพรุนหรือมีรูพรุนที่มีขนาดแมโครพอร์ (Macropore)

แบบที่ 4 (Type IV) ลักษณะของเส้นโค้งไอโซเทอมจะคล้ายกับแบบที่ 2 (Type II) เพียงแต่ที่ความดันสูงเส้นโค้งของการคายซับจะไม่ซ้อนทับกับเส้นโค้งของการดูดซับ ดังรูปที่ 2.4 ง. ซึ่งจะเรียกว่า Hysteresis Loop เนื่องมาจากการเกิดปรากฏการณ์ Capillary Condensation ซึ่งเป็นปรากฏการณ์ที่เกิดภายในรูพรุนขนาดมีโซพอร์ (Mesopore) ไอโซเทอมแบบที่ 4 นี้ จึงบ่งบอกถึงการมีรูพรุนขนาดมีโซพอร์ (Mesopore) ภายในวัสดุ

แบบที่ 3 (Type III) และ 5 (Type V) ลักษณะของเส้นโค้งจะเป็นเส้นโค้งหงาย ซึ่งไอโซเทอมแบบที่ 3 ดังรูปที่ 2.4 ค. จะไม่มี Hysteresis Loop ในขณะที่แบบที่ 5 ดังรูปที่ 2.4 จ. ปรากฏ Hysteresis Loop ลักษณะของไอโซเทอมดังกล่าวบ่งบอกว่าแรงที่กระทำระหว่างโมเลกุลตัวถูกดูด

ซับ (Adsorbed) กับ โมเลกุลตัวถูกดูดซับ (Adsorbate) มีมากกว่า โมเลกุลตัวถูกดูดซับ (Adsorbate) กับ ตัวดูดซับ (Adsorbent)

โดยรายละเอียดเกี่ยวกับลักษณะของไอโซเทอมการดูดซับ - คายซับ Type ต่างๆ สามารถดูรายละเอียดเพิ่มเติมได้จาก K.S.W. Sing et.al., 1982



รูปที่ 2.5 ลักษณะต่างๆของไอโซเทอมของการดูดซับ-คายซับ ตามหลักของ IUPAC โดยที่เส้นทึบแสดงการดูดซับ และเส้นประแสดงการคายซับ [K.S.W. Sing et.al., 1982]

บทที่ 3

การทดลองและการตรวจวิเคราะห์

3.1 วัตถุดิบและเครื่องมือที่ใช้

3.1.1 วัตถุดิบที่ใช้

1. รีโซซินอล 98 % (Resorcinol (R), $C_6H_4(OH)_2$) โดยบริษัทฟลูก้า (Fluka) ประเทศเยอรมันนี
2. ฟอรั่มัลดีไฮด์ 38 % (Formaldehyde (F), HCHO) โดยบริษัท Asia Pacific Specialty Chemicals ประเทศออสเตรเลีย
3. โซเดียมคาร์บอเนต (Sodium Carbonate (C), Na_2CO_3)
4. น้ำกลั่น
5. t – Butanol โดยบริษัท Asia Pacific Specialty Chemicals ประเทศออสเตรเลีย
6. ก๊าซไนโตรเจน 99.99 %

3.1.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. อุปกรณ์พื้นฐานในห้องปฏิบัติการเคมีทั่วไป
2. เครื่องกำเนิดคลื่นเหนือเสียงความถี่ 20 กิโลเฮิรตซ์ (Vibra Cell รุ่น VC150) ประเทศสหรัฐอเมริกา
3. เหนือเสียง โพรบ (Ultrasonic Probe) มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่ปลายโพรบ 6 มิลลิเมตร (Vibra Cell) จากประเทศสหรัฐอเมริกา
4. อ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ (Cooling Bath)
5. เตาอบไมโครเวฟยี่ห้อ TURBORA รุ่น TRX – 2021 โดยบริษัทปราณีภัณฑ์ จำกัด ประเทศไทย
6. เตาเผา (Furnace) สำหรับกระบวนการเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbonization)

3.2 รายละเอียดวิธีการทดลอง

การทดลองในวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นการทดลองในระดับห้องปฏิบัติการเพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการอบแห้งรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์เจลด้วยคลื่นไมโครเวฟ อิทธิพลของคลื่นเหนือเสียงที่ใช้ระหว่างขั้นตอน โขล-เจด โพลีคอนเดนเซชัน และสัดส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็นด่างที่มีผลต่อลักษณะสมบัติรูพรุนของ Carbon gel ซึ่งได้จากการเผา RF gel ให้เป็นคาร์บอน (Carbonization) ภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส สำหรับการเตรียม Carbon gel นั้นจะทำการเตรียม Carbon gel ที่มีลักษณะของรูพรุนใน 2 ลักษณะคือ

- ลักษณะรูพรุนแบบมีโซ (Mesopore)
- ลักษณะรูพรุนแบบแมโคร (Macropore)

3.2.1 การทดลองเพื่อศึกษาลักษณะสมบัติรูพรุนแบบมีโซของ รีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจด ที่ใช้และไม่ใช้คลื่นเหนือเสียงระหว่างขั้นตอน โขล-เจด โพลีคอนเดนเซชัน โดยผ่านขั้นตอนการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ

เป็นการทดลองเพื่อศึกษาการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟที่มีผลต่อลักษณะสมบัติรูพรุนแบบมีโซของ Carbon gel โดยจะทำการปรับเปลี่ยนสัดส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็นด่างกับน้ำหรือค่า C/W และสัดส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็นด่างหรือค่า R/C ที่สถานะเริ่มแรก โดยใช้คลื่นเหนือเสียงช่วยในการเตรียม

ค่า C/W ต่ำ (20 และ 40 mol/m³) และค่า C/W สูง (80 mol/m³)

การทดลองนี้จะศึกษาถึงผลของคลื่นเหนือเสียงที่มีผลต่อลักษณะสมบัติรูพรุนแบบมีโซของ Carbon gel เมื่อค่า C/W ที่ใช้ในการเตรียม Carbon gel มีค่าต่ำโดยจะทำการปรับค่า R/C ดังแสดงในตารางที่ 3.1 และ ตารางที่ 3.2

เมื่อ R = รีโซซินอล, F = ฟอร์มัลดีไฮด์, W = น้ำ, C = โซเดียมคาร์บอเนต (Na₂CO₃)

ตารางที่ 3.1 แสดงสถานะในการเตรียม Carbon gel ที่มีโครงสร้างแบบมีโซเมื่อค่า C/W ต่ำโดยใช้คลื่นเหนือเสียงและใช้วิธีอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ

C/W (mol/m ³)	R/C (mol/mol)	R/W (g/cc)	Power of Ultrasonic (watt)
20	200	0.44	0
20	200	0.44	22
40	200	0.89	0
40	200	0.89	22

ตารางที่ 3.2 แสดงสถานะในการเตรียม Carbon gel ที่มีโครงสร้างแบบมีโซเมื่อค่า C/W สูงโดยใช้คลื่นเหนือเสียงและใช้วิธีทำให้แห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ

C/W (mol/m ³)	R/C (mol/mol)	R/W (g/cc)	Power of Ultrasonic (watt)
80	200	1.76	0
80	200	1.76	22
80	100	0.89	0
80	100	0.89	22
80	50	0.44	0
80	50	0.44	22

หมายเหตุ - Power of Ultrasonic = 0 watt แสดงว่าไม่ใช้คลื่นเหนือเสียงในการเตรียม Carbon gel

ในที่นี้จะเรียก Carbon gel ที่เตรียมโดยใช้คลื่นเหนือเสียงว่า “Carbon sonogel” และเรียก Carbon gel ที่ไม่ได้เตรียมโดยใช้คลื่นเหนือเสียงว่า “Carbon gel”

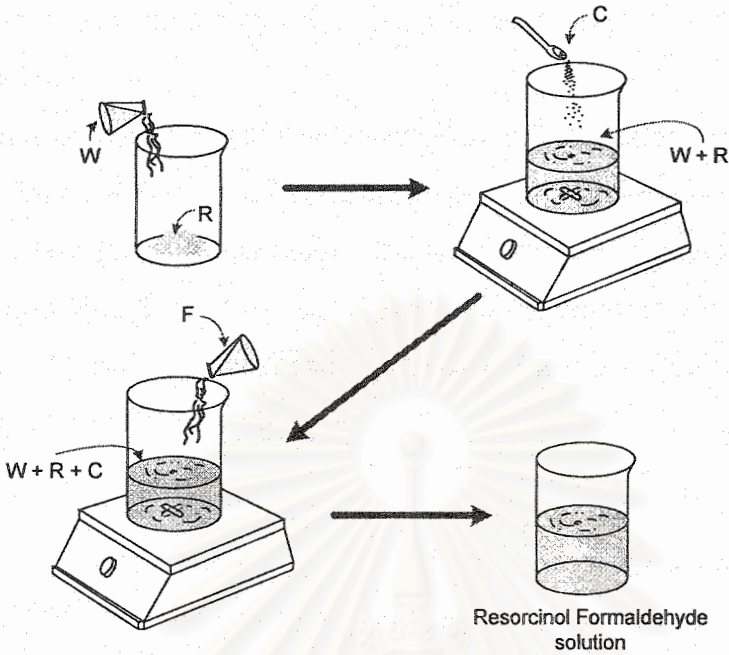
ก. การเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ เจล ก่อนการอบแห้ง

สารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ เตรียมขึ้นจาก รีโซซินอล (Resorcinol (R), C₆H₄(OH)₂) ฟอร์มัลดีไฮด์ (Formaldehyde (F), HCHO) น้ำกลั่น และ โซเดียมคาร์บอเนต (Sodium Carbonate (C), Na₂CO₃) ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็นด่าง (Basic Catalyst)

1) การเตรียมสารละลายเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์

เป็นขั้นตอนเริ่มแรกในการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจล โดยมีขั้นตอนการเตรียมดังแสดงในรูปที่ 3.1

1. ผสมสารตั้งต้นในอัตราส่วนที่ต้องการดังที่แสดงในตารางที่ 3.1
2. นำรีโซซินอลฟอร์มัลดีไฮด์มาละลายด้วยน้ำกลั่นที่อุณหภูมิห้อง
3. เติมตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมคาร์บอเนต แล้วปั่นกวนจนกระทั่งโซเดียมคาร์บอเนตถูกทำให้ละลายจนหมด
4. เติมสารละลายฟอร์มัลดีไฮด์ 38 % ลงไป แล้วปั่นกวนจนกระทั่งสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน จะได้สารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์



รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการเตรียมสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์

2) ขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาโซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน (Sol-gel polycondensation)

การทดลองในขั้นนี้แบ่งเป็น 2 กลุ่มคือ (1) ไม่ใช้คลื่นเหนือเสียงในขั้นตอน โซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน และ (2) ใช้คลื่นเหนือเสียงระหว่างขั้นตอน โซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน ดังรายละเอียดต่อไปนี้

2.1 ไม่ใช้คลื่นเหนือเสียงในขั้นตอน โซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน

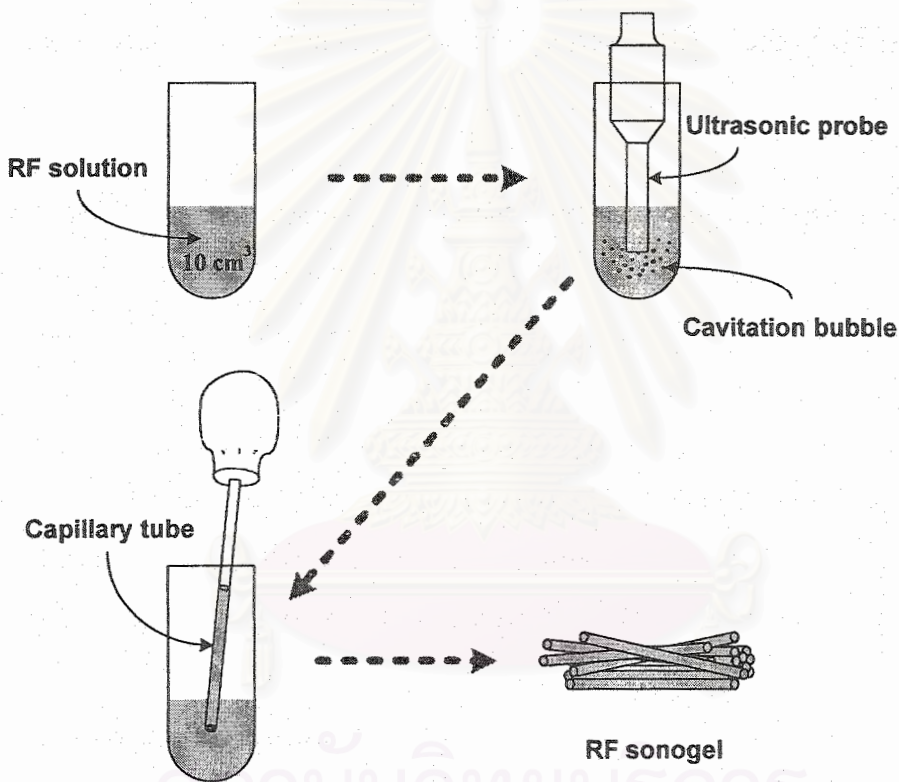
ในส่วนนี้การเตรียม RF gel จะไม่ใช้คลื่นเหนือเสียงในขั้นตอนโซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน (Sol-gel polycondensation) โดยจะปล่อยให้สารละลายรีโซซินอล - ฟอร์มัลดีไฮด์ (RF Solution) เกิดเป็นเจลที่อุณหภูมิที่ควบคุม 35 ± 5 องศาเซลเซียส

2.2 การใช้คลื่นเหนือเสียงในขั้นตอน โซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน

1. นำสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ ที่เตรียมไว้แล้ว 10 ลูกบาศก์เซนติเมตรใส่ในหลอดทดลองขนาดกลาง (เส้นผ่าศูนย์กลาง 2.5 เซนติเมตร) ดังรูปที่ 3.2
2. ทำการป้อนคลื่นเหนือเสียงลงในสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ จากเครื่องกำเนิดคลื่นเหนือเสียงชนิดโพรบโดยใช้กำลังของคลื่นเหนือเสียง 22 วัตต์ และให้ปลายโพรบอยู่ที่

ระดับกลางของสารละลาย ในขั้นนี้จะสังเกตเห็นฟองควิวเทชันในสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มาลดีไฮด์

3. รอนจนกระทั่งสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มาลดีไฮด์ หนืดมากๆ และไม่สามารถสังเกตเห็นฟองควิวเทชันได้ จึงหยุดการป้อนคลื่นเหนือเสียง เนื่องจากว่าถ้าสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มาลดีไฮด์ เริ่มกลายเป็นเจลจะเกิดการเปลี่ยนแปลงความหนืดอย่างรวดเร็ว
4. ใช้หลอดคาพิลลารี (Capillary tube) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 3.5 มิลลิเมตร ดูดสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มาลดีไฮด์ (RF Solution) ที่หนืดมากๆ ขึ้นมาเพื่อขึ้นรูปเจลเป็นแท่งทรงกระบอก ได้ RF sonogel



รูปที่ 3.2 แสดงการใช้คลื่นเหนือเสียงในขั้นตอน โซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน ของสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มาลดีไฮด์

ตัวแปรที่ปรับเปลี่ยนและสภาวะควบคุมในการทดลอง

1. ตัวแปรที่ปรับเปลี่ยน คือ

- ค่าสัดส่วนของ โซเดียมคาร์บอเนตกับน้ำต่อนเริ่มแรก หรือ ค่า C/W เป็น 20, 40 และ 80 โมลต่อลูกบาศก์เมตร ตามลำดับ

- ค่าสัดส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับโซเดียมคาร์บอเนตหรือ ค่า R/C เป็น 50, 100 และ 200 ตามลำดับ

2. ตัวแปรควบคุม คือ

- ค่าสัดส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับฟอร์มัลดีไฮด์ หรือ ค่า R/F เป็น 0.5
- กำลังของคลื่นเหนือเสียง 22 วัตต์
- ความถี่ของคลื่นเหนือเสียง 20 กิโลเฮิร์ตซ์
- อุณหภูมิ 35 ± 5 องศาเซลเซียส
- ปริมาตรของสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ระดับของปลายโพรบอยู่ที่ระดับกลางของระดับสารละลาย รีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์

3) ขั้นตอนการบ่ม (Aging)

ขั้นตอนนี้เป็นขั้นตอนที่ควบคุมสภาวะการทดลองเหมือนกันทุกๆตัวอย่างการทดลอง ดังนี้

1. อุณหภูมิระหว่างการบ่ม เป็น 75 องศาเซลเซียส
2. เวลาที่ใช้ในการบ่ม เป็น 7 วัน

4) ขั้นตอนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลาย (Solvent exchange)

ขั้นตอนนี้เป็นขั้นตอนที่ควบคุมสภาวะการทดลองเหมือนกันทุกๆตัวอย่างการทดลอง ดังนี้

1. ปริมาตรของ t-Butanol เป็น 10 เท่าของปริมาตรเจล
2. แช่ใน t-Butanol จำนวน 3 ครั้ง ทุก 24 ชั่วโมง

ข. ขั้นตอนการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ

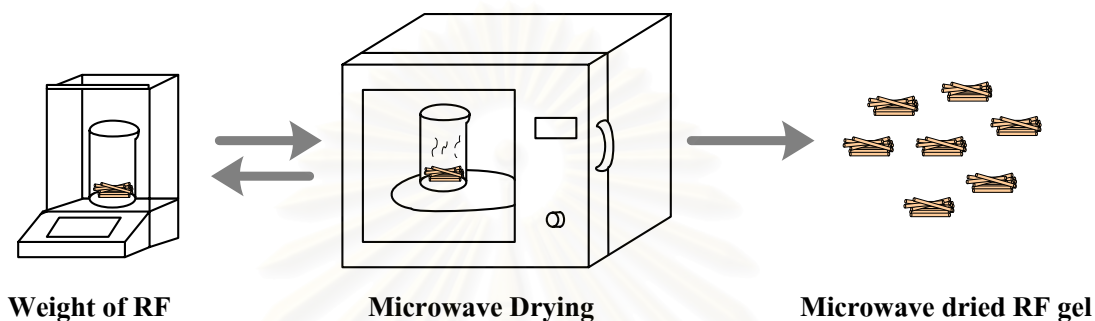
การอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟอาศัยหลักการที่ตัวทำละลายในโครงสร้างของ RF gel เกิดการระเหยเนื่องจากการได้รับพลังงานความร้อนจากคลื่นไมโครเวฟ โดยขั้นตอนในการอบแห้งดังแสดงในรูปที่ 3.3

ขั้นตอนนี้เป็นขั้นตอนที่ควบคุมสภาวะการทดลองเหมือนกันทุกๆตัวอย่างการทดลอง ดังนี้

1. นำ RF gel ที่ทำการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายเรียบร้อยแล้วมาชั่งน้ำหนักก่อนการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ บันทึกน้ำหนักไว้
2. นำ RF gel อบในเตาไมโครเวฟโดยใช้กำลังของคลื่นไมโครเวฟต่ำสุด 200 วัตต์ เพื่อทำการระเหยตัวทำละลาย t-Butanol ที่อยู่ภายในโครงสร้างของ RF gel ขณะทำการ

อบแห้งจะนำ RF gel ออกมาซึ่งทุกๆ 10 นาที ซึ่งพบว่าน้ำหนักของ RF gel จะลดลงอย่างต่อเนื่อง

- เมื่อน้ำหนักของ RF gel คงที่ที่ค่าหนึ่งแสดงว่าทำการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟเสร็จเรียบร้อยแล้ว



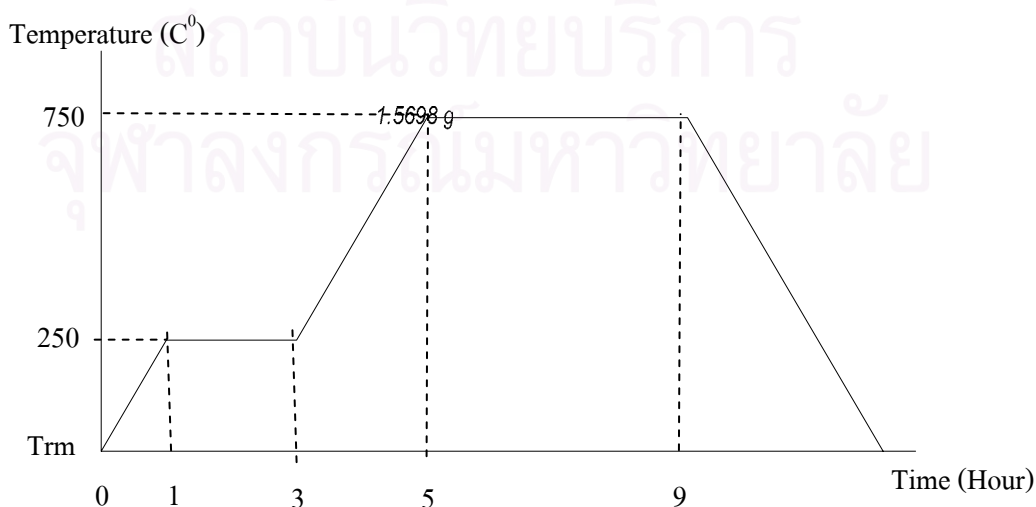
รูปที่ 3.3 แสดงขั้นตอนการทำอบแห้ง RF gel ด้วยคลื่นไมโครเวฟ

ค. ขั้นตอนการเผาให้เป็นคาร์บอน

กระบวนการเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbonization) เป็นกระบวนการที่เพิ่มปริมาณธาตุคาร์บอนภายในวัสดุอินทรีย์ด้วยอุณหภูมิสูงภายใต้บรรยากาศเฉื่อยซึ่งในการทดลองนี้จะใช้ก๊าซไนโตรเจน 99.99 %

ขั้นตอนนี้เป็นขั้นตอนที่ควบคุมสภาวะการทดลองเหมือนกันทุกๆตัวอย่างการทดลอง ดังนี้

- ควบคุมอัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจน เป็น 200 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที
- ควบคุมอุณหภูมิและอัตราการเพิ่มอุณหภูมิดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 แผนผังกระบวนการเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbonization)

3.2.2 การทดลองเพื่อศึกษาลักษณะสมบัติรูพรุนแบบแมโครของคาร์บอนที่มีลักษณะของช่องว่างระหว่างอนุภาคคาร์บอนที่เชื่อมทะลุถึงกันทั่วทั้งเนื้อวัสดุ (3 Dimensional Interconnected Macroporous Monolith; 3D-IMM) ที่ใช้คลื่นเหนือเสียงระหว่างชั้นตอนโซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน และอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ

การทดลองนี้จะทำการเตรียม คาร์บอนที่มีลักษณะของช่องว่างแบบแมโครระหว่างอนุภาคคาร์บอนที่เชื่อมทะลุถึงกันทั่วทั้งเนื้อวัสดุซึ่งในที่นี้จะเรียกว่า “โมโนลิท คาร์บอนเจล” และเพื่อศึกษาสมบัติความเป็นรูพรุนที่ได้ในโมโนลิทคาร์บอนเจล จึงทำการปรับเปลี่ยนสัดส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับโซเดียมคาร์บอเนตหรือ ค่า R/C ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ ดังแสดงในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 แสดงสภาวะในการเตรียม 3D-IMM โดยใช้คลื่นเหนือเสียงและใช้วิธีทำให้แห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ

C/W (mol/m ³)	R/C (mol/mol)	R/W (g/cc)	Power of Ultrasonic (watt)
10	400	0.44	22
10	800	0.88	22
10	1200	1.32	22

การเตรียมโมโนลิท คาร์บอนเจลที่เป็นเจลก่อนการอบแห้ง

1. การเตรียมสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์

สำหรับขั้นตอนของการเตรียมสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ ในส่วนนี้พบว่าใช้วิธีการเดียวกันกับข้อ 3.2.1 แต่จะเปลี่ยนค่า C/W และค่า R/C ดังตารางที่ 3.3 ข้างต้น

2. ขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาโซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน (Sol-gel polycondensation)

ในขั้นตอนนี้จะใช้คลื่นเหนือเสียงระหว่างชั้นตอน โซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน โดยจะใช้กำลังของคลื่นเหนือเสียง 22 วัตต์ ทุกสภาวะของการทดลอง สำหรับรายละเอียดขั้นตอนการทดลองจะเหมือนกับข้อ 3.2.1

ตัวแปรที่ปรับเปลี่ยนและสภาวะควบคุมในการทดลอง

1. ตัวแปรที่ปรับเปลี่ยน คือ

- ค่าสัดส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับโซเดียมคาร์บอเนตหรือ ค่า R/C เป็น 40, 800 และ 1200 ตามลำดับ

2. ตัวแปรควบคุม คือ

- ค่าสัดส่วนของโซเดียมคาร์บอเนตกับน้ำตอนเริ่มแรก หรือ ค่า C/W เป็น 10 โมลต่อลูกบาศก์เมตร
- ค่าสัดส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับฟอร์มัลดีไฮด์ หรือ ค่า R/F เป็น 0.5
- กำลังของคลื่นเหนือเสียง 22 วัตต์
- ความถี่ของคลื่นอัลตราโซนิก 20 กิโลเฮิร์ตซ์
- อุณหภูมิ 35 ± 5 องศาเซลเซียส
- ปริมาตรของสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ระดับของปลายโพรบอยู่ที่ระดับกลางของระดับสารละลาย รีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์

ขั้นตอนการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟและการเผาให้เป็นคาร์บอน

ทำเช่นเดียวกับข้อ 3.2.1

3.3 การตรวจวิเคราะห์คุณลักษณะจำเพาะ

เป็นขั้นตอนของการตรวจสอบลักษณะความเป็นรูพรุนของ Carbon gel และ Monolith carbon gel ที่สังเคราะห์จากข้างต้น ดังนี้

3.3.1 รีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจล/โซโนเจล (Carbon gel/sonogel)

ลักษณะความเป็นรูพรุนแบบมีโซของ Carbon gel/sonogel สามารถตรวจวิเคราะห์ได้โดยอาศัยคุณสมบัติการดูดซับ-คายซับ ก๊าซไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 77 เคลวินและการใช้เทคนิค Scanning Electron Microscope (SEM) ดังนี้

1) ไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับ ไนโตรเจน (Nitrogen Adsorption - Desorption Isotherm) ที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน

รีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจล ที่ได้จากการเผาให้เป็นคาร์บอน ถูกนำไปวัดสมมูลการดูดซับ-คายซับ ไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน (BEL Japan Inc; BELSORP28) ซึ่งผลที่ได้จากเส้นสมมูลดังกล่าวสามารถนำไปคำนวณหา

1. ปริมาตรรูพรุนในช่วงไมโครพอร์ (Micropore) ด้วยเทคนิควิธี t-Plot
2. ปริมาตรรูพรุนในช่วงมีโซพอร์ (Mesopore) ด้วยเทคนิควิธี Dollimore and Heal
3. การกระจายขนาดรัศมีรูพรุนในช่วงมีโซพอร์ (Mesopore Radius Size Distribution) ด้วยเทคนิควิธี Dollimore and Heal

4. พื้นที่ผิว BET ด้วยแบบจำลองของ Brunauer, Emmett and Teller ซึ่งการคำนวณสามารถดูรายละเอียดได้จาก S.J Gregg and K.S.W. Sing, 1982

2) เทคนิค *Scanning Electron Microscope (SEM)*

เป็นเทคนิคที่ใช้แสดงลักษณะพื้นผิวโดยการถ่ายภาพภาคตัดขวางของ Carbon gel และ Carbon sonogel ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning Electron Microscope, JEOL; JSM-6700F)

3.3.2 คาร์บอนที่มีลักษณะของช่องว่างแบบแมโครระหว่างอนุภาคคาร์บอนที่เชื่อมทะลุถึงกันทั่วทั้งเนื้อวัสดุ (3D-IMM) หรือ โมนอลิท คาร์บอนเจล

ลักษณะความเป็นรูพรุนของโมนอลิท คาร์บอนเจล สามารถตรวจวิเคราะห์ได้จากเครื่อง Mercury Intrusion และการใช้เทคนิค Scanning Electron Microscope (SEM) ดังนี้

1) เครื่อง *Mercury Intrusion*

โมนอลิท คาร์บอนเจลที่ได้จากการเผาให้เป็นคาร์บอนจะถูกนำไปวัดการซึมผ่านของปรอทเข้าไปในรูพรุนแบบแมโครซึ่งผลที่ได้ดังกล่าวสามารถนำไปคำนวณหา

1. ปริมาตรรูพรุนในช่วงแมโครพอร์ (Macropore volume)
2. การกระจายขนาดรัศมีรูพรุนในช่วงแมโครพอร์ (Macropore size distribution)

2) เทคนิค *Scanning Electron Microscope (SEM)*

เป็นเทคนิคที่ใช้แสดงลักษณะพื้นผิวโดยการถ่ายภาพภาคตัดขวางของโมนอลิท คาร์บอนเจลได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning Electron Microscope, JEOL; JSM-6700F)

บทที่ 4

ผลการศึกษาและการอภิปรายผล

ในบทนี้จะกล่าวถึงผลของการใช้คลื่นไมโครเวฟในการอบแห้งรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ เจล ที่เตรียมโดยใช้คลื่นเหนือเสียง และการปรับเปลี่ยนสัดส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็นด่าง โซเดียมคาร์บอเนตกับน้ำหรือค่า C/W และสัดส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็นด่าง โซเดียมคาร์บอเนตหรือค่า R/C ที่สถานะเริ่มแรกซึ่งมีผลต่อสมบัติความเป็นรูพรุนของ รีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจล ที่สังเคราะห์ได้

สำหรับผลการศึกษาและอภิปรายผลจะแบ่งเป็น 2 ส่วนดังรูปที่ 4.1 ตามลักษณะสมบัติ ความเป็นรูพรุนของรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจลคือ

- รีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจล ที่มีโครงสร้างรูพรุนแบบมีโซ (Masoporous Carbon Gel)
- คาร์บอนที่มีสัณฐานของช่องว่างแบบแมคโครระหว่างอนุภาคคาร์บอนที่เชื่อมทะลุถึงกันทั่วทั้งเนื้อวัสดุ (3 Dimensional Interconnected Macroporous Monolith; 3D-IMM)

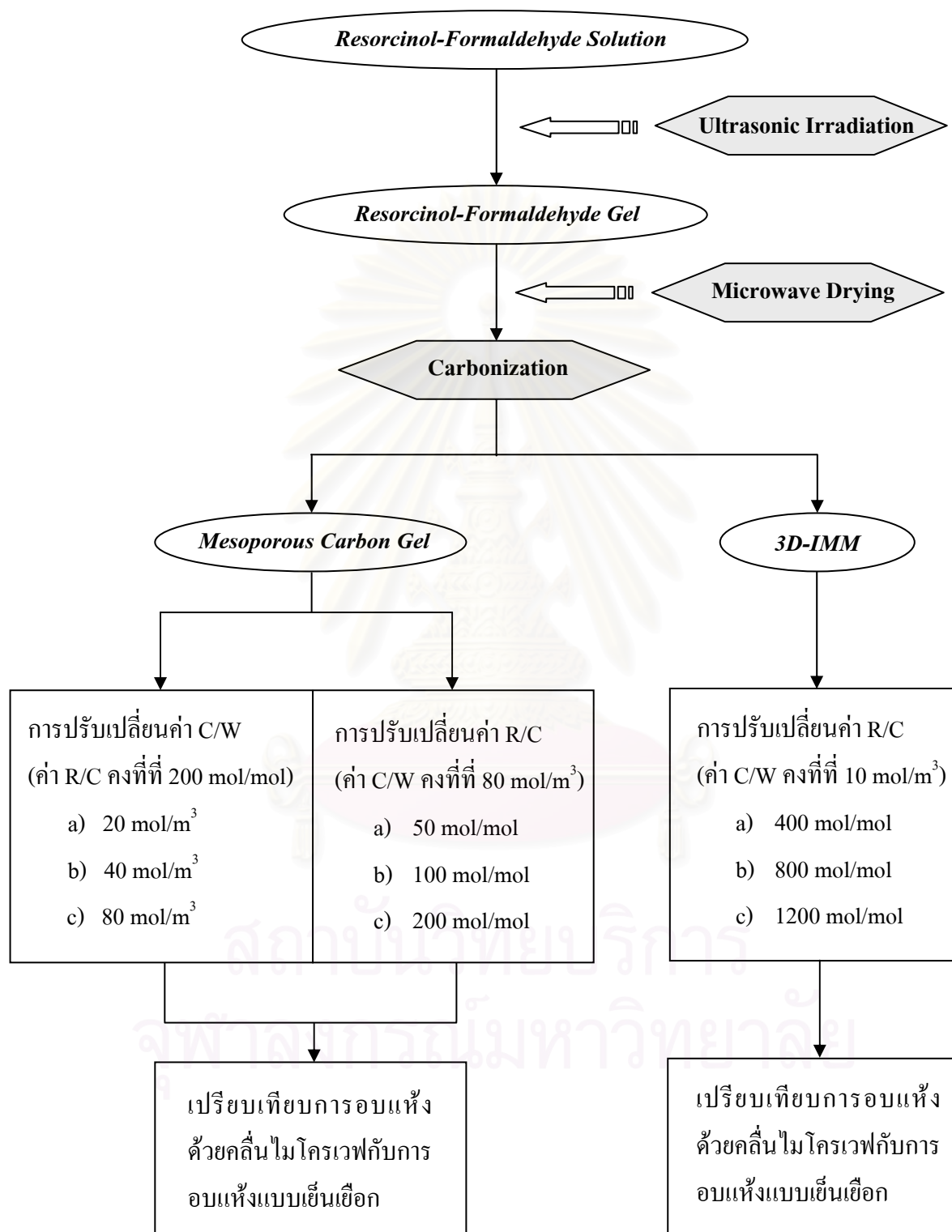
4.1 รีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจล ที่มีโครงสร้างรูพรุนแบบมีโซ

ในส่วนนี้ผลการทดลองจะศึกษาถึงผลของการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ ที่มีต่อลักษณะ สมบัติรูพรุนแบบมีโซและการกระจายขนาดรูพรุนของรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจล ซึ่งเตรียมโดยใช้คลื่นเหนือเสียงระหว่างขั้นตอน โซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน รวมถึงการปรับเปลี่ยนค่า R/C และค่า C/W

สมบัติความเป็นรูพรุน

สมบัติความเป็นรูพรุนแบบมีโซของรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจล ที่ได้จากการเผา ให้เป็นคาร์บอนของรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ เจล ภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส โดยจะเรียก RF gel หลังจากการเผาให้เป็นคาร์บอนว่า “Carbon gel” และเรียก RF sonogel หลังจากการเผาให้เป็นคาร์บอนว่า “Carbon sonogel”

Microwave Drying



รูปที่ 4.1 แผนผังศึกษาผลของการใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนของการอบแห้ง เพื่อเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจล

4.1.1 การปรับเปลี่ยนค่า C/W และค่า R/C ที่ใช้ในการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มาลดีไฮด์ คาร์บอนเจลซึ่งผ่านการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ

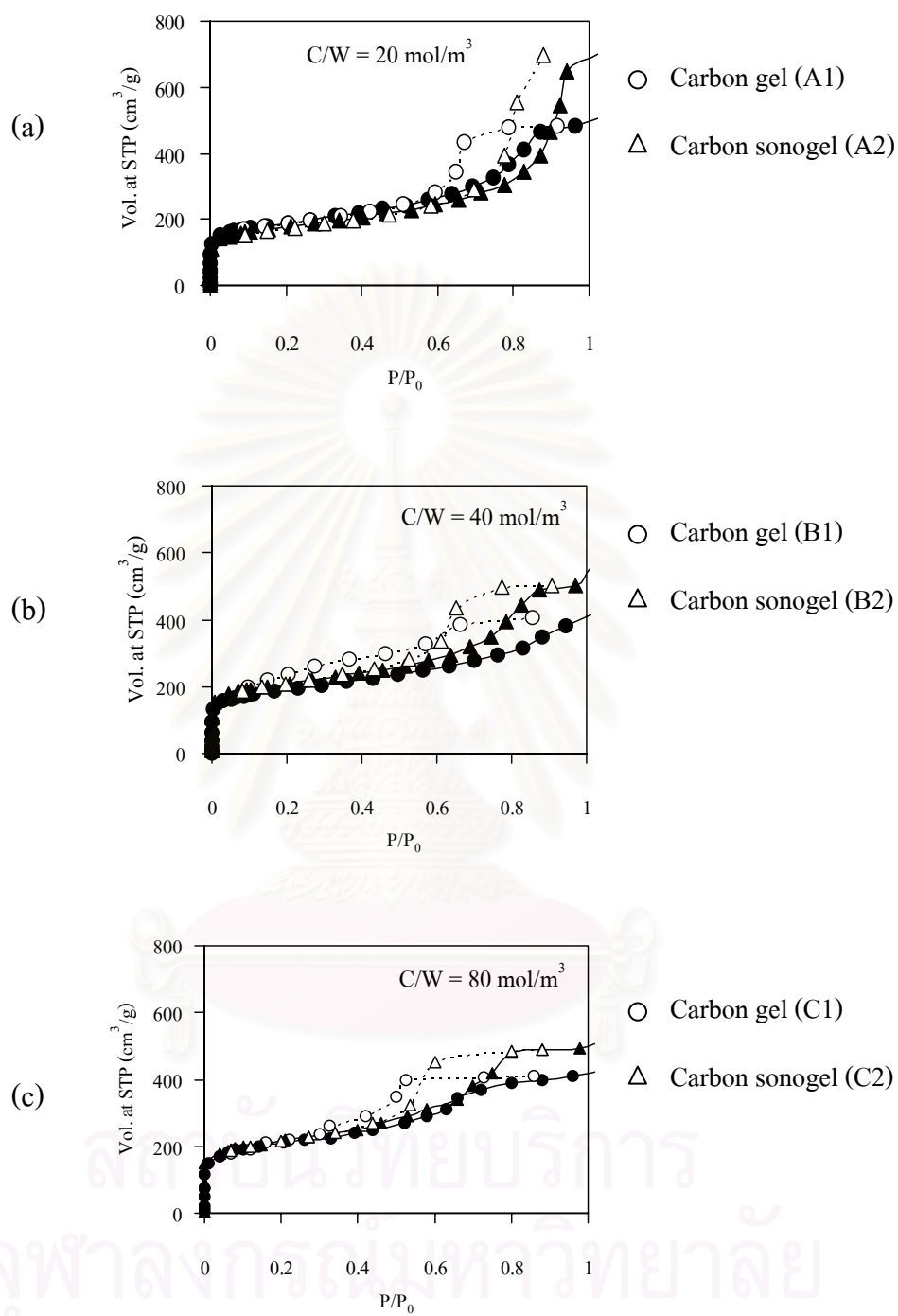
ก. ไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับ ในไนโตรเจน

จากการนำ Carbon gel และ Carbon sonogel ไปตรวจสอบสมบัติการดูดซับ-คายซับ ก๊าซไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน แล้วนำข้อมูลมาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรของของไหลที่ถูกดูดซับ (Vol. at STP) กับความดันสัมพัทธ์ (Relative Pressure, P/P_0) กราฟที่ได้คือ ไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน ดังรูปที่ 4.1(a), 4.1(b), 4.1(c), 4.2(b), 4.2(c) พบว่ามีลักษณะไอโซเทอมเป็น Type IV ตามการจำแนกของ IUPAC ซึ่งบ่งบอกว่ามีรูพรุนภายในโครงสร้างของวัสดุดังกล่าวเป็นแบบมีโซ [K.S.W. Sing et.al., 1982] ยกเว้นที่ค่า C/W เท่ากับ 80 โมลต่อลูกบาศก์เมตร ซึ่งมีค่า R/C เป็น 50 โมลต่อโมล จะมีลักษณะไอโซเทอมที่ไม่สามารถตรวจสอบสมบัติรูพรุนได้ ดังรูปที่ 4.3(a)

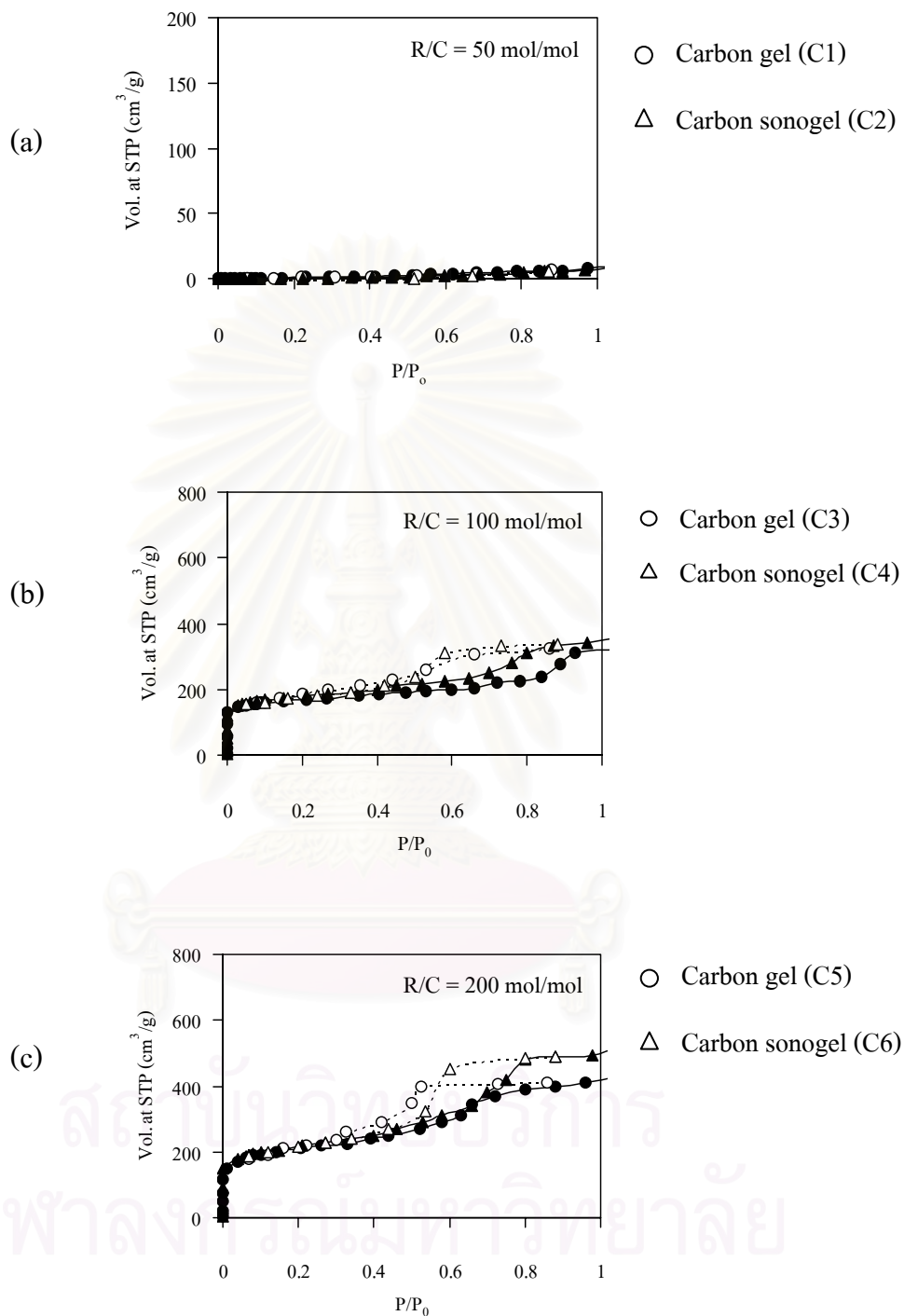
จากผลดังกล่าวสามารถคำนวณลักษณะสมบัติรูพรุนซึ่งแสดงไว้ในตารางที่ 4.1 ซึ่งประกอบไปด้วยค่าต่างๆ ดังนี้

- ปริมาตรรูพรุนแบบไมโคร (Micropore volume; V_{mic})
- ปริมาตรรูพรุนแบบมีโซ (Mesopore volume; V_{mes})
- รัศมีสูงสุดของการกระจายขนาดรัศมีรูพรุนในช่วงมีโซพอร์ (Peak Radius of Mesopore Size Distribution; R_p)
- พื้นที่ผิว BET (BET Surface Area; S_{BET})

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.2 ไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับ ไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของ Carbon gel และ Carbon sonogel ที่ผ่านการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟเมื่อ $R/C = 200 \text{ mol/mol}$ และมีค่า C/W เป็น (a) 20 mol/m^3 (b) 40 mol/m^3 และ (c) 80 mol/m^3



รูปที่ 4.3 ไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับ ไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของ Carbon gel และ Carbon sonogel ที่ผ่านการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟเมื่อ $C/W = 80 \text{ mol/m}^3$ และมีค่า R/C เป็น (a) 50 mol/mol (b) 100 mol/mol และ (c) 200 mol/mol

ตารางที่ 4.1 ค่าลักษณะสมบัติรูพรุนของ Carbon Sonogel และ Carbon Gel ที่สภาวะต่างๆ

Sample	C/W (mol/m ³)	R/C (mol/mol)	R/W (g/cm ³)	P _{ultrasonic} (watt)	Pore Vol. (cm ³ /g)		R _p (nm)	S _{BET} (cm ² /g)
					V _{mic}	V _{mes}		
A1	20	200	0.44	0	0.13	0.65	2.97	610
A2	20	200	0.44	22	0.12	0.99	5	570
B1	40	200	0.89	0	0.16	0.49	2.5	522
B2	40	200	0.89	22	0.15	0.68	2.8	665
C1	80	200	1.76	0	0.10	0.45	1.9	731
C2	80	200	1.76	22	0.10	0.59	2.3	755
C3	80	100	0.89	0	0.18	0.29	1.8	616
C4	80	100	0.89	22	0.16	0.33	2.2	642
C5	80	50	0.44	0	N/D	0.01	N/D	6
C6	80	50	0.44	22	N/D	0.02	N/D	5

จากตารางที่ 4.1 เมื่อพิจารณาการปรับเปลี่ยนค่า C/W ที่ใช้ในการเตรียม Carbon gel และ Carbon sonogel พบว่าเมื่อค่า C/W เท่ากับ 20 โมลต่อลูกบาศก์เมตรสมบัติรูพรุนของ Carbon gel และ Carbon sonogel ที่ผ่านการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ จะมีสูงกว่าที่ C/W เท่ากับ 40 และ 80 โมลต่อลูกบาศก์เมตร ตามลำดับ แต่เมื่อใช้คลื่นเหนือเสียงระหว่างขั้นตอน โซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน ของ รีโซซินอล กับ ฟอรั่มัลดีไฮด์ จะเห็นว่าสมบัติรูพรุนมีค่าสูงขึ้นที่สภาวะในการเตรียมเหมือนกัน

จากผลข้างต้นมีความเป็นไปได้ว่าเมื่อค่า C/W สูงขึ้นทำให้ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็นด่างในขบวนการ โซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน มีมากขึ้น การเกิด รีโซซินอล แอนไอออน (Resorcinol anion) จึงมากขึ้นด้วย ทำให้จำนวนอนุพันธ์ของ Hydroxymethyl (-CH₂OH) ที่ได้จากปฏิกิริยาการเติมมีจำนวนมากจึงเกิดการรวมกลุ่มกันเป็นอนุภาคแรกเริ่มจำนวนมาก เมื่อเวลาผ่านไปอนุพันธ์ของ Hydroxymethyl ซึ่งได้ต่อมามีจำนวนน้อย จะเข้าร่วมตัวกับอนุภาคแรกเริ่มที่มีจำนวนมากในตอนแรกด้วยปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชัน ผลดังกล่าวทำให้อนุภาคปฐมภูมิมีขนาดเล็ก [T. Yamamoto et al., 2002, T. Yamamoto et al., 2003] ทำให้สมบัติรูพรุนลดลง และจากที่ Carbon sonogel มีสมบัติรูพรุนสูงกว่า Carbon gel นั้นเป็นไปได้ว่าคลื่นเหนือเสียงจะช่วยเร่งการรวมกลุ่ม

ของสารตั้งต้น การรวมตัว และการยึดเกาะกันของอนุภาคปฐมภูมิจนเป็นโครงร่างตาข่าย 3 มิติที่มีขนาดใหญ่ขึ้น[N. Tonanon et.al., 2004] ทำให้สมบัติรูพรุนมีค่าสูงขึ้น

จากตารางที่ 4.1 เมื่อพิจารณาการปรับเปลี่ยนค่า R/C ที่ใช้ในการเตรียม Carbon gel และ Carbon sonogel พบว่าเมื่อค่า R/C เท่ากับ 50 โมลต่อโมล ไม่สามารถคำนวณหาลักษณะรูพรุนได้ ซึ่งสอดคล้องกับผลของไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับ ในโตรเจน ดังรูปที่ 4.3 (a) แต่เมื่อเพิ่มค่า R/C ที่ใช้ในการเตรียม Carbon gel และ Carbon sonogel เป็น 100 โมลต่อโมล พบว่าสามารถรักษาสสมบัติรูพรุนไว้ได้ และจะเห็นว่าสมบัติรูพรุน มีค่าใกล้เคียงกัน ต่อมาเมื่อเพิ่มค่า R/C เป็น 200 โมลต่อโมล พบว่าสมบัติรูพรุนมีค่าสูงขึ้น และจะเห็นว่าสมบัติรูพรุนของ Carbon sonogel นั้นสูงกว่า Carbon gel ทำให้ทราบว่า การเตรียม Carbon sonogel โดยใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการอบแห้ง นั้น เมื่อใช้คลื่นเหนือเสียงระหว่างขั้นตอน โซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน ของ ริโซซินอล กับ ฟอรั่มัลดีไฮด์ จะช่วยในการปรับปรุงสมบัติรูพรุนของ Carbon sonogel ให้ดีขึ้น แต่ทั้งนี้ก็ขึ้นอยู่กับค่า R/C ที่ใช้ในการเตรียมด้วย

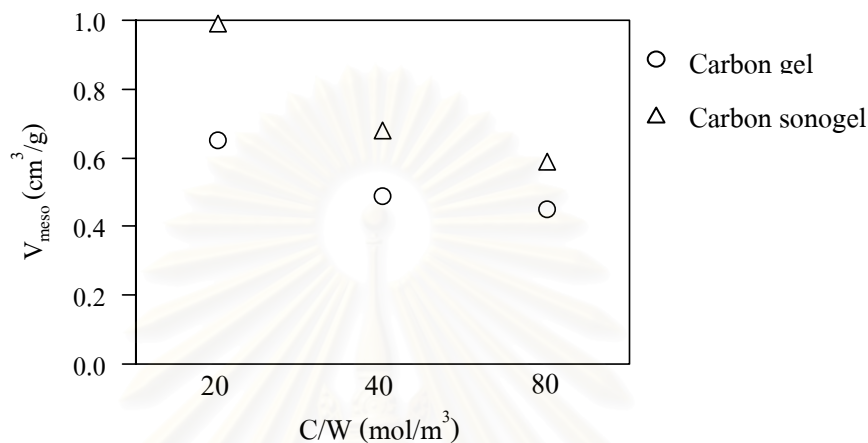
ข. ลักษณะสมบัติรูพรุนแบบมีโซ

ในส่วนนี้จะอภิปรายผลการทดลองโดยการปรับเปลี่ยนตัวแปรที่มีผลต่อลักษณะรูพรุนแบบมีโซของริโซซินอล-ฟอรั่มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจลที่เตรียมโดยใช้คลื่นเหนือเสียง โดยผ่านขั้นตอนการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ ดังนี้

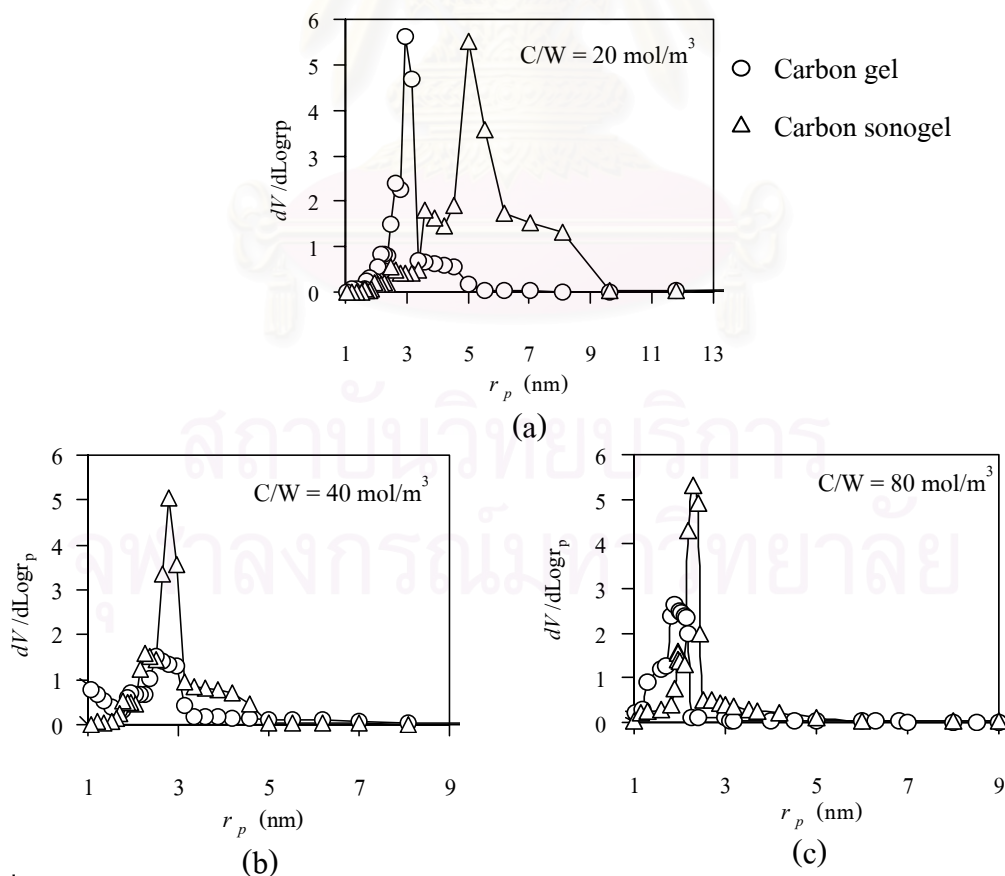
1) การปรับเปลี่ยนค่า C/W ที่ใช้ในการเตรียมริโซซินอล-ฟอรั่มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจลซึ่งผ่านการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ

จากกราฟรูปที่ 4.4 จะเห็นว่าปริมาตรรูพรุนแบบมีโซของ Carbon gel และ Carbon sonogel ที่ผ่านการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟเมื่อค่า C/W เท่ากับ 20 โมลต่อลูกบาศก์เมตรนั้นมากกว่าที่ค่า C/W เท่ากับ 40 และ 80 โมลต่อลูกบาศก์เมตร ตามลำดับแต่ Carbon sonogel จะมีปริมาตรรูพรุนแบบมีโซมากกว่า Carbon gel และเมื่อดูการกระจายขนาดรัศมีรูพรุนแบบมีโซจากรูปที่ 4.5 พบว่า Carbon sonogel จะมีปริมาตรรูพรุนแบบมีโซในช่วงที่ใหญ่กว่า Carbon gel เมื่อสภาวะที่ใช้ในการเตรียมเหมือนกัน ดังที่กล่าวไว้ข้างต้นซึ่งเป็นไปได้ว่าคลื่นเหนือเสียงนั้นช่วยในการรวมกลุ่ม และการเติบโตของอนุภาคแรกเริ่มทำให้อนุภาคปฐมภูมิจึงมีขนาดใหญ่ขึ้น ปริมาตรรูพรุนแบบมีโซของ Carbon sonogel จึงมากกว่า Carbon gel โดยการกระจายขนาดรัศมีรูพรุนแบบมีโซของ Carbon sonogel เมื่อค่า C/W เท่ากับ 80 โมลต่อลูกบาศก์เมตรนั้นจะแคบกว่าเมื่อค่า C/W เท่ากับ 20 และ 40

โมลต่อลูกบาศก์เมตร เมื่อค่า C/W สูงจึงทำให้เกิดอนุภาคแรกเริ่มจำนวนมากในปฏิกิริยาโซล-เจล-โพลีคอนเดนเซชัน ของ ริโซซินอล กับ ฟอรั่มลดีไฮด์ ดังนั้นขนาดของอนุภาคปฐมภูมิที่เกิดในขั้นสุดท้ายน่าจะมีขนาดใกล้เคียงกัน ทำให้การกระจายขนาดครีมีรูพอนแบบมีโซแคบกว่าที่ค่า C/W ต่ำ



รูปที่ 4.4 ค่าปริมาตรรูพอนแบบมีโซที่ค่า C/W ต่างๆ ของ Carbon gel และ Carbon sonogel เมื่อค่า R/C เท่ากันคือ 200 mol/mol



รูปที่ 4.5 การกระจายขนาดครีมีรูพอนในช่วงมีโซพอร์ (r_p) ของ Carbon gel และ Carbon sonogel เมื่อ $R/C = 200 \text{ mol/mol}$ และมีค่า C/W เป็น (a) 20 mol/m^3 , (b) 40 mol/m^3 และ (c) 80 mol/m^3

อย่างไรก็ดีจากผลข้างต้นจะเห็นว่าเมื่อค่า C/W สูงขึ้น ทั้ง Carbon gel และ Carbon sonogel จะมีสมบัติรูพรุนค่อนข้างต่ำ แต่เวลาที่ใช้ในเตรียมนั้นเร็วมากเมื่อเปรียบเทียบกับที่ค่า C/W ต่ำ ดังนั้นในหัวข้อต่อไปจะศึกษาถึงการปรับเปลี่ยนค่า R/C ที่สถานะเริ่มแรกในการเตรียม Carbon gel และ Carbon sonogel เพื่อปรับปรุงสมบัติรูพรุนของวัสดุดังกล่าวให้ดีขึ้น

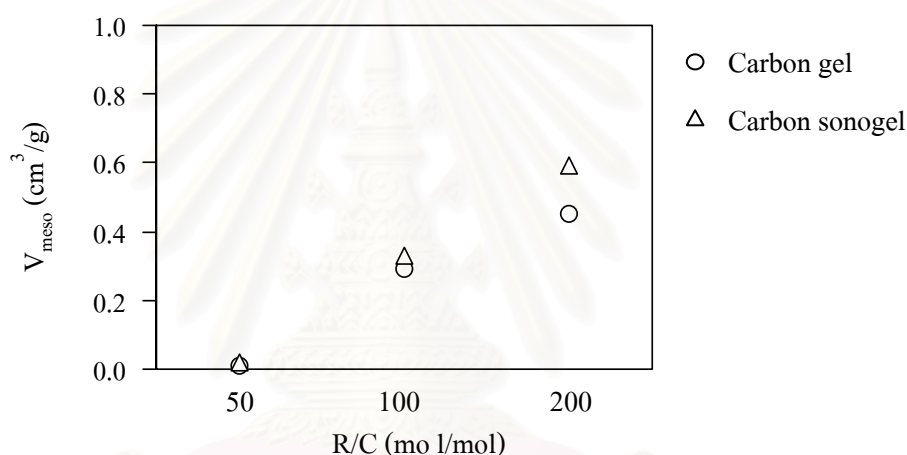
2) การปรับเปลี่ยนค่า R/C ที่ใช้ในการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจลซึ่งผ่านการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ

จากกราฟรูปที่ 4.6 Carbon gel และ Carbon sonogel ที่เตรียมได้ในสถานะค่า C/W เท่ากับ 80 โมลต่อลูกบาศก์เมตร โดยใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการอบแห้ง พบว่าเมื่อค่า R/C สูงขึ้น จะมีปริมาตรรูพรุนแบบมีโซมากขึ้นโดยที่ค่า R/C เท่ากับ 50 โมลต่อโมล จะไม่มีปริมาตรรูพรุนแบบมีโซของ Carbon gel และ Carbon sonogel

จากข้างต้นเป็นไปได้ว่าที่ค่า R/C นี้ปริมาณของรีโซซินอลมีจำนวนน้อยมากเมื่อเทียบกับปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็นด่างจึงมีความเป็นไปได้ว่าทำให้เกิดเรโซซินอล แอนไอออน (Resorcinol Anion) ได้มากเป็นผลให้จำนวนอนุพันธ์ของ Hydroxymethyl ($-CH_2OH$) จากปฏิกิริยาการเติมของเรโซซินอล แอนไอออน กับฟอร์มัลดีไฮด์ มีจำนวนมาก อนุภาคแรกเริ่มจึงมีจำนวนมาก ทำให้อนุพันธ์ของ Hydroxymethyl ที่ได้ต่อมาซึ่งมีจำนวนน้อย เข้าร่วมตัวกับอนุภาคแรกเริ่มที่มีจำนวนมากในตอนแรกจึงทำให้อนุภาคปฐมภูมิมิขนาดเล็กลง หลังจากผ่านการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟและการเผาให้เป็นคาร์บอนจึงไม่มีปริมาตรรูพรุนเหลืออยู่ แต่เนื่องจากการทดลองนี้ศึกษาเพียงลักษณะรูพรุนของ Carbon gel และ Carbon sonogel โดยไม่ได้ศึกษาลักษณะรูพรุนของ RF gel และ RF sonogel ที่ได้หลังจากการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟจึงยังไม่สามารถพิสูจน์ได้ว่าการไม่พบลักษณะรูพรุนใน Carbon gel และ Carbon sonogel นั้นเกิดจากขั้นตอนของการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟหรือหลังจากการเผาให้เป็นคาร์บอน

ต่อมาเมื่อเพิ่มค่า R/C เท่ากับ 100 mol/mol นั้นสามารถรักษาปริมาตรรูพรุนแบบมีโซไว้ได้ ซึ่งจากเหตุผลข้างต้นเป็นไปได้ว่าเมื่อค่า R/C สูงขึ้นปริมาณของรีโซซินอลมีจำนวนมากขึ้นเมื่อเทียบกับปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็นด่างจึงเกิดรีโซซินอล แอนไอออนได้น้อยลงเป็นผลให้อนุภาคปฐมภูมิมิขนาดใหญ่ขึ้น จึงทนต่อการยุบตัวหลังจากผ่านการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟและการเผาให้เป็นคาร์บอน โดยปริมาตรรูพรุนแบบมีโซของ Carbon gel นั้นจะใกล้เคียงกับ Carbon sonogel แต่เมื่อค่า R/C เพิ่มขึ้นเป็น 200 โมล/โมล พบว่าปริมาตรรูพรุนแบบมีโซของ Carbon sonogel จะมากกว่า Carbon gel

เมื่อพิจารณารูปที่ 4.7 การกระจายขนาดรัศมีของรูพรุนของ Carbon gel และ Carbon sonogel ที่ใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการอบแห้งพบว่าเมื่อค่า R/C สูงขึ้นมีผลทำให้ปริมาณรูพรุนแบบมีโซของ Carbon sonogel และ Carbon gel สูงขึ้นด้วย โดยที่ค่า R/C เท่ากับ 50 โมล/โมล นั้นไม่สามารถสังเกตเห็นการกระจายขนาดรัศมีรูพรุนของ Carbon gel และ Carbon sonogel ซึ่งสอดคล้องกับรูป SEM แต่ที่ค่า R/C เท่ากับ 100 โมล/โมล ถึงแม้ว่าปริมาณรูพรุนแบบมีโซของ Carbon gel และ Carbon sonogel จะใกล้เคียงกันแต่การกระจายขนาดรัศมีรูพรุนของ Carbon sonogel นั้นดีกว่า Carbon gel และที่ค่า R/C เท่ากับ 200 โมล/โมล การกระจายขนาดรัศมีรูพรุนของ Carbon sonogel จะอยู่ในช่วงที่ใหญ่กว่า Carbon gel เล็กน้อย

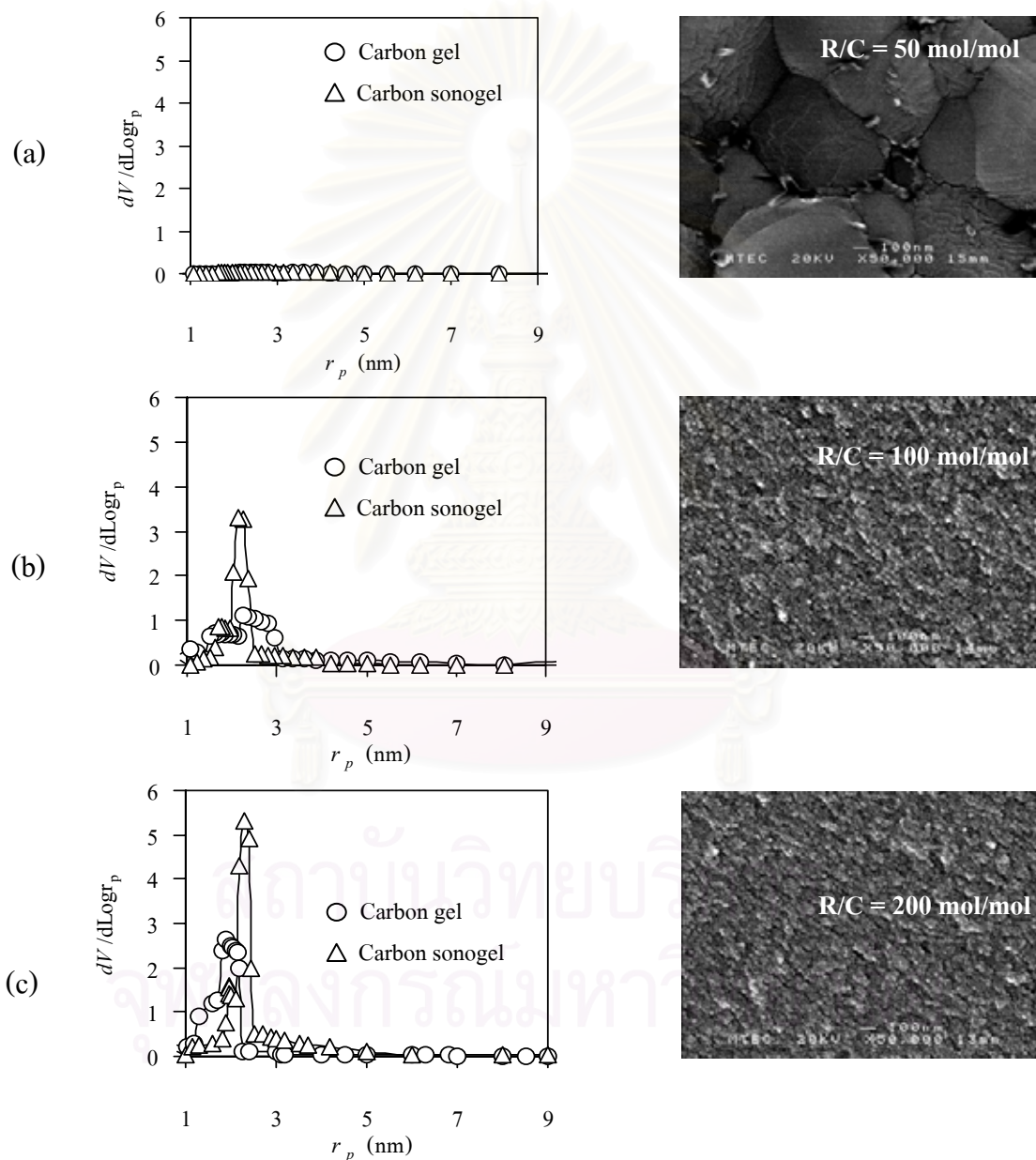


รูปที่ 4.6 ค่าปริมาณรูพรุนในช่วงมีโซพอร์ที่ค่า R/C ต่างๆ ของ Carbon gel และ Carbon sonogel เมื่อค่า C/W เท่ากันคือ 80 mol/m³

จากการทดลองในส่วนนี้จะเห็นว่ามีความเป็นไปได้ที่จะใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการอบแห้ง ซึ่งยังสามารถรักษาสสมบัติรูพรุนของ Carbon gel และ Carbon sonogel ไว้ได้ และพบว่าการปรับเปลี่ยนค่า C/W และค่า R/C ที่สภาวะเริ่มแรกโดยการใช้คลื่นเหนือเสียงในการเตรียมสามารถปรับปรุงสมบัติรูพรุนของ Carbon gel และ Carbon sonogel ได้

นอกจากนี้ยังพบว่าที่ค่า C/W สูง (80 mol/m³) Carbon gel และ Carbon sonogel ที่ใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนของการอบแห้งสามารถรักษาสสมบัติรูพรุนไว้ได้ ซึ่งจากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าเมื่อค่า C/W มีค่าสูงในการเตรียม Carbon gel โดยใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนของการอบแห้ง หลังจากผ่านการเผาให้เป็นคาร์บอนแล้ว Carbon gel ไม่สามารถรักษาสสมบัติรูพรุนไว้ได้ [H. Tamon et.al., 2003] แต่งานวิจัยนี้พบว่าการเพิ่มค่า R/C ที่สภาวะเริ่มแรก และการใช้คลื่นเหนือเสียงเพื่อช่วยเร่งการรวมกลุ่ม และการยึดเกาะกันของอนุภาคปฐมภูมิจนเป็นโครงร่างตาข่าย 3 มิติ

ทำให้อนุภาคปฐมภูมิที่ยึดเกาะกันมีขนาดใหญ่ขึ้น จึงทนต่อการยุบตัวหลังจากการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟและการเผาให้เป็นคาร์บอน จึงมีความเป็นไปได้ที่จะใช้วิธีการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนของการอบแห้ง RF gel และ RF sonogel ก่อนการเผาให้เป็นคาร์บอนได้ ทำให้ประหยัดเวลาและค่าใช้จ่ายที่ใช้ในขั้นตอนของการอบแห้งเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการอบแห้งแบบเย็นเยือก



รูปที่ 4.7 การกระจายขนาดคาร์ซีมีรูพุนในช่วงมิโซพอร์ (r_p) ของ Carbon gel และ Carbon sonogel และภาพถ่าย SEM ของ Carbon sonogel เมื่อค่า $C/W = 80 \text{ mol/m}^3$ และ ค่า R/C เป็น (a) 50 mol/mol, (b) 100 mol/mol และ (c) 200 mol/mol

4.1.2. รีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจลที่ผ่านการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟเปรียบเทียบกับ การอบแห้งแบบเย็นเยือก

ไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับ ในโตรเจนและลักษณะสมบัติรูพรุนแบบมีโซ

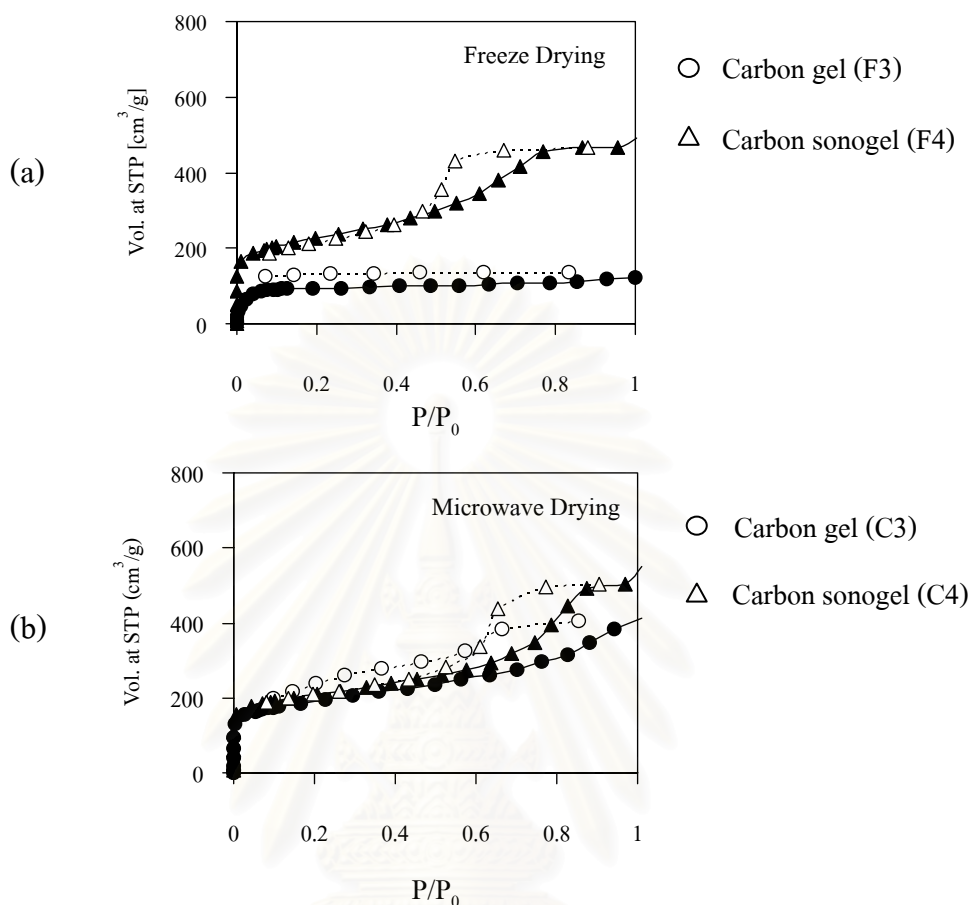
จากการนำ Carbon gel และ Carbon sonogel ไปตรวจสอบคุณสมบัติการดูดซับ-คายซับ ก๊าซไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน แล้วนำข้อมูลมาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรของ ไหลที่ถูกดูดซับ (Vol. at STP) กับความดันสัมพัทธ์ (Relative Pressure, P/P_0) กราฟที่ได้คือ ไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับ ก๊าซไนโตรเจน ดังรูปที่ 4.8 จะเห็นว่ามีลักษณะเป็น Type IV จากลักษณะของไอโซเทอมนี้ทำให้ทราบว่า Carbon gel และ Carbon sonogel มีโครงสร้างของรูพรุนแบบมีโซ

ข้อมูลที่ได้จากการดูดซับ-คายซับก๊าซไนโตรเจนสามารถนำมาคำนวณหาสมบัติของรูพรุนต่างๆ ได้ดังตารางที่ 4.2 นี้

ตารางที่ 4.2 การเปรียบเทียบค่าลักษณะสมบัติรูพรุนของ Carbon gel และ Carbon sonogel ที่ผ่าน ขั้นตอนการอบแห้งแบบเย็นเยือกและการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟเมื่อสภาวะในการเตรียมเหมือนกัน

Drying Method	Sample	C/W (mol/m ³)	R/C (mol/mol)	R/W (g/cm ³)	P _{ultrasonic} (watt)	Pore Vol. (cm ³ /g)		R _p (nm)	S _{BET} (cm ² /g)
						V _{mic}	V _{mes}		
Freeze Drying	F1	40	200	0.89	0	0.17	0.61	3	750
	F2	40	200	0.89	22	0.17	0.75	3	740
	F3	80	100	0.89	0	0.12	0.08	ND	360
	F4	80	100	0.89	22	0.11	0.65	2	740
Microwave Drying	B1	40	200	0.89	0	0.16	0.49	2.5	522
	B2	40	200	0.89	22	0.15	0.68	2.8	665
	C3	80	100	0.89	0	0.18	0.29	1.8	616
	C4	80	100	0.89	22	0.16	0.33	2.2	642

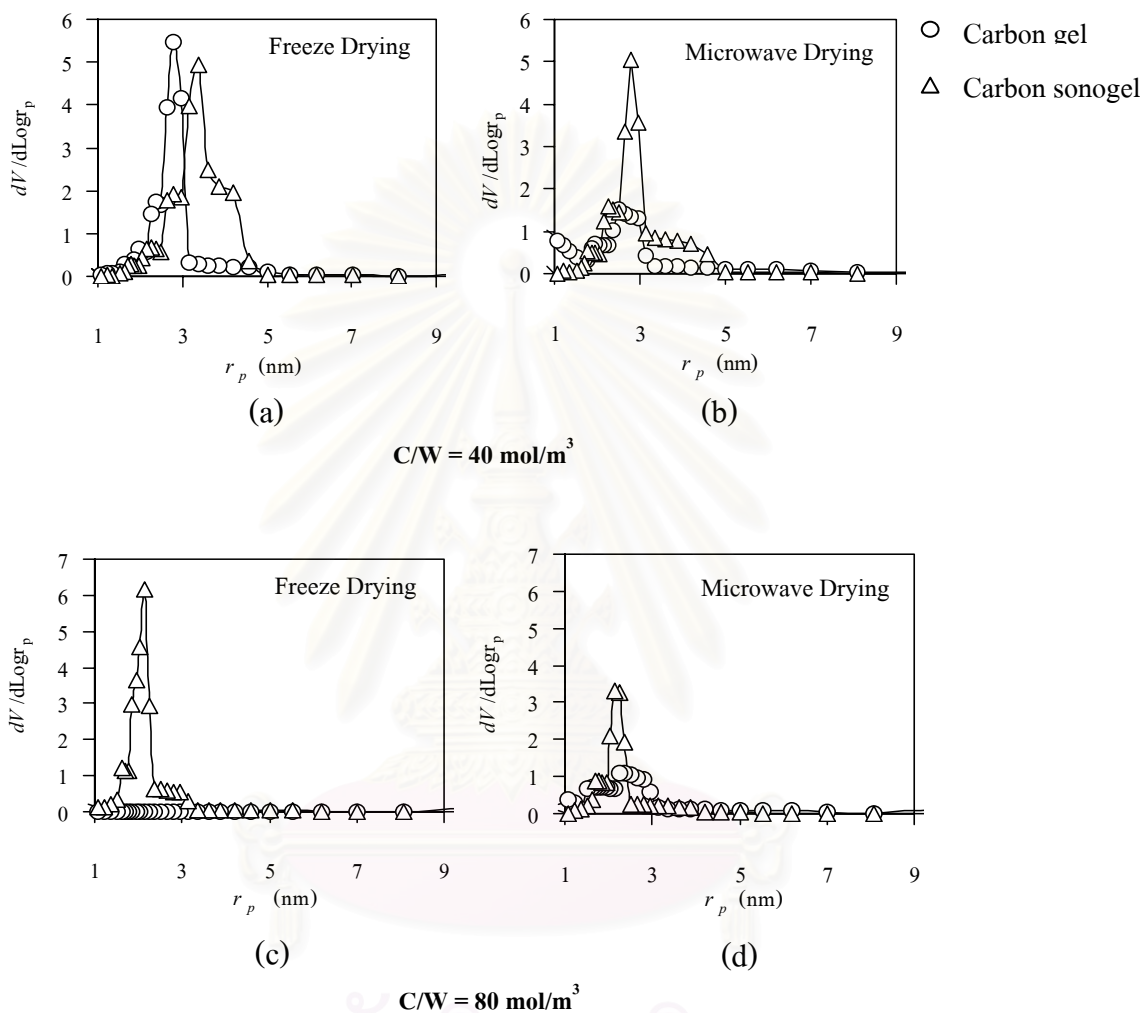
* ข้อมูลของการอบแห้งแบบเย็นเยือกมาจากการวิจัยของ Tonanon และคณะปี 2004



รูปที่ 4.8 ไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับ ไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของ Carbon gel และ Carbon sonogel เมื่อ $C/W = 80 \text{ mol/m}^3$ และมีค่า $R/C = 100 \text{ mol/mol}$ โดยที่ (a) Freeze drying (b) Microwave drying

เมื่อพิจารณาถึงวิธีที่ใช้ในการอบแห้งซึ่งเป็นขั้นตอนหนึ่งในการเตรียม Carbon gel และ Carbon sonogel จากตารางที่ 4.2 จะเห็นว่า Carbon gel และ Carbon sonogel ที่ใช้วิธีการอบแห้งแบบเย็นเยือก (F1, F2, F4) จะรักษาปริมาณรูพรุนแบบมีไซได้ดีกว่าวิธีการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ (B1, B2, C4) แต่จากรูปที่ 4.8(a) จะเห็นว่าตัวอย่าง F3 ซึ่งเป็น Carbon gel ที่ผ่านการอบแห้งแบบเย็นเยือกจะมีสมบัติรูพรุนต่ำกว่าตัวอย่าง C3 ซึ่งเป็น Carbon gel ที่ผ่านการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ โดยผลในส่วนนี้ยังไม่สามารถสรุปได้ เนื่องจากที่ได้กล่าวไว้ข้างต้นว่าการทดลองนี้ศึกษาเพียงลักษณะรูพรุนของ Carbon gel และ Carbon sonogel ซึ่งผ่านการเผาให้เป็นคาร์บอนจึงยังไม่สามารถพิสูจน์ได้ชัดเจนว่าการอบแห้งแบบเย็นเยือกสามารถรักษาสมบัติรูพรุนได้ดีกว่าการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ แต่สามารถบอกได้ว่ามีความเป็นไปได้สำหรับการใช้คลื่นไมโครเวฟ

ในขั้นตอนของการอบแห้ง Carbon gel และ Carbon sonogel ซึ่งทำให้ยังคงรักษาสสมบัติรูพรุนแบบมีโซเอาไว้ได้



รูปที่ 4.9 การกระจายขนาดรูพรุนในช่วงมีโซพอร์ (r_p) ของ Carbon gel และ Carbon sonogel เมื่อค่า C/W เท่ากับ 40 mol/m^3 และ 80 mol/m^3 โดยผ่านขั้นตอน (a), (c) การอบแห้งแบบเย็นเยือก และ (b), (d) การอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ

จากกราฟรูปที่ 4.9 จะเห็นว่า การกระจายขนาดรูพรุนแบบมีโซของ Carbon sonogel นั้นดีกว่า Carbon gel ทั้งที่ผ่านการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟและการอบแห้งแบบเย็นเยือก โดย Carbon sonogel ที่ผ่านอบแห้งแบบเย็นเยือกจะมีการกระจายขนาดรูพรุนแบบมีโซใหญ่กว่า Carbon gel ที่ผ่านการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ

เมื่อคู่อิทธิพลของคลื่นเหนือเสียงต่อการอบแห้งจากตารางที่ 4.2 และกราฟรูปที่ 4.9(a), 4.9(b) จะพบว่า Carbon gel ที่ใช้วิธีการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟมีปริมาณรูพรุนแบบมีโซคิดเป็น 80 % ของ Carbon gel ที่ใช้วิธีการอบแห้งแบบเย็นเยือก แต่เมื่อใช้คลื่นเหนือเสียงในการสังเคราะห์ Carbon sonogel ทำให้ปริมาณรูพรุนแบบมีโซของ Carbon sonogel ที่ใช้วิธีการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ คิดเป็น 90 % ของ ปริมาตรรูพรุน Carbon gel ที่ใช้วิธีการอบแห้งแบบเย็นเยือก

จะเห็นว่าคลื่นเหนือเสียงช่วยให้วิธีการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟมีความเป็นไปได้ในการนำมาใช้ออบแห้ง RF sonogel โดยทำให้สมบัติความเป็นรูพรุนของ Carbon sonogel นั้นดีกว่าการใช้วิธีการอบแห้งแบบเย็นเยือกเพียงเล็กน้อย และเมื่อดูลักษณะการกระจายขนาดรัศมีรูพรุนของ Carbon sonogel ที่ใช้วิธีการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟพบว่าเล็กกว่าการกระจายขนาดรัศมีรูพรุนของ Carbon sonogel ที่ใช้วิธีการอบแห้งแบบเย็นเยือก ซึ่งสนับสนุนเหตุผลข้างต้นถึงความเป็นไปได้ในการใช้วิธีการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการสังเคราะห์ Carbon sonogel

4.2 คาร์บอนที่มีลักษณะของช่องว่างแบบแมคโครระหว่างอนุภาคคาร์บอนที่เชื่อมทะลุถึงกันทั่วทั้งเนื้อวัสดุ (3 Dimentional Interconnected Macroporous Monolith;3D-IMM)

โดยทั่วไปรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจลจะมีลักษณะรูพรุนในช่วงมีโซพอร์ แต่เมื่อใช้คลื่นเหนือเสียงระหว่างขั้นตอน โซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน ของการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจล ที่ค่า C/W เท่ากับ 10 mol/m^3 พบว่าจะได้คาร์บอนที่มีลักษณะของช่องว่างแบบแมคโครระหว่างอนุภาคคาร์บอนที่เชื่อมทะลุถึงกันทั่วทั้งเนื้อวัสดุ (3 Dimentional Interconnected Macroporous Monolith;3D-IMM) ซึ่งมีความเป็นไปได้ว่าคลื่นเหนือเสียงช่วยเร่งการรวมกลุ่ม และการรวมตัวกันของอนุภาคปฐมภูมิจนเป็นโครงร่างตาข่าย 3 มิติที่มีช่องว่างแบบแมคโคร

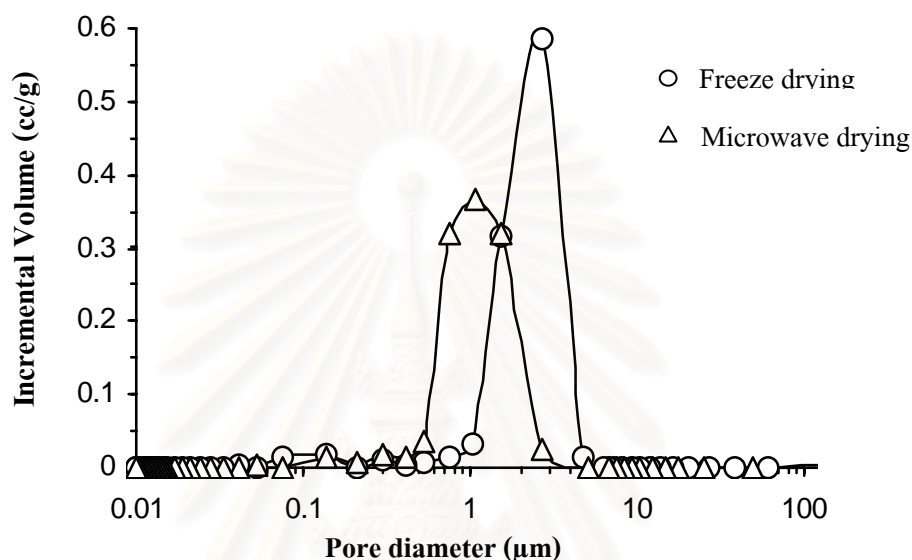
ผลการทดลองในส่วนนี้จะศึกษาถึงผลของการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ รวมถึงการปรับเปลี่ยนสัดส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็นด่างหรือค่า R/C ที่สถานะเริ่มแรกในการเตรียมที่มีผลต่อลักษณะสัณฐานแบบ 3D-IMM ซึ่งจะเรียกว่า “โมโนลิท คาร์บอนเจล (Monolith carbon gel)” โดยได้จากการเผาให้เป็นคาร์บอนของ “โมโนลิท เจล (Monolith gel)”

สมบัติความเป็นรูพรุน

ในส่วนนี้จะศึกษาถึงสมบัติความเป็นรูพรุนของ Monolith carbon gel ที่ได้จากการเผาให้เป็นคาร์บอนภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส ของ Monolith gel ที่ผ่านการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ

การกระจายขนาดของรูพรุนในช่วงแมโครพอร์

จากการนำ Monolith carbon gel วัดการซึม (Intrusion) และการไหลออก (Extrusion) ของปรอทที่ความดันต่างๆ เมื่อคำนวณหาการกระจายขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนแบบแมโครพอร์สามารถแสดงได้ดังรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.10 การกระจายขนาดรูพรุนของ Monolith carbon gel เมื่อใช้การอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟเปรียบเทียบกับ การอบแห้งแบบเย็นเยือก ที่สภาวะการเตรียมเมื่อ $C/W = 80 \text{ mol/m}^3$ และมีค่า $R/C = 800 \text{ mol/mol}$

จากรูปที่ 4.10 แสดงการเปรียบเทียบการกระจายขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนของ Monolith carbon gel ที่ใช้การอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการอบแห้ง เปรียบเทียบกับการอบแห้งแบบเย็นเยือก จะเห็นว่า Monolith carbon gel ที่ใช้การอบแห้งแบบเย็นเยือกจะมีลักษณะการกระจายขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุน ใหญ่กว่าของ Monolith carbon gel ที่ใช้การอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ

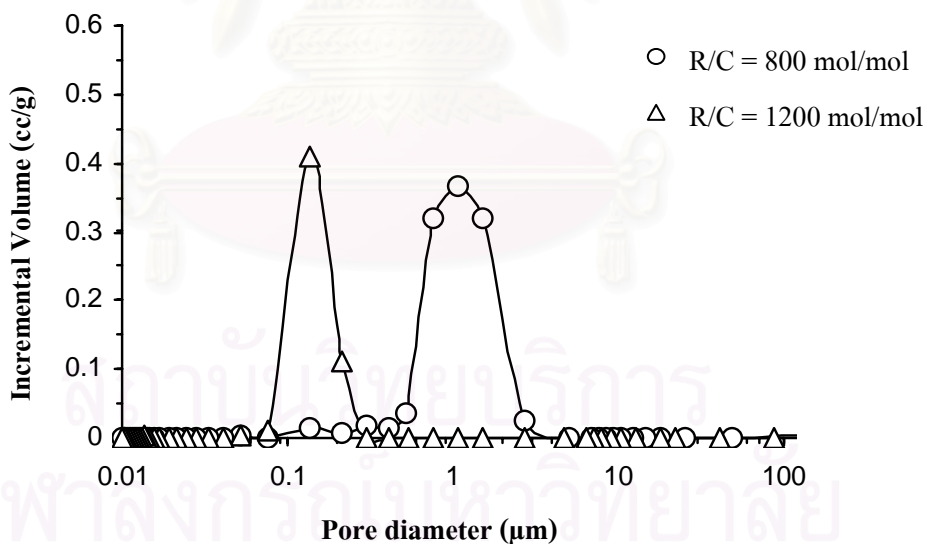
จากผลข้างต้นจะเห็นได้ว่า Monolith gel สามารถใช้วิธีการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนของการอบแห้งได้ ซึ่งยังรักษาสสมบัติรูพรุนหลังการเผาให้เป็นคาร์บอนไว้ได้ ถึงแม้ว่าช่วงการกระจายขนาดรูพรุนจะเล็กกว่า Monolith carbon gel ที่ใช้การอบแห้งแบบเย็นเยือก โดยไม่แตกต่างกันมาก

จากรูปที่ 4.11 และ 4.12 เมื่อดูผลของการปรับเปลี่ยนค่า R/C ที่ใช้ในการเตรียม Monolith carbon gel ที่ใช้วิธีการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนของการอบแห้งพบว่าที่ค่า R/C เท่ากับ

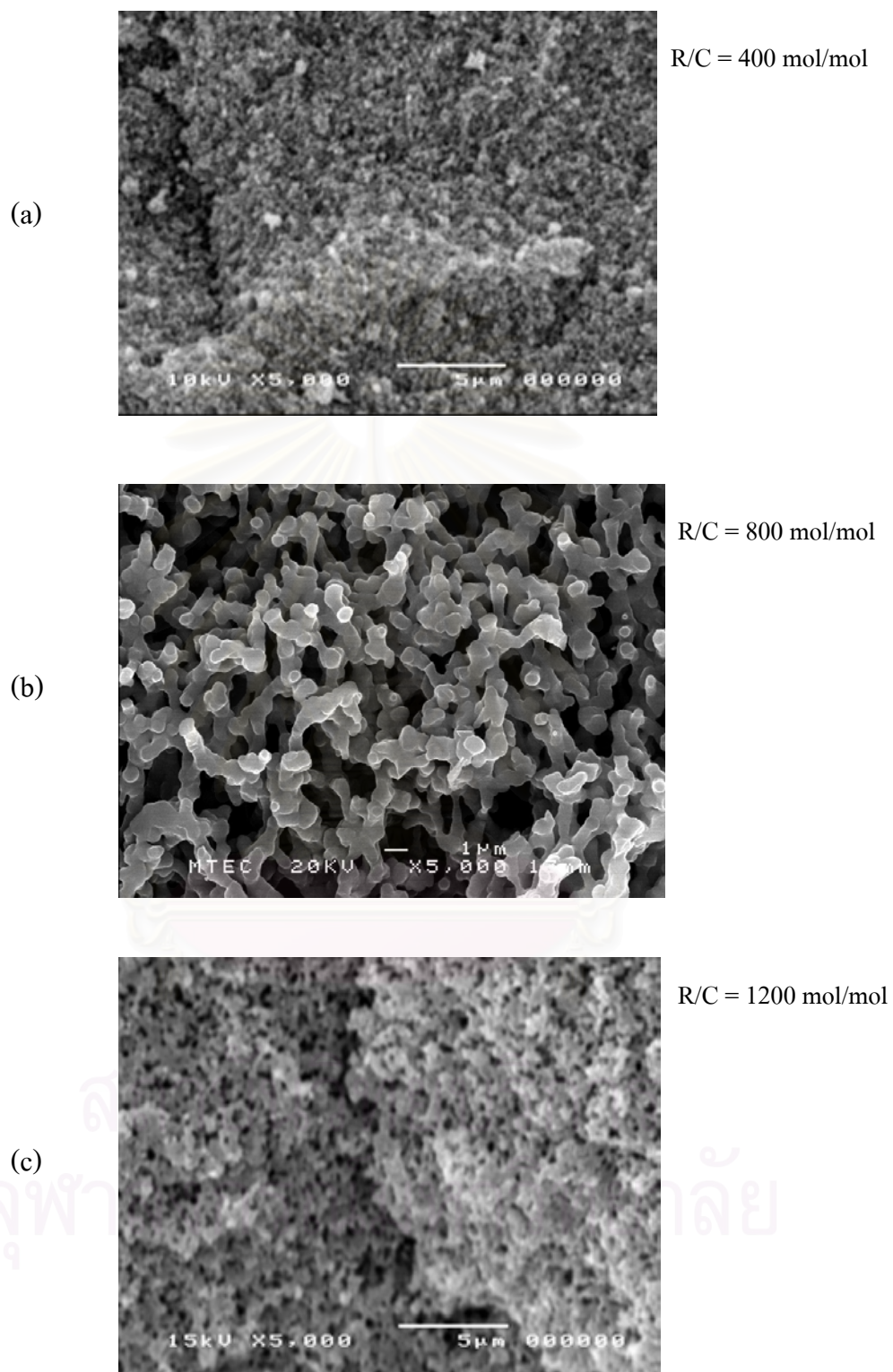
800 โมล/โมล จะมีการกระจายขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนใหญ่กว่าของ Monolith carbon gel ที่มีค่า R/C เท่ากับ 400 โมล/โมล และ 1200 โมล/โมล

จากข้างต้นเป็นไปได้ว่าสัดส่วนปริมาณของสารตั้งต้น ที่ใช้ระหว่างขั้นตอน โชล-เจด โพลีคอนเดนเซชัน โดยมีคลื่นเหนือเสียงช่วยเร่งการรวมกลุ่ม และการรวมตัวกันของอนุภาคพอลิเมอร์เป็นโครงร่างตาข่าย 3 มิติแบบแมคโคร นั้นน่าจะมีสัดส่วนพอดี ที่ทำให้เกิดโครงสร้างดังกล่าว ซึ่งเหตุผลนี้เป็นเพียงสมมติฐานเท่านั้น เนื่องจากในงานวิจัยนี้การตรวจวิเคราะห์ลักษณะสมบัติรูพรุนของ Monolith carbon gel ยังไม่เพียงพอต่อการพิสูจน์สมมติฐานที่กล่าวไว้

จากส่วนนี้จะเห็นว่ามีความเป็นไปได้ที่จะใช้คลื่นไมโครเวฟสำหรับการอบแห้ง Monolith gel ก่อนเผาให้เป็นคาร์บอนซึ่งทำให้ค่าใช้จ่ายในขั้นตอนของการอบแห้งลดลงค่อนข้างมากเมื่อเปรียบเทียบกับ การอบแห้งด้วยสถานะเหนือวิกฤติหรือการอบแห้งแบบเย็นเยือก นอกจากนี้ยังพบว่า การปรับเปลี่ยนค่า R/C ที่สถานะเริ่มแรกในการเตรียม Monolith carbon gel ทำให้สามารถควบคุมขนาดของรูพรุนแบบแมคโครของ Monolith carbon gel ได้ ซึ่งจะเป็นประโยชน์ต่อการนำไปประยุกต์ใช้งานต่อไป



รูปที่ 4.11 การกระจายขนาดรูพรุนของ Monolith carbon gel ที่สถานะการเตรียมต่างๆ เมื่อ $C/W = 80 \text{ mol/m}^3$



รูปที่ 4.12 ภาพถ่าย SEM ของ Monolith carbon gel เมื่อ $C/W = 10 \text{ mol/m}^3$ และมีค่า R/C เป็น (a) 400 mol/mol (b) 800 mol/mol และ (c) 1200 mol/mol

บทที่ 5

สรุปและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุป

โดยทั่วไปแล้วการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจด นิยมใช้วิธีการอบแห้งด้วยสถานะเหนียววิกฤตและวิธีการอบแห้งแบบเย็นเยือกในขั้นตอนของการทำเจลให้แห้ง แต่ที่ 2 วิธีนี้ใช้ต้นทุนสำหรับการอบแห้งค่อนข้างสูง ในงานวิจัยนี้ได้้นำวิธีการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟมาใช้ในขั้นตอนการอบแห้งซึ่งมีแนวโน้มว่าถูกกว่าการอบแห้งด้วย 2 วิธีแรก โดยพบว่าภายใต้สภาวะการเตรียมที่มีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็นด่าง หรือ ค่า C/W มากกว่า 40 โมลต่อลูกบาศก์เมตร รีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจด ที่ได้ภายหลังจากการเผาให้เป็นคาร์บอนนั้นไม่สามารถรักษาสสมบัติรูพรุนแบบมีโซ (Mesopore) ไว้ได้ ดังนั้นจึงนำคลื่นเหนือเสียงมาใช้ระหว่างขั้นตอน โชล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน ซึ่งพบว่าภายใต้สภาวะการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ เจลที่มีค่า C/W เท่ากับ 80 โมลต่อลูกบาศก์เมตร พร้อมทั้งการปรับเปลี่ยนสัดส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็นด่างหรือค่า R/C ในช่วง 100 ถึง 200 โมลต่อโมล หลังจากการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟและการเผาให้เป็นคาร์บอนแล้ว รีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจด ที่ได้จะสามารถรักษาสสมบัติรูพรุนแบบมีโซไว้ได้

นอกจากนี้ยังพบว่าสามารถใช้คลื่นไมโครเวฟในขั้นตอนการอบแห้งคาร์บอนที่มีลักษณะของช่องว่างแบบแมคโครระหว่างอนุภาคคาร์บอนที่เชื่อมทะลุถึงกันทั่วทั้งเนื้อวัสดุ (3D-IMM) ได้เมื่อสภาวะการเตรียมที่มีค่า C/W เท่ากับ 10 โมลต่อลูกบาศก์เมตร และค่า R/C อยู่ในช่วง 400 ถึง 1200 โมลต่อโมล

สำหรับผลการศึกษานี้ที่ได้จากงานวิจัยนี้สามารถสรุปได้ดังนี้

1. การใช้คลื่นไมโครเวฟในการอบแห้งรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจดมีความเป็นไปได้เมื่อใช้คลื่นเหนือเสียงระหว่างขั้นตอน โชล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน และการเพิ่มค่า R/C ที่สภาวะแรกเริ่มในการเตรียมอยู่ในช่วง 100 ถึง 200 โมลต่อโมล

2. การเพิ่มค่า R/C ที่สถานะแรกเริ่มในการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจลทำให้สมบัติรูพรุนแบบมีโซมีค่าสูงขึ้นซึ่งได้แก่ ปริมาตรรูพรุนแบบมีโซ (V_{mes}) ค่ารัศมีสูงสุดของการกระจายขนาดรัศมีรูพรุนแบบมีโซ (R_p) และค่าพื้นที่ผิวจำเพาะบีอีที (S_{BET})

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. การเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ เจล ด้วยการใช้คลื่นเหนือเสียงในการเตรียมมีข้อจำกัดคือสามารถเตรียมได้ในปริมาณน้อยไม่เกิน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร
2. การใช้คลื่นเหนือเสียงและการเพิ่มค่า R/C ในสถานะแรกเริ่มที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอนเจล ทำให้ได้โครงสร้างของเจลที่มีความแข็งแรงและทนต่อการหดตัวเชิงปริมาตร ดังนั้นจึงมีความเป็นไปได้ว่าสามารถใช้วิธีการอบแห้งด้วยลมร้อน (Subcritical Drying) เพื่อค่าใช้จ่ายในขั้นตอนการอบแห้ง

รายการอ้างอิง

- A. Francony, C. Petrier. Sonochemical Degradation of Carbon Tetrachloride in Aqueous Solution at Two Frequencies. Ultrason. Sonochem. 3 (1996): S77-S82.
- A. Henglein, C. Kormann. Scavenging of OH Radicals Produced in the Sonolysis of Water. Int. J. Radiat. Biol. 48 (1985): 251-258.
- C.M. Sehgal, S.Y. Wang. Threshold Intensities and Kinetics of Sonoreaction of Thymine in Aqueous Solutions at Low Ultrasonic Intensities. J. Am. Chem. Soc. 103 (1981): 6606-6611.
- F. Contamine, F. Faid, A.M. Wilhelm, J. Berlan, H. Delmas. Chemical Reactions Under Ultrasound. Chem. Eng. Sci. 49 (1994): 5865-5873.
- G.O.H. Whillock, B.F. Harvey. Ultrasonically Enhanced Corrosion of 304L Stainless steel. Ultrason. Sonochem. 4 (1997): 33-38.
- H. Tamon, H. Ishizaka, T. Yamamoto, T. Suzuki. Influence of Freeze-Drying Conditions on the Mesoporosity of Organic Gels as Carbon Precursors. Carbon 38 (2000): 1099 - 1105.
- H. Tamon, H. Ishizaka, T. Yamamoto, T. Suzuki. Preparation of Mesoporous Carbon by Freeze Drying. Carbon 37 (1999): 2049 - 2055.
- H. Tamon, H. Ishizaka. Influence of Gelation Temperature and Catalyst on the Mesoporous Structure of Resorcinol-Formaldehyde Aerogels. J. of Colloid and Interface Sci. 223 (2000): 305-307.
- H. Tamon, S.R. Mukai, H. Nishihara, T. Yoshida, T. Yamamoto, . Microwave Drying for Preparation of Mesoporous Carbon . Adsorption Science and Technology. (2003): 99-103.
- H. Thompson, L. K. Doraiswamy. Sonochemistry: Science and Engineering. Ind. Eng. Chem. Res. 38 (1999): 1215-1249.
- H. Marsh, F.R. Reinoso. Science of Carbon Materials. 2000.
- J.A. Ritter , S.A. Al-Muhtasep. Preparation and Properties of Resorcinol-Formaldehyde Organic and Carbon Gels. Adv. Mater. 15, 2 (2003): 101-114.
- J.A. Ritter, C. Lin. Effect of Synthesis pH on the Structure of Carbon Xerogel. Carbon 35, 9 (1997): 1271-1278.

- J.L. Kascmitter, S.T. Mayer, R.W. Pekala. U.S. Patent 5 789 388, 1998.
- J.P. Lorimer, T.J. Mason. Sonochemistry: Part-1 The Physical Aspects. Chem. Soc. Rev. 16, 1 (1987): 239-274
- K.J. Moulton, S. Koritara, E.N. Frankel. Ultrasonic Hydrogenation of Soybean Oil. J. Am. Oil Chem. Soc. 60, 7 (1983): 1257-1258.
- K.J. Moulton, S. Koritara, K. Warner, E.N. Frankel. Continuous Ultrasonic Hydrogenation of Soybean Oil. J. Am. Oil Chem. Soc. 64, 4 (1987): 542-547.
- K.S.W. Sing, S.J. Gregg. Adsorption Surface Area and Porosity. 2nd edition. New York: Academic Press, 1982.
- M. Gutierrez, A. Henglein, Chemical Action of Pulsed Ultrasound. J. Phys. Chem. 94, 9 (1990): 3625-3628.
- M.H. Entezari, P. Kruus, R. Otson. The Effect of Frequency on Sonochemical Reaction. Ultrason. Sonochem. 4 (1997): 49-54.
- N. Ratoasinoro, F. Contamine, A.M. Wilhelm, J. Berlan, H. Delmas. Power Measurement in Sonochemistry. Ultrason. Sonochem. 2, 1 (1995): S43-S47.
- N. Tonanon, A. Siyasukh, W. Tanthapanichakoon, H. Nishihara, S.R. Mukai, H. Tamon. Improvement of Mesoporosity of Carbon Cryogels by Ultrasonic Irradiation. Carbon 43 (2005): 525-521.
- N. Tonanon, W. Tanthapanichakoon, T. Yamamoto, H. Nishimura, S.R. Mukai, H. Tamon. Influence of Surfactants on Porous Properties of Carbon Cryogels Prepared Sol-Gel Polycondensation of Resorcinol and Formaldehyde. Carbon 41 (2003): 2981-2990.
- N. Job, R. Pirard, J. Marien, J.P. Pirard. Porous Carbon Xerogels with Texture Tailored by pH Control during Sol-Gel Process. Carbon 42 (2004): 619-628.
- R.W. Pekala, J.C. Faemer, C.T. Alviso, T.D. Tran, S.T. Mayer, J.M. Miller, B. Dunn. Carbon Aerogels for Electrochemical Applications. J. Non-Cryst. Solids. 225 (1998): 74-80.
- R.W. Pekala, C.T. Alviso, J.D. Lemay. In Chemical Processing of Advanced Materials. New York: John Wiley and Sons. 1992.
- R.W. Pekala. Organic Aerogels from the Polycondensation of Resorcinol with Formaldehyde. J. of Mat. Sci. 24 (1989): 3221-3227.
- R.W. Pekala. U.S. Patent 4 873 218. 1989.

- S. Bertho, O. Barbieri, F. Ehrbuger-Dolle, E. Geissler, P. Achard, F. Bley . *J. Non-Cryst. Solids*. 285 (2001): 154-162.
- S. Lowell, J.E. Shields. Powder Surface Area and Porosity. 2nd edition. New York: Chapman and Hall, 1984.
- T. Yamamoto, S.R. Mukai, A. Endo, M. Nakaiwa and H. Tamon. Interpretation of Structure Formation during the Sol-gel Transition of a Resorcinol-Formaldehyde Solution by Population Balance. *J. of Colloids Interface Sci.* 264 (2003): 532-537.
- T. Yamamoto, T. Nishimura, T. Suzuki, H. Tamon. Control of Mesoporosity of Carbon Gels Prepared by Sol-gel Polycondensation and Freeze Drying. *J. Non-Cryst Solids*. 288 (2001): 46-55.
- T. Yamamoto, T. Yoshida, T. Suzuki, S.R Mukai, H. Tamon. Dynamic and Static Light Scattering on the Sol-gel Transition of Resorcinol-Formaldehyde Aqueous Solution. *J. of Colloids Interface Sci.* 245 (2002): 391-396.



ภาคผนวก

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก. ข้อมูลการทดลอง

ก.1 ผลไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับ (Adsorption - Desorption Isotherm) ของไนโตรเจน ที่ 77 เคลวิน ของ RF carbon sonogel และ RF carbon gel

C/W =20 mol/m ³ , and R/C=200 mol/mol							
Power = 0				Power = 22			
Adsorption		Desorption		Adsorption		Desorption	
Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀
0.00	0.00	484.25	0.92	0.00	0.00	695.49	0.88
5.09	0.00	479.96	0.79	7.97	0.00	555.73	0.81
20.15	0.00	431.87	0.67	31.32	0.00	392.91	0.78
40.05	0.00	345.13	0.65	69.77	0.00	289.36	0.70
65.04	0.00	281.86	0.59	113.61	0.00	241.85	0.58
94.59	0.00	246.25	0.51	141.37	0.03	215.61	0.47
127.29	0.00	225.38	0.42	149.11	0.05	198.38	0.38
152.21	0.02	211.77	0.35	151.27	0.06	186.10	0.30
161.37	0.05	197.81	0.27	153.84	0.07	174.37	0.22
164.59	0.06	188.34	0.20	156.51	0.08	163.34	0.15
167.56	0.08	178.87	0.14	158.99	0.09	153.61	0.09
170.45	0.09	169.45	0.09	161.52	0.11		
171.91	0.10			169.36	0.15		
173.83	0.11			177.80	0.21		
180.97	0.15			187.24	0.27		
189.72	0.21			197.31	0.34		
198.77	0.26			207.68	0.40		
208.78	0.33			218.37	0.47		
218.73	0.39			230.08	0.53		
230.31	0.45			243.80	0.59		
243.00	0.52			260.31	0.66		
257.94	0.58			280.50	0.72		
275.63	0.64			305.14	0.77		
299.77	0.69			342.13	0.83		
มีต่อหน้าถัดไป							

C/W = 20 mol/m ³ , R/C = 200 mol/mol							
Power = 0				Power = 22			
Adsorption		Desorption		Adsorption		Desorption	
Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀
327.24	0.75			393.39	0.87		
368.00	0.79			464.58	0.90		
411.35	0.83			546.62	0.92		
463.00	0.87			650.22	0.94		
483.92	0.96			702.84	1.03		
508.17	1.03						

ตารางที่ ก.1 แสดงผลการการดูดซับ-คายซับ ในโตรเจน ที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของ RF carbon sonogel และ RF carbon gel ที่มีค่า C/W เท่ากับ 20 mol/m³, R/C = 200 mol/mol

C/W = 40 mol/m ³ , R/C = 200 mol/mol							
Power = 0				Power = 22			
Adsorption		Desorption		Adsorption		Desorption	
Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀
0.00	0.00	406.16	0.86	6.84	0.00	502.58	0.91
6.35	0.00	384.31	0.66	27.01	0.00	497.53	0.77
19.12	0.00	327.03	0.57	60.74	0.00	436.84	0.65
38.48	0.00	296.46	0.46	107.56	0.00	337.19	0.61
63.55	0.00	280.23	0.37	154.43	0.01	280.59	0.53
94.82	0.00	259.63	0.28	177.24	0.05	251.12	0.43
130.95	0.00	237.55	0.20	184.47	0.07	234.61	0.35
155.83	0.03	218.58	0.15	186.79	0.08	218.80	0.26
163.73	0.05	198.11	0.10	189.00	0.09	208.31	0.20
166.52	0.06			191.70	0.10	198.15	0.13
169.15	0.07			200.32	0.15	186.84	0.08
172.01	0.08			209.29	0.21		
175.28	0.10			218.41	0.27		
177.90	0.11			228.43	0.33		

มีต่อหน้าถัดไป

C/W = 40 mol/m ³ , R/C=200 mol/mol							
Power = 0				Power = 22			
Adsorption		Desorption		Adsorption		Desorption	
Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀
186.42	0.17			239.38	0.39		
195.98	0.23			249.93	0.45		
205.07	0.29			261.81	0.52		
215.63	0.36			276.60	0.58		
225.55	0.43			294.06	0.64		
236.15	0.50			319.12	0.69		
248.56	0.56			349.14	0.74		
262.20	0.63			395.80	0.79		
276.66	0.70			445.47	0.83		
296.28	0.76			490.83	0.87		
316.40	0.83			503.38	0.97		
348.08	0.88			549.45	1.01		
381.96	0.94						
413.91	1.01						

ตารางที่ ก.2 แสดงผลการการดูดซับ-คายซับ ไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของ RF carbon sonogel และ RF carbon gel ที่มีค่า C/W เท่ากับ 40 mol/m³, R/C = 200 mol/mol

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

C/W =80 mol/m ³ , R/C=200 mol/mol							
Power = 0				Power = 22			
Adsorption		Desorption		Adsorption		Desorption	
Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀
6.41	0.00	320.09	0.85	6.36	0.00	334.03	0.88
24.79	0.00	303.56	0.65	25.19	0.00	330.26	0.74
55.41	0.00	256.56	0.54	50.12	0.00	310.72	0.57
91.60	0.00	228.56	0.44	81.39	0.00	240.56	0.51
129.52	0.01	206.46	0.35	118.04	0.00	208.02	0.42
146.04	0.04	196.67	0.28	145.19	0.02	193.38	0.33
150.24	0.07	183.51	0.20	152.78	0.04	181.39	0.24
152.81	0.08	171.77	0.14	154.94	0.05	172.52	0.16
154.39	0.09	162.32	0.08	157.23	0.07	164.52	0.10
155.83	0.10			159.54	0.08	156.82	0.06
160.68	0.15			162.61	0.10		
165.25	0.21			163.75	0.11		
171.02	0.27			169.39	0.15		
175.49	0.34			176.01	0.21		
181.16	0.40			181.69	0.27		
185.25	0.47			188.97	0.33		
193.15	0.53			196.93	0.39		
198.47	0.59			203.94	0.46		
204.96	0.66			211.85	0.52		
214.99	0.72			222.60	0.58		
225.34	0.78			234.39	0.65		
241.49	0.83			251.02	0.70		
270.87	0.88			274.16	0.76		
303.76	0.93			304.71	0.81		
324.51	1.01			330.42	0.87		
				335.78	0.96		

ตารางที่ ก.3 แสดงผลการการดูดซับ-คายซับ ไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของ RF carbon sonogel และ RF carbon gel ที่มีค่า C/W เท่ากับ 80 mol/m³, R/C = 200 mol/mol

C/W =80 mol/m ³ , R/C=100 mol/mol							
Power = 0				Power = 22			
Adsorption		Desorption		Adsorption		Desorption	
Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀
6.16	0.00	405.10	0.88	10.16	0.00	479.74	0.89
24.07	0.00	401.00	0.74	39.68	0.00	472.83	0.75
47.81	0.00	394.41	0.56	88.77	0.00	432.62	0.59
77.23	0.00	336.50	0.49	143.09	0.00	319.83	0.52
112.31	0.00	286.14	0.42	172.26	0.03	266.14	0.43
148.40	0.01	255.86	0.35	180.11	0.05	242.28	0.34
169.50	0.04	233.61	0.29	183.92	0.06	225.02	0.27
176.63	0.06	216.86	0.22	187.43	0.08	210.33	0.19
178.81	0.07	203.41	0.16	190.61	0.09	196.96	0.13
181.54	0.08	191.26	0.11	193.79	0.10	183.48	0.07
184.26	0.09	179.91	0.06	203.30	0.15		
195.39	0.15			226.23	0.27		
204.55	0.21			239.50	0.33		
214.53	0.26			252.56	0.40		
224.62	0.33			268.70	0.46		
236.98	0.39			285.50	0.52		
249.92	0.45			307.40	0.58		
265.89	0.51			334.24	0.64		
284.73	0.57			372.14	0.69		
307.41	0.62			416.37	0.75		
337.56	0.68			466.86	0.81		
365.07	0.74			481.53	0.90		
388.37	0.81			485.79	0.98		
397.95	0.89			546.06	1.01		
406.44	0.97						
433.38	1.01						

ตารางที่ ก.4 แสดงผลการการดูดซับ-คายซับ ไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของ RF carbon sonogel และ RF carbon gel ที่มีค่า C/W เท่ากับ 80 mol/m³, R/C = 100 mol/mol

C/W =80 mol/m ³ , R/C=50 mol/mol							
Power = 0				Power = 22			
Adsorption		Desorption		Adsorption		Desorption	
Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀	Vol	P/P ₀
0.00	0.00	6.47	0.88	0.00	0.00	5.30	0.87
0.15	0.01	3.69	0.68	0.16	0.01	2.34	0.67
0.11	0.02	2.08	0.52	0.10	0.02	0.49	0.52
0.10	0.03	1.17	0.40	0.05	0.03	-0.61	0.40
0.10	0.04	0.83	0.31	0.05	0.04	-1.14	0.30
0.11	0.06	0.58	0.22	0.04	0.06	-1.41	0.22
0.15	0.07	0.39	0.15	0.04	0.07	-1.59	0.14
0.22	0.08	0.27	0.08	0.05	0.08	-1.70	0.07
0.31	0.11			0.11	0.11		
0.39	0.17			0.09	0.17		
0.58	0.23			0.15	0.22		
0.78	0.29			0.36	0.29		
1.17	0.36			0.73	0.35		
1.47	0.41			0.84	0.41		
1.93	0.46			1.12	0.46		
2.57	0.51			1.41	0.50		
2.84	0.56			1.86	0.55		
3.14	0.62			2.35	0.60		
3.97	0.68			2.76	0.64		
4.66	0.74			3.00	0.69		
5.09	0.79			3.35	0.74		
5.55	0.85			4.72	0.81		
6.13	0.91			5.48	0.86		
7.45	0.97			5.76	0.91		
8.80	1.03			6.62	0.97		
				7.70	1.02		

ตารางที่ ก.5 แสดงผลการการดูดซับ-คายซับ ไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของ RF carbon sonogel และ RF carbon gel ที่มีค่า C/W เท่ากับ 80 mol/m³, R/C = 50 mol/mol

ผลของการซึม-ไหลออก (Intrusion-Extrusion) ของปรอทที่มีความดันต่างๆ ภายในรูพรุน
ของ Monolith carbon gel (3D-IMM)

C/W 10 mol/m ³ , R/C = 800 mol/mol (Freeze Drying)					
Pressure	Pore Diameter	Mean Pore Diameter	Cumulative Volume	Incremental Volume	dV/DD
psia	μm	μm	cm ³ /g	cm ³ /g	cm ³ /g-μm
1.16	155.43	155.43	0.00	0.00	0.00
2.40	75.21	115.32	0.00	0.00	0.00
3.96	45.68	60.44	0.00	0.00	0.00
5.84	30.95	38.31	0.00	0.00	0.00
7.98	22.68	26.82	0.00	0.00	0.00
10.11	17.89	20.28	0.00	0.00	0.00
12.06	15.00	16.44	0.00	0.00	0.00
14.36	12.59	13.80	0.00	0.00	0.00
16.37	11.05	11.82	0.00	0.00	0.00
18.78	9.63	10.34	0.00	0.00	0.00
20.76	8.71	9.17	0.00	0.00	0.00
23.65	7.65	8.18	0.00	0.00	0.00
25.94	6.97	7.31	0.00	0.00	0.00
28.24	6.40	6.69	0.00	0.00	0.00
30.07	6.02	6.21	0.00	0.00	0.00
49.77	3.63	4.82	0.01	0.01	0.08
99.85	1.81	2.72	0.60	0.59	0.48
150.79	1.20	1.51	0.92	0.32	0.35
203.10	0.89	1.05	0.95	0.03	0.02
303.26	0.60	0.74	0.96	0.01	0.05
400.08	0.45	0.52	0.97	0.01	0.05
503.58	0.36	0.41	0.97	0.00	0.04
750.74	0.24	0.30	0.98	0.01	0.05
1002.24	0.18	0.21	0.98	0.00	0.07
1995.06	0.09	0.14	1.00	0.02	0.32
มีต่อหน้าถัดไป					

C/W 10 mol/m³, R/C = 800 (Freeze Drying)					
Pressure	Pore Diameter	Mean Pore Diameter	Cumulative Volume	Incremental Volume	dV/dD
psia	μm	μm	cm³/g	cm³/g	cm³/g-μm
2994.06	0.06	0.08	1.01	0.01	0.23
3994.06	0.05	0.05	1.01	0.00	0.19
4993.89	0.04	0.04	1.02	0.00	0.18
5989.90	0.03	0.03	1.02	0.00	0.00
6985.90	0.03	0.03	1.02	0.00	0.00
7986.40	0.02	0.02	1.02	0.00	0.00
9009.40	0.02	0.02	1.02	0.00	0.00
10012.75	0.02	0.02	1.02	0.00	0.00
11503.76	0.02	0.02	1.02	0.00	0.00
12004.09	0.02	0.02	1.02	0.00	0.00
12511.60	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
13009.60	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
13505.43	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
14003.10	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
14508.44	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
15001.77	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
15501.94	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
16006.77	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
16504.95	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
17002.11	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
17508.62	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
17999.61	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
18504.45	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
19004.29	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
19498.12	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
19997.29	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
20991.63	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
21993.63	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
22997.31	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
มีต่อหน้าถัดไป					

<i>C/W 10 mol/m³, R/C = 800 (Freeze Drying)</i>					
Pressure	Pore Diameter	Mean Pore Diameter	Cumulative Volume	Incremental Volume	dV/dD
psia	μm	μm	cm³/g	cm³/g	cm³/g-μm
23991.81	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
24983.64	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
25985.15	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
26484.48	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
26981.15	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
27475.82	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
27984.82	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
28489.82	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
28979.49	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
29486.66	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
29982.33	0.01	0.01	1.02	0.00	0.00
29446.98	0.01	0.01	0.96	-0.06	118.00
28965.97	0.01	0.01	0.96	0.00	108.50
28464.13	0.01	0.01	0.96	0.00	93.36
27971.78	0.01	0.01	0.96	0.00	73.29
27459.61	0.01	0.01	0.96	0.00	46.86
26964.27	0.01	0.01	0.96	0.00	18.61
26458.75	0.01	0.01	0.96	0.00	0.80
25965.08	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
24960.06	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
23963.54	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
22970.36	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
21966.51	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
20975.33	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
19970.82	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
19476.99	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
18963.81	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
18480.64	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
17977.80	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
มีต่อหน้าถัดไป					

C/W 10 mol/m³, R/C = 800 (Freeze Drying)					
Pressure	Pore Diameter	Mean Pore Diameter	Cumulative Volume	Incremental Volume	dV/dD
psia	μm	μm	cm³/g	cm³/g	cm³/g-μm
17483.97	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
16978.79	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
16478.46	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
15483.94	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
14979.44	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
13977.43	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
13481.59	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
12980.92	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
12476.42	0.01	0.01	0.96	0.00	0.00
11979.41	0.02	0.01	0.96	0.00	0.00
9991.23	0.02	0.02	0.96	0.00	0.00
8988.38	0.02	0.02	0.96	0.00	0.00
7985.38	0.02	0.02	0.96	0.00	0.00
6987.20	0.03	0.02	0.96	0.00	0.00
5986.86	0.03	0.03	0.96	0.00	0.00
4980.02	0.04	0.03	0.96	0.00	0.00
3987.18	0.05	0.04	0.96	0.00	0.00
2987.88	0.06	0.05	0.96	0.00	0.00
1985.85	0.09	0.08	0.96	0.00	0.00
1005.35	0.18	0.14	0.96	0.00	0.00
749.35	0.24	0.21	0.96	0.00	0.00
502.69	0.36	0.30	0.96	0.00	0.00
301.37	0.60	0.53	0.96	0.00	0.00
200.54	0.90	0.75	0.96	0.00	0.00
149.04	1.21	1.06	0.96	0.00	0.00
97.55	1.85	1.53	0.96	0.00	0.00
48.05	3.76	2.81	0.96	0.00	0.00

ตารางที่ ก.6 แสดงผลของการซึม-ไหลออก ของปรอทที่มีความดันต่างๆ ภายในรูพรุนของ Monolith carbon gel ที่มีค่า C/W = 10 mol/m³, R/C = 800 mol/mol ซึ่งผ่านขั้นตอนการอบแห้งแบบเย็นเยือก

C/W 10 mol/m ³ , R/C = 800 (Microwave Drying)					
Pressure	Pore Diameter	Mean Pore Diameter	Cumulative Volume	Incremental Volume	dV/dD
psia	μm	μm	cm ³ /g	cm ³ /g	cm ³ /g-μm
0.58	312.46	312.46	0.00	0.00	0.00
2.68	67.60	190.03	0.00	0.00	0.00
6.12	29.57	48.59	0.00	0.00	0.00
8.93	20.25	24.91	0.00	0.00	0.00
11.69	15.48	17.86	0.00	0.00	0.00
13.26	13.64	14.56	0.00	0.00	0.00
15.92	11.36	12.50	0.00	0.00	0.00
18.71	10.00	10.51	0.00	0.00	0.00
20.80	8.70	9.18	0.00	0.00	0.00
22.99	7.87	8.28	0.00	0.00	0.00
25.26	7.16	7.51	0.00	0.00	0.00
27.42	6.60	6.88	0.00	0.00	0.00
50.11	3.61	5.10	0.00	0.00	0.00
99.59	1.82	2.71	0.03	0.03	0.18
149.93	1.21	1.51	0.37	0.32	0.82
199.32	0.91	1.06	0.65	0.37	1.27
299.50	0.60	0.76	0.99	0.32	0.65
399.13	0.45	0.53	1.03	0.04	0.13
501.45	0.36	0.41	1.04	0.01	0.15
748.60	0.24	0.30	1.06	0.02	0.14
995.76	0.18	0.21	1.07	0.01	0.13
1995.42	0.09	0.14	1.08	0.01	0.10
300.08	0.06	0.08	1.08	0.00	0.08
3994.25	0.05	0.05	1.08	0.00	0.07
4996.59	0.04	0.04	1.08	0.00	0.00
5992.42	0.03	0.03	1.08	0.00	0.00
6986.09	0.03	0.03	1.08	0.00	0.00
7982.77	0.02	0.02	1.08	0.00	0.00
9011.43	0.02	0.02	1.08	0.00	0.00
มีต่อหน้าถัดไป					

C/W 10 mol/m³, R/C = 800 (Microwave Drying)					
Pressure	Pore Diameter	Mean Pore Diameter	Cumulative Volume	Incremental Volume	dV/dD
psia	μm	μm	cm³/g	cm³/g	cm³/g-μm
10005.26	0.02	0.02	1.08	0.00	0.00
11510.94	0.02	0.02	1.08	0.00	0.00
12005.44	0.02	0.02	1.08	0.00	0.00
12510.44	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
13012.94	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
13514.11	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
14011.12	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
14504.28	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
15009.28	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
15510.12	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
16011.62	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
16507.69	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
17003.12	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
17507.62	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
18005.29	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
18503.62	0.01	0.01	1.08	0.00	0.02
18998.29	0.01	0.01	1.08	0.00	0.65
19499.96	0.01	0.01	1.08	0.00	1.47
19992.13	0.01	0.01	1.08	0.00	2.07
20989.46	0.01	0.01	1.08	0.00	3.02
21981.45	0.01	0.01	1.08	0.00	3.58
22995.28	0.01	0.01	1.09	0.01	3.77
23984.45	0.01	0.01	1.09	0.00	3.57
24977.63	0.01	0.01	1.09	0.00	3.00
25984.13	0.01	0.01	1.09	0.00	2.01
26485.97	0.01	0.01	1.09	0.00	1.37
26977.81	0.01	0.01	1.09	0.00	4.49
27427.14	0.01	0.01	1.09	0.00	0.00
27980.31	0.01	0.01	1.09	0.00	0.00
มีต่อหน้าถัดไป					

C/W 10 mol/m ³ , R/C = 800 (Microwave Drying)					
Pressure psia	Pore Diameter μm	Mean Pore Diameter μm	Cumulative Volume cm ³ /g	Incremental Volume cm ³ /g	dV/dD cm ³ /g-μm
28456.64	0.01	0.01	1.09	0.00	0.00
28953.14	0.01	0.01	1.09	0.00	0.00
29462.31	0.01	0.01	1.09	0.00	0.00
29939.31	0.01	0.01	1.09	0.00	0.00
29459.63	0.01	0.01	1.08	-0.01	13.22
28965.12	0.01	0.01	1.08	0.00	12.17
28469.78	0.01	0.01	1.08	0.00	10.55
27959.61	0.01	0.01	1.08	0.00	8.26
27473.27	0.01	0.01	1.08	0.00	5.51
26974.93	0.01	0.01	1.08	0.00	2.29
26468.75	0.01	0.01	1.08	0.00	0.16
25970.91	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
24972.39	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
23970.37	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
22970.35	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
21979.01	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
20972.49	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
19973.95	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
19468.28	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
18973.95	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
18471.27	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
17967.27	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
17470.59	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
16970.59	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
16459.92	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
15962.08	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
15469.08	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
14970.57	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
14471.40	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
มีต่อหน้าถัดไป					

C/W 10 mol/m³, R/C = 800 (Microwave Drying)					
Pressure	Pore Diameter	Mean Pore Diameter	Cumulative Volume	Incremental Volume	dV/dD
psia	μm	μm	cm³/g	cm³/g	cm³/g-μm
13972.40	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
13469.23	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
12971.89	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
12473.55	0.01	0.01	1.08	0.00	0.00
11473.71	0.02	0.02	1.08	0.00	0.00
9983.86	0.02	0.02	1.08	0.00	0.00
8980.86	0.02	0.02	1.08	0.00	0.00
7981.35	0.02	0.02	1.08	0.00	0.00
6986.01	0.03	0.02	1.08	0.00	0.00
5986.34	0.03	0.03	1.08	0.00	0.00
4980.17	0.04	0.03	1.08	0.00	0.00
3987.34	0.05	0.04	1.08	0.00	0.00
2992.67	0.06	0.05	1.08	0.00	0.00
1993.17	0.09	0.08	1.08	0.00	0.00
1004.17	0.18	0.14	1.08	0.00	0.00
749.68	0.24	0.21	1.08	0.00	0.00
498.35	0.36	0.30	1.08	0.00	0.00
300.19	0.60	0.53	1.08	0.00	0.00
199.86	0.91	0.75	1.08	0.00	0.00
148.70	1.22	1.06	1.08	0.00	0.00
100.54	1.80	1.51	1.08	0.00	0.00
49.05	3.69	2.74	1.08	0.00	0.00

ตารางที่ ก.7 แสดงผลของการซึม-ไหลออก ของโปรทที่ความดันต่างๆ ภายในรูพรุนของ Monolith carbon gel ที่มีค่า C/W = 10 mol/m³, R/C = 800 mol/mol ซึ่งผ่านขั้นตอนการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ

C/W 10 mol/m³, R/C = 1200 (Microwave Drying)					
Pressure	Pore Diameter	Mean Pore Diameter	Cumulative Volume	Incremental Volume	dV/dD
psia	μm	μm	cm³/g	cm³/g	cm³/g-μm
1.47	122.94	122.94	0.00	0.00	0.00
3.34	54.17	88.56	0.00	0.00	0.00
6.80	26.59	40.38	0.00	0.00	0.00
10.06	17.98	22.29	0.00	0.00	0.00
12.85	14.08	18.03	0.00	0.00	0.00
16.04	11.27	12.68	0.00	0.00	0.00
19.02	9.51	10.39	0.00	0.00	0.00
21.60	8.37	8.94	0.00	0.00	0.00
24.20	7.47	7.92	0.00	0.00	0.00
26.80	6.75	7.11	0.00	0.00	0.00
30.33	5.96	6.36	0.00	0.00	0.00
50.47	3.58	4.77	0.00	0.00	0.00
100.63	1.80	2.69	0.00	0.00	0.00
149.13	1.21	1.51	0.00	0.00	0.00
199.30	0.91	1.06	0.00	0.00	0.00
298.63	0.61	0.76	0.00	0.00	0.00
398.63	0.45	0.53	0.00	0.00	0.00
500.13	0.36	0.41	0.00	0.00	0.00
746.62	0.24	0.30	0.00	0.00	0.49
998.67	0.18	0.21	0.11	0.11	2.94
1990.24	0.09	0.14	0.52	0.41	1.80
2991.40	0.06	0.08	0.53	0.01	0.19
3990.56	0.05	0.05	0.54	0.00	0.12
4986.23	0.04	0.04	0.54	0.00	0.02
5990.90	0.03	0.03	0.54	0.00	0.00
6985.91	0.03	0.03	0.54	0.00	0.00
7984.25	0.02	0.02	0.54	0.00	0.00
9004.09	0.02	0.02	0.54	0.00	0.00
9999.59	0.02	0.02	0.54	0.00	0.00
มีต่อหน้าถัดไป					

C/W 10 mol/m³, R/C = 1200 (Microwave Drying)					
Pressure	Pore Diameter	Mean Pore Diameter	Cumulative Volume	Incremental Volume	dV/dD
psia	μm	μm	cm³/g	cm³/g	cm³/g-μm
11496.76	0.02	0.02	0.54	0.00	0.41
11995.77	0.02	0.02	0.54	0.00	0.83
12475.77	0.01	0.01	0.54	0.00	1.11
12948.77	0.01	0.01	0.54	0.00	1.29
13444.91	0.01	0.01	0.54	0.00	1.35
14006.24	0.01	0.01	0.54	0.00	1.28
14496.25	0.01	0.01	0.54	0.00	1.10
14987.42	0.01	0.01	0.54	0.00	0.79
15502.42	0.01	0.01	0.54	0.00	0.31
16005.92	0.01	0.01	0.54	0.00	0.03
16504.09	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
16996.43	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
17489.76	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
18001.43	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
18489.77	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
18989.11	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
19435.61	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
19994.44	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
20991.28	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
21962.28	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
22983.79	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
23981.62	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
24983.12	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
25901.29	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
26477.46	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
26987.80	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
27481.30	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
27986.80	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
28481.80	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
มีต่อหน้าถัดไป					

C/W 10 mol/m³, R/C = 1200 (Microwave Drying)					
Pressure	Pore Diameter	Mean Pore Diameter	Cumulative Volume	Incremental Volume	dV/dD
psia	μm	μm	cm³/g	cm³/g	cm³/g-μm
27961.50	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
27478.27	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
26968.93	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
26469.75	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
25972.91	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
24970.23	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
23979.53	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
22975.27	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
21980.56	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
20971.69	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
19978.67	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
19470.98	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
18975.21	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
18476.43	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
17969.02	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
17475.10	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
16970.63	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
16461.99	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
15963.12	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
15468.36	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
14970.66	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
14472.45	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
13973.09	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
13473.58	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
12973.96	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
12470.52	0.01	0.01	0.54	0.00	0.00
11974.23	0.02	0.01	0.54	0.00	0.00
11477.85	0.02	0.02	0.54	0.00	0.00
9988.33	0.02	0.02	0.54	0.00	0.00
มีต่อหน้าถัดไป					

<i>C/W 10 mol/m³, R/C = 1200 (Microwave Drying)</i>					
Pressure	Pore Diameter	Mean Pore Diameter	Cumulative Volume	Incremental Volume	dV/dD
psia	μm	μm	cm³/g	cm³/g	cm³/g-μm
8985.86	0.02	0.02	0.54	0.00	0.00
7982.35	0.02	0.02	0.54	0.00	0.00
6986.91	0.03	0.02	0.54	0.00	0.00
5985.29	0.03	0.03	0.54	0.00	0.00
4981.03	0.04	0.03	0.54	0.00	0.00
3989.43	0.05	0.04	0.54	0.00	0.00
2996.54	0.06	0.05	0.54	0.00	0.00
1995.08	0.09	0.07	0.54	0.00	0.00
1002.18	0.18	0.14	0.54	0.00	0.00
749.60	0.24	0.21	0.54	0.00	0.00
499.63	0.36	0.30	0.54	0.00	0.00
300.55	0.60	0.53	0.54	0.00	0.00
199.81	0.90	0.75	0.54	0.00	0.00
148.76	1.22	1.05	0.54	0.00	0.00
100.84	1.97	1.50	0.54	0.00	0.00
49.05	3.65	2.69	0.54	0.00	0.00

ตารางที่ ข.3 แสดงผลของการซึม-ไหลออก ของโปรทที่มีความดันต่างๆ ภายในรูพรุนของ Monolith carbon gel ที่มีค่า $C/W = 10 \text{ mol/m}^3$, $R/C = 1200 \text{ mol/mol}$ ซึ่งผ่านขั้นตอนการอบแห้งด้วยคลื่นไมโครเวฟ

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายขรรยง วารินทร์ เกิดเมื่อวันที่ 15 กันยายน พ.ศ. 2523 จบการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาจาก โรงเรียนนครนาคศึกษาลัย สำเร็จการศึกษาปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิตจาก ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ในปีการศึกษา 2545 หลังจากนั้นได้เข้าศึกษาต่อหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2546 และสำเร็จการศึกษาในปีการศึกษา 2547



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย