

การสังเคราะห์โพรนคาร์ไบด์จากไตรเมทิลบอเรตและแบคทีเรียเซลล์โลส



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2563

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Synthesis of Boron Carbide from Trimethyl Borate and Bacterial Cellulose



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Ceramic Technology

Department of Materials Science

FACULTY OF SCIENCE

Chulalongkorn University

Academic Year 2020

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากไตรเมทิลบอเรตและ แบคทีเรียเซลล์โลส
โดย	นายรณภูมิ ไชยตระการกิจ
สาขาวิชา	เทคโนโลยีเซรามิก
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ดร.สุจาริณี สิ้นไชย

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของ
การศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

.....	คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.พลกฤษณ์ แสงวณิช)	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	
.....	ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นิตานาถ ไตรผล)	
.....	อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ดร.สุจาริณี สิ้นไชย)	
.....	กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະชีมา)	
.....	กรรมการ
(ดร.อภิรัฐ อธิภาพพิเศษพงษ์)	
.....	กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ดร.ภาวดี อังค์วัฒน์)	

โบรอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุเซรามิกที่มีความแข็งสูงมาก และมีสมบัติเชิงกลยอดเยี่ยมที่อุณหภูมิสูง งานวิจัยนี้มีความพยายามที่จะสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิต่ำด้วยวิธีการคาร์โบเทอร์มิกเริ่มต้นชั้น โดยใช้สารตั้งต้นได้แก่ ไตรเมทิลบอเรตเป็นแหล่งโบรอนและแบคทีเรียเซลลูโลสเป็นแหล่งคาร์บอน จากการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของสารผสมตั้งต้น พบพันธะ B-O-C ซึ่งเอื้อต่อการเกิดเฟสโบรอนคาร์ไบด์ในผลิตภัณฑ์ จากการตรวจสอบองค์ประกอบเฟสในผลิตภัณฑ์ที่เตรียมสารผสมตั้งต้นโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลายผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในบรรยากาศก๊าซอาร์กอน โดยไม่ผ่านขั้นตอนการเผาแคลไซน์ พบว่ามีโบรอนคาร์ไบด์เป็นเฟสหลัก และยังคงพบคาร์บอนเป็นมลทินในผลิตภัณฑ์ โครงสร้างจุลภาคของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ประกอบด้วยผลึกโบรอนคาร์ไบด์รูปร่างหลายเหลี่ยมขนาด 1-5 ไมครอน เป็นส่วนใหญ่ โดยมีอนุภาครูปร่างคล้ายแบคทีเรียเซลลูโลสที่ยังไม่ได้ทำปฏิกิริยากระจายในโครงสร้าง



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก

ลายมือชื่อนิสิต

ปีการศึกษา 2563

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก

6172138623 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORD: boron carbide, trimethyl borate, bacterial cellulose, carbothermic reduction

Roannapoom Chaitrakankit : Synthesis of Boron Carbide from Trimethyl Borate and Bacterial Cellulose. Advisor: SUJARINEE SINCHAI, Ph.D.

Boron carbide is known as one of the high-performance materials due to its superior hardness and excellent mechanical properties at high temperature. In this study, low temperature synthesis of boron carbide by carbothermic reduction was attempted using starting materials, i.e., trimethyl borate and bacterial cellulose as boron and carbon sources, respectively. The precursor mixtures were prepared using DI water as solvent. The occurrence of B-O-C bonds in the structure of prepared precursor was detected which facilitated the phase formation of boron carbide during the synthesis process. The synthesis was performed at 1450°C for 5 hours under argon atmosphere without prior calcination process. Boron carbide was observed as a major phase in the final product with a certain amount of carbon. Microstructure of the synthesized powder mainly consisted of 1-5 micron equiaxed boron carbide particles with some unreacted bacterial cellulose particles.

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

Field of Study: Ceramic Technology

Student's Signature

Academic Year: 2020

Advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี เนื่องจากได้รับการสนับสนุนและได้รับความช่วยเหลือ ทั้งในด้านวิชาการและการดำเนินงานวิจัย โดยบุคคลและหน่วยงานต่างๆ ที่เกี่ยวข้องดังต่อไปนี้

ขอขอบคุณ อาจารย์ ดร.สุจารีณี สินไชย อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ อาจารย์ช่วยให้คำปรึกษาในทุกๆ ด้าน ช่วยออกแบบ ตรวจสอบและแก้ไขงานวิจัย คอยให้กำลังใจ กำลังทรัพย์ อบรมสั่งสอนชี้แนะแนวทาง ให้ความรู้แก่ผู้ทำงานวิจัย

ขอขอบคุณ การสนับสนุนทุนการศึกษาจากภาควิชาวิศวกรรมศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ขอขอบคุณบริษัท ฟรุ๊ตเทียฟู้ดส์ โพรเซสซิง จำกัด ที่สนับสนุนแบบที่เรียเชลลูโลสหรือวุ้นมะพร้าวที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในงานวิจัย

ขอขอบคุณ ประธานและคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่าน สำหรับการเสียสละเวลาตรวจทานและแก้ไขข้อบกพร่องของรูปเล่มวิทยานิพนธ์ และให้คำแนะนำต่างๆ ที่ทำให้วิทยานิพนธ์มีความถูกต้องและสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณ นางกรรณิการ์ เตชรักษา และนางสาวกานต์ชนก ภูผาทอง รุ่นพี่และเพื่อนในอาจารย์ที่ปรึกษางานวิจัยท่านเดียวกันที่คอยให้กำลังใจ ช่วยเหลือและให้คำปรึกษาในทุกเวลาที่มีเรื่องยากลำบาก

ขอขอบคุณ นายวิรพงษ์ ครพนม นางภววรรณพ เหมพันธุ์พิรุฬห์ นายปลุงคพ เหมพันธุ์พิรุฬห์ นายอนุรักษ อ่อนนุ่ม ที่คอยช่วยเหลือ ตลอดจนถึงเพื่อนร่วมรุ่น รุ่นพี่ รุ่นน้องและผู้ที่เกี่ยวข้องทุกท่านที่ภาควิชาวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยที่ไม่ได้กล่าวไว้ ณ ที่นี้

ขอกราบขอพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ พี่ชายครอบครัวไชยตระกูลกิจ ที่คอยสนับสนุนในทุกๆ ด้าน ที่มอบกำลังใจ เข้าใจและให้แรงผลักดันในทุกๆ ครั้งที่พบเจอกับปัญหา ทำให้สามารถแก้ไขปัญหาและดำเนินชีวิตต่อไปได้อย่างเข้มแข็ง จนทำให้งานวิจัยครั้งนี้สำเร็จได้ด้วยดี

รณภูมิ ไชยตระกูลกิจ

สารบัญ

	หน้า
.....	ค
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ค
.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ง
กิตติกรรมประกาศ	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูป	ญ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์งานวิจัย	2
1.3 ประโยชน์คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 โบรอนคาร์ไบด์.....	3
2.1.1 โครงสร้างและสมบัติของโบรอนคาร์ไบด์.....	3
2.1.2 วิธีการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์.....	5
2.1.2.1 กระบวนการคาร์โบเทอร์มิกรีตักชั้น.....	5
2.1.2.2 กระบวนการแมกนีซิโอเทอร์มิกรีตักชั้น	6
2.1.2.3 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากธาตุ.....	7
2.1.2.4 กระบวนการสังเคราะห์จากสารตั้งต้นพอลิเมอร์	8
2.2 ไตรเมทิลบอเรต	12

2.3	แบคทีเรียเซลล์โลส	13
2.4	การเกิดพันธะโบรอน-ออกซิเจน-คาร์บอน	15
2.5	กระบวนการแช่เยือกแข็ง.....	17
บทที่ 3 วิธีการดำเนินการวิจัย		19
3.1	สารเคมีใช้ในงานวิจัย	19
3.2	เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	19
3.3	วิธีการทดลอง	20
3.3.1	กระบวนการเตรียมสารผสมตั้งต้น.....	20
3.3.2	กระบวนการเผา	21
3.3.2.1	กระบวนการเผาแคลไซน์	21
3.3.2.2	กระบวนการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์.....	22
3.3.3	การนำกระบวนการแช่เยือกแข็งมาใช้ในการสังเคราะห์.....	22
3.4	ตรวจสอบลักษณะวัตถุดิบและผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้.....	23
3.4.1	องค์ประกอบเฟส.....	23
3.4.2	หมู่ฟังก์ชัน.....	23
3.4.3	โครงสร้างจุลภาค.....	23
3.5	แผนผังการดำเนินงานวิจัย.....	24
บทที่ 4 วิเคราะห์และสรุปการทดลอง.....		25
4.1	ลักษณะเฉพาะของวัตถุดิบ.....	25
4.1.1	น้ำหนักแห้งของแบคทีเรียเซลล์โลส	25
4.1.2	โครงสร้างจุลภาค.....	26
4.1.3	หมู่ฟังก์ชันของวัตถุดิบ.....	26
4.2	การศึกษาเบื้องต้นเพื่อกำหนดสภาวะในการสังเคราะห์	27
4.2.1	การหาอัตราส่วนผสมของสารตั้งต้นที่เหมาะสมโดยสังเขป.....	27

4.2.2 อิทธิพลของชนิดตัวทำละลายในการเตรียมสารผสมตั้งต้น	30
4.3 อิทธิพลของอัตราส่วนระหว่างไตรเมทิลบอเรตและแบคทีเรียเซลลูโลสในสารผสมตั้งต้น	32
4.4 อิทธิพลของอุณหภูมิการสังเคราะห์	34
4.5 โครงสร้างจุลภาคของผลิตภัณฑ์	36
4.6 การนำกระบวนการแช่เยือกแข็งมาร่วมใช้ในการสังเคราะห์	37
บทที่ 5 สรุปผลงานวิจัย	39
บรรณานุกรม	41
ประวัติผู้เขียน	44



สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 คุณลักษณะและสมบัติทั่วไปโพรนคาร์ไบด์.....	3
ตารางที่ 2.2 ลักษณะและสมบัติทั่วไปของไตรเมทิลบอเรต.....	13
ตารางที่ 3.1 สภาวะการสังเคราะห์ที่ได้ทำการศึกษาในเบื้องต้น	20
ตารางที่ 3.2 สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์โพรนคาร์ไบด์หลังจากการศึกษาเบื้องต้น.....	21
ตารางที่ 3.3 สภาวะที่ใช้ศึกษาอิทธิพลของการนำกระบวนการแช่เยือกแข็งมาใช้ในการสังเคราะห์	22
ตารางที่ 4.1 การคำนวณค่าเฉลี่ยน้ำหนักแห้งของวุ้นมะพร้าวจำนวน 500 ก้อน	26



สารบัญรูป

หน้า

รูปที่ 2.1 โครงสร้างยูนิตเซลล์ของโบรอนคาร์ไบด์ แสดงการจัดเรียงตัวของอะตอมในระบบ รวมโบฮีตรอล (สีแดง) และเฮกซะโกนอล (สีน้ำเงิน).....	4
รูปที่ 2.2 แผนภาพเฟสของระบบโบรอน-คาร์บอน	5
รูปที่ 2.3 องค์ประกอบเฟสของผงจากการสังเคราะห์ด้วยวิธีแมกนีซิโอเทอร์มิกรีดักชันในงานวิจัยของ Asgarian และคณะ	7
รูปที่ 2.4 องค์ประกอบเฟสของผงจากการสังเคราะห์ ในงานวิจัยของ Chakraborti และคณะ.....	8
รูปที่ 2.5 ผลวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน (a) กรดบอริก (b) กลีเซอรินและ (c) สารผสมตั้งต้น ในงานวิจัยของ Kakiage และคณะ	9
รูปที่ 2.6 องค์ประกอบเฟสของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ในงานวิจัยของ Kakiage และคณะ	10
รูปที่ 2.7 ผลวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันในสารตั้งต้น จากงานวิจัยของ Fathi และคณะ	10
รูปที่ 2.8 องค์ประกอบเฟสของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ในงานวิจัยของ Fathi และคณะ.....	11
รูปที่ 2.9 องค์ประกอบเฟสของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ในงานวิจัยของ Najafi และคณะ.....	12
รูปที่ 2.10 โครงสร้างโมเลกุลของไตรเมทิลบอเรต.....	13
รูปที่ 2.11 โครงสร้างเคมีของเซลลูโลส.....	14
รูปที่ 2.12 โครงสร้างจุลภาคของเซลลูโลสจากพีช (ซ้าย) และเซลลูโลสจากแบคทีเรีย (ขวา)	14
รูปที่ 2.13 โครงสร้างจุลภาคของของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส (a) ก่อนแห้ง และ (b) (c) (d) (e) หลัง แห้งในสารละลายนิกเกิลของ Satish Vitta และคณะ.....	15
รูปที่ 2.14 แบบจำลองการเกิดปฏิกิริยาของกรดบอริกกับ (a) หมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิล (b) กลีเซอริน (c) แมนนิทอล และ (d) พอลิไวนิลแอลกอฮอล์.....	16
รูปที่ 2.15 (a) หมู่ฟังก์ชันของสารผสมตั้งต้น และ (b-c) แบบจำลองพันธะ B-O-C ในงานวิจัยของ Najafi และคณะ.....	16
รูปที่ 2.16 โครงสร้างจุลภาคของ (a) แบคทีเรียเซลลูโลส (b) แบคทีเรียเซลลูโลสที่เติม Fe_3O_4	18
รูปที่ 4.1 วัฒนธรรมพรว้าจากบริษัทฟรุ๊ตเทีย ฟู้ดส์ โพรเซสซิง จำกัด	25

รูปที่ 4.2 โครงสร้างจุลภาคของแบคทีเรียเซลล์ูโลสหลังการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง 26

รูปที่ 4.3 หมู่ฟังก์ชันของแบคทีเรียเซลล์ูโลสและไตรเมทิลบอเรต 27

รูปที่ 4.4 องค์ประกอบเฟสของ P-TMB100 P-TMB50 และ P-TMB10 ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน 29

รูปที่ 4.5 องค์ประกอบเฟสของ P-TMB7 P-TMB6 และ P-TMB2 ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน .. 29

รูปที่ 4.6 องค์ประกอบเฟสของ P-TMB6 และ P-TMB6-H₂O ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน .. 31

รูปที่ 4.7 หมู่ฟังก์ชันของสารผสมตั้งต้น TMB6 แบคทีเรียเซลล์ูโลสและไตรเมทิลบอเรต..... 31

รูปที่ 4.8 องค์ประกอบเฟสของ P-TMB2 และ TMB2 ที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตามลำดับ ทั้งสองผลิตภัณฑ์ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน 32

รูปที่ 4.9 องค์ประกอบเฟสของ TMB4 TMB6 TMB8 TMB10 TMB12 TMB14 และ TMB16 ที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน..... 33

รูปที่ 4.10 หมู่ฟังก์ชันในสารผสมตั้งต้น TMB6 TMB8 TMB10 TMB12 TMB14 และ TMB16 34

รูปที่ 4.11 องค์ประกอบเฟสของ TMB10 TMB12 TMB14 และ TMB16 ที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน 35

รูปที่ 4.12 องค์ประกอบเฟสของ TMB12 ที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350-1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน 35

รูปที่ 4.13 โครงสร้างจุลภาคของ (a) TMB10 (b) TMB12 (c) TMB14 และ (d) TMB16 ที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน 36

รูปที่ 4.14 ผลการตรวจสอบองค์ประกอบธาตุ (EDX) ของส่วนผสม TMB12 ที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน 37

รูปที่ 4.15 องค์ประกอบเฟสของ F-TMB4 และ F-TMB16 ที่ผ่านกระบวนการแช่เยือกแข็งและสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน 38



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย

โบรอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุเซรามิกที่มีความแข็งสูงมาก เป็นรองเพียงเพชรและคิวบิกโบรอนไนไตรด์ นอกจากสมบัติเด่นด้านความแข็งแล้วยังมีน้ำหนักเบา มีความหนาแน่น 2.52 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เมื่อเทียบกับเพชรและคิวบิกโบรอนไนไตรด์ ซึ่งมีความหนาแน่น 3.51 และ 3.45 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตรตามลำดับ นอกจากนี้ ยังทนความร้อนสูง (จุดหลอมเหลว 2450°C) ทนต่อการกัดกร่อนทางเคมีและมีสมบัติดูดซับนิวตรอน จึงได้รับความสนใจถูกนำมาใช้ประโยชน์หลากหลายด้าน ได้แก่ วัสดุตัด ชัด เเจาะ เกราะกันกระสุน วัสดุในโครงสร้างเตาปฏิกรณ์นิวเคลียร์ เป็นต้น อย่างไรก็ตาม ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่มีขายโดยทั่วไปนั้นมีราคาสูงมาก อันเนื่องมาจากการสังเคราะห์ที่ต้องใช้เทคโนโลยีสูงและใช้อุณหภูมิสูง ด้วยเหตุนี้ จึงมีนักวิจัยจำนวนมากให้ความสนใจทำการศึกษาเพื่อพัฒนาหาเทคนิคและวิธีการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงที่อุณหภูมิต่ำ

ในช่วงเวลาที่ผ่านมา ได้มีการตีพิมพ์บทความทางวิชาการเกี่ยวกับการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์อย่างกว้างขวาง มีการนำเสนอเทคนิคการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์หลากหลายวิธีเช่น การสังเคราะห์จากธาตุ การสังเคราะห์ด้วยวิธีการแมกนีซิโอเทอร์มิกรีดักชัน การสังเคราะห์ด้วยวิธีการคาร์โบเทอร์มิกรีดักชัน เป็นต้น โดยจากวิธีการที่กล่าวมานี้ คาร์โบเทอร์มิกรีดักชันเป็นวิธีที่ได้รับความนิยมมากที่สุดและยังคงเป็นวิธีเดียวที่มีศักยภาพ สามารถผลิตผงโบรอนคาร์ไบด์ได้ในปริมาณมาก ระดับเชิงพาณิชย์ โดยในการผลิตดั้งเดิมด้วยวิธีนี้ จะใช้โบรอนออกไซด์และถ่านโค้กเป็นแหล่งโบรอนและคาร์บอนตามลำดับ ส่วนผลสมวัตถุติบจะถูกนำไปสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงในบรรยากาศรีดักชันระหว่างกระบวนการสังเคราะห์ คาร์บอนจะทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์ ดึงออกซิเจนออกจากโบรอนออกไซด์ ซึ่งโดยทั่วไปจะต้องใช้อุณหภูมิสูงถึงประมาณ 2000°C เพื่อให้ปฏิกิริยาการสังเคราะห์เกิดโดยสมบูรณ์ ซึ่งนอกจากจะสิ้นเปลืองพลังงานแล้วยังส่งผลให้ผงที่สังเคราะห์ได้มีขนาดใหญ่และเกาะกันเป็นก้อน จำเป็นต้องเพิ่มขั้นตอนการบดลดขนาดก่อนนำไปขึ้นรูปชิ้นงาน

ปัจจุบัน นักวิจัยหลายท่านได้ให้ความสนใจนำสารอินทรีย์มาเป็นแหล่งคาร์บอนในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ และรายงานผลว่าสามารถลดอุณหภูมิการสังเคราะห์ลงได้ โดยได้อธิบายว่าพันธะโบรอน-ออกซิเจน-คาร์บอน หรือบอเรตเอสเทอร์ ซึ่งเกิดขึ้นในกระบวนการเตรียมสารตั้งต้นระหว่างกรดบอริกกับสารอินทรีย์จำพวกแป้งหรือน้ำตาล เอื้อให้ปฏิกิริยาระหว่างคาร์บอนและโบรอน

เกิดเป็นโบรอนคาร์ไบด์ได้ง่ายขึ้น จึงส่งผลช่วยลดอุณหภูมิในสังเคราะห์ โดยเมื่อไม่นานมานี้ ได้มีรายงานการนำไตรเมทิลบอเรตมาใช้เป็นวัตถุดิบที่ให้โบรอนในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ และพบว่าเกิดพันธะโบรอน-ออกซิเจน-คาร์บอนในสารตั้งต้น เมื่อพิจารณาเงื่อนไขในการเกิดพันธะโบรอน-ออกซิเจน-คาร์บอน แหล่งคาร์บอนที่นำมาผสมกับไตรเมทิลบอเรตควรจะต้องมีพื้นที่ผิวสูง แבקที่เรียเซลลูโลสนับเป็นวัตถุดิบที่มีความเหมาะสม เนื่องจากมีโครงสร้างเส้นใยขนาดเล็กระดับนาโน นอกจากนี้ แבקที่เรียเซลลูโลสยังมีความสามารถในการดูดซับของเหลวอย่างไตรเมทิลบอเรตได้ดี

งานวิจัยนี้มีแนวคิดที่จะสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิต่ำด้วยวิธีการคาร์โบเทอร์มิกรีดักชันโดยใช้ไตรเมทิลบอเรตและแบคที่เรียเซลลูโลส เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์ที่ให้โบรอนและคาร์บอน ตามลำดับ ในการนี้ ได้มีการศึกษาอิทธิพลของตัวแปรในกระบวนการสังเคราะห์ ได้แก่ อัตราส่วนระหว่างไตรเมทิลบอเรตและแบคที่เรียเซลลูโลส ตัวทำละลายที่ใช้ในการเตรียมกระบวนการเผาแคลไซน์ รวมถึงอุณหภูมิในการสังเคราะห์ ที่มีต่อลักษณะเฉพาะของสารที่สังเคราะห์ได้ นอกจากนี้ ยังได้มีการทดลองนำกระบวนการแช่เยือกแข็งมาร่วมใช้ในการสังเคราะห์ เพื่อที่จะพัฒนาคุณภาพของผลิตภัณฑ์ ผู้ดำเนินการวิจัยคาดหวังเป็นอย่างยิ่งว่าจะสามารถสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูง มีขนาดอนุภาคเล็กและสม่ำเสมอ ได้เป็นผลสำเร็จที่อุณหภูมิต่ำ

1.2 วัตถุประสงค์งานวิจัย

1. เพื่อสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์โดยใช้ไตรเมทิลบอเรตและแบคที่เรียเซลลูโลสเป็นสารตั้งต้น
2. เพื่อศึกษาอิทธิพลของตัวแปรในกระบวนการสังเคราะห์ที่มีต่อลักษณะเฉพาะของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้

1.3 ประโยชน์คาดว่าจะได้รับ

สามารถสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ จากไตรเมทิลบอเรตและแบคที่เรียเซลลูโลสที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1500°C

บทที่ 2

วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

2.1 โบรอนคาร์ไบด์

2.1.1 โครงสร้างและสมบัติของโบรอนคาร์ไบด์

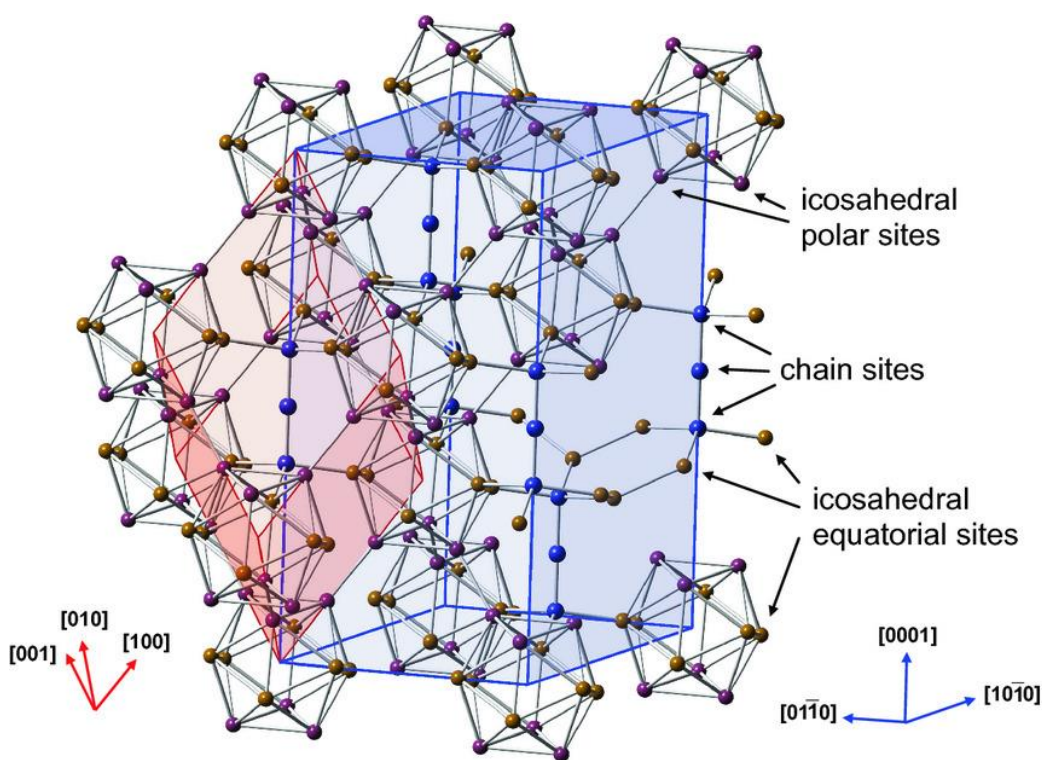
โบรอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุเซรามิกที่มักถูกกล่าวถึงในด้านความแข็งที่โดดเด่น เป็นรองเพียงเพชรและคิวบิกโบรอนไนไตรด์ นอกเหนือจากสมบัติด้านความแข็ง โบรอนคาร์ไบด์ยังมีน้ำหนักเบาว่าวัสดุที่มีความแข็งใกล้เคียงกัน คือมีความหนาแน่นเพียง 2.52 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เมื่อเทียบกับเพชรและคิวบิกโบรอนไนไตรด์ซึ่งมีความหนาแน่น 3.51 และ 3.45 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตรตามลำดับ นอกจากนี้ โบรอนคาร์ไบด์ยังมีความแข็งแรงที่อุณหภูมิสูง ทนต่อการกัดกร่อนและสามารถดูดซับนิวตรอน ทำให้สามารถนำไปใช้ในงานด้านต่างๆ ตัวอย่างเช่น ชิ้นส่วนในยานอวกาศและยานยนต์สมรรถนะสูง หัวฟันทราย วัสดุตัด-ขัด-เจาะ ส่วนประกอบโครงสร้างภายในของเตาปฏิกรณ์นิวเคลียร์ [1] ด้วยสมบัติด้านความความแข็งที่เป็นเลิศควบคู่กับน้ำหนักที่เบา ทำให้ในปัจจุบันโบรอนคาร์ไบด์ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากในการนำไปใช้เป็นวัสดุเกราะกันกระสุนประสิทธิภาพสูง

ตารางที่ 2.1 คุณลักษณะและสมบัติทั่วไปโบรอนคาร์ไบด์ [2]

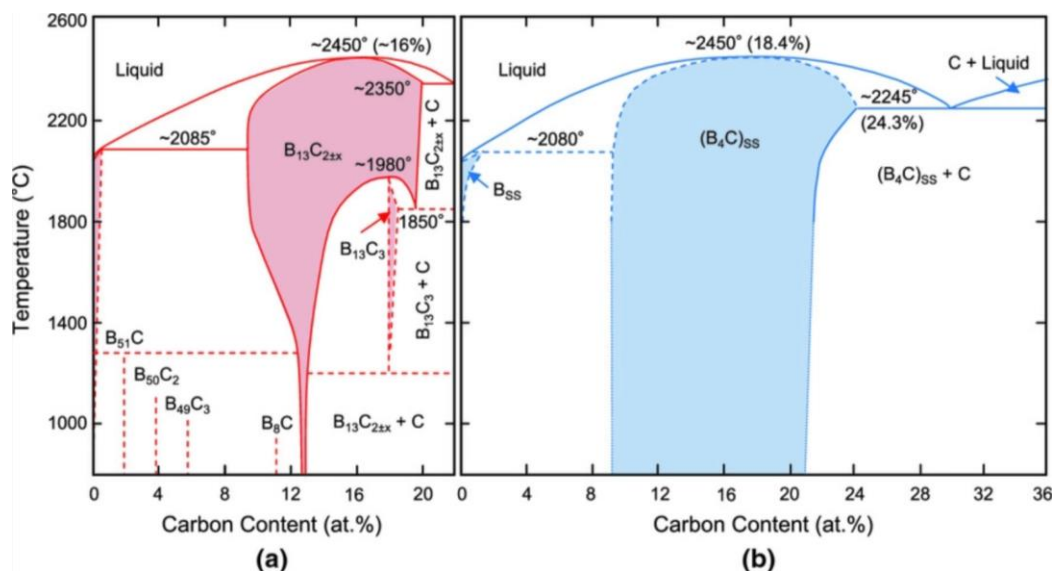
สมบัติ	โบรอนคาร์ไบด์
สี	ดำ
จุดหลอมเหลว	2763°C
จุดเดือด	3500°C
ความหนาแน่น	2.52 g/cm ³
มวลโมเลกุล	55.25 g/mol
ความแข็ง (Knoop)	2750 kg/mm ²
การนำความร้อนที่ 30°C	28 W/m-K

การจัดเรียงตัวของอะตอมในผลึกโบรอนคาร์ไบด์สามารถมองได้เป็น 2 รูปแบบ ตามรูปที่ 2.1 ส่วนที่ใช้สีแดงแสดงโครงสร้างผลึกแบบบรอมโบฮีตรอล [111] ส่วนที่ใช้สีน้ำเงินแสดงโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล [0001] เมื่อพิจารณาภายในโครงสร้างพื้นฐานจะพบโบรอน 12 อะตอมประกอปกันเป็นรูปทรง 20 หน้า หรือที่เรียกว่า icosahedron อยู่ตามมุมของโครงสร้างในระบบผลึกแบบ

รวมโบฮีตรอล แต่ละ icosahedron เชื่อมต่อกันด้วยสายพันธะ (chain sites) ที่ประกอบด้วยอะตอมจำนวน 3 อะตอมซึ่งจัดเรียงตัวหลากหลายรูปแบบได้แก่ คาร์บอน-โบรอน-คาร์บอน คาร์บอน-โบรอน-โบรอน หรือโบรอน-ช่องว่าง-โบรอน ทำให้โบรอนคาร์ไบด์มีช่วงองค์ประกอบที่กว้างมากตั้งแต่ช่วงปริมาณคาร์บอนที่ 8.8 ถึง 20 at% (รูปที่ 2.2)



รูปที่ 2.1 โครงสร้างยูนิตเซลล์ของโบรอนคาร์ไบด์ แสดงการจัดเรียงตัวของอะตอมในระบบรวมโบฮีตรอล (สีแดง) และเฮกซะโกนอล (สีน้ำเงิน) [2]



รูปที่ 2.2 แผนภาพเฟสของระบบโบรอน-คาร์บอน [2]

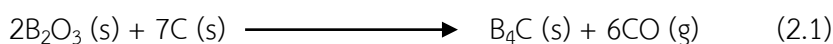
2.1.2 วิธีการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์

เนื่องจากโบรอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุที่มีสมบัติเด่น นักวิจัยหลายท่านได้ให้ความสนใจศึกษา จึงปรากฏมีบทความทางวิชาการเกี่ยวกับการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์มากมาย และมีการนำเสนอเทคนิคการสังเคราะห์หลากหลายวิธี ดังต่อไปนี้

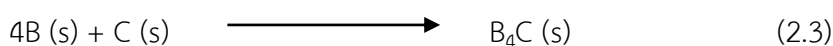
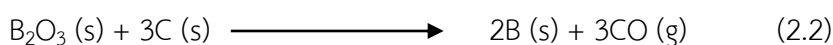
2.1.2.1 กระบวนการคาร์โบเทอร์มิกรีตักชั้น

คาร์โบเทอร์มิกรีตักชั้นเป็นวิธีการสังเคราะห์สารที่มีมาแต่ดั้งเดิม และเป็นวิธีที่นิยมที่สุดจวบจนปัจจุบัน กระบวนการนี้ใช้สารตั้งต้นที่หาง่าย ราคาถูกและกระบวนการผลิตไม่ซับซ้อน ทำให้สามารถนำไปใช้ผลิตโบรอนคาร์ไบด์ปริมาณมากในโรงงานอุตสาหกรรม แต่เดิมนั้น สารตั้งต้นที่ใช้ในกระบวนการสังเคราะห์ใช้โบรอนออกไซด์เป็นแหล่งโบรอน และใช้แกรไฟต์หรือถ่านโค้กเป็นแหล่งคาร์บอน สารผสมตั้งต้นที่เตรียมได้ในอัตราส่วนที่เหมาะสมจะถูกนำไปให้ความร้อนในบรรยากาศเฉื่อย ระหว่างขั้นตอนการสังเคราะห์คาร์บอนในส่วนผสมจะทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์ ทำให้ออกซิเจนออกจากโครงสร้างโบรอนออกไซด์ขณะที่คาร์บอนเข้าไปแทนที่เพื่อสร้างพันธะกับโบรอน ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างกระบวนการสังเคราะห์แสดงได้ดังสมการที่ (2.1)-(2.3)

ปฏิกิริยารวม



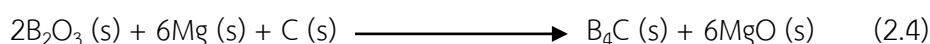
สมการ (2.1) ประกอบด้วยปฏิกิริยาย่อย 2 ปฏิกิริยา



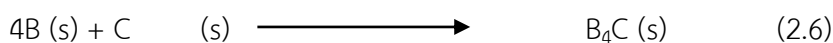
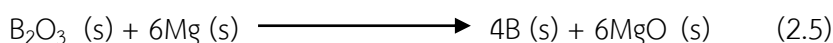
ในทางทฤษฎี ปฏิกิริยาการเกิดเป็นโบรอนคาร์ไบด์ตามสมการที่ 2.1 ต้องอาศัยพลังงานสูง และสามารถเกิดขึ้นได้ที่อุณหภูมิสูงกว่า 1400°C แต่ในทางปฏิบัติ พบว่าต้องใช้อุณหภูมิสูงถึง 2000°C เพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ การที่ต้องใช้อุณหภูมิสูงในการสังเคราะห์นอกจากจะเป็นการสิ้นเปลืองพลังงานแล้ว ยังเกิดการระเหยของโบรอนในระหว่างการสังเคราะห์ ส่งผลให้มีคาร์บอนอิสระหลงเหลือในผลิตภัณฑ์ นอกจากนี้ อนุภาคโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิสูงมักจะเกาะกันจนมีลักษณะเป็นก้อนขนาดใหญ่ จำเป็นต้องนำไปผ่านกระบวนการบดเพื่อลดขนาดอนุภาคก่อนจะนำไปขึ้นรูปเป็นชิ้นงาน ซึ่งเป็นการเพิ่มความสิ้นเปลืองพลังงานและความยุ่งยากเนื่องจากโบรอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุที่มีความแข็งสูง [1]

2.1.2.2 กระบวนการแมกนีซิโอเทอร์มิกรีดักชัน

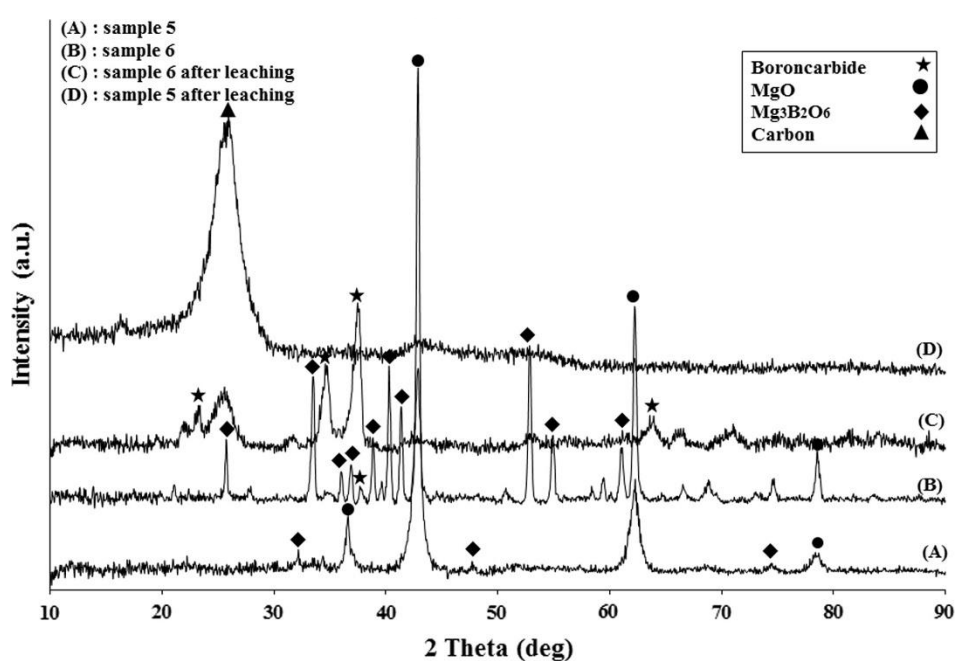
ในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีแมกนีซิโอเทอร์มิกรีดักชัน จะมีการเติมแมกนีเซียมเข้าไปในระบบเพื่อทำหน้าที่ลดอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาระหว่างโบรอนออกไซด์และคาร์บอน ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างการสังเคราะห์ เป็นไปตามสมการที่ (2.4)-(2.6) การเกิดดังกล่าวต้องใช้อุณหภูมิสูงกว่า 1000°C ซึ่งต่ำกว่าในกระบวนการคาร์โบเทอร์มิกรีดักชัน อย่างไรก็ตาม ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้จะมีแมกนีเซียมเจือปน จำเป็นต้องนำผลิตภัณฑ์ไปผ่านขั้นตอนการล้างด้วยสารละลายกรดเพื่อขจัดสารประกอบแมกนีเซียมออกจากผลิตภัณฑ์ นับเป็นการเพิ่มต้นทุนในการผลิตและเพิ่มความอันตรายจากการใช้กรด



สมการ (2.4) ประกอบด้วยปฏิกิริยาย่อย 2 ปฏิกิริยา



Asgarian และคณะ [3] สังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากโบรอนออกไซด์และคาร์บอน ด้วยวิธีการแมกนีซิโอเทอร์มิกรีดักชันด้วยการเติมแมกนีเซียม ในอัตราส่วนโบรอนออกไซด์ต่อแมกนีเซียม 11:12 โดยน้ำหนัก และนำไปสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600-650°C จากการตรวจสอบองค์ประกอบเฟส พบว่ามีแมกนีเซียมออกไซด์ และแมกนีเซียมบอไรด์หลงเหลืออยู่เมื่อนำผงที่สังเคราะห์ได้ไปผ่านขั้นตอนการล้างและทำการตรวจสอบอีกครั้ง พบว่าผลิตภัณฑ์หลังการล้างมีโบรอนคาร์ไบด์เป็นเฟสหลัก (เส้นกราฟ (C) ในรูปที่ 2.4)



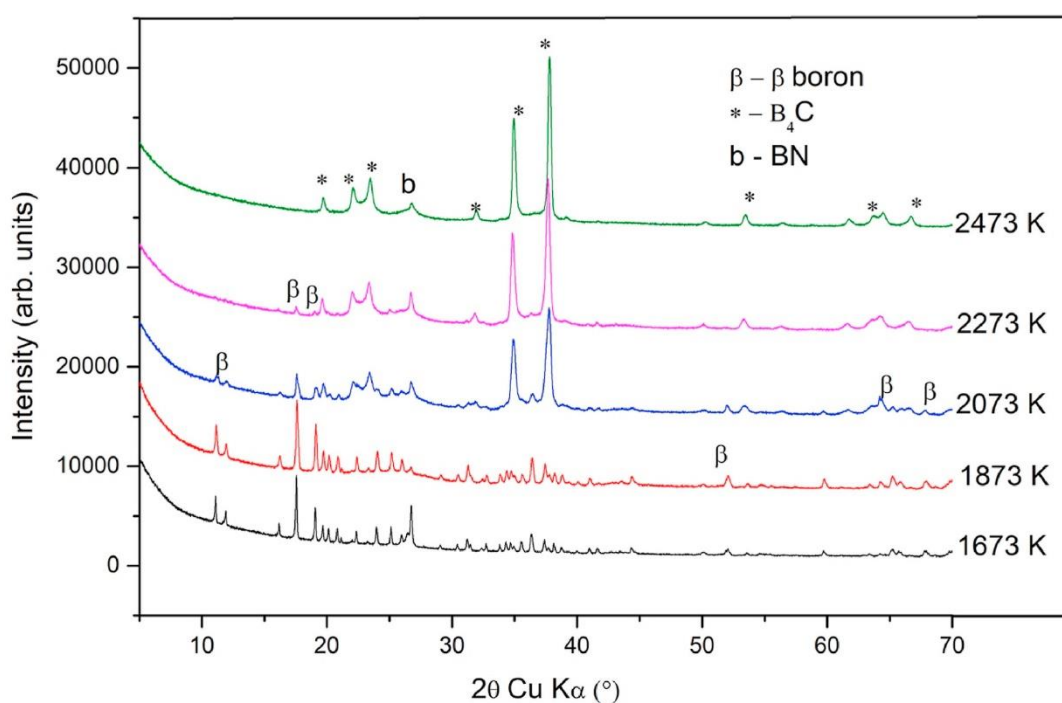
รูปที่ 2.3 องค์ประกอบเฟสของผงจากการสังเคราะห์ด้วยวิธีแมกนีซิโอเทอร์มิกรีดักชันในงานวิจัยของ Asgarian และคณะ [3]

2.1.2.3 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากธาตุ

การสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้เป็นการนำธาตุโบรอนและคาร์บอนมาทำปฏิกิริยากันโดยตรงตามสมการ (2.7) การสังเคราะห์วิธีนี้ไม่เป็นที่นิยม เนื่องจากสารตั้งต้นที่มีราคาแพงและต้องใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่สูงมาก



Chakraborti และคณะ [4] สังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากผลึกโบรอนและคาร์บอนที่อยู่ในรูปอสัณฐาน กำหนดอัตราส่วนโบรอนต่อคาร์บอนเท่ากับ 4:1 โดยโมล นำไปสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1673-2573 K ภายใต้ความดัน 2 GPa และ 5 GPa เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากการตรวจสอบองค์ประกอบเฟสในผลิตภัณฑ์พบว่า พีคของโบรอนคาร์ไบด์เริ่มปรากฏ ณ อุณหภูมิการสังเคราะห์ 2073 K โดยความเข้มของพีคเพิ่มสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิการสังเคราะห์เพิ่มขึ้น (รูปที่ 2.5)



รูปที่ 2.4 องค์ประกอบเฟสของผงจากการสังเคราะห์ ในงานวิจัยของ Chakraborti และคณะ [4]

CHULALONGKORN UNIVERSITY

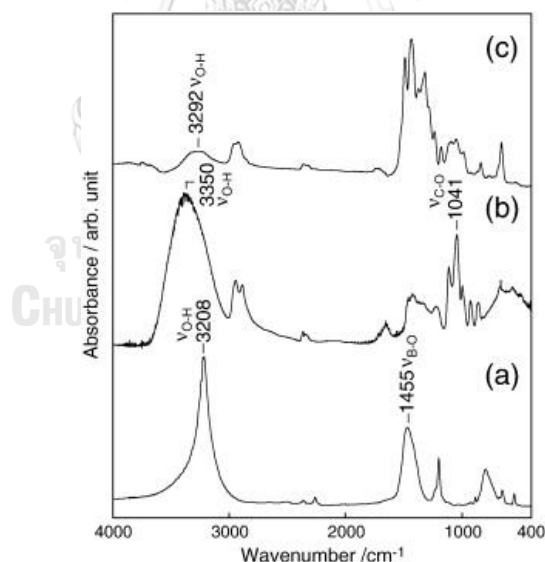
2.1.2.4 กระบวนการสังเคราะห์จากสารตั้งต้นพอลิเมอร์

ในปัจจุบัน นักวิจัยได้ให้ความสนใจสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากสารตั้งต้นพอลิเมอร์ เนื่องจากสารอินทรีย์โดยทั่วไปนั้นหาง่าย เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมและสามารถแตกตัวให้คาร์บอนที่อุณหภูมิต่ำ ในช่วงเวลาที่ผ่านมา ได้มีบทความวิจัยหลายบทความ [5-7] นำเสนอการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยกระบวนการนี้ โดยรายงานยืนยันว่าสามารถลดอุณหภูมิในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ให้ลงมาถึงช่วงอุณหภูมิประมาณ 1500-1600°C ซึ่งอาจถือได้ว่าเป็นการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำ เมื่อเปรียบเทียบกับอุณหภูมิการสังเคราะห์แบบดั้งเดิมที่ 2000°C

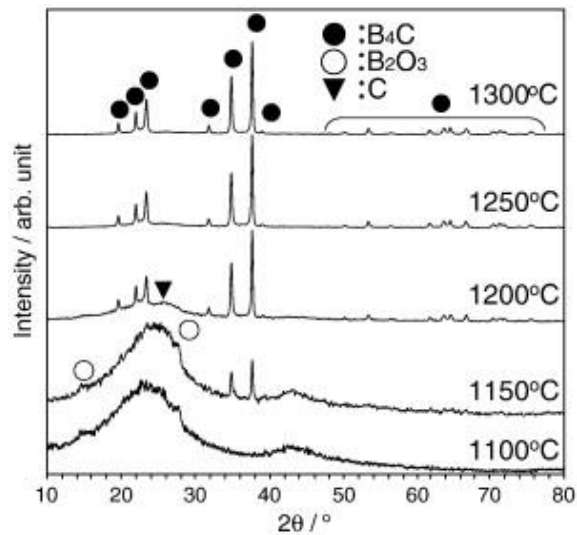
สารอินทรีย์ที่มีรายงานการนำมาใช้ในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ ได้แก่ พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ [8] ซูโครส [9] กรดซิตริก [10] กลีเซอริน [11] และเซลลูโลส [12] เป็นต้น สารอินทรีย์เหล่านี้จะถูกใช้เป็นสารตั้งต้นที่ให้คาร์บอนและมักนำไปเตรียมผสมกับกรดบอริกซึ่งให้โบรอน

บทความวิจัยจากหลายแหล่งยืนยันเช่นเดียวกันว่า เมื่อนำสารผสมตั้งต้นที่เตรียมได้นี้ไปตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน พบพันธะ B-O-C เกิดขึ้นในสารผสม โดยได้อธิบายเพิ่มเติมว่า พันธะ B-O-C ที่เกิดขึ้นนี้มีส่วนช่วยส่งเสริมการกระจายตัวในระดับโมเลกุลของโบรอนและคาร์บอน ส่งผลให้สามารถสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ได้ที่อุณหภูมิต่ำ [13]

Kakiage และคณะ [14] ได้สังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากกรดบอริกและกลีเซอริน สารผสมตั้งต้นที่เตรียมได้ผ่านขั้นตอนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450-650°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ก่อนจะนำไปสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1100-1300°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในบรรยากาศอาร์กอน จากการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันพบพันธะ B-O-C ในสารผสมตั้งต้น (รูปที่ 2.5) แสดงถึงการกระจายตัวและเป็นเนื้อเดียวกันของกรดบอริกและกลีเซอริน งานวิจัยนี้สามารถสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ได้ที่อุณหภูมิ 1150°C โดยเมื่ออุณหภูมิการสังเคราะห์เพิ่มเป็น 1250°C ไม่พบเฟสของคาร์บอนหลงเหลืออยู่ (รูปที่ 2.6)

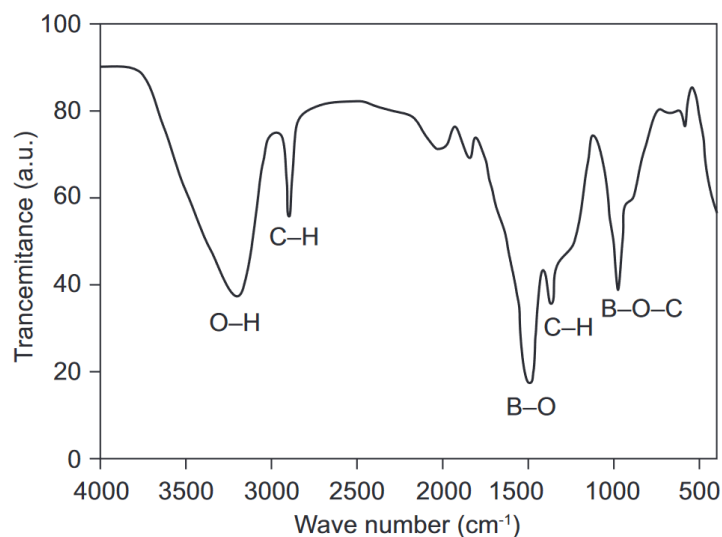


รูปที่ 2.5 ผลวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน (a) กรดบอริก (b) กลีเซอรินและ (c) สารผสมตั้งต้น ในงานวิจัยของ Kakiage และคณะ [14]

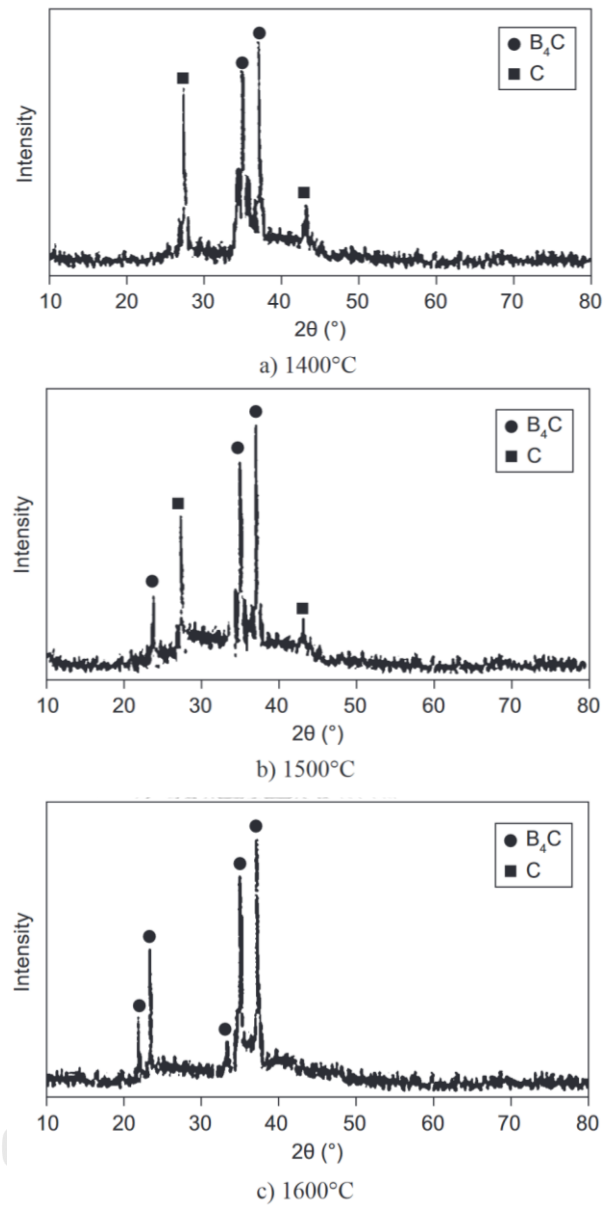


รูปที่ 2.6 องค์ประกอบเฟสของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่ในงานวิจัยของ Kakiage และคณะ [14]

Fathi และคณะ [15] ได้สังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์โดยการกวนผสมพอลิไวนิลแอลกอฮอล์กับกรดบอริกเป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิ 80°C อบแห้งและผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-800°C เป็นเวลา 150 นาที ก่อนที่จะนำไปสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400-1600°C เป็นเวลา 90 นาที ผลการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันพบพันธะ B-O-C ในสารผสมตั้งต้นที่เตรียมได้ (รูปที่ 2.7) จากการตรวจสอบองค์ประกอบเฟส พบโบรอนคาร์ไบด์และคาร์บอนในผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400°C โดยพีคของมลทินคาร์บอนได้หายไปปรากฏเพียงเฟสโบรอนคาร์ไบด์เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการสังเคราะห์เป็น 1600°C (รูปที่ 2.8)

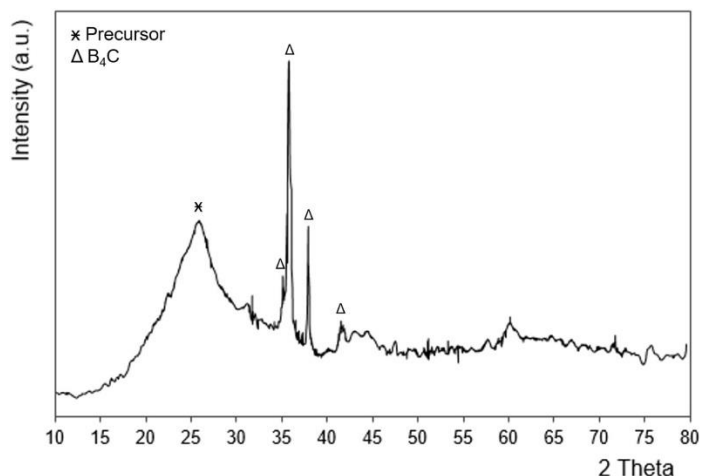


รูปที่ 2.7 ผลวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันในสารตั้งต้น จากงานวิจัยของ Fathi และคณะ [15]



รูปที่ 2.8 องค์ประกอบเฟสของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยของ Fathi และคณะ [15]

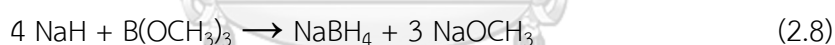
Najafi และคณะ [16] สังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี sol-gel โดยใช้ไตรเมทิลบอเรต และฟีนอลิกเรซินเป็นสารตั้งต้น สามารถสังเคราะห์ได้โบรอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิ 1270°C ในบรรยากาศก๊าซอาร์กอนดังแสดงในรูปที่ 2.9 ผู้วิจัยได้อธิบายว่าพันธะ B-O-C ที่เกิดขึ้นในสารผสมตั้งต้นช่วยลดอุณหภูมิการสังเคราะห์ และเมื่อเทียบกับการใช้กรดบอริกเป็นสารตั้งต้นไตรเมทิลบอเรต สามารถเกิดพันธะนี้ได้มากกว่า เนื่องจากเป็นของเหลวและสามารถแตกตัวให้หมู่ไฮดรอกซิลเมื่อจับกับอนุภาคน้ำ อีกทั้งอนุภาคยังมีขนาดเล็กสามารถเข้าไปทำพันธะได้ดีกว่า



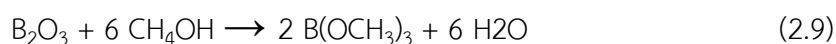
รูปที่ 2.9 องค์ประกอบเฟสของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ในงานวิจัยของ Najafi และคณะ [16]

2.2 ไตรเมทิลบอเรต

ไตรเมทิลบอเรต ($C_3H_9BO_3$ หรือ $B(OCH_3)_3$) มีลักษณะเป็นของเหลวใส จุดเดือดต่ำ ให้เปลวไฟสีเขียว ลักษณะและสมบัติทั่วไปของไตรเมทิลบอเรตสรุปได้ในตารางที่ 2.2 ในด้านการใช้งาน ไตรเมทิลบอเรตนิยมถูกนำมาใช้เป็นรีเอเจนต์ในเคมีอินทรีย์ และถูกใช้เป็นส่วนตั้งต้นในการผลิตโซเดียมโบโรไฮไดรด์ ($NaBH_4$) โดยผสมกับโซเดียมไฮไดรด์ (NaH) ตามสมการ (2.8)



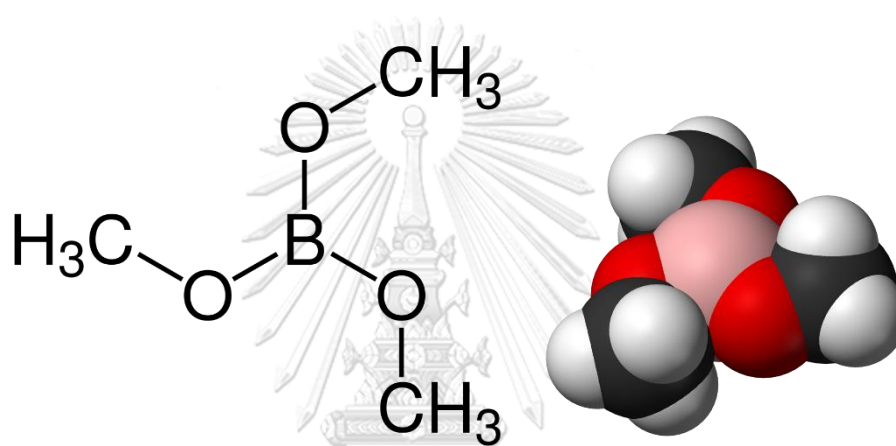
การสังเคราะห์ไตรเมทิลบอเรตสามารถทำได้โดยใช้โบรอนออกไซด์และเมทิลแอลกอฮอล์เป็นส่วนตั้งต้น และใช้กรดซัลฟิวริกเป็นส่วนเร่งปฏิกิริยา [17] ทำการกลั่นที่อุณหภูมิ $80^\circ C$ ดังสมการ (2.9)



โครงสร้างโมเลกุลของไตรเมทิลบอเรตแสดงดังรูป 2.10 จะเห็นว่า หมู่ฟังก์ชันตรงตำแหน่งแกนในโครงสร้างของไตรเมทิลบอเรตคือบอเรตเอสเตอร์ (B-O-R) ซึ่งเมื่อทำปฏิกิริยากับน้ำจะแตกตัวเป็นสารประกอบบอเรตที่ช่วยในการเกิดพันธะ B-O-C ในสารผสมตั้งต้น

ตารางที่ 2.2 ลักษณะและสมบัติทั่วไปของไตรเมทิลบอเรต [18]

สมบัติ	ไตรเมทิลบอเรต
สี	ใส
จุดหลอมเหลว	-34°C
จุดเดือด	68-69°C
ความหนาแน่น	0.932 g/ml
มวลโมเลกุล	103.91 g/mol



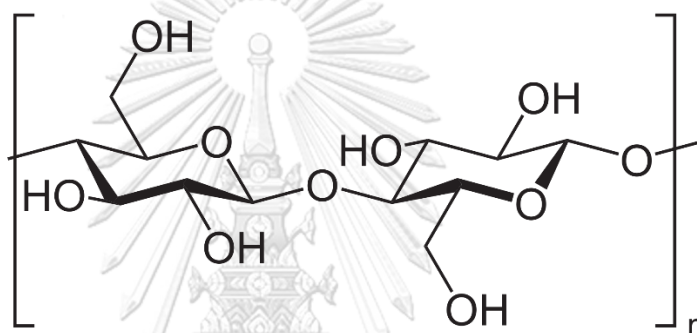
รูปที่ 2.10 โครงสร้างโมเลกุลของไตรเมทิลบอเรต [17]

2.3 แบคทีเรียเซลลูโลส

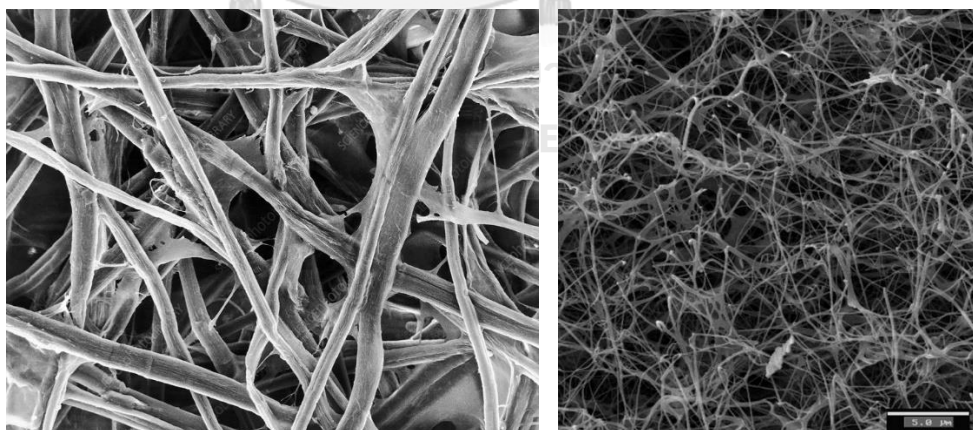
เซลลูโลสเป็นวัสดุพอลิเมอร์ที่มีแหล่งกำเนิดจากธรรมชาติ เป็นสารประกอบโพลีแซคคาไรด์ (polysaccharides) เชิงเส้นตรงที่ประกอบด้วยหน่วยซ้ำๆ กัน มีสูตรโมเลกุลคือ $C_6H_{12}O_6$ เซลลูโลสมีสายโมเลกุลต่อกันเป็นพันธะที่ยาวมาก แต่หน่วยย่อยเรียกว่ากลูโคส สูตรโครงสร้างประกอบด้วยหน่วยของน้ำตาลกลูโคสจับกันด้วยพันธะ $\beta(1,4)$ glycosidic linkage ภายในโครงสร้างมีหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิลถึง 3 หมู่ สามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนได้ เซลลูโลสจึงมีแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลสูงและด้วยโครงสร้างที่จัดตัวอย่างเป็นระเบียบทำให้เซลลูโลสมีความเป็นผลึกสูงมาก นอกจากนี้ยังพบว่าคุณสมบัติต้านทานแรงดึงขาด ค่าความยืดหยุ่น และอุณหภูมิการหลอมตัวสูง โดยทั่วไปเซลลูโลสมักจะเกิดการสลายตัวก่อนถึงอุณหภูมิหลอมตัวและมีความสามารถในการละลายต่ำ ข้อดีในการนำเซลลูโลสมาใช้งานคือ เป็นวัสดุจากธรรมชาติ มีปริมาณมาก สามารถเกิดขึ้นได้ใหม่เรื่อยๆ และมีราคาถูกกว่าเส้นใยสังเคราะห์

เซลลูโลสที่สร้างจากแบคทีเรียเรียกว่า biocellulose หรือ bacterial cellulose เซลลูโลสชนิดนี้ทำหน้าที่ปกป้องและรักษาระดับน้ำและออกซิเจนภายในเซลล์พืชและแบคทีเรีย มีโครงสร้างเคมีตามรูปที่ 2.11 และมีลักษณะภายนอกตามรูปที่ 2.12 สำหรับเซลล์พืชเซลลูโลสเป็นส่วนประกอบของไมโครไฟบริล (microfibrils) ส่วนเซลลูโลสจากแบคทีเรียจะประกอบไปด้วยเส้นใยเล็กๆ มากมาย เชื่อมกันเป็นร่างแห

เซลลูโลสจากแบคทีเรียมีค่าการอุ้มน้ำสูงแต่น้ำจะไม่จับตัวกับเส้นใย ทำให้สามารถรีดน้ำออกได้โดยใช้แรงกดทับเมื่อต้องการทำให้แห้ง คล้ายกับการผลิตกระดาษ โดยเมื่อแห้งแล้วจะมีความหนาประมาณ 0.01-0.05 มิลลิเมตร และมีสมบัติการดูดซับน้ำที่ดี

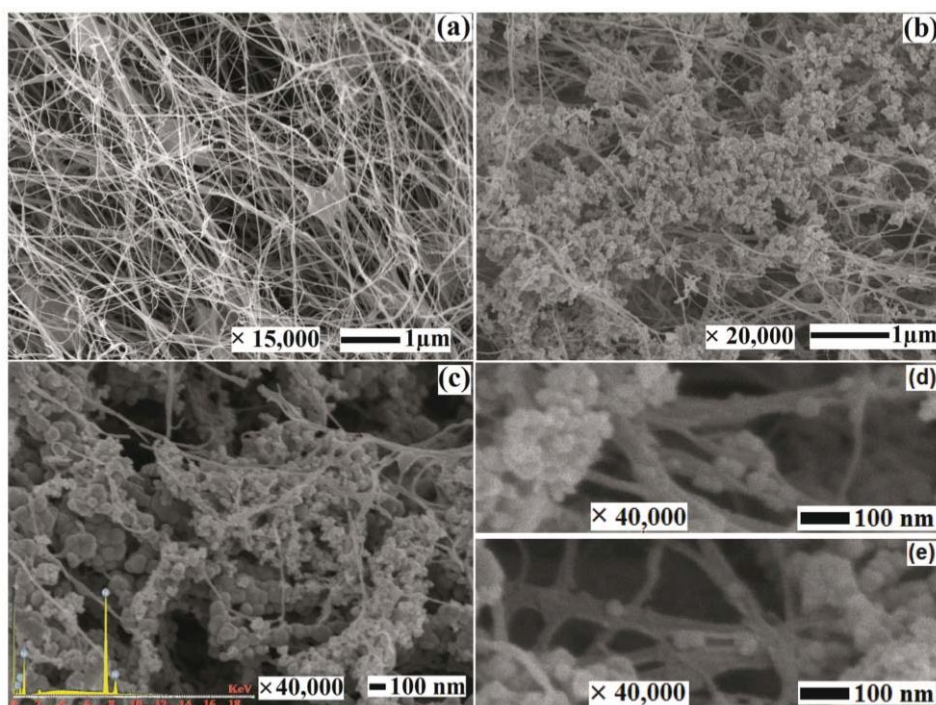


รูปที่ 2.11 โครงสร้างเคมีของเซลลูโลส [19]



รูปที่ 2.12 โครงสร้างจุลภาคของเซลลูโลสจากพืช (ซ้าย) และเซลลูโลสจากแบคทีเรีย (ขวา) [20]

เนื่องจากแบคทีเรียเซลลูโลสมีโครงสร้างเป็นเส้นใยขนาดเล็กในระดับนาโน จึงความสามารถในการดูดซับของเหลวได้ดี เคยมีบทความวิชาการรายงานการนำแบคทีเรียเซลลูโลสมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ Satish Vitta และคณะ [21] ได้สังเคราะห์เส้นใยแม่เหล็กโดยนำแบคทีเรียเซลลูโลสมาแช่ในสารละลายนิกเกิล จุลโครงสร้างของเส้นใยที่สังเคราะห์ได้แสดงในรูปที่ 2.12

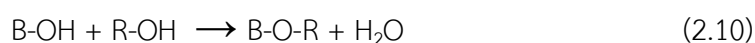


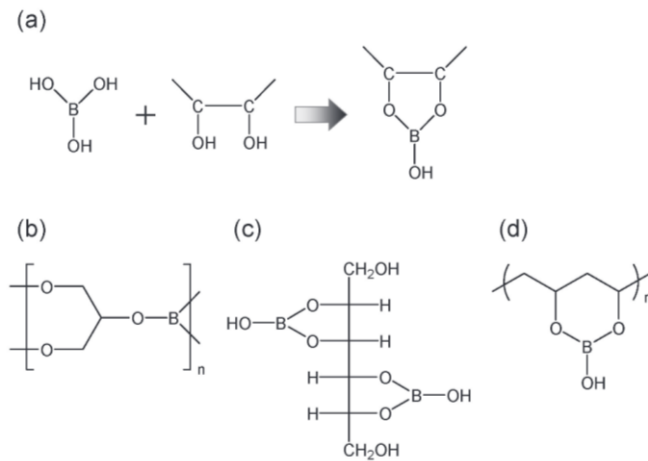
รูปที่ 2.13 โครงสร้างจุลภาคของของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส (a) ก่อนแช่ และ (b) (c) (d) (e) หลังแช่ในสารละลายนิกเกิลของ Satish Vitta และคณะ [21]

CHULALONGKORN UNIVERSITY

2.4 การเกิดพันธะโบรอน-ออกซิเจน-คาร์บอน

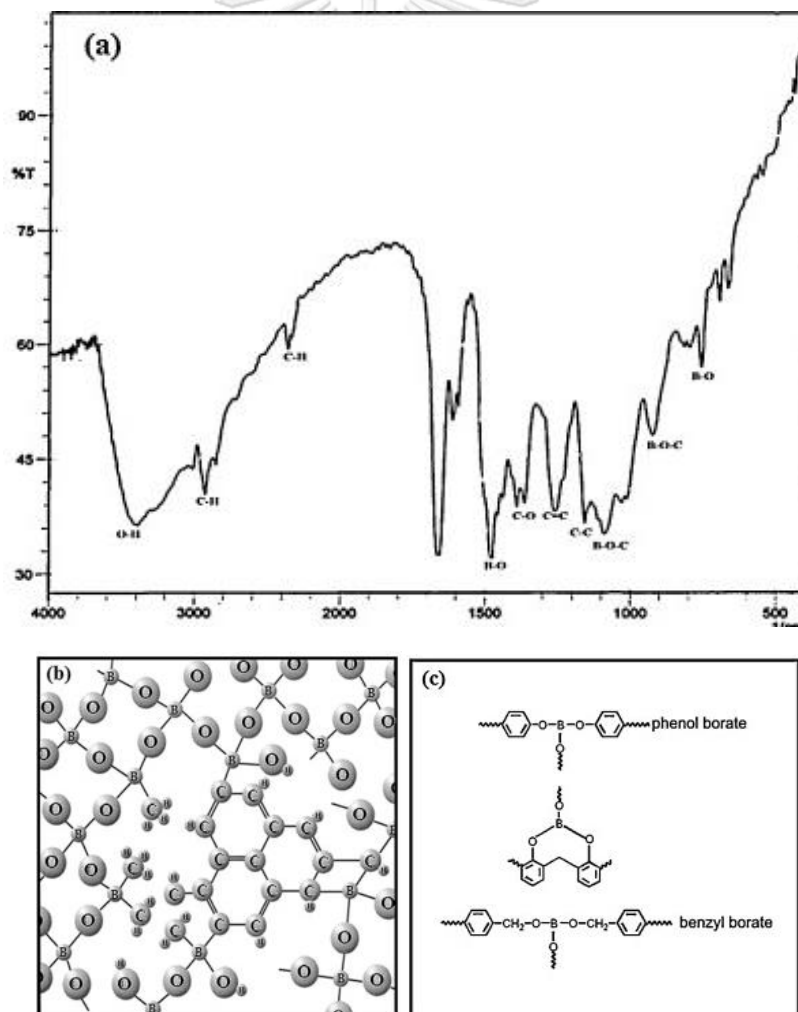
สารประกอบโบรอนสามารถทำปฏิกิริยากับสารประกอบที่มีหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิล (-OH) เกิดเป็นพันธะโบรอน-ออกซิเจน-คาร์บอน (B-O-C) โดยการเกิดปฏิกิริยาการควบแน่น (dehydration) ตามสมการที่ (2.10) ซึ่งช่วยส่งเสริมการกระจายตัวของโบรอนและคาร์บอนในสารผสมตั้งต้นให้เกิดความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุล ลดระยะทางการเข้าทำปฏิกิริยาเพื่อเกิดเป็นโบรอนคาร์ไบด์ ดังตัวอย่างในรูปที่ 2.13 ซึ่งแสดงแบบจำลองการเกิดปฏิกิริยาของกรดบอริกกับกลีเซอริน แมนนิทอลและพอลิไวนิลแอลกอฮอล์





รูปที่ 2.14 แบบจำลองการเกิดปฏิกิริยาของกรดบอริกกับ (a) หมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิล

(b) กลีเซอริน(c) แมนนิทอล และ (d) พอลิไวน์ลแอลกอฮอล์ [22]



รูปที่ 2.15 (a) หมู่ฟังก์ชันของสารผสมตั้งต้น และ (b-c) แบบจำลองพันธะ B-O-C ในงานวิจัยของ

Najafi และคณะ [23]

Najafi และคณะ [23] ได้นำเสนอแบบจำลองการเกิดพันธะ B-O-C จากการเตรียมสารผสมระหว่างพีนอลิกเรซินกับไตรเมทิลบอเรต (รูปที่ 2.14 b และ c) เมื่อทำการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันในสารผสมตั้งต้นด้วยเทคนิค FTIR พบพันธะ B-O-C ที่เลขคลื่น 1030 cm^{-1} ดังแสดงในรูปที่ 2.14 (a)

2.5 กระบวนการแช่เยือกแข็ง

กระบวนการแช่เยือกแข็งคือการทำให้เซลล์หรืออนุภาคแห้งที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดเยือกแข็ง ทำได้โดยการปรับอุณหภูมิให้น้ำที่อยู่ในเซลล์หรืออนุภาคซึ่งมีสถานะของเหลวเปลี่ยนสถานะเป็นของแข็งหรือเปลี่ยนเป็นผลึกน้ำแข็ง จากนั้นทำการลดความดันให้ต่ำกว่าบรรยากาศปกติเพื่อให้ น้ำแข็งระเหิดกลายเป็นไอ โดยทั่วไป ภายใต้อุณหภูมิเท่ากับหรือต่ำกว่า 0 องศาเซลเซียส น้ำแข็งจะเกิดการระเหิดที่ความดัน 0.006 ความดันบรรยากาศหรือต่ำกว่า กระบวนการแช่เยือกแข็ง ประกอบด้วย 3 ขั้นตอน ดังนี้

ขั้นตอนที่ 1 การแช่เยือกแข็ง

ในขั้นตอนนี้ อุณหภูมิจะถูกปรับลดลงให้ต่ำกว่าจุดเยือกแข็ง (freezing point) อย่างรวดเร็ว เพื่อให้ น้ำที่อยู่ในระบบเปลี่ยนสถานะเป็นผลึกน้ำแข็ง

ขั้นตอนที่ 2 การทำแห้งขั้นปฐมภูมิ

เป็นการขจัดน้ำออกจากระบบด้วยการระเหิดผลึกน้ำแข็งให้กลายเป็นไอ ทำได้โดยลดความดันบรรยากาศโดยรอบให้ต่ำลงในระดับใกล้เคียงสุญญากาศ

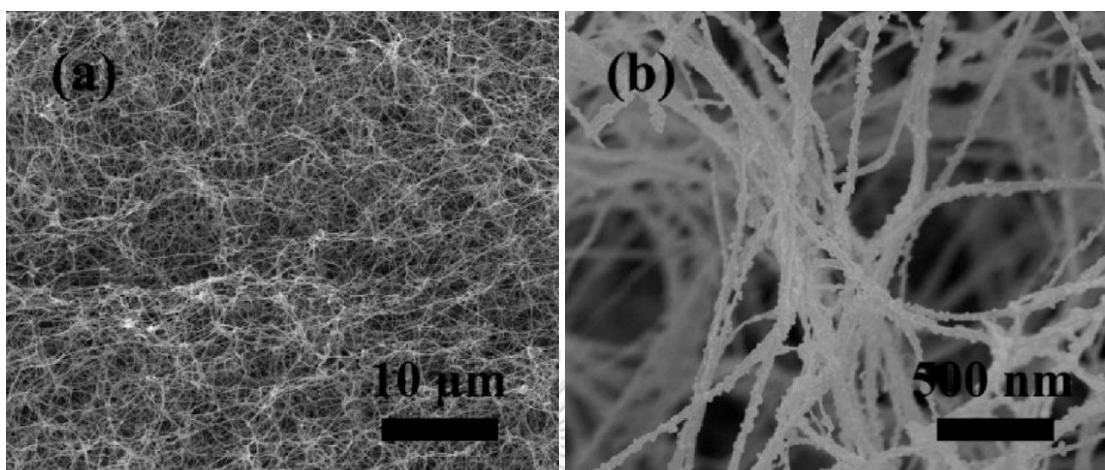
ขั้นตอนที่ 3 การทำแห้งขั้นทุติยภูมิ

หลังจากน้ำแข็งระเหิดออกจากระบบในขั้นปฐมภูมิ อาจจะยังคงมีความชื้นคงเหลืออยู่ซึ่งจำเป็นต้องทำให้เกิดสถานะแห้งอย่างสมบูรณ์ด้วยการเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้น

กระบวนการแช่เยือกแข็งทำให้เซลล์หรืออนุภาคสามารถคืนตัวได้ดี โดยยังคงรักษาโครงสร้างไว้ได้ดั้งเดิมเมื่อเปรียบเทียบกับการทำแห้งด้วยวิธีการอื่น เช่น การทำให้แห้งด้วยลมร้อน ซึ่งทำให้โครงสร้างเสียหายเนื่องจากแรงดันของไอที่เกิดขึ้นจากการระเหยผลึกโครงสร้างออก ทำให้โครงสร้างของเซลล์หรืออนุภาคเกิดความเสียหาย

ตัวอย่างงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการนำกระบวนการแช่เยือกแข็งมาใช้กับแบคทีเรียเซลล์ูโลส Wan และคณะ [24] ได้สร้างชีวแอโนด Fe_3O_4 จากการนำแบคทีเรียเซลล์ูโลสที่ผ่านกระบวนการ

แท่งเยือกแข็งมาเป็นโครงสร้างพื้น (platform) ให้อนุภาค Fe_3O_4 เกาะ โดยการนำแบคทีเรียเซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเยือกแข็งมาแช่ในสารละลาย $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง



รูปที่ 2.16 โครงสร้างจุลภาคของ (a) แบคทีเรียเซลลูโลส (b) แบคทีเรียเซลลูโลสที่เติม Fe_3O_4 [24]



บทที่ 3
วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

1. ไตรเมทิลบอเรต (ความบริสุทธิ์ 98.0%, Sigma-Aldrich Co., Ltd.)
2. แปกซีเรียเซลลูโลสขนาด 5x5 มิลลิเมตร (เกรตอาหาร, Fruitia Food Processing Co., Ltd.)
3. เมทิลแอลกอฮอล์
4. ก๊าซอาร์กอน

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. ปีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร
2. จานแก้วเพาะเชื้อ
3. ซ้อนตักสาร
4. หลอดแก้วหยดสาร
5. พอยล์อะลูมิเนียม
6. ตู้อบอุณหภูมิ 110°C
7. ผ้าขาวบาง
8. ที่คีบ
9. ตะแกรงร่อนเบอร์ 200 (74 ไมครอน)
10. ครูซิเบิลอะลูมินา
11. ครูซิเบิลแกรไฟต์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 50 มิลลิเมตร
12. โกร่งบดอะลูมินา
13. เตาเผาไฟฟ้าอุณหภูมิ 1200°C (Linberg 654-51654)
14. เตาเผาแบบท่ออุณหภูมิ 1800°C (Carbolite)
15. เครื่องแซ่เยือกแข็ง (Baxit BXT-FD-10N)



3.3 วิธีทดลอง

3.3.1 กระบวนการเตรียมสารผสมตั้งต้น

นำแบคทีเรียเซลลูโลสจำนวน 3,000 ก้อน ซึ่งมีน้ำหนักอยู่ในช่วง 0.94 ± 0.12 กรัม มารีดน้ำออกด้วยมือผ่านผ้าขาวบางจนแห้ง ผสมแบคทีเรียเซลลูโลสที่รีดน้ำออกแล้วลงในไตรเมทิลบอเรต ความบริสุทธิ์ 98.0% และเจือด้วยตัวทำละลาย (ตัวทำละลายคือน้ำปราศจากไอออน หรือ เมทิลแอลกอฮอล์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร) ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ตัวแปรต่างๆ ที่ได้ทำการปรับเปลี่ยนในกระบวนการเตรียมสารตั้งต้นแสดงในตารางที่ 3.1 และ 3.2

ตารางที่ 3.1 สภาวะการสังเคราะห์ที่ได้ทำการศึกษาในเบื้องต้น

สูตร	อัตราส่วน		ตัวทำละลาย	อุณหภูมิ/เวลา การเผาแคล ไซน์	อุณหภูมิ สังเคราะห์
	ไตรเมทิล บอเรต (ml)	แบคทีเรีย เซลลูโลส (ก้อน)			
P-TMB100	100	3000	-	700°C 2 ชั่วโมง	1450°C 5 ชั่วโมง
P-TMB50	50	3000	เมทิลแอลกอฮอล์	700°C 2 ชั่วโมง	1450°C 5 ชั่วโมง
P-TMB10	10	3000	เมทิลแอลกอฮอล์	700°C 2 ชั่วโมง	1450°C 5 ชั่วโมง
P-TMB7	7	3000	เมทิลแอลกอฮอล์	700°C 2 ชั่วโมง	1450°C 5 ชั่วโมง
P-TMB6	6	3000	เมทิลแอลกอฮอล์	700°C 2 ชั่วโมง	1450°C 5 ชั่วโมง
P-TMB2	2	3000	เมทิลแอลกอฮอล์	700°C 2 ชั่วโมง	1450°C 5 ชั่วโมง
P-TMB6- H ₂ O	6	3000	น้ำปราศจาก ไอออน	700°C 2 ชั่วโมง	1450°C 5 ชั่วโมง
TMB6	6	3000	น้ำปราศจาก ไอออน	-	1450°C 5 ชั่วโมง

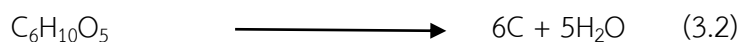
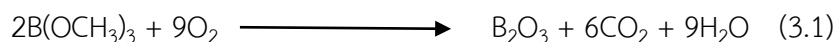
ตารางที่ 3.2 สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์โพรบอนคาร์ไบด์หลังจากการศึกษาเบื้องต้น

สูตร	อัตราส่วน		ตัวทำละลาย	อุณหภูมิ/เวลา การเผาแคลไซน์	อุณหภูมิ สังเคราะห์
	ไตรเมทิล บอเรต (ml)	แบคทีเรีย เซลลูโลส (ก้อน)			
TMB2	2	3000	น้ำปราศจาก ไอออน	-	1450°C 5 ชั่วโมง
TMB4	4	3000	น้ำปราศจาก ไอออน	-	1450°C 5 ชั่วโมง
TMB6	6	3000	น้ำปราศจาก ไอออน	-	1450°C 5 ชั่วโมง
TMB8	8	3000	น้ำปราศจาก ไอออน	-	1450°C 5 ชั่วโมง
TMB10	10	3000	น้ำปราศจาก ไอออน	-	1350-1450°C 5ชั่วโมง
TMB12	12	3000	น้ำปราศจาก ไอออน	-	1350-1450°C 5ชั่วโมง
TMB14	14	3000	น้ำปราศจาก ไอออน	-	1350-1450°C 5ชั่วโมง
TMB16	16	3000	น้ำปราศจาก ไอออน	-	1350-1450°C 5ชั่วโมง

3.3.2 กระบวนการเผา

3.3.2.1 กระบวนการเผาแคลไซน์

นำสารผสมตั้งต้นที่เตรียมได้มาบรรจุลงในครุชีเบิลอะลูมินาและนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C ในเตาเผาไฟฟ้าอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5°C/min เป็นเวลา 2 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติ ระหว่างกระบวนการเผาแคลไซน์ไตรเมทิลบอเรตและแบคทีเรียเซลลูโลสจะแตกตัวให้โพรบอนออกไซด์และคาร์บอน แสดงได้ดังสมการ (3.1) และ (3.2) [25]



3.3.2.2 กระบวนการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์

นำสารผสมตั้งต้นที่ผ่านหรือไม่ผ่านการเผาแคลไซน์มาบดมือในโถงอะลูมินา คัดขนาดผ่านตะแกรงร่อน #200 เมช (74 ไมครอน) บรรจุสารลงในครุชีเบลแกรไฟต์ จากนั้นนำเข้าเผาในเตาแบบท่อ ที่อุณหภูมิ 1350-1450°C อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5°C/min เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในบรรยากาศก๊าซอาร์กอน กำหนดการไหลของก๊าซอาร์กอน 2 NL/min

3.3.3 การนำกระบวนการแช่เยือกแข็งมาใช้ในการสังเคราะห์

ผสมแบคทีเรียเซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการแช่เยือกแข็งที่ -20°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ลงในไตรเมทิลบอเรตความบริสุทธิ์ 98.0% และเจือด้วยน้ำปราศจากไอออนให้เป็นสารละลาย 100 มิลลิลิตร ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ตัวแปรที่ได้ทำการศึกษาในการทดลองส่วนนี้แสดงสรุปในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 สภาวะที่ใช้ศึกษาอิทธิพลของการนำกระบวนการแช่เยือกแข็งมาใช้ในการสังเคราะห์

สูตร	อัตราส่วน		ตัวทำละลาย ปริมาณ 100 ml	อุณหภูมิ/เวลา การเผาแคลไซน์	อุณหภูมิ สังเคราะห์
	ไตรเมทิล บอเรต (ml)	แบคทีเรีย เซลลูโลส (g)			
F-TMB4	4	0.94	น้ำปราศจาก ไอออน	-	1450°C 5 ชั่วโมง
F-TMB16	16	0.94	น้ำปราศจาก ไอออน	-	1450°C 5 ชั่วโมง

3.4 ตรวจสอบลักษณะวัตถุดิบและผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้

3.4.1 องค์ประกอบเฟส

วัตถุดิบ สารผสมตั้งต้น รวมถึงผลิตภัณฑ์จากขั้นตอนต่างๆในกระบวนการสังเคราะห์ ถูกนำมาวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD: Bruker, D8 Advance, Germany) โดยใช้แหล่งกำเนิดแสงที่มีความยาวคลื่นในช่วงรังสีเอ็กซ์ (Cu-K α 1.5418Å) ในการวิเคราะห์สารตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นผง สามารถทำได้โดยการบดสารตัวอย่างด้วยมือในโถงอะลูมินา บรรจุสารที่บดแล้วลงในแผ่นรองตัวอย่างและนำไปวางตรงตำแหน่งทดสอบของเครื่อง สำหรับงานวิจัยนี้จะทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างในช่วงมุม 2 theta ตั้งแต่ 5 องศา ถึง 80 องศา

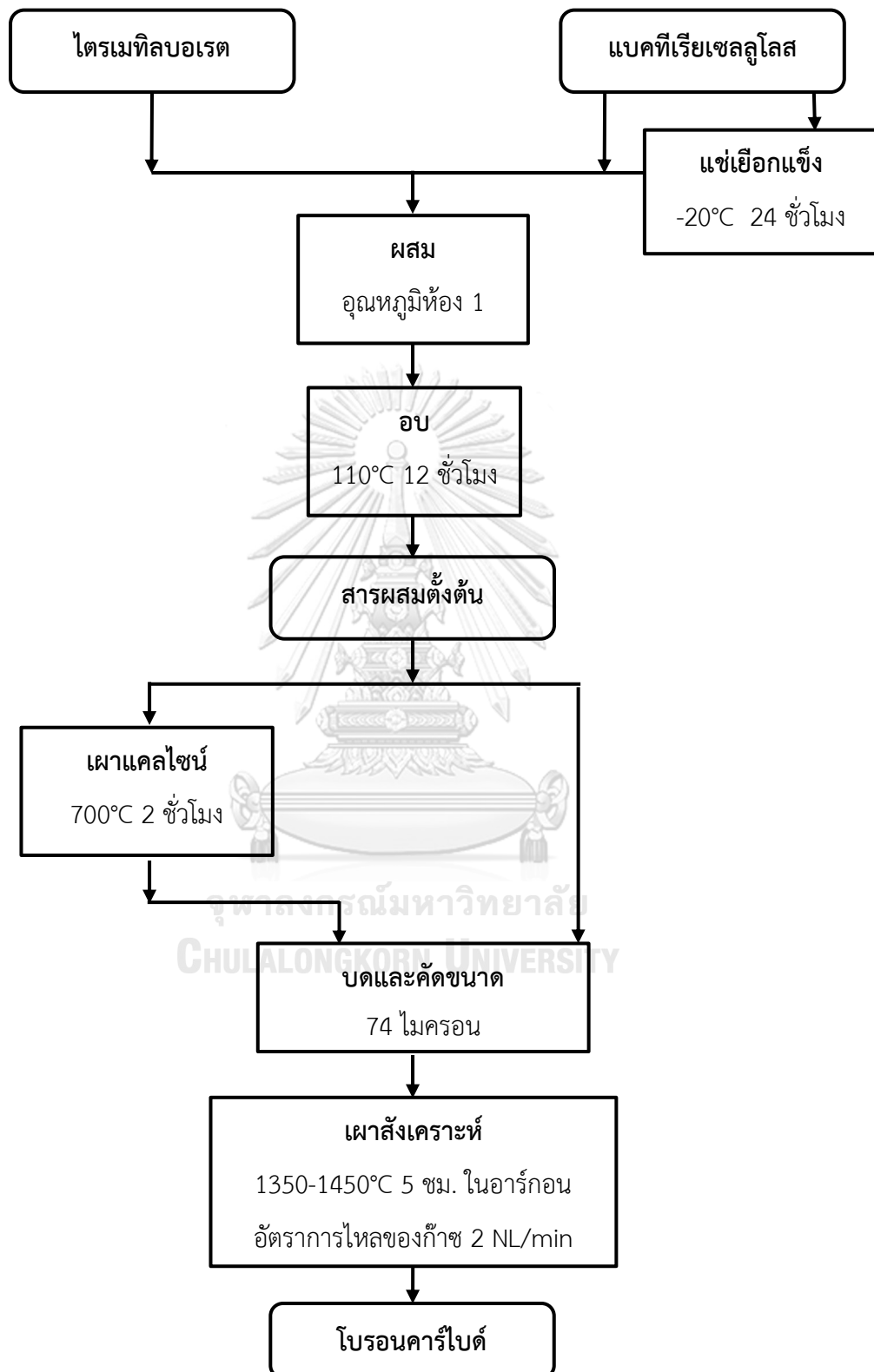
3.4.2 หมู่ฟังก์ชัน

หมู่ฟังก์ชันของวัตถุดิบและสารผสมตั้งต้นถูกตรวจสอบด้วย เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FTIR: Nicolet, model Impact 400, USA) การเตรียมชิ้นงานตัวอย่างเพื่อตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน ทำได้โดยการบดผสมผงที่จะทำการตรวจสอบกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ขึ้นรูปให้ชิ้นงานมีลักษณะเป็นแผ่นใสด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก จากนั้นวางชิ้นงานตัวอย่างในเครื่องและทำการวิเคราะห์การดูดกลืนแสงในช่วงเลขคลื่นตั้งแต่ 400 ถึง 4000 cm⁻¹

3.4.3 โครงสร้างจุลภาค

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM: JOEL, JSM-6480LV, Japan) ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของสารผสมตั้งต้นและผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ การเตรียมตัวอย่างทำได้โดย นำผงตัวอย่างโรยลงบนลงบนแผ่นทองเหลืองที่ปิดทับผิวหน้าด้วยแผ่นคาร์บอน จากนั้นนำชิ้นงานไปเคลือบผิวด้วยทองเพื่อให้ชิ้นงานมีความนำไฟฟ้า พร้อมทั้งจะทำการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคที่กำลังขยายต่างๆ

3.5 แผนผังการดำเนินงานวิจัย



รูปที่ 3.1 แผนผังกระบวนการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์

บทที่ 4

วิเคราะห์และสรุปการทดลอง

4.1 ลักษณะเฉพาะของวัตถุดิบ

4.1.1 น้ำหนักแห้งของแบคทีเรียเซลลูโลส

เนื่องจากแบคทีเรียเซลลูโลสที่ได้รับจากบริษัทฟรุ๊ตเทีย ฟู้ดส์ โพรเซสซิง จำกัด คือวุ้นมะพร้าวที่มีรูปร่างเป็นก้อนสี่เหลี่ยมขนาดสมมาตร (5x5x5 มิลลิเมตร) มีลักษณะยึดหยุ่น ดังแสดงในภาพ 4.1 โครงสร้างประกอบด้วยน้ำในปริมาณมาก หากนำมาอบไล่ความชื้นโครงสร้างแบคทีเรียเซลลูโลสจะลึ่มตัว ทำให้ความสามารถในการดูดซับลดลง จำเป็นต้องใช้งานในสภาวะที่ได้รับมา แต่เพื่อให้การปรับเปลี่ยนสูตรส่วนผสมในงานวิจัยนี้เป็นไปอย่างมีระบบ ผู้วิจัยจึงกำหนดปริมาณแบคทีเรียเซลลูโลสจากจำนวนก้อนของวุ้นมะพร้าว โดยในเบื้องต้น ได้นำวุ้นมะพร้าวจำนวน 500 ก้อน มาอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นทำการคำนวณหาค่าเฉลี่ยน้ำหนักแห้งของแบคทีเรียเซลลูโลส จากผลการคำนวณดังแสดงในตารางที่ 4.1 พบว่า วุ้นมะพร้าวจำนวน 500 ก้อน มีค่าเฉลี่ยน้ำหนักแห้ง 0.156 กรัม น้ำหนักแห้งของวุ้นมะพร้าวแต่ละชุดมีความแตกต่างกันพอสมควร



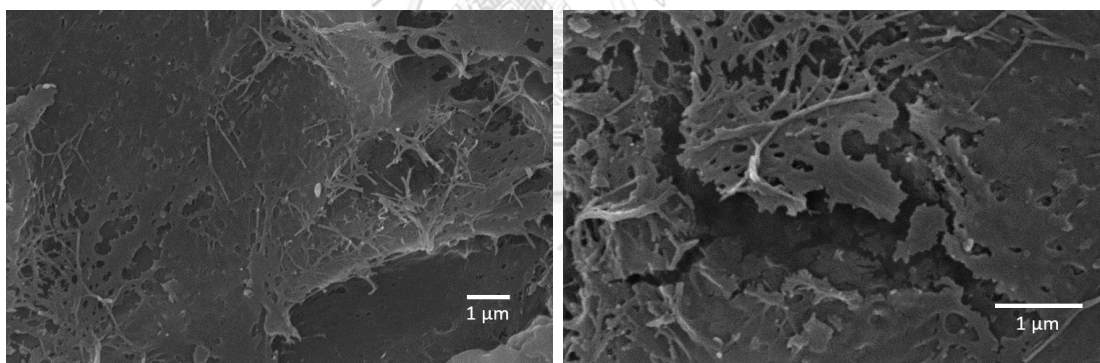
รูปที่ 4.1 วุ้นมะพร้าวจากบริษัทฟรุ๊ตเทีย ฟู้ดส์ โพรเซสซิง จำกัด

ตารางที่ 4.1 การคำนวณค่าเฉลี่ยน้ำหนักแห้งของวุ้นมะพร้าวจำนวน 500 ก้อน

ชุดที่	วุ้นแห้ง+จานรอง (g)	จานรอง (g)	วุ้นแห้ง (g)
1	43.43	43.25	0.18
2	50.85	50.71	0.14
3	47.43	47.30	0.13
4	42.01	41.85	0.16
5	47.48	47.31	0.17
		ค่าเฉลี่ย	0.156
		S.D.	0.02074

4.1.2 โครงสร้างจุลภาค

โครงสร้างจุลภาคของแบคทีเรียเซลลูโลส (รูปที่ 4.2) ประกอบด้วยแผ่นบางที่มีลักษณะพรุน และเส้นใยที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.1 ไมครอน กระจายทั่วไปในโครงสร้าง

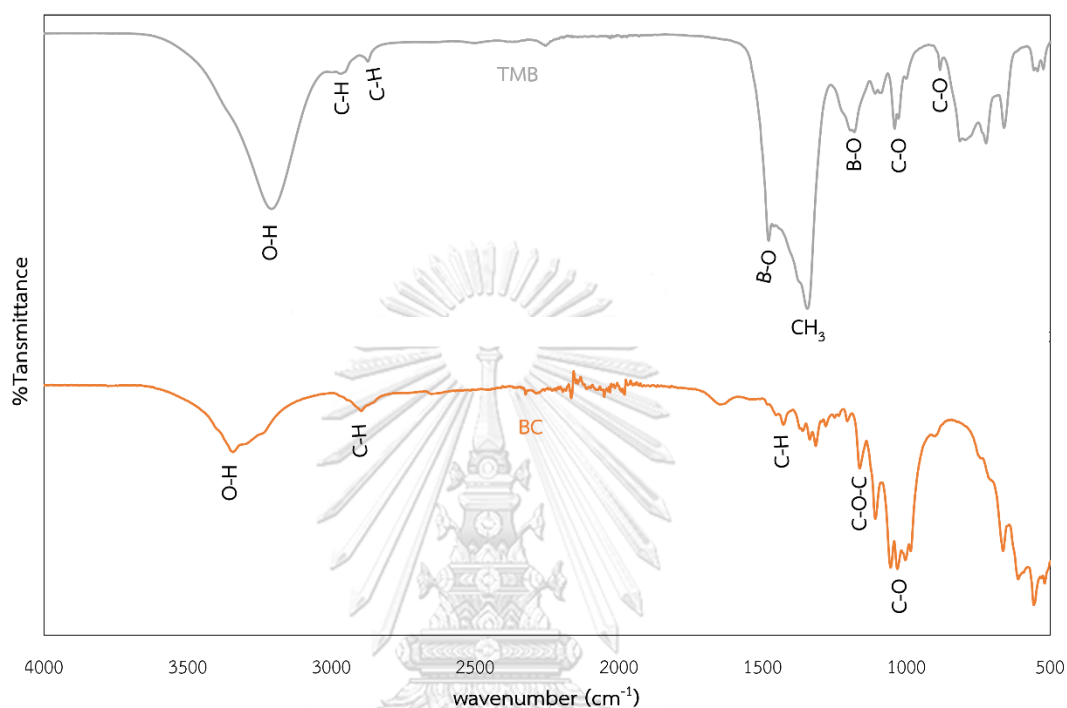


รูปที่ 4.2 โครงสร้างจุลภาคของแบคทีเรียเซลลูโลสหลังการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

4.1.3 หมู่ฟังก์ชันของวัตถุดิบ

รูปที่ 4.3 แสดงหมู่ฟังก์ชันของวัตถุดิบทั้งสอง เมื่อพิจารณาหมู่ฟังก์ชันของไตรเมทิลบอเรต (TMB) พบแถบการสั่นแบบ stretching ของพันธะ O-H ที่บริเวณเลขคลื่น 3200-3400 cm^{-1} และ 2850-3000 cm^{-1} นอกจากนี้ ยังพบแถบการสั่นแบบ stretching ของพันธะ C-H และ C-O ที่ช่วงเลขคลื่น 1000-1300 cm^{-1} และ 1375 cm^{-1} ตามลำดับ ส่วนแถบการสั่นแบบ bending ของพันธะ CH_3 และ B-O ปรากฏที่เลขคลื่น 1200 cm^{-1} และ 1460 cm^{-1} [26] สำหรับหมู่ฟังก์ชันในแบคทีเรีย

เซลลูโลส พบแถบการสั่นแบบ stretching ของพันธะ O-H และ -C-O group ที่เลขคลื่น 3341 cm^{-1} และ 1061 cm^{-1} ในขณะที่บริเวณเลขคลื่น 2906 cm^{-1} และ 1373 cm^{-1} แสดงแถบการสั่นแบบ stretching ของพันธะ C-H [27]



รูปที่ 4.3 หมู่ฟังก์ชันของแบคทีเรียเซลลูโลสและไตรเมทิลบอเรต

4.2 การศึกษาเบื้องต้นเพื่อกำหนดสถานะในการสังเคราะห์

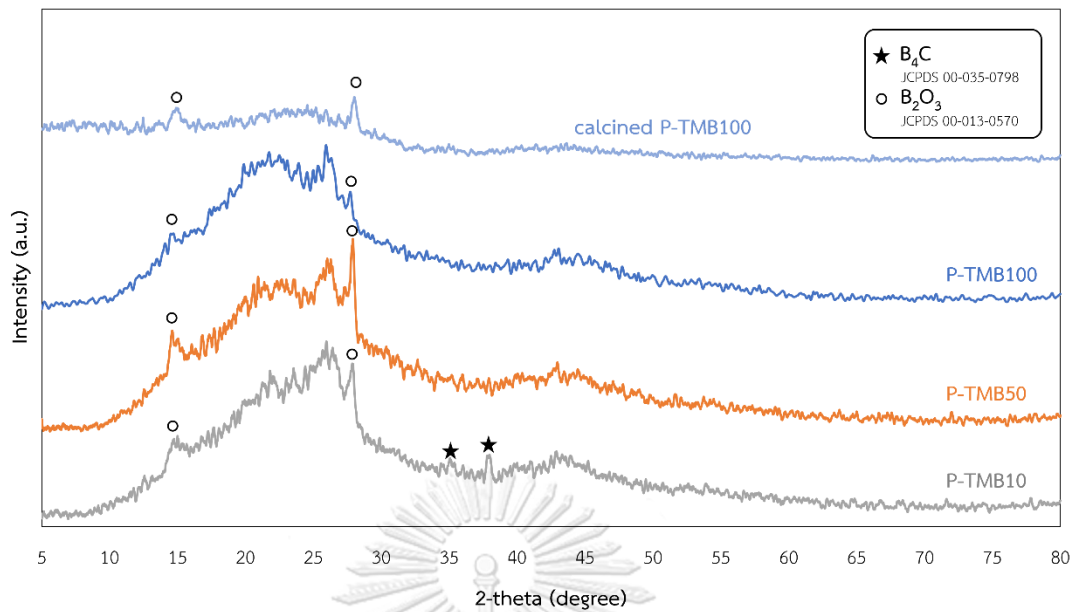
4.2.1 การหาอัตราส่วนผสมของสารตั้งต้นที่เหมาะสมโดยสังเขป

ในช่วงต้นของงานวิจัย ผู้วิจัยได้พยายามหาอัตราส่วนของวัตถุดิบในสารผสมตั้งต้นที่เหมาะสม นั่นคือ อัตราส่วนระหว่างไตรเมทิลบอเรตและแบคทีเรียเซลลูโลส เนื่องจากเราไม่อาจทราบได้ว่าไตรเมทิลบอเรตจะเข้าทำปฏิกิริยาหรือเข้าไปร่วมอยู่ในโครงสร้างแบคทีเรียเซลลูโลสในปริมาณเท่าใด ในขั้นตอนนี้ ผู้วิจัยกำหนดใช้แบคทีเรียเซลลูโลสปริมาณคงที่ และปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของไตรเมทิลบอเรต เริ่มต้นจากใช้ไตรเมทิลบอเรต 100 % จากนั้นลดปริมาณไตรเมทิลบอเรตโดยการเตรียมเป็นสารละลายความเข้มข้นต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.1 เพื่อประเมินหาอัตราส่วนของวัตถุดิบในสารผสมตั้งต้นที่เหมาะสม สำหรับใช้ในงานวิจัยขั้นต่อไป

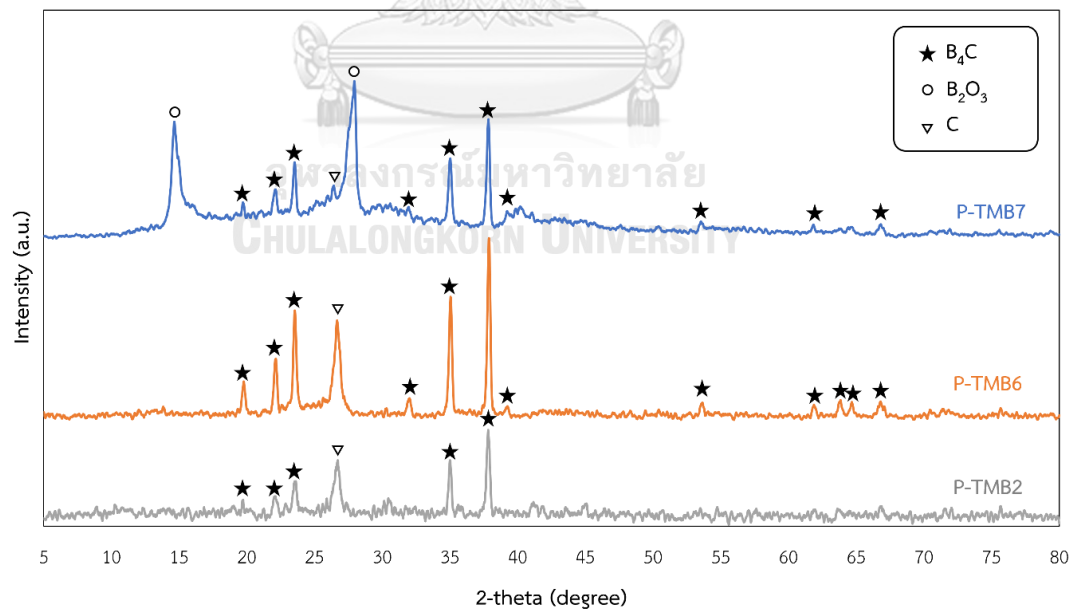
จากการทดลอง P-TMB100 P-TMB50 และ P-TMB10 ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เมื่อพิจารณาองค์ประกอบเฟสของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาแคลไซน์ (รูปที่ 4.4) พบว่าเกิดฟิสิกของโบรอนออกไซด์ (B_2O_3 : JCPDS 00-013-0570) ขึ้นท่ามกลางเฟสออสซิลานเมื่อนำส่วนผสมทั้งสามมาผ่านกระบวนการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมงในบรรยากาศอาร์กอน พบว่าผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์หลอมเหลวติดกับครุซีเบล มีลักษณะคล้ายกับแก้ว สีดำมันวาว เมื่อนำมาตรวจสอบองค์ประกอบเฟส พบว่า P-TMB100 P-TMB50 และ P-TMB10 มีลักษณะเส้นกราฟที่แสดงเฟสออสซิลานในปริมาณสูง พบเฟสโบรอนออกไซด์ซึ่งปรากฏเป็นพีคบริเวณ 2-theta เท่ากับ 14.8 และ 27.9 องศา นอกจากนี้ ใน P-TMB10 ซึ่งเป็นส่วนผสมที่มีปริมาณไตรเมทิลบอเรตน้อย ยังปรากฏฟิสิกขนาดเล็กบริเวณ 2-theta เท่ากับ 34.5 และ 37.6 องศา ซึ่งแสดงถึงเฟสโบรอนคาร์ไบด์ (B_4C : JCPDS 00-035-0798) การที่ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์มีลักษณะคล้ายแก้วหลอม คาดว่าเกิดจากปริมาณโบรอนในส่วนผสมตั้งต้นที่มากเกินไป ได้ทำปฏิกิริยาระหว่างเผาเกิดเป็นโบรอนออกไซด์ ดังแสดงในสมการ (4.1)



จากที่ได้กล่าวมาข้างต้น ผู้วิจัยจึงได้ขยายการทดลองโดยปรับส่วนผสมวัตถุดิบ ลดปริมาณไตรเมทิลบอเรต ได้แก่ P-TMB7 P-TMB6 และ P-TMB2 เผาแคลไซน์อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมงในบรรยากาศอาร์กอน จากการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส (รูปที่ 4.5) พบว่าความเข้มฟิสิกของเฟสโบรอนคาร์ไบด์ใน P-TMB7 เพิ่มสูงขึ้น แต่ยังคงปรากฏโบรอนออกไซด์เป็นเฟสหลักในผลิตภัณฑ์ เมื่อปริมาณไตรเมทิลบอเรตในส่วนผสมลดลงในส่วนผสม P-TMB6 ไม่พบเฟสโบรอนออกไซด์ ในขณะที่ฟิสิกของเฟสโบรอนคาร์ไบด์ปรากฏสูงชัดเจนจนกลายมาเป็นเฟสหลักในผลิตภัณฑ์ อย่างไรก็ตามในส่วนผสมนี้ปรากฏแกรไฟต์ (C : JCPDS 00-026-1077) เป็นมลทินในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ เมื่อพิจารณาส่วนผสม P-TMB2 พบว่าความเข้มของฟิสิกโบรอนคาร์ไบด์ลดลง ในขณะที่ปริมาณมลทินแกรไฟต์เพิ่มสูงขึ้นเมื่อเทียบกับส่วนผสม P-TMB6



รูปที่ 4.4 องค์ประกอบเฟสของ P-TMB100 P-TMB50 และ P-TMB10 ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน



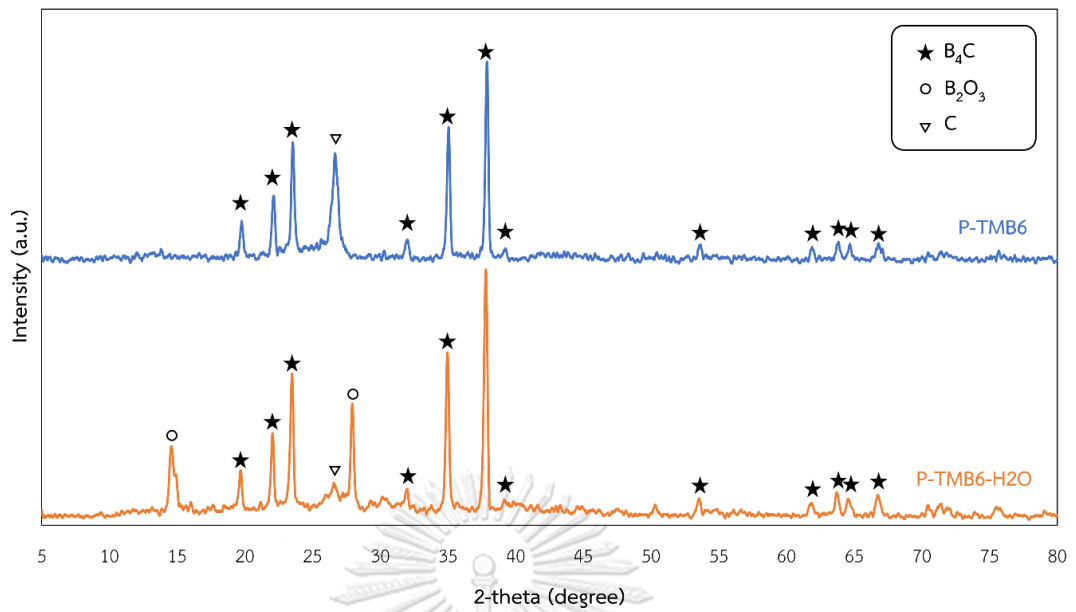
รูปที่ 4.5 องค์ประกอบเฟสของ P-TMB7 P-TMB6 และ P-TMB2 ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน

4.2.2 อิทธิพลของชนิดตัวทำละลายในการเตรียมสารผสมตั้งต้น

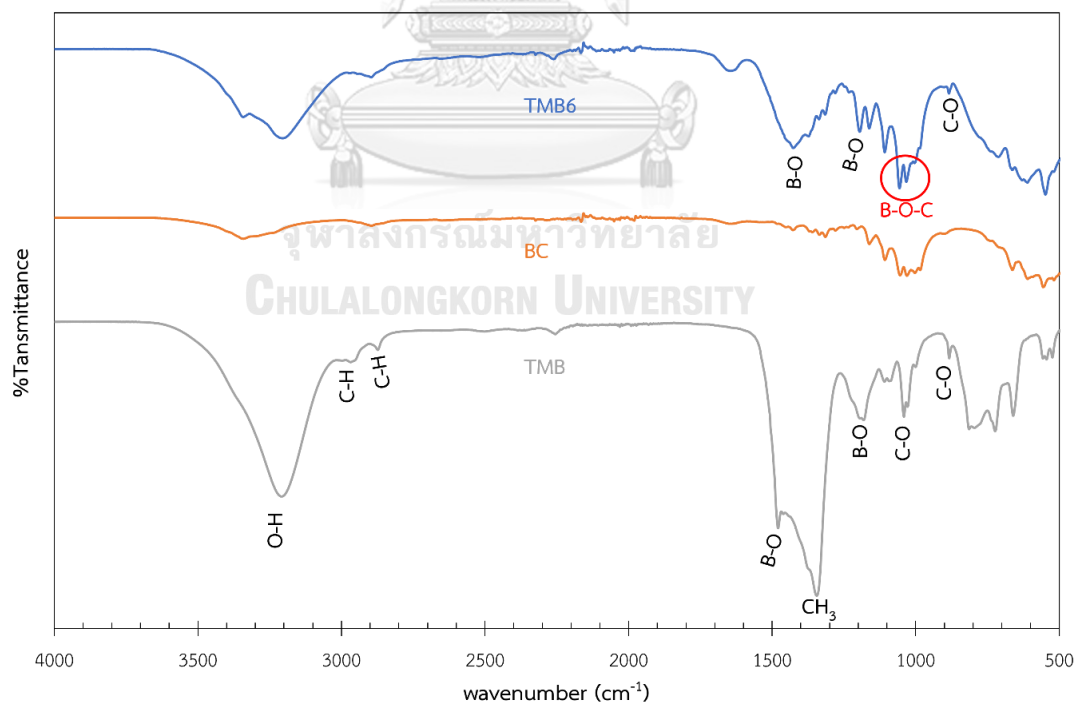
ในความพยายามที่จะลดความยุ่งยากและลดต้นทุนของกระบวนการสังเคราะห์ ผู้วิจัยได้ทดลองปรับเปลี่ยนชนิดตัวทำละลายในการเตรียมสารผสมตั้งต้น P-TMB6 จากเดิมที่ใช้เมทิลแอลกอฮอล์เปลี่ยนมาเป็นน้ำปราศจากไอออน จากการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบเฟส (รูปที่ 4.6) พบว่า ในส่วนผสม P-TMB6-H₂O ซึ่งใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย พบพีคของโบรอนออกไซด์ซึ่งไม่ปรากฏในกรณีที่ใช้เมทิลแอลกอฮอล์เป็นตัวทำละลายในขณะที่ความเข้มข้นพีคแกรไฟต์ลดลง เมื่อเทียบกับส่วนผสม P-TMB6 ซึ่งมีอัตราส่วนระหว่างเมทิลบอเรตและแบคทีเรียเซลลูโลสเท่ากัน แสดงให้เห็นว่า เมื่อใช้เมทิลแอลกอฮอล์และน้ำเป็นตัวทำละลาย ไตรเมทิลบอเรตมีพฤติกรรมการแตกตัวที่ต่างกัน เมื่อใช้น้ำเป็นตัวทำละลายไตรเมทิลบอเรตจะทำปฏิกิริยากับน้ำและเกิดการแตกตัวตามสมการ (4.2)



จากสมการ (4.2) ไตรเมทิลบอเรตเมื่อทำปฏิกิริยากับน้ำจะแตกตัว เกิดเป็นแอลกอฮอล์และโบรอนที่มีหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิลในโครงสร้าง ผู้วิจัยคาดการณ์ว่า โบรอนที่มีหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิลในโครงสร้างนี้เมื่อนำมาผสมกับแบคทีเรียเซลลูโลส ก็จะสามารถทำปฏิกิริยาและเกิดพันธะ B-O-C ขึ้นในระบบ โดยจากการศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้อง มีรายงานว่า พันธะ B-O-C ที่เกิดขึ้นในสารผสมตั้งต้นมีส่วนเอื้อประโยชน์ให้การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์เกิดขึ้นได้ที่อุณหภูมิต่ำ [28-30]



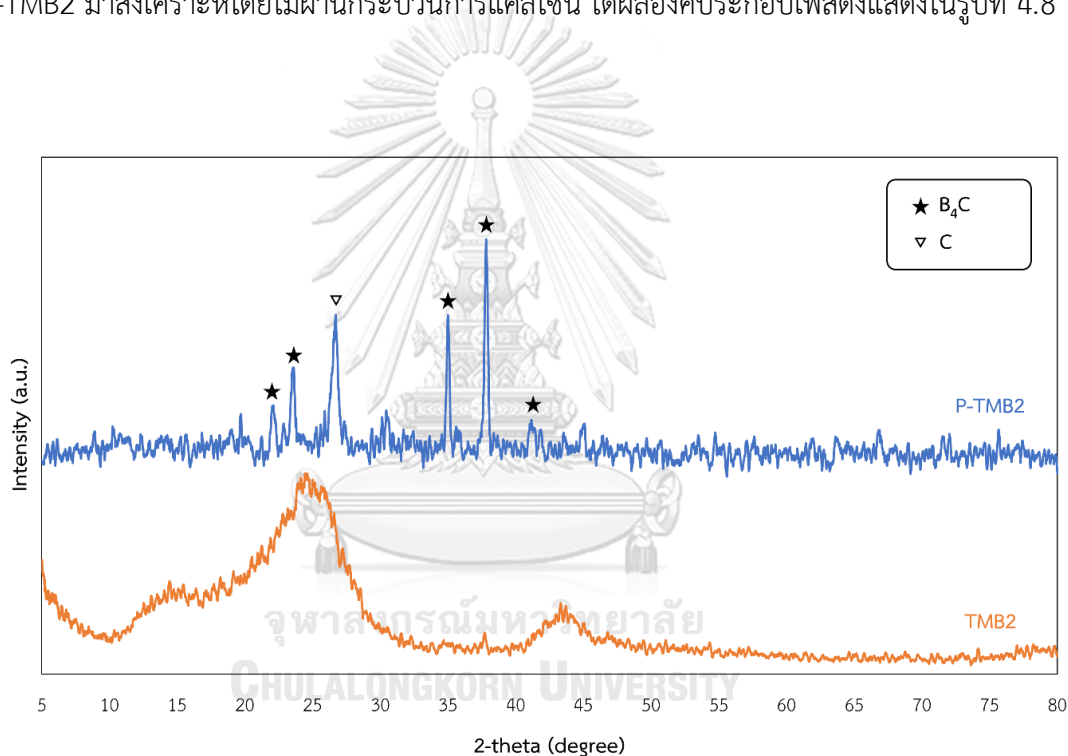
รูปที่ 4.6 องค์ประกอบเฟสของ P-TMB6 และ P-TMB6-H₂O ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน



รูปที่ 4.7 หมู่ฟังก์ชันของสารผสมตั้งต้น TMB6 แบคทีเรียเซลลูโลสและไตรเมทิลบอเรต

4.3 อิทธิพลของอัตราส่วนระหว่างไตรเมทิลบอเรตและแบคทีเรียเซลลูโลสในสารผสมตั้งต้น

หลังจากที่ได้ทำการทดลองประเมินหาสภาวะในการเตรียมสารผสมตั้งต้นที่เหมาะสม โดยสังเขป ผู้วิจัยได้เลือกนำส่วนผสม P-TMB6-H₂O ซึ่งใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย ไตรเมทิลบอเรตมาพัฒนาขยายผลต่อไป สำหรับกระบวนการสังเคราะห์นั้น จากการศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้องพบว่าส่วนใหญ่จะเผาแคลไซน์สารผสมตั้งต้นที่ช่วงอุณหภูมิ 600-800°C ก่อนนำเข้าสู่กระบวนการสังเคราะห์ในบรรยากาศก๊าซอาร์กอน [5, 14, 31] แต่ก็มีบางรายงานที่ทำการสังเคราะห์โดยไม่ผ่านขั้นตอนการแคลไซน์ [32] ในประเด็นนี้ ผู้วิจัยจึงได้ทดลองนำส่วนผสมสารตั้งต้นเดียวกับ P-TMB2 มาสังเคราะห์โดยไม่ผ่านกระบวนการแคลไซน์ ได้ผลองค์ประกอบเฟสดังแสดงในรูปที่ 4.8

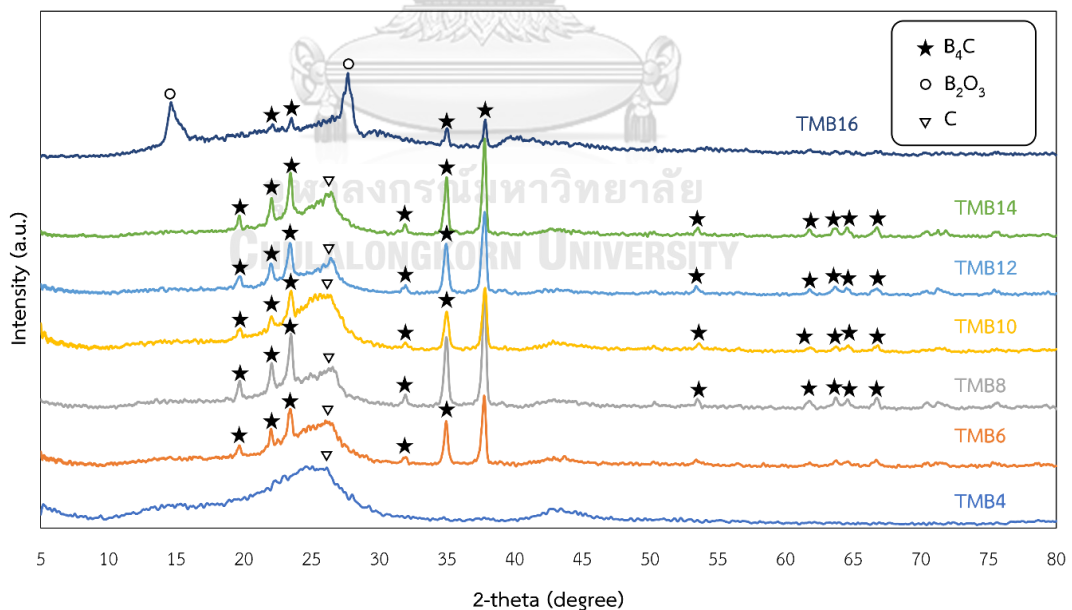


รูปที่ 4.8 องค์ประกอบเฟสของ P-TMB2 และ TMB2 ที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตามลำดับ ทั้งสองผลิตภัณฑ์ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน

ระหว่างกระบวนการเผาโคลไซน์ คาร์บอนบางส่วนในแบคทีเรียเซลลูโลสจะสูญหายไปจากระบบเนื่องจากปฏิกิริยาเผาไหม้ ดังนั้นอัตราส่วนระหว่างคาร์บอนและโบรอนในส่วนผสมทั้งสองช่วงก่อนนำเข้าไปทำการเผาสังเคราะห์จึงไม่เท่ากัน โดย TMB2 จะมีสัดส่วนของโบรอนน้อยกว่า P-TMB2

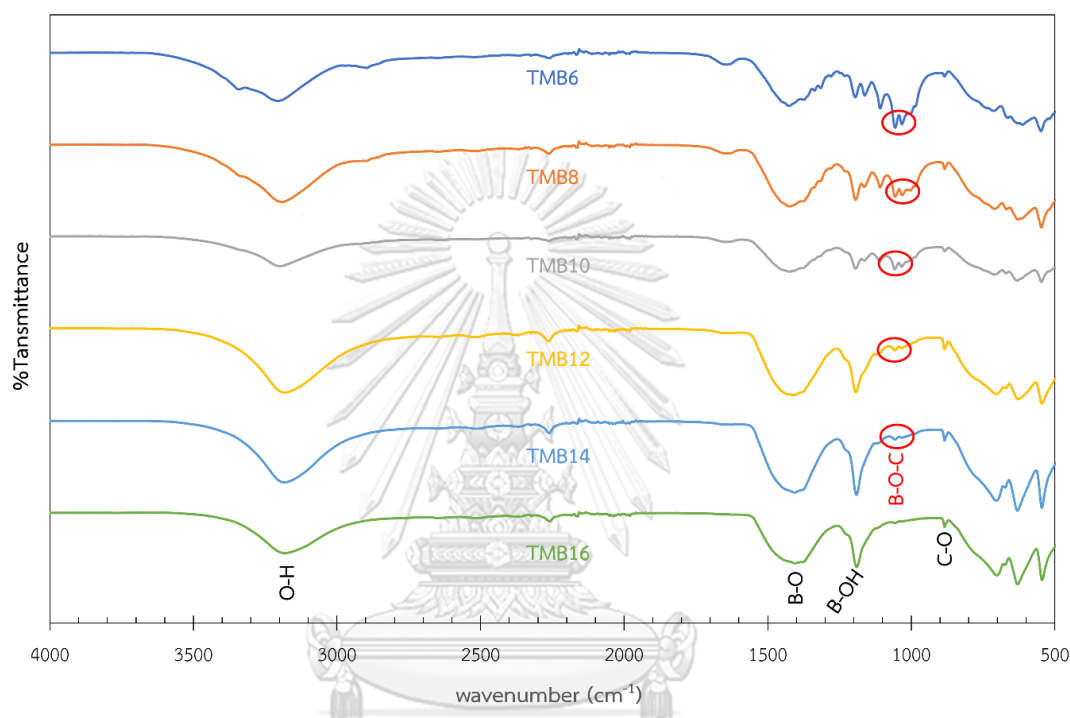
ด้วยเหตุนี้ ในความพยายามที่จะตัดขั้นตอนการเผาแคลไซน์ออกไป เพื่อลดความซับซ้อนของกระบวนการผลิต ผู้วิจัยจึงทำการเพิ่มปริมาณไตรเมทิลบอเรตในส่วนผสมตั้งต้น และสังเคราะห์โดยไม่ผ่านขั้นตอนการเผาแคลไซน์ องค์ประกอบเฟสของผลิตภัณฑ์จากการทดลองชุดนี้แสดงในรูปที่ 4.9

เมื่อเพิ่มปริมาณไตรเมทิลบอเรตเป็น 4 มิลลิลิตร (TMB4) เรายังคงพบเพียงเฟสอัสฐานในผลิตภัณฑ์ เช่นเดียวกับส่วนผสม TMB2 แต่เมื่อปริมาณไตรเมทิลบอเรตเพิ่มขึ้น ในผลิตภัณฑ์ที่ใช้ส่วนผสม TMB6 พีคของโบรอนคาร์ไบด์เริ่มปรากฏเด่นชัดเป็นเฟสหลัก ในขณะที่เฟสอัสฐานมียอดเนินตรงบริเวณ 2-theta เท่ากับ 20-28 องศา ซึ่งอยู่ในบริเวณเดียวกับตำแหน่งพีคความเข้ม 100% ของแกรไฟต์ (2-theta เท่ากับ 26.7 องศา) เมื่อเพิ่มปริมาณไตรเมทิลบอเรตในส่วนผสมตั้งต้นให้มากขึ้นอีก จาก 6 มิลลิลิตร ไปจนถึง 14 มิลลิลิตร โดยให้ปริมาณแบคทีเรียเซลลูโลสเท่าเดิมทุกส่วนผสม พบว่า ผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์มีองค์ประกอบเฟสคล้ายคลึงกัน นั่นคือ มีโบรอนคาร์ไบด์เป็นเฟสหลักและยังคงมีแกรไฟต์อัสฐานเป็นมลทินเจือปนอยู่ด้วย อย่างไรก็ตาม เมื่อสารผสมตั้งต้นมีปริมาณไตรเมทิลบอเรตเพิ่มมากขึ้นเป็น 16 มิลลิลิตร พบว่า ความเข้มพีคโบรอนคาร์ไบด์กลับลดลง ในขณะที่โบรอนออกไซด์ปรากฏขึ้นเป็นเฟสหลัก และยังคงมีแกรไฟต์อัสฐานเจือปนอยู่ในผลิตภัณฑ์ เช่นเดียวกับส่วนผสมอื่น



รูปที่ 4.9 องค์ประกอบเฟสของ TMB4 TMB6 TMB8 TMB10 TMB12 TMB14 และ TMB16 ที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน

เมื่อพิจารณาหมู่ฟังก์ชันในสารผสมตั้งต้น (รูปที่ 4.10) พบว่า TMB6 TMB8 TMB10 TMB12 และ TMB14 ปรากฏแถบการดูดกลืนของพันธะ B-O-C ในสารผสมตั้งต้นทั้งห้าสูตร โดยความลึกของแถบการดูดกลืนมีแนวโน้มลดลงเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของไตรเมทิลบอเรต ในทางกลับกัน ความลึกของแถบการดูดกลืนที่แสดงพันธะ B-OH มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น และจะเห็นว่าใน TMB16 ไม่พบว่ามีพันธะ B-O-C ปรากฏอยู่ในโครงสร้าง

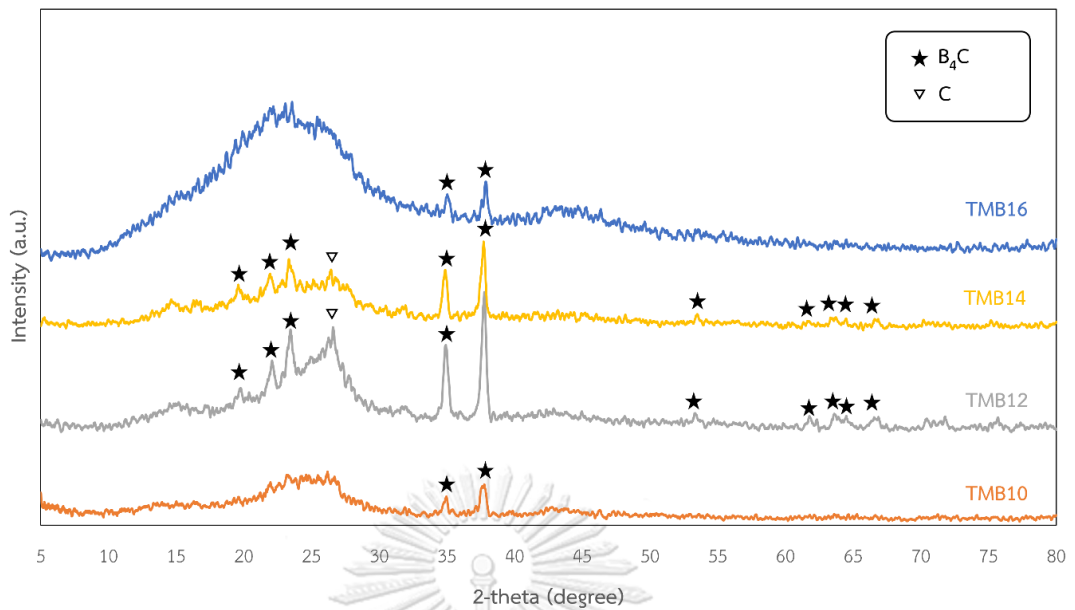


รูปที่ 4.10 หมู่ฟังก์ชันในสารผสมตั้งต้น TMB6 TMB8 TMB10 TMB12 TMB14 และ TMB16

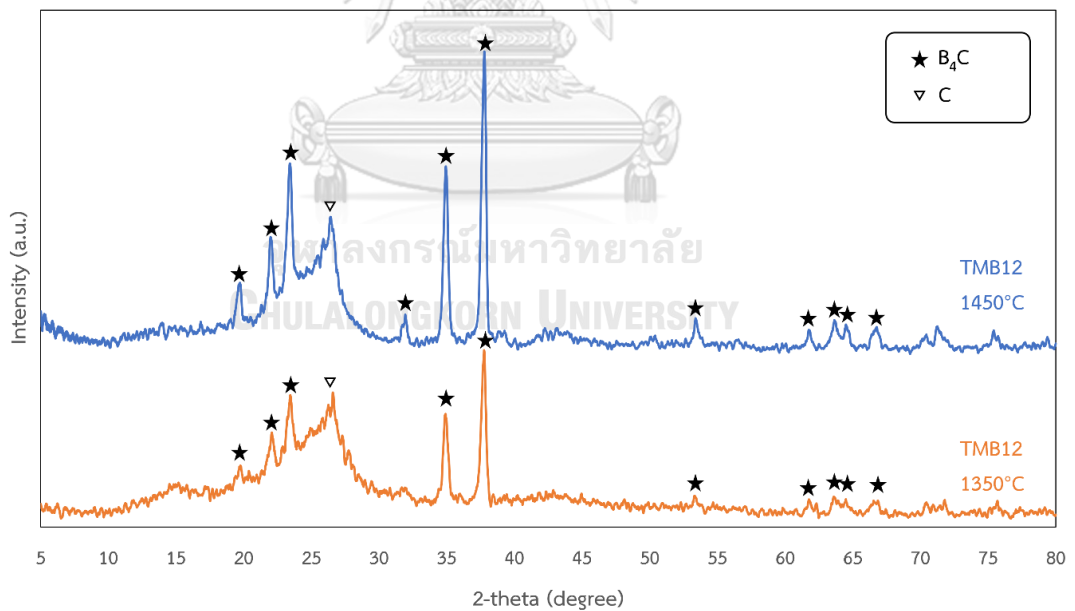
CHULALONGKORN UNIVERSITY

4.4 อิทธิพลของอุณหภูมิการสังเคราะห์

เพื่อที่จะศึกษาพัฒนาการของการเกิดเฟส ผู้วิจัยจึงได้ทำการสังเคราะห์ส่วนผสม TMB10 TMB12 TMB14 และ TMB16 ที่อุณหภูมิ 1350°C (รูปที่ 4.11) พบว่า ณ อุณหภูมิการสังเคราะห์นี้ องค์ประกอบเฟสของทั้งสี่ส่วนผสมปรากฏโบรอนคาร์ไบด์ขึ้นในระบบ โดย TMB12 มีความเข้มข้นโบรอนคาร์ไบด์สูงที่สุด ส่วนผสม TMB 10 TMB12 และ TMB14 มีองค์ประกอบเฟสคล้ายคลึงกับส่วนผสมเดียวกันเมื่อสังเคราะห์ที่ 1450°C คือประกอบด้วยโบรอนคาร์ไบด์และเฟสอสัณฐาน โดยความเข้มข้นโบรอนคาร์ไบด์เพิ่มสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิการสังเคราะห์เพิ่มขึ้น (รูปที่ 4.12) ในขณะที่ TMB16 ไม่ปรากฏเฟสโบรอนออกไซด์ แต่มีเฟสอสัณฐานที่สูงและกินบริเวณกว้าง ซึ่งแตกต่างจากเมื่อทำการสังเคราะห์ที่ 1450°C



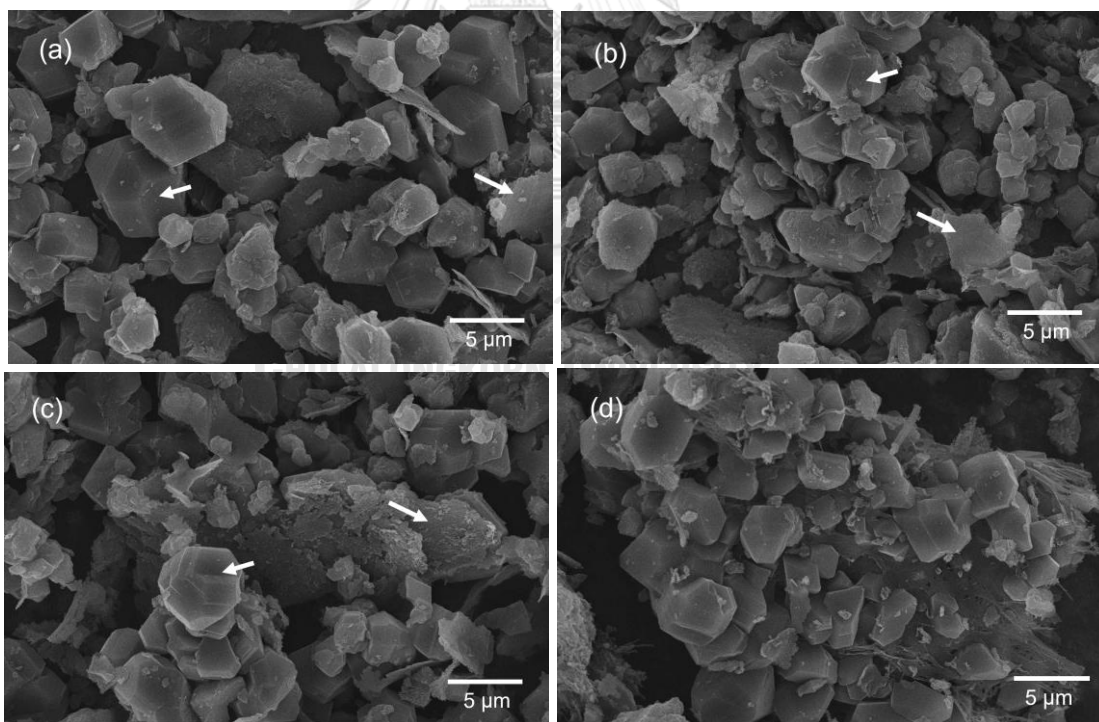
รูปที่ 4.11 องค์ประกอบเฟสของ TMB10 TMB12 TMB14 และ TMB16 ที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน



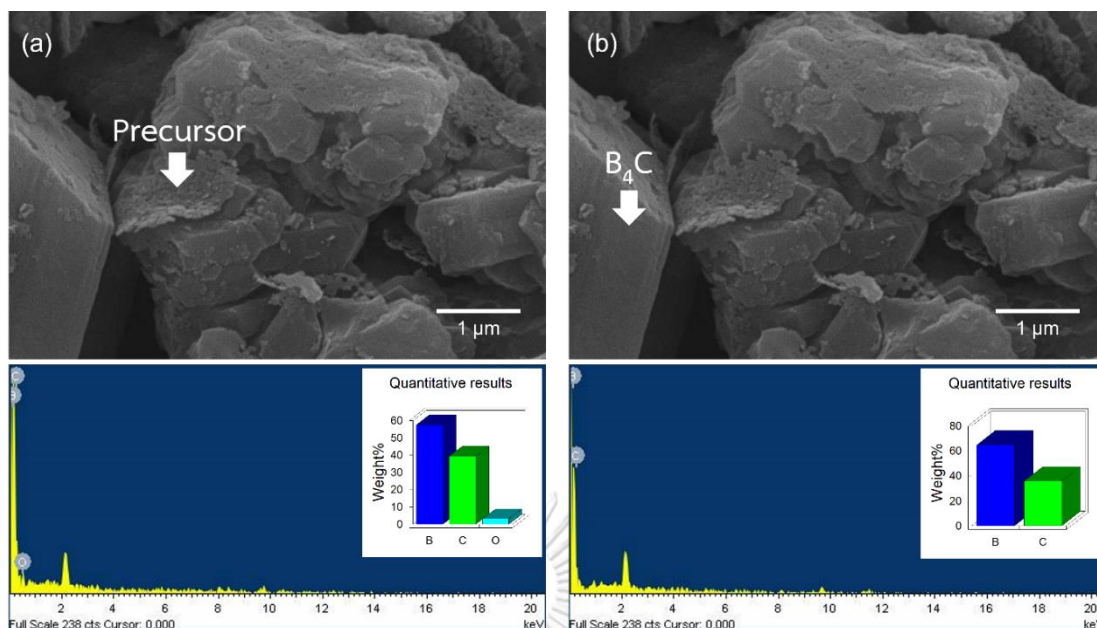
รูปที่ 4.12 องค์ประกอบเฟสของ TMB12 ที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350-1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน

4.5 โครงสร้างจุลภาคของผลิตภัณฑ์

จากการพิจารณาโครงสร้างจุลภาคของส่วนผสม TMB10 TMB12 TMB14 และ TMB16 ที่ผ่านการการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง (รูปที่ 4.13) พบว่า ทั้ง 4 ส่วนผสมมีลักษณะโครงสร้างจุลภาคที่คล้ายคลึงกัน คือประกอบด้วยส่วนผลึกที่มีรูปร่างหลายเหลี่ยม ขนาด 1-5 ไมครอน เป็นโครงสร้างหลักโดยมีอนุภาคที่มีลักษณะเป็นแผ่นกระจายแทรกในบางจุด และเมื่อตรวจสอบองค์ประกอบของธาตุ (EDX) ของส่วนผสม TMB12 (รูปที่ 4.14) พบว่าตำแหน่งที่เป็นผลึกหลายเหลี่ยมประกอบด้วยธาตุโบรอนและคาร์บอน ซึ่งมีอัตราส่วนใกล้เคียงกับโบรอนคาร์ไบด์ที่มีคาร์บอนมาก [10] เมื่อทำการตรวจสอบตรงตำแหน่งที่มีลักษณะเป็นแผ่น ซึ่งมีรูปร่างคล้ายคลึงกับแบคทีเรียเซลลูโลสดังที่แสดงภาพในหัวข้อ 4.1.2 พบว่าประกอบด้วยธาตุโบรอน คาร์บอน และออกซิเจน สันนิษฐานได้ว่าส่วนที่มีลักษณะแผ่นที่พบในผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์น่าจะเป็นสารผสมตั้งต้นที่ยังทำปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์



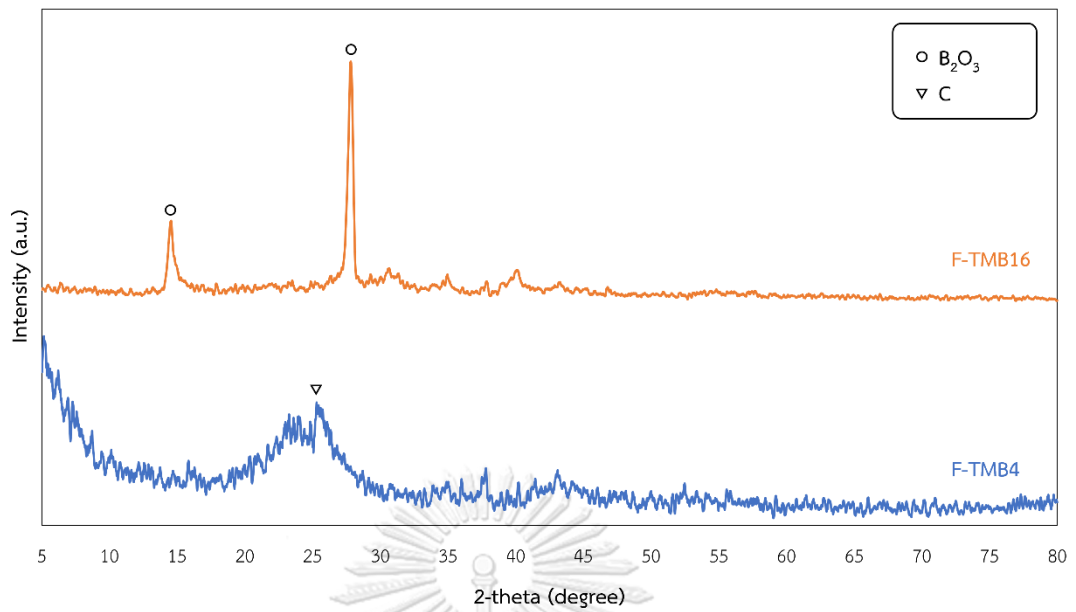
รูปที่ 4.13 โครงสร้างจุลภาคของ (a) TMB10 (b) TMB12 (c) TMB14 และ (d) TMB16 ที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน



รูปที่ 4.14 ผลการตรวจสอบองค์ประกอบธาตุ (EDX) ของส่วนผสม TMB12 ที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน

4.6 การนำกระบวนการแช่เยือกแข็งมาใช้ในการสังเคราะห์

รูปที่ 4.15 แสดงองค์ประกอบเฟสของส่วนผสม F-TMB4 และ F-TMB16 ที่แบคทีเรียเซลล์โลสผ่านกระบวนการแช่เยือกแข็งที่อุณหภูมิ -20°C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง ก่อนนำมาผสมกับสารละลายไตรเมทิลบอเรต จากนั้นอบแห้งและสังเคราะห์ที่ 1450°C 5 ชั่วโมง พบว่าทั้งสองส่วนผสมไม่ปรากฏเฟสโบรอนคาร์ไบด์ในผลิตภัณฑ์หลังการสังเคราะห์ เมื่อพิจารณาผลิตภัณฑ์จากส่วนผสม F-TMB4 ซึ่งมีสัดส่วนของโบรอนในสารผสมตั้งต้นน้อยกว่า พบเพียงเฟสสัณฐานของคาร์บอน ในขณะที่ผลิตภัณฑ์จากส่วนผสม F-TMB16 ซึ่งมีสัดส่วนโบรอนในสารผสมตั้งต้นมากที่สุดแทบไม่พบเฟสสัณฐาน แต่ปรากฏพีคของโบรอนออกไซด์ขึ้นในผลิตภัณฑ์ จะเห็นได้ว่า ในงานวิจัยนี้กระบวนการแช่เยือกแข็งไม่ได้แสดงผลสนับสนุนการเกิดเฟสโบรอนคาร์ไบด์ในกระบวนการสังเคราะห์ สาเหตุอาจเป็นเพราะกระบวนการแช่เยือกแข็งทำให้โครงสร้างของแบคทีเรียเซลล์โลสล้มตัว ส่งผลให้โบรอนในสารละลายไตรเมทิลบอเรตเข้าไปสร้างพันธะ B-O-C ในโครงสร้างแบคทีเรียเซลล์โลสได้น้อยลงแต่อย่างไรก็ดี ผลิตภัณฑ์จากส่วนผสมที่อยู่ระหว่าง F-TMB4 และ F-TMB16 ควรถูกนำมาพิจารณาศึกษาเปรียบเทียบเพิ่มเติมเพื่อยืนยันประสิทธิภาพของกระบวนการแช่เยือกแข็ง



รูปที่ 4.15 องค์ประกอบเฟสของ F-TMB4 และ F-TMB16 ที่ผ่านกระบวนการแช่เยือกแข็งและ
สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน

บทที่ 5

สรุปผลงานวิจัย

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นที่จะสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ความบริสุทธิ์สูง มีขนาดอนุภาคเล็กและสม่ำเสมอ ได้เป็นผลสำเร็จที่อุณหภูมิต่ำ โดยใช้ไตรเมทิลบอเรตและแบคทีเรียเซลลูโลสเป็นสารตั้งต้น ในการนี้ ผู้วิจัยได้ดำเนินการทดลองเพื่อศึกษาอิทธิพลของตัวแปรในกระบวนการสังเคราะห์ ได้แก่ อัตราส่วนระหว่างไตรเมทิลบอเรตกับแบคทีเรียเซลลูโลสในสารผสมตั้งต้น ชนิดตัวทำละลายและ อุณหภูมิการสังเคราะห์นอกจากนี้ยังได้นำกระบวนการการแช่เยือกแข็งมาใช้ในการเตรียมสารตั้งต้น โดยคาดหวังว่ากระบวนการนี้จะช่วยส่งเสริมการเข้าทำปฏิกิริยาของไตรเมทิลบอเรตในโครงสร้าง แบคทีเรียเซลลูโลส สามารถสรุปผลการทดลองที่ดำเนินการวิจัยมาได้ดังนี้

1. ในการทดลองเปรียบเทียบตัวทำละลายจากการเตรียมสารละลายไตรเมทิลบอเรต ระหว่างน้ำปราศจากไอออนและเมทิลแอลกอฮอล์ พบว่า องค์ประกอบเฟสของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมสารผสมตั้งต้นโดยใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย นอกจากพบโบรอนคาร์ไบด์ เป็นเฟสหลัก ยังปรากฏฟิสิกโบรอนออกไซด์ ในขณะที่ความเข้มข้นคาร์บอนลดลงเมื่อเทียบกับกรณีที่ใช้เมทิลแอลกอฮอล์ ทั้งนี้คาดว่าเนื่องจากไตรเมทิลบอเรตแตกตัวในน้ำได้ดี จึงส่งผลให้เกิดหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิลได้ในปริมาณมากกว่า
2. จากการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันในสารผสมตั้งต้นที่เตรียมได้ (TMB6 TMB8 TMB10 TMB12 และ TMB14) พบว่ามี B-O-C ในส่วนผสมทั้งหมด โดยความลึกของแถบการดูดกลืนมีแนวโน้มลดลงเมื่อส่วนผสมตั้งต้นมีสัดส่วนโบรอนเพิ่มขึ้น
3. ในงานวิจัยนี้ ขั้นตอนการเผาแคลไซน์ที่เพิ่มเข้ามาในกระบวนการสังเคราะห์ไม่ช่วยส่งเสริมการเกิดเฟสโบรอนคาร์ไบด์ในผลิตภัณฑ์ และพบว่าฟิสิกคาร์บอนมีความเข้มข้นสูงเพิ่มมากกว่าในผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์โดยไม่ผ่านการเผาแคลไซน์
4. จากการตรวจสอบองค์ประกอบเฟสของผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C 5 ชั่วโมง พบว่า TMB12 และ TMB14 ปรากฏโบรอนคาร์ไบด์เป็นเฟสหลัก โดยมีคาร์บอนหลงเหลืออยู่ในผลิตภัณฑ์ เมื่อทดลองลดอุณหภูมิการสังเคราะห์เป็น 1350°C พบว่าโบรอนคาร์ไบด์ยังคงปรากฏเป็นเฟสหลักแต่ฟิสิกมีความเข้มข้นต่ำกว่าเมื่อสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C

5. ผลผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัยนี้ ในภาพรวมประกอบด้วยอนุภาครูปร่างหลายเหลี่ยมขนาด 1-5 ไมครอน โดยมีอนุภาครูปร่างแผ่นคล้ายกับแบคทีเรียเซลล์โลสกระจายทั่วไปในโครงสร้างจุลภาค แสดงถึงสารตั้งต้นที่ยังไม่ทำปฏิกิริยาเกิดเป็นโบรอนคาร์ไบด์ ยังคงมีหลงเหลืออยู่ในผลิตภัณฑ์
6. จากการทดลองนำแบคทีเรียเซลล์โลสผ่านกระบวนการแช่เยือกแข็งที่อุณหภูมิ -20°C 48 ชั่วโมง จากนั้นเตรียมสารผสมตั้งต้น TMB-4 และ TMB-16 เพื่อสังเคราะห์ พบว่าสองส่วนผสมไม่ปรากฏเฟสโบรอนคาร์ไบด์ในผลิตภัณฑ์หลังการสังเคราะห์

ข้อเสนอแนะและแนวทางการดำเนินงานต่อไปในอนาคต

จากผลสรุปที่ได้รายงานมาข้างต้น แม้การดำเนินงานวิจัยส่วนใหญ่จะสำเร็จลุล่วงด้วยดี แต่เนื่องด้วยสถานการณ์โรคระบาดโควิด-19 ทำให้ผู้วิจัยจำเป็นต้องปรับลดการทดลองในส่วนกระบวนการแช่เยือกแข็งลง ด้วยเหตุนี้ แนวทางการดำเนินงานต่อไปในอนาคตคือ การเตรียมผลิตภัณฑ์จากส่วนผสมที่อยู่ระหว่าง F-TMB4 และ F-TMB16 มาศึกษาเปรียบเทียบเพื่อยืนยันประสิทธิภาพของกระบวนการแช่เยือกแข็ง นอกจากนี้ จากการดำเนินงานวิจัยที่ผ่านมา ทำให้ผู้วิจัยตระหนักว่าความเป็นเนื้อเดียวของสารผสมตั้งต้นมีความสำคัญและส่งผลอย่างมากต่อความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งสามารถพัฒนาการเตรียมแบคทีเรียเซลล์โลสให้มีพื้นที่ผิวสัมผัสกับไตรเมทิลบอเรตให้สูงกว่าเดิมโดยนำป่นหรือตีเป็นเส้นใย

บรรณานุกรม

- [1] A. Lipp, Boron Carbide: Production, Properties, and Applications, Battelle Northwest Laboratories 1970.
- [2] V. Domnich, S. Reynaud, R.A. Haber, M. Chhowalla, Boron carbide: structure, properties, and stability under stress, *Journal of the American Ceramic Society* 94(11) (2011) 3605-3628.
- [3] P. Asgarian, A. Nourbakhsh, P. Amin, R. Ebrahimi-Kahrizsang, K.J. MacKenzie, The effect of different sources of porous carbon on the synthesis of nanostructured boron carbide by magnesiothermic reduction, *Ceramics International* 40(10) (2014) 16399-16408.
- [4] A. Chakraborti, N. Vast, Y. Le Godec, Synthesis of boron carbide from its elements at high pressures and high temperatures, *Solid State Sciences* 104 (2020) 106265.
- [5] I. Yanase, R. Ogawara, H. Kobayashi, Synthesis of boron carbide powder from polyvinyl borate precursor, *Materials Letters* 63(1) (2009) 91-93.
- [6] D. Kozień, P. Jeleń, M. Sitarz, M.M. Bućko, Synthesis of boron carbide powders from mono- and polysaccharides, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 86 (2020) 105099.
- [7] Rafi-ud-din, G. Zahid, Z. Asghar, M. Maqbool, E. Ahmad, T. Azhar, T. Subhani, M. Shahzad, Ethylene glycol assisted low-temperature synthesis of boron carbide powder from borate citrate precursors, *Journal of Asian Ceramic Societies* 2(3) (2014) 268-274.
- [8] N. Shawgi, S. Li, S. Wang, A Novel method of synthesis of high purity nano plated boron carbide powder by a solid-state reaction of poly (vinyl alcohol) and boric acid, *Ceramics International* 43(13) (2017) 10554-10558.
- [9] T.R. Pilladi, K. Ananthasivan, S. Anthonysamy, Synthesis of boron carbide from boric oxide-sucrose gel precursor, *Powder technology* 246 (2013) 247-251.
- [10] S. Avcioglu, F. Kaya, C. Kaya, Morphological Evolution of Boron Carbide Particles: Sol-Gel Synthesis of Nano/Micro B₄C Fibers, *Ceramics International* (2021).
- [11] N. Tahara, M. Kakiage, I. Yanase, H. Kobayashi, Effect of addition of tartaric acid on synthesis of boron carbide powder from condensed boric acid-glycerin product, *Journal of alloys and compounds* 573 (2013) 58-64.

- [12] G. Zahid, E. Ahmad, M. Maqbool, T. Subhani, W.A. Syed, S.Z. Hussain, Effect of cellulose-derived structural homogeneity of precursor on the synthesis and morphology of boron carbide, *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials* 25(4) (2015) 995-999.
- [13] X. Chen, S. Dong, Y. Kan, H. Zhou, J. Hu, Y. Ding, Effect of glycerine addition on the synthesis of boron carbide from condensed boric acid–polyvinyl alcohol precursor, *RSC advances* 6(11) (2016) 9338-9343.
- [14] M. Kakiage, N. Tahara, I. Yanase, H. Kobayashi, Low-temperature synthesis of boron carbide powder from condensed boric acid–glycerin product, *Materials letters* 65(12) (2011) 1839-1841.
- [15] A. Fathi, N. Ehsani, M. Rashidzadeh, H. Baharvandi, A. Rahimnejad, Synthesis of boron carbide nano particles using polyvinyl alcohol and boric acid, *Ceramics-Silikaty* 56(1) (2012) 32-35.
- [16] A. Najafi, F. Golestani-Fard, H. Rezaie, Sol-gel synthesis and characterization of B4C nanopowder, *Ceramics International* 44(17) (2018) 21386-21394.
- [17] A. Stock, C. Massenez, Borwasserstoffe, *Berichte der deutschen chemischen Gesellschaft* 45(3) (1912) 3539-3568.
- [18] H. Schlesinger, H.C. Brown, D.L. Mayfield, J.R. Gilbreath, Procedures for the Preparation of Methyl Borate¹, *Journal of the American Chemical Society* 75(1) (1953) 213-215.
- [19] Y. Nishiyama, P. Langan, H. Chanzy, Crystal structure and hydrogen-bonding system in cellulose I β from synchrotron X-ray and neutron fiber diffraction, *Journal of the American Chemical Society* 124(31) (2002) 9074-9082.
- [20] F.G. Torres, S. Commeaux, O.P. Troncoso, Biocompatibility of bacterial cellulose based biomaterials, *Journal of Functional Biomaterials* 3(4) (2012) 864-878.
- [21] V. Thiruvengadam, S. Vitta, Ni–bacterial cellulose nanocomposite; a magnetically active inorganic–organic hybrid gel, *Rsc Advances* 3(31) (2013) 12765-12773.
- [22] M. Kakiage, Low-temperature synthesis of boride powders by controlling microstructure in precursor using organic compounds, *Journal of the Ceramic Society of Japan* 126(8) (2018) 602-608.
- [23] A. Najafi, F. Golestani-Fard, H. Rezaie, N. Ehsani, Effect of APC addition on precursors

properties during synthesis of B₄C nano powder by a sol–gel process, *Journal of Alloys and Compounds* 509(37) (2011) 9164-9170.

[24] Y. Wan, Z. Yang, G. Xiong, R. Guo, Z. Liu, H. Luo, Anchoring Fe₃O₄ nanoparticles on three-dimensional carbon nanofibers toward flexible high-performance anodes for lithium-ion batteries, *Journal of Power Sources* 294 (2015) 414-419.

[25] V. Shestakov, V. Kosyakov, M. Kosinova, Thermodynamic modeling of decomposition processes of trimethyl borate in different gas mixtures, *Materials Today: Proceedings* 16 (2019) 88-94.

[26] C.-H. Liu, B.-H. Chen, D.-J. Lee, J.-R. Ku, F. Tsau, Trimethyl borate regenerated from spent sodium borohydride after hydrogen production, *Industrial & engineering chemistry research* 49(20) (2010) 9864-9869.

[27] B. Abderrahim, E. Abderrahman, A. Mohamed, T. Fatima, T. Abdesselam, O. Krim, Kinetic thermal degradation of cellulose, polybutylene succinate and a green composite: comparative study, *World J. Environ. Eng* 3 (2015) 95-110.

[28] S. Mondal, A.K. Banthia, Low-temperature synthetic route for boron carbide, *Journal of the European Ceramic society* 25(2-3) (2005) 287-291.

[29] H. SarithaDevi, M. Swapna, G. Ambadas, S. Sankararaman, Low-temperature green synthesis of boron carbide using aloe vera, *Chinese Physics B* 27(10) (2018) 107702.

[30] S. Wang, Y. Li, X. Xing, X. Jing, Low-temperature synthesis of high-purity boron carbide via an aromatic polymer precursor, *Journal of Materials Research* 33(11) (2018) 1659-1670.

[31] N. Shawgi, S. Li, S. Wang, Y. Li, R. Ramzi, An Innovative method of synthesis of nanoparticles and rod-like shape boron carbide by a solid-state polymerization (SSP) of poly (vinyl alcohol) and boric acid, *Ceramics International* 44(8) (2018) 9887-9892.

[32] A. Sudoh, H. Konno, H. Habazaki, H. Kiyono, Synthesis of boron carbide microcrystals from saccharides and boric acid, *Tanso* 2007(226) (2007) 8-12.

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	นายรณภูมิ ไชยตระการกิจ
วัน เดือน ปี เกิด	15 มิถุนายน 2538
สถานที่เกิด	กรุงเทพมหานคร
ที่อยู่ปัจจุบัน	56 ซอยบางนา-ตราด13 ถนนบางนา-ตราด แขวงบางนา เขตบางนา กรุงเทพฯ 10260
ผลงานตีพิมพ์	R. Chaitrakankit and S. Sinchai, "Synthesis of Boron Carbide from Trimethyl Borate and Bacterial Cellulose," The 5th International Conference on Smart Materials and Nanotechnology (SmartMat@2020), 1st-4th December 2020, Pattaya, Thailand.