

การเตรียมคาร์บอนที่มีรูพรุนจากเรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2563

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

SYNTHESIS OF POROUS CARBON FROM  
CASHEW NUT SHELL LIQUID-FORMALDEHYDE RESIN



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 2020

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมคาร์บอนที่มีรูพรุนจากเรซินน้ำมันเปลือกเมล็ด มะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์
โดย	น.ส.วรวรรณ จันทรา
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ณัฐพร โทณานนท์

---

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

.....	คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.สุพจน์ เตชวรสินสกุล)	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	ประธานกรรมการ
.....	
(รองศาสตราจารย์ ดร.สุรเทพ เขียวหอม)	อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
.....	
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ณัฐพร โทณานนท์)	กรรมการ
.....	
(ศาสตราจารย์ ดร.ไพศาล กิตติสุขภกร)	กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
.....	
(ดร.ชัญชนา ธนชยานนท์)	

วรวรรณ จันทรา : การเตรียมคาร์บอนที่มีรูพรุนจากเรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มาลดีไฮด์. ( SYNTHESIS OF POROUS CARBON FROM CASHEW NUT SHELL LIQUID-FORMALDEHYDE RESIN) อ.ที่ปรึกษาหลัก : ผศ. ดร.ณัฐพร โทณานนท์

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการนำน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ มาใช้เป็นวัตถุดิบตั้งต้นสำหรับการสังเคราะห์เรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มาลดีไฮด์ผ่านทางกระบวนการพอลิเมอไรเซชันโดยไม่มีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา เพื่อทดแทนการใช้ฟีนอลซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ทางปิโตรเลียม และเพื่อเป็นการสร้างมูลค่าเพิ่มให้กับเรซิน จึงได้นำเรซินไปต่อยอดเป็นวัตถุดิบสำหรับการสังเคราะห์เป็นคาร์บอนที่มีรูพรุน ผ่านทางกระบวนการคาร์บอนในเข็สนภายใต้แก๊สไนโตรเจน และเพื่อเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพของพื้นที่ผิวจำเพาะ และปริมาตรของรูพรุนให้กับคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ จึงได้มีการนำไปผ่านกระบวนการกระตุ้น 2 วิธี ได้แก่ การกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรต  $[Fe(NO_3)_3]$  ในส่วนของการวิเคราะห์ เรซินจะถูกทดสอบสมบัติเชิงความร้อน คาร์บอนจะถูกทดสอบสมบัติด้วยวิธี เอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน การดูดซับและการคายซับไนโตรเจน และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จากการศึกษาพบว่าเรซินมีสมบัติเชิงความร้อนอยู่ในช่วงอุณหภูมิ 382-750 องศาเซลเซียส เมื่อนำเรซินไปผ่านกระบวนการคาร์บอนในเข็สนภายใต้แก๊สไนโตรเจน คาร์บอนที่ได้มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรรูพรุนแบบไมโครพอร์และมีโซพอร์น้อยมากจนถือว่าไม่มีรูพรุนเกิดขึ้น ในทางกลับกันเมื่อทำการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ คาร์บอนที่ได้มีประสิทธิภาพที่ดีขึ้น โดยช่วยเสริมสร้างการเกิดของรูพรุนแบบไมโครพอร์ ส่งผลให้ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะสูงที่สุดมีค่าเท่ากับ 291 ตารางเมตรต่อกรัม โดยมีปริมาตรรูพรุนแบบไมโครพอร์เท่ากับ 0.1104 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม นอกจากนี้เมื่อนำไปกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรต สามารถช่วยก่อให้เกิดการสร้างของรูพรุนแบบมีโซพอร์ ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงมีค่าเท่ากับ 153 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรรูพรุนแบบมีโซพอร์เท่ากับ 0.0928 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม อีกทั้งคาร์บอนที่ได้ยังแสดงคุณสมบัติทางแม่เหล็ก สามารถแยกออกจากตัวกลางได้ง่ายด้วยแรงแม่เหล็กภายนอก

สาขาวิชา วิศวกรรมเคมี  
ปีการศึกษา 2563

ลายมือชื่อ นิสิต .....  
ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก .....

# # 6170397421 : MAJOR CHEMICAL ENGINEERING

KEYWORD: CNSL, CNSL-Formaldehyde resin, Agricultural waste

Worawan Chantha : SYNTHESIS OF POROUS CARBON FROM CASHEW NUT SHELL LIQUID-FORMALDEHYDE RESIN. Advisor: Asst. Prof. NATTAPORN TONANON, Ph.D.

In this research CNSL was used as an environment-friendly alternative raw material instead of phenol, petroleum product, for synthesis of CNSL-Formaldehyde resin through non-catalytic polymerization. In order to add value to the resin, it can be further used as a precursor for the synthesis of porous carbon through carbonization process under nitrogen atmosphere to improve the performance of specific surface area and pore volume of porous carbon. The resin was activated by physical activation with carbon dioxide (CO<sub>2</sub>) and chemical activation with ferric nitrate solution [Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>]. The resin and porous carbon were characterized by thermogravimetric analysis, Fourier Transform Infrared Spectroscopy, x-ray diffraction, nitrogen adsorption-desorption, and scanning electron microscope. The result showed that the resin had thermal stability over the temperature range 382-750°C. The obtained carbon from carbonization under nitrogen gas had a specific surface area of 5 m<sup>2</sup>/g with micropore and mesopore volumes of 0.0003 cm<sup>3</sup>/g and 0.0007 cm<sup>3</sup>/g, respectively. On the other hand, activation with CO<sub>2</sub> can enhance the formation of micropores with micropore volume of 0.1104 cm<sup>3</sup>/g resulting in the highest specific surface area of 291 m<sup>2</sup>/g. In addition, the carbon derived from activation with Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> showed magnetic properties which allowed the porous carbon to be easily separated from the medium by external magnetic force. The presence of Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> also contributed to the generation of mesoporous structure with a high specific surface area and mesopore volume of 153 m<sup>2</sup>/g and 0.0928 cm<sup>3</sup>/g, respectively.

Field of Study: Chemical Engineering Student's Signature .....

Academic Year: 2020 Advisor's Signature .....

## กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้ในหัวข้อเรื่อง “การเตรียมคาร์บอนที่มีรูพรุนจากเรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มาลดีไฮด์” ผู้วิจัยขอขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์. ดร. ณัฐพร โทณานนท์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผู้ที่ให้ความกรุณา ความรู้ คำปรึกษา คำแนะนำ ตลอดจนให้ความช่วยเหลือในทุกๆด้าน จนงานวิจัยสำเร็จลุล่วง

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณบริษัท วิพีซีกรุ๊ป จำกัด ที่เอื้อเฟื้อวัสดุดิบและสารเคมี ที่ใช้ในการวิจัย และขอขอบคุณภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่เอื้อเฟื้อสถานที่และเครื่องมือในการทำวิจัย อีกทั้งสนับสนุนทุนการศึกษาตลอดจนสำเร็จการศึกษา

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณรองศาสตราจารย์ ดร.สุรเทพ เขียวหอมที่ให้เกียรติเป็นประธานในการคุมสอบวิทยานิพนธ์รวมถึงศาสตราจารย์ ดร. ไพศาล กิตติศุภกร และ ดร. ชัญชนา ธนชยานนท์ คณะกรรมการในการคุมสอบวิทยานิพนธ์ที่มีส่วนให้คำแนะนำเพื่อให้วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ นางสาวสกลสุภา คำดิบ นิสิตระดับชั้นปริญญาเอก ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ผู้ที่ให้คำปรึกษา คำแนะนำและชี้แนวทางการแก้ไขปัญต่างๆในการปฏิบัติงาน ตลอดจนให้ความช่วยเหลือในทุกๆด้าน จนงานวิจัยสำเร็จลุล่วง

สุดท้ายนี้ผู้วิจัยขอขอบพระคุณบิดา มารดา และครอบครัว ที่ให้ความรัก ความสนับสนุนและเป็นกำลังใจ จนงานวิจัยสำเร็จลุล่วง

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY

วรวรรณ จันทรา

## สารบัญ

	หน้า
.....ค	ค
บทคัดย่อภาษาไทย .....	ค
..... ง	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ .....	ง
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ .....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูปภาพ .....	ฎ
บทที่ 1 .....	3
บทนำ.....	3
1.1 แรงจูงใจ เหตุผลและที่มา .....	3
1.2 วัตถุประสงค์ .....	5
1.3 ขอบเขตงานวิจัย.....	5
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ .....	6
บทที่ 2.....	7
ทฤษฎีและเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง .....	7
2.1 น้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์.....	7
2.2 วิธีการสกัดน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ (CNSL Extraction Method).....	7
2.2.1 วิธีการสกัดเชิงกล (Mechanical extraction).....	7
2.2.2 วิธีการสกัดด้วยความร้อน (Thermal extraction).....	8
2.2.3 วิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายเคมี (Chemical solvent extraction).....	8

2.3 แมคคาเดเมีย (Macadamia).....	8
2.4 กระบวนการผลิตถ่าน.....	9
2.4.1 กระบวนการไพโรไลซิสแบบช้า (Slow pyrolysis).....	9
2.4.2 กระบวนการไพโรไลซิสแบบเร็ว (Fast pyrolysis).....	10
2.5 การกระตุ้น (Activation).....	11
2.5.1 การกระตุ้นทางกายภาพ (Physical Activation).....	11
2.5.1.1 การกระตุ้นด้วยไอน้ำ.....	12
2.5.1.2 การกระตุ้นด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์.....	12
2.5.1.3 การกระตุ้นด้วยแก๊สออกซิเจนหรืออากาศ.....	12
2.6.2 การกระตุ้นทางกายเคมี (Chemical Activation).....	13
2.7 วัสดุรูพรุน (Porous material).....	13
2.8 กระบวนการดูดซับ (Adsorption).....	13
2.8.1 ประเภทของการดูดซับ.....	14
2.8.2 ไอโซเทอมของการดูดซับ.....	14
2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์.....	16
บทที่ 3.....	26
การทดลอง.....	26
3.1 วัสดุ.....	26
3.1.1 น้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์.....	26
3.1.2 เปลือกแมคคาเดเมีย.....	26
3.1.3 เตาเผา.....	27
3.1.4 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	28
3.1.5 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์.....	28



3.2 การสังเคราะห์เรซิน .....	31
3.2.1 การสังเคราะห์เรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มาลดีไฮด์.....	31
3.2.2 การสังเคราะห์เรซินคอมโพสิตระหว่างน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์- ฟอร์มาลดีไฮด์และเปลือกแมคคาเดเมีย.....	31
3.3 การสังเคราะห์คาร์บอน .....	33
3.3.1 การสังเคราะห์คาร์บอนด้วยกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน.....	33
3.3.2 การสังเคราะห์คาร์บอนด้วยวิธีการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ .....	33
3.3.3 การสังเคราะห์คาร์บอนด้วยวิธีการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ไนเตรต .....	33
บทที่ 4.....	36
ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง .....	36
4.1 การสังเคราะห์เรซิน .....	36
4.1.1 ลักษณะของเรซินที่ได้จากการสังเคราะห์.....	36
4.1.2 วิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อน .....	37
4.2 การสังเคราะห์คาร์บอน .....	40
4.2.1 ลักษณะของตัวอย่างก่อนนำไปสังเคราะห์เป็นคาร์บอน.....	40
4.2.2 ลักษณะของคาร์บอนที่ได้จากการสังเคราะห์.....	41
4.2.3 วิเคราะห์การดูดซับและการคายซับไนโตรเจน.....	42
4.2.4 วิเคราะห์โครงสร้างและการจัดเรียงตัวของผลึก.....	46
4.2.5 วิเคราะห์สัณฐานวิทยาและลักษณะของพื้นผิว .....	51
4.2.6 เปรียบเทียบพื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรรูพรุนไมโครพอร์และมีโซพอร์ของพอลิเมอร์. 55	
4.3 ทดลองนำคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไปดูดซับสารละลายเมทิลออเรนจ์ในเบื้องต้น .....	56
บทที่ 5.....	60

สรุปผลการทดลอง .....	60
5.1 การสังเคราะห์เรซิน .....	60
5.2 การสังเคราะห์คาร์บอน .....	60
5.3 ข้อเสนอแนะ .....	61
ภาคผนวก.....	62
บรรณานุกรม .....	66
ประวัติผู้เขียน.....	71



## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 1 สังเคราะห์เรซินโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็นกรดและเบส .....	18
ตารางที่ 2 การสังเคราะห์วัสดุที่มีรูพรุน .....	22
ตารางที่ 3 การสังเคราะห์วัสดุที่มีรูพรุน (2).....	24
ตารางที่ 4 รายละเอียดของสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย .....	28
ตารางที่ 5 ช่วงของอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัว อุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวสูงสุด น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงและน้ำหนักคงเหลือของตัวอย่าง CNSL, MCR, MCR/MNS, และ MNS .....	38
ตารางที่ 6 คาร์บอนที่ได้จากการคาร์บอนไนเซชันและการกระตุ้น ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง .....	41
ตารางที่ 7 ชนิดของไอโซเทอม พื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรรูพรุนไมโครพอร์และมีโซพอร์ของ MCR, MCR/MNS, และ MNS ที่ผ่านการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง .....	45
ตารางที่ 8 องค์ประกอบทางเคมีของคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ .....	54
ตารางที่ 9 การสังเคราะห์วัสดุที่มีรูพรุนจากพอลิเมอร์สังเคราะห์ .....	55
ตารางที่ 10 แสดง %burn off และ % yield ของคาร์บอนที่ได้จากการคาร์บอนไนเซชันและการกระตุ้น ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง .....	65

## สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 1 ลักษณะทางกายภาพและองค์ประกอบหลักของน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ [1]..	7
รูปที่ 2 ลักษณะทางกายภาพของผลแมคคาเดเมีย [7] .....	9
รูปที่ 3 ไอโซเทอมของการดูดซับชนิดต่างๆ .....	15
รูปที่ 4 น้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ .....	26
รูปที่ 5 แผนผังอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับการเผา .....	27
รูปที่ 6 ขั้นตอนการทำงานของเตาเผา .....	27
รูปที่ 7 แผนผังการสังเคราะห์เรซินและเรซินคอมโพสิตระหว่างน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-พอร์มาลดีไฮด์และเปลือกแมคคาเดเมีย.....	32
รูปที่ 8 แผนผังการสังเคราะห์คาร์บอน (1).....	34
รูปที่ 9 แผนผังการสังเคราะห์คาร์บอน (2).....	35
รูปที่ 10 เรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-พอร์มาลดีไฮด์ (MCR) .....	36
รูปที่ 11 เรซินคอมโพสิตระหว่างน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-พอร์มาลดีไฮด์และเปลือกแมคคาเดเมีย (MCR/MNS) .....	36
รูปที่ 12 กราฟ TGA (Thermogravimetric Analysis) แสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิของ CNSL, MCR, MCR/MNS, และ MNS.....	37
รูปที่ 13 กราฟ DTG (Derivative Thermogravimetry) แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการที่เปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิของ CNSL, MCR, MCR/MNS, และ MNS.....	37
รูปที่ 14 (a) MCR (b) MCR/MCR (c) MNS ที่ผ่านการเตรียมความพร้อมก่อนนำไปสังเคราะห์เป็นคาร์บอน .....	40
รูปที่ 15 (a) MCR (b) MCR/MCR (c) MNS ที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันให้กลายเป็นคาร์บอน .....	41

รูปที่ 16 ไอโซเทอมการดูดซับและการคายซับไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของคาร์บอน MCR-N <sub>2</sub> , MCR/MNS-N <sub>2</sub> , และ MNS-N <sub>2</sub> ที่ได้จากการเผาด้วยกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน .....	42
รูปที่ 17 ไอโซเทอมการดูดซับและการคายซับไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของคาร์บอน MCR-CO <sub>2</sub> , MCR/MNS-CO <sub>2</sub> , และ MNS-CO <sub>2</sub> ที่ได้จากการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์.....	43
รูปที่ 18 ไอโซเทอมการดูดซับและการคายซับไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของคาร์บอนของคาร์บอน MCR-Fe, MCR/MNS- Fe, และ MNS-Fe ที่ได้จากการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรต .....	44
รูปที่ 19 X-ray diffraction pattern ของคาร์บอน MCR-N <sub>2</sub> , MCR/MNS-N <sub>2</sub> , และ MNS-N <sub>2</sub> ที่ได้จากการเผาด้วยกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน .....	47
รูปที่ 20 X-ray diffraction pattern ของคาร์บอน MCR-CO <sub>2</sub> , MCR/MNS- CO <sub>2</sub> , และ MNS- CO <sub>2</sub> ที่ได้จากการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์.....	48
รูปที่ 21 X-ray diffraction pattern ของคาร์บอน MCR-Fe, MCR/MNS- Fe, และ MNS-Fe ที่ได้จากการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรต.....	50
รูปที่ 22 X-ray diffraction pattern ของคาร์บอน MCR-Fe, MCR/MNS- Fe, และ MNS-Fe ที่ได้จากการเมื่อกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรตที่มุม 2θ ตั้งแต่ 35-60 องศา.....	50
รูปที่ 23 สัณฐานวิทยาและลักษณะพื้นผิวของคาร์บอน (a),(d) MCR-N <sub>2</sub> (b),(e) MCR/MNS-N <sub>2</sub> (c),(f) MNS-N <sub>2</sub> ที่ได้จากการเผาด้วยกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน .....	51
รูปที่ 24 สัณฐานวิทยาและลักษณะพื้นผิวของคาร์บอน (a),(d) MCR-CO <sub>2</sub> (b),(e) MCR/MNS-CO <sub>2</sub> (c),(f) MNS-CO <sub>2</sub> ที่ได้จากการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ .....	52
รูปที่ 25 สัณฐานวิทยาและลักษณะพื้นผิวของคาร์บอน (a),(d) MCR-Fe (b),(e) MCR/MNS-Fe (c),(f) MNS-Fe ที่ได้จากการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรต.....	53
รูปที่ 26 สารละลายเมทิลลอเรนจ์ความเข้มข้น 10 ppm.....	57
รูปที่ 27 การดูดซับเมทิลออเรนจ์ของ (a) MCR-CO <sub>2</sub> (b) MCR/MNS-CO <sub>2</sub> (c) MNS-CO <sub>2</sub> ที่ได้จากการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์.....	57

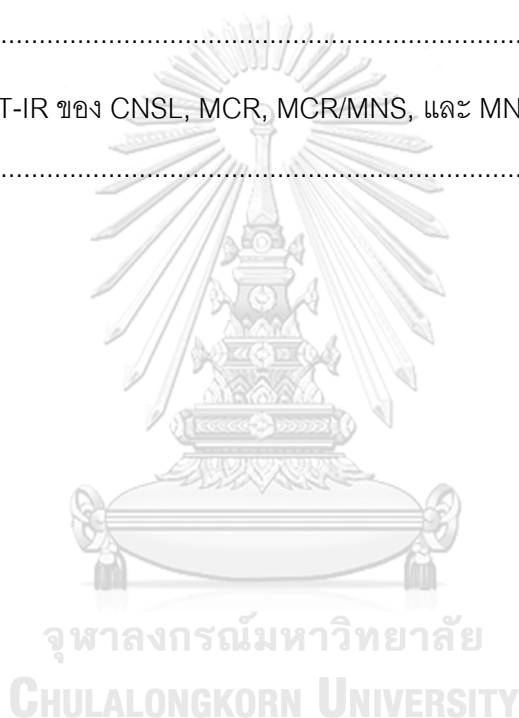
รูปที่ 28 การดูดซับเมทิลออกเจนจ์ของ (a) MCR-Fe (b) MCR/MNS-Fe (c) MNS-Fe ที่ได้จากการ  
กระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรต..... 58

รูปที่ 29 การดูดซับเมทิลออกเจนจ์ของ (a) MCR-N<sub>2</sub> (b) MCR/MNS-N<sub>2</sub> (c) MNS-N<sub>2</sub> ที่ได้จากการ  
เผาด้วยกระบวนการคาร์บอนไนเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน..... 58

รูปที่ 30 การแยกคาร์บอนที่ผ่านการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรต ออกจาก  
ตัวกลาง โดยใช้แม่เหล็กจากภายนอก..... 59

รูปที่ 31 สเปกตรัม FT-IR ของ MCR และ MCR/MNS ในช่วงเลขคลื่น 4000-500 ตาราง  
เซนติเมตร<sup>-1</sup>..... 62

รูปที่ 32 สเปกตรัม FT-IR ของ CNSL, MCR, MCR/MNS, และ MNS ในช่วงเลขคลื่น 4000-500  
ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> ..... 64



## อักษรย่อและสัญลักษณ์

CNSL	=	น้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์
cm <sup>3</sup>	=	ลูกบาศก์เซนติเมตร
Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	=	สารละลายเหล็ก (III) ไนเตรต
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	=	เหล็กฮีมาไทต์
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	=	เหล็กแมกนีไทต์
Fe <sub>3</sub> C	=	เหล็กคาร์ไบด์
Fe <sup>0</sup>	=	โลหะเหล็ก
MCR	=	เรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์
MCR-N <sub>2</sub>	=	คาร์บอนของเรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์ที่ผ่านการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน
MCR-CO <sub>2</sub>	=	คาร์บอนของเรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์ที่ผ่านการกระตุ้นด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์
MCR-Fe	=	คาร์บอนของเรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์ที่ผ่านการกระตุ้นด้วยสารละลายเหล็ก (III) ไนเตรต
MCR/MNS	=	เรซินคอมโพสิตระหว่างน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์และเปลือกแมคคาเดเมีย
MCR/MNS -N <sub>2</sub>	=	คาร์บอนของเรซินคอมโพสิตระหว่างน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์และเปลือกแมคคาเดเมีย ที่ผ่านการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน
MCR/MNS -CO <sub>2</sub>	=	คาร์บอนของเรซินคอมโพสิตระหว่างน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์และเปลือกแมคคาเดเมีย ที่ผ่านการกระตุ้นด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์
MCR/MNS -Fe	=	คาร์บอนของเรซินคอมโพสิตระหว่างน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์และเปลือกแมคคาเดเมีย ที่ผ่านการกระตุ้นด้วยสารละลายเหล็ก (III) ไนเตรต
MNS	=	เปลือกแมคคาเดเมีย
MNS-N <sub>2</sub>	=	คาร์บอนของเปลือกแมคคาเดเมีย ที่ผ่านการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน

MNS-CO <sub>2</sub>	=	คาร์บอนของเปลือกแมคคาเดเมีย ที่ผ่านการกระตุ้นด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์
MNS-Fe	=	คาร์บอนของเปลือกแมคคาเดเมีย ที่ผ่านการกระตุ้นด้วยสารละลายเหล็ก (III) ไนเตรต
m <sup>2</sup>	=	ตารางเมตร
ppm	=	ส่วนในล้านส่วน
N <sub>s</sub>	=	เลขอาโวกาโดร
g	=	กรัม
h.	=	ชั่วโมง
S <sub>BET</sub>	=	พื้นที่ผิวจำเพาะที่คำนวณได้จากแบบจำลอง BET
S <sub>total</sub>	=	พื้นที่ผิวรวม
V <sub>m</sub>	=	ปริมาตรของตัวถูกดูดซับแบบชั้นเดียว
V <sub>micro</sub>	=	ปริมาตรรูพรุนในช่วงมีโซพอร์ที่คำนวณได้จากแบบจำลอง D-R
V <sub>meso</sub>	=	ปริมาตรรูพรุนในช่วงไมโครพอร์ที่คำนวณได้จากแบบจำลอง D-R
°C	=	องศาเซลเซียส
ΔH	=	ค่าเอนทัลปีมาตรฐาน (kJ mol <sup>-1</sup> )
ΔH <sub>I</sub>	=	พลังงานในการดูดซับ
ΔH <sub>L</sub>	=	พลังงานในการควบแน่น



## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 แรงจูงใจ เหตุผลและที่มา

มะม่วงหิมพานต์เป็นไม้ยืนต้น ที่เจริญเติบโตได้ดีในแถบประเทศที่มีอากาศร้อน ลำต้นสูงประมาณ 6-12 เมตร และแตกกิ่งกว้างประมาณ 4-10 เมตร นอกจากนี้มะม่วงหิมพานต์ยังเป็นพืชที่ผลมีลักษณะพิเศษประกอบไปด้วย สองส่วน ส่วนแรกคือผลเทียม (Cashew apple) มีลักษณะคล้ายผลชมพู ภายในผลประกอบด้วยเนื้อผลที่ฉ่ำไปด้วยน้ำ ส่วนนี้จะนำไปใช้รับประทานเป็นอาหาร ทำแยม น้ำส้มสายชู เครื่องดื่ม และใช้เป็นยาแก้อโรคต่างๆ ส่วนที่สองคือ ผลแท้ (Cashew nut) เป็นส่วนที่มีรูปร่างคล้ายไต ประกอบติดอยู่ด้านล่างของผลเทียม เมื่อเป็นผลอ่อนจะมีสีเขียวแต่เมื่อแก่จะมีสีเทาหรือสีน้ำตาล ประกอบด้วยเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ (Cashew Nut Shell) หุ้มที่ด้านนอกหนาประมาณ 2-3 มิลลิเมตร ส่วนด้านในเป็นที่อยู่ของเนื้อเมล็ด (Kernel) เนื้อเมล็ดจะมีสีขาว เมื่อปลอกหรือแกะเอาส่วนของเปลือกออกแล้วจะเหลือเนื้อเมล็ดประมาณ 25 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งเป็นส่วนที่ใช้รับประทาน สามารถนำไปแปรรูปเป็นเม็ดมะม่วงหิมพานต์คั่ว ส่วนอีกประมาณ 75 เปอร์เซ็นต์ จะเป็นส่วนของเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ เกษตรกรส่วนใหญ่มักจะเอาไปเผาเป็นเชื้อเพลิง ส่งผลให้เปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ กลายเป็นของเหลือทิ้งจากการเก็บเกี่ยวผลผลิตทางการเกษตร [1]

ในภายหลังได้มีการศึกษาและพบว่าในเปลือกของเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ มีสารสีดำ ที่มีความหนืดคล้ายน้ำมัน ซึ่งสารนี้สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้อย่างมากมาย จึงได้นำไปผ่านกระบวนการสกัดแยกออกมาได้เป็นน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ (Cashew Nut Shell Liquid) ที่มีองค์ประกอบหลักที่สำคัญได้แก่ กรดอนุคาร์ดิก (Anacardic acid) คาร์ดานอล (Cardanol) คาร์ดอล (Cadol) และ 2-เมทิล คาร์ดอล (2-methylcadol) โดยมีสูตรโครงสร้างแบบวงแหวนอะโรมาติกที่มีหมู่ไฮดรอกซิลและไฮโดรคาร์บอนไม่อิ่มตัวจำนวนคาร์บอน 15 อะตอมเกาะตรงบริเวณตำแหน่งเมตา [1] สามารถนำไปใช้เป็นมอนอเมอร์ในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเติม หรือ พอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นได้ นอกจากนี้ความเป็นไฮโดรคาร์บอนไฮยารยังช่วยในเรื่องของคุณสมบัติความเป็นฉนวนทางไฟฟ้า มีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดี ช่วยรักษาสมดุลที่ตรงระหว่างความยืดหยุ่นและความแข็งแรง ทำให้สามารถนำไปใช้เป็นตัวปรับปรุงคุณสมบัติทางพอลิเมอร์ได้ เมื่อทำการเปรียบเทียบโครงสร้างระหว่างส่วนที่เป็นวงแหวนอะโรมาติกส์ของน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์กับโครงสร้างของฟีนอลจะพบว่ามีความคล้ายคลึงกันมาก จึงได้มีแนวความคิดที่จะนำเอาน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ที่เป็นวัสดุจากธรรมชาติและเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม มาใช้เป็นวัตถุดิบตั้งต้นทดแทนฟีนอลซึ่งเป็นวัตถุดิบที่ได้มาจากกระบวนการผลิตทางปิโตรเลียม ซึ่งในขั้นตอนของกระบวนการผลิตมักจะมีการปลดปล่อยแก๊ส

คาร์บอนไดออกไซด์ออกมาสู่ชั้นบรรยากาศจำนวนมากอันเป็นสาเหตุอย่างหนึ่งที่ทำให้เกิดภาวะโลกร้อน ซึ่งเป็นปัญหาใหญ่ระดับโลก ส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมอย่างมากมายเช่น ทำให้อุณหภูมิเฉลี่ยของบรรยากาศบริเวณผิวโลกสูงขึ้น น้ำแข็งขั้วโลกละลาย และฤดูกาลเปลี่ยนแปลง

จากปัญหาที่กล่าวมาในข้างต้นพบว่านักวิจัยหลายท่านได้ให้ความสนใจนำคาร์บอนดอล ซึ่งเป็นองค์ประกอบที่สำคัญอย่างหนึ่งในน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ มาใช้เป็นวัตถุดิบตั้งต้นทดแทนฟีนอลในขั้นตอนการผลิตเรซินฟีนอลฟอร์มัลดีไฮด์จากกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น ในงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์เรซินคาร์บอนดอลฟอร์มัลดีไฮด์ จะพบว่าในกระบวนการผลิตส่วนใหญ่จะใช้อุณหภูมิที่ค่อนข้างสูง [2] มีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเข้ามาเกี่ยวข้อง และในบางครั้งอาจต้องมีการควบคุมค่าความเป็นกรดต่าง [3] ในระหว่างการเกิดปฏิกิริยา นอกจากนี้ในการนำเอาคาร์บอนดอลมาใช้จะต้องมีการนำไปสกัดแยกออกมาจากน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ด้วยวิธีการต่างๆ เช่น การกลั่น [2] การสกัดเหลวด้วยวิธี Liquid-Liquid Extraction ในตัวทำละลายเฮกเซน [4] ซึ่งล้วนแล้วแต่เป็นวิธีการที่ดำเนินการได้ยากและมีราคาที่สูง ทำให้ต้องมีการพัฒนาและแก้ไขปัญหาในส่วนนี้

โครงการวิจัยนี้มุ่งเน้นศึกษาการนำน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ที่เป็นของเหลือทิ้งทางการเกษตรที่มีราคาถูก สามารถหาได้ง่าย มาใช้เป็นวัตถุดิบตั้งต้นในการสังเคราะห์เรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์ ด้วยวิธีการดำเนินงานที่ง่าย ไม่มีความซับซ้อน ไม่มีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา สามารถทำปฏิกิริยาได้ที่สภาวะอุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศ ทำให้มีต้นทุนในการผลิตต่ำ และเพื่อเป็นการสร้างมูลค่าเพิ่มให้กับตัวของเรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์ จึงได้มีแนวความคิดที่จะนำเรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์ ที่ได้มาจากวัตถุดิบตั้งต้นธรรมชาติ มีความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมและมีราคาถูก ไปสังเคราะห์เป็นคาร์บอนที่มีรูพรุน (Porous carbon) ที่มีราคาเหมาะสม ด้วยกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน (Carbonization) ภายใต้แก๊สไนโตรเจน และเพื่อเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพให้แก่คาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ จึงได้มีแนวความคิดที่จะนำกระบวนการกระตุ้นหรือการก่อกัมมันต์ (Activation) ซึ่งสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 วิธี ได้แก่ การกระตุ้นทางกายภาพ (Physical Activation) ด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ เนื่องจากไม่มีสารเคมีตกค้าง ช่วยเพิ่มปริมาตรรูพรุนขนาดเล็ก (น้อยกว่า 2 นาโนเมตร) ซึ่งคิดเป็นพื้นที่ผิวประมาณ 95 เปอร์เซ็นต์ของพื้นที่ผิวทั้งหมด ส่งผลให้คาร์บอนที่สังเคราะห์ได้มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะสูงขึ้น และการกระตุ้นทางเคมี (Chemical Activation) ด้วยสารละลายเหล็ก (III) ไนเตรต  $[Fe(NO_3)_3]$  เนื่องจากเป็นสารเคมีที่มีราคาไม่สูงมาก มีความปลอดภัยในการใช้งานมากกว่าเมื่อเทียบกับสารเคมีที่นิยมนำมาใช้ในการกระตุ้นทางเคมีอื่นๆ เช่น กรดและเบส นอกจากนี้ยังมีคุณสมบัติความเป็นแม่เหล็กทำให้สามารถแยกออกจากสารตัวกลางได้ง่าย ด้วยการใช้แรงจากแม่เหล็กภายนอก จึงทำให้ไม่มีการหลุดออกไปปนเปื้อนกับสิ่งแวดล้อม และไม่ต้องเสียค่าใช้จ่ายในการล้างสารเคมี

## 1.2 วัตถุประสงค์

1. สังเคราะห์และวิเคราะห์สมบัติของเรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์
2. สังเคราะห์และวิเคราะห์สมบัติของคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จากการเตรียมเรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์ด้วยกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน
3. สังเคราะห์และวิเคราะห์สมบัติของคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จากการเตรียมเรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์ด้วยการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์และการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรต

## 1.3 ขอบเขตงานวิจัย

### ส่วนที่ 1 : การสังเคราะห์เรซิน

- สังเคราะห์เรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์ จากการทำปฏิกิริยาทางเคมี โดยมีน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์เป็นส่วนผสมหลัก ที่สภาวะอุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศโดยไม่มีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา และทำการบ่มให้เรซินเกิดการแข็งตัว ที่สภาวะอุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศ
- สังเคราะห์เรซินคอมโพสิตระหว่างน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์ และเปลือกแมคคาเดเมียในอัตราส่วน 1 : 1 โดยน้ำหนัก จากการทำปฏิกิริยาทางเคมี โดยมีน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์เป็นส่วนผสมหลัก ที่สภาวะอุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศโดยไม่มีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา และทำการบ่มให้เรซินคอมโพสิตเกิดการแข็งตัว ที่สภาวะอุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศ
- วิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อน

## ส่วนที่ 2 : การสังเคราะห์คาร์บอน

- การเตรียมความพร้อมของตัวอย่าง ได้แก่ เรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอรัมาลดีไฮด์ เรซินคอมโพสิตระหว่างน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอรัมาลดีไฮด์และเปลือกแมคคาเดเมีย โดยจะนำมาทำการบดให้ละเอียดและทำให้แห้งด้วยการอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง
- การสังเคราะห์คาร์บอนด้วยวิธีการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน โดยทำการเผาที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส และมีอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่ออนาที เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง
- การสังเคราะห์คาร์บอนด้วยวิธีการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ โดยทำการเผาที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส และมีอัตราการไหลของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เท่ากับ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่ออนาที เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง
- การสังเคราะห์คาร์บอนด้วยวิธีการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ไนเตรตที่มีความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ โดยทำการเผาที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส และมีอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่ออนาที เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง
- วิเคราะห์สมบัติได้แก่ พื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรเชิงรูพรุน โครงสร้างและการจัดเรียงตัวของผลึก สัณฐานวิทยาและลักษณะของพื้นผิวของคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY

### 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

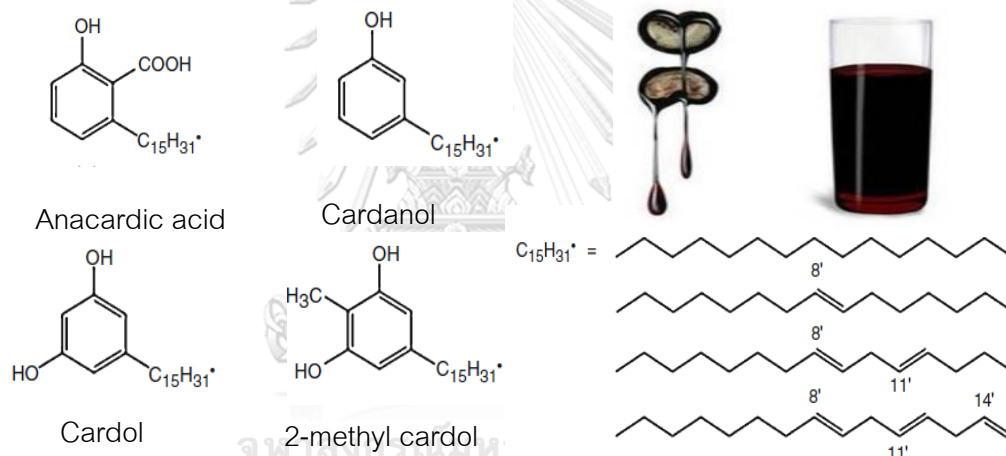
เป็นแนวทางที่น่าสนใจมากสำหรับการสังเคราะห์เรซินและคาร์บอนที่มีรูพรุนที่มีมูลค่า จากการนำน้ำมันเปลือกมะม่วงหิมพานต์ที่เป็นวัสดุจากธรรมชาติและวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรมาใช้เป็นวัตถุดิบตั้งต้น ซึ่งเป็นการช่วยลดการนำผลิตภัณฑ์ทางปิโตรเลียมมาใช้เป็นวัตถุดิบ สามารถทำได้ง่าย และมีต้นทุนในการผลิตต่ำ นอกจากนี้ยังเป็นการเพิ่มรายได้ให้แก่เกษตรกรชาวไทยให้มีความเป็นอยู่ที่ดีมากยิ่งขึ้น

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 น้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์

มีลักษณะทางกายภาพเป็นของเหลว ที่มีสีน้ำตาลแดงเข้ม มีความหนืด มีฤทธิ์เป็นกรดอ่อน และสามารถละลายได้ดีในตัวทำละลายอินทรีย์เกือบทุกชนิด ซึ่งน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ได้มาจากการสกัดเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ที่เป็นวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตร มีองค์ประกอบหลักที่สำคัญ ปริมาณ 90 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ได้แก่ กรดอนาคาร์ดิก คาร์ดานอล คาร์ดอล และ 2-เมทิล คาร์ดอล โดยมีโครงสร้างเป็นไฮโดรคาร์บอนโซ่ยาวที่ไม่อิ่มตัว ที่มีหมู่ฟังก์ชันหลักจำพวกฟีนอลและแอลกอฮอล์ [1]



รูปที่ 1 ลักษณะทางกายภาพและองค์ประกอบหลักของน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ [1]

#### 2.2 วิธีการสกัดน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ (CNSL Extraction Method)

การสกัดน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ จากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ที่พบได้ในอุตสาหกรรมประกอบไปด้วยวิธีการหลัก 3 วิธีการ [5] ดังนี้

##### 2.2.1 วิธีการสกัดเชิงกล (Mechanical extraction)

เป็นวิธีการสกัดน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ ที่ค่อนข้างตรงไปตรงมาและมีความรวดเร็วมากกว่าวิธีการแบบอื่น โดยจะนำเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ที่ผ่านการกะเทาะเอาเนื้อด้านในออก ในบางกรณีอาจมีการนำเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ไปคั่วก่อนประมาณ 20 นาที เพื่อให้ผิวด้านนอกมีความเปราะซึ่งจะช่วยให้ น้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ไหลออกมาได้ดีมากยิ่งขึ้น จากนั้นนำมา

ป้อนเข้าสู่เครื่องบีบอัดแบบสกรู หรือเครื่องบีบอัดระบบไฮดรอลิก ซึ่งมีหน้าที่ในการกดและบีบอัดด้วยแรงดันสูงให้น้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ไหลแยกตัวหลุดออกมาจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ แต่ก่อนที่จะนำไปใช้ได้ จะต้องนำไปผ่านกระบวนการกรองเอาเศษฝุ่นหรือผงละเอียดที่เกิดขึ้นระหว่างกระบวนการบีบอัดออกก่อน เปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ที่ผ่านการบีบอัดด้วยวิธีนี้จะมีน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ หลงเหลืออยู่ประมาณ 4-5 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักาก

### 2.2.2 วิธีการสกัดด้วยความร้อน (Thermal extraction)

เป็นวิธีการสกัดน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ ในเชิงพาณิชย์ที่นิยมใช้กันโดยทั่วไปในปัจจุบัน วิธีนี้สามารถใช้ได้ทั้งในส่วนของเมล็ดดิบหรือเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ที่ผ่านการกะเทาะเนื้อภายในออกแล้ว โดยจะนำเอามาเผาให้ความร้อนในอ่างน้ำมันร้อน (Hot oil bath) ซึ่งมีการให้ความร้อนด้วยไอน้ำที่อุณหภูมิประมาณ 200-250 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2-3 นาที หลังจากนั้นน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์จะไหลแยกตัวหลุดออกมาจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์

### 2.2.3 วิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายเคมี (Chemical solvent extraction)

เป็นวิธีการสกัดที่ช่วยให้ได้ปริมาณร้อยละน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์โดยน้ำหนักมากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีอื่น โดยน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ ที่เหลืออยู่ในสารตกค้างมีปริมาณน้อยกว่า 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักาก ตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัดแบ่งออกเป็นสองกลุ่มคือกลุ่มที่มีความหนาแน่นน้อยกว่าน้ำและที่หนาแน่นกว่าน้ำ ตัวทำละลายที่ใช้กันทั่วไปในกลุ่มแรก ได้แก่ ไดเอทิลอีเทอร์ ซึ่งเป็นตัวทำละลายที่พบได้มากที่สุด, เอทิลเอซิเตต และไฮโดรคาร์บอนเช่น เฮกเซน หรือโทลูอีน กลุ่มที่สองประกอบด้วยตัวทำละลายประเภทคลอรีน ได้แก่ ไคคลอโรมีเทนและคลอโรฟอร์ม โดยไคคลอโรมีเทนเป็นตัวทำละลายที่นิยมมากกว่าเนื่องจากมีความเป็นพิษที่ต่ำกว่า

## 2.3 แมคคาเดเมีย (Macadamia)

แมคคาเดเมียเป็นไม้ยืนต้นจำพวกหนึ่งโดยผลมีลักษณะเหมือนถั่วเปลือกแข็ง ต้นไม้ชนิดนี้จะให้ผลดีก็ต่อเมื่อปลูกบนพื้นที่สูงกว่า 700 เมตร เหนือระดับน้ำทะเลเท่านั้น ผลประกอบไปด้วย 2 ส่วน ได้แก่ ส่วนที่เป็นเนื้อ มีคุณค่าทางโภชนาการสูงสามารถช่วยลดการเกิดของโรคหัวใจและเบาหวาน เนื่องจากมีไขมันดีช่วยในการลดปริมาณคอเลสเตอรอลในเลือด นอกจากนี้ยังอุดมไปด้วยสารฟลาโวนอยด์ที่ช่วยต้านอนุมูลอิสระและมีวิตามินบี 1 ช่วยในการบำรุงสมองและเซลล์ต่างๆของร่างกาย ดังนั้นแมคคาเดเมียจึงนิยมนำมารับประทานเป็นอาหาร หรือนำไปเป็นส่วนผสมต่างๆในอาหาร เช่น เค้ก และสลัดเพื่อสุขภาพ ในส่วนของเปลือกแข็งที่หุ้มเนื้อเมล็ดแมคคาเดเมีย (Macadamia nut shell) จะเป็นวัสดุเหลือทิ้ง

ทางการเกษตรจะถูกนำไปใช้เป็นเชื้อเพลิง เนื่องจากมีองค์ประกอบหลัก ได้แก่ เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน ซึ่งเป็นแหล่งสำคัญของคาร์บอน [6]



รูปที่ 2 ลักษณะทางกายภาพของผลแมคคาเดเมีย [7]

## 2.4 กระบวนการผลิตถ่าน

กระบวนการไพโรไลซิส เป็นกระบวนการสลายตัวทางความร้อน (Thermal degradation) โดยไม่มีการใช้ออกซิเจนหรือออกซิเจนเข้ามาช่วยในการเกิดปฏิกิริยา เพื่อเปลี่ยนสารชีวมวลหรือสารประกอบอินทรีย์เป็นพลังงานแบบดั้งเดิมคล้ายกับการกระบวนการเผาไหม้ เมื่อสารชีวมวลหรือสารประกอบอินทรีย์เกิดการสลายตัวด้วยความร้อนจะเกิดปฏิกิริยาต่างๆดังเช่น ปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน (Dehydration) การแตกตัวด้วยความร้อน (Thermal cracking) ดีไฮโดรจีเนชัน (Dehydrogenation) ซึ่งผลิตภัณฑ์หลักที่ได้คือ ถ่าน (Char) หรือ คาร์บอน (Carbon) และยังมีผลิตภัณฑ์ผลพลอยได้คือ ของเหลว และแก๊สบางชนิด แสดงดังสมการต่อไปนี้ [8]



กระบวนการไพโรไลซิสสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภทคือ

### 2.4.1 กระบวนการไพโรไลซิสแบบช้า (Slow pyrolysis)

เป็นกระบวนการที่มีการมีอัตราการให้ความร้อนที่น้อยกว่า 10 องศาเซลเซียสต่ออนาที ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีสัดส่วนเป็นของเหลว 30-50 เปอร์เซ็นต์ และถ่าน 25-35 เปอร์เซ็นต์ ไพโรไลซิสแบบช้ายังสามารถแบ่งออกเป็น 2 กระบวนการย่อย คือ

1. คาร์บอนไนเซชัน (Carbonization) เป็นกระบวนการที่ให้ความร้อนในระยะเวลาสั้น โดยใช้เวลาดั้งแต่หลายชั่วโมงจนกระทั่งถึงหนึ่งวัน ได้ผลิตภัณฑ์เป็นถ่าน ส่วนผลิตภัณฑ์ที่เป็นแก๊สจะถูกปลดปล่อยออกสู่อากาศ
2. ไพโรไลซิสแบบดั้งเดิม (Conventional pyrolysis) เป็นกระบวนการที่ใช้เวลาในการให้ความร้อนประมาณ 15-30 นาที ได้ผลิตภัณฑ์ครบทั้ง 3 สถานะ คือ ถ่าน น้ำมัน และแก๊สไม่กลั่นตัว เนื่องจากกระบวนการไพโรไลซิสแบบช้า ได้ผลิตภัณฑ์ในส่วนของน้ำมันในปริมาณน้อย ดังนั้นน้ำมันส่วนใหญ่จึงถูกใช้เป็นเชื้อเพลิงในกระบวนการเผาไหม้

#### 2.4.2 กระบวนการไพโรไลซิสแบบเร็ว (Fast pyrolysis)

เป็นกระบวนการที่มีอัตราการให้ความร้อนสูงซึ่งมากกว่า 1,000 องศาเซลเซียสต่อวินาที ระยะเวลาของไอน้ำที่อยู่ในเครื่องปฏิกรณ์สั้นน้อยกว่า 2 วินาที กรณีเมื่อใช้วัตถุดิบชีวมวลจะได้สัดส่วนของผลิตภัณฑ์ที่เป็นถ่านประมาณ 15-25 เปอร์เซ็นต์ น้ำมันชีวภาพ 60-75 เปอร์เซ็นต์ และแก๊สไม่กลั่นตัว 10-15 เปอร์เซ็นต์ และมีองค์ประกอบของน้ำในน้ำมันชีวภาพ 10-30 เปอร์เซ็นต์ ขึ้นอยู่กับปริมาณความชื้นที่มีในชีวมวลเริ่มต้น

กระบวนการคาร์บอนไนเซชันเป็นขั้นตอนที่มีความสำคัญมากที่สุดในการผลิตถ่าน เนื่องจากในการคาร์บอนไนเซชันจะมีการเริ่มสร้างของโครงสร้างรูพรุน โดยในระหว่างการคาร์บอนไนซ์ ธาตุและองค์ประกอบต่างๆที่ไม่ใช่คาร์บอนรวมถึงสารระเหยต่างๆ เช่น น้ำ ไนโตรเจน ไฮโดรเจน และออกซิเจน จะถูกกำจัดออกจากโครงสร้างของวัตถุดิบในรูปแบบของแก๊สและน้ำมันทาร์ เมื่อสิ้นสุดการคาร์บอนไนซ์จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นถ่าน ซึ่งมีการจัดเรียงตัวของโครงสร้างผลึกที่ไม่เป็นระเบียบและมีช่องว่างรูพรุนระหว่างผลึก โดยจะมีสารอนินทรีย์ที่เป็นทาร์ไปอุดบริเวณช่องว่างของผลึกเหล่านั้น ในส่วนประกอบของถ่านที่ได้จะมีอัตราส่วนของคาร์บอนต่อไฮโดรเจนและคาร์บอนต่อออกซิเจนเพิ่มมากขึ้นจากวัตถุดิบในตอนแรก ซึ่งขั้นตอนของกระบวนการคาร์บอนไนเซชันสามารถแบ่งออกได้เป็น 3 ขั้นตอนหลัก ได้แก่ ช่วงอุณหภูมิ 27-197 องศาเซลเซียสคือช่วงของการสูญเสียน้ำออกจากโครงสร้างวัตถุดิบ ช่วงอุณหภูมิ 197-497 องศาเซลเซียสคือช่วงของการเข้าสู่การคาร์บอนไนเซชันโดยจะมีแก๊สและน้ำมันทาร์ในโครงสร้างเกิดขึ้น และในช่วงอุณหภูมิ 497-847 องศาเซลเซียส คือช่วงที่น้ำหนักของวัตถุดิบจะมีการลดลงไปค่อนข้างมาก โดยช่วงนี้จะมีการเกาะตัวกันของโครงสร้างถ่าน เมื่อพิจารณาถึงผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นระหว่างกระบวนการคาร์บอนไนเซชันนี้สามารถแบ่งออกได้เป็น 3 ประเภท [9] คือ

1. ผลิตภัณฑ์ที่เป็นของแข็ง ซึ่งมีคาร์บอนเป็นองค์ประกอบหลักเรียกว่าถ่านหรือคาร์บอน สามารถนำไปใช้เป็นเชื้อเพลิงหรือนำไปใช้ผลิตสารเคมีอื่นได้อีกเช่น ถ่านกัมมันต์ แนฟทาลิน และสารประกอบไฮยาโรเจน โดยส่วนมากจะมีการนำไปใช้เป็นวัสดุเชื้อเพลิงไว้คั่น เพื่อใช้ใน



บ้านเรือนและอุตสาหกรรมขนาดเล็กหรือกลาง เช่น เป็นเชื้อเพลิงให้หม้อต้มไอน้ำหรือใช้ในโรงงานอุตสาหกรรม เนื่องจากไม่ก่อให้เกิดปัญหามลภาวะต่อสิ่งแวดล้อมในเรื่องของกลิ่นและควันจากพวกสารระเหยและสารประกอบของกำมะถัน

2. ผลิตภัณฑ์ที่เป็นของเหลว ประกอบด้วยน้ำ สารประกอบที่ละลายน้ำและน้ำมันทาร์ โดยองค์ประกอบของน้ำมันทาร์จะเป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่มีความซับซ้อน ซึ่งมีโครงสร้างส่วนมากเป็นวงแหวนเนฟทาซีนเชื่อมด้วยหมู่เอทีลีน โมเลกุลของทาร์มีองค์ประกอบของคาร์บอนตั้งแต่ C5-C6 ประกอบเป็นโครงสร้างของสารเคมีต่างๆ
3. ผลิตภัณฑ์ที่เป็นแก๊ส เป็นของผสมระหว่างแก๊สอินทรีย์และอนินทรีย์ โดยแก๊สอินทรีย์ คือแก๊สไฮโดรเจน แอมโมเนีย แก๊สคาร์บอนมอนนอกไซด์ และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ในส่วนของแก๊สอินทรีย์ คือ มีเทน อีเทน เอทิลีน เป็นต้น โดยแก๊สส่วนใหญ่จะเป็นแก๊สไฮโดรเจน แก๊สคาร์บอนมอนนอกไซด์ แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์และมีเทน ซึ่งสามารถนำไปใช้เป็นแก๊สเชื้อเพลิงในกระบวนการเผาไหม้เพื่อให้ความร้อน หรือการผลิตไฟฟ้า

## 2.5 การกระตุ้น (Activation)

การกระตุ้นเป็นขั้นตอนการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพสำหรับถ่านหรือคาร์บอน ด้วยการเพิ่มพื้นที่ผิวให้สูงขึ้นโดยการทำให้มีรูพรุนมากขึ้น โดยมีการใช้สารกระตุ้น (Activating agent) ที่ส่งผลให้ประสิทธิภาพของการดูดซับสูงขึ้น โดยปฏิกิริยาเคมีของการกระตุ้นจะช่วยกำจัดสารต่างๆ ที่ยังคงค้างอยู่ในช่องว่างระหว่างผลึกคาร์บอนออกไปจากบริเวณที่ทำหน้าที่ดูดซับ โดยวิธีการกระตุ้นแบ่งออกได้เป็น 2 วิธีคือ การกระตุ้นทางกายภาพ (Physical Activation) และการกระตุ้นทางเคมี (Chemical Activation) [10]

### 2.5.1 การกระตุ้นทางกายภาพ (Physical Activation)

วิธีการกระตุ้นทางกายภาพเป็นการผลิตถ่านกัมมันต์ (Activated carbon) โดยที่ผิวของคาร์บอนจะเกิดการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพและเกิดรูพรุนในขนาดต่างๆ ทำให้มีพื้นที่ผิวสำหรับการดูดซับมากขึ้น และคาร์บอนมีการจัดเรียงโครงสร้างใหม่ที่จะเพิ่มความสามารถในการดูดซับให้สูงขึ้นด้วย สารที่นิยมนำมาใช้ในการกระตุ้นทางกายภาพ ได้แก่ ไอน้ำ แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ อากาศหรือออกซิเจน เป็นต้น โดยอุณหภูมิที่ใช้ในการกระตุ้นจะอยู่ในช่วง 800-1,000 องศาเซลเซียส ขึ้นกับชนิดของวัตถุดิบที่นำมาใช้ในการผลิตเป็นถ่านกัมมันต์ แก๊สออกซิไดซ์ดังกล่าวจะทำปฏิกิริยากับน้ำมันทาร์ที่เหลืออยู่ และคาร์บอนอะตอมในถ่านจะเกิดปฏิกิริยาแก๊สซิฟิเคชัน (Gasification) ทำให้คาร์บอนอะตอมถูกใช้ไป เกิดรูพรุนด้วยกลไกต่างๆ เช่น การเปิดของรูพรุนปิด การขยายรูพรุนให้มีขนาดใหญ่ขึ้นหรือการสร้างรูพรุนใหม่ ทำให้ถ่านเกิดรูพรุนและมีพื้นที่ผิวที่มีเล็กทรอนิกส์มากขึ้น ส่งผลให้มีความสามารถในการดูดซับสูงขึ้น

### 2.5.1.1 การกระตุ้นด้วยไอน้ำ

สำหรับการกระตุ้นด้วยไอน้ำจะเกิดปฏิกิริยาแก๊สซิฟิเคชันของคาร์บอนอะตอม ซึ่งเป็นปฏิกิริยาคูดความร้อนตามสมการที่ (1) และยังมีปฏิกิริยาระหว่างไอน้ำและแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ ซึ่งเป็นปฏิกิริยาคายความร้อนเกิดขึ้นร่วมด้วยตามสมการที่ (2)



เมื่อทำการกระตุ้นด้วยไอน้ำพบว่า เมื่อร้อยละน้ำหนักที่หายไปในช่วงกระตุ้น (%burn off) มีค่าต่ำจะเกิดการสร้างรูพรุนขนาดเล็กเท่านั้น แต่เมื่อ %burn off มีค่าเพิ่มขึ้นจะมีรูพรุนขนาดเล็กเพิ่มขึ้นพร้อมกับการเพิ่มปริมาตรของรูพรุนขนาดใหญ่ เกิดการกระจายของรูพรุนที่กว้างขึ้น รวมถึงมีปริมาตรรวมของรูพรุนเพิ่มตามด้วย เมื่อ %burn off มีค่ามากกว่า 50 เปอร์เซ็นต์ พื้นที่ผิวของถ่านกัมมันต์จะไม่เพิ่มขึ้นเนื่องจากปฏิกิริยาแก๊สซิฟิเคชันในช่วงนี้จะเป็นการเพิ่มขนาดของรูพรุนมากกว่าการสร้างรูพรุนขนาดเล็ก

### 2.5.1.2 การกระตุ้นด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์

สำหรับการกระตุ้นด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ปฏิกิริยาจะเกิดปฏิกิริยาแก๊สซิฟิเคชันระหว่างคาร์บอนอะตอมและแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ซึ่งเป็นปฏิกิริยาคูดความร้อนตามสมการที่ (3)



เนื่องจากปฏิกิริยาแก๊สซิฟิเคชันของการกระตุ้นด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ มีการใช้พลังงานมากกว่าการกระตุ้นด้วยไอน้ำ จึงต้องใช้อุณหภูมิในการกระตุ้นที่สูงกว่า โดยรูพรุนส่วนใหญ่ที่เกิดขึ้นจากการกระตุ้นด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะเป็นรูพรุนที่มีขนาดเล็ก (น้อยกว่า 2 นาโนเมตร) โดยมีปริมาตรประมาณ 70 เปอร์เซ็นต์ของปริมาตรรูพรุนทั้งหมด ซึ่งจะให้พื้นที่ผิวประมาณ 95 เปอร์เซ็นต์ของพื้นที่ผิวทั้งหมด และยังพบว่าถ่านกัมมันต์ที่ได้จะมีปริมาตรรูพรุนน้อยกว่าถ่านกัมมันต์ที่ได้จากการกระตุ้นด้วยไอน้ำ เมื่อพื้นที่ผิวมีค่าใกล้เคียงกัน

### 2.5.1.3 การกระตุ้นด้วยแก๊สออกซิเจนหรืออากาศ

สำหรับการกระตุ้นด้วยแก๊สออกซิเจนหรืออากาศจะเกิดปฏิกิริยาระหว่างคาร์บอนอะตอมและแก๊สออกซิเจนซึ่งเป็นปฏิกิริยาคายความร้อนตามสมการที่ (4) และ (5)



เนื่องจากการกระตุ้นด้วยออกซิเจนหรืออากาศ มีการเผาไหม้เกิดขึ้นทำให้ควบคุมปฏิกิริยาได้ยาก จึงเป็นวิธีที่ไม่นิยมใช้

## 2.6.2 การกระตุ้นทางกายเคมี (Chemical Activation)

เป็นวิธีการผลิตถ่านกัมมันต์แบบขั้นตอนเดียว โดยการคาร์บอนในชีวะวัตถุดิบที่ผสมกับสารเคมีที่ใช้เป็นสารกระตุ้นที่อุณหภูมิไม่สูงมากในช่วงอุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียส ขึ้นกับชนิดของวัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ สารเคมีที่นิยมนำมาใช้ในการกระตุ้นทางเคมีได้แก่ สารประเภทอัลคาไลด์ โลหะอัลคาไลด์ สารประกอบคาร์บอเนต สารประเภทเบสและกรดบางชนิด เช่น โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) โพแทสเซียมคาร์บอเนต ( $K_2CO_3$ ) โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ซิงค์คลอไรด์ ( $ZnCl_2$ ) และกรดฟอสฟอริก ( $H_3PO_4$ ) เป็นต้น

กลไกการเกิดรูพรุนจะแตกต่างกันขึ้นกับสารเคมีที่นำมาใช้ในการกระตุ้น มีความเป็นไปได้ว่าสารเคมีที่เติมลงไปจะไปทำลายโครงสร้างเดิมของวัตถุดิบและขณะที่ทำการคาร์บอนในชีวะอินทรีย์ในวัตถุดิบจะเกิดการสลายตัวและเชื่อมโซ่กันของโครงสร้างทำให้ถ่านเกิดรูพรุนขึ้นได้ สารระเหยบางประเภทไม่สามารถหลุดออกจากโครงสร้างนี้ได้จะทำให้เนื้อถ่านเพิ่มขึ้นและเกิดทาร์น้อยลง ประกอบกับสารเคมีที่เข้าสามารถแทรกตัวอยู่ภายในทำให้เกิดการหดตัวน้อยเมื่อนำถ่านกัมมันต์ที่ได้มาล้างสารเคมีออกด้วยน้ำหรือกรดจะเกิดช่องว่างหรือรูพรุนเพิ่มขึ้นอีก

## 2.7 วัสดุรูพรุน (Porous material)

วัสดุรูพรุนสามารถแบ่งได้ตามขนาดของรูพรุนตามนิยามของ IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) โดยจัดแบ่งได้เป็น 3 ประเภทคือ

1. ไมโครพอร์ส (Microporous) รูพรุนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางน้อยกว่า 2 นาโนเมตร
2. มีโซพอร์ส (Mesoporous) รูพรุนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางระหว่าง 2 – 50 นาโนเมตร
3. แมคโครพอร์ส (Macroporous) รูพรุนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางมากกว่า 50 นาโนเมตร

## 2.8 กระบวนการดูดซับ (Adsorption)

การดูดซับเป็นกระบวนการที่เกี่ยวข้องกับการเคลื่อนย้ายของโมเลกุลหรือคอลลอยด์ ไปสะสมที่บริเวณพื้นผิวหรือระหว่างผิวน้ำ (Interface) ของสารดูดซับ กระบวนการนี้สามารถเกิดที่บริเวณผิวสัมผัสระหว่าง 2 สภาวะใด ๆ เช่น พื้นผิวระหว่างของเหลวกับของเหลว ของเหลวกับแก๊ส ของเหลวกับของแข็ง หรือของแข็งกับแก๊ส โดยโมเลกุลหรือคอลลอยด์ที่ถูกดูดจับจะเรียกว่า ตัวถูกดูดซับ (Adsorbate) ส่วนสารที่ทำหน้าที่ดูดซับเรียกว่า ตัวดูดซับ (Adsorbent) [11]

### 2.8.1 ประเภทของการดูดซับ

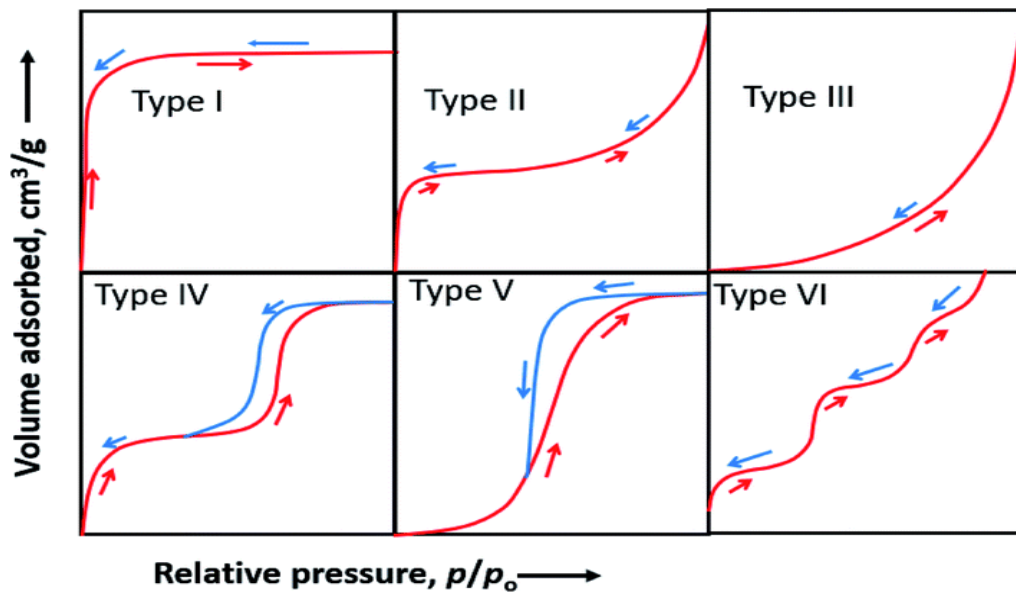
ประเภทของการดูดซับมี 2 ประเภทคือ

1. การดูดซับทางกายภาพ (Physisorption) เป็นการดูดซับที่เกิดจากแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลอย่างอ่อน เช่น แรงแวนเดอร์วาลส์ (Vander Waals Forces) ซึ่งเกิดจากการรวมแรง 2 ชนิด คือ แรงกระจาย (London dispersion force) และแรงไฟฟ้าสถิตย์ (Electrostatic force) ทำให้การดูดซับประเภทนี้มีพลังงานการคายความร้อนไม่มาก คือ ต่ำกว่า 20 กิโลจูลต่อโมล และสามารถเกิดการผันกลับของกระบวนการได้ (Reversible) ส่งผลให้ง่ายต่อการฟื้นฟูสภาพของตัวดูดซับ นอกจากนี้การดูดซับทางกายภาพจะไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติทางเคมีของตัวดูดซับ และตัวถูกดูดซับ โดยที่โมเลกุลของตัวถูกดูดซับจะถูกดูดซับเกาะอยู่บนพื้นผิวของตัวดูดซับในลักษณะที่ซ้อนกันหลายชั้น (Multilayer Adsorption) โดยจำนวนชั้นจะเป็นสัดส่วนกับความเข้มข้นของสารถูกดูดซับ และจะเพิ่มมากขึ้นตามความเข้มข้นที่สูงขึ้นของตัวถูกละลายในสารละลาย
2. การดูดซับทางเคมี (Chemisorption) มีลักษณะเหมือนกับการเกิดปฏิกิริยาทางเคมี มีการสร้างพันธะเคมีระหว่างตัวถูกดูดซับกับพื้นผิวของตัวดูดซับ โดยมีพันธะเคมีซึ่งเป็นพันธะที่แข็งแรง เช่น พันธะไอออนิก พันธะโคเวเลนต์ ทำให้แรงยึดเหนี่ยวค่อนข้างสูงกว่าแรงยึดเหนี่ยวที่เกิดขึ้นในการดูดซับแบบกายภาพ ให้การดูดซับประเภทนี้มีพลังงานการคายความร้อนสูงประมาณ 50-400 กิโลจูลต่อโมล และไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาผันกลับได้ (Irreversible) ส่งผลให้การกำจัดตัวถูกดูดซับออกจากผิวตัวดูดซับจะทำได้ยาก โดยการดูดซับประเภทนี้จะเป็นการดูดซับแบบชั้นเดียว (Monolayer Adsorption)

รณัฒมหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY

### 2.8.2 ไอโซเทอมของการดูดซับ

เป็นการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของตัวถูกดูดซับกับความดันหรือความเข้มข้นของสารละลายที่สภาวะสมดุลของการดูดซับที่ควบคุมให้อุณหภูมิของการดูดซับคงที่ [12] ซึ่งการจำแนกชนิดไอโซเทอมของการดูดซับ สามารถแบ่งออกได้เป็น 6 ชนิด ตามระบบของ IUPAC คือ



รูปที่ 3 ไอโซเทอมของการดูดซับชนิดต่างๆ

ชนิดที่ 1 เป็นไอโซเทอมสำหรับการดูดซับแบบชั้นเดียว หรือเรียกว่าไอโซเทอมแบบแลงมัวร์ (Langmuir) มีลักษณะสำคัญคือ ในช่วงที่มีความดันสัมพัทธ์ (Relative pressure) ต่ำ จะเกิดการดูดซับที่รวดเร็ว และเมื่อความดันสัมพัทธ์สูงขึ้นปริมาณการดูดซับจะเริ่มคงที่ ไอโซเทอมแบบนี้สามารถพบได้ในวัสดุดูดซับที่ไม่มีรูพรุนหรือมีรูพรุนแบบไมโครพอร์

ชนิดที่ 2 เป็นไอโซเทอมที่มีลักษณะเป็นรูปตัวเอส (S-shaped isotherm) ในช่วงแรกจะเกิดการดูดซับอย่างรวดเร็ว ในช่วงที่สองจะเกิดการดูดซับเพิ่มเพียงเล็กน้อย และจะเกิดการดูดซับอย่างรวดเร็วในช่วงที่สาม ซึ่งไอโซเทอมลักษณะนี้จะเป็นการดูดซับแบบหลายชั้น โดยจะเกิดการดูดซับแบบชั้นเดียวในช่วงแรกและเมื่อตำแหน่งผิวหน้าถูกปกคลุมโดยสมบูรณ์ เมื่อทำการเพิ่มความดันจะส่งผลให้เกิดการดูดซับแบบหลายชั้น ไอโซเทอมแบบนี้สามารถพบได้ในวัสดุดูดซับที่ไม่มีรูพรุนหรือมีรูพรุนแบบแมคโครพอร์

ชนิดที่ 3 เป็นไอโซเทอมที่มีลักษณะเป็นรูปตัวเจ (J-shaped isotherm) เนื่องจากแรงดึงดูดไม่แข็งแรง ซึ่งก็คือแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลของตัวถูกดูดซับและตัวดูดซับมีค่าน้อยกว่าแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลของตัวดูดซับเอง โดยที่ความดันสัมพัทธ์ต่ำจะทำให้เกิดการดูดซับได้น้อย แต่เมื่อเพิ่มความดันเนื่องจากแรงระหว่างโมเลกุลของตัวถูกดูดซับเองที่มากกว่า จะช่วยให้ปริมาณการดูดซับเพิ่มขึ้น และเมื่อ

เกิดการดูดซับหลายชั้นก็จะทำให้เกิดแรงดึงดูดระหว่างตัวถูกดูดซับด้วยกันเองทำให้ปริมาณการดูดซับเพิ่มขึ้นเช่นกัน ไอโซเทอมแบบนี้สามารถพบได้ในวัสดุดูดซับที่ไม่มีรูพรุน

ชนิดที่ 4 เป็นไอโซเทอมที่มีลักษณะคล้ายกับชนิดที่ 2 ในช่วงแรก แต่เมื่อความดันถึงจุดหนึ่งจะเกิดการดูดซับอย่างรวดเร็วทำให้กราฟมีลักษณะที่ชันขึ้น และเมื่อความดันสัมพัทธ์มีค่าเข้าใกล้ 1 กราฟก็จะมีค่าชันลดลงจนกระทั่งคงที่ ในส่วนของเส้นไอโซเทอร์มของการคายซับ (Desorption) เมื่อลดความดันเส้นกราฟจะอยู่เหนือเส้นไอโซเทอร์มของการดูดซับ ทำให้มีวงฮิสเทอรีซิส (Hysteresis loop) เกิดขึ้น และเมื่อความดันสัมพัทธ์ต่ำลงเส้นกราฟของการคายซับจะกลับมาทับกับเส้นของการดูดซับ ไอโซเทอมแบบนี้สามารถพบได้มากในวัสดุดูดซับที่มีรูพรุนแบบมีไซפור

ชนิดที่ 5 เป็นไอโซเทอมที่มีลักษณะคล้ายชนิดที่ 3 แต่มีวงฮิสเทอรีซิสเกิดขึ้นด้วย ในช่วงที่ความดันสัมพัทธ์สูงเส้นไอโซเทอร์มอาจจะมีลักษณะคงที่หรือเพิ่มขึ้นก็ได้ และเกิดขึ้นเมื่อแรงดึงดูดระหว่างตัวถูกดูดซับเองมีค่ามากกว่าแรงดึงดูดระหว่างตัวถูกดูดซับกับตัวดูดซับ ไอโซเทอมแบบนี้สามารถพบได้ในวัสดุดูดซับที่มีรูพรุนแบบไมโครพอร์และมีไซפור

ชนิดที่ 6 เป็นไอโซเทอมที่มีลักษณะเป็นขั้นบันได (Stepped isotherm) เป็นการดูดซับแบบขั้นต่อขั้นของตัวถูกดูดซับบนพื้นผิวของตัวดูดซับที่มีความสม่ำเสมอของแรงระหว่างโมเลกุลของตัวถูกดูดซับและตัวดูดซับ ซึ่งในแต่ละขั้นนั้นจะแสดงลักษณะของการดูดซับในแต่ละขั้น ไอโซเทอมแบบนี้สามารถพบได้มากในวัสดุที่ไม่มีรูพรุน

## 2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์

จากการศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมเรซินจากน้ำมันเปลือกมะม่วงหิมพานต์พบว่าได้มีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต่างต่างกันสามารถแบ่งออกเป็น 2 กลุ่ม ดังแสดงไว้ในตารางที่ 1 โดยมีรายละเอียดดังนี้

กลุ่มที่ 1 สังเคราะห์เรซินโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็นกรด มีกลุ่มนักวิจัยหลายกลุ่มให้ความสนใจนำสารละลายฟอร์มาดีไฮด์และคาร์ดานอลซึ่งเป็นองค์ประกอบที่สำคัญอย่างหนึ่งของน้ำมันเปลือกมะม่วงหิมพานต์มาเป็นวัตถุดิบตั้งต้นซึ่งคาร์ดานอลที่นำมาใช้จะต้องมีการสกัดแยกออกมาจากน้ำมันเปลือกมะม่วงหิมพานต์ด้วยกระบวนการต่างๆ เช่น การกลั่น [2] และการสกัดเหลวแยกด้วยวิธี Liquid-Liquid Extraction ด้วยเฮกเซน[4] เป็นต้น โดยนักวิจัย Satiyalekshmi [2] ได้ทำการสังเคราะห์เรซินโดยใช้คาร์ดานอลและฟอร์มาดีไฮด์ในอัตราส่วน 1:0.8 โดยน้ำหนักและมีกรดซัลฟูริกในเมทานอลเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นนำมาอบค้างคืนให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดันสูญญากาศ ต่อมา Chuayjuljit และคณะ [3] ได้ทำการ

สังเคราะห์เรซินโดยใช้คาร์ดานอลและฟอร์มมาดีไฮด์ในอัตราส่วน 1:0.8 โดยน้ำหนัก มีกรดซัลฟริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและมีเฮกซะเมทิลีนเตตรามิน (HTMA) เป็นสารเร่งการแข็งตัว ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 7 ชั่วโมง จากนั้นนำมาอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียสภายใต้ความดันสุญญากาศ เป็นระยะเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อนำเรซินมาวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเครื่องมือ TGA พบว่าที่อุณหภูมิ 455 องศาเซลเซียส เรซินมีการสูญเสียน้ำหนักมากที่สุดคิดเป็น 80 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งเกิดจากการเสื่อมสภาพของเรซิน ทางด้าน Murugavel [13] ได้ทำการสังเคราะห์เรซินโดยใช้คาร์ดานอลและฟอร์มมาดีไฮด์ในอัตราส่วน 1:0.7 โดยน้ำหนัก และมีกรดออกซาลิกในเมทานอลเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา มีการแบ่งช่วงการทำปฏิกิริยาออกเป็น 2 ช่วง ช่วงที่ 1 ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 3 ชั่วโมง มีค่า pH เท่ากับ 5 ส่วนในช่วงที่ 2 ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง มีค่า pH เท่ากับ 3 จากนั้นนำมาอบค้ำคืนให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดันสุญญากาศ เมื่อนำเรซินมาวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเครื่องมือ TGA พบว่ามีการสูญเสียน้ำหนักครั้งที่ 1 ที่ช่วงอุณหภูมิ 230-355 องศาเซลเซียส เกิดจากการสลายตัวของคาร์ดานอล ครั้งที่ 2 ที่ช่วงอุณหภูมิ 370-485 องศาเซลเซียสซึ่งเกิดจากการเสื่อมสภาพของเรซิน หลังจากนั้น Jadhav และคณะ [14] ได้ทำการสังเคราะห์เรซินโดยใช้คาร์ดานอลและฟอร์มมาดีไฮด์ในอัตราส่วน 1:0.5 โดยน้ำหนักและมีกรดซिटริกในเมทานอลเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะของแก๊สไนโตรเจน จากนั้นนำมาอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดันสุญญากาศ เป็นระยะเวลา 48 ชั่วโมง เมื่อนำเรซินมาวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเครื่องมือ TGA มีการสูญเสียน้ำหนักครั้งที่ 1 ที่อุณหภูมิ 280 องศาเซลเซียส เกิดจากการสลายตัวของคาร์ดานอล และมีการสูญเสียน้ำหนักครั้งที่ 2 ที่ช่วงอุณหภูมิ 422-460 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดจากการเสื่อมสภาพของเรซิน นอกจากนี้ยังพบว่าที่ช่วงอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส สารทุกชนิดจะเกิดการระเหยจนหมดเหลือเฉพาะส่วนที่เป็นถ่านประมาณ 4.39 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ต่อมา Rahmawati และคณะ [4] ได้ทำการสังเคราะห์เรซินโดยใช้คาร์ดานอลและฟอร์มมาดีไฮด์ในอัตราส่วน 1:0.5 โดยน้ำหนัก และมีกรดซिटริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง เมื่อนำเรซินมาวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเครื่องมือ TGA มีการสูญเสียน้ำหนักครั้งที่ 1 ที่ช่วงอุณหภูมิ 216.7-471.7 องศาเซลเซียส เกิดจากการสลายตัวของคาร์ดานอลและไฮโดรคาร์บอนที่มีโซ่ยาวออกจากส่วนที่เป็นวงอะโรมาติก และมีการสูญเสียน้ำหนักครั้งที่ 2 ที่ช่วงอุณหภูมิ 471.1-600.5 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดจากการเสื่อมสภาพของเรซินสภาพ Satiyalekshmi [2] ได้ทำการสังเคราะห์เรซินโดยใช้น้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์และฟอร์มมาดีไฮด์ในอัตราส่วน 1:0.8 โดยน้ำหนัก และมีกรดซिटริกในเมทานอลเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา มีการแบ่งช่วงการทำปฏิกิริยาออกเป็น 2 ช่วง ช่วงที่ 1 ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 90-95 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง ส่วนในช่วงที่ 2 ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 120-130 องศาเซลเซียส เป็น

ระยะเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำมาอบค้างคืนให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดันสุญญากาศ

กลุ่มที่ 2 สังเคราะห์เรซินโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็นเบส Chuayjuljit และคณะ [3] ได้ทำการสังเคราะห์เรซินโดยใช้คาร์ดานอลและฟอร์มัลดีไฮด์ในอัตราส่วน 1:2 โดยน้ำหนัก มีสารละลายแอมโมเนียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและมีเฮกซะเมทิลีนเตตรามินเป็นสารเร่งการแข็งตัว ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 8 ชั่วโมง จากนั้นนำมาอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดันสุญญากาศ เป็นระยะเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อนำเรซินมาวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเครื่องมือ TGA พบว่าที่อุณหภูมิ 455 องศาเซลเซียส เรซินมีการสูญเสียน้ำหนักมากที่สุดคิดเป็น 75 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งเกิดการจากเสถียรภาพของเรซิน ต่อมา Udhayasankar [15] ได้ทำการสังเคราะห์เรซินโดยใช้คาร์ดานอลและฟอร์มัลดีไฮด์ในอัตราส่วน 1:1.6 โดยน้ำหนัก มีสารละลายแอมโมเนียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไปแช่ในอ่างน้ำมันที่อุณหภูมิ 100-120 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 3 ชั่วโมง

ตารางที่ 1 สังเคราะห์เรซินโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็นกรดและเบส

Sample	Reaction	Catalyst	Thermal Analysis	year	Ref.
<b>Acid Catalyst</b>					
Cardanol- Formaldehyde (1:0.8)  **Cardanol from distillate at 210-240°C under 4-5 mmHg	120±5°C, 3 h  Cooled and dried under vacuum at 60°C overnight	Succinic acid in methanol	NR	1993	[2]
CNSL-Formaldehyde (1:0.8)	1 <sup>st</sup> 90-95°C, 2 h 2 <sup>nd</sup> 120-130°C, 2 h  Cooled and dried under vacuum at 60°C overnight	Succinic acid in methanol	NR	1993	[2]
Cardanol- Formaldehyde (1:0.8)	100°C, 7 h, pH = 2.2  Dried in vacuum at 70°C for 4 h	Sulfuric acid, Hexamethylene tetramine(HTMA) as hardener	Highest weight loss 80% at 455°C (TGA)	2007	[3]
Cardanol- Formaldehyde (1:0.7)	1 <sup>st</sup> 120±5°C, 3 h, pH=5 2 <sup>nd</sup> 150±5°C, 2 h, pH=3  Cooled and dried under vacuum at 60°C	Oxalic acid in methanol	1 <sup>st</sup> Decomposition 230- 355°C (TGA) 2 <sup>nd</sup> Decomposition 370- 485°C (TGA)	2013	[13]



Sample	Reaction	Catalyst	Thermal Analysis	year	Ref.
Cardanol- Formaldehyde (1:0.5)	- Preheat cardanol to 65°C - Add formaldehyde and raise to 120°C, 5 h under N <sub>2</sub> atmosphere - Dried at 60°C for 48 h	Citric acid dissolved in methanol	1 <sup>st</sup> Decomposition 280°C (TGA) 2 <sup>nd</sup> Decomposition 422-460°C (TGA) Total volatilization of sample occurred at 500°C	2018	[14]
Cardanol- Formaldehyde (1:0.5) **Cardanol from Liquid-Liquid Extraction by hexane	120°C ,5 h	Citric acid	1 <sup>st</sup> Decomposition 216.7-471.7°C (TGA) 2 <sup>nd</sup> Decomposition 471.7-600.5°C (TGA)	2019	[4]
<b>Base Catalyst</b>					
Cardanol- Formaldehyde (1:2)	90°C, 8 h, pH = 8 Dried in vacuum at 70°C for 4 h	Ammonium hydroxide, Hexamethylene tetramine(HTMA) as hardener	Highest weight loss 75% at 455°C (TGA)	2007	[3]
Cardanol- Formaldehyde (1:1.6)	- Dissolved NH <sub>4</sub> OH in cardanol at 60 °C,30 min - Add formaldehyde and raise to 80°C , 1 h - Submerged in oil bath 100-120°C, 3 h	Ammonium hydroxide	NR	2018	[15]

\*\*NR = no report

จากงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์เรซินโดยส่วนใหญ่จะมีการนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็นกรดหรือเบสมาใช้ในปฏิกิริยาภายใต้อุณหภูมิที่ค่อนข้างสูง นอกจากนี้คาร์ดานอลที่นำมาใช้เป็นวัตถุดิบจะต้องนำไปผ่านกระบวนการการสกัดแยกออกจาก CNSL ก่อนซึ่งเป็นกระบวนการที่มีความซับซ้อน เมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยนี้จะไม่มีการนำตัวเร่งมาใช้ในปฏิกิริยา สามารถทำปฏิกิริยาได้ที่สภาวะอุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศ นอกจากนี้วัตถุดิบตั้งต้นที่นำมาใช้จะเป็น CNSL โดยตรงทำให้กระบวนการสังเคราะห์เรซินในงานวิจัยนี้สามารถทำได้ง่าย ไม่มีความซับซ้อน และยังมีค่าใช้จ่ายที่ต่ำกว่ามาก

จากการศึกษาวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์วัสดุที่มีรูพรุนจากน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ได้มีการแบ่งกลุ่มของวัสดุที่มีรูพรุนออกเป็น 2 กลุ่ม ดังแสดงไว้ในตารางที่ 2 โดยมีรายละเอียดดังนี้

กลุ่มที่ 1 วัสดุที่มีรูพรุนที่สังเคราะห์ได้เป็นคาร์บอน จากการศึกษาค้นคว้าไม่พบว่ามีกรนำน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์มาทำการเผาด้วยกระบวนการคาร์บอนในเซชันเพื่อให้ได้เป็นวัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนโดยตรง แต่จะมีการนำส่วนอื่นๆเช่น เปลือกของเมล็ดมะม่วงหิมพานต์มาผ่านกระบวนการคาร์บอนในเซชันเพื่อให้เป็นวัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนแทน ในงานวิจัยของ Spagnoli และคณะ [16] ได้นำเปลือกของเมล็ดมะม่วงหิมพานต์มาทำการกระตุ้นด้วยสารละลายซิงค์คลอไรด์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส และนำไปผ่านกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง ได้เป็นวัสดุรูพรุนที่มีพื้นที่ผิว 1,871 ตารางเมตรต่อกรัม มีปริมาตรรูพรุน 1.254 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และมีชนิดของรูพรุนเป็นแบบไมโครพอร์และมีโซพอร์ เมื่อนำไปใช้เป็นตัวดูดซับสีย้อม Methylene blue พบว่ามีค่าประสิทธิภาพการดูดซับเท่ากับ 437.64 มิลลิกรัมต่อกรัม ทางด้านของ Subramaniam และคณะ [17] ได้นำเปลือกของเมล็ดมะม่วงหิมพานต์มาทำการกระตุ้นด้วยสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส และนำไปผ่านกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง ได้เป็นวัสดุรูพรุนที่มีพื้นที่ผิว 984 ตารางเมตรต่อกรัม มีปริมาตรรูพรุน 0.552 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม โดยนำไปใช้เป็นตัวดูดซับสีย้อม Methylene blue ในส่วนของ Jung และคณะ [18] ได้นำเปลือกของเมล็ดมะม่วงหิมพานต์มาผ่านกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 20 นาที ได้วัสดุรูพรุนที่มีพื้นที่ผิวเพียง 0.62 ตารางเมตรต่อกรัม ในปีเดียวกันนั้น Jung และคณะ [18] ได้นำเปลือกของเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 20 นาที มาต่ออายุด้วยการกระตุ้นด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส พบว่าจะได้เป็นตัววัสดุรูพรุนที่มีพื้นที่ผิว 702 ตารางเมตรต่อกรัม มีปริมาตรรูพรุน 0.3559 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และมีชนิดของรูพรุนเป็นแบบไมโครพอร์และมีโซพอร์

กลุ่มที่ 2 วัสดุที่มีรูพรุนที่สังเคราะห์ได้ไม่ใช่คาร์บอน จากการศึกษาค้นคว้าไม่พบว่ามีกรนำน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์มาทำการเผาด้วยกระบวนการคาร์บอนในเซชันเพื่อให้ได้เป็นวัสดุที่ไม่ใช่คาร์บอนที่มีรูพรุนโดยตรง แต่จะมีการนำส่วนของน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์หรือเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ไปใช้เป็นคอมโพสิตกับสารอื่นเพื่อให้เกิดเป็นวัสดุที่มีรูพรุน สามารถนำไปใช้เป็นดูดซับสารต่างๆได้ ในงานวิจัยของ Devi และคณะ [19] ได้มีการนำเรซินของอีพอกไซด์กับเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์มาปรับปรุงให้มีคุณสมบัติแม่เหล็กด้วยแมกเนไทต์ เพื่อใช้ในการดูดซับแคดเมียมไอออนในน้ำ ได้เป็นตัวดูดซับที่มีพื้นที่ผิว 244 ตารางเมตรต่อกรัม มีปริมาตรรูพรุน 0.7021 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม

และมีชนิดของรูปพูนเป็นแบบไมโครพอร์ต่อมา Ji และคณะ [20] ได้นำเส้นใยนาโนเซลลูโลสมาปรับคุณสมบัติด้วยกรดแทนนิน และคาร์ดานอลไฮลอกเซน ได้เป็นวัสดุพูนที่มีพื้นที่ผิว 75.66 ตารางเมตรต่อกรัม มีปริมาตรพูน 0.012 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม มีชนิดของรูปพูนเป็นแบบไมโครพอร์ จากนั้นนำไปใช้เป็นตัวดูดซับคอปเปอร์ประจุบวก 2 พบว่ามีค่าประสิทธิภาพการดูดซับเท่ากับ 45.6 มิลลิกรัมต่อกรัม ต่อมา Zafar และคณะ [21] ได้นำแมงกานีสแอสซิเตดมาปรับปรุงให้มีความสามารถในการต้านเชื้อแบคทีเรียได้เป็นวัสดุพูนที่มีพื้นที่ผิว 52.43 ตารางเมตรต่อกรัม และมีชนิดของรูปพูนเป็นแบบมีโซพอร์ ในส่วนของ Senthil และคณะ [22] ได้นำเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์มาบดให้มีลักษณะเป็นผง ได้เป็นวัสดุพูนที่มีพื้นที่ผิว 395 ตารางเมตรต่อกรัม มีปริมาตรพูน 0.4732 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และเมื่อนำไปใช้เป็นตัวดูดซับสีย้อม Congo red พบว่ามีค่าประสิทธิภาพการดูดซับเท่ากับ 5.184 มิลลิกรัมต่อกรัม หลังจากนั้น Kumar และคณะ [23] ได้ต่อยอดการวิจัย [22] โดยใช้วัสดุดูดซับที่มีลักษณะเช่นเดิมทุกประการมาทำการดูดซับนิกเกิลประจุบวก 2 พบว่ามีค่าประสิทธิภาพ การดูดซับเท่ากับ 18.868 มิลลิกรัมต่อกรัม



ตารางที่ 2 การสังเคราะห์วัสดุที่มีรูพรุน

Sample	Application	Type of pore	$S_{\text{BET}}$ ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	Pore volume ( $\text{cm}^3/\text{g}$ )	year	Ref.
<b>Porous carbon</b>						
Cashew nut shell activate by $\text{ZnCl}_2$ impregnation at $400^\circ\text{C}$ carbonization at $500^\circ\text{C}$ , 2 h	Adsorption of Methylene blue dye (476 mg/g)	microporous mesoporous	1,871	$V_{\text{T}} = 1.254$ $V_{\text{mic}} = \text{NR}$ $V_{\text{meso}} = \text{NR}$	2017	[16]
Cashew nut shell with KOH impregnation at $105^\circ\text{C}$ carbonization at $700^\circ\text{C}$ , 1 h	Adsorption of Methylene blue dye	NR	984	0.552	2015	[17]
Cashew nut shell carbonization at $500^\circ\text{C}$ , 20 min activated by $\text{CO}_2$ $850^\circ\text{C}$ , 2 h	New sustain activated carbon from bio agriculture waste	microporous mesoporous	702	$V_{\text{mic}} = 0.3124$ $V_{\text{meso}} = 0.0435$	2014	[18]
Cashew nut shell carbonization at $500^\circ\text{C}$ , 20 min	New sustain biochar from bio agriculture waste	NR	0.62	NR	2014	[18]
<b>Non-Porous carbon</b>						
Epoxidised-Cashew nut shell resin functionalized $\text{Fe}_3\text{O}_4$ magnetic	Adsorption of Cadmium ion from water	microporous	244	0.7021	2017	[19]
Cellulose nanofiber modified with Tannic acid and cardanol-derived siloxane	Adsorption of Copper (II) ion (45.6 mg/g)	microporous	75.66	0.012	2020	[20]
Manganese acetate tetrahydrate-Cardanol	Development of nanostructure material to be anti-bacteria	mesoporous	52.43	NR	2020	[21]
Cashew nut shell	Adsorption of Congo red dye (5.184 mg/g)	NR	395	0.4732	2010	[22]
Cashew nut shell	Adsorption of Nickle (II)ion (18.868 mg/g)	NR	395	0.4732	2011	[23]

\*\*NR = no report

จากการศึกษาวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์วัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนจากเปลือกแมคคาเดเมียได้มีการแบ่งกลุ่มวิธีในการสังเคราะห์ออกเป็น 2 กลุ่ม ดังแสดงไว้ในตารางที่ 3 โดยมีรายละเอียดดังนี้

กลุ่มที่ 1 การสังเคราะห์คาร์บอนที่มีรูพรุนจากเปลือกของแมคคาเดเมียด้วยวิธีการกระตุ้นทางกายภาพ ในงานวิจัยของ Aworn และคณะ [24] ได้นำเปลือกแมคคาเดเมียไปผ่านกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ได้เป็นวัสดุรูพรุนที่มีพื้นที่ผิว 383 ตารางเมตรต่อกรัม มีปริมาตรรูพรุน 0.2028 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรรูพรุนแบบไมโครพอร์เท่ากับ 0.1182 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และปริมาตรมีโซพอร์เท่ากับ 0.0144 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม ในงานวิจัยของ Poinern และคณะ [25] ได้นำเปลือกแมคคาเดเมียไปผ่านกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จากนั้นนำไปผ่านกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 600, 800 และ 900 องศาเซลเซียส โดยการกระตุ้นที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ได้เป็นวัสดุรูพรุนที่มีพื้นที่ผิว 173 ตารางเมตรต่อกรัม มีปริมาตรรูพรุน 0.104 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรรูพรุนแบบไมโครพอร์เท่ากับ 0.073 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม การกระตุ้นที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ได้เป็นวัสดุรูพรุนที่มีพื้นที่ผิว 421 ตารางเมตรต่อกรัม มีปริมาตรรูพรุน 0.201 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรรูพรุนแบบไมโครพอร์เท่ากับ 0.173 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และการกระตุ้นที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ได้เป็นวัสดุรูพรุนที่มีพื้นที่ผิว 465 ตารางเมตรต่อกรัม มีปริมาตรรูพรุน 0.220 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรรูพรุนแบบไมโครพอร์เท่ากับ 0.193 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และมีการนำไปใช้ในการดูดซับอโรไฮยานด์ ในงานวิจัยของ Rodrigues และคณะ [26] ได้นำเปลือกแมคคาเดเมียไปผ่านกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไปผ่านกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส ได้เป็นวัสดุรูพรุนที่มีพื้นที่ผิว 1,083 ตารางเมตรต่อกรัม มีปริมาตรรูพรุน 0.476 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรรูพรุนแบบไมโครพอร์เท่ากับ 0.413 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัมและมีการนำไปใช้ในการดูดซับฟีนอล

กลุ่มที่ 2 การสังเคราะห์คาร์บอนที่มีรูพรุนจากเปลือกของแมคคาเดเมียด้วยวิธีการกระตุ้นทางเคมี ในงานวิจัยของ Ahmadpour และคณะ [27] ได้นำเปลือกแมคคาเดเมียไปแช่ด้วยสารละลายซิงค์คลอไรด์จากนั้นนำไปผ่านกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง ได้เป็นวัสดุรูพรุนที่มีพื้นที่ผิว 1,301 ตารางเมตรต่อกรัม มีปริมาตรรูพรุนแบบไมโครพอร์เท่ากับ 0.572 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และมีการนำไปใช้ในการดูดซับสีย้อม Methylene blue ในงานวิจัยของ Martins และคณะ [28] ได้นำเปลือกแมคคาเดเมียไปแช่ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ จากนั้นนำไปผ่านกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจนที่

อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง และทำการคาร์บอนไนเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน ต่อไปที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง 30 นาที ได้เป็นวัสดุรูพรุนที่มีพื้นที่ผิว 1,524 ตารางเมตรต่อกรัม มีปริมาตรรูพรุนแบบไมโครพอร์และมีโซพอร์เท่ากับ 0.646 และ 0.18 ลูกบาศก์ เซนติเมตรต่อกรัม ตามลำดับ และมีการนำไปใช้ในการดูดซับเตตราไซคลีน

### ตารางที่ 3 การสังเคราะห์วัสดุที่มีรูพรุน (2)

Sample	Application	$S_{BET}$ ( $m^2/g$ )	Pore volume ( $cm^3/g$ )	year	Ref.
<b>Physical Activation</b>					
Macadamia nut shell Activated by $CO_2$ at $800^\circ C$	NR	383	$V_T = 0.2028$ $V_{mic} = 0.1884$ $V_{meso} = 0.0144$	2002	[24]
Macadamia nut shell Carbonization by $N_2$ at $800^\circ C$ Activated by $CO_2$ at $600^\circ C$	Adsorption of Aurocyanide [ $Au(CN)_2^-$ ]	173	$V_T = 0.104$ $V_{mic} = 0.073$ $V_{meso} = NR$	2011	[25]
Macadamia nut shell Carbonization by $N_2$ at $800^\circ C$ Activated by $CO_2$ at $800^\circ C$	Adsorption of Aurocyanide [ $Au(CN)_2^-$ ]	421	$V_T = 0.201$ $V_{mic} = 0.173$ $V_{meso} = NR$	2011	[25]
Macadamia nut shell Carbonization by $N_2$ at $800^\circ C$ Activated by $CO_2$ at $900^\circ C$	Adsorption of Aurocyanide [ $Au(CN)_2^-$ ]	465	$V_T = 0.220$ $V_{mic} = 0.193$ $V_{meso} = NR$	2011	[25]
Macadamia nut shell Carbonization by $N_2$ at $850^\circ C$ , 1 h Activated by $CO_2$ at $850^\circ C$ , 10 h	Adsorption of Phenol	1,083	$V_T = 0.476$ $V_{mic} = 0.413$ $V_{meso} = NR$	2014	[26]
<b>Chemical Activation</b>					
Macadamia nut shell impregnation with $ZnCl_2$ carbonization by $N_2$ at $700^\circ C$ , 1 h	Adsorption of Methylene blue dye	1,301	$V_T = NR$ $V_{mic} = 0.572$ $V_{meso} = NR$	1997	[26]
Macadamia nut shell impregnation with $NaOH$ carbonization by $N_2$ at $500^\circ C$ , 2 h and further activated by $N_2$ at $700^\circ C$ , 90 min	Tetracycline (EPS)	1,524	$V_T = NR$ $V_{mic} = 0.646$ $V_{meso} = 0.18$	2015	[27]

\*\*NR = no report

จากงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์คาร์บอนที่มีรูพรุนในตารางที่ 3 พบว่าเปลือกแมคคาเดเมียส่วนใหญ่จะไม่ค่อยมีปริมาตรรูพรุนแบบมีโซพอร์ ในงานวิจัยนี้มีความสนใจที่จะทำการพัฒนาในส่วนของการเพิ่มปริมาตรรูพรุนแบบมีโซพอร์ให้กับคาร์บอนที่มีรูพรุนที่มาจากเปลือกแมคคาเดเมียต่อไป



### บทที่ 3

#### การทดลอง

#### 3.1 วัสดุ

##### 3.1.1 น้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์

น้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ (CNSL) ที่นำมาใช้ในงานวิจัยนี้เป็นวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร ได้มาจากบริษัท วี.พี.ซี กรุ๊ป จำกัด เป็นปริมาณน้ำหนักทั้งสิ้น 10 กิโลกรัม มีส่วนประกอบสำคัญคือ คาร์บอนอล 74.1-77.4 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก, คาร์บอน 15.0-20.1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก, กรดอนุคาร์บิก 1.2-9.2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และ 2-เมทิลคาร์บอน 1.7-2.6 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์นี้จะใช้เป็นตัวแทนของน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ทั้งหมดสำหรับงานวิจัย



รูปที่ 4 น้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์

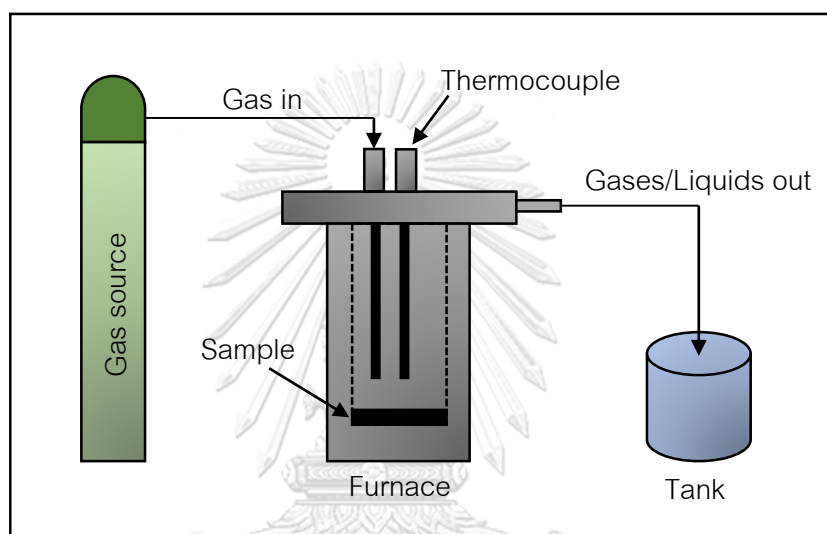
##### 3.1.2 เปลือกแมคคาเดเมีย

เปลือกแมคคาเดเมีย ที่นำมาใช้ในงานวิจัยนี้เป็นวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร ได้มาจากบริษัท วี.พี.ซี กรุ๊ป จำกัด เป็นปริมาณน้ำหนักทั้งสิ้น 5 กิโลกรัม มีส่วนประกอบสำคัญคือ ลิกนิน  $42.81 \pm 0.18$  เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (มาตรฐาน TAPPI T222 om-88), เซลลูโลส  $30.20 \pm 0.38$  เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (วิธี Acid Chlorite ของ Browing in method of wood chemistry), เฮมิเซลลูโลส  $23.37 \pm 0.76$  เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (มาตรฐาน TAPPI T203 om-88) และสารแทรกอื่นๆเช่นไขมัน คาร์โบไฮเดรตที่มีมวลโมเลกุลต่ำ และ เกลือ  $1.5 \pm 0.13$  เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งเปลือกแมคคาเดเมียนี้จะใช้เป็นตัวแทนของเปลือกแมคคาเดเมียทั้งหมดสำหรับงานวิจัย

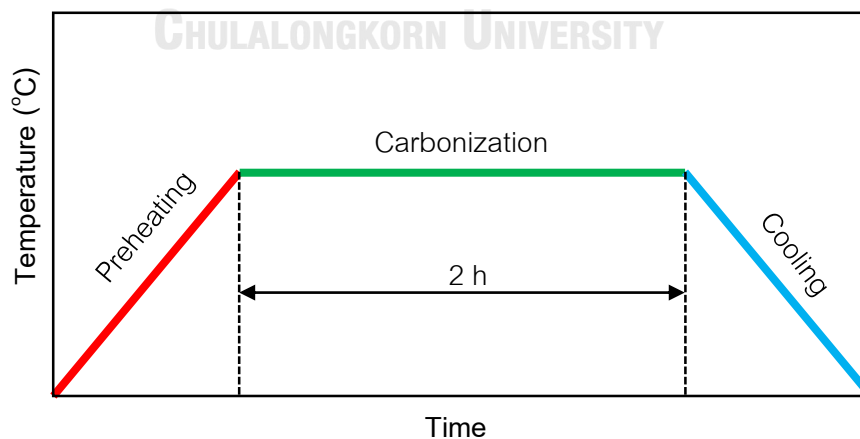


### 3.1.3 เตาเผา

อุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องในส่วนของการเผาประกอบไปด้วย 3 ส่วนหลักดังที่แสดงในรูปที่ 5 ได้แก่ ส่วนแรก คือ แหล่งกำเนิดของแก๊สและท่อทางเดินของแก๊สซึ่งจะถูกป้อนเข้าสู่เตาเผาเพื่อทำปฏิกิริยา ส่วนที่สอง คือ เตาเผาซึ่งจะมีเทอร์โมคัปเปิลเปิดต่ออยู่ใช้สำหรับเป็นตัววัดและควบคุมอุณหภูมิภายในเตาเผาให้เป็นไปตามที่กำหนด เมื่อต้องการเผาตัวอย่างจะทำการวางตัวอย่างไว้ที่บริเวณส่วนก้นของเตาเผา ส่วนที่สาม คือ ส่วนของทางออกสำหรับแก๊สและของเหลวที่เกิดขึ้นในระหว่างการกระบวนการเผา ซึ่งจะถูกรวบรวมไว้ภายในถัง



รูปที่ 5 แผนผังอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับการเผา  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 6 ขั้นตอนการทำงานของเตาเผา

ขั้นตอนการทำงานของเตาเผาที่ตั้งแสดงในรูปที่ 6 สามารถแบ่งออกได้เป็น 3 ช่วง คือ ช่วงการให้ความร้อนก่อน (Preheating) โดยจะทำการป้อนแก๊สเข้าสู่ภายในเตาเผาด้วยอัตราคงที่ไหลตามที่กำหนด และทำการเพิ่มอุณหภูมิขึ้นอย่างช้าๆ ในอัตราคงที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที จนกระทั่งอุณหภูมิมีค่าถึงตามที่กำหนดไว้, ช่วงกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน คือช่วงที่จะทำการรักษาอุณหภูมิภายในเตาเผาให้มีค่าคงที่ จนกระทั่งถึงระยะเวลาตามที่กำหนดไว้ และช่วงทำให้เย็นลง (Cooling) คือช่วงที่จะทำการหยุดให้ความร้อน อุณหภูมิภายในเตาเผาจะลดลงอย่างช้าๆ หลังจากนั้นทิ้งไว้เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง ถึงจะเริ่มทำการเก็บตัวอย่างของสารที่ได้จากการกระบวนการเผา

### 3.1.4 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองทั้งหมด ซึ่งมีรายละเอียดดังแสดงในตารางที่ 4

ตารางที่ 4 รายละเอียดของสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

สารเคมี	สถานะ	สูตรเคมี	มวลโมเลกุล (กรัมต่อโมล)	เกรด	เครื่องหมายทางการค้า
Nitrogen	แก๊ส	N <sub>2</sub>	28.01	-	Thai industrial gas (TIG)
Carbon dioxide	แก๊ส	CO <sub>2</sub>	44.01	-	Thai industrial gas (TIG)
Formaldehyde	ของเหลว	CH <sub>2</sub> O	30.03	Analytical grade	CHEMIPAN CORP
Ferric nitrate monohydrate	ของแข็ง	Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 9H <sub>2</sub> O	241.90	Analytical reagent	Ajax Finechem

### 3.1.5 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

#### 1. Thermogravimetric Analysis (TGA : 209 F3 Tarsus)

ศึกษาความเสถียรของพอลิเมอร์เมื่อได้รับความร้อน วิเคราะห์หาสารที่ระเหย หรือ สารเติมแต่งที่ไสลงไปในพอลิเมอร์ โดยใช้พื้นฐานการวัดน้ำหนักอย่างต่อเนื่องด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวสูง (Thermo balance) ในระหว่างการวิเคราะห์ อุณหภูมิของตัวอย่างซึ่งอยู่ภายใต้แก๊สไนโตรเจน จะถูกทำให้เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องด้วยอัตราคงที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ที่อุณหภูมิ

30-900 องศาเซลเซียส ข้อมูลการวิเคราะห์จะถูกบันทึกเป็นเทอร์โมแกรมที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของตัวอย่างและอุณหภูมิ

## 2. Nitrogen adsorption-desorption apparatus (Autosorb-1-MP, QuantaChrome)

ศึกษาลักษณะทางกายภาพของพื้นผิวและคุณลักษณะเชิงรูพรุนของวัสดุคาร์บอน จากการทดลองดูดซับด้วยแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ได้เป็นลักษณะไอโซเทอร์มของการดูดซับออกมา และนำมาคำนวณผ่านแบบจำลองต่างๆได้แก่ การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะคำนวณโดยใช้แบบจำลอง Brunauer-Emmett-Teller (BET) โดยมีสมมติฐานว่าการดูดซับของแก๊สเกิดขึ้นอย่างสม่ำเสมอทั่วพื้นผิวไม่จำเพาะบริเวณใดบริเวณหนึ่ง, ปริมาตรรูพรุนไมโครพอร์คำนวณโดยใช้แบบจำลอง Dubinin-Radushkevich (D-R) และปริมาตรรูพรุนมีโซพอร์คำนวณโดยใช้แบบจำลอง Barrett-Joyner-Halenda (BJH) โดยพื้นที่ผิวจำเพาะถูกคำนวณด้วยวิธี BET [9]

การคำนวณพื้นที่ผิวจำเพาะจากทฤษฎีของ BET จะเพิ่มเติมจากทฤษฎีของแลงเมียร์คือ จะสามารถเกิดการดูดซับแบบหลายชั้น บนพื้นผิวที่ไม่มีรูพรุนได้ โดยสมการ BET จะมีสมมติฐานว่า ชั้นการดูดซับบนสุดจะอยู่ในสภาพสมดุลกับไอของแก๊ส คืออัตราการระเหยของชั้นโมเลกุลต่างๆเท่ากับอัตราการควบแน่น และมีสมมติฐานว่าการดูดซับชั้นแรก (First monolayer) จะใช้พลังงานในการดูดซับ (Heat of Adsorp,  $\Delta H_1$ ) ส่วนชั้นการดูดซับชั้นที่สองขึ้นไปจะใช้พลังงานในการควบแน่น (Heat of liquefaction,  $\Delta H_L$ ) ซึ่งสมการโดยทั่วไปของ BET คือ

$$\frac{P}{V(P_0 - P)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{(C - 1)P}{V_m C P_0} \quad (6)$$

เมื่อ  $P$  และ  $P_0$  ความดันสมดุล (Equilibrium) และความดันอิ่มตัว (Saturation pressure) ของตัวถูกดูดซับที่อุณหภูมิที่เกิดการดูดซับ (ความดันบรรยากาศ),  $V$  คือ ปริมาณแก๊สที่ถูกดูดซับ (ลูกบาศก์เซนติเมตร),  $V_m$  คือ ปริมาณแก๊สที่ถูกดูดซับแบบชั้นเดียว (ลูกบาศก์เซนติเมตร) และ  $C$  คือค่าคงที่ ( $C \approx \exp[(\Delta H_L - \Delta H_1)/RT]$ )

สมการไอโซเทอร์มของการดูดซับและการคายซับของแก๊สไนโตรเจน สามารถนำไปสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง  $P/(V(P_0 - P))$  ในแนวแกน  $y$  และ  $P/P_0$  ในแนวแกน  $x$  โดยความสัมพันธ์แบบเส้นตรงของสมการนี้จะอยู่ในช่วงที่  $0.05 < P/P_0 < 0.35$  โดยค่าความชัน (Slope) และจุดตัดแกน  $y$  (Intercept) ของสมการเส้นตรงสามารถหาคำนวณหาปริมาณแก๊สที่ถูกดูดซับแบบชั้นเดียว ( $V_m$ ) ได้ตั้งสมการที่ (7) และ(8)

$$\text{Slope} = \frac{(C - 1)}{CV_m} \quad (7)$$

$$\text{Intercept} = \frac{1}{CV_m} \quad (8)$$

และเมื่อทราบค่า  $V_m$  สามารถนำไปคำนวณหาพื้นที่ผิวรวม ( $S_{\text{total}}$ ) และพื้นที่ผิวจำเพาะ ( $S_{\text{BET}}$ ) ซึ่งสามารถคำนวณโดยใช้สมการที่ (9) และ(10)

$$S_{\text{total}} = \frac{V_m N_s}{V} \quad (9)$$

$$S_{\text{BET}} = \frac{S_{\text{total}}}{a} \quad (10)$$

เมื่อ  $V_m$  คือ ปริมาตรของตัวถูกดูดซับแบบชั้นเดียว (ลูกบาศก์เซนติเมตร),  $N_s$  คือเลขอาโวกาโดร,  $V$  คือ ปริมาตรต่อโมลของแก๊สที่ถูกดูดซับ (ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อโมล) และ  $a$  คือ น้ำหนักของตัวอย่าง (มิลลิกรัม)

### 3. X-Ray Diffractometer (XRD : D8-Discover)

วิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยอาศัยหลักการของการยิงรังสีเอกซ์ไปกระทบที่ตัวอย่าง ส่งผลให้เกิดการเลี้ยวเบนและสะท้อนออกมาที่มุมต่างๆกัน โดยมีหัววัดสัญญาณ (Detector) เป็นตัวรับข้อมูล องค์ประกอบและโครงสร้างของสารจะมีองค์การในการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในมุมที่แตกต่างกันออกไป ขึ้นกับองค์ประกอบ รูปร่าง และลักษณะผลึก จึงนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่างนั้นๆ นอกจากนี้ยังสามารถศึกษาและวิเคราะห์ ปริมาณความเป็นผลึก ขนาดของผลึก ความสมบูรณ์ของผลึกได้

### 4. Scanning Electron Microscope and Energy Dispersive X-ray Spectrometer (SEM-EDS : JEOL, JSM-IT-500HR and JEOL, JED-2300)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(Scanning Electron Microscope / SEM) เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดหนึ่งที่ใช้ในการถ่ายภาพของตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการกราดด้วยลำอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงที่ถูกปล่อยจากแหล่งกำเนิด (Electron gun) ไปบนพื้นผิวของตัวอย่าง เมื่ออิเล็กตรอนกระทบกับผิวของตัวอย่างที่ประกอบไปด้วยอะตอม จะปล่อยสัญญาณที่สามารถนำไปประมวลผลและให้ข้อมูลเป็นภาพพื้นผิวของวัตถุ โดยจะมีการนำไปใช้ร่วมกับ Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS) ที่เป็นการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยสเปกโทรเมตรีรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน สามารถนำไปใช้ในการวิเคราะห์ธาตุโดย

หลักการของ EDS คือ เมื่อตัวอย่างถูกชนด้วยลำอิเล็กตรอนจะเกิดการแตกตัวเป็นไอออน (ionization) ด้วยการฉีกให้อิเล็กตรอนของตัวอย่างหลุดออกจากอะตอม และเพื่อเป็นการรักษาเสถียรภาพ อิเล็กตรอนที่อยู่วงโคจรชั้นถัดไปจะลงเข้ามาแทนที่ และปลดปล่อยพลังงานออกมาในรูปรังสีเอกซ์ ซึ่งเรียกว่ารังสีเอกซ์แบบแคแอกเทอร์ริสติก (Characteristic X-ray) โดยพลังงานของรังสีเอกซ์ชนิดนี้มีค่าเฉพาะตามชนิดของธาตุ จากนั้นเมื่อรังสีเอกซ์เข้าสู่หัววัดชนิด Silicon drift detectors (SSD) หัววัดจะสร้างสัญญาณไฟฟ้าซึ่งเป็นสัดส่วนโดยตรงกับพลังงานของรังสีที่ตกกระทบ และจะนำสัญญาณที่ได้มาวิเคราะห์หาความสูงของสัญญาณ ส่งไปยังระบบคอมพิวเตอร์เพื่อประเมินและรายงานผลเป็นค่าสเปกตรัมรังสีเอกซ์

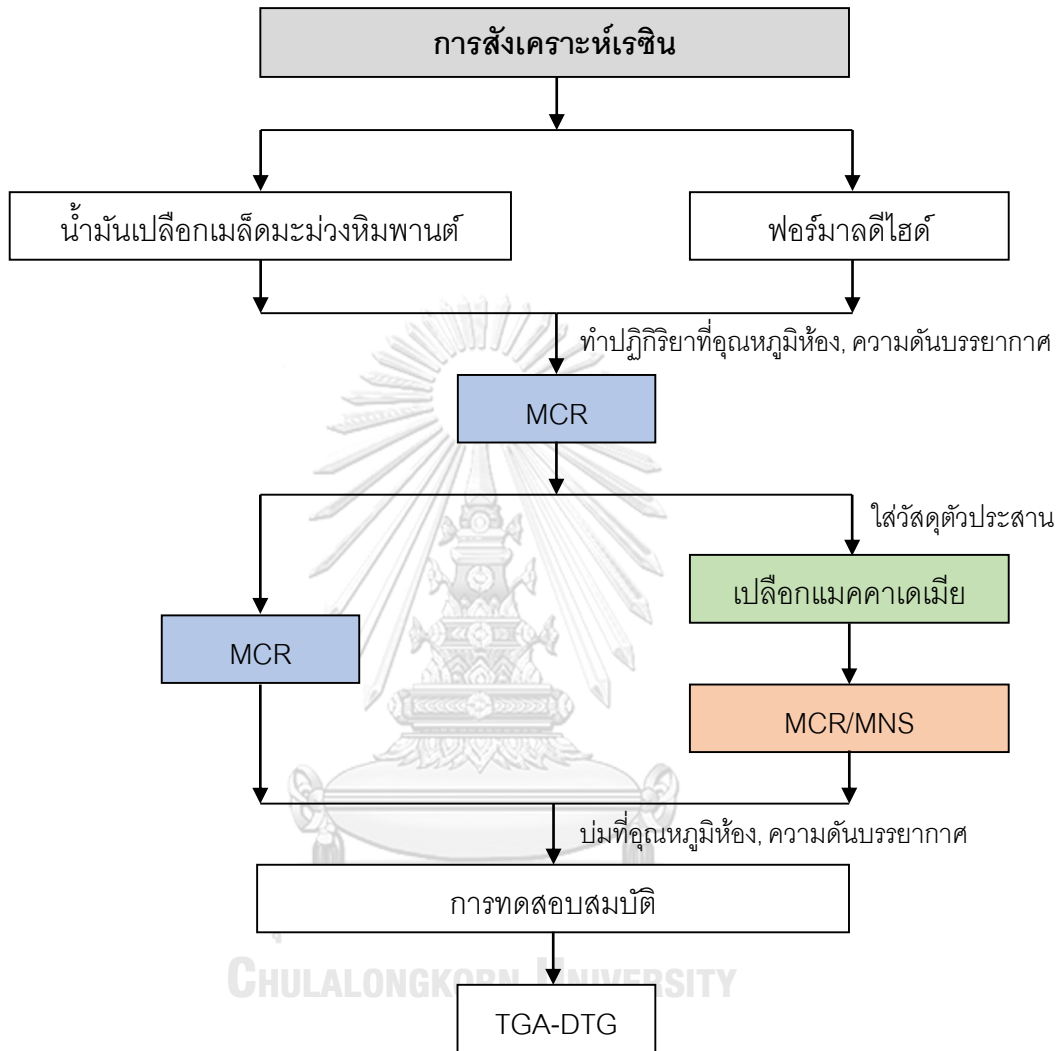
### 3.2 การสังเคราะห์เรซิน

#### 3.2.1 การสังเคราะห์เรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มาลดีไฮด์

ทำการผสมส่วนผสมที่มีน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์เป็นองค์ประกอบหลัก โดยทำปฏิกิริยาที่ความเร็วรอบ 400 รอบต่อนาที ณ สภาวะอุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศ เมื่อสิ้นสุดการทำปฏิกิริยา นำเรซินที่ได้มาเทใส่ลงในแม่พิมพ์ที่เตรียมไว้ จากนั้นทำการบ่มให้เรซินแข็งตัว ที่สภาวะอุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศ โดยจะเริ่มทำการสังเกตลักษณะของเรซิน ตั้งแต่เริ่มทำการเทเรซินลงในแม่พิมพ์ จนกระทั่งสิ้นสุดเมื่อเรซินที่ได้มีลักษณะแข็งและแห้ง เมื่อกดแล้วไม่สามารถยุบตัวได้ โดยจะเรียกเรซินที่สังเคราะห์ได้ว่า MCR (Modified CNSL Resin) จากนั้นนำเรซินที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อน

#### 3.2.2 การสังเคราะห์เรซินคอมโพสิตระหว่างน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มาลดีไฮด์และเปลือกแมคคาเดเมีย

ทำการผสมส่วนผสมที่มีน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์เป็นองค์ประกอบหลัก โดยทำปฏิกิริยาที่ความเร็วรอบ 400 รอบต่อนาที ณ สภาวะอุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศ เมื่อสิ้นสุดการทำปฏิกิริยา นำเรซินที่ได้มาเทใส่ลงในแม่พิมพ์ที่เตรียมไว้ โดยในแม่พิมพ์จะมีการใส่เปลือกแมคคาเดเมียไว้ด้านใน เมื่อเทเรซินลงไปตัวเรซินจะแทรกไปตามช่องว่างจนเต็ม ซึ่งอัตราส่วนระหว่างเรซินและเปลือกแมคคาเดเมียคือ 1: 1 โดยน้ำหนัก จากนั้นทำการบ่มให้เรซินแข็งตัว ที่สภาวะอุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศ โดยจะเริ่มทำการสังเกตลักษณะของเรซิน ตั้งแต่เริ่มทำการเทเรซินลงในแม่พิมพ์ จนกระทั่งสิ้นสุดเมื่อเรซินที่ได้มีลักษณะแข็งและแห้ง เมื่อกดแล้วไม่สามารถยุบตัวได้ โดยจะเรียกเรซินคอมโพสิตที่สังเคราะห์ได้ว่า MCR/MNS (Composite Modified CNSL Resin and Macadamia Nut Shell) จากนั้นนำเรซินคอมโพสิตที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อน



รูปที่ 7 แผนผังการสังเคราะห์เรซินและเรซินคอมโพสิตระหว่างน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์และเปลือกแมคคาเดเมีย

### 3.3 การสังเคราะห์คาร์บอน

ตัวอย่างที่จะนำไปสังเคราะห์เป็นคาร์บอนจะแบ่งออกเป็น 3 กลุ่ม โดยกลุ่มแรกคือ เรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มาลดีไฮด์ (MCR) กลุ่มที่สอง คือ เรซินคอมโพสิตระหว่างน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มาลดีไฮด์และเปลือกแมคคาเดเมีย (MCR/MNS) กลุ่มที่สาม คือ เปลือกแมคคาเดเมีย (MNS) โดยจะนำตัวอย่างมาทำการบดให้ละเอียดและทำให้แห้งด้วยการอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง

#### 3.3.1 การสังเคราะห์คาร์บอนด้วยกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน

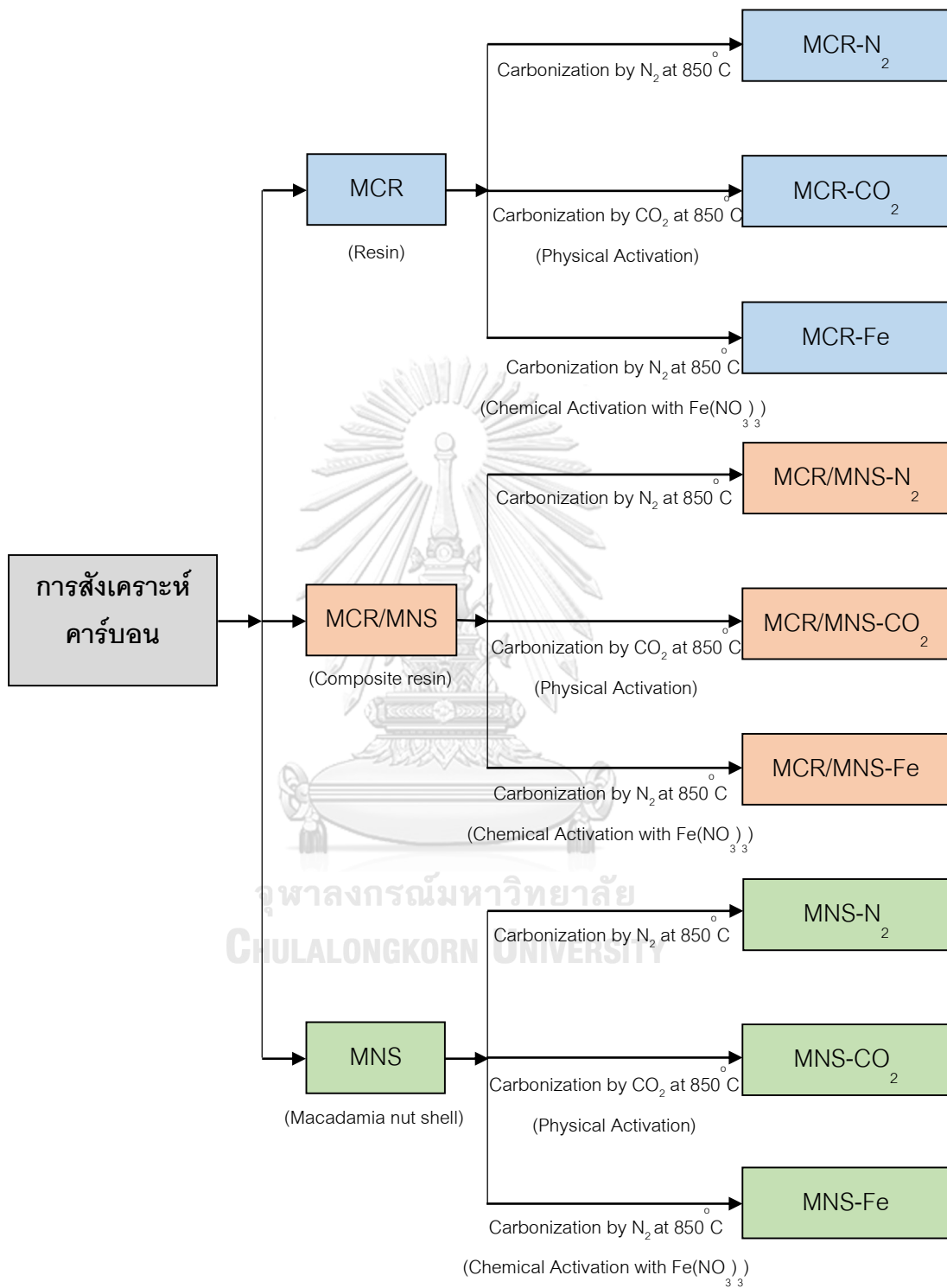
นำตัวอย่างซึ่งผ่านขั้นตอนการเตรียมความพร้อมเรียบร้อยแล้วมาทำการเผาด้วยกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส และมีอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำไปวิเคราะห์สมบัติได้แก่ พื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรเชิงรูพรุน โครงสร้างและการจัดเรียงตัวของผลึก สัณฐานวิทยาและลักษณะของพื้นผิวของคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้

#### 3.3.2 การสังเคราะห์คาร์บอนด้วยวิธีการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์

การสังเคราะห์คาร์บอนด้วยการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะมี 2 ขั้นตอน โดยในขั้นตอนแรกจะนำตัวอย่างซึ่งผ่านขั้นตอนการเตรียมความพร้อมเรียบร้อยแล้วมาทำการเผาด้วยกระบวนการคาร์บอนในเซชัน ภายใต้แก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส และมีอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมงเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นคาร์บอน จากนั้นนำคาร์บอนที่เกิดขึ้นมาทำการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส และมีอัตราการไหลของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เท่ากับ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำไปวิเคราะห์สมบัติได้แก่ พื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรเชิงรูพรุน โครงสร้างและการจัดเรียงตัวของผลึก สัณฐานวิทยาและลักษณะของพื้นผิวของคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้

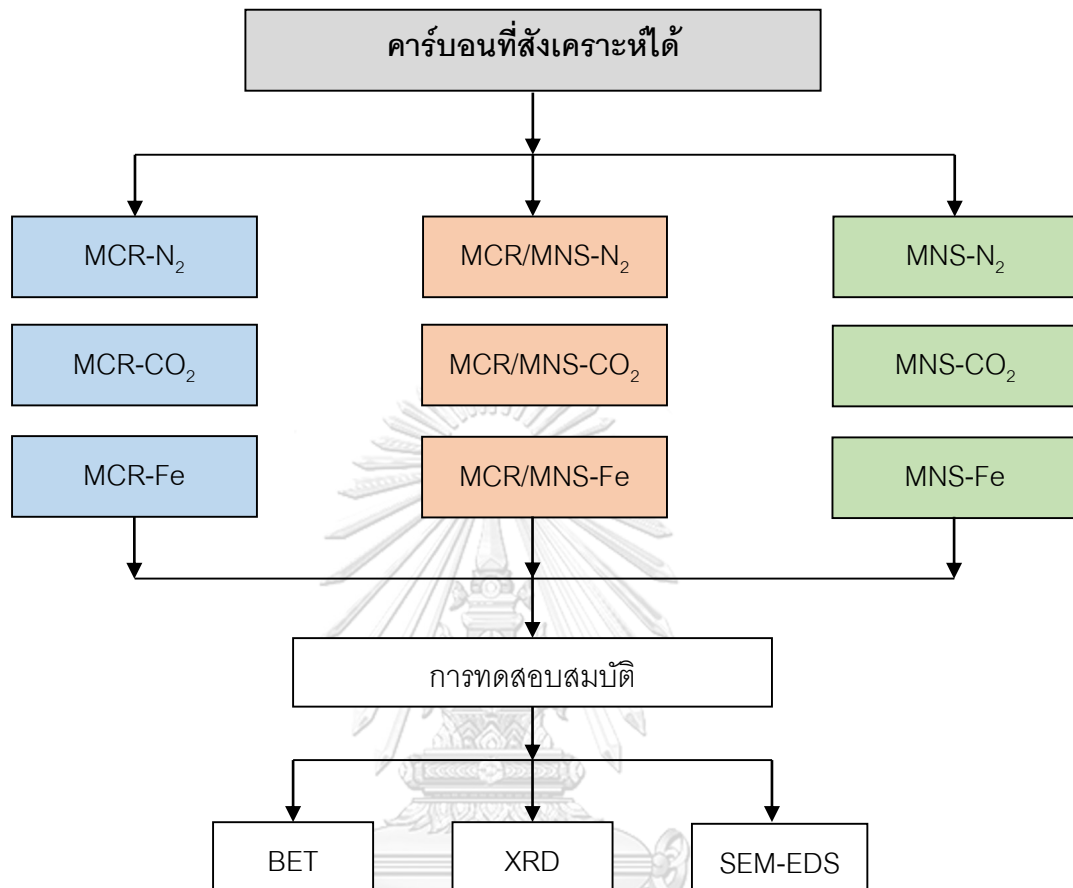
#### 3.3.3 การสังเคราะห์คาร์บอนด้วยวิธีการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ไนเตรต

นำตัวอย่างซึ่งผ่านขั้นตอนการเตรียมความพร้อมเรียบร้อยแล้วไปแช่ในสารละลายเหล็ก (III) ไนเตรต  $[Fe(NO_3)_3]$  ที่มีความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำให้แห้งด้วยการอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำการเผาด้วยกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส และมีอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำไปวิเคราะห์สมบัติได้แก่ พื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรเชิงรูพรุน โครงสร้างและการจัดเรียงตัวของผลึก สัณฐานวิทยาและลักษณะของพื้นผิวของคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้



รูปที่ 8 แผนผังการสังเคราะห์คาร์บอน (1)





จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
รูปที่ 9 แผนผังการสังเคราะห์คาร์บอน (2)  
CHULALONGKORN UNIVERSITY

## บทที่ 4

## ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

## 4.1 การสังเคราะห์เรซิน

## 4.1.1 ลักษณะของเรซินที่ได้จากการสังเคราะห์

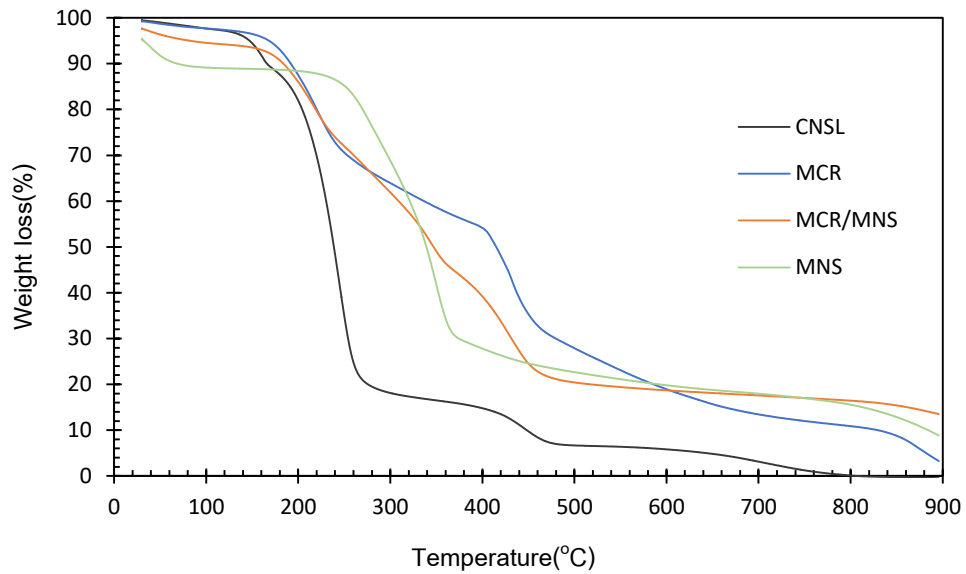


รูปที่ 10 เรซินน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์ (MCR)

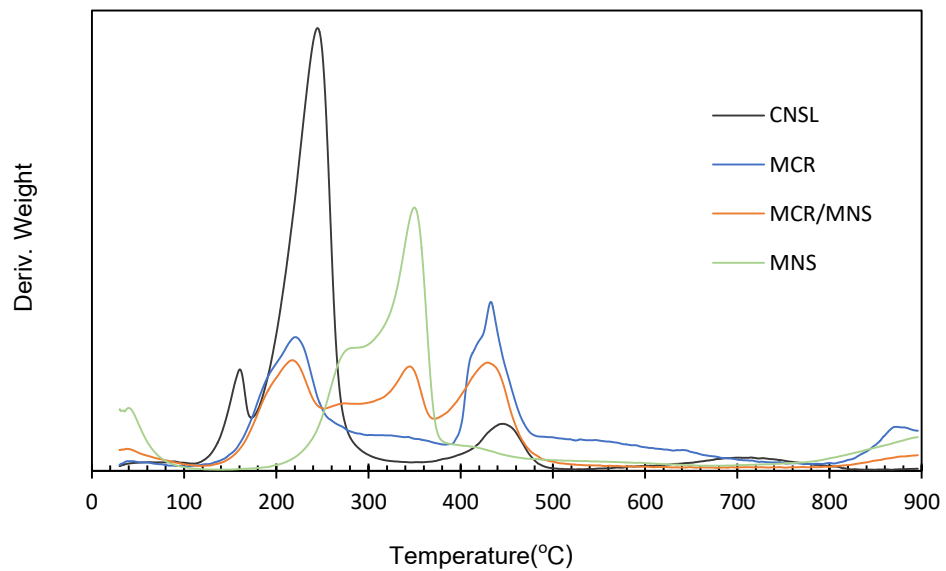


รูปที่ 11 เรซินคอมโพสิตระหว่างน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์-ฟอร์มัลดีไฮด์และเปลือกแมคคาเดเมีย (MCR/MNS)

#### 4.1.2 วิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อน



รูปที่ 12 กราฟ TGA (Thermogravimetric Analysis) แสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิของ CNSL, MCR, MCR/MNS, และ MNS



รูปที่ 13 กราฟ DTG (Derivative Thermogravimetry) แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการวถที่เปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิของ CNSL, MCR, MCR/MNS, และ MNS

**ตารางที่ 5** ช่วงของอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัว อุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวสูงที่สุด น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงและน้ำหนักคงเหลือของตัวอย่าง CNSL, MCR, MCR/MNS, และ MNS

Sample	1 <sup>st</sup> Degradation			2 <sup>nd</sup> Degradation			3 <sup>rd</sup> Degradation			residual mass (%)
	Temp. (°C)	Highest loss(°C)	%weight loss	Temp. (°C)	Highest loss(°C)	%weight loss	Temp. (°C)	highest loss(°C)	%weight loss	
CNSL	30.0-180.0	160.3	10.62	180.0-343.2	245.0	72.19	343.2-531.8	446.0	10.14	0.09
MNS	30.0-136.4	86.4	6.58	136.4-518.2	349.7	66.88	-	-	-	8.83
MCR	30.0-381.8	220.5	43.41	381.8-750.0	432.7	43.81	-	-	-	3.26
MCR/MNS	30.0-250.0	217.4	25.77	250.0-368.2	344.6	27.19	368.2-600.0	429.4	26.02	13.56

จากการวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนของตัวอย่างเมื่อได้รับความร้อนภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 30-900 องศาเซลเซียส โดยอาศัยกราฟความสัมพันธ์ระหว่างการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารตัวอย่างกับอุณหภูมิ (TGA) ดังแสดงในรูปที่ 12 และกราฟความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเปลี่ยนแปลงของสารตัวอย่างกับอุณหภูมิ (DTG) ดังแสดงในรูปที่ 13 โดยมีตัวอย่างทั้งหมด 4 ตัวคือ CNSL, MCR, MCR/MNS, และ MNS

เมื่อพิจารณาที่ CNSL จากตารางที่ 5 พบว่ามีการสลายตัวทางความร้อนเกิดขึ้นทั้งหมด 3 ช่วง โดยช่วงแรกจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 30.0-180.0 องศาเซลเซียส คิดเป็น 10.62 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และมีการสลายตัวสูงที่สุดที่อุณหภูมิประมาณ 160.3 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดจากการระเหยของน้ำ และกรดอนุคาร์บิกซึ่งเป็นองค์ประกอบอย่างหนึ่งใน CNSL, ช่วงที่สองเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 180.0-343.2 องศาเซลเซียส คิดเป็น 72.19 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และมีการสลายตัวสูงที่สุดที่อุณหภูมิประมาณ 245.0 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของคาร์บอนอล ช่วงที่ 3 เกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 343.2-531.8 องศาเซลเซียส คิดเป็น 10.14 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และมีการสลายตัวสูงที่สุดที่อุณหภูมิประมาณ 446.0 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของคาร์บอนอล และเมื่อสิ้นสุดการให้ความร้อนจะมีน้ำหนักคงเหลือประมาณ 0.09 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

เมื่อพิจารณาที่ MNS จากตารางที่ 5 พบว่ามีการสลายตัวทางความร้อนเกิดขึ้นทั้งหมด 2 ช่วง ดังต่อไปนี้ ช่วงแรกเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 30.0-136.4 องศาเซลเซียส คิดเป็น 6.58 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และ มีการสลายตัวมากที่สุดที่อุณหภูมิประมาณ 86.4 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดจากการระเหยของ

น้ำและสารปนเปื้อนต่างๆเช่น กรดไขมันและคาร์โบไฮเดรตโมเลกุลต่ำ ส่วนช่วงที่สองจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 136.4-518.2 องศาเซลเซียส คิดเป็น 66.88 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และ มีการสลายตัวมากที่สุดที่อุณหภูมิประมาณ 349.7 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของเฮมิเซลลูโลสกับเซลลูโลส (ในช่วงอุณหภูมิประมาณ 200-380 องศาเซลเซียส) และของลิกนิน (ในช่วงอุณหภูมิประมาณ 160.0-518.2 องศาเซลเซียส ซึ่งจะเกิดการสลายตัวอย่างช้าๆทำให้ไม่เห็นลักษณะของพีคชัดเจน) และเมื่อสิ้นสุดการให้ความร้อนจะมีน้ำหนักคงเหลือประมาณ 8.83 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

เมื่อพิจารณาที่ MCR จากตารางที่ 5 พบว่ามีการสลายตัวทางความร้อนเกิดขึ้นทั้งหมด 2 ช่วง โดยช่วงแรกจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 30.0-381.8 องศาเซลเซียส คิดเป็น 43.41 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และมีการสลายตัวสูงที่สุดที่อุณหภูมิประมาณ 220.49 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดจากการระเหยของน้ำ และการสลายตัวของกรดอนุคาร์บอกกับคาร์บอนอลที่ไม่ได้เกิดปฏิกิริยาเคมี ในส่วนของช่วงที่สอง จะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 381.8-750.0 องศาเซลเซียส คิดเป็น 43.81 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และมีการสลายตัวสูงที่สุดที่อุณหภูมิประมาณ 432.7 องศาเซลเซียส เกิดจากการสลายตัวของเรซิน โดยการขาดออกของคาร์บอนสายโซ่ยาวที่เกาะติดอยู่กับวงแหวนอะโรมาติกที่เป็นองค์ประกอบในโครงสร้างของ CNSL [4] และเกิดจากการทำลายพันธะที่เชื่อมโยงของหมู่เมทิลีน (Methylene linkage) ในโครงสร้างของเรซิน [29] และเมื่อสิ้นสุดการให้ความร้อนจะมีน้ำหนักคงเหลือประมาณ 3.26 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

เมื่อพิจารณาที่ MCR/MNS จากตารางที่ 5 พบว่ามีการสลายตัวทางความร้อนเกิดขึ้นทั้งหมด 3 ช่วง โดยช่วงแรกจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 30.0-250.0 องศาเซลเซียส คิดเป็น 25.77 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และ มีการสลายตัวสูงที่สุดที่อุณหภูมิประมาณ 217.4 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดจากการระเหยของน้ำ เฮมิเซลลูโลส และการสลายตัวของกรดอนุคาร์บอกกับคาร์บอนอลที่ไม่ได้เกิดปฏิกิริยาเคมี, ช่วงที่สองเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 250.0-368.2 องศาเซลเซียส คิดเป็น 27.19 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และ มีการสลายตัวสูงที่สุดที่อุณหภูมิประมาณ 344.6 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของเฮมิเซลลูโลส และเซลลูโลส ช่วงสุดท้าย จะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 368.2-600.0 องศาเซลเซียส คิดเป็น 26.02 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และ มีการสลายตัวสูงที่สุดที่อุณหภูมิประมาณ 429.4 องศาเซลเซียส เกิดจากการสลายตัวของเรซิน โดยการขาดออกของคาร์บอนสายโซ่ยาวที่เกาะติดอยู่กับวงแหวนอะโรมาติกในโครงสร้างของ CNSL [4] และเกิดจากการทำลายพันธะที่เชื่อมโยงของหมู่เมทิลีนในโครงสร้างของเรซิน [29] และเมื่อสิ้นสุดการให้ความร้อนจะมีน้ำหนักคงเหลือประมาณ 13.56 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

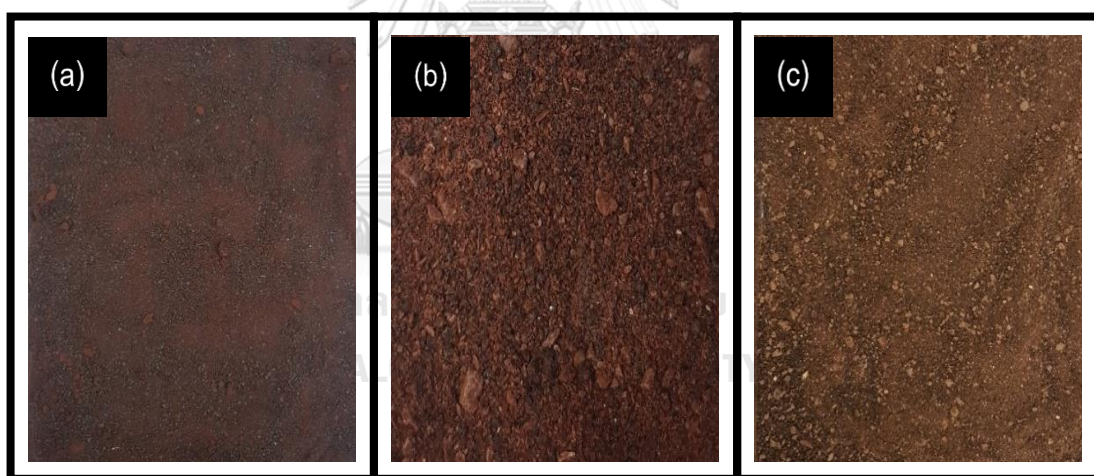
เมื่อเปรียบเทียบเรซินทั้ง 2 ชนิดคือ MCR และ MCR/MNS พบว่า MCR มีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดีกว่าเมื่อเทียบกับ MCR/MNS โดย MCR จะมีการสลายตัวอยู่ในช่วงอุณหภูมิประมาณ 381.8-750.0 องศาเซลเซียส ในขณะที่ MCR/MNS มีการสลายตัวอยู่ในช่วงอุณหภูมิประมาณ 368.2-600.0

องศาเซลเซียส ซึ่งการมีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดีถือว่าเป็นข้อดีสำหรับการนำไปใช้งานในทางพอลิเมอร์ แต่เมื่อนำไปสังเคราะห์เป็นคาร์บอนแสดงให้เห็นว่าจะต้องมีการให้ความร้อนที่สูงขึ้นกับระบบเพื่อที่จะทำให้เรซินเกิดการสลายตัว นอกจากนี้เมื่อพิจารณาที่น้ำหนักคงเหลือสุดท้ายของ MCR พบว่ามีค่าเท่ากับ 3.26 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งมีค่าน้อยกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับ MCR/MNS ที่มีค่าเท่ากับ 13.56 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เมื่อนำไปสังเคราะห์เป็นคาร์บอนอาจมีแนวโน้มที่จะได้ปริมาณร้อยละผลผลิต (%yield) ที่น้อยกว่า

## 4.2 การสังเคราะห์คาร์บอน

### 4.2.1 ลักษณะของตัวอย่างก่อนนำไปสังเคราะห์เป็นคาร์บอน

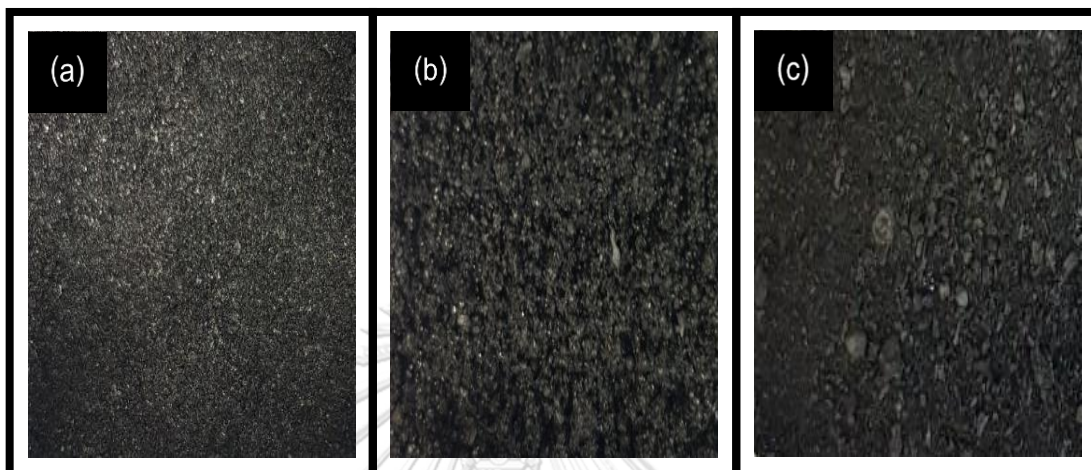
การเตรียมตัวอย่างก่อนที่จะนำไปสังเคราะห์เป็นคาร์บอน ตัวอย่างจะถูกนำมาอบให้ละเอียดและทำให้แห้งด้วยการอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมงดังแสดงในรูปที่ 14



รูปที่ 14 (a) MCR (b) MCR/MCR (c) MNS ที่ผ่านการเตรียมความพร้อมก่อนนำไปสังเคราะห์เป็นคาร์บอน

#### 4.2.2 ลักษณะของคาร์บอนที่ได้จากการสังเคราะห์

เมื่อนำตัวอย่างที่ได้มาผ่านการคาร์บอนไนเซชันจะพบว่า คาร์บอนที่มาจากการเผาวัสดุ MCR MCR/MNS และ MNS จะมีการเปลี่ยนแปลงของสีเกิดขึ้น โดยเปลี่ยนจากสีน้ำตาลเข้มไปเป็นสีดำ ดังแสดงในรูปที่ 15

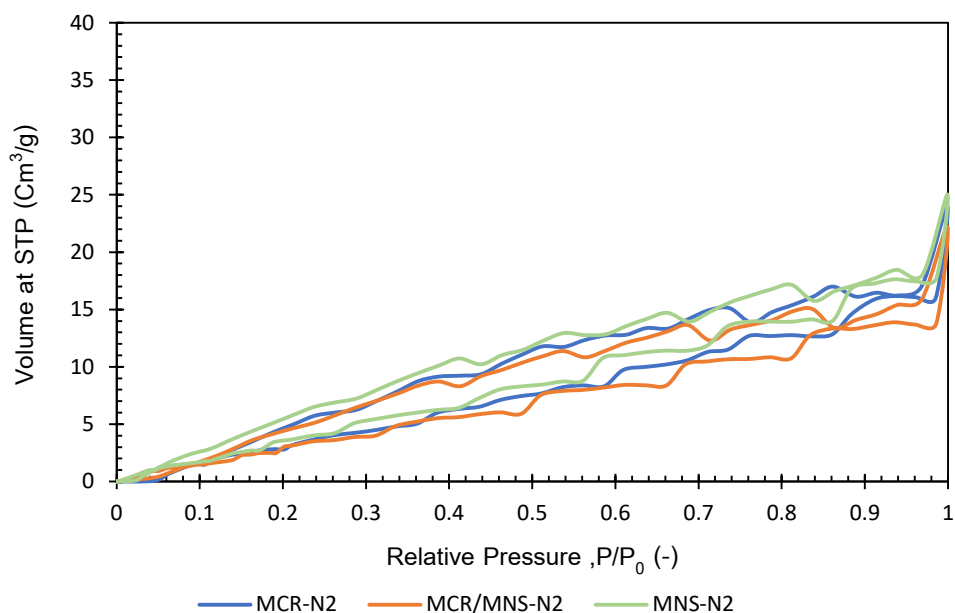


รูปที่ 15 (a) MCR (b) MCR/MCR (c) MNS ที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันให้กลายเป็นคาร์บอน

ตารางที่ 6 คาร์บอนที่ได้จากการคาร์บอนไนเซชันและการกระตุ้น ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง

ตัวอย่างคาร์บอน	วิธีการสังเคราะห์คาร์บอน
MCR-N <sub>2</sub>	MCR ที่ผ่านการคาร์บอนไนเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน
MCR-CO <sub>2</sub>	MCR ที่ผ่านกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์
MCR-Fe	MCR ที่ผ่านการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรต
MCR/MNS -N <sub>2</sub>	MCR/MNS ที่ผ่านการคาร์บอนไนเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน
MCR/MNS -CO <sub>2</sub>	MCR/MNS ที่ผ่านการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์
MCR/MNS -Fe	MCR/MNS ที่ผ่านการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรต
MNS-N <sub>2</sub>	MNS ที่ผ่านการคาร์บอนไนเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน
MNS-CO <sub>2</sub>	MNS ที่ผ่านการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์
MNS-Fe	MNS ที่ผ่านการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรต

#### 4.2.3 วิเคราะห์การดูดซับและการคายซับไนโตรเจน

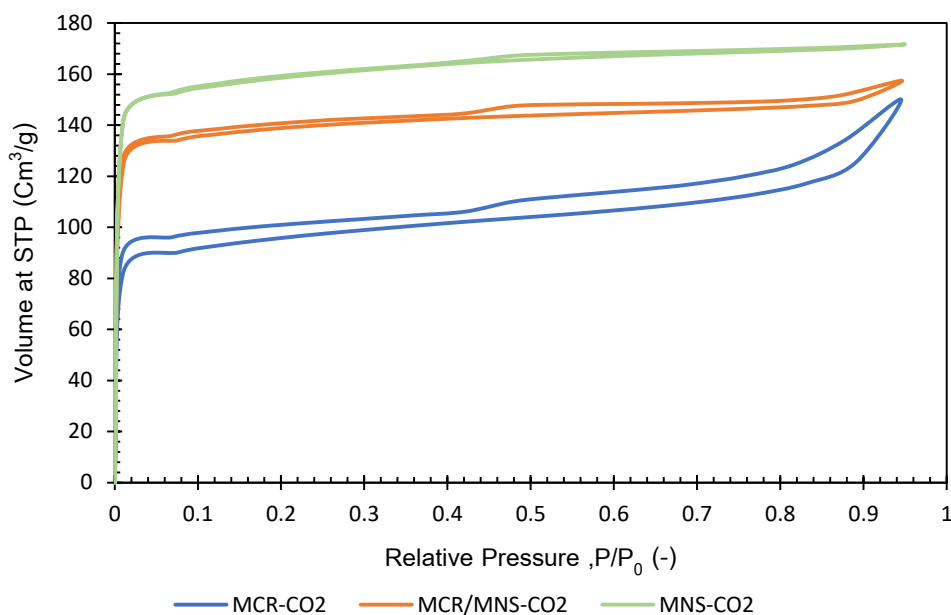


**รูปที่ 16** ไอโซเทอมการดูดซับและการคายซับไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของคาร์บอน MCR-N<sub>2</sub>, MCR/MNS-N<sub>2</sub>, และ MNS-N<sub>2</sub> ที่ได้จากการเผาด้วยกระบวนการคาร์บอนไนเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน

วัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จะถูกนำไปวิเคราะห์หาชนิดของไอโซเทอม พื้นที่ผิวจำเพาะ และปริมาตรของรูพรุนไมโครพอร์และมีโซพอร์ โดยใช้วิธีการดูดซับและการคายซับของแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน เมื่อสังเกตรูปของไอโซเทอมของตัวอย่างคาร์บอนที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง ได้แก่ MCR-N<sub>2</sub>, MCR/MNS-N<sub>2</sub> และ MNS-N<sub>2</sub> ดังแสดงในรูปที่ 16 พบว่าลักษณะของเส้นไอโซเทอมของคาร์บอนทั้งสามชนิด แสดงไอโซเทอมการดูดซับแบบ type VI ตามการจำแนกของ IUPAC โดยเป็นไอโซเทอมที่มีลักษณะเป็นขั้นบันได มีการดูดซับแบบขั้นต่อขั้นของตัวถูกดูดซับบนพื้นผิวของตัวดูดซับที่มีความสม่ำเสมอของแรงระหว่างโมเลกุลของตัวถูกดูดซับและตัวดูดซับ ซึ่งในแต่ละขั้นนั้นจะแสดงลักษณะของการดูดซับในแต่ละชั้น ไอโซเทอมลักษณะแบบนี้จะพบในวัสดุที่ไม่มีรูพรุน นอกจากนี้เมื่อพิจารณาค่าของพื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรของรูพรุนไมโครพอร์และมีโซพอร์ที่ได้จากการคำนวณตามแบบจำลองของ BET, D-R และ BJH ดังแสดงในตารางที่ 7 พบว่า MCR-N<sub>2</sub> มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะปื้ที่ (BET specific surface area,  $S_{BET}$ ) และค่าปริมาตรรูพรุนแบบไมโครพอร์และมีโซพอร์ ที่น้อยมากจนถือว่าไม่พบรูพรุนทั้งสองชนิดนี้ ในส่วนของ MCR/MNS-N<sub>2</sub> มีพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 7 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรของรูพรุนไมโครพอร์เท่ากับ 0.0011 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และปริมาตรมีโซพอร์เท่ากับ 0.0051 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อ



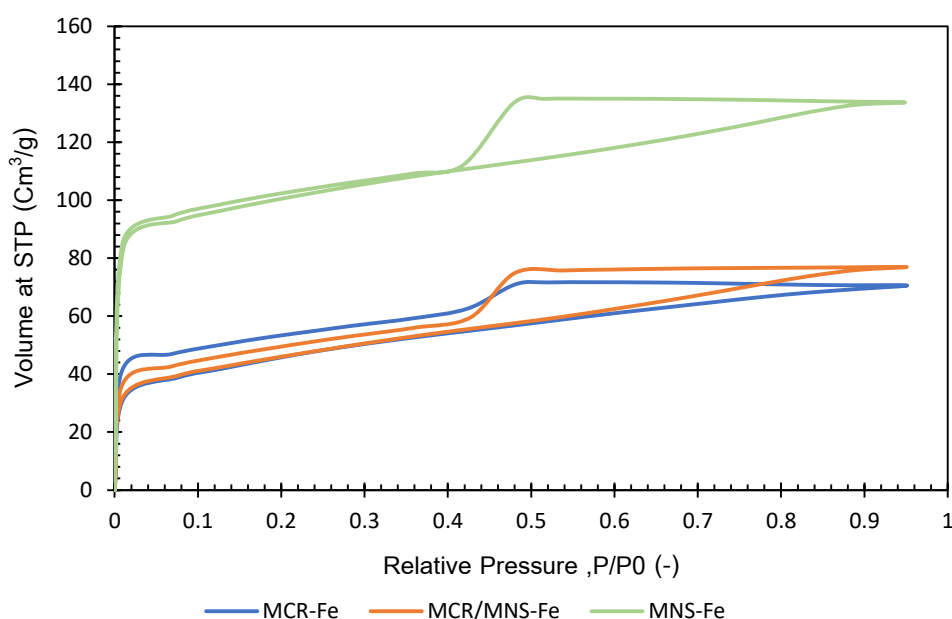
กรัม โดยจะมีค่ามากกว่าเมื่อเทียบกับ MCR-N<sub>2</sub> แต่ก็ยังถือว่าน้อยมากจนถือว่าไม่มีรูพรุนเกิดขึ้น ทางด้านของ MNS-N<sub>2</sub> ก็มีลักษณะไปในทางเดียวกันคือไม่มีรูพรุนเกิดขึ้น แต่จะมีค่าของพื้นที่ผิวจำเพาะมากที่สุดเมื่อเทียบกับคาร์บอนอีกสองชนิด โดยมีพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 12 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรของรูพรุนไมโครพอร์และมีโซพอร์เท่ากับ 0.0026 และ 0.0086 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม ตามลำดับ



รูปที่ 17 ไอโซเทอมการดูดซับและการคายซับไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของคาร์บอน MCR-CO<sub>2</sub>, MCR/MNS-CO<sub>2</sub>, และ MNS-CO<sub>2</sub> ที่ได้จากการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์

ไอโซเทอมการดูดซับและการคายซับของแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของคาร์บอนที่ได้จากวิธีการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง ได้แก่ MCR-CO<sub>2</sub>, MCR/MNS-CO<sub>2</sub>, และ MNS-CO<sub>2</sub> ดังแสดงในรูปที่ 17 พบว่าลักษณะของเส้นไอโซเทอมของคาร์บอนทั้งสามชนิด แสดงไอโซเทอมการดูดซับเป็นแบบ type I และ type IV ผสมกัน โดยเป็นไอโซเทอมแบบ type I ในช่วงที่มีความดันสัมพัทธ์ต่ำที่จะเกิดการดูดซับอย่างรวดเร็ว และเป็นไอโซเทอมแบบ type IV ในช่วงที่เมื่อความดันสัมพัทธ์ของการดูดซับมีค่าเข้าใกล้ 1 กราฟจะมีความชันลดลงจนกระทั่งคงที่ ในส่วนการคายซับ เมื่อลดความดันเส้นกราฟจะอยู่เหนือเส้นไอโซเทอมของการดูดซับ ทำให้มีวงฮิสเทอรีซิสเกิดขึ้น และเมื่อความดันสัมพัทธ์ต่ำลง เส้นกราฟของการคายซับจะกลับมาทับกับเส้นของการดูดซับ ซึ่งการมีอยู่ของไอโซเทอมทั้ง 2 แบบนี้เป็นการบ่งบอกว่าวัสดุที่สังเคราะห์มีรูพรุนแบบไมโครพอร์และมีโซพอร์ เมื่อพิจารณาค่าของพื้นที่ผิวจำเพาะ และปริมาตรของรูพรุนไมโครพอร์และมีโซพอร์ที่ได้จากการคำนวณตามแบบจำลองของ BET, D-R และ BJH ดังแสดงใน

ตารางที่ 7 พบว่า MCR-CO<sub>2</sub> มีพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 291 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรของรูพรุนไมโครพอร์และมีโซพอร์เท่ากับ 0.1104 และ 0.1253 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม ตามลำดับ ในส่วนของ MCR/MNS-CO<sub>2</sub> มีพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 412 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรของรูพรุนไมโครพอร์เท่ากับ 0.1860 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และปริมาตรมีโซพอร์เท่ากับ 0.0575 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม ส่วนทางด้านของ MNS-CO<sub>2</sub> มีพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 473 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรรูพรุนไมโครพอร์และมีโซพอร์เท่ากับ 0.2075 และ 0.0581 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม ตามลำดับ



**รูปที่ 18** ไอโซเทอมการดูดซับและการคายซับไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของคาร์บอนของคาร์บอน MCR-Fe, MCR/MNS- Fe, และ MNS-Fe ที่ได้จากการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรต

ไอโซเทอมการดูดซับและการคายซับของแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ของคาร์บอนที่ได้จากการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรต ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง ได้แก่ MCR-Fe, MCR/MNS- Fe, และ MNS-Fe ดังแสดงในรูปที่ 18 พบว่าลักษณะของเส้นไอโซเทอมของคาร์บอนทั้งสามชนิด แสดงไอโซเทอมการดูดซับเป็นแบบ type I และ type IV ผสมกัน บ่งบอกได้ว่าวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จะมีรูพรุนแบบไมโครพอร์และมีโซพอร์ เมื่อพิจารณาค่าของพื้นที่ผิวจำเพาะ และปริมาตรของรูพรุนชนิดไมโครพอร์และมีโซพอร์ที่ได้จากการคำนวณตามแบบจำลองของ BET, D-R และ BJH ดังแสดงในตารางที่ 7 พบว่า MCR-Fe มีพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 153 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรของรูพรุนไมโครพอร์และมีโซพอร์เท่ากับ 0.0164 และ 0.0928 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อ

กรัม ตามลำดับ ในส่วนของ MCR/MNS-Fe มีพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 154 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรของรูพรุนไมโครพอร์เท่ากับ 0.0215 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และมีไซพอร์เท่ากับ 0.0975 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม ทางด้านของ MNS-Fe มีพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 313 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรของรูพรุนไมโครพอร์และมีไซพอร์เท่ากับ 0.0989 และ 0.1080 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม

**ตารางที่ 7** ชนิดของไอโซเทอม พื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรรูพรุนไมโครพอร์และมีไซพอร์ของ MCR, MCR/MNS, และ MNS ที่ผ่านการคาร์บอนในเซชันที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง

ตัวอย่าง	ชนิดของไอโซเทอม	$S_{\text{BET}}$ ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	$V_{\text{micro}}$ ( $\text{cm}^3/\text{g}$ )	$V_{\text{meso}}$ ( $\text{cm}^3/\text{g}$ )
MCR-N <sub>2</sub>	VI	5	0.0003	0.0007
MCR/MNS-N <sub>2</sub>	VI	7	0.0011	0.0051
MNS-N <sub>2</sub>	VI	12	0.0026	0.0086
MCR-CO <sub>2</sub>	I + IV	291	0.1104	0.1253
MCR/MNS-CO <sub>2</sub>	I + IV	412	0.1860	0.0575
MNS-CO <sub>2</sub>	I + IV	473	0.2075	0.0581
MCR-Fe	I + IV	153	0.0164	0.0928
MCR/MNS-Fe	I + IV	154	0.0215	0.0975
MNS-Fe	I + IV	313	0.0989	0.1080

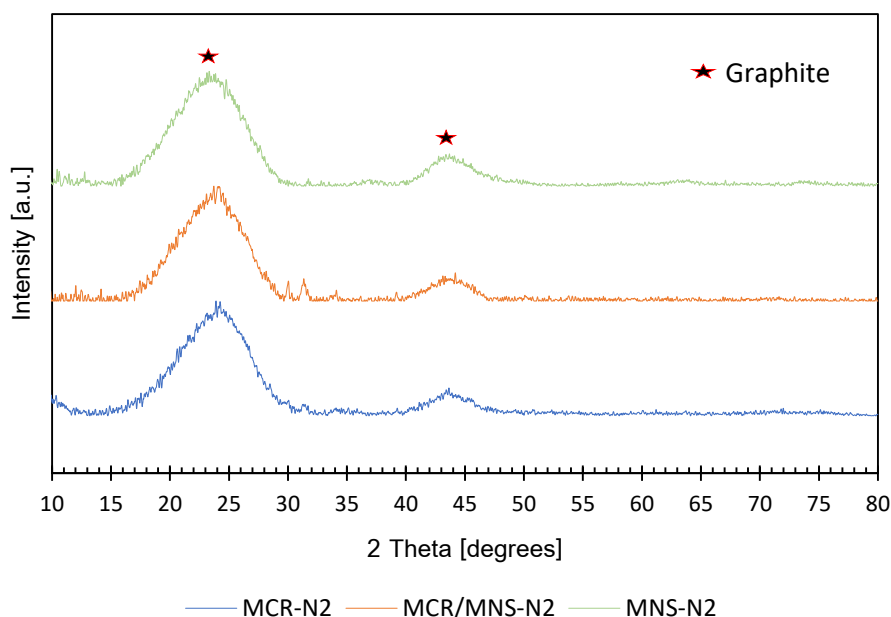
เมื่อเปรียบเทียบวิธีการในการเตรียมคาร์บอนทั้ง 3 วิธีการ คือ การคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน การกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ไนเตรต ที่สภาวะเดียวกัน พบว่าเมื่อทำการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน คาร์บอนที่ได้จะมีพื้นที่ผิวจำเพาะและมีปริมาตรรูพรุนไมโครพอร์และมีไซพอร์ค่อนข้างน้อย จนถือได้ว่าไม่มีรูพรุนทั้งสองชนิดนี้เกิดขึ้น แต่เมื่อทำการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ จะสังเกตเห็นว่าปริมาตรรูพรุนไมโครพอร์และมีไซพอร์มีค่าเพิ่มขึ้น แสดงให้เห็นว่าแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์มีส่วนช่วยให้คาร์บอนเกิดการสร้างรูพรุนแบบไมโครพอร์และมีไซพอร์ได้ แต่จะสร้างรูพรุนแบบไมโครพอร์มากกว่าเมื่อเทียบกับรูพรุนมีไซพอร์ (สังเกตจากค่าปริมาตรของไมโครพอร์ที่มากกว่าปริมาตรมีไซพอร์เมื่อทำการกระตุ้น) และเนื่องจากพื้นที่ผิวของรูพรุนไมโครพอร์คิดเป็น 95 เปอร์เซ็นต์ของพื้นที่ผิวทั้งหมด [9] ส่งผลให้คาร์บอนที่เตรียมด้วยวิธีการนี้มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะสูงที่สุด ในกรณีที่ทำการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ไนเตรต พบว่าปริมาตรรูพรุนไมโครพอร์และมีไซพอร์มีค่าเพิ่มขึ้น แสดงว่า

สารละลายเหล็ก (III) ในเตรต สามารถช่วยให้คาร์บอนเกิดการสร้างของรูพรุนแบบไมโครพอร์และมีโซพอร์ได้เช่นเดียวกัน แต่มีแนวโน้มที่จะสนับสนุนการสร้างรูพรุนแบบมีโซพอร์มากกว่า (สังเกตจากค่าปริมาตรของมีโซพอร์ที่มากกว่าปริมาตรไมโครพอร์เมื่อทำการกระตุ้น) ส่งผลให้ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะที่ได้ยังคงมีค่าน้อยกว่าเมื่อเทียบกับวิธีการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์

เมื่อเปรียบเทียบตัวอย่างสารตั้งต้นที่นำมาใช้ในการสังเคราะห์เป็นคาร์บอน พบว่าวัสดุต่างชนิดกันจะมีเอกลักษณ์เฉพาะตัวที่ส่งผลให้ค่าของพื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรรูพรุนไมโครพอร์และมีโซพอร์ที่ได้มีค่าแตกต่างกัน โดยคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จาก MNS จะเกิดโครงสร้างรูพรุนแบบไมโครพอร์มากที่สุดเมื่อเทียบกับ MCR และ MCR/MNS ส่งผลทำให้มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะสูงที่สุดไม่ว่าจะสังเคราะห์ด้วยวิธีการใดในทางตรงข้ามคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จาก MCR เป็นวัสดุที่มีแนวโน้มที่จะเกิดโครงสร้างรูพรุนแบบมีโซพอร์มากที่สุด (สังเกตจากที่ปกติแล้วการกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์จะช่วยสนับสนุนการเกิดโครงสร้างรูพรุนแบบไมโครพอร์ แต่พบว่า MCR-CO<sub>2</sub> มีค่าปริมาตรของรูพรุนไมโครพอร์และมีโซพอร์ที่พอๆกันคือ 0.1104 และ 0.1253 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม ตามลำดับ ในขณะที่ MNS-CO<sub>2</sub> ปริมาตรของรูพรุนไมโครพอร์และมีโซพอร์ที่ได้จะมีค่าต่างกันมาก โดยมีค่าเท่ากับ 0.2075 และ 0.0581 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม ตามลำดับ) ส่วน MCR/MNS จะมีลักษณะคุณสมบัติอยู่ระหว่างทั้งสองวัสดุ เช่นเมื่อกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์จะมีปริมาตรรูพรุนไมโครพอร์เพิ่มขึ้นเหมือนกับ MNS และเมื่อกระตุ้นสารละลายเหล็ก (III) ในเตรตเพื่อเพิ่มปริมาตรรูพรุนมีโซพอร์จะมีลักษณะเหมือนกับ MCR

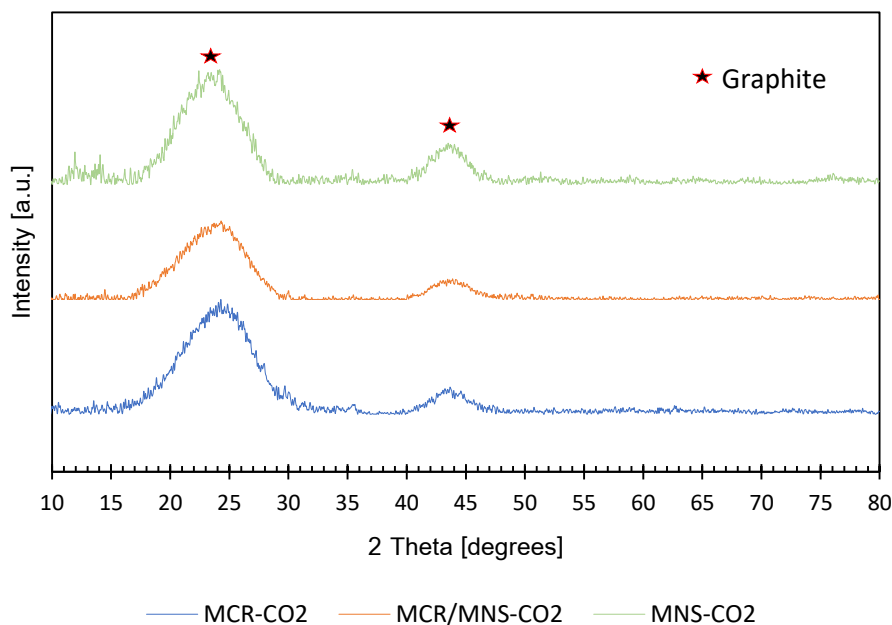
#### 4.2.4 วิเคราะห์โครงสร้างและการจัดเรียงตัวของผลึก

วัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จะถูกนำไปวิเคราะห์โครงสร้างและการจัดเรียงตัวของผลึกโดยใช้เครื่องมือ X-ray diffractometer เมื่อสังเกตรูปแบบการเลี้ยวเบน (Diffraction pattern) ดังแสดงรูปในที่ 19 ของตัวอย่างคาร์บอนที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน (MCR-N<sub>2</sub>, MCR/MNS-N<sub>2</sub> และ MNS-N<sub>2</sub>) ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าเส้นของการเลี้ยวเบนที่มุม 2 Theta (2θ) จะมีพีคที่ปรากฏให้เห็นได้อย่างชัดเจนจำนวน 2 พีค โดย MCR-N<sub>2</sub> จะปรากฏพีคที่บริเวณตำแหน่งประมาณ 23.91 และ 43.64 องศา, MCR/MNS-N<sub>2</sub> ปรากฏพีคที่บริเวณตำแหน่งประมาณ 23.73 และ 44.19 องศา, และ MNS-N<sub>2</sub> ปรากฏพีคที่บริเวณตำแหน่งประมาณ 23.31 และ 43.69 องศา ซึ่งตำแหน่งดังกล่าว (อ้างอิงตาม JCPDS 01-089-8487) บ่งบอกถึงการมีอยู่ของโครงสร้างผลึกแกรไฟต์ (Graphite) ที่มีลักษณะระนาบการจัดเรียงตัวของคาร์บอนเป็นแบบ 002 และ 101 ตามลำดับ แต่จะเห็นว่าตำแหน่งของพีคที่เกิดขึ้นมีลักษณะต่ำและกว้างเป็นแบบ broad peak ซึ่งแสดงให้เห็นว่าคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ ยังคงมีลักษณะโครงสร้างผลึกที่เป็นคาร์บอนอสัณฐาน (Amorphous carbon) ปะปนอยู่



**รูปที่ 19** X-ray diffraction pattern ของคาร์บอน MCR-N<sub>2</sub>, MCR/MNS-N<sub>2</sub>, และ MNS-N<sub>2</sub> ที่ได้จากเผาด้วยกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน

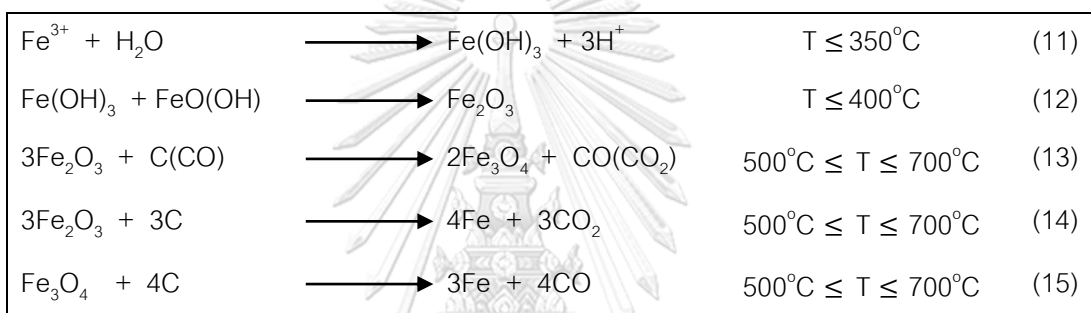
วัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (MCR-CO<sub>2</sub>, MCR/MNS-CO<sub>2</sub> และ MNS-CO<sub>2</sub>) ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง พบว่ารูปแบบของการเลี้ยวเบนที่มุม  $2\theta$  ดังแสดงในรูปที่ 20 มีลักษณะเช่นเดียวกันคาร์บอนที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจนคือ พบโครงสร้างผลึกของแกรไฟต์ที่มีลักษณะระนาบการจัดเรียงตัวของคาร์บอนเป็นแบบ 002 และ 101 นอกจากนี้พีคที่เกิดขึ้นยังคงมีลักษณะที่ต่ำและกว้างแบบ broad peak ซึ่งแสดงให้เห็นว่าคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ยังคงมีลักษณะโครงสร้างผลึกที่มีคาร์บอนอสัณฐานปนอยู่ โดยที่ MCR-CO<sub>2</sub> จะปรากฏพีคที่บริเวณตำแหน่งประมาณ 24.28 และ 43.67 องศา, MCR/MNS-CO<sub>2</sub> ปรากฏพีคที่บริเวณตำแหน่งประมาณ 24.30 และ 43.46 องศา, และ MNS-CO<sub>2</sub> ปรากฏพีคที่บริเวณตำแหน่งประมาณ 24.18 และ 43.51 องศา

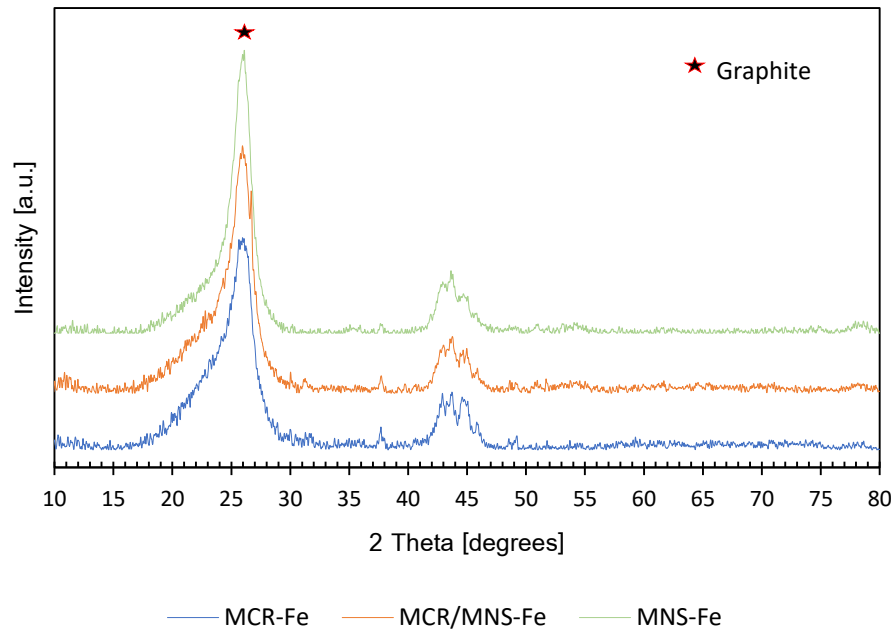


**รูปที่ 20** X-ray diffraction pattern ของคาร์บอน MCR-CO<sub>2</sub>, MCR/MNS- CO<sub>2</sub>, และ MNS- CO<sub>2</sub> ที่ได้จากการการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์

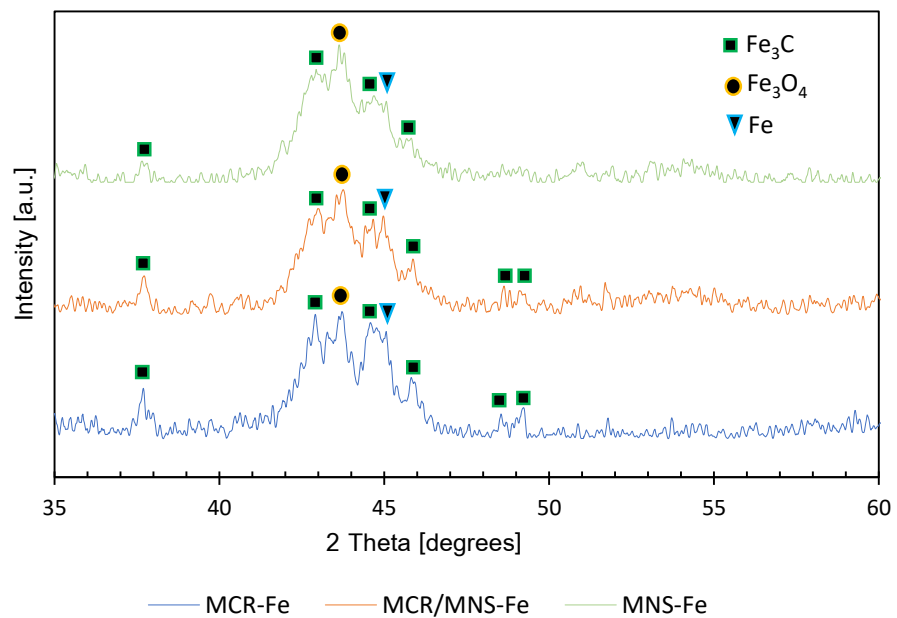
วัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จากการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ไนเตรต (MCR-Fe, MCR/MNS- Fe และ MNS- Fe) ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง เมื่อสังเกตรูปแบบกราฟของการเลี้ยวเบนที่มุม  $2\theta$  ดังแสดงในรูปที่ 21 พบว่าสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ส่วน โดยส่วนแรกคือ ส่วนที่เป็นโครงสร้างผลึกของแกรไฟต์ ซึ่งปรากฏให้เห็นอย่างชัดเจนที่บริเวณตำแหน่งประมาณ 25.95 องศา และมีลักษณะระนาบการจัดเรียงตัวของคาร์บอนเป็นแบบ 002 นอกจากนี้พีกที่ปรากฏยังมีลักษณะที่สูงและแคบเป็นแบบ sharp peak ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ไนเตรต สามารถช่วยปรับปรุงสมบัติความเป็นผลึกของคาร์บอน โดยทำให้คาร์บอนมีการจัดเรียงผลึกที่เป็นระเบียบได้ดียิ่งขึ้นเมื่อเทียบกับคาร์บอนที่ผ่านการคาร์บอนไนเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน และการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ สำหรับส่วนที่สองคือ ส่วนที่เป็นโครงสร้างผลึกของเหล็กต่างๆ ทั้ง 3 ชนิด ดังแสดงในรูปที่ 22 ได้แก่ Fe<sub>3</sub>C (เหล็กคาร์ไบด์), Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (เหล็กแมกนีไทต์), และ Fe<sup>0</sup> (โลหะเหล็ก) ซึ่งการเกิดพีกในลักษณะนี้ช่วยสนับสนุนว่าคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้มีสมบัติความเป็นแม่เหล็ก โดยปรากฏพีกของ Fe<sub>3</sub>C จำนวนทั้งหมด 6 พีก ที่บริเวณตำแหน่งประมาณ 37.69, 42.91, 44.60, 45.82, 48.54, และ 49.23 องศา (อ้างอิงตาม JCPDS 00-076-1877), พีกของ Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> จำนวน 1 พีก ที่บริเวณตำแหน่ง 43.71 องศา (อ้างอิงตาม JCPDS 00-019-0629), และ พีกของ Fe<sup>0</sup> จำนวน 1 พีก ที่บริเวณตำแหน่ง 45.01 องศาซึ่งมีลักษณะระนาบการจัดเรียงตัวเป็นแบบ 110 (อ้างอิงตาม JCPDS 71-4409)

ในการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรต สารประกอบเหล็กต่างๆที่เกิดขึ้นมีขั้นตอนการเกิดดังต่อไปนี้ เริ่มต้นที่ไอออนของเหล็กประจุบวก 3 ( $\text{Fe}^{3+}$ ) ถูกไฮโดรไลต์กลายเป็นสารประกอบเหล็กออกไซด์พื้นฐาน คือ  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  และ  $\text{FeO}(\text{OH})$  ในช่วงที่อุณหภูมิมีค่าต่ำกว่า 350 องศาเซลเซียสดังสมการที่ (11) ต่อมาสารประกอบเหล็กทั้งสองจะถูกเปลี่ยนให้กลายเป็น  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (เหล็กฮีมาไทต์) ในช่วงที่อุณหภูมิมีค่าไม่เกิน 400 องศาเซลเซียสดังสมการที่ (12) หลังจากนั้นในช่วงอุณหภูมิประมาณ 500 - 700 องศาเซลเซียส  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  จะถูกรีดิวซ์โดยคาร์บอนออกไซด์พื้นฐาน เกิดผลิตภัณฑ์เป็น  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  และโลหะเหล็กดังสมการที่ (13) และ (14) ตามลำดับ ทำยที่สุด  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ที่เกิดขึ้นจะถูกรีดิวซ์โดยคาร์บอนออกไซด์พื้นฐาน เกิดเป็นโลหะเหล็กต่อไปดังสมการที่ (15) [30, 31]





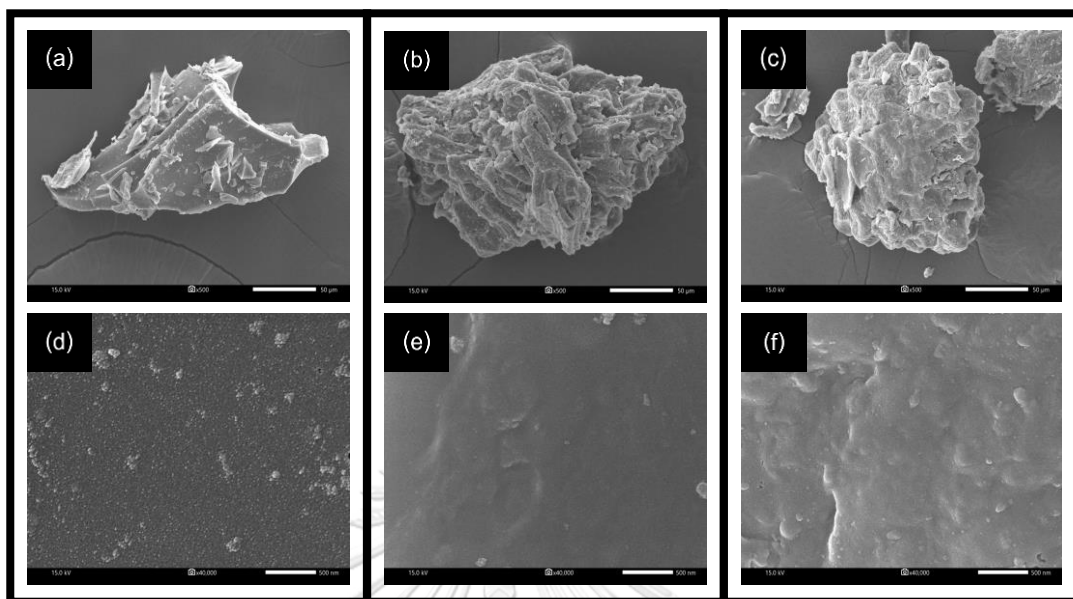
รูปที่ 21 X-ray diffraction pattern ของคาร์บอน MCR-Fe, MCR/MNS- Fe, และ MNS-Fe ที่ได้จากการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรต



รูปที่ 22 X-ray diffraction pattern ของคาร์บอน MCR-Fe, MCR/MNS- Fe, และ MNS-Fe ที่ได้จากการเมื่อกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรตที่มุม  $2\theta$  ตั้งแต่ 35-60 องศา



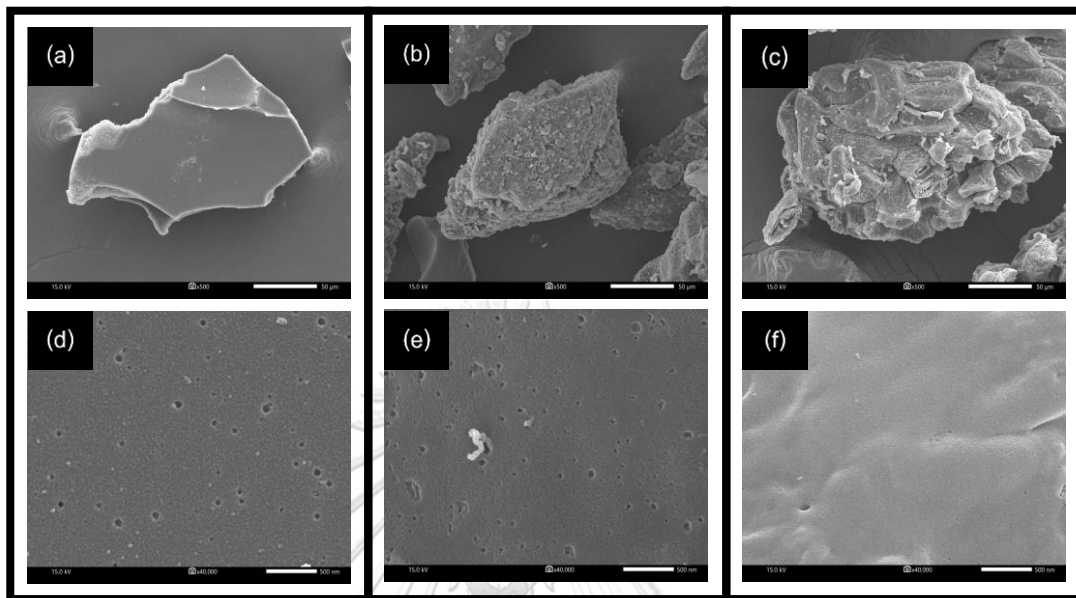
#### 4.2.5 วิเคราะห์สัณฐานวิทยาและลักษณะของพื้นผิว



รูปที่ 23 สัณฐานวิทยาและลักษณะพื้นผิวของคาร์บอน (a),(d) MCR-N<sub>2</sub> (b),(e) MCR/MNS-N<sub>2</sub> (c),(f) MNS-N<sub>2</sub> ที่ได้จากการเผาด้วยกระบวนการคาร์บอนในเข็ช้นภายใต้แก๊สไนโตรเจน

วัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จะถูกนำไปวิเคราะห์สัณฐานวิทยาและลักษณะพื้นผิวโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ร่วมกับการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วย EDS เมื่อสังเกตรูปของตัวอย่างคาร์บอนที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนในเข็ช้นภายใต้แก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง ได้แก่ MCR-N<sub>2</sub>, MCR/MNS-N<sub>2</sub> และ MNS-N<sub>2</sub> โดยเมื่อพิจารณาที่ MCR-N<sub>2</sub> ดังแสดงในรูปที่ 23 (a) ตัวอย่างมีรูปร่างเป็นชิ้น (Flake) เมื่อทำการขยายเพื่อดูลักษณะของพื้นผิว ดังแสดงในรูปที่ 23 (d) พบว่าที่บริเวณพื้นผิวมีความขรุขระ และเมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีดังแสดงในตารางที่ 8 พบเปอร์เซ็นต์โดยจำนวนอะตอมของคาร์บอนเท่ากับ 87.29 และของออกซิเจนเท่ากับ 12.61 เมื่อพิจารณาที่ MCR/MNS-N<sub>2</sub> ที่รูป 23 (b) ตัวอย่างมีรูปร่างเป็นชิ้นที่มีการขดตัวซ้อนกันเป็นก้อนที่มีความขรุขระ เมื่อขยายดูลักษณะของพื้นผิว ดังแสดงในรูปที่ 23 (e) พบว่าที่บริเวณพื้นผิวมีลักษณะหยักเป็นคลื่น และเมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีดังแสดงในตารางที่ 8 พบเปอร์เซ็นต์โดยจำนวนอะตอมของคาร์บอนเท่ากับ 90.99 และของออกซิเจนเท่ากับ 11.65 เมื่อพิจารณาที่ MNS-N<sub>2</sub> จากรูปที่ 23 (c) และ 23 (f) ตัวอย่างมีรูปร่างเป็นก้อนและมีพื้นผิวขรุขระเช่นเดียวกับ MCR/MNS-N<sub>2</sub> และเมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีดังแสดงในตารางที่ 8 พบเปอร์เซ็นต์โดยจำนวนอะตอมของคาร์บอน

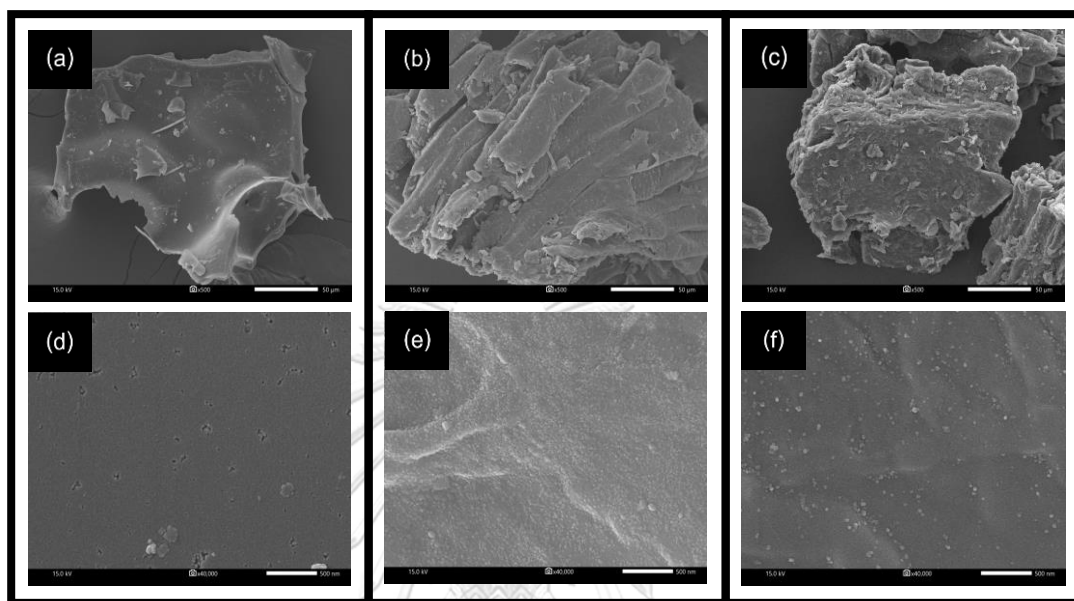
เท่ากับ 93.27 และของออกซิเจนเท่ากับ 6.73 เมื่อดูแนวโน้มของเปอร์เซ็นต์โดยจำนวนอะตอมของคาร์บอนสามารถเรียงจากมากไปน้อยได้เป็น MNS-N<sub>2</sub>, MCR/MNS-N<sub>2</sub>, และ MCR-N<sub>2</sub> ตามลำดับ



รูปที่ 24 สัณฐานวิทยาและลักษณะพื้นผิวของคาร์บอน (a),(d) MCR-CO<sub>2</sub> (b),(e) MCR/MNS-CO<sub>2</sub> (c),(f) MNS-CO<sub>2</sub> ที่ได้จากการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์

เมื่อนำตัวอย่างคาร์บอนที่ได้จากการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง ได้แก่ MCR-CO<sub>2</sub>, MCR/MNS-CO<sub>2</sub> และ MNS-CO<sub>2</sub> ไปวิเคราะห์ด้วย SEM ซึ่งแสดงในรูปที่ 24 โดยเมื่อพิจารณาที่ MCR-CO<sub>2</sub> ในรูปที่ 24 (a) ตัวอย่างมีรูปร่างเป็นชั้นที่มีลักษณะเป็นแผ่นแบน เมื่อทำการขยายเพื่อดูลักษณะของพื้นผิว ดังแสดงในรูปที่ 24 (d) พบว่าที่บริเวณพื้นผิวมีความขรุขระและมีรูขนาดใหญ่ (ประมาณ 60-160 นาโนเมตร) เกิดขึ้นกระจายไปทั่วทั้งพื้นผิว และเมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีดังแสดงในตารางที่ 8 พบเปอร์เซ็นต์โดยจำนวนอะตอมของคาร์บอนเท่ากับ 91.66 และของออกซิเจนเท่ากับ 8.34 และเมื่อพิจารณาที่ MCR/MNS-CO<sub>2</sub> ในรูปที่ 24 (b) ตัวอย่างมีรูปร่างเป็นชั้นที่มีความขรุขระ เมื่อดูลักษณะของพื้นผิว ดังแสดงในรูปที่ 24 (e) พบว่าที่บริเวณพื้นผิวมีความขรุขระและยังพบรูขนาดใหญ่เกิดขึ้นกระจายไปทั่วพื้นผิว และเมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีดังแสดงในตารางที่ 8 พบเปอร์เซ็นต์โดยจำนวนอะตอมของคาร์บอนเท่ากับ 92.91 และของออกซิเจนเท่ากับ 7.09 เมื่อพิจารณาที่ MNS-CO<sub>2</sub> ในรูปที่ 24 (c) ตัวอย่างมีรูปร่างเป็นชั้นที่มีความขรุขระและมีการขดซ้อนตัวกันจนเป็นก้อน และจากรูปที่ 24 (f) พบว่าที่บริเวณพื้นผิวมีลักษณะหยัก

เป็นคลื่นซึ่งมีรูขนาดใหญ่ปรากฏให้เห็นเพียงเล็กน้อย และเมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีดังแสดงในตารางที่ 8 พบเปอร์เซ็นต์โดยจำนวนอะตอมของคาร์บอนเท่ากับ 95.29 และของออกซิเจนเท่ากับ 4.71 เมื่อดูแนวโน้มของเปอร์เซ็นต์โดยจำนวนอะตอมของคาร์บอนสามารถเรียงจากมากไปน้อยได้เป็น MNS-CO<sub>2</sub>, MCR/MNS-CO<sub>2</sub>, และ MCR-CO<sub>2</sub> ตามลำดับ



รูปที่ 25 สัณฐานวิทยาและลักษณะพื้นผิวของคาร์บอน (a),(d) MCR-Fe (b),(e) MCR/MNS-Fe (c),(f) MNS-Fe ที่ได้จากการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ไนเตรต

เมื่อนำตัวอย่างคาร์บอนที่ได้จากการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ไนเตรต ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง ได้แก่ MCR-Fe, MCR/MNS-Fe และ MNS-Fe ไปวิเคราะห์ด้วย SEM ดังแสดงในรูปที่ 25 เมื่อพิจารณาที่ MCR-Fe จากรูปที่ 25 (a) ตัวอย่างมีรูปร่างเป็นชั้นแบน และเมื่อขยายดูลักษณะของพื้นผิว ดังแสดงในรูปที่ 25 (d) พื้นผิวมีความขรุขระและมีรูที่มีขนาดใหญ่เกิดขึ้น นอกจากนี้ยังพบเม็ดที่มีลักษณะเป็นทรงกลมอยู่ที่พื้นผิว และเมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีดังแสดงในตารางที่ 8 พบเปอร์เซ็นต์โดยจำนวนอะตอมของคาร์บอนเท่ากับ 92.75 ของออกซิเจนเท่ากับ 6.60 และของเหล็กเท่ากับ 0.64 เมื่อพิจารณาที่ MCR/MNS-Fe จากรูปที่ 25 (b) ตัวอย่างมีรูปร่างเป็นชั้นที่ดูเหมือนมีแผ่นหลายแผ่นซ้อนประกบกันเป็นชั้น เมื่อทำการขยายดูลักษณะของพื้นผิว ดังแสดงในรูปที่ 25 (e) พบว่าที่บริเวณผิวมีความขรุขระและพบเม็ดทรงกลมติดอยู่ซึ่งจะกระจายไปทั่วบริเวณของพื้นผิว และเมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีดังแสดงในตารางที่ 8 พบเปอร์เซ็นต์โดยจำนวนอะตอมของคาร์บอนเท่ากับ 92.61 ของออกซิเจนเท่ากับ 5.90 และของเหล็กเท่ากับ 1.49 เมื่อพิจารณาที่

MNS-Fe จากรูปที่ 25 (c) พบว่าตัวอย่างมีรูปร่างเป็นชิ้นที่มีความขรุขระ และ จากรูปที่ 25 (f) บริเวณพื้นผิวจะมีลักษณะขรุขระ และยังพบเม็ดลักษณะทรงกลมติดอยู่กระจายไปทั่วทั้งพื้นผิว(เห็นได้ชัดเจนกว่า MCR/MNS-Fe) เมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีดังแสดงในตารางที่ 8 พบเปอร์เซ็นต์โดยจำนวนอะตอมของคาร์บอนเท่ากับ 91.75 ของออกซิเจนเท่ากับ 5.90 และของเหล็กเท่ากับ 2.35 เมื่อดูแนวโน้มของเปอร์เซ็นต์โดยจำนวนอะตอมของเหล็กสามารถเรียงจากมากไปน้อยได้เป็น MNS-Fe, MCR/MNS-Fe, และ MCR-Fe ตามลำดับ

ตารางที่ 8 องค์ประกอบทางเคมีของคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้

ตัวอย่าง	องค์ประกอบทางเคมี					
	Atomic%			Weight%		
	C	O	Fe	C	O	Fe
MCR-N <sub>2</sub>	87.29±0.15	12.61±0.17	-	83.88±0.14	16.12±0.21	-
MCR/MNS-N <sub>2</sub>	90.99±0.14	11.65±0.18	-	88.35±0.14	11.65±0.18	-
MNS-N <sub>2</sub>	93.27±0.16	6.73±0.15	-	91.23±0.16	8.77±0.20	-
MCR-CO <sub>2</sub>	91.66±0.18	8.34±0.19	-	89.19±0.18	10.81±0.25	-
MCR/MNS-CO <sub>2</sub>	92.91±0.16	7.09±0.16	-	90.77±0.15	9.23±0.19	-
MNS-CO <sub>2</sub>	95.29±0.18	4.71±0.18	-	93.83±0.17	6.17±0.18	-
MCR-Fe	92.75±0.13	6.60±0.12	0.64±0.03	88.72±0.13	8.42±0.15	2.87±0.12
MCR/MNS-Fe	92.61±0.14	5.90±0.10	1.49±0.04	91.74±0.13	4.28±0.12	6.46±0.15
MNS-Fe	91.75±0.17	5.90±0.13	2.35±0.05	83.01±0.16	7.11±0.15	9.88±0.23

#### 4.2.6 เปรียบเทียบพื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรรูพรุนไมโครพอร์และมีโซพอร์ของพอลิเมอร์

**ตารางที่ 9** การสังเคราะห์วัสดุที่มีรูพรุนจากพอลิเมอร์สังเคราะห์

Sample	Activation agent	Carbonization condition	S <sub>BET</sub> [m <sup>2</sup> /g]	V <sub>total</sub> [cm <sup>3</sup> /g]	V <sub>micro</sub> [cm <sup>3</sup> /g]	V <sub>meso</sub> [cm <sup>3</sup> /g]	Ref
4-aminophenol formaldehyde	-	1 <sup>st</sup> step: 350°C , 2 h 2 <sup>nd</sup> step: 700°C , 4 h	344	0.19	NR	NR	[32]
Phenol formaldehyde	-	800°C , 3 h	438	0.19	0.18	NR	[33]
Resorcinol formaldehyde	-	900°C , 2 h	685	NR	0.27	N/D	[34]
Resorcinol formaldehyde	Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	800°C , 2 h	553	NR	0.22	0.19	[34]
Resorcinol formaldehyde	Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	850°C , 2 h	467	NR	0.19	0.21	[34]
Resorcinol formaldehyde	Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	900°C , 2 h	400	NR	0.16	0.21	[34]
Polyimide	-	800°C , 2 h	334	0.1823	0.1464	NR	[35]
Polyacrylamide	-	650°C , 2 h	648	0.59	0.11	NR	[36]
Phenol-formaldehyde beads from bamboo tar	CO <sub>2</sub>	1 <sup>st</sup> step: 500°C , 2 h 2 <sup>nd</sup> step: 800°C , 2 h	108	0.071	0.035	NR	[37]
Phenol-formaldehyde beads from bamboo tar	CO <sub>2</sub>	1 <sup>st</sup> step: 500°C , 2 h 2 <sup>nd</sup> step: 900°C , 2 h	189	0.105	0.070	NR	[37]

NR=No report, N/D = No determined

จากตารางที่ 9 พบว่าคาร์บอนที่มาจากพอลิเมอร์แบบเทอร์โมเซตที่ได้สังเคราะห์ทางเคมีส่วนมากจะมีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนค่อนข้างสูง โดยที่ไม่จำเป็นต้องนำไปผ่านการกระตุ้นทางกายภาพหรือทางเคมี แต่จากหลายงานวิจัยจะพบว่าส่วนมากจะสนใจเฉพาะปริมาตรรูพรุนไมโครพอร์และไม่ได้มีการกล่าวถึงปริมาตรรูพรุนมีโซพอร์ซึ่งอาจเป็นไปได้ว่า พอลิเมอร์ที่มาจากทางเคมีโดยส่วนมากอาจจะมีแต่รูพรุนไมโครพอร์เกิดขึ้น โดยในงานวิจัยของ Huang และคณะ [37] ศึกษาการสังเคราะห์คาร์บอนจากน้ำมันทาร์ของไผ่ ซึ่งมีโครงสร้างคล้ายกับฟีนอล จึงถูกนำมาใช้เป็นสารตั้งต้นแทนการใช้ฟีนอลสำหรับการสร้างฟีนอลฟอร์มัลดีไฮด์ และเมื่อนำไปผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน

ชั้นและกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เพื่อผลิตเป็นคาร์บอนพบว่ามีความจำเพาะอยู่ในช่วง 108-189 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรของรูพรุนแบบไมโครพอร์อยู่ในช่วง 0.035 -0.070 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และเมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยของเราที่ศึกษาการนำ MCR ไปผ่านกระบวนการกระตุ้นด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่ 850 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง จะพบว่าคาร์บอนที่ได้มีสมบัติเชิงรูพรุนที่ดีกว่า โดยมีค่าของพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 291 ตารางเมตรต่อกรัม, มีปริมาตรรูพรุนแบบไมโครพอร์ และมีไซพอร์เท่ากับ 0.1104 และ 0.1253 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม ตามลำดับ และเมื่อทำเป็นคอมโพสิตเรซิน MCR/MNS จะมีพื้นที่ผิวเท่ากับ 412 ตารางเมตรต่อกรัม มีปริมาตรรูพรุนไมโครพอร์เท่ากับ 0.1860 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรรูพรุนชนิดมีไซพอร์เท่ากับ 0.0575 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม

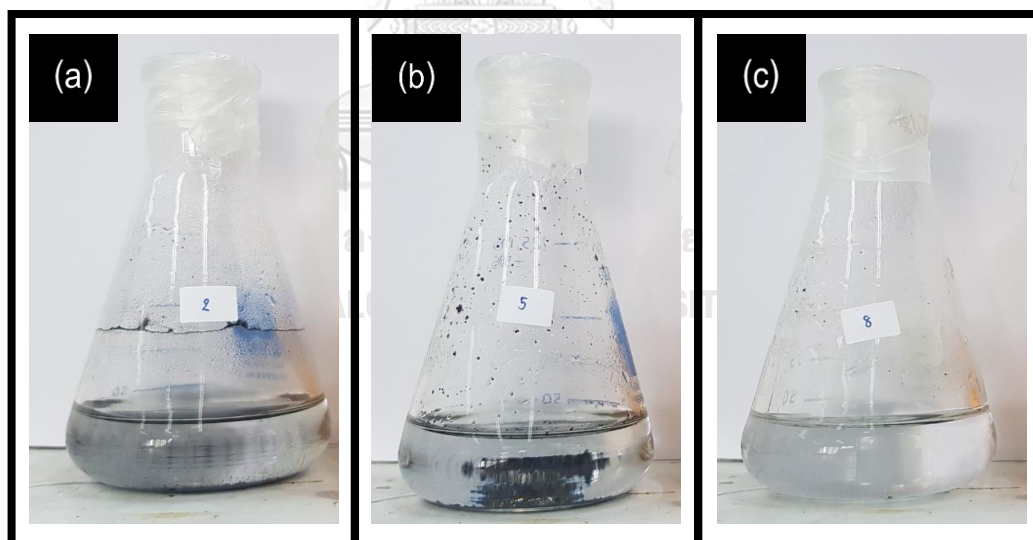
#### 4.3 ทดลองนำคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไปดูดซับสารละลายเมทิลออเรนจ์ในเบื้องต้น

วัสดุที่มีรูพรุนสามารถนำไปใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆได้ เช่น การกำจัดกลิ่นที่ไม่ต้องการ การฟอกสีของสารละลาย การทำน้ำให้บริสุทธิ์ และการนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยส่วนมากถ่านที่มีขนาดรูพรุนขนาดใหญ่จะถูกนำไปใช้เป็นตัวดูดซับในระบบของเหลว ในขณะที่ถ่านที่มีรูพรุนขนาดเล็กจะถูกนำไปใช้ในการดูดซับแก๊สและไอระเหยต่างๆ โดยในงานวิจัยนี้พบว่าเมื่อทำการสังเคราะห์คาร์บอนด้วยวิธีการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรต จะมีรูพรุนแบบไมโครพอร์และมีไซพอร์เกิดขึ้นซึ่งเหมาะที่จะนำไปเป็นตัวดูดซับกำจัดพวกสารโมเลกุลใหญ่ โดยมีการนำไปทดสอบการดูดซับสีของเมทิลออเรนจ์ที่ความเข้มข้น 10 ppm และพบว่าคาร์บอนที่ได้จากทั้งสองวิธีการนี้กำจัดสีของเมทิลออเรนจ์ได้ทั้งหมด ดังแสดงในรูปที่ 27 และ 28 นอกจากนี้เพื่อเป็นการยืนยันความสามารถของรูพรุนไมโครพอร์และมีไซพอร์ในการดูดซับสีของเมทิลออเรนจ์ จึงได้นำคาร์บอนที่ได้จากการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน ซึ่งมีรูพรุนเพียงเล็กน้อยไปทดสอบการดูดซับ พบว่า MCR-N2, MCR/MNS-N2 และ MNS-N2 สามารถดูดซับสีของเมทิลออเรนจ์ได้บางส่วน ดังแสดงในรูปที่ 29

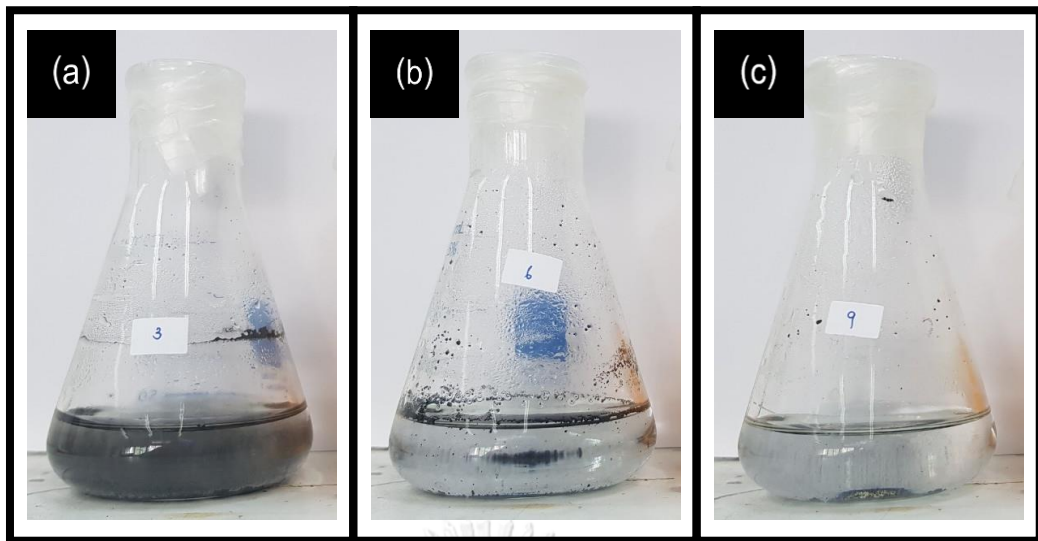
นอกจากนี้เมื่อนำคาร์บอนที่ถูกกระตุ้นด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรตไปแช่ในตัวกลางพบว่าคาร์บอนมีคุณสมบัติของความเป็นแม่เหล็ก สามารถดูดแยกออกมาจากตัวกลางได้ด้วยแรงแม่เหล็กภายนอก ดังแสดงในรูปที่ 30



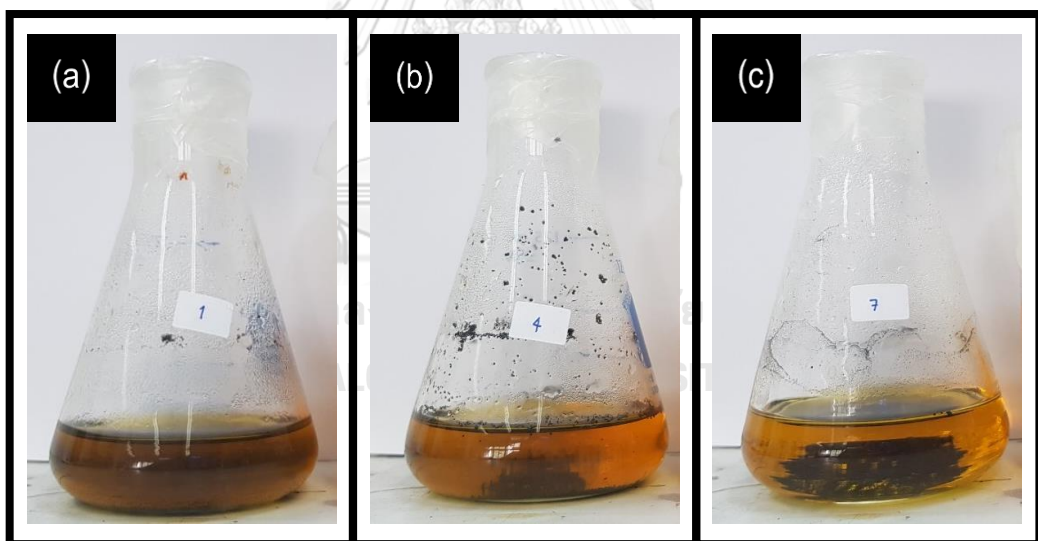
รูปที่ 26 สารละลายเมทิลออเรนจ์ความเข้มข้น 10 ppm



รูปที่ 27 การดูดซับเมทิลออเรนจ์ของ (a) MCR-CO<sub>2</sub> (b) MCR/MNS-CO<sub>2</sub> (c) MNS-CO<sub>2</sub> ที่ได้จากการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์

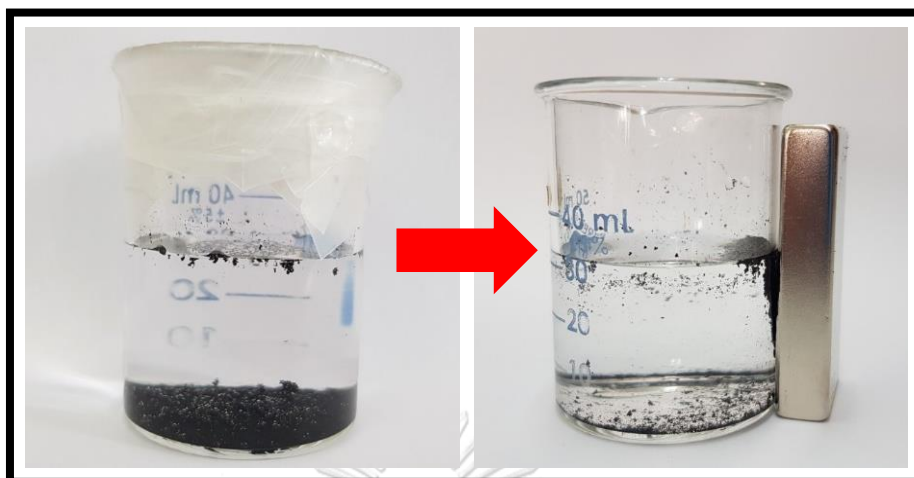


รูปที่ 28 การดูดซับเมทิลออเรนจ์ของ (a) MCR-Fe (b) MCR/MNS-Fe (c) MNS-Fe ที่ได้จากการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ไนเตรต



รูปที่ 29 การดูดซับเมทิลออเรนจ์ของ (a) MCR-N<sub>2</sub> (b) MCR/MNS-N<sub>2</sub> (c) MNS-N<sub>2</sub> ที่ได้จากการเผาด้วยกระบวนการคาร์บอนไนเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน





รูปที่ 30 การแยกคาร์บอนที่ผ่านการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ไนเตรต ออกจากตัวกลาง โดยใช้แม่เหล็กจากภายนอก

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลอง

#### 5.1 การสังเคราะห์เรซิน

เมื่อทำการสังเคราะห์เรซินที่สภาวะอุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศ โดยไม่มีการใช้ตัวเร่งในปฏิกิริยา และทำการบ่มที่อุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศ พบว่าเรซินสามารถแข็งตัวได้ ซึ่งเมื่อเรซินแข็งตัวจะมีลักษณะเป็นสีน้ำตาลเข้มที่มีความแข็ง โดยเรซินที่สังเคราะห์ได้ออกเป็น 2 ชนิด คือ MCR และ MCR/MNS

เมื่อนำเรซินที่สังเคราะห์ได้คือ MCR และ MCR/MNS ไปวิเคราะห์โดยใช้ TGA เพื่อศึกษาสมบัติเชิงความร้อนพบว่าเรซินทั้งสองมีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดี โดย MCR จะมีการสลายตัวอยู่ในช่วงอุณหภูมิประมาณ 382-750 องศาเซลเซียส ส่วน MCR/MNS จะสลายตัวอยู่ในช่วงอุณหภูมิประมาณ 368-600 องศาเซลเซียส

#### 5.2 การสังเคราะห์คาร์บอน

เมื่อทำการสังเคราะห์คาร์บอนด้วยวิธีการที่แตกต่างกัน 3 วิธี ได้แก่ การคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน การกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์และ การกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรต ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าคาร์บอนที่ได้จาก MCR, MCR/MNS และ MNS มีลักษณะเป็นของแข็งสีดำ

เมื่อนำคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์หาพื้นที่ผิว และปริมาตรรูพรุนไมโครพอร์และมีโซพอร์ โดยใช้เทคนิคการดูดซับและการคายซับของแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน พบว่าเมื่อทำการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน คาร์บอนที่ได้มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะและมีปริมาตรรูพรุนไมโครพอร์และมีโซพอร์ที่ค่อนข้างน้อยจนถือได้ว่าไม่มีรูพรุนเกิดขึ้น แต่เมื่อทำการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรต สามารถเพิ่มปริมาตรรูพรุนไมโครพอร์และมีโซพอร์ได้เช่นเดียวกัน แต่พบว่าการกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์จะเป็นการสนับสนุนการสร้างรูพรุนแบบไมโครพอร์ ในขณะที่การกระตุ้นด้วยสารละลายเหล็ก (III) ในเตรตเป็นการสนับสนุนการสร้างรูพรุนแบบมีโซพอร์

เมื่อนำคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์โครงสร้างและการจัดเรียงตัวของผลึกโดยใช้ XRD โดยเมื่อทำการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน และการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ จะพบโครงสร้างของผลึกแกรไฟต์ ที่ยังมีคาร์บอนอสัณฐานปนอยู่ แต่เมื่อนำไปกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ไนเตรต จะพบโครงสร้างของผลึกแกรไฟต์ที่มีความเป็นผลึกสูง นอกจากนี้ยังพบสารประกอบเหล็กได้แก่  $Fe_3C$ ,  $Fe_3O_4$ , และ  $Fe^0$  ซึ่งเป็นการยืนยันเบื้องต้นได้ว่าคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้มีสมบัติความเป็นแม่เหล็ก

เมื่อนำคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์สัณฐานวิทยาและลักษณะพื้นผิวร่วมกับการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี โดยใช้เทคนิค SEM-EDS เมื่อสังเคราะห์คาร์บอนด้วยวิธีการคาร์บอนในเซชันภายใต้แก๊สไนโตรเจน พบว่าคาร์บอนที่มาจาก MCR, MCR/MNS และ MNS จะมีลักษณะเป็นชั้นและมีผิวที่ขรุขระ และเมื่อทำการกระตุ้นทางกายภาพด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ คาร์บอนจะมีลักษณะเป็นชั้นและมีผิวที่ขรุขระเหมือนกันสำหรับทุกตัวอย่าง แต่เมื่อดูที่พื้นผิวคาร์บอนที่มาจาก MCR และ MCR/MNS จะพบรูพรุนที่มีขนาดใหญ่ปรากฏกระจายอยู่ทั่วพื้นผิว และเมื่อทำการกระตุ้นทางเคมีด้วยสารละลายเหล็ก (III) ไนเตรต คาร์บอนจะมีลักษณะเป็นชั้นและมีผิวที่ขรุขระสำหรับทุกตัวอย่าง และเมื่อดูที่พื้นผิวของ MCR จะยังคงพบรูพรุนขนาดใหญ่อยู่ นอกจากนี้ยังพบเม็ดทรงกลมเกิดขึ้นที่พื้นผิวสำหรับทุกตัวอย่างเช่นเดียวกัน

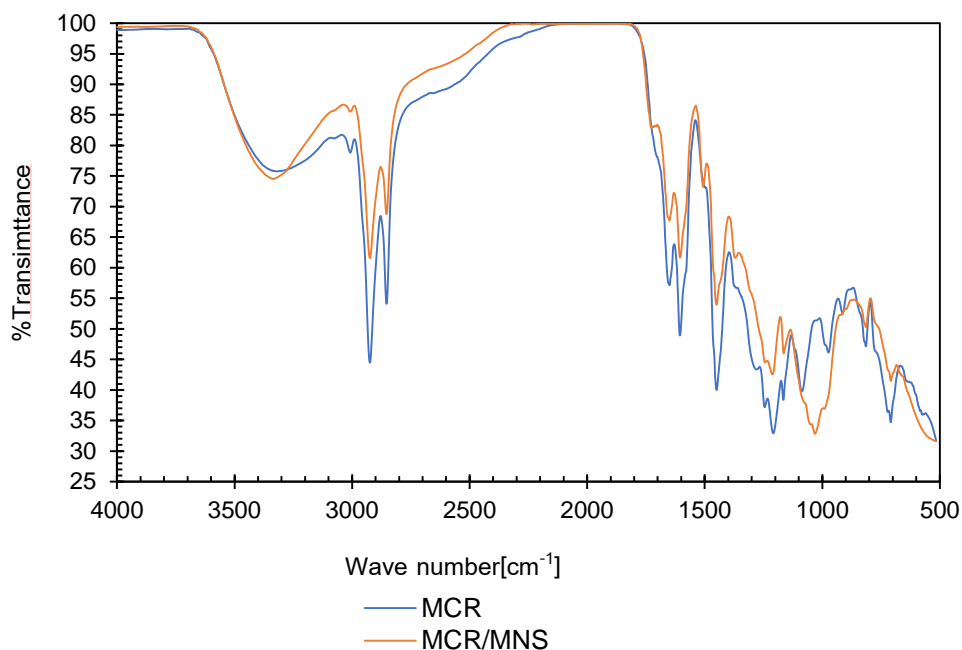
### 5.3 ข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้ นำเอาน้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ และเปลือกแมคคาเดเมียมาซึ่งเป็นทรัพยากรทางธรรมชาติที่ใช้ได้ไม่หมดสิ้นหรือสามารถทดแทนได้ (Renewable Resources) มาใช้ใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตเรซินและการสังเคราะห์คาร์บอน ซึ่งเกี่ยวข้องกับงานวิจัยด้าน BCG (Bio-Circular-Green Economy) ที่เป็นโมเดลเศรษฐกิจสู่การพัฒนาที่ยั่งยืน ซึ่งคือแนวคิดที่จะนำวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยีและนวัตกรรมไปพัฒนาความสามารถในการแข่งขันอย่างยั่งยืนให้กับ 4 อุตสาหกรรม ได้แก่ อุตสาหกรรมเกษตรและอาหาร อุตสาหกรรมพลังงานและวัสดุ อุตสาหกรรมสุขภาพและการแพทย์ และ อุตสาหกรรมบริการท่องเที่ยวและบริการ ซึ่งจะไปช่วยเพิ่มประสิทธิภาพให้กับผู้ผลิตที่เป็นฐานการผลิตเดิม เช่น เกษตรกร ได้ต่อไปในอนาคต

## ภาคผนวก

## 1. การสังเคราะห์เรซิน

วิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีและหมู่ฟังก์ชัน

รูปที่ 31 สเปกตรัม FT-IR ของ MCR และ MCR/MNS ในช่วงเลขคลื่น 4000-500 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup>

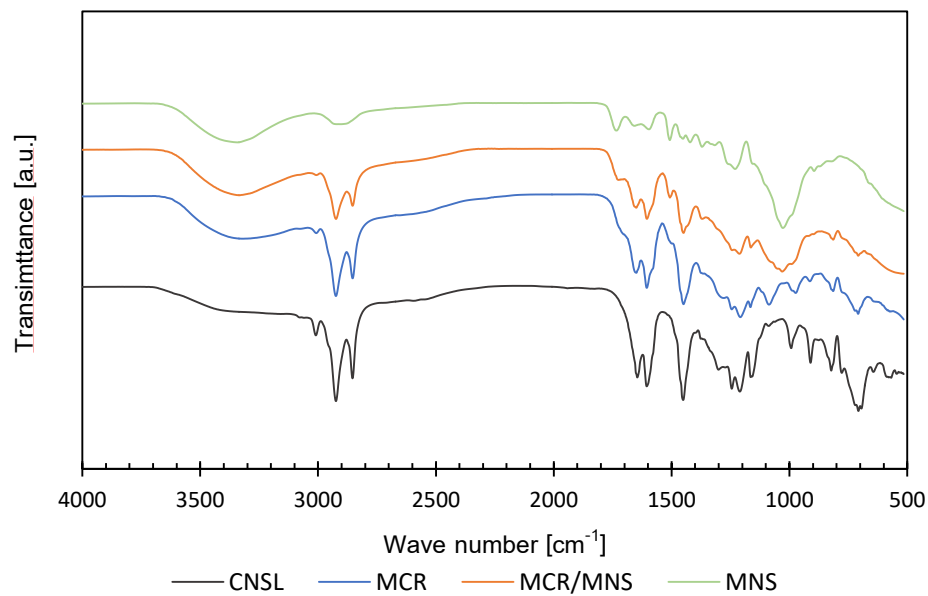
จากการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีและหมู่ฟังก์ชันของตัวอย่างเรซิน MCR โดยใช้เครื่องมือ Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) ซึ่งใช้หลักการเกี่ยวกับการสั่นของโมเลกุลแสงอินฟราเรดช่วงกลาง (2.5-25 ไมโครเมตร) ในช่วงเลขคลื่น 4000-500 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> โดยจะมีการแบ่งช่วงของความถี่ออกเป็นสองส่วน ส่วนแรก คือ ช่วงบริเวณของหมู่ฟังก์ชัน (functional group region) ในช่วงความถี่ประมาณ 4000-1400 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> เป็นช่วงพลังงานของการสั่นแบบยืด (Stretching) หรือหด (Bending) ของพันธะในโมเลกุล ซึ่งใช้ในการตรวจสอบว่าในสารตัวอย่างมีหมู่ฟังก์ชันใดบ้าง ส่วนที่สอง คือ ช่วงบริเวณลายนิ้วมือ (Fingerprint region) ในช่วงความถี่ประมาณ 1400-500 cm<sup>-1</sup> จะพบลักษณะของพีคที่มีความซับซ้อนที่แสดงลักษณะเฉพาะของสาร ซึ่งมีประโยชน์ในการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารเพื่อเปรียบเทียบว่าเป็นชนิดเดียวกันหรือไม่

เมื่อพิจารณาที่ MCR ดังแสดงในรูปที่ 31 พบว่ามีพีคปรากฏที่ตำแหน่งต่างๆดังต่อไปนี้ ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3317 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> มีลักษณะกว้างและต่ำแบบ broad ซึ่งเกิดจากการสั่นแบบยืดของพันธะ O-H ของหมู่ไฮดรอกซิลหรือแอลกอฮอล์ที่เกิดพันธะไฮโดรเจน สำหรับตำแหน่งเลขคลื่นที่ 3077 และ 3008 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงถึงการสั่นแบบยืดของ =C-H ของอัลคีน ที่ตำแหน่ง 2924 และ

2853 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงถึงการสั่นแบบยืดของพันธะ C-H ที่บ่งบอกว่ามีหมู่ของ CH<sub>3</sub>, CH<sub>2</sub> และ CH ของอัลเคน ที่ตำแหน่ง 1650 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงถึงการสั่นแบบยืดของพันธะ C=C ของอัลคีน ตำแหน่งเลขคลื่นที่ 1606 และ 1449 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงถึงการสั่นแบบยืดของพันธะ C=C ของเบนซีนและเบนซีนที่มีหมู่แทนที่ ในส่วนของบริเวณลายนิ้วมือจะพบว่าเลขคลื่นที่ตำแหน่ง 1279 และ 1245 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> พบว่ามี การสั่นแบบยืดของพันธะ C-O ของหมู่เอเธอร์และเอสเทอร์ ที่ตำแหน่ง 1208 cm<sup>-1</sup> แสดงถึงการสั่นแบบยืดของพันธะ C-O ของฟีนอล ที่ตำแหน่ง 1165 และ 1087 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงถึงการสั่นแบบยืดของพันธะ C-O ของแอลกอฮอล์ตติยภูมิและปฐมภูมิ ที่ตำแหน่ง 973 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงถึงการสั่นแบบงอที่อยู่บนอระนาบของพันธะ C-H ของอัลคีนที่มีหมู่แทนที่ 2 หมู่ (แบบ trans RCH=CHR') ที่ตำแหน่ง 815 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงถึงการสั่นแบบงอที่อยู่บนอระนาบของพันธะ C-H ของเบนซีน ที่มีหมู่แทนที่ 2 หมู่ แบบพาราเบนซีน และที่ตำแหน่งเลขคลื่น 700 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงถึงการสั่นแบบงอที่อยู่บนอระนาบของพันธะ C-H ของอัลคีนที่มีหมู่แทนที่ 2 หมู่ (แบบ cis RCH=CHR') [38, 39]

เมื่อพิจารณาที่ MCR/MNS ดังแสดงในรูปที่ 31 พบว่ามีพีคปรากฏที่ตำแหน่งต่างๆดังต่อไปนี้ ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3335 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> ซึ่งเกิดจากการสั่นแบบยืดของพันธะ O-H ของหมู่ไฮดรอกซิลหรือแอลกอฮอล์ที่เกิดพันธะไฮโดรเจน สำหรับตำแหน่งเลขคลื่นที่ 3007 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงถึงการสั่นแบบยืดของ =C-H ของอัลคีน ส่วนที่ตำแหน่ง 2924 และ 2854 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงถึงการสั่นแบบยืดของพันธะ C-H ที่บ่งบอกว่ามีหมู่ของ CH<sub>3</sub>, CH<sub>2</sub> และ CH ของอัลเคน ที่ตำแหน่ง 1650 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงถึงการสั่นแบบยืดของพันธะ C=C ของอัลคีน ตำแหน่งเลขคลื่นที่ 1606, 1507 และ 1449 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงถึงการสั่นแบบยืดของพันธะ C=C ของเบนซีนและเบนซีนที่มีหมู่แทนที่ ในส่วนของบริเวณลายนิ้วมือจะพบว่าเลขคลื่นที่ตำแหน่ง 1369 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงถึงการสั่นแบบงอของพันธะ C-H ของอัลเคน ที่ตำแหน่ง 1243 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงถึงการสั่นแบบยืดของพันธะ C-O ของหมู่เอเธอร์และเอสเทอร์ ที่ตำแหน่ง 1212 cm<sup>-1</sup> แสดงถึงการสั่นแบบยืดของพันธะ C-O ของฟีนอล ที่ตำแหน่ง 1165 และ 1084 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงถึงการสั่นแบบยืดของพันธะ C-O ของแอลกอฮอล์ตติยภูมิและปฐมภูมิ ที่ตำแหน่ง 814 cm<sup>-1</sup> แสดงถึงการสั่นแบบงอที่อยู่บนอระนาบของพันธะ C-H ของเบนซีน ที่มีหมู่แทนที่ 2 หมู่ แบบพาราเบนซีน และที่ตำแหน่งเลขคลื่น 708 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงถึงการสั่นแบบงอที่อยู่บนอระนาบของพันธะ C-H ของอัลคีนที่มีหมู่แทนที่ 2 หมู่ (แบบ cis RCH=CHR') [38, 39]

จากรูปที่ 32 เมื่อเปรียบเทียบเส้นสเปกตรัมระหว่าง MCR และ MCR/MNS ที่ช่วงความถี่ประมาณ 4000-1400 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> เส้นกราฟจะมีลักษณะของการเกิดของพีคที่ตำแหน่งตรงกัน แสดงว่ามีวัสดุทั้งสองชนิดมีหมู่ฟังก์ชันที่เหมือนกันทุกประการ แต่เมื่อสังเกตในช่วงลายนิ้วมือที่ช่วงความถี่ประมาณ 1400-500 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup> จะพบว่ามีส่วนพีคขึ้นตรงกันและต่างกันแสดงว่าเป็นสารที่ต่างชนิดกัน โดยเมื่อสังเกตจากรูปที่ 15 MCR/MNS จะมีส่วนของพีคที่เป็นของ MNS เพิ่มขึ้นมา



รูปที่ 32 สเปกตรัม FT-IR ของ CNSL, MCR, MCR/MNS, และ MNS ในช่วงเลขคลื่น 4000-500 ตารางเซนติเมตร<sup>-1</sup>

## 2. การสังเคราะห์คาร์บอน

ตารางที่ 10 แสดง %burn off และ % yield ของคาร์บอนที่ได้จากการคาร์บอนไนเซชันและการกระตุ้นที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง

ตัวอย่าง	น้ำหนักก่อนเผา (กรัม)	น้ำหนักหลังเผา (กรัม)	% burn off	% yield
MCR-N <sub>2</sub>	50.0	12.3	75.4	24.6
MCR/MNS-N <sub>2</sub>	50.0	13.1	73.8	26.2
MNS-N <sub>2</sub>	50.0	12.9	74.2	25.8
MCR-CO <sub>2</sub>	1 <sup>st</sup> Step 50.0	12.3	75.4	24.6
	2 <sup>nd</sup> step 5.0	3.4	32.0	6.8
MCR/MNS-CO <sub>2</sub>	1 <sup>st</sup> Step 50.0	13.1	73.8	26.2
	2 <sup>nd</sup> step 5.0	4.1	18.0	8.2
MNS-CO <sub>2</sub>	1 <sup>st</sup> Step 50.0	12.9	74.2	25.8
	2 <sup>nd</sup> step 5.0	4.3	14.0	8.6
MCR-Fe	30.0	8.3	72.3	27.7
MCR/MNS-Fe	30.0	8.8	70.7	29.3
MNS-Fe	30.0	8.5	71.7	28.3

## บรรณานุกรม

1. Balgude, D. and A. Sabnis, *CNSL: An environment friendly alternative for the modern coating industry*. Journal of Coatings Technology and Research, 2014. **11**.
2. Satiyalekshmi, K., *Studies on structure and properties of CNSL novolac resins prepared with succinic acid catalyst*. Bull Master Sci., 1993. **16**: p. 137-150.
3. Chuayjuljit, S., P. Rattanametangkool, and P. Potiyaraj, *Preparation of cardanol-formaldehyde resins from cashew nut shell liquid for the reinforcement of natural rubber*. Journal of Applied Polymer Science, 2007. **104**: p. 1997-2002.
4. Rahmawati, P., et al., *Synthesis of Cardanol-Based Novolac Resin from Cashew Nut Shell Liquid*. Journal of Engineering Science, 2019. **15**: p. 23-33.
5. Subbarao, C.N.V., *Review on Applications, Extraction, Isolation and Analysis of Cashew Nut Shell Liquid (CNSL)*. The Pharma Research Journal, 2011. **06**(01): p. 21-41.
6. วงษ์วิไล, พ. 4 ประโยชน์จาก "ถั่วแมคคาเดเมีย" อร่อย ดีต่อสุขภาพ. 2020 19 August.
7. Ltd, F.M.C.P., *What are macadamia nuts good for*. 2020.
8. Whanpetch, S., *Bio-oil Production from water hyacinth by fast pyrolysis*, in *Chemical Technology*. 2009, Chulalongkorn University. p. 98.
9. Vijit, J., *Preparation of activated carbon from Eucalyptus camaldulensis Dehnh. by activation with carbon dioxide and superheated steam*, in *Chemical Technology*. 2000, Chulalongkorn University.
10. Chaiyot, T., *Preparation of Activated carbon from Biomass-Based Material and the Characterization of Pore Structure*. 2003, Suranaree university of technology.
11. Waiuasusri, S., *Phosphate Removal in Wastewater by Adsorption on Calcium Carbamate*. 2015, Dhurakij Pundit University. p. 86.
12. Thongdee, N., *Preparation of mesoporous alumina membrane using Sol-gel method*, in *Ceramic Engineering*. 2017, Suranaree University of Technology.
13. M, N. and S. Murugavel, *Synthesis, spectral and thermal degradation kinetics of novolac resins derived from cardanol*. High Performance Polymers, 2013. **25**.
14. Jadhav, N.L., S.K.C. Sastry, and D.V. Pinjari, *Energy efficient room temperature synthesis of cardanol-based novolac resin using acoustic cavitation*. Ultrasonics Sonochemistry, 2018. **42**: p. 532-540.



15. Udhayasankar, R. and B. Kathikeyan, *PREPARATION AND PROPERTIES OF CASHEW NUT SHELL LIQUID-BASED COMPOSITE REINFORCED BY COCONUT SHELL PARTICLES*. Surface Review and Letters, 2018: p. 1850174.
16. Spagnoli, A.A., D.A. Giannakoudakis, and S. Bashkova, *Adsorption of methylene blue on cashew nut shell based carbons activated with zinc chloride: The role of surface and structural parameters*. Journal of Molecular Liquids, 2017. **229**: p. 465-471.
17. Subramaniam, R. and S. Kumar Ponnusamy, *Novel adsorbent from agricultural waste (cashew NUT shell) for methylene blue dye removal: Optimization by response surface methodology*. Water Resources and Industry, 2015. **11**: p. 64-70.
18. Jung, S.-H., et al., *Production and characterization of microporous activated carbons and metallurgical bio-coke from waste shell biomass*. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 2014. **109**: p. 123-131.
19. Devi, V., et al., *Preparation and characterization of CNSR functionalized Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> magnetic nanoparticles: An efficient adsorbent for the removal of cadmium ion from water*. Journal of Environmental Chemical Engineering, 2017. **5**(5): p. 4539-4546.
20. Ji, Y., et al., *Eco-friendly fabrication of a cost-effective cellulose nanofiber-based aerogel for multifunctional applications in Cu(II) and organic pollutants removal*. Journal of Cleaner Production, 2020. **255**: p. 120276.
21. Zafar, F., et al., *Application of FTIR-ATR spectroscopy to confirm the microwave assisted synthesis and curing of Cashew nut shell liquid derived nanostructured materials*. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 2020. **228**: p. 117732.
22. Senthil Kumar, P., et al., *Adsorption of dye from aqueous solution by cashew nut shell: Studies on equilibrium isotherm, kinetics and thermodynamics of interactions*. Desalination, 2010. **261**(1): p. 52-60.
23. Kumar, P.S., et al., *Adsorption behavior of nickel(II) onto cashew nut shell: Equilibrium, thermodynamics, kinetics, mechanism and process design*. Chemical Engineering Journal, 2011. **167**(1): p. 122-131.
24. Aworn, A., P. Thiravetyan, and W. Nakbanpote, *Preparation and characteristics of agricultural waste activated carbon by physical activation having micro- and mesopores*. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 2008. **82**: p. 279-285.

25. Poinern, G.E.J., et al., *Adsorption of the aurocyanide, Au(CN)<sub>2</sub>- complex on granular activated carbons derived from macadamia nut shells – A preliminary study*. Minerals Engineering, 2011. **24**(15): p. 1694-1702.
26. Rodrigues, L., et al., *Activated carbon derived from macadamia nut shells: An effective adsorbent for phenol removal*. Journal of Porous Materials, 2013. **20**.
27. Ahmadpour, A. and D.D. Do, *The preparation of activated carbon from macadamia nutshell by chemical activation*. Carbon, 1997. **35**(12): p. 1723-1732.
28. Martins, A.C., et al., *Removal of tetracycline by NaOH-activated carbon produced from macadamia nut shells: Kinetic and equilibrium studies*. Chemical Engineering Journal, 2015. **260**: p. 291-299.
29. Papadopoulou, E. and K. Chrissafis, *Thermal study of phenol-formaldehyde resin modified with cashew nut shell liquid*. Thermochimica Acta, 2011. **512**(1): p. 105-109.
30. Zhu, X., et al., *Controllable synthesis of magnetic carbon composites with high porosity and strong acid resistance from hydrochar for efficient removal of organic pollutants: An overlooked influence*. Carbon, 2016. **99**: p. 338-347.
31. Paul Guin, J., Y.K. Bhardwaj, and L. Varshney, *Radiation grafting: A voyage from bio-waste corn husk to an efficient thermostable adsorbent*. Carbohydr Polym, 2018. **183**: p. 151-164.
32. Tian, H., et al., *Revisiting the Stöber method: Design of nitrogen-doped porous carbon spheres from molecular precursors of different chemical structures*. J Colloid Interface Sci, 2016. **476**: p. 55-61.
33. Heimböckel, R., et al., *Increase of porosity by combining semi-carbonization and KOH activation of formaldehyde resins to prepare high surface area carbons for supercapacitor applications*. Applied Surface Science, 2018. **427**: p. 1055-1064.
34. Siyasukh, A., Y. Chimupala, and N. Tonanon, *Preparation of magnetic hierarchical porous carbon spheres with graphitic features for high methyl orange adsorption capacity*. Carbon, 2018. **134**: p. 207-221.
35. Su, J. and A.C. Lua, *Effects of carbonisation atmosphere on the structural characteristics and transport properties of carbon membranes prepared from Kapton® polyimide*. Journal of Membrane Science, 2007. **305**(1): p. 263-270.
36. Chen, X.Y., et al., *Nitrogen-Doped Porous Carbon Spheres Derived from*

- Polyacrylamide*. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 2013. **52**(34): p. 12025-12031.
37. Huang, Y.-P., H.-C. Hsi, and S.-C. Liu, *Preparation of spherical activated phenol-formaldehyde beads from bamboo tar for adsorption of toluene*. *Journal of the Air & Waste Management Association*, 2013. **63**(8): p. 977-983.
38. Shukla, S.K., D. Srivastava, and K.J.A.i.P.T. Srivastava, *Synthesis, Spectral and Thermal Degradation Kinetics of the Epoxidized Resole Resin Derived from Cardanol*. 2015. **34**.
39. Dudley H, W., Ian Fleming, in *Spectroscopic Methods in Organic Chemistry*. 1995.





จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
**CHULALONGKORN UNIVERSITY**

## ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	วรวรรณ จันทรา
วัน เดือน ปี เกิด	11 ตุลาคม 2537
สถานที่เกิด	กรุงเทพมหานคร
วุฒิการศึกษา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ที่อยู่ปัจจุบัน	125/8 หมู่บ้าน พร้อมพัฒนวงแหวนพระรามเก้า ถนน กาญจนภิเษก เขต สะพานสูง แขวง สะพานสูง กรุงเทพมหานคร 10250



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY