

### บทที่ 3

#### ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง

##### 3.1 สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้ CTAB เป็นแม่แบบ

สมบัติของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB เป็นแม่แบบที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนและเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไป แสดงในตารางที่ 3.1 โดยปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร ( $V_{\text{micro}}$ ) (สมการที่ 1.6) เปอร์เซ็นต์ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร ( $\%V_{\text{micro}}$ ) (สมการที่ 1.7) ปริมาตรรูพรุนมีโซ ( $V_{\text{meso}}$ ) (สมการที่ 1.9) ปริมาตรรูพรุนรวม ( $V_{\text{pore}}$ ) สามารถคำนวณได้จากปริมาตรแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับที่  $P/P_0 = 0.95$  (สมการที่ 1.8) ค่ารัศมีรูพรุนของซิลิกา ( $r_p$ ) สามารถคำนวณได้จากผลบวกของความหนาของผนังของรูพรุนของซิลิกากับรัศมีส่วนใจกลาง (core) ของรูพรุน (สมการที่ 1.10) และเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปสามารถคำนวณได้ผลของการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักของซิลิกา ก่อนเผาและหลังเผา (สมการที่ 1.13)

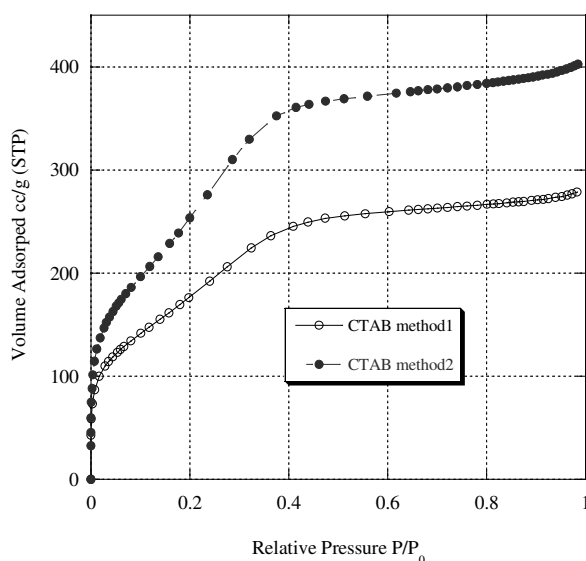
พบว่าซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการสังเคราะห์ทั้ง 2 วิธีจะให้ผลที่แตกต่างกัน คือ ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 คือกวนสารละลาย 24 ชั่วโมง ค่าพื้นที่ผิวและเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปมีค่าน้อย แต่มีค่าปริมาตรรูพรุนรวม ( $P/P_0$ )<sub>step</sub> และค่ารัศมีรูพรุนของซิลิกา มากกว่าวิธีที่ 2 ที่กวนสารละลายเพียง 3 ชั่วโมง เพราะซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 มีรูพรุนขนาดใหญ่กว่าที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 2 เนื่องจากการเกิดการควบแน่น (condensation) ของซิลิกา ก่อนเผาที่ได้จากวิธีที่ 1 จะเกิดได้ดีกว่าวิธีที่ 2 (Tattershall et al, 2002) และซิลิกาที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 เกิดการหดตัวหลังเผา มากกว่าวิธีที่ 1 และจากค่าเปอร์เซ็นต์ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโครของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากการสังเคราะห์ทั้ง 2 วิธีจะให้ผลที่เหมือนกัน คือ เท่ากับ 0 แสดงให้เห็นว่าซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB เป็นแม่แบบทั้ง 2 วิธี มีรูพรุนขนาดมีโซ ซึ่งสอดคล้องกับกราฟ adsorption isotherms ที่ได้จากซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB เป็นแม่แบบของทั้ง 2 วิธีเป็นกราฟไอโซเทอร์มชนิดที่ 4 ซึ่งเป็นลักษณะของวัสดุที่มีรูพรุนขนาดมีโซดังแสดงในภาพประกอบที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สมบัติพื้นที่ผิว รัศมีรูพรุน และเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB เป็นแม่แบบ

ชื่อที่กำหนดขึ้น	วิธี	A <sup>a</sup> (m <sup>2</sup> /g)	V <sub>micro</sub> <sup>b</sup> (cm <sup>3</sup> /g)	%V <sub>micro</sub> <sup>c</sup>	V <sub>meso</sub> <sup>d</sup> (cm <sup>3</sup> /g)	V <sub>pore</sub> <sup>e</sup> (cm <sup>3</sup> /g)	(P/P <sub>0</sub> ) <sub>step</sub> <sup>f</sup>	r <sub>p</sub> <sup>g</sup> (nm)	Weight loss (%)
KCTAB	1	652	0	0	0.61	0.61	0.44	1.9	22
KCTABY	2	941	0	0	0.42	0.42	0.42	1.7	36

<sup>a</sup>ค่าพื้นที่ผิว <sup>b</sup>ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร <sup>c</sup>เปอร์เซ็นต์ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร <sup>d</sup>ปริมาตรรูพรุนขนาดมีโซ <sup>e</sup>ปริมาตรรูพรุนรวม

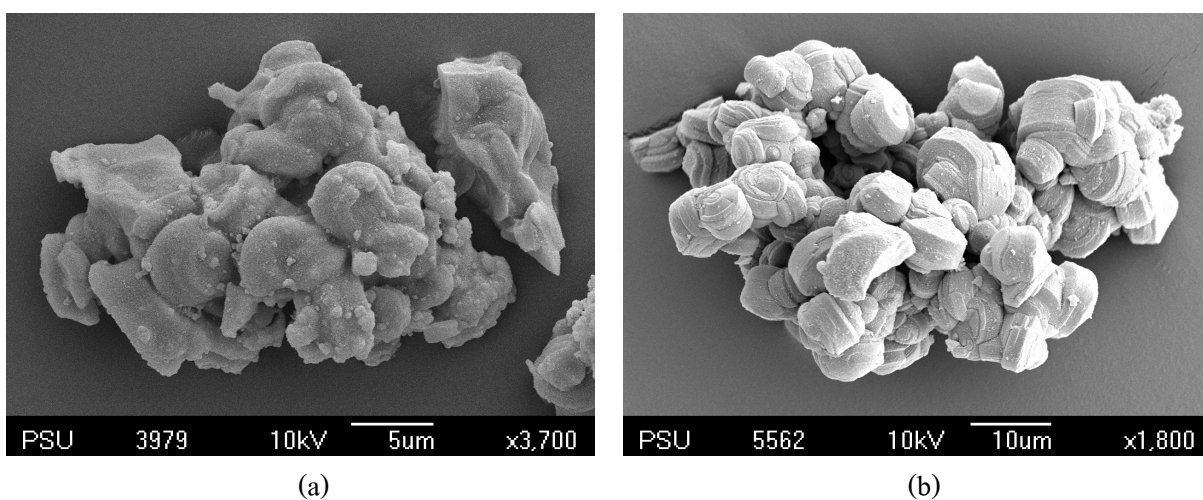
<sup>f</sup>จุดหักที่เกิดการเปลี่ยนแปลงความชันในกราฟไอโซเทอร์ม <sup>g</sup>รัศมีรูพรุนของซิลิกา



ภาพประกอบที่ 3.1 Adsorption isotherms ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB เป็นแม่แบบ โดยใช้วิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 ในการสังเคราะห์

ภาพประกอบที่ 3.2 แสดงภาพ SEM ของซิลิกาสังเคราะห์โดยใช้ CTAB เป็นแม่แบบโดยวิธีการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน โดยภาพประกอบที่ 3.2(a) เป็นซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีที่ 1 รูปร่างที่ได้มีลักษณะม้วนคล้ายกันหอย ผิวไม่เรียบ และภาพประกอบที่ 3.2(b) เป็นซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 รูปร่างที่ได้มีลักษณะม้วนคล้ายกันหอยและมีผิวเรียบ ซิลิกาที่สังเคราะห์จากวิธีที่ 2 มีผิวเรียบกว่าซิลิกาที่สังเคราะห์จากวิธีที่ 1 ซึ่งเป็นผลมาจากการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารลดแรงตึงผิวกับซิลิกาไอออน ที่เกิดผ่านปฏิกิริยา  $S^+I^-$  เมื่อ  $S^+$  คือ สารลดแรง

ตั้งผิวที่มีประจุบวก และ  $I^-$  คือ ซิลิกาไอออน (Lin et al, 2001) วิธีที่ 2 ใช้เวลาทวนสารละลายน้อยกว่าวิธีที่ 1 คือ ทวนสารละลายเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ส่งผลให้ปฏิกิริยาระหว่างสารลดแรงตึงผิวกับซิลิกาไอออนเกิดได้ดีขึ้น แต่การทวนสารละลายเป็นเวลานาน เช่นเดียวกับวิธีที่ 1 คือ ทวนสารละลาย 24 ชั่วโมง ส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างสารลดแรงตึงผิวกับซิลิกาไอออนเกิดได้ไม่ดี ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 จึงมีผิวไม่เรียบ (Voort et al, 2002)

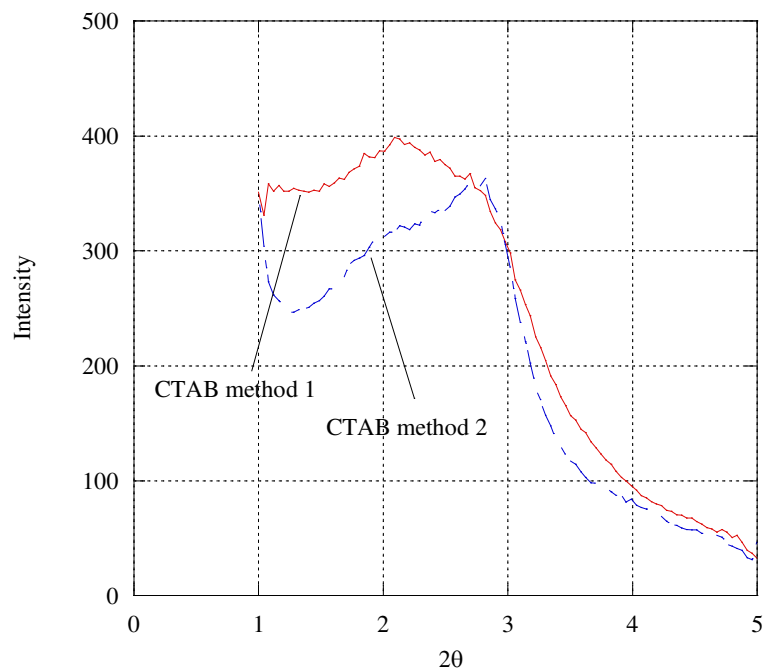


ภาพประกอบที่ 3.2 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB เป็นแม่แบบโดยใช้ (a) วิธีที่ 1 (b) วิธีที่ 2 ในการสังเคราะห์

ผล XRD ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB เป็นแม่แบบ แสดงในภาพประกอบที่ 3.3 พิกที่ได้จากวิธีสังเคราะห์ทั้ง 2 วิธีจะให้ผลที่คล้ายคลึงกัน คือ พิกจะมีลักษณะกว้าง ซึ่งแสดงให้เห็นว่า โครงสร้างของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้มีความเป็นระเบียบต่ำ และซิลิกาที่สังเคราะห์จากวิธีที่ 1 มีค่า d-spacing มากกว่าวิธีที่ 2 โดยค่า d-spacing สอดคล้องกับขนาดรูพรุนเมื่อค่า d-spacing มากขึ้น รูพรุนจะมีขนาดใหญ่ (Kang et al, 2005)

ตารางที่ 3.2 ค่า d-spacing ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB เป็นแม่แบบ

ชื่อที่กำหนดขึ้น	ค่า d-spacing (nm)
KCTAB	4.3
KCTABY	3.2



ภาพประกอบที่ 3.3 ผล XRD ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB เป็นแม่แบบ โดยใช้ วิธีที่ 1 และวิธีที่ 2

### 3.2 สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้บล็อกโคพอลิเมอร์ชนิด $E_mB_n$ และ $E_mB_nE_m$ เป็นแม่แบบ

#### 3.2.1 สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้บล็อกโคพอลิเมอร์ชนิด $E_mB_n$ และ $E_mB_nE_m$ เป็นแม่แบบเพียงอย่างเดียว

##### 3.2.1.1 สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้บล็อกโคพอลิเมอร์ชนิด $E_{45}B_{10}$ เป็นแม่แบบ

จากงานวิจัยของ Tattershall และคณะ (Tattershall et al, 2001) สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้บล็อกโคพอลิเมอร์ชนิด  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบและใช้ TEOS เป็นแหล่งให้ซิลิกา โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ TEOS:  $E_{45}B_{10}$  = 5.2, 2M HCl 6 กรัม และ  $H_2O$  1.5 กรัม กวนสารละลาย 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส มีค่าพื้นที่ผิวเท่ากับ 805 ตารางเมตรต่อกรัม ค่า d-spacing ของฟีกแรกเท่ากับ 6.8 นาโนเมตร (nm) และ  $r_p$  มีค่าเท่ากับ 1.8 นาโนเมตร ซึ่งอัตราส่วนและวิธีการสังเคราะห์เหมือนกับการสังเคราะห์ KE45B10C โดยค่า d-spacing และ  $r_p$  ของ KE45B10C มีค่าใกล้เคียงกับซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัยของ Tattershall แต่ KE45B10C มีค่าพื้นที่ผิวเท่ากับ 640 ตารางเมตรต่อกรัม ( $m^2/g$ ) ซึ่งมีค่าน้อยกว่าซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัยของ Tattershall



ตารางที่ 3.3 แสดงสมบัติของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนและเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไป

พบว่าซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 มีค่าพื้นที่ผิวและเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปมีค่าน้อย แต่มีค่าปริมาตรรูพรุนรวม ( $(P/P_0)_{step}$ ) และค่ารัศมีรูพรุนของซิลิกา มากกว่าวิธีที่ 2 เล็กน้อยเพราะซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 มีรูพรุนขนาดใหญ่กว่าที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 2 เนื่องจากการเกิดการควบแน่น (condensation) ของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 จะเกิดได้ดีกว่าวิธีที่ 2 (Tattershall et al, 2002) และยังแสดงให้เห็นว่าซิลิกาที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 เกิดการหดตัวหลังเผา มากกว่าวิธีที่ 1 และจากค่าเปอร์เซ็นต์ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโครของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 คือ 32 เปอร์เซ็นต์ และ 34 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ และค่าปริมาตรรูพรุนขนาดมีโซของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 คือ 0.25 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม ( $cm^3/g$ ) (68 เปอร์เซ็นต์) และ 0.23 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม (66 เปอร์เซ็นต์) ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 มีรูพรุนส่วนใหญ่เป็นรูพรุนขนาดมีโซ แต่วิธีที่ 1 มีรูพรุนที่เป็นรูพรุนขนาดมีโซมากกว่าซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 2

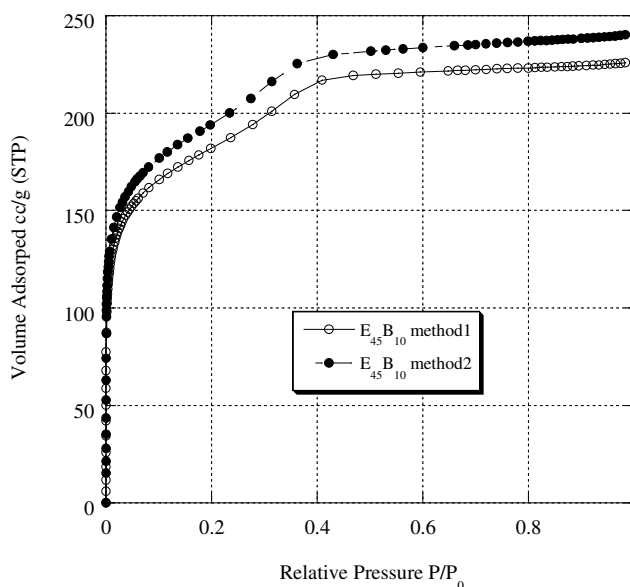
กราฟ adsorption isotherms ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบ และสังเคราะห์โดยวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 แสดงในภาพประกอบที่ 3.4 เป็นกราฟไอโซเทอร์มชนิดที่ 4 ซึ่งเป็นลักษณะของวัสดุที่มีรูพรุนขนาดมีโซ

ตารางที่ 3.3 สมบัติพื้นที่ผิว รัศมีรูพรุน และเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบ

ชื่อที่กำหนดขึ้น	วิธี	$A^a$ ( $m^2/g$ )	$V_{micro}^b$ ( $cm^3/g$ )	$\%V_{micro}^c$	$V_{meso}^d$ ( $cm^3/g$ )	$V_{pore}^e$ ( $cm^3/g$ )	$(P/P_0)_{step}^f$	$r_p^g$ (nm)	Weight loss (%)
KE45B10C	1	640	0.12	32	0.25	0.37	0.43	1.9	28
KE45B10YC	2	683	0.12	34	0.23	0.35	0.41	1.8	43

<sup>a</sup>ค่าพื้นที่ผิว <sup>b</sup> ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร <sup>c</sup> เปอร์เซ็นต์ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร <sup>d</sup> ปริมาตรรูพรุนขนาดมีโซ <sup>e</sup> ปริมาตรรูพรุนรวม

<sup>f</sup> จุดหักที่เกิดการเปลี่ยนแปลงความชันในกราฟไอโซเทอร์ม <sup>g</sup> ค่ารัศมีรูพรุนของซิลิกา

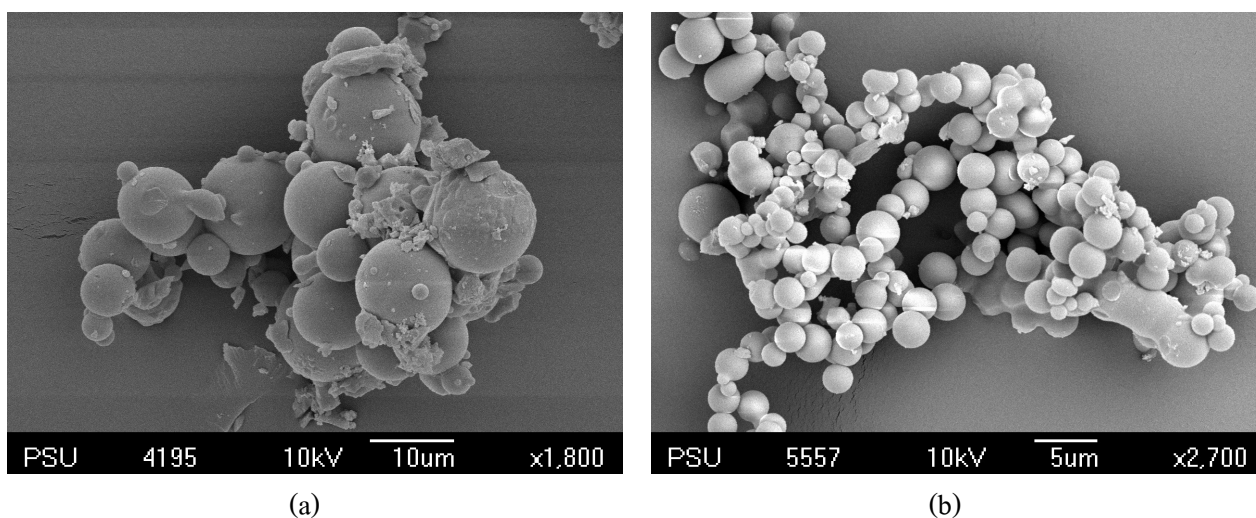


ภาพประกอบที่ 3.4 Adsorption isotherms ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบ โดยใช้วิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 ในการสังเคราะห์

ภาพประกอบที่ 3.5 แสดงภาพ SEM ของซิลิกาสังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบ โดยภาพประกอบที่ 3.5(a) เป็นซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีที่ 1 รูปร่างได้มีลักษณะเป็นทรงกลมแต่มีซิลิกาอสัณฐาน (amorphous silica) มาก เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคคือ  $5.45 \pm 2.79$  ไมโครเมตร ( $\mu\text{m}$ ) ภาพประกอบที่ 3.6(b) เป็นซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 รูปร่างที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลม ผิวเรียบและมีซิลิกาอสัณฐานน้อย เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคคือ  $2.45 \pm 0.74$  ไมโครเมตร และมีขนาดที่ใกล้เคียงกันมากกว่าวิธีที่ 1

ตารางที่ 3.4 เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบโดยวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 ในการสังเคราะห์

ชื่อที่กำหนดขึ้น	วิธี	เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก ( $\mu\text{m}$ )
KE45B10C	1	$5.45 \pm 2.79$
KE45B10YC	2	$2.45 \pm 0.74$

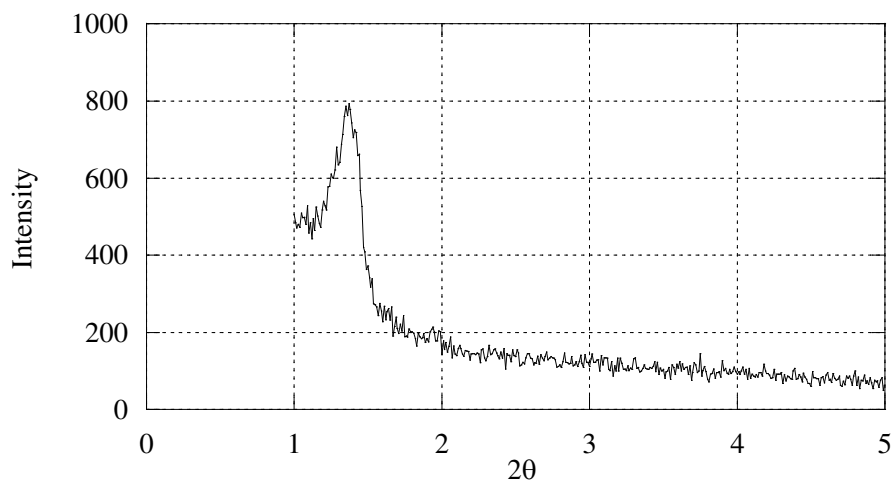


ภาพประกอบที่ 3.5 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบโดยใช้  
(a) วิธีที่ 1 (b) วิธีที่ 2 ในการสังเคราะห์

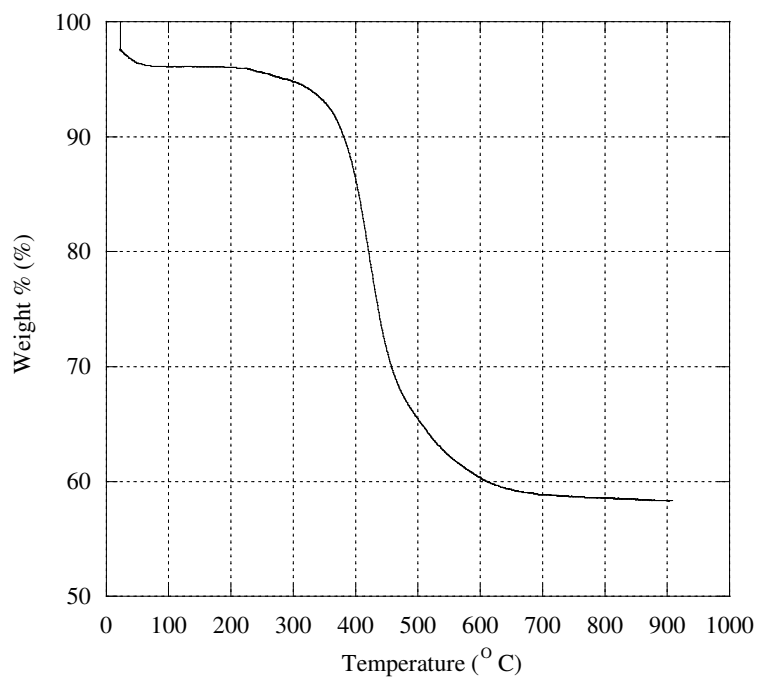
ตารางที่ 3.5 แสดงค่า d-spacing ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบ และสังเคราะห์โดยวิธีที่ 1 มีค่าเท่ากับ 6.4 นาโนเมตร และลักษณะพีก XRD ที่ได้มีลักษณะค่อนข้างกว้างดังแสดงในภาพประกอบที่ 3.6 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าโครงสร้างของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ความ เป็นระเบียบต่ำ (Kang et al, 2005) แต่ซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบและสังเคราะห์ โดยวิธีที่ 2 ไม่ได้ทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD

ตารางที่ 3.5 ค่า d-spacing ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบและสังเคราะห์ โดยวิธีที่ 1

ชื่อที่กำหนดขึ้น	ค่า d-spacing (nm)
KE45B10C	6.4



ภาพประกอบที่ 3.6 ผล XRD ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบและวิธีที่ 1 ในการสังเคราะห์



ภาพประกอบที่ 3.7 ผล TGA ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบและสังเคราะห์โดยวิธีที่ 1

จากกราฟ TGA ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบและสังเคราะห์โดยวิธีที่ 1 แสดงในภาพประกอบที่ 3.7 เปอร์เซ็นน้ำหนักที่หายไปที่อุณหภูมิ 200-600 องศาเซลเซียส เป็นช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวของทั้ง  $E_{45}B_{10}$  และการเกิดการควบแน่นต่อเนื่องของหมู่ OH ของ Si-OH ที่อยู่บริเวณผนังรูพรุนของซิลิกา (Kao et al, 2006)

### 3.2.1.2 สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้บล็อกโคพอลิเมอร์ชนิด $E_{18}B_{10}$ เป็นแม่แบบ

ตารางที่ 3.6 แสดงเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไป และสมบัติของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{18}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุน

โดยก่อนหน้านี้ได้สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้  $E_{18}B_{10}$  เป็นแม่แบบ สังเคราะห์จากวิธีที่ 1 ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จะไม่เกิดเป็นตะกอนแต่จะเกิดเจล ซึ่งงานวิจัยของ Antonis และคณะ (Antonis et al, 2002) ที่ศึกษาการเกิดไมเซลล์ในสารละลายน้ำของ  $E_{18}B_{10}$  พบว่าที่อุณหภูมิต่ำกว่า 50 องศาเซลเซียส ไมเซลล์จะมีรูปร่างแบบทรงกลม (spherical) แต่เมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 50 องศาเซลเซียส ไมเซลล์จะมีรูปร่างแบบตัวหนอน (worm-like) ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงทำการสังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้  $E_{18}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส และพบว่าซิลิกาที่สังเคราะห์ได้เกิดเป็นตะกอนโดยเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ TEOS: $E_{18}B_{10}$  คือ TEOS:  $E_{18}B_{10}$  = 5.2 และ 2.6 สังเคราะห์โดยวิธีที่ 1 เขียนแทนด้วย KE18B101C และ KE18B107C ตามลำดับ จากตารางที่ 3.6 พบว่าเมื่ออัตราส่วนโดยน้ำหนักของ TEOS: $E_{18}B_{10}$  ลดลง ค่าปริมาตรรูพรุนขนาดมีโซ และค่าปริมาตรรูพรุนรวม จะมีค่ามากขึ้น

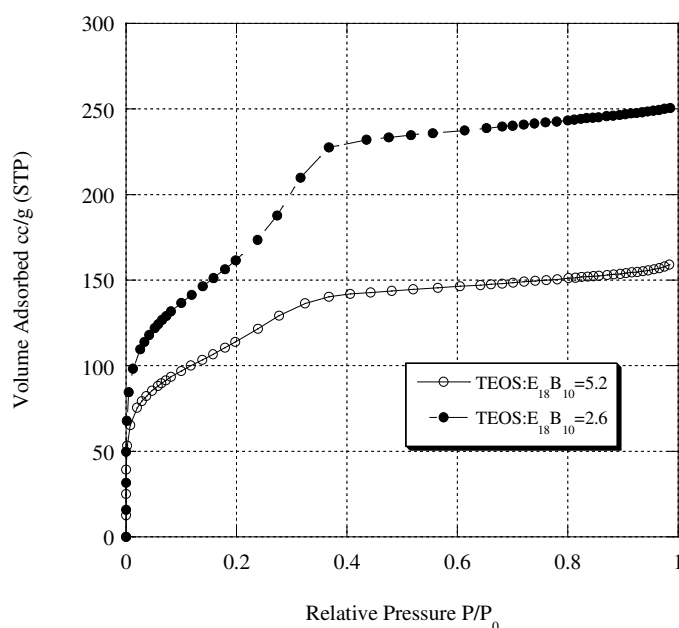
นอกจากนี้กราฟ adsorption isotherms ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{18}B_{10}$  เป็นแม่แบบ แสดงในภาพประกอบที่ 3.8 เป็นกราฟไอโซเทอร์มชนิด 4 ซึ่งเป็นลักษณะของวัสดุที่มีรูพรุนขนาดมีโซ

ตารางที่ 3.6 สมบัติพื้นที่ผิว รัศมีรูพรุน และเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{18}B_{10}$  เป็นแม่แบบ

ชื่อที่กำหนดขึ้น	$A^a$ ( $m^2/g$ )	$V_{micro}^b$ ( $cm^3/g$ )	$\%V_{micro}^c$	$V_{meso}^d$ ( $cm^3/g$ )	$V_{pore}^e$ ( $cm^3/g$ )	$(P/P_0)_{step}^f$	$r_p^g$ (nm)	Weight loss (%)
KE18B101C	409	0	0	0.24	0.24	0.37	1.7	43
KE18B107C	581	0	0	0.39	0.39	0.37	1.7	52

<sup>a</sup>ค่าพื้นที่ผิว <sup>b</sup> ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร <sup>c</sup> เปอร์เซ็นต์ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร <sup>d</sup> ปริมาตรรูพรุนขนาดมีโซ <sup>e</sup> ปริมาตรรูพรุนรวม

<sup>f</sup> จุดหักที่เกิดการเปลี่ยนแปลงความชันในกราฟไอโซเทอรัม <sup>g</sup> รัศมีรูพรุนของซิลิกา



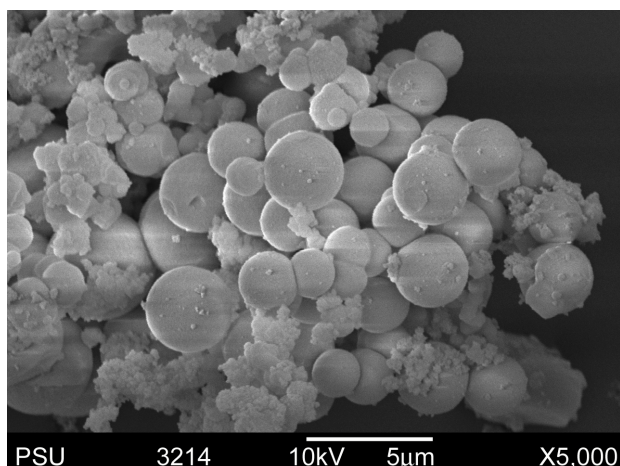
ภาพประกอบที่ 3.8 Adsorption isotherms ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{18}B_{10}$  เป็นแม่แบบ และใช้อัตราส่วน โดยน้ำหนัก TEOS:  $E_{18}B_{10}$  = 5.2 และ 2.6

จากภาพประกอบที่ 3.9 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{18}B_{10}$  เป็นแม่แบบและเปรียบเทียบซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนของ TEOS:  $E_{18}B_{10}$  = 5.2 และ 2.6 พบว่าที่อัตราส่วนทั้ง 2 ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้มีรูปร่างที่มีลักษณะกลม แต่ที่อัตราส่วน 5.2 มี

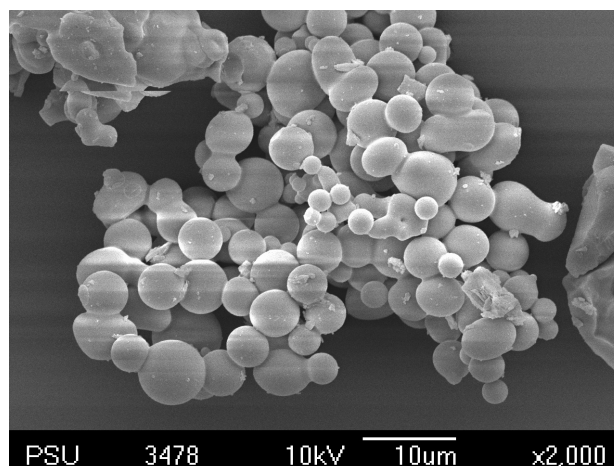
ซิลิกาอสัณฐานมากกว่าที่อัตราส่วน 2.6 เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคที่อัตราส่วน 5.2 และ 2.6 เท่ากับ  $2.56 \pm 0.75$  ไมโครเมตร และ  $4.22 \pm 1.39$  ไมโครเมตร ตามลำดับ จากภาพประกอบที่ 3.10 และภาพประกอบที่ 3.11 เป็นภาพ TEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนทั้ง 2 พบว่ามีโครงสร้างภายในเป็นโครงสร้างแบบ hexagonal

ตารางที่ 3.7 เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{18}B_{10}$  เป็นแม่แบบ

ชื่อที่กำหนดขึ้น	อัตราส่วน โดยน้ำหนัก TEOS: $E_{18}B_{10}$	เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก ( $\mu\text{m}$ )
KE18B101C	5.2	$2.56 \pm 0.75$
KE18B107C	2.6	$4.22 \pm 1.39$



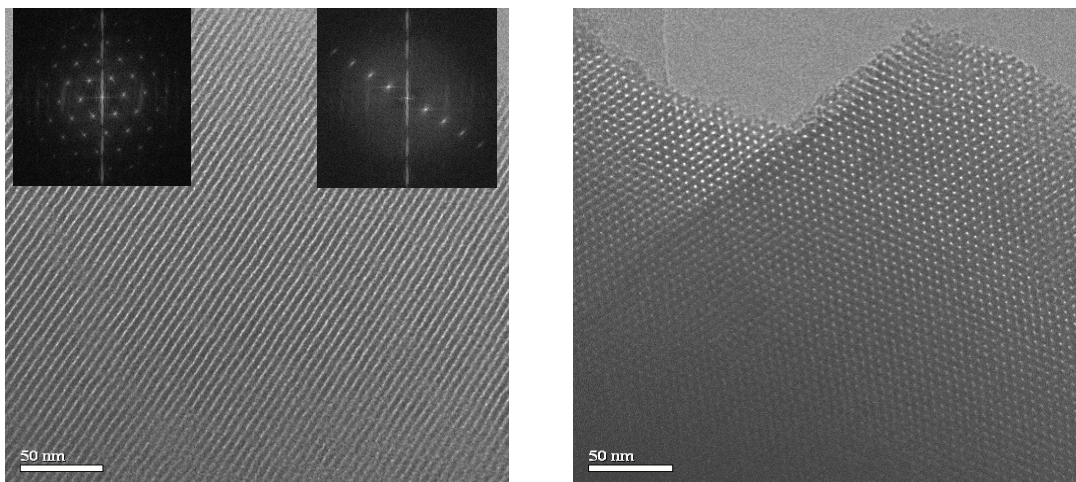
(a)



(b)

ภาพประกอบที่ 3.9 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{18}B_{10}$  เป็นแม่แบบ

(a)  $\text{TEOS}:E_{18}B_{10} = 5.2$  (b)  $\text{TEOS}:E_{18}B_{10} = 2.6$

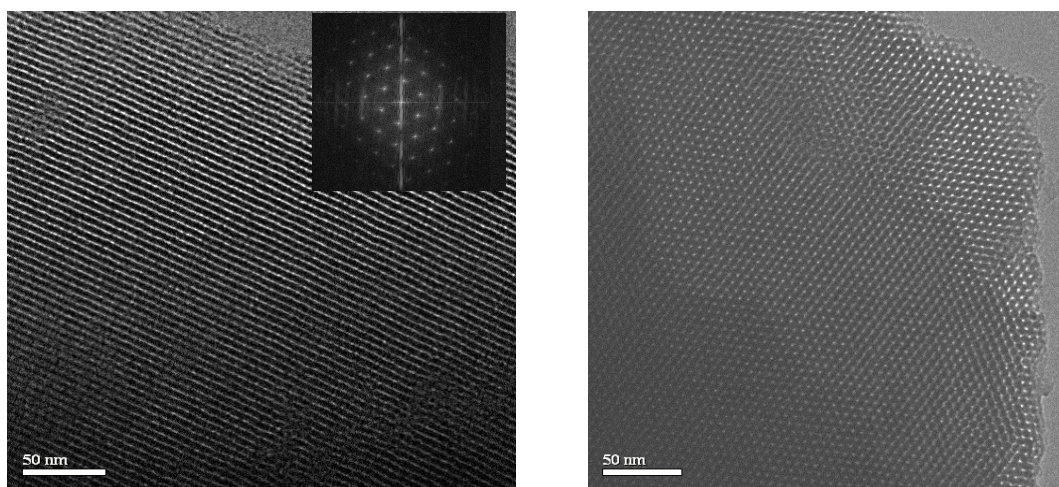


(a)

(b)

ภาพประกอบที่ 3.10 ภาพ TEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{18}B_{10}$  เป็นแม่แบบ และอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ  $TEOS:E_{18}B_{10} = 5.2$

(a) ระนาบ [100] (b) ระนาบ [001]



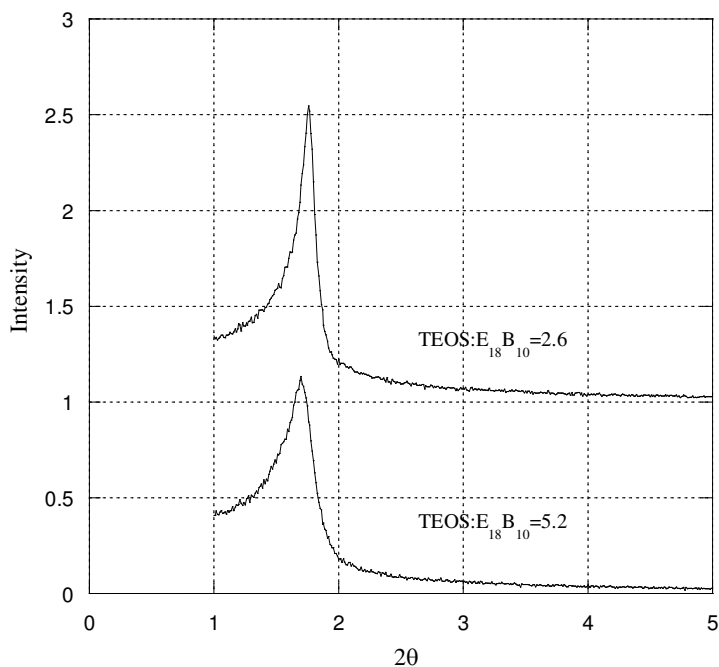
(a)

(b)

ภาพประกอบที่ 3.11 ภาพ TEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{18}B_{10}$  เป็นแม่แบบ และอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ  $TEOS:E_{18}B_{10} = 2.6$

(a) ระนาบ [100] (b) ระนาบ [001]





ภาพประกอบที่ 3.12 ผล XRD ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนของ TEOS:E<sub>18</sub>B<sub>10</sub> = 5.2 และ 2.6

ตารางที่ 3.8 ค่า  $d_{100}$ , ค่า  $a_0$ , เส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน ( $D_p$ ) และค่าความหนาของผนังรูพรุน ( $h_w$ ) ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ E<sub>18</sub>B<sub>10</sub> เป็นแม่แบบ

ชื่อที่กำหนดขึ้น	ค่า $d_{100}$ (nm)	$a_0$ (nm)	$D_p^a$ (nm)	$h_w^b$ (nm)
KE18B101C	5.0	5.8	3.7	2.0
KE18B107C	5.3	6.1	3.7	2.3

$$^a D_p = 2r_p + 0.3, \quad ^b h_w = a_0 - \frac{D_p}{1.050} \quad (\text{Kruk et al, 2000})$$

พิก XRD ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนของ TEOS:E<sub>18</sub>B<sub>10</sub> = 5.2 และ 2.6 พบว่าที่อัตราส่วน TEOS:E<sub>18</sub>B<sub>10</sub> = 2.6 พิกจะมีลักษณะแคบและแหลมกว่า สำหรับที่อัตราส่วน 5.2 พิกที่ได้จะมีลักษณะกว้าง แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ E<sub>18</sub>B<sub>10</sub> เป็นแม่

แบบและใช้อัตราส่วน TEOS: $E_{18}B_{10}$  = 2.6 จะมีความเป็นระเบียบมากกว่าซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ TEOS: $E_{18}B_{10}$  = 5.2 จากตารางที่ 3.8 แสดงค่า  $d_{100}$  ค่า  $a_0$  เส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน และค่าความหนาของผนังรูพรุน ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{18}B_{10}$  เป็นแม่แบบ โดยค่า  $d_{100}$  คือค่า d-spacing ของฟิสิกแรกของวัสดุที่มีโครงสร้างแบบ hexagonal ค่า  $a_0$  คือ หน่วยเซลล์ (unit cell) ซึ่งคำนวณได้จากสมการ  $a_0 = \frac{2}{\sqrt{3}} \times d_{100}$  (Han et al, 2003) พบว่าเมื่ออัตราส่วนของ TEOS: $E_{18}B_{10}$  ลดลง ค่าความหนาของผนังรูพรุนจะเพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Voort และคณะ (Voort et al, 2002) ที่สังเคราะห์วัสดุ SBA-16 และศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนของ TEOS:Surfactant ที่มีผลต่อขนาดของรูพรุนและความหนาของผนังรูพรุน

### 3.2.1.3 สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้บล็อกโคพอลิเมอร์ชนิด $E_{33}B_{10}E_{33}$ เป็นแม่แบบ

จากงานวิจัยของ Yaser และคณะ (Yaser et al, 1998) สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้บล็อกโคพอลิเมอร์ชนิด  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็นแม่แบบและใช้ TEOS เป็นแหล่งให้ซิลิกา โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ TEOS:  $E_{33}B_{10}E_{33}$  = 1.16, กรด HCl เข้มข้นปรับค่า pH ของสารละลายจนมีค่าเท่ากับ 1 และ  $H_2O$  17.6 กรัม กวนสารละลาย 3 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง และวางสารละลายในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยไม่กวนสารละลายเป็นเวลา 21 ชั่วโมง มีค่าพื้นที่ผิวเท่ากับ 505 ตารางเมตรต่อกรัม ค่า d-spacing เท่ากับ 4.8 นาโนเมตร และเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกเท่ากับ 2.6 ไมโครเมตร สำหรับงานวิจัยนี้สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้บล็อกโคพอลิเมอร์ชนิด  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็นแม่แบบ คือ KE33B104C และ KE33B103C ซึ่งซิลิกาทั้ง 2 ชนิดนี้มีค่าพื้นที่ผิวเท่ากับ 599 และ 542 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ (ตารางที่ 3.9) และเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกของซิลิกาที่สังเคราะห์จากวิธีที่ 2 มีค่าเท่ากับ  $2.98 \pm 0.98$  ไมโครเมตร(ตารางที่ 3.10) มากกว่าซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัยของ Yaser

ตารางที่ 3.9 แสดงสมบัติของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็นแม่แบบที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนและเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไป

พบว่าซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 มีค่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปมีค่าน้อย แต่มีค่าพื้นที่ผิวค่าปริมาตรรูพรุนรวม และค่ารัศมีรูพรุนของซิลิกา มากกว่าวิธีที่ 2 เพราะซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 มีรูพรุนขนาดใหญ่กว่าที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 2 เนื่องจากการเกิดการควบแน่น (condensation) ของซิลิกา ก่อนเผาที่ได้จากวิธีที่ 1 จะเกิดได้ดีกว่าวิธีที่ 2 (Tattershall et al, 2002) และซิลิกาที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 เกิดการหดตัวหลังเผา มากกว่าวิธีที่ 1 และจากค่าเปอร์เซ็นต์ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโครของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็นแม่แบบที่สังเคราะห์จากวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 จะมีค่ามาก คือ 61 เปอร์เซ็นต์และ 72 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

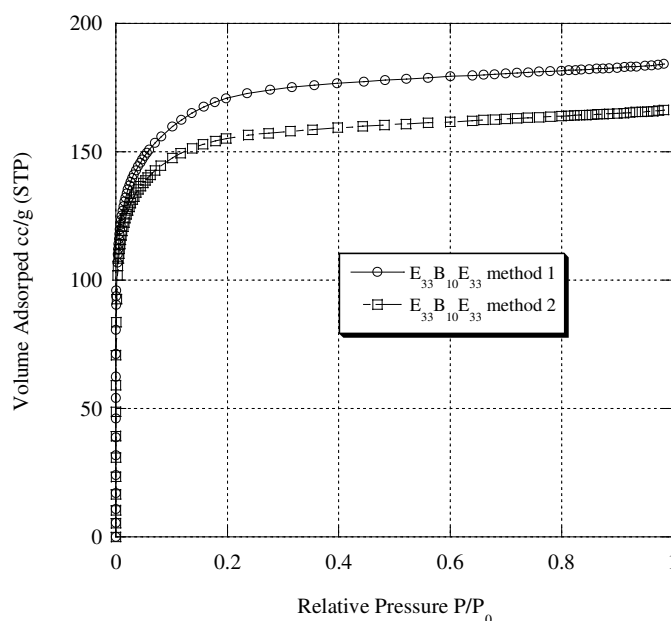
ซึ่งแสดงให้เห็นว่าซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็นแม่แบบนั้นรูพรุนที่ได้ส่วนใหญ่เป็นรูพรุนขนาดไมโคร ซึ่งสอดคล้องกับชนิดของกราฟ adsorption isotherms เป็นกราฟไอโซเทอร์มชนิดที่ 1 ซึ่งเป็นลักษณะของวัสดุที่มีรูพรุนขนาดไมโคร ดังแสดงในภาพประกอบที่ 3.13

ตารางที่ 3.9 สมบัติพื้นที่ผิว รัศมีรูพรุน และเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็นแม่แบบ

ชื่อที่กำหนดขึ้น	วิธี	$A^a$ ( $m^2/g$ )	$V_{micro}^b$ ( $cm^3/g$ )	$\%V_{micro}^c$	$V_{meso}^d$ ( $cm^3/g$ )	$V_{pore}^e$ ( $cm^3/g$ )	$(P/P_0)_{step}^f$	$r_p^g$ (nm)	Weight loss (%)
KE33B104C	1	599	0.17	61	0.11	0.28	0.28	1.4	28
KE33B103C	2	542	0.18	72	0.07	0.25	0.24	1.3	31

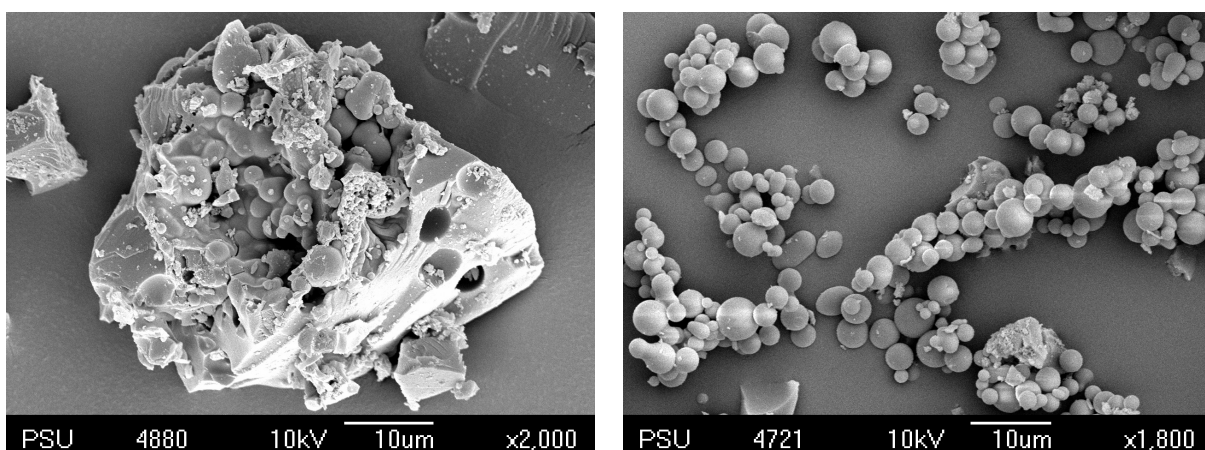
<sup>a</sup>ค่าพื้นที่ผิว <sup>b</sup>ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร <sup>c</sup>เปอร์เซ็นต์ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร <sup>d</sup>ปริมาตรรูพรุนขนาดมีโซ <sup>e</sup>ปริมาตรรูพรุนรวม

<sup>f</sup>จุดหักที่เกิดการเปลี่ยนแปลงความชันในกราฟไอโซเทอร์ม <sup>g</sup>รัศมีรูพรุนของซิลิกา



ภาพประกอบที่ 3.13 Adsorption isotherms ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็นแม่แบบ โดยใช้วิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 ในการสังเคราะห์

จากภาพ SEM ในภาพประกอบที่ 3.14 พบว่าซัลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็นแม่แบบและสังเคราะห์โดยวิธีที่ 1 แสดงในภาพประกอบที่ 3.14(a) รูปร่างที่ได้ คือ มีลักษณะกลมเล็กน้อยและมีรูปร่างส่วนใหญ่เป็นซัลิกาอสัณฐานซึ่งให้ผลที่ตรงกันข้ามกับภาพประกอบที่ 3.14(b) เป็นซัลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 2 โดยรูปร่างส่วนใหญ่ที่มีลักษณะกลม มีซัลิกาอสัณฐานเพียงเล็กน้อยและมีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาค เท่ากับ  $2.79 \pm 0.98$  ไมโครเมตร จากภาพ SEM พบว่าซัลิกาที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 ซึ่งกวนสารละลายเพียง 3 ชั่วโมง จะมีรูปร่างที่มีลักษณะกลมมากกว่าซัลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 ที่กวนสารละลาย 24 ชั่วโมง เนื่องจากการกวนสารละลายเพียง 3 ชั่วโมงจะเพิ่มเวลาการรวมตัวของซัลิกาส่งผลให้รูปร่างที่ได้มีลักษณะกลมมากขึ้น (Yu et al, 2004)



(a)

(b)

ภาพประกอบที่ 3.14 ภาพ SEM ของซัลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็นแม่แบบโดยวิธี

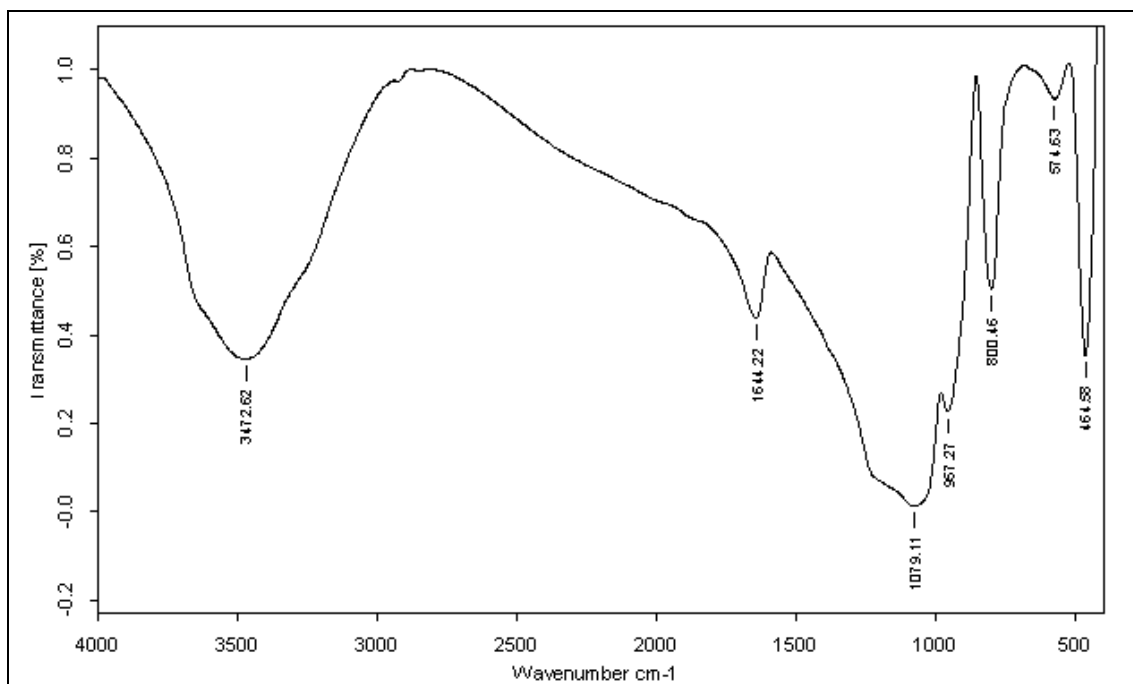
(a) วิธีที่ 1 (b) วิธีที่ 2 ในการสังเคราะห์

ตารางที่ 3.10 เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกของซัลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็นแม่แบบโดยวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 ในการสังเคราะห์

ชื่อที่กำหนดขึ้น	วิธี	เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก ( $\mu\text{m}$ )
KE33B104C	1	*
KE33B103C	2	$2.79 \pm 0.98$

\*ไม่สามารถวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกของซัลิกาได้

IR สเปกตรัมของซิลิกาที่เผาแล้วโดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็นแม่แบบและสังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 แสดงในภาพประกอบที่ 3.15 พบว่าที่ความถี่  $800\text{ cm}^{-1}$  และ  $1079\text{ cm}^{-1}$  เป็นลักษณะของ Si-O-Si ที่เกิดการควบแน่น (condensation) แต่ที่ความถี่  $1644\text{ cm}^{-1}$  และ  $3477\text{ cm}^{-1}$  เป็นลักษณะของ O-H และที่ความถี่  $967\text{ cm}^{-1}$  เป็นลักษณะของ Si-OH ซึ่งเป็นพีคที่เกิดจากซิลิกาที่ไม่เกิดปฏิกิริยาควบแน่น (Kao et al, 2006)

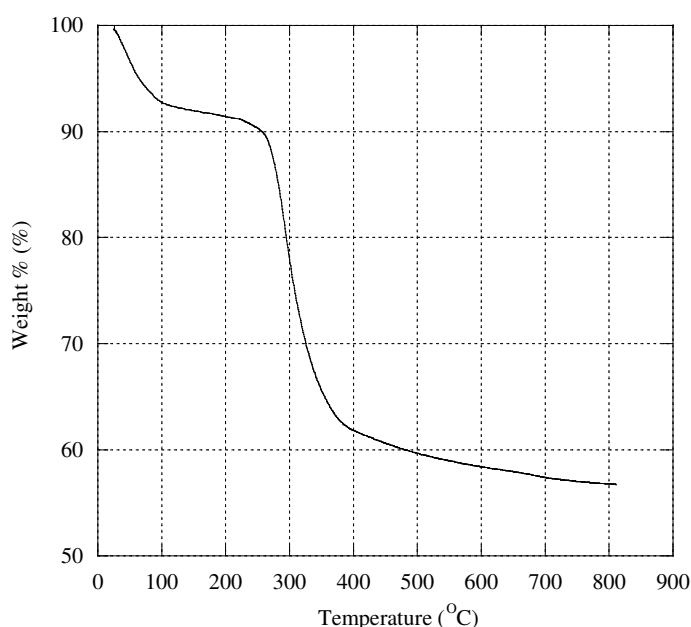


ภาพประกอบที่ 3.15 IR สเปกตรัมของซิลิกาที่เผาแล้วโดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็นแม่แบบและสังเคราะห์โดยวิธีที่ 2

ตารางที่ 3.11 ความถี่ของหมู่ฟังก์ชันต่างๆของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็นแม่แบบและสังเคราะห์โดยวิธีที่ 2

หมู่ฟังก์ชัน	ความถี่ ( $\text{cm}^{-1}$ )
Si-O-Si (condensation)	800 และ 1079
Si-OH (non-condensation)	967
O-H	1644 และ 3477

กราฟ TGA ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็นแม่แบบและสังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 แสดงในภาพประกอบที่ 3.16 พบว่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปมีการเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้น 3 ตำแหน่งคือ ตำแหน่งที่ 1 เป็นเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปที่อุณหภูมิระหว่าง 20-100 องศาเซลเซียส เป็นช่วงอุณหภูมิที่เกิดการระเหยของน้ำและสารที่ระเหยได้ที่ถูกดูดซับในรูพรุน (Shi et al, 2004) ตำแหน่งที่ 2 อุณหภูมิระหว่าง 250-370 องศาเซลเซียส เป็นช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวของ  $E_{33}B_{10}E_{33}$  และตำแหน่งที่ 3 อุณหภูมิมากกว่า 370 องศาเซลเซียส เป็นการเกิดการควบแน่นต่อเนื่องของหมู่ OH ของ Si-OH ที่อยู่บริเวณผนังรูพรุนของซิลิกา (Kao et al, 2006)



ภาพประกอบที่ 3.16 ผล TGA ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็นแม่แบบและสังเคราะห์โดยวิธีที่ 2

#### 3.2.1.4 สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้บล็อกโคพอลิเมอร์ชนิด $E_{43}B_{14}E_{43}$ เป็นแม่แบบ

จากงานวิจัยของ Yaser และคณะ (Yaser et al, 1998) สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้ TEOS เป็นแหล่งให้ซิลิกา และบล็อกโคพอลิเมอร์ชนิด  $E_{43}B_{14}E_{43}$  เป็นแม่แบบ โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ TEOS:  $E_{43}B_{10}$  = 1.16, กรด HCl เข้มข้นปรับค่า pH ของสารละลายจนมีค่าเท่ากับ 1 และ  $H_2O$  17.6 กรัม กวนสารละลาย 3 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง และวางสารละลายในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยไม่กวนสารละลายเป็นเวลา 21 ชั่วโมง มีค่าพื้นที่ผิวเท่ากับ 520 ตารางเมตร

ต่อกรัม ค่า d-spacing เท่ากับ 3.8 นาโนเมตร รูปร่างที่ได้ไม่มีลักษณะเป็นทรงกลม สำหรับงานวิจัยนี้สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้บล็อกโคพอลิเมอร์ชนิด  $E_{43}B_{14}E_{43}$  เป็นแม่แบบ คือ KE43B144C และ KE43B143C ซึ่งซิลิกาทั้ง 2 ชนิดนี้มีค่าพื้นที่ผิว คือ 652 และ 707 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ (ตารางที่ 3.12) มากกว่าซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัยของ Yaser และ KE43B143C มีรูปร่างเป็นทรงกลม (ภาพประกอบที่ 3.18(b))

ตารางที่ 3.12 แสดงสมบัติของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{43}B_{14}E_{43}$  เป็นแม่แบบที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนและเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไป

พบว่าซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 มีค่าพื้นที่ผิวและค่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปมีค่าน้อยกว่าวิธีที่ 2 เพราะซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 มีรูพรุนขนาดใหญ่กว่าที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 2 เนื่องจากการเกิดการควบแน่น (condensation) ของซิลิกาอ่อนเผาที่ได้จากวิธีที่ 1 จะเกิดได้ดีกว่าวิธีที่ 2 (Tattershall et al, 2002)

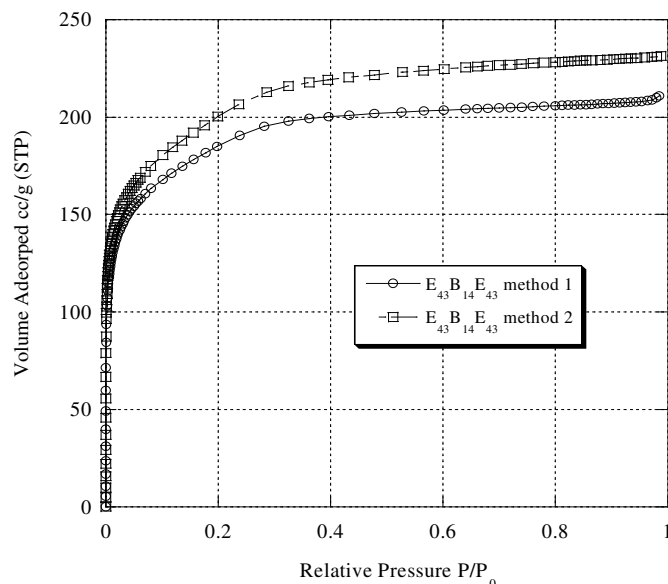
นอกจากนี้กราฟ adsorption isotherms ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{43}B_{14}E_{43}$  เป็นแม่แบบแสดงในภาพประกอบที่ 3.17 เป็นกราฟไอโซเทอร์มที่มีลักษณะร่วมกันของกราฟไอโซเทอร์มชนิดที่ 1 และชนิดที่ 4 แต่มีลักษณะคล้ายชนิดที่ 4 มากกว่า ซึ่งแสดงให้เห็นว่าวัสดุที่สังเคราะห์ได้มีแนวโน้มที่มีรูพรุนขนาดมีโซมากกว่ารูพรุนขนาดไมโครเล็กน้อย

ตารางที่ 3.12 สมบัติพื้นที่ผิว รัศมีรูพรุน และเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{43}B_{14}E_{43}$  เป็นแม่แบบ

ชื่อที่กำหนดขึ้น	วิธี	A <sup>a</sup> (m <sup>2</sup> /g)	V <sub>micro</sub> <sup>b</sup> (cm <sup>3</sup> /g)	%V <sub>micro</sub> <sup>c</sup>	V <sub>meso</sub> <sup>d</sup> (cm <sup>3</sup> /g)	V <sub>pore</sub> <sup>e</sup> (cm <sup>3</sup> /g)	(P/P <sub>0</sub> ) <sub>step</sub> <sup>f</sup>	r <sub>p</sub> <sup>g</sup> (nm)	Weight loss (%)
KE43B144C	1	652	0.13	40	0.19	0.32	0.36	1.6	35
KE43B143C	2	707	0.12	33	0.24	0.36	0.36	1.6	38

<sup>a</sup> ค่าพื้นที่ผิว <sup>b</sup> ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร <sup>c</sup> เปอร์เซ็นต์ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร <sup>d</sup> ปริมาตรรูพรุนขนาดมีโซ <sup>e</sup> ปริมาตรรูพรุนรวม

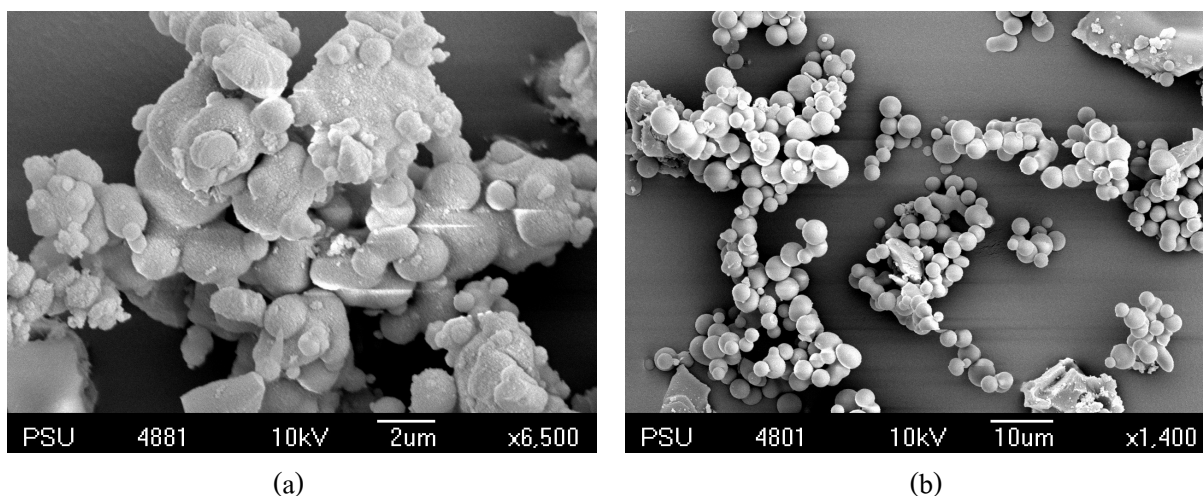
<sup>f</sup> จุดหักที่เกิดการเปลี่ยนแปลงความชันในกราฟไอโซเทอร์ม <sup>g</sup> รัศมีรูพรุนของซิลิกา



ภาพประกอบที่ 3.17 Adsorption isotherms ของซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{43}B_{14}E_{43}$  เป็นแม่แบบ โดยใช้วิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 ในการสังเคราะห์

ภาพ SEM ของซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{43}B_{14}E_{43}$  เป็นแม่แบบ แสดงในภาพประกอบที่ 3.18 จากภาพประกอบที่ 3.18(a) เป็นซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{43}B_{14}E_{43}$  เป็นแม่แบบ และสังเคราะห์โดยวิธีที่ 1 มีลักษณะเป็นทรงกลมเล็กน้อยและมีรูปร่างส่วนใหญ่เป็นซิงก์ออกไซด์ฐาน ซึ่งให้ผลที่ตรงกันข้ามกับซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 2 ในภาพประกอบที่ 3.18(b) ที่มีรูปร่างส่วนใหญ่ที่มีลักษณะกลมและมีซิงก์ออกไซด์ฐานเพียงเล็กน้อยและมีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาค เท่ากับ  $3.01 \pm 0.89$  ไมโครเมตร ดังแสดงในตารางที่ 3.13





ภาพประกอบที่ 3.18 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{43}B_{14}E_{43}$  เป็นแม่แบบโดยใช้วิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 ในการสังเคราะห์ (a) วิธีที่ 1 (b) วิธีที่ 2

ตารางที่ 3.13 เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{43}B_{14}E_{43}$  เป็นแม่แบบโดยใช้วิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 ในการสังเคราะห์

ชื่อที่กำหนดขึ้น	วิธี	เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก ( $\mu\text{m}$ )
KE43B144C	1	-*
KE43B143C	2	$3.01 \pm 0.89$

\*ไม่สามารถวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกของซิลิกาได้

### 3.2.2 สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้บล็อกโคพอลิเมอร์ชนิด $E_mB_n$ และ $E_mB_nE_m$ เป็นแม่แบบร่วมกับ สารลดแรงตึงผิวอื่น ๆ

#### 3.2.2.1 สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้บล็อกโคพอลิเมอร์ชนิด $E_{45}B_{10}$ เป็นแม่แบบร่วมกับ CTAB

ตารางที่ 3.14 แสดงสมบัติของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  ร่วมกับ CTAB เป็นแม่แบบที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนและเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไป ผลการศึกษาการสังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้ CTAB และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนต่างๆ แสดงผลการสังเคราะห์ดังตารางที่ 3.14

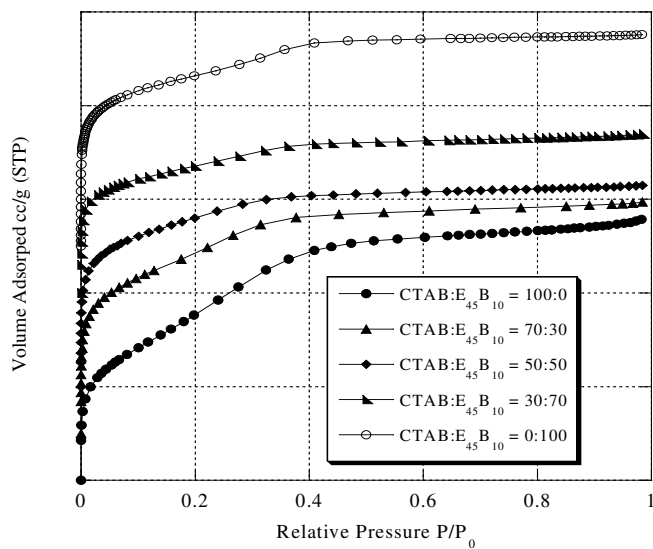
จากตารางพบว่าซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB ร่วมกับ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบ ที่อัตราส่วนโดยโมลของ CTAB:  $E_{45}B_{10}$  = 0:100, 30:70, 50:50, 70:30 และ 100:0 ที่สังเคราะห์จากทั้ง 2 วิธีจะให้ผลที่คล้ายคลึงกัน คือ เมื่อ CTAB มีอัตราส่วนมากขึ้นจะให้ค่าปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร และค่าเปอร์เซ็นต์ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโครลดลง แต่ค่าปริมาตรรูพรุนขนาดมีโซ ปริมาตรรูพรุนรวม ( $P/P_0$ )<sub>step</sub> และค่า  $r_p$  มากขึ้น จึงแสดงให้เห็นว่าเมื่อ CTAB มีอัตราส่วนมากขึ้นซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จะมีแนวโน้มที่มีรูพรุนขนาดไมโครลดลงและจะมีรูพรุนขนาดมีโซเพิ่มขึ้น แต่อย่างไรก็ตามค่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปของวิธีที่ 2 จะมีค่ามากกว่าวิธีที่ 1 เนื่องจากการเกิดการควบแน่น (condensation) ของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 จะเกิดได้ดีกว่าวิธีที่ 2 (Tattershall et al, 2002) และซิลิกาที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 เกิดการหดตัวหลังเผามากกว่าวิธีที่ 1

ตารางที่ 3.14 สมบัติพื้นที่ผิว รัศมีรูพรุน และเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบร่วมกับ CTAB

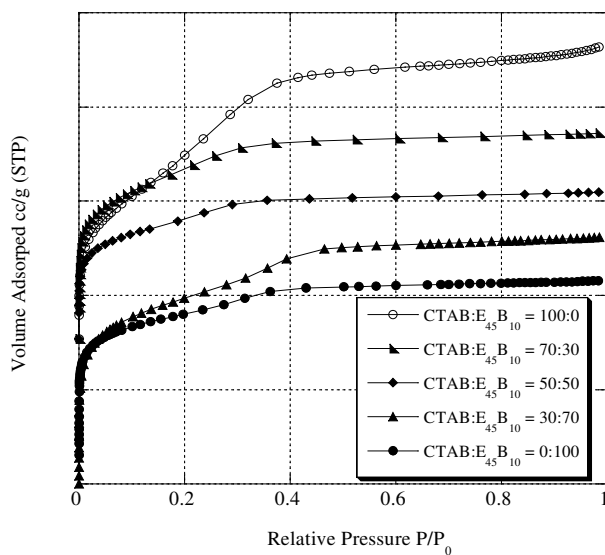
อัตราส่วนโมล CTAB: $E_{45}B_{10}$	วิธี	$A^a$ ( $m^2/g$ )	$V_{micro}^b$ ( $cm^3/g$ )	$\%V_{micro}^c$	$V_{meso}^d$ ( $cm^3/g$ )	$V_{pore}^e$ ( $cm^3/g$ )	$(P/P_0)_{step}^f$	$r_p^g$ (nm)	Weight loss (%)
0:100	1	640	0.12	32	0.25	0.37	0.43	1.9	28
	2	683	0.12	34	0.23	0.35	0.42	1.8	34
30:70	1	475	0.07	27	0.19	0.26	0.36	1.6	34
	2	905	0.14	27	0.38	0.52	0.47	2.0	37
50:50	1	637	0.09	27	0.24	0.33	0.37	1.7	38
	2	586	0.04	13	0.27	0.31	0.36	1.6	39
70:30	1	686	0.03	8	0.35	0.38	0.45	1.9	19
	2	836	0.05	12	0.38	0.43	0.37	1.7	44
100:0	1	652	0	0	0.61	0.61	0.44	1.9	22
	2	941	0	0	0.42	0.42	0.42	1.8	36

<sup>a</sup> ค่าพื้นที่ผิว <sup>b</sup> ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร <sup>c</sup> เปอร์เซ็นต์ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร <sup>d</sup> ปริมาตรรูพรุนขนาดมีโซ <sup>e</sup> ปริมาตรรูพรุนรวม

<sup>f</sup> จุดหักที่เกิดการเปลี่ยนแปลงความชันในกราฟไอโซเทอร์ม <sup>g</sup> รัศมีรูพรุนของซิลิกา



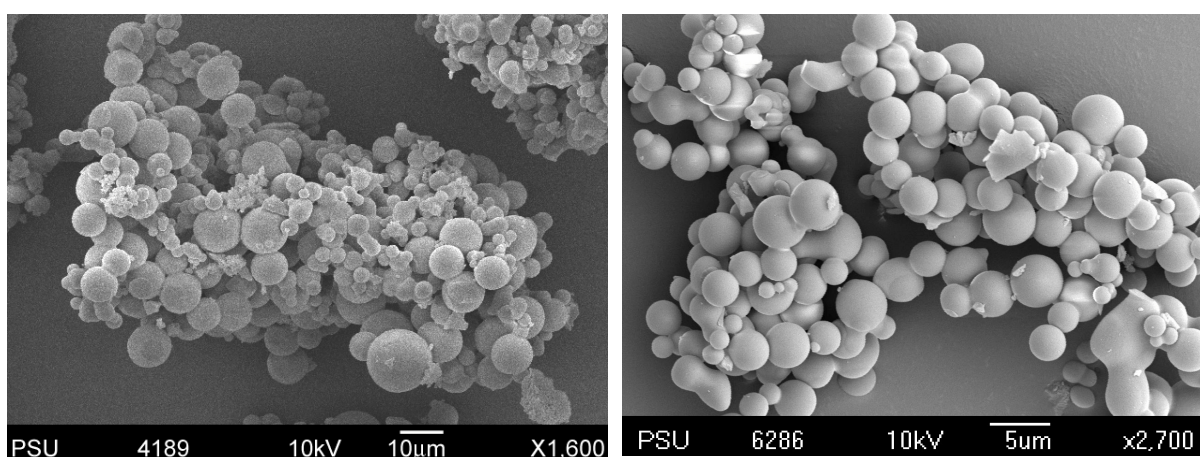
ภาพประกอบที่ 3.19 Adsorption isotherms ของซิติกาที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 1 และใช้ CTAB ร่วมกับ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนต่างๆ



ภาพประกอบที่ 3.20 Adsorption isotherms ของซิติกาที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 และใช้ CTAB ร่วมกับ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนต่างๆ

นอกจากนี้กราฟ adsorption isotherms ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนต่างๆ จะเป็นกราฟไอโซเทอรัมชนิดที่ 4 ซึ่งเป็นลักษณะของวัสดุที่มีรูพรุนขนาดมีโซ ดังแสดงในภาพประกอบที่ 3.19 และ 3.20

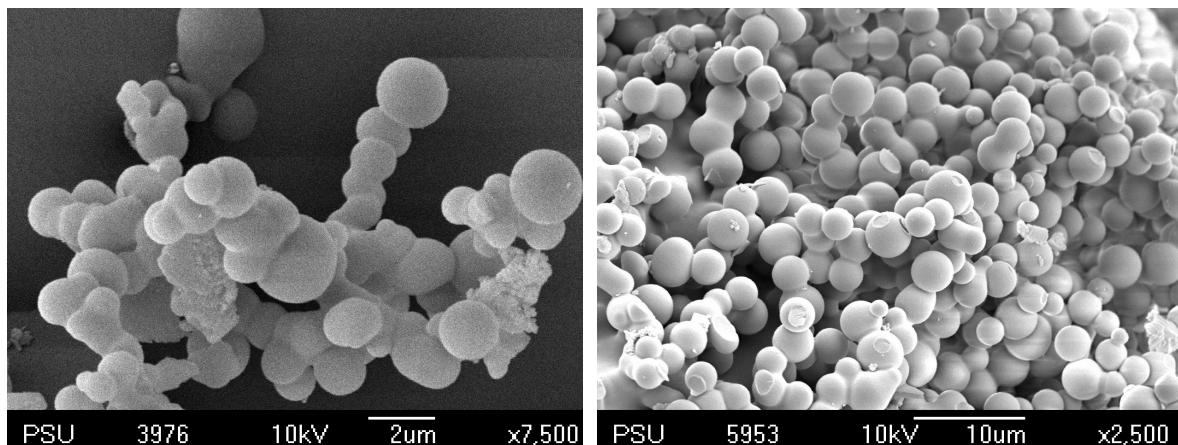
ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB ร่วมกับ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบ แสดงในภาพประกอบที่ 3.21-3.23 โดยเปรียบเทียบวิธีสังเคราะห์และอัตราส่วนของ CTAB และ  $E_{45}B_{10}$  ที่มีผลต่อรูปร่างของซิลิกา ซิลิกาที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 จะให้รูปร่างที่คล้ายคลึงกัน คือ เป็นรูปร่างที่มีลักษณะกลม มีขนาดใกล้เคียงกัน มีซิลิกาอสัณฐานน้อยและมีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคมีค่าอยู่ระหว่าง 2.34-3.60 ไมโครเมตร (ตารางที่ 3.15) และสำหรับซิลิกาที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 1 มีรูปร่างที่มีลักษณะกลมแต่มีขนาดอนุภาคที่แตกต่างกัน เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคมีค่าอยู่ระหว่าง 1.78-5.45 ไมโครเมตร



(a)

(b)

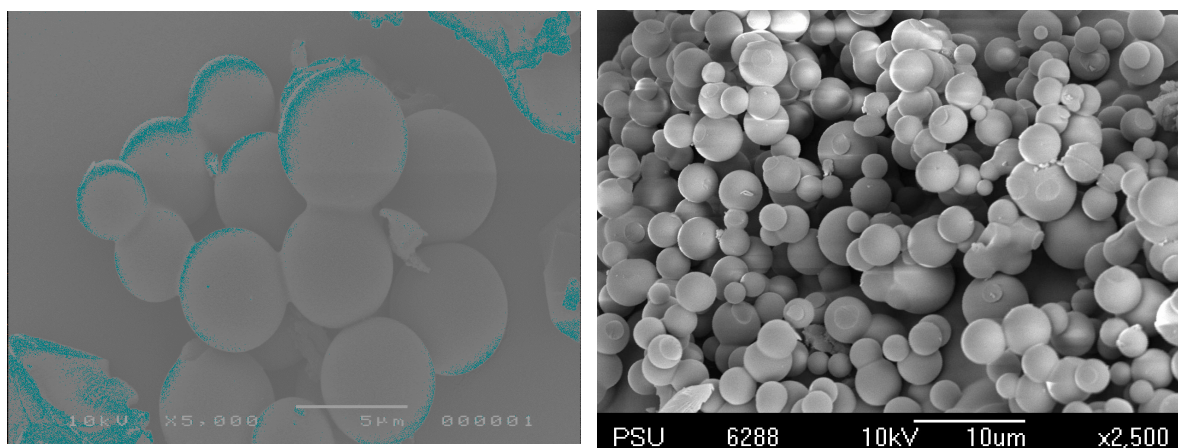
ภาพประกอบที่ 3.21 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนโดยโมลของ  $CTAB:E_{45}B_{10} = 30:70$  (a) วิธีที่ 1 (b) วิธีที่ 2



(a)

(b)

ภาพประกอบที่ 3.22 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบ  
ที่อัตราส่วนโดยโมลของ CTAB: $E_{45}B_{10}$  = 50:50 (a) วิธีที่ 1 (b) วิธีที่ 2



(a)

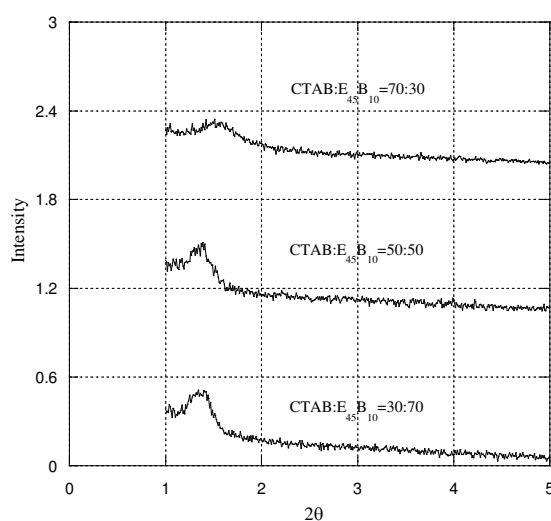
(b)

ภาพประกอบที่ 3.23 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบ  
ที่อัตราส่วนโดยโมลของ CTAB: $E_{45}B_{10}$  = 70:30 (a) วิธีที่ 1 (b) วิธีที่ 2

ตารางที่ 3.15 เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้CTAB และ E<sub>45</sub>B<sub>10</sub> เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนต่างๆ โดยใช้วิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 ในการสังเคราะห์

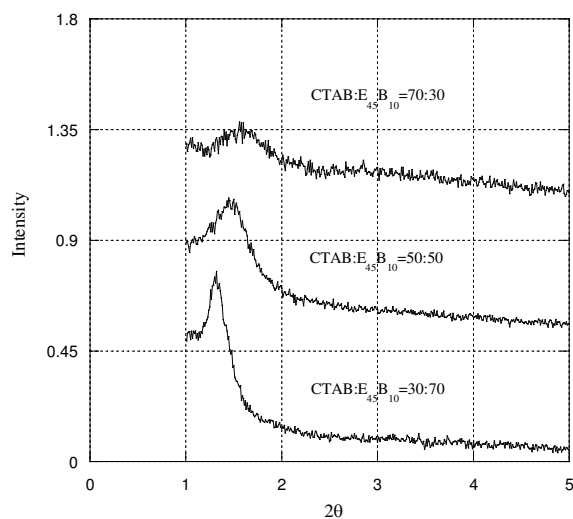
อัตราส่วน โมล CTAB:E <sub>45</sub> B <sub>10</sub>	วิธี	เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก ( $\mu\text{m}$ )
0:100	1 <sup>a</sup>	$5.45 \pm 2.79$
	2 <sup>a</sup>	$2.45 \pm 0.74$
30:70	1	$3.81 \pm 1.86$
	2	$2.51 \pm 0.85$
50:50	1	$1.78 \pm 0.39$
	2	$2.34 \pm 0.76$
70:30	1	$5.32 \pm 1.32$
	2	$3.60 \pm 1.06$
100:0	1	- <sup>b</sup>
	2	- <sup>b</sup>

<sup>a</sup> ข้อมูลจากตารางที่ 3.4, <sup>b</sup> ไม่สามารถวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกของซิลิกาได้



ภาพประกอบที่ 3.24 ผล XRD ของซิลิกาที่สังเคราะห์จากวิธีที่ 1 โดยใช้ CTAB และ E<sub>45</sub>B<sub>10</sub>

เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนต่างๆ



ภาพประกอบที่ 3.25 ผล XRD ของซิลิกาที่สังเคราะห์จากวิธีที่ 2 โดยใช้ CTAB และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนต่างๆ

ตารางที่ 3.16 ค่า d-spacing ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบ

อัตราส่วนโมล CTAB: $E_{45}B_{10}$	วิธี	ค่า d-spacing (nm)
30:70	1	6.4
	2	6.4
50:50	1	6.4
	2	6.4
70:30	1	5.9
	2	5.9

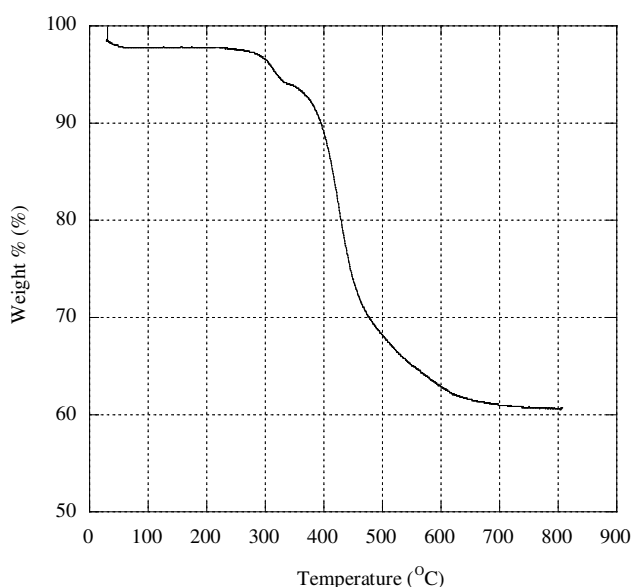
ภาพประกอบที่ 3.24 และภาพประกอบที่ 3.25 แสดงผล XRD ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนต่างๆ ที่ได้จากวิธีสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน พบว่าทั้ง 2 วิธีให้ผลที่แตกต่างกัน คือ ที่อัตราส่วนโดยโมลของ CTAB: $E_{45}B_{10}$  = 30:70 ที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 พิกที่ได้จะมีลักษณะแคบและแหลม ที่อัตราส่วนโดยโมล CTAB: $E_{45}B_{10}$  = 70:30

และ CTAB:E<sub>45</sub>B<sub>10</sub> = 50:50 ที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 1 และ 2 และที่อัตราส่วนโดยโมลของ CTAB:E<sub>45</sub>B<sub>10</sub> = 30:70 ที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 1 พิกที่ได้จะมีลักษณะกว้าง ซึ่งแสดงให้เห็นว่าที่อัตราส่วนดังกล่าว โครงสร้างที่ได้จะมีความเป็นระเบียบต่ำกว่าที่อัตราส่วนโดยโมลของ CTAB:E<sub>45</sub>B<sub>10</sub> = 30:70 ที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 2

นอกจากนี้พบว่าเมื่ออัตราส่วนของ E<sub>45</sub>B<sub>10</sub> มากขึ้นพิกที่ได้จะมีแนวโน้มเลื่อนไปด้านที่มีค่า 2θ ลดลงจากค่า 2θ ที่ลดลงนี้แสดงให้เห็นว่าค่า d-spacing มีค่ามากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับสมการ  $n\lambda = 2d\sin\theta$  เมื่อ n=1 จะได้  $d = \lambda / 2\sin\theta$  ดังนั้น  $d \propto 1/\sin\theta$

จากตารางที่ 3.16 พบว่าซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์ทั้ง 2 วิธีได้ค่า d-spacing ที่เท่ากัน โดยเมื่อ E<sub>45</sub>B<sub>10</sub> มีอัตราส่วนที่มากขึ้นสอดคล้องกับ ค่า d-spacing มีค่ามากขึ้น

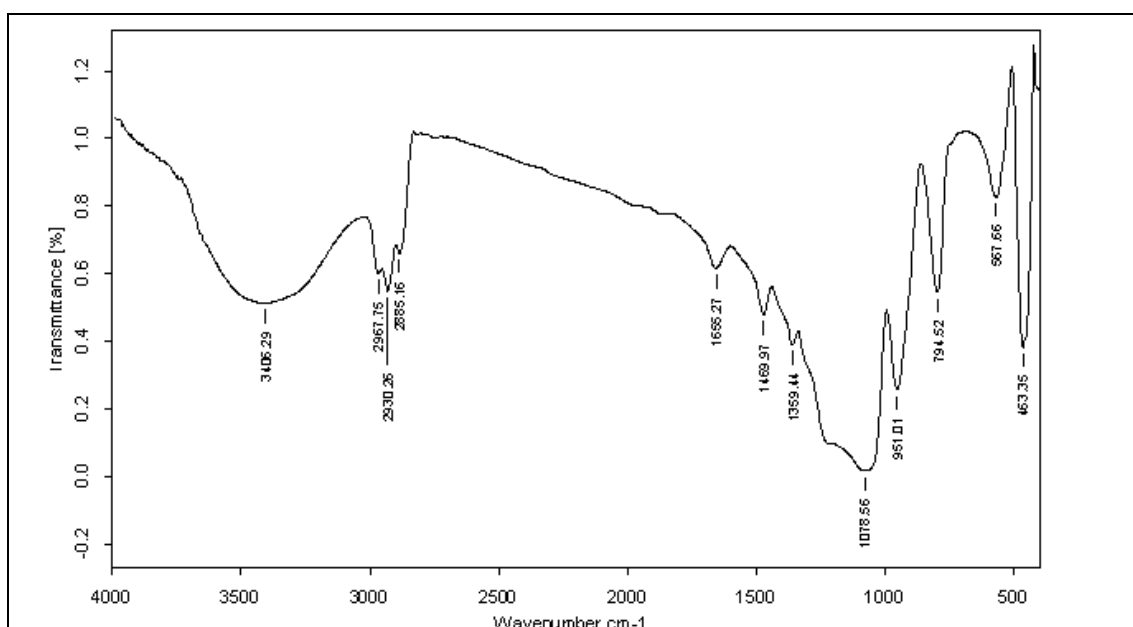
กราฟ TGA ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB และ E<sub>45</sub>B<sub>10</sub> เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนโดยโมล CTAB:E<sub>45</sub>B<sub>10</sub> = 50:50 และสังเคราะห์โดยวิธีที่ 1 แสดงในภาพประกอบที่ 3.26 เปอร์เซนต์น้ำหนักที่หายไปที่อุณหภูมิระหว่าง 250-340 องศาเซลเซียส เป็นช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวของ CTAB (Boonamnuayuitaya et al, 2006) อุณหภูมิระหว่าง 340-500 องศาเซลเซียส เป็นช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวของ E<sub>45</sub>B<sub>10</sub> และที่อุณหภูมิมากกว่า 500 องศาเซลเซียส เป็นการเกิดการควบแน่นต่อเนื่องของหมู่ OH ของ Si-OH ที่อยู่บริเวณผนังรูพรุนของซิลิกา (Kao et al, 2006)



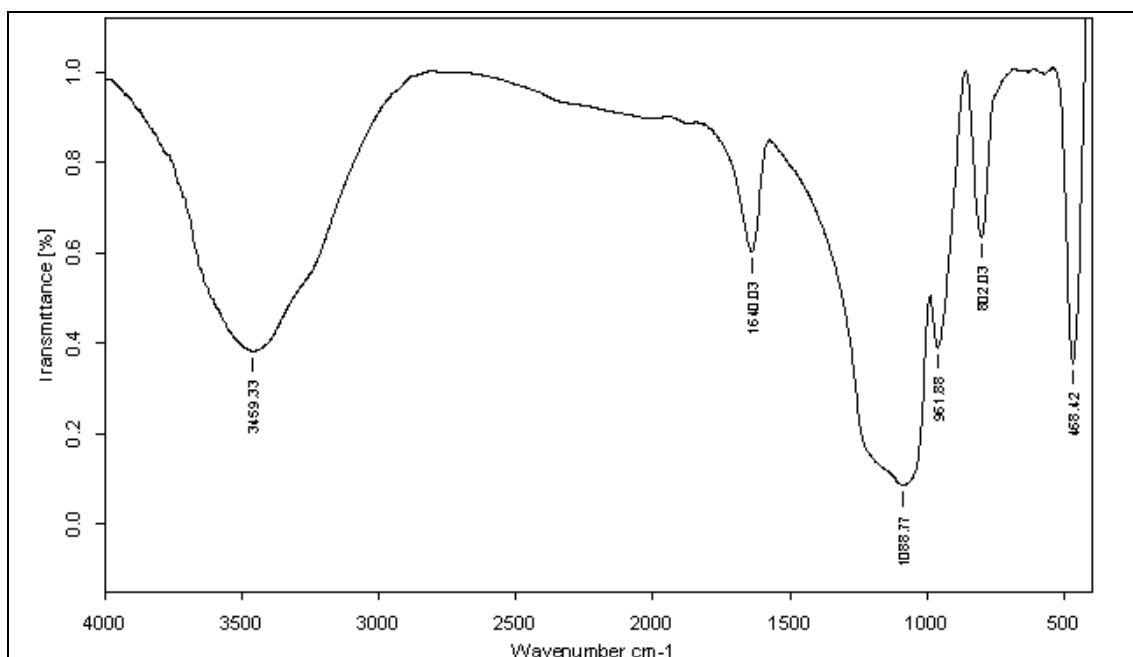


ภาพประกอบที่ 3.26 ผล TGA ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนโดยโมลของ CTAB: $E_{45}B_{10}$  = 50:50 และสังเคราะห์โดยวิธีที่ 1

ภาพประกอบที่ 3.27 และ 3.28 เปรียบเทียบ IR สเปกตรัมที่ได้จากซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วน CTAB: $E_{45}B_{10}$  = 50:50 และสังเคราะห์โดยวิธีที่ 1 ทั้งก่อนและหลังเผา ภาพประกอบที่ 3.27 เป็นซิลิกาที่ยังไม่ผ่านการเผา สเปกตรัมที่ได้ประกอบด้วยพีก 2885 - 2967  $cm^{-1}$  ซึ่งเป็นลักษณะของการยืดของ  $CH_2$  และ  $CH_3$  และที่ความถี่ 1359  $cm^{-1}$  และ 1469  $cm^{-1}$  เป็นลักษณะของการงอของ  $CH_2$  และ  $CH_3$  ซึ่งเป็นพีกเหล่านี้เป็นพีกของสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่เป็นองค์ประกอบของ CTAB และ  $E_{45}B_{10}$  และภาพประกอบที่ 3.26(a) ยังประกอบด้วยพีกต่างๆ ที่เป็นลักษณะของซิลิกาคือ ที่ความถี่ 794  $cm^{-1}$  และ 1078  $cm^{-1}$  เป็นลักษณะของ Si-O-Si ที่เกิดการควบแน่น ที่ความถี่ 1655  $cm^{-1}$  และ 3406  $cm^{-1}$  เป็นลักษณะของ O-H และที่ความถี่ 951  $cm^{-1}$  เป็นลักษณะของ Si-OH ซึ่งเป็นพีกที่เกิดจากซิลิกาที่ไม่เกิดปฏิกิริยาควบแน่น แต่ภาพประกอบที่ 3.28 เป็นซิลิกาที่ผ่านการเผาแล้ว พบว่ามีเพียงพีกที่เป็นลักษณะของซิลิกาปรากฏอยู่เท่านั้น คือ ที่ความถี่ 802  $cm^{-1}$ , 961  $cm^{-1}$ , 1088  $cm^{-1}$ , 1640  $cm^{-1}$  และ 3469  $cm^{-1}$  ดังนั้นแสดงให้เห็นว่าหลังจากการเผาแล้วจะเหลือเพียงซิลิกาเท่านั้น



ภาพประกอบที่ 3.27 IR สเปกตรัมของซิลิกาก่อนเผาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนโดยโมลของ CTAB: $E_{45}B_{10}$  = 50:50 และสังเคราะห์โดยวิธีที่



ภาพประกอบที่ 3.28 IR สเปกตรัมของซิลิกาหลังเผาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนโดยโมลของ CTAB: $E_{45}B_{10}$  = 50:50 และสังเคราะห์โดยวิธีที่ 1

ตารางที่ 3.17 ความถี่ของหมู่ฟังก์ชันต่างๆของซิลิกา ก่อนเผาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนโดยโมลของ CTAB: $E_{45}B_{10}$  = 50:50 และสังเคราะห์โดยวิธีที่ 1

หมู่ฟังก์ชัน	ความถี่ ( $cm^{-1}$ )
Si-O-Si (condensation)	794 และ 1078
Si-OH <sub>(non-condensation)</sub>	951
O-H	1655 และ 3406
การยึดของ C-H ใน CH <sub>2</sub> , CH <sub>3</sub>	2885, 2930 และ 2967

ตารางที่ 3.18 ความถี่ของหมู่ฟังก์ชันต่างๆของซิลิกาหลังเผาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนโดยโมลของ  $CTAB:E_{45}B_{10} = 50:50$  และสังเคราะห์โดยวิธีที่ 1

หมู่ฟังก์ชัน	เลขคลื่น ( $cm^{-1}$ )
Si-O-Si <sub>(condensation)</sub>	802 และ 1088
Si-OH <sub>(non-condensation)</sub>	951
O-H	1640 และ 3459

### 3.2.2.2 สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้บล็อกโคพอลิเมอร์ชนิด $E_{45}B_{10}$ เป็นแม่แบบร่วมกับ

#### $E_{33}B_{10}E_{33}$

สมบัติของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  ร่วมกับ  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็นแม่แบบที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนและเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไป แสดงในตารางที่ 3.19

จากตารางที่ 3.19 พบว่าซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  ร่วมกับ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนโดยโมลของ  $E_{33}B_{10}E_{33}:E_{45}B_{10} = 0:100, 30:70, 50:50, 70:30$  และ  $100:0$  เมื่อ  $E_{33}B_{10}E_{33}$  มีอัตราส่วนมากขึ้น ค่าปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร และค่าเปอร์เซ็นต์ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร จะมีความมากขึ้น แต่ค่าปริมาตรรูพรุนขนาดมีโซ ( $P/P_{0,step}$ ) และค่ารัศมีรูพรุนของซิลิกา มีแนวโน้มลดลง ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเมื่อ  $E_{33}B_{10}E_{33}$  มีอัตราส่วนมากขึ้น รูพรุนที่ได้จะเปลี่ยนจากรูพรุนที่มีขนาดมีโซไปเป็นรูพรุนที่มีขนาดไมโคร ซึ่งสอดคล้องกับกราฟ adsorption isotherms ที่ได้จากซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 เมื่ออัตราส่วนโดยโมลของ  $E_{33}B_{10}E_{33}$  มากขึ้นคือ  $E_{33}B_{10}E_{33}:E_{45}B_{10} = 70:30$  และ  $100:0$  กราฟไอโซเทอร์มที่ได้จะเป็นกราฟไอโซเทอร์มชนิดที่ 1 ซึ่งเป็นลักษณะของวัสดุที่มีรูพรุนขนาดไมโคร แต่เมื่อ  $E_{33}B_{10}E_{33}$  มีอัตราส่วนโดยโมลของ  $E_{33}B_{10}E_{33}$  ลดลง คือ ที่อัตราส่วนโดยโมลของ  $E_{33}B_{10}E_{33}:E_{45}B_{10} = 50:50, 30:70$  และ  $0:100$  จะเป็นกราฟไอโซเทอร์มชนิดที่ 4 ซึ่งเป็นลักษณะของวัสดุที่มีรูพรุนขนาดมีโซ ดังแสดงในภาพประกอบที่ 3.29 และ 3.30 ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับภาพประกอบที่ 1.3 โดยการเกิดไมเซลล์ของ  $E_{45}B_{10}$  ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ชนิดไดบล็อก นั้นส่วนไม่ชอบน้ำหรือส่วน B บล็อกจะอยู่บริเวณส่วนใจกลาง (core) ของไมเซลล์ และส่วนชอบน้ำหรือส่วน E บล็อกจะอยู่บริเวณส่วนรอบนอก (corona) ของไมเซลล์ ดังนั้น core ของไมเซลล์จึงมีขนาดเท่ากับความยาวของของส่วน B บล็อก ( $B_{10}$ ) แต่การเกิดไมเซลล์ของ  $E_{33}B_{10}E_{33}$  ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ชนิดไตร

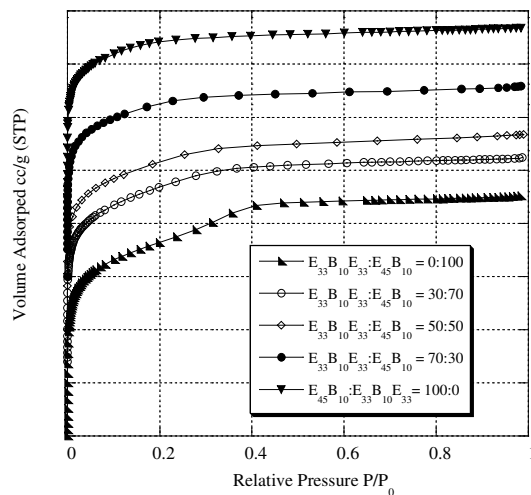
บล็อก ปลายทั้งสองข้างของส่วนที่ขอบน้ำของไตรบล็อกจะอยู่บริเวณ corona ของไมเซลล์ ดังนั้น ความยาวของส่วนไม่ขอบน้ำของไตรบล็อกจะลดลงเหลือครึ่งหนึ่ง ( $B_5$ ) ส่งผลให้รัศมีของ core ของไมเซลล์ของ  $E_{33}B_{10}E_{33}$  มีความยาวเป็นครึ่งหนึ่งของไมเซลล์ของ  $E_{45}B_{10}$  จึงเป็นสาเหตุที่ทำให้ซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็นแม่แบบมีรูพรุนขนาดไมโคร และ  $E_{45}B_{10}$  มีรูพรุนขนาดมีโซ ดังนั้นการสังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้  $E_{45}B_{10}$  ร่วมกับ  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็นแม่แบบจะได้ซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดใหญ่กว่าการใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็นแม่แบบเพียงอย่างเดียว และสำหรับค่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนัที่หายไป พบว่าทุกอัตราส่วนที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 มีค่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนัที่หายไปมากกว่าวิธีที่ 1 เนื่องจากการเกิดการควบแน่น (condensation) ของซิลิกาที่ได้ออกมาที่ต่ำกว่าวิธีที่ 1 จะเกิดได้ดีกว่าวิธีที่ 2 (Tattershall et al, 2002) และซิลิกาที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 เกิดการหดตัวหลังเผามากกว่าวิธีที่ 1

ตารางที่ 3.19 สมบัติพื้นที่ผิว รัศมีรูพรุน และเปอร์เซ็นต์น้ำหนัที่หายไปของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบร่วมกับ  $E_{33}B_{10}E_{33}$

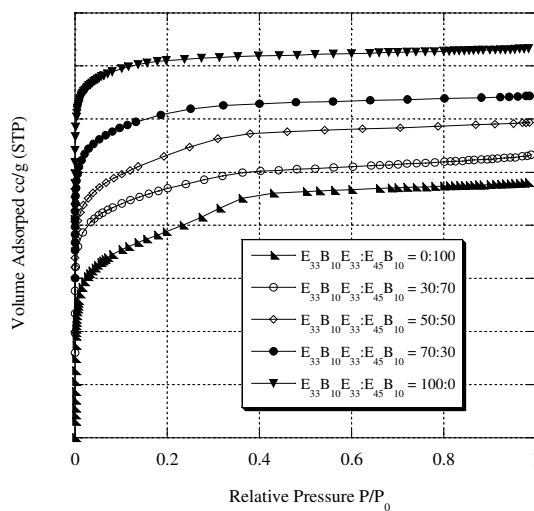
อัตราส่วน โมล $E_{33}B_{10}E_{33}:E_{45}B_{10}$	วิธี	$A^a$ ( $m^2/g$ )	$V_{micro}^b$ ( $cm^3/g$ )	$\%V_{micro}^c$	$V_{meso}^d$ ( $cm^3/g$ )	$V_{pore}^e$ ( $cm^3/g$ )	$(P/P_0)_{step}^f$	$r_p^g$ (nm)	Weight loss (%)
0:100	1	640	0.12	32	0.25	0.37	0.43	1.9	28
	2	683	0.12	34	0.23	0.35	0.42	1.8	34
30:70	1	582	0.09	30	0.21	0.30	0.37	1.7	38
	2	542	0.11	38	0.18	0.29	0.40	1.8	40
50:50	1	556	0.09	32	0.19	0.28	0.33	1.5	40
	2	587	0.08	27	0.22	0.30	0.37	1.7	41
70:30	1	577	0.14	52	0.13	0.27	0.29	1.4	34
	2	549	0.12	56	0.14	0.26	0.32	1.5	40
100:0	1	599	0.17	61	0.11	0.28	0.28	1.4	28
	2	542	0.18	72	0.07	0.25	0.24	1.3	31

<sup>a</sup> ค่าพื้นที่ผิว <sup>b</sup> ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร <sup>c</sup> เปอร์เซ็นต์ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร <sup>d</sup> ปริมาตรรูพรุนขนาดมีโซ <sup>e</sup> ปริมาตรรูพรุนรวม

<sup>f</sup> จุดหักที่เกิดการเปลี่ยนแปลงความชันในกราฟไอโซเทอร์ม <sup>g</sup> ค่ารัศมีรูพรุนของซิลิกา



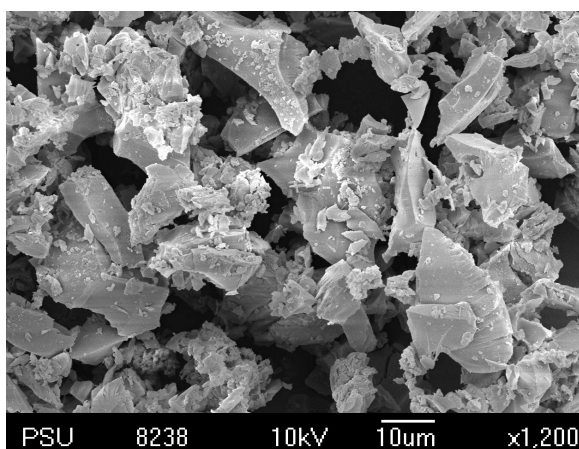
ภาพประกอบที่ 3.29 Adsorption isotherms ของซีลิกาที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 1 และใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  ร่วมกับ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนต่างๆ



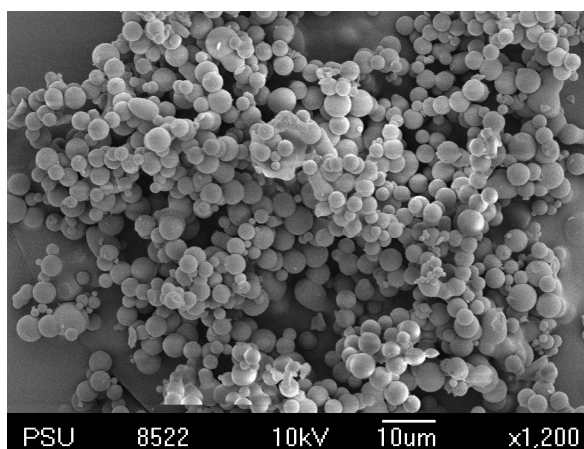
ภาพประกอบที่ 3.30 Adsorption isotherms ของซีลิกาที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 และใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  ร่วมกับ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนต่างๆ

ผลการศึกษาวิธีสังเคราะห์และอัตราส่วนของ  $E_{33}B_{10}E_{33}:E_{45}B_{10}$  ที่มีผลต่อรูปร่างของซีลิกา แสดงในภาพประกอบที่ 3.31-3.33 พบว่าซีลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 มีลักษณะรูปร่างที่มีลักษณะกลมเพียงเล็กน้อย แต่มีซีลิกาอสัณฐานมาก วิธีที่ 2 จะได้โครงสร้างซีลิกาที่มีลักษณะ

กลม มีขนาดใกล้เคียงกันและมีซิลิกาอสัณฐานน้อยกว่าที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 และจากตารางที่ 3.20 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางกลางของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 และใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบเพียงอย่างเดียว คือ  $2.79 \pm 0.98$  ไมโครเมตร และ  $2.45 \pm 0.74$  ไมโครเมตร ตามลำดับ มีขนาดเล็กกว่าซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  ร่วมกับ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบ ซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก คือ  $3.87 \pm 1.00$  ไมโครเมตร,  $3.68 \pm 0.83$  ไมโครเมตร และ  $4.07 \pm 0.80$  ไมโครเมตร ที่อัตราส่วนโดยโมลของ  $E_{33}B_{10}E_{33}:E_{45}B_{10} = 70:30, 50:50$  และ  $30:70$  ตามลำดับ

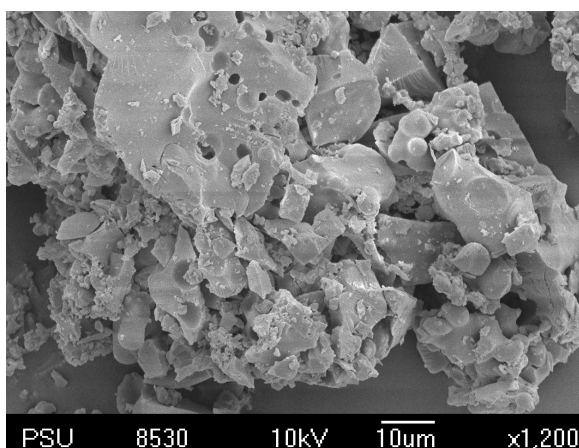


(a)

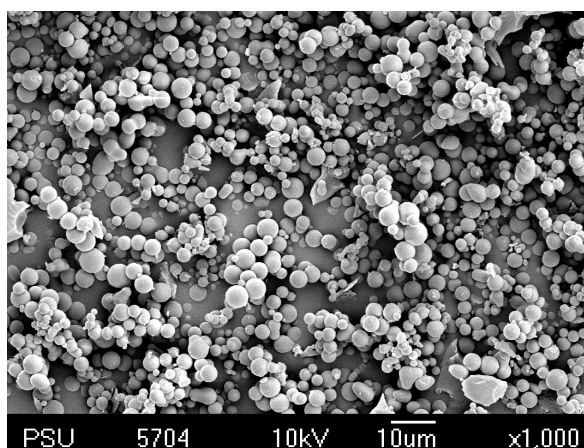


(b)

ภาพประกอบที่ 3.31 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบ ที่อัตราส่วนโดยโมลของ  $E_{33}B_{10}E_{33}:E_{45}B_{10} = 30:70$  (a) วิธีที่ 1 (b) วิธีที่ 2



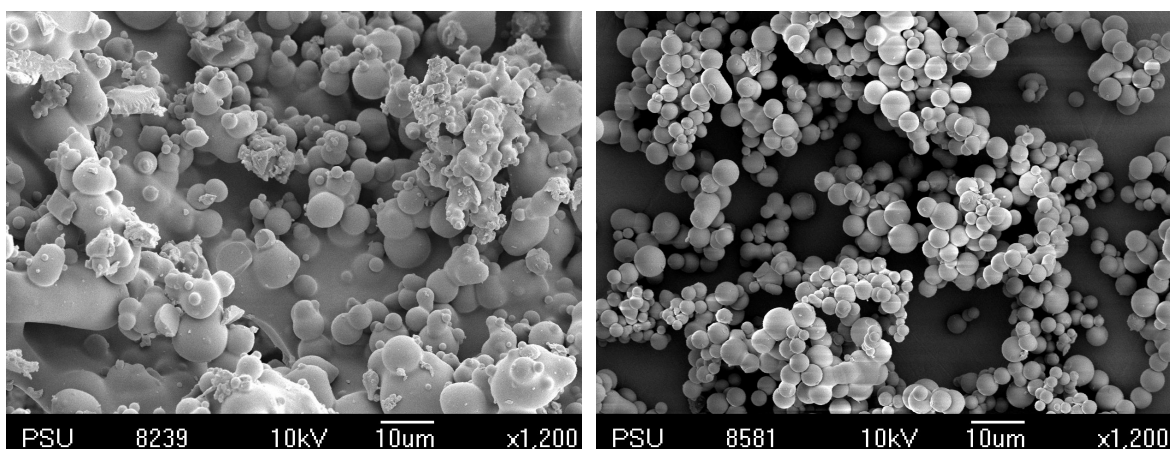
(a)



(b)

ภาพประกอบที่ 3.32 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบ

ที่อัตราส่วนโดยโมลของ  $E_{33}B_{10}E_{33}:E_{45}B_{10} = 50:50$  (a) วิธีที่ 1 (b) วิธีที่ 2



(a)

(b)

ภาพประกอบที่ 3.33 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{33}B_{10}E_{33}$  และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบ  
ที่อัตราส่วนโดยโมลของ  $E_{33}B_{10}E_{33}:E_{45}B_{10} = 70:30$  (a) วิธีที่ 1 (b) วิธีที่ 2

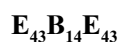
ตารางที่ 3.20 เส้นผ่านศูนย์กลางกลางภายนอกของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  และ  $E_{33}B_{10}E_{33}$  เป็น  
แม่แบบที่อัตราส่วนต่างๆ โดยใช้วิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 ในการสังเคราะห์

อัตราส่วนโมล $E_{33}B_{10}E_{33}:E_{45}B_{10}$	วิธี	เส้นผ่านศูนย์กลางกลางภายนอก ( $\mu\text{m}$ )
0:100	1 <sup>a</sup>	$5.45 \pm 2.79$
	2 <sup>a</sup>	$2.45 \pm 0.74$
30:70	1	- <sup>b</sup>
	2	$4.07 \pm 0.8$
50:50	1	- <sup>b</sup>
	2	$3.68 \pm 0.83$
70:30	1	- <sup>b</sup>
	2	$3.87 \pm 1.00$
100:0	1 <sup>c</sup>	- <sup>b</sup>
	2 <sup>c</sup>	$2.79 \pm 0.98$

<sup>a</sup> ข้อมูลจากตารางที่ 3.4, <sup>b</sup> ไม่สามารถวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางกลางภายนอกของซิลิกาได้,

<sup>c</sup> ข้อมูลจากตารางที่ 3.10

### 3.2.2.3 สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้บล็อกโคพอลิเมอร์ชนิด $E_{45}B_{10}$ เป็นแม่แบบร่วมกับ



สมบัติของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  ร่วมกับ  $E_{43}B_{14}E_{43}$  เป็นแม่แบบที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนและเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไป แสดงในตารางที่ 3.21

ตารางที่ 3.21 สมบัติพื้นที่ผิว รัศมีรูพรุน และเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบร่วมกับ  $E_{43}B_{14}E_{43}$

อัตราส่วนโมล $E_{43}B_{14}E_{43}:E_{45}B_{10}$	วิธี	A <sup>a</sup> (m <sup>2</sup> /g)	V <sub>micro</sub> <sup>b</sup> (cm <sup>3</sup> /g)	%V <sub>micro</sub> <sup>c</sup>	V <sub>meso</sub> <sup>d</sup> (cm <sup>3</sup> /g)	V <sub>pore</sub> <sup>e</sup> (cm <sup>3</sup> /g)	(P/P <sub>0</sub> ) <sub>step</sub> <sup>f</sup>	r <sub>p</sub> <sup>g</sup> (nm)	Weight loss (%)
0:100	1	640	0.12	32	0.25	0.37	0.43	1.9	28
	2	683	0.12	34	0.23	0.35	0.42	1.8	34
30:70	1	577	0.09	30	0.21	0.30	0.42	1.8	37
	2	614	0.11	33	0.22	0.33	0.42	1.8	47
50:50	1	632	0.09	26	0.25	0.34	0.44	1.9	42
	2	581	0.09	30	0.21	0.30	0.36	1.6	48
70:30	1	610	0.10	23	0.33	0.43	0.39	1.7	25
	2	626	0.10	31	0.22	0.32	0.32	1.5	43
100:0	1	652	0.36	40	0.19	0.32	0.36	1.6	35
	2	707	0.36	33	0.24	0.36	0.36	1.6	38

<sup>a</sup> ค่าพื้นที่ผิว <sup>b</sup> ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร <sup>c</sup> เปอร์เซ็นต์ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร <sup>d</sup> ปริมาตรรูพรุนขนาดมีโซ <sup>e</sup> ปริมาตรรูพรุนรวม

<sup>f</sup> จุดหักที่เกิดการเปลี่ยนแปลงความชันในกราฟไอโซเทอร์ม <sup>g</sup> รัศมีรูพรุนของซิลิกา

จากตารางพบว่าซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{43}B_{14}E_{43}$  และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนโดยโมลของ  $E_{43}B_{14}E_{43}:E_{45}B_{10} = 0:100, 30:70, 50:50, 70:30$  และ  $100:0$  ที่ได้จากวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 เมื่อ  $E_{43}B_{14}E_{43}$  มีอัตราส่วนมากขึ้นค่าปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร และค่าเปอร์เซ็นต์ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโครจะมีค่ามากขึ้นเล็กน้อย และค่าปริมาตรรูพรุนขนาดมีโซ (P/P<sub>0</sub>)<sub>step</sub> และ

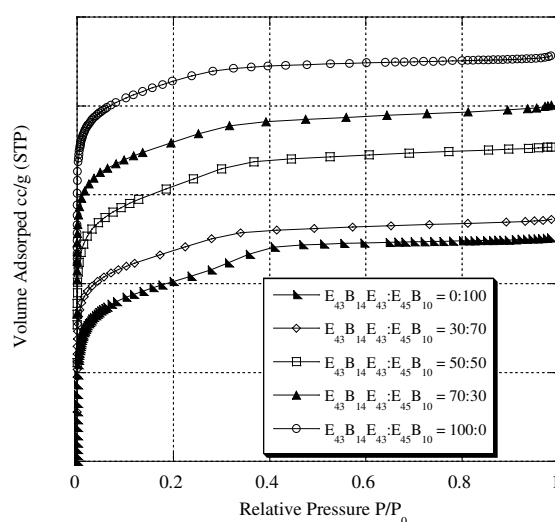


ค่ารัศมีของรูพรุนมีแนวโน้มลดลงเล็กน้อย เนื่องจากการเกิดไมเซลล์ของ  $E_{43}B_{14}E_{43}$  ความยาวของ ส่วนไม่ชอบน้ำของไตรบล็อกจะลดลงเหลือครึ่งหนึ่ง ส่งผลให้ core ของไมเซลล์ของ  $E_{43}B_{14}E_{43}$  มีความยาวเป็นครึ่งหนึ่งของความยาวของส่วน B บล็อก ( $B_7$ ) แต่ในการเกิดไมเซลล์ของ  $E_{45}B_{10}$  มีความยาวของของส่วน B บล็อก คือเท่ากับ  $B_{10}$  ดังนั้นซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้บล็อกโคพอลิเมอร์ ชนิด  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบร่วมกับ  $E_{43}B_{14}E_{43}$  เมื่อ  $E_{45}B_{10}$  มีอัตราส่วนมากขึ้นส่งผลให้ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้มีรูพรุนที่มีขนาดใหญ่ขึ้น

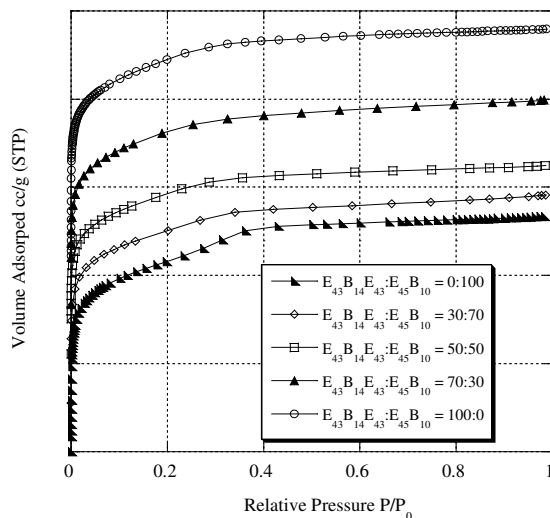
พบว่าทุกอัตราส่วนที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 มีค่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปมากกว่าวิธีที่ 1 เนื่องจากการเกิดการควบแน่น (condensation) ของซิลิกา前海ที่ได้จากวิธีที่ 1 จะเกิดได้ดีกว่าวิธีที่ 2 (Tattershall et al, 2002) และซิลิกาที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 เกิดการหดตัวหลังเผามากกว่าวิธีที่ 1

นอกจากนี้พบว่าซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบร่วมกับ  $E_{33}B_{10}E_{33}$  จะมีความรัศมีของรูพรุน (ตารางที่ 3.19) ที่มีขนาดเล็กกว่า ซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบร่วมกับ  $E_{43}B_{14}E_{43}$  เนื่องจาก  $E_{43}B_{14}E_{43}$  มีความยาวเป็นครึ่งหนึ่งของความยาวของส่วน B บล็อกเท่ากับ  $B_7$  ซึ่งมากกว่า ความยาวครึ่งหนึ่งของส่วน B บล็อกของ  $E_{33}B_{10}E_{33}$  ที่เท่ากับ  $B_5$

กราฟ adsorption isotherms ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{43}B_{14}E_{43}$  และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนต่างๆ แสดงในภาพประกอบที่ 3.34 และ 3.35 เป็นกราฟไอโซเทอร์มชนิดที่ 4 ซึ่งเป็นลักษณะของวัสดุที่มีรูพรุนขนาดมีโซ



ภาพประกอบที่ 3.34 Adsorption isotherms ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 1 และใช้  $E_{43}B_{14}E_{43}$  ร่วมกับ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนต่างๆ

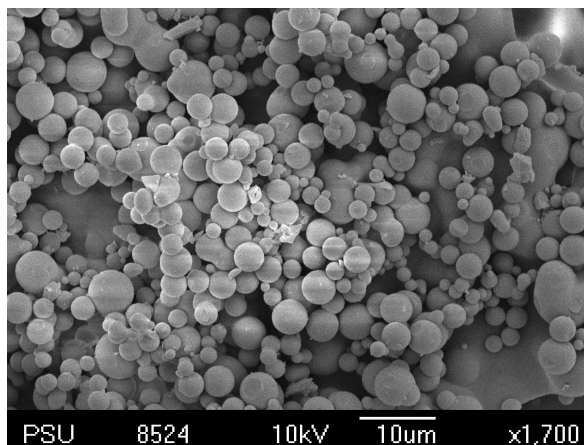
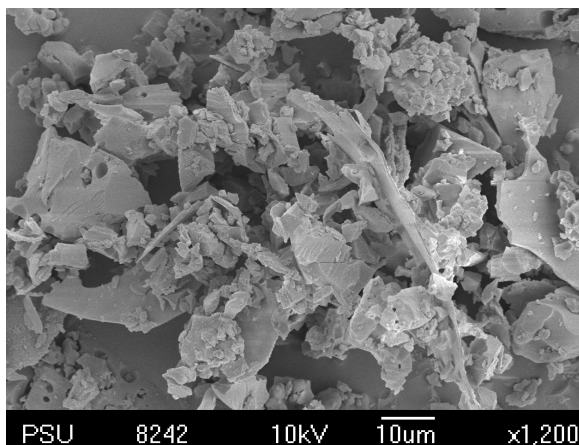


ภาพประกอบที่ 3.35 Adsorption isotherms ของซีลิกาที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 และใช้

$E_{43}B_{14}E_{43}$  ร่วมกับ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนต่างๆ

ผลการศึกษาวีธีสังเคราะห์และอัตราส่วนของ  $E_{43}B_{14}E_{43}:E_{45}B_{10}$  ที่มีผลต่อรูปร่างของซีลิกา แสดงในภาพประกอบที่ 3.36-3.38 พบว่าซีลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1 จะปรากฏรูปร่างที่มีลักษณะกลมเพียงเล็กน้อยและมีซีลิกาอสัณฐานมาก แต่ซีลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 2 จะได้ซีลิกาที่มีลักษณะกลมและมีซีลิกาอสัณฐานน้อยกว่าที่สังเคราะห์ได้จากวิธีที่ 1

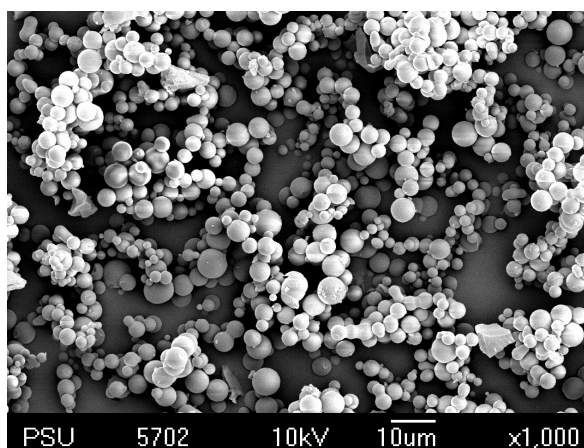
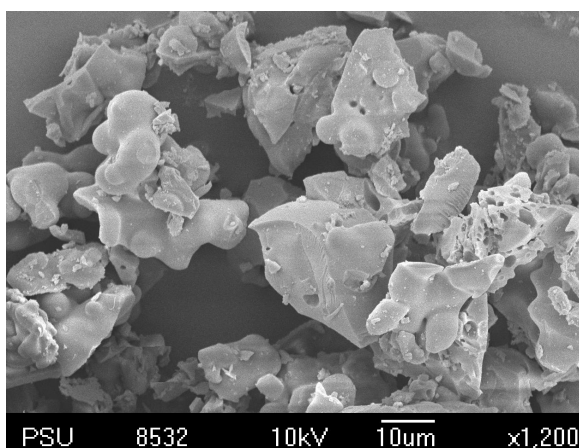
จากตารางที่ 3.22 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกของซีลิกาที่สังเคราะห์โดยวิธีที่ 2 และใช้  $E_{45}B_{10}$  และ  $E_{43}B_{14}E_{43}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนโดยโมลของ  $E_{43}B_{14}E_{43}:E_{45}B_{10} = 30:70, 50:50$  และ  $70:30$  คือ  $3.01 \pm 1.11$  ไมโครเมตร,  $3.86 \pm 3.30$  ไมโครเมตร และ  $2.93 \pm 0.13$  ไมโครเมตร ตามลำดับ จะมีขนาดใหญ่กว่าซีลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  หรือ  $E_{43}B_{14}E_{43}$  เป็นแม่แบบเพียงอย่างเดียว คือ ที่อัตราส่วนโดยโมลของ  $E_{43}B_{14}E_{43}:E_{45}B_{10} = 0:100$  และ  $100:0$  มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกเท่ากับ  $2.45 \pm 0.74$  ไมโครเมตร และ  $3.01 \pm 0.89$  ไมโครเมตร ตามลำดับ



(a)

(b)

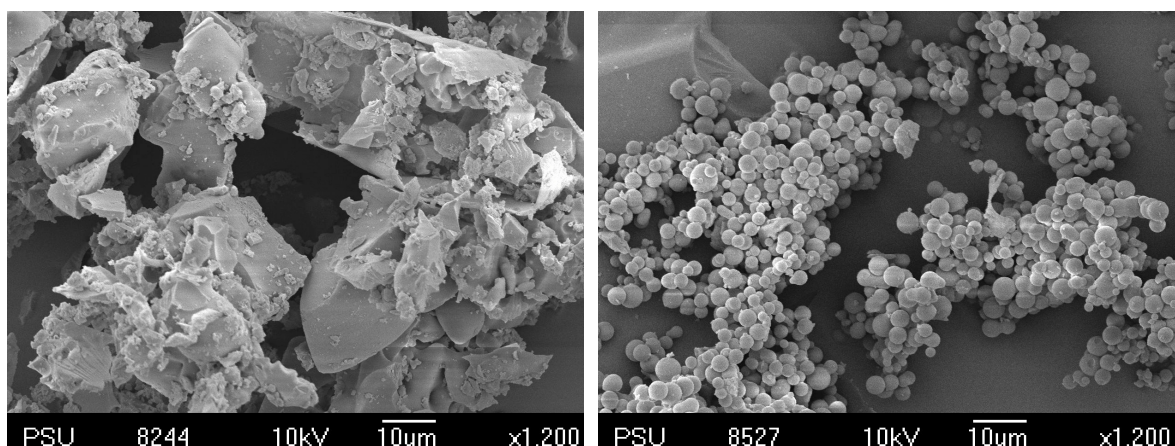
ภาพประกอบที่ 3.36 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{43}B_{14}E_{43}$  และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบ อัตราส่วน โดยโมลของ  $E_{43}B_{14}E_{43}:E_{45}B_{10} = 30:70$  (a) วิธีที่ 1 (b) วิธีที่ 2



(a)

(b)

ภาพประกอบที่ 3.37 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{43}B_{14}E_{43}$  และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบ อัตราส่วน โดยโมลของ  $E_{43}B_{14}E_{43}:E_{45}B_{10} = 50:50$  (a) วิธีที่ 1 (b) วิธีที่ 2



(a)

(b)

ภาพประกอบที่ 3.38 ภาพ SEM ของซิริลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{43}B_{14}E_{43}$  และ  $E_{45}B_{10}$  เป็นแม่แบบ อัตราส่วนโดยโมลของ  $E_{43}B_{14}E_{43}:E_{45}B_{10} = 70:30$  (a) วิธีที่ 1 (b) วิธีที่ 2

ตารางที่ 3.22 เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกของซิริลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้  $E_{45}B_{10}$  และ  $E_{43}B_{14}E_{43}$  เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนต่างๆ โดยใช้วิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 ในการสังเคราะห์

อัตราส่วนโมล $E_{43}B_{14}E_{43}:E_{45}B_{10}$	วิธี	เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก ( $\mu\text{m}$ )
0:100	1 <sup>a</sup>	$5.45 \pm 2.79$
	2 <sup>a</sup>	$2.45 \pm 0.74$
30:70	1	- <sup>b</sup>
	2	$3.01 \pm 1.11$
50:50	1	- <sup>b</sup>
	2	$3.86 \pm 3.30$
70:30	1	- <sup>b</sup>
	2	$2.93 \pm 0.13$
100:0	1 <sup>c</sup>	- <sup>b</sup>
	2 <sup>c</sup>	$3.01 \pm 0.89$

<sup>a</sup> ข้อมูลจากตารางที่ 3.4, <sup>b</sup> ไม่สามารถวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกของซิริลิกาได้,

<sup>c</sup> ข้อมูลจากตารางที่ 3.13

### 3.3 สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้บล็อกโคพอลิเมอร์ชนิด $E_mP_nE_m$ เป็นแม่แบบ

#### 3.3.1 สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้ $E_{20}P_{70}E_{20}$ (P123) และ $E_{106}P_{70}E_{106}$ (F127) เป็นแม่แบบและใช้เกลือ

2 ชนิดคือ  $[KCl] = 0.15M$  และ  $[Na_2SO_4] = 0.15M$  และ  $[HCl] = 2M$

Kim และคณะ (Kim et al, 2004) สังเคราะห์วัสดุ SBA-16 โดยใช้ F127 ร่วมกับ P123 เป็นแม่แบบ ที่อัตราส่วนโดยโมลของ F127:P123 = 1:0, 1:0.2, 1:0.4 และ 1:0.7 ภายใต้สภาวะที่เป็นกรด และใช้ TEOS เป็นแหล่งให้ซิลิกา โดยในการสังเคราะห์จะศึกษาอิทธิพลที่มีผลทำให้วัสดุ SBA-16 มีรูพรุนที่มีขนาดใหญ่ขึ้น ในการสังเคราะห์จะให้ความร้อน 2 ขั้นตอน คือ ขั้นตอนที่ 1 ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง สารละลายที่ได้นำมาให้ความร้อนในขั้นตอนที่ 2 ที่อุณหภูมิ 333, 353, 373 หรือ 403 เคลวิน เพื่อทำไฮโดรเทอร์มัล ทรีทเมนต์ (hydrothermal treatment) โดยเปลี่ยนแปลงเวลาจาก 1 ชั่วโมง ถึง 7 วัน จากผลการสังเคราะห์พบว่า นอกจากการเพิ่มอุณหภูมิและเวลาในการทำไฮโดรเทอร์มัล ทรีทเมนต์จะทำให้รูพรุนมีขนาดใหญ่ขึ้นแล้ว อัตราส่วนของ P123 ที่เพิ่มขึ้นก็มีผลทำให้รูพรุนมีขนาดใหญ่ขึ้นเช่นกัน

การทำไฮโดรเทอร์มัล ทรีทเมนต์จะทำให้ซิลิกามีรูพรุนที่มีขนาดใหญ่ขึ้น และจำนวนรูพรุนขนาดไมโครลดลง เนื่องจากเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นส่วน E บล็อกของพอลิเมอร์ จะเกิดปฏิกิริยากับน้ำได้น้อยลง ซึ่งจะเป็นการเพิ่มส่วนไม่ชอบน้ำในไมเซลล์ ทำให้ core ของไมเซลล์มีขนาดใหญ่ขึ้น (Voort et al, 2002)

แต่อย่างไรก็ตามยังไม่มีการสังเคราะห์ซิลิกาที่มีรูพรุน โดยใช้ P123 ร่วมกับ F127 เป็นแม่แบบ และใช้เกลือในการสังเคราะห์ เนื่องจากเกลือจะทำให้ค่า cmc ลดลง ทำให้พอลิเมอร์รวมตัวกันเกิดเป็นไมเซลล์ได้ดีขึ้น และทำให้โครงสร้างที่ได้มีความเป็นระเบียบมากขึ้น ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงสังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้ P123 ร่วมกับ F127 เป็นแม่แบบและศึกษาผลของเกลือ 2 ชนิด คือ KCl และ  $Na_2SO_4$

สมบัติของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ P123 ร่วมกับ F127 เป็นแม่แบบและใช้เกลือ 2 ชนิดคือ  $[KCl] = 0.15M$  และ  $[Na_2SO_4] = 0.15M$  ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนและเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไป แสดงในตารางที่ 3.23

ผลการศึกษาการสังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้ P123 ร่วมกับ F127 เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนต่างๆและใช้เกลือ 2 ชนิด คือ  $Na_2SO_4$  และ KCl แสดงผลการสังเคราะห์ดังตารางที่ 3.23 พบว่าซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้เกลือชนิด  $Na_2SO_4$  จะมีค่าปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร และเปอร์เซ็นต์ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโครลดลง แต่ปริมาตรรูพรุนขนาดมีโซเพิ่มขึ้น เมื่ออัตราส่วนของ P123 มากขึ้น

ตารางที่ 3.23 สมบัติพื้นที่ผิว รัศมีรูพรุน และเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ P123 และ F127 เป็นแม่แบบ

ชื่อตัวอย่าง	P123:F127 molar ratio	วิธี	ชนิด ของ เกลือ	A <sup>a</sup> (m <sup>2</sup> /g)	V <sub>micro</sub> <sup>b</sup> (cm <sup>3</sup> /g)	%V <sub>micro</sub> <sup>c</sup>	V <sub>meso</sub> <sup>d</sup> (cm <sup>3</sup> /g)	V <sub>pore</sub> <sup>e</sup> (cm <sup>3</sup> /g)	(P/P <sub>0</sub> ) <sub>step</sub> <sup>f</sup>	r <sub>p</sub> <sup>g</sup> (nm)
P12301F2C	10:90	3	KCl	710	-*	-*	-*	0.58	0.69	3.6
P12303F2C	30:70	3	KCl	727	-*	-*	-*	0.59	0.80	5.4
P12305F2C	50:50	3	KCl	674	-*	-*	-*	0.62	0.86	7.6
P12307F2C	70:30	3	KCl	648	-*	-*	-*	0.63	0.8	5.4
P12309F2C	90:10	3	KCl	632	-*	-*	-*	0.70	0.74	4.2
P12301FNC	10:90	3	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	701	0.06	11.8	0.45	0.51	0.71	3.8
P12303FNC	30:70	3	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	834	0.08	12.1	0.58	0.66	0.74	4.2
P12305FNC	50:50	3	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	620	0.07	13.7	0.44	0.51	0.74	4.2
P12307FNC	70:30	3	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	559	0.06	10.7	0.50	0.56	0.78	5.0
P12309FNC	90:10	3	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	507	0.05	8.5	0.54	0.59	0.72	4.0

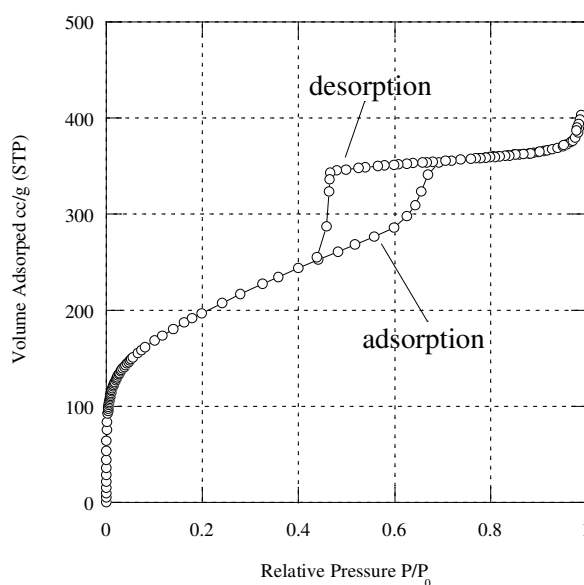
<sup>a</sup> ค่าพื้นที่ผิว <sup>b</sup> ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร <sup>c</sup> เปอร์เซ็นต์ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโคร <sup>d</sup> ปริมาตรรูพรุนขนาดมีโซ <sup>e</sup> ปริมาตรรูพรุนรวม

<sup>f</sup> จุดหักที่เกิดการเปลี่ยนแปลงความชันในกราฟไอโซเทอร์ม <sup>g</sup> รัศมีรูพรุนของซิลิกา \* Software Version 1.5.1 ไม่รายงานค่า V<sub>micro</sub>

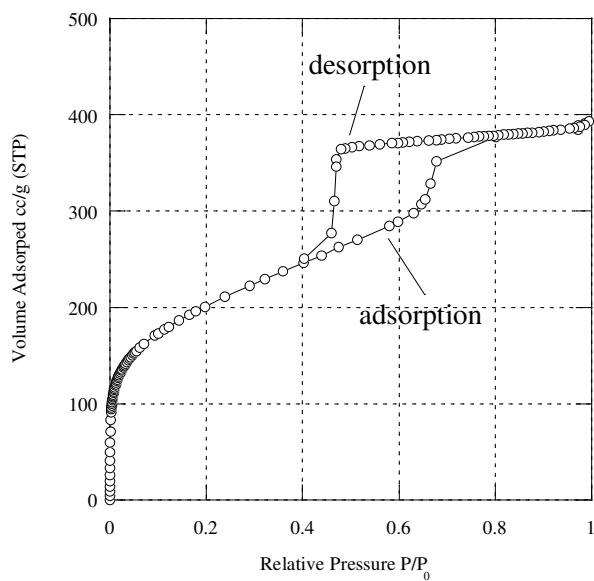
ซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ F127 เป็นแม่แบบเพียงอย่างเดียว กราฟ adsorption-desorption isotherms ที่ได้จะเป็นชนิดที่ 4 ที่มี hysteresis loop ของกราฟ adsorption และ desorption ไม่สมมาตรกัน ซึ่งเป็นลักษณะของวัสดุที่มีโครงสร้างแบบ cubic (Kleitz et al, 2004) แต่กราฟ adsorption-desorption isotherms ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ P123 เป็นแม่แบบเพียงอย่างเดียว จะเป็นชนิดที่ 4 ที่มี hysteresis loop ของกราฟ adsorption และ desorption ที่ค่อนข้างสมมาตรกัน ซึ่งเป็นลักษณะของวัสดุที่มีโครงสร้างแบบ hexagonal (Zhao et al, 2000) จากภาพประกอบที่ 3.39-3.43 เป็นกราฟ adsorption-desorption isotherms ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ P123 ร่วมกับ F127 เป็นแม่แบบและใช้เกลือชนิด KCl พบว่าที่อัตราส่วน โดยโมลของ P123:F127 = 10:90, 30:70, 50:50 และ 70:30 เป็นลักษณะกราฟ adsorption-desorption isotherms ชนิดที่ 4 ที่มี hysteresis loop ที่ไม่สมมาตรกัน ซึ่งเป็นผลที่เกิดจากอิทธิพลของ F127 ที่อัตราส่วน P123:F127 = 90:10 ที่เป็น

กราฟ adsorption-desorption isotherms ชนิดที่ 4 และมีกราฟ adsorption และ desorption ที่ค่อนข้างสมมาตรกัน ซึ่งเป็นผลที่เกิดจากอิทธิพลของ P123

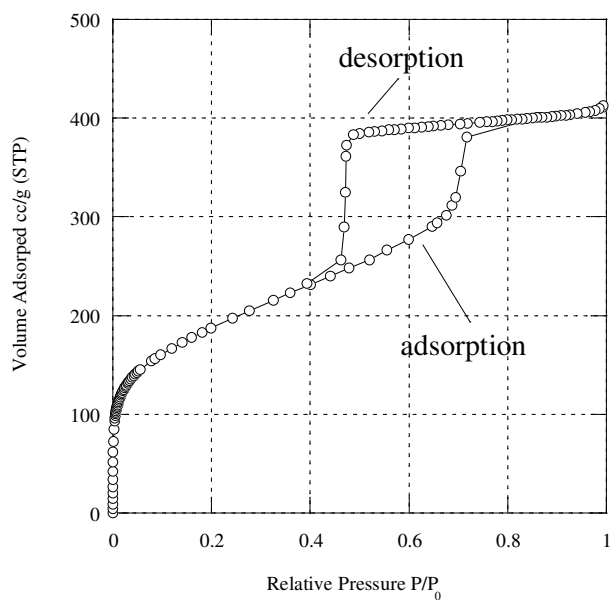
นอกจากนี้กราฟ adsorption isotherms ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ P123 ร่วมกับ F127 เป็นแม่แบบและใช้เกลือชนิด  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  จะเป็นกราฟไอโซเทอร์มชนิดที่ 4 ซึ่งเป็นลักษณะของวัสดุที่มีรูพรุนขนาดมีโซ (ภาพประกอบที่ 3.44)



ภาพประกอบที่ 3.39 Adsorption-desorption isotherm ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 10:90 และ  $[\text{KCl}] = 0.15\text{M}$

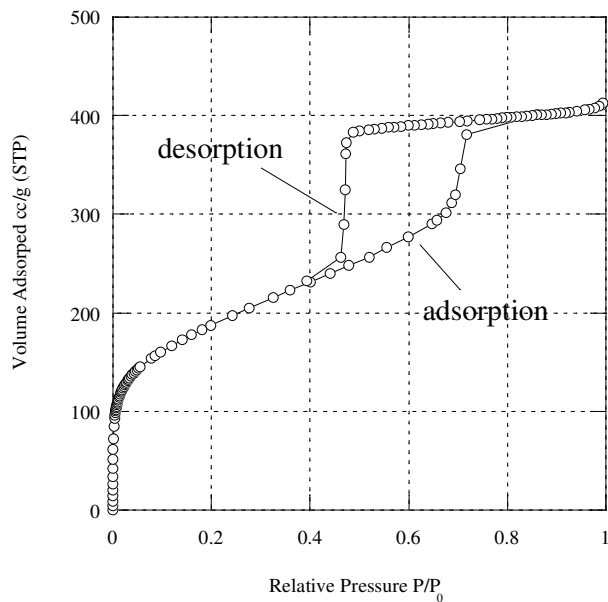


ภาพประกอบที่ 3.40 Adsorption-desorption isotherm ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 30:70 แล ล ะ [KCl] = 0.15M

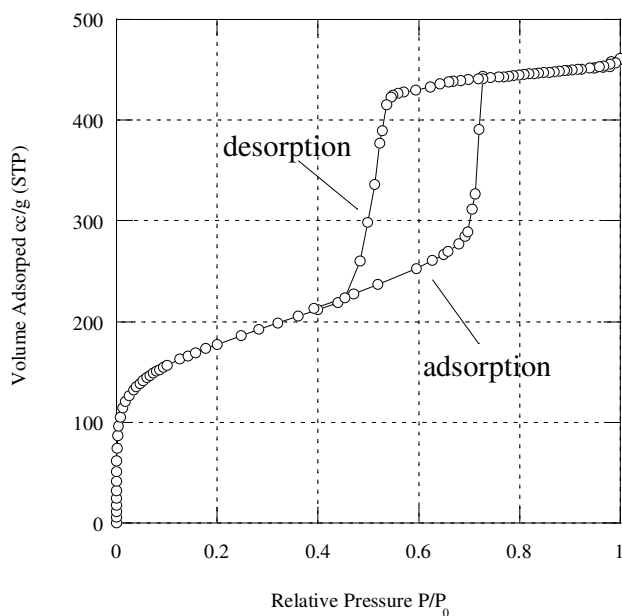


ภาพประกอบที่ 3.41 Adsorption-desorption isotherm ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 50:50 แล ล ะ [KCl] = 0.15M

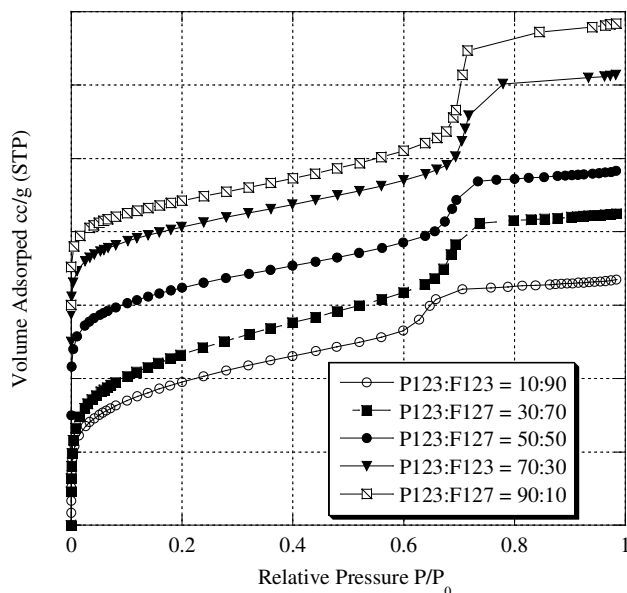




ภาพประกอบที่ 3.42 Adsorption-desorption isotherm ของซีกิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วน โดยโมลของ P123:F127 = 70:30 แล ล ะ [KCl] = 0.15M

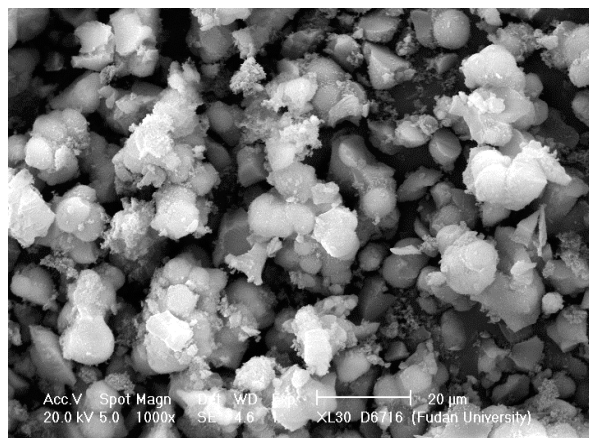


ภาพประกอบที่ 3.43 Adsorption-desorption isotherm ของซีกิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วน โดยโมลของ P123:F127 = 90:10 แล ล ะ [KCl] = 0.15M

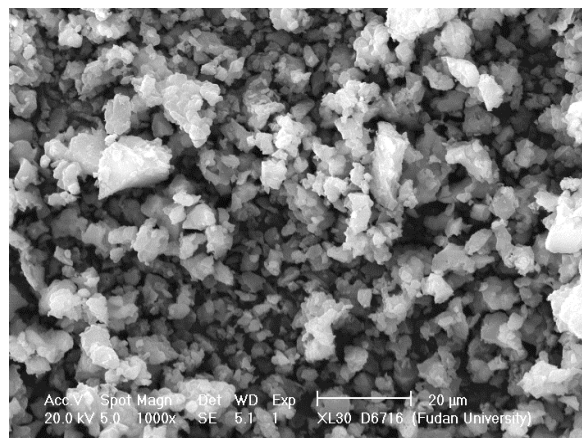


ภาพประกอบที่ 3.44 Adsorption isotherm ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ P123 และ F127 เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนต่างๆ ร่วมกับ  $[\text{Na}_2\text{SO}_4] = 0.15\text{M}$

ภาพประกอบที่ 3.45-3.49 แสดงภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ P123 และ F127 เป็นแม่แบบ โดยเกลือทั้ง 2 ชนิดจะให้ผลที่เหมือนกัน คือ ที่อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 10:90, 30:70, 50:50 และ 70:30 ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้มีรูปร่างเป็นผลึก แต่ที่อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 90:10 รูปร่างที่ได้เป็นแบบเส้น เนื่องจากการสังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้ P123 เป็นแม่แบบเพียงอย่างเดียวจะได้รูปร่างแบบเส้น (Zhao et al, 2004) และซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ F127 เป็นแม่แบบเพียงอย่างเดียว จะได้รูปร่างแบบผลึก (Voort et al, 2002)

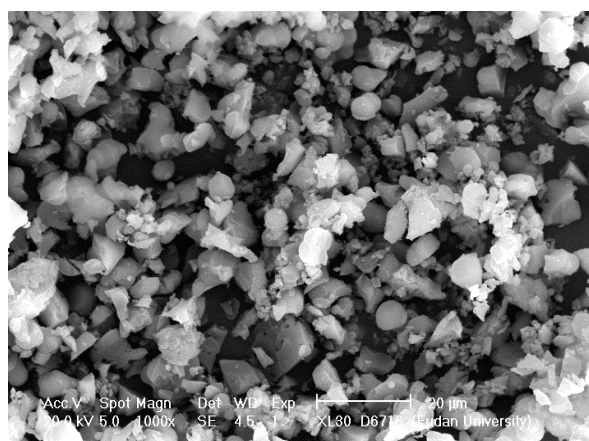


(a)

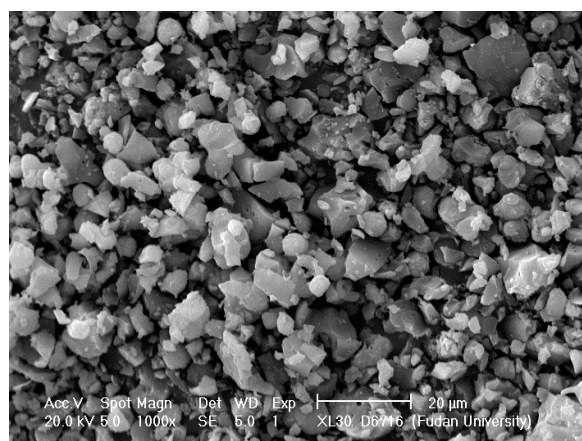


(b)

ภาพประกอบที่ 3.45 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 10:90 (a) [KCl] = 0.15M (b) [Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>] = 0.15M

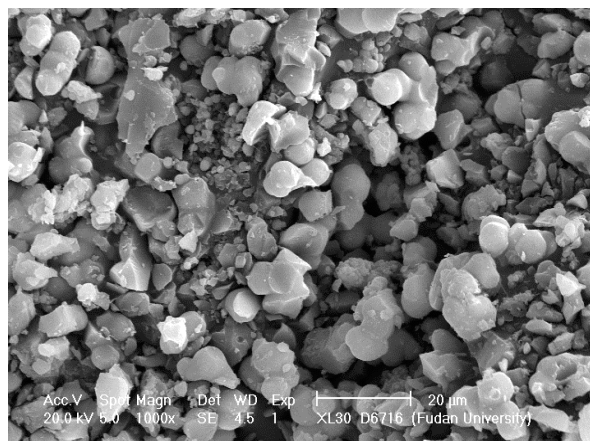


(a)

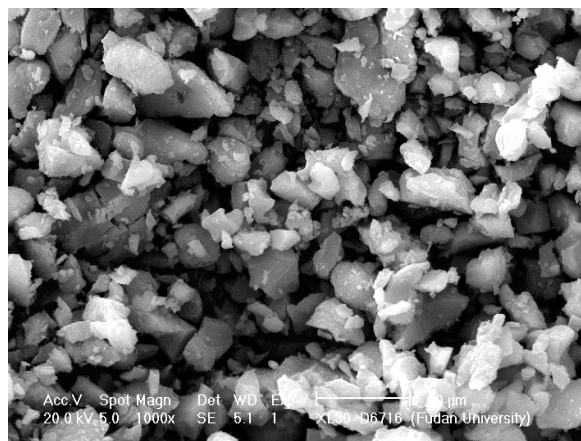


(b)

ภาพประกอบที่ 3.46 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 30:70 (a) [KCl] = 0.15M (b) [Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>] = 0.15M

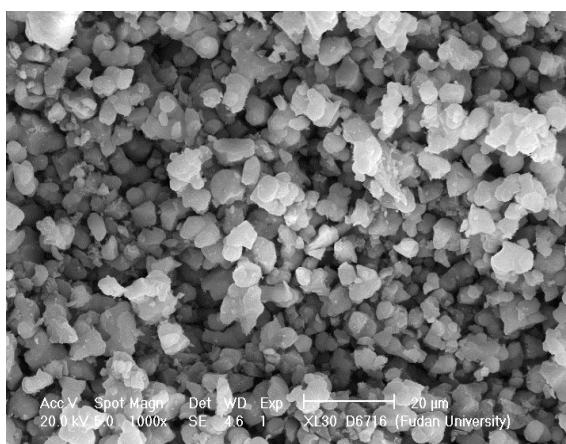


(a)

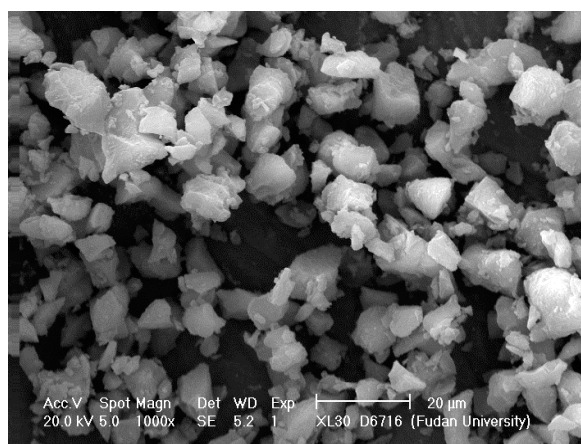


(b)

ภาพประกอบที่ 3.47 ภาพ SEM ของซัลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 50:50 (a) [KCl] = 0.15M (b) [Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>] = 0.15M

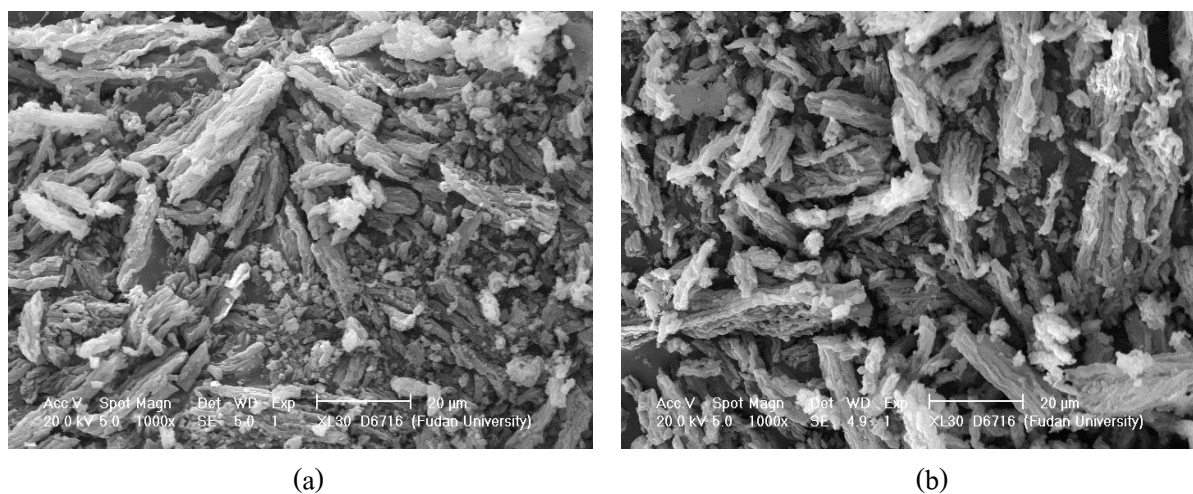


(a)



(b)

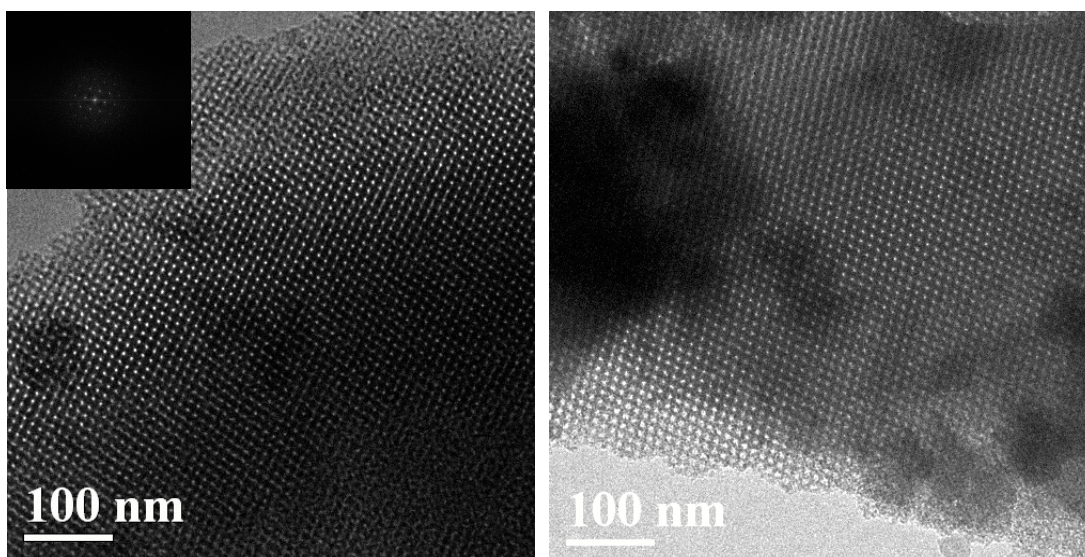
ภาพประกอบที่ 3.48 ภาพ SEM ของซัลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 70:30 (a) [KCl] = 0.15M (b) [Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>] = 0.15M



ภาพประกอบที่ 3.49 ภาพ SEM ของซิติกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 90:10 (a) [KCl] = 0.15M (b) [Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>] = 0.15M

ภาพ TEM ของซิติกาที่สังเคราะห์โดยใช้ P123 และ F127 เป็นแม่แบบ แสดงในภาพประกอบที่ 3.50-3.54 พบว่าโครงสร้างภายในของซิติกาที่ใช้ P123 ร่วมกับ F127 เป็นแม่แบบที่อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 10:90, 30:70 และ 50:50 ของเกลือทั้ง 2 ชนิดที่แสดงในภาพประกอบที่ 3.50, 3.51 และ 3.52 มีโครงสร้างแบบ cubic และที่อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 70:30 และ 90:10 ของเกลือทั้ง 2 ชนิดที่แสดงในภาพประกอบที่ 3.53 และ 3.54 มีโครงสร้างแบบ hexagonal ร่วมกับ cubic แต่ที่อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 90:10 ของเกลือ Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> จะมีโครงสร้างแบบ hexagonal มากกว่าเกลือ KCl ที่อัตราส่วนเดียวกัน ในการสังเคราะห์ซิติกาเมื่อใช้ P123 เป็นแม่แบบเพียงอย่างเดียวโครงสร้างภายในจะมีลักษณะแบบ hexagonal และซิติกาที่สังเคราะห์โดยใช้ F127 เป็นแม่แบบเพียงอย่างเดียวจะมีโครงสร้างภายในเป็นแบบ cubic (Yu et al, 2004) ดังนั้นแสดงให้เห็นว่าเมื่อสังเคราะห์ซิติกาโดยใช้ P123 ร่วมกับ F127 เป็นแม่แบบ ในบางอัตราส่วน โครงสร้างภายในที่ได้จะปรากฏลักษณะของทั้ง P123 และ F127 ร่วมกัน โดยเกลือทั้ง 2 ชนิดให้ผลที่คล้ายคลึงกัน

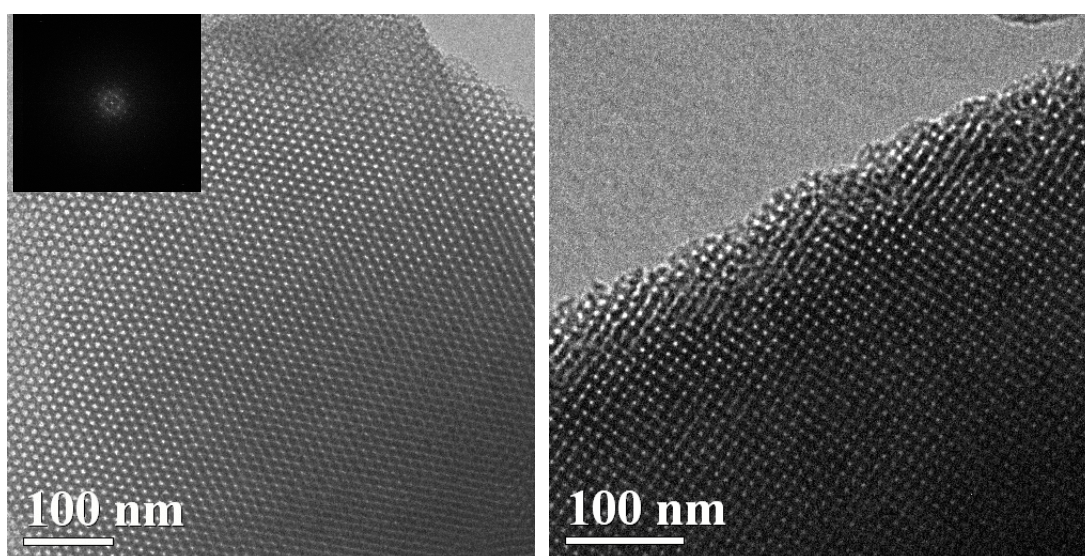




(a)

(b)

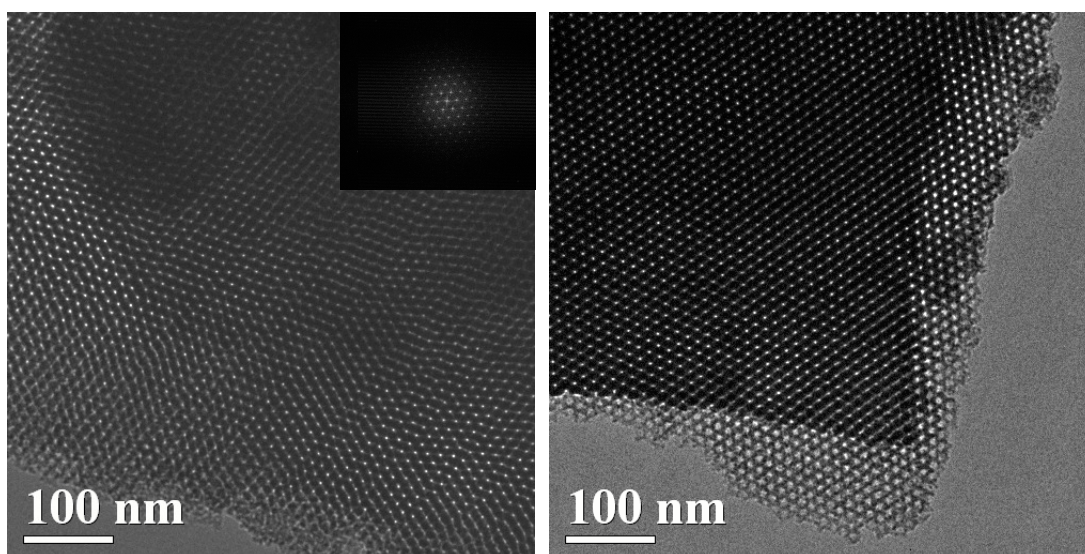
ภาพประกอบที่ 3.50 ภาพ TEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 10:90 (a)  $[KCl] = 0.15M$  (b)  $[Na_2SO_4] = 0.15M$



(a)

(b)

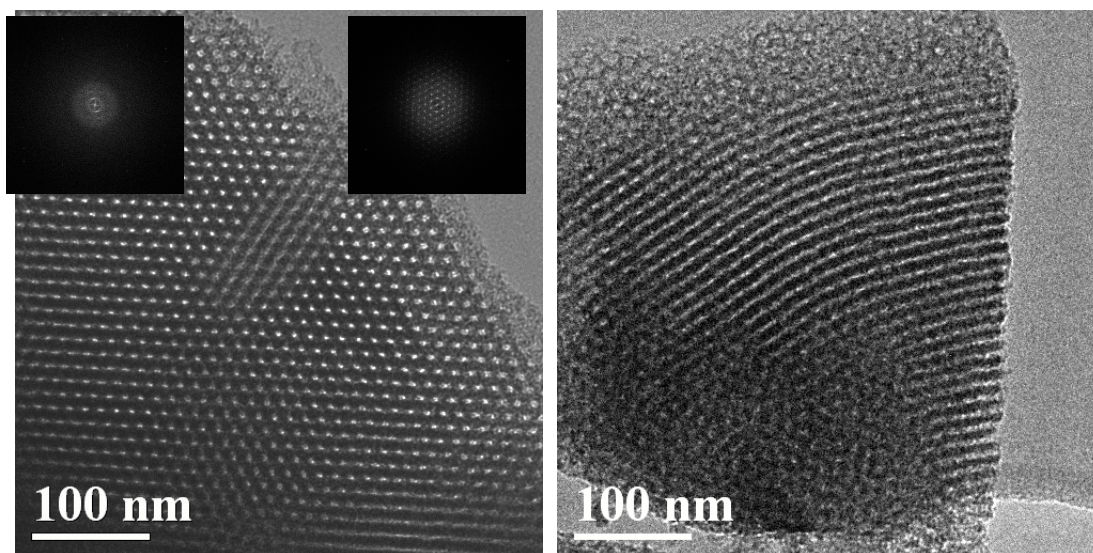
ภาพประกอบที่ 3.51 ภาพ TEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 30:70 (a)  $[KCl] = 0.15M$  (b)  $[Na_2SO_4] = 0.15M$



(a)

(b)

ภาพประกอบที่ 3.52 ภาพ TEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 50:50 (a)  $[KCl] = 0.15M$  (b)  $[Na_2SO_4] = 0.15M$

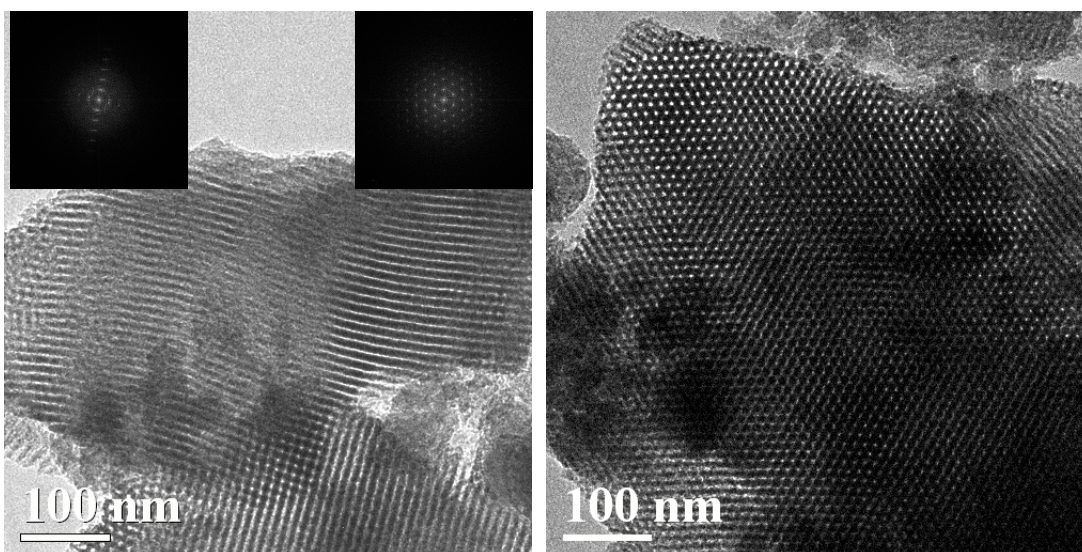


(a)

(b)

ภาพประกอบที่ 3.53 ภาพ TEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 70:30 (a)  $[KCl] = 0.15M$  (b)  $[Na_2SO_4] = 0.15M$





(a)

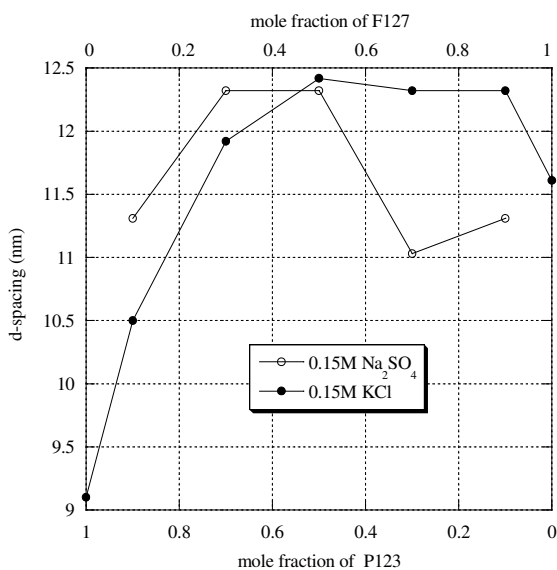
(b)

ภาพประกอบที่ 3.54 ภาพ TEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 90:10 (a) [KCl] = 0.15M (b) [Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>] = 0.15M

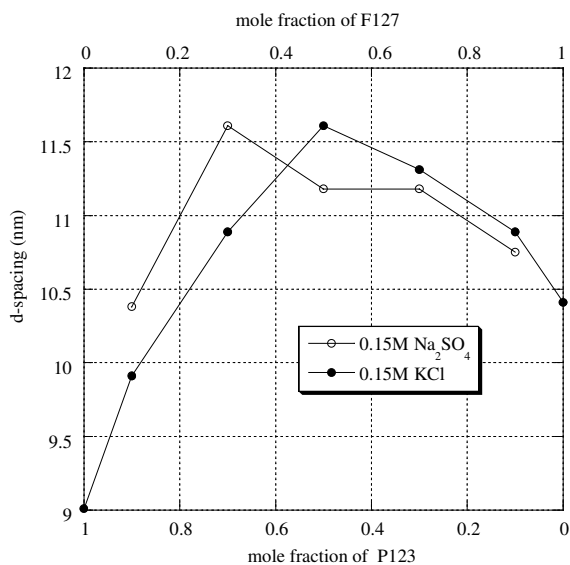
ภาพประกอบที่ 3.55 และภาพประกอบที่ 3.56 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า d-spacing และค่าเศษส่วนโมลของ P123 และ F127 ที่ได้จาก XRD พบว่าเมื่อ F127 มีเศษส่วนโมลเพิ่มขึ้นคือจาก 0.1 เป็น 0.3 ที่มีอัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 90:10 และ 70:30 ตามลำดับ ค่า d-spacing จะมีค่ามากขึ้น เนื่องจากอัตราส่วนของ F127 ที่มากขึ้นนี้ทำให้ส่วน E บล็อกในไมเซลล์ (ส่วนใหญ่ประกอบด้วย P123) มีความยาวเฉลี่ยมากขึ้น ส่งผลให้ค่า d-spacing มากขึ้น (Kim et al, 2004)

แต่อย่างไรก็ตามเมื่อ F127 มีเศษส่วนโมลเพิ่มขึ้นเป็น 0.5, 0.7 และ 0.9 ที่มีอัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 50:50, 30:70 และ 10:90 ตามลำดับ ค่า d-spacing จะลดลง โดยค่า d-spacing ที่ลดลงสามารถอธิบายได้จากสมการ  $N_w \propto \frac{1}{\sqrt{m}}$  เมื่อ  $N_w$  คือ จำนวนของบล็อกโคพอลิเมอร์ในไมเซลล์ และ  $m$  คือ ส่วนที่ซ้ำกันของ E บล็อกของ  $E_m B_n E_m$  จากสมการดังกล่าวเมื่อ F127 ( $E_{106} P_{70} E_{106}$ ) มีอัตราส่วนมากขึ้น ( $m$  มากขึ้น) จำนวนของบล็อกโคพอลิเมอร์ในไมเซลล์ลดลง ( $N_w$  ลดลง) ทำให้ไมเซลล์มีขนาดเล็กลงส่งผลให้ค่า d-spacing ลดลง





ภาพประกอบที่ 3.55 ความสัมพันธ์ระหว่างค่า d-spacing และค่า mole fraction ของซิลิกาที่ยังไม่เผาและสังเคราะห์โดยใช้ P123 ร่วมกับ F127 เป็นแม่แบบ



ภาพประกอบที่ 3.56 ความสัมพันธ์ระหว่างค่า d-spacing และค่า mole fraction ของซิลิกาที่เผาแล้วและสังเคราะห์โดยใช้ P123 ร่วมกับ F127 เป็นแม่แบบ

จากตารางที่ 3.24 พบว่าซิลิกาที่ยังไม่เผาจะมีค่า d-spacing มากกว่าซิลิกาที่เผาแล้ว เนื่องจากการเผาซิลิกาที่อุณหภูมิสูง (540 องศาเซลเซียส) จะมีผลทำให้เกิดการควบแน่นต่อเนื่อง

ของหมู่ OH ของ Si-OH ที่อยู่บริเวณผนังรูพรุนของซีลิกา (Kao et al, 2006) และทำให้โครงสร้างของซีลิกาหดตัวเล็กน้อย (Yu et al, 2003)

ตารางที่ 3.24 ค่า d-spacing ที่ได้จาก XRD ของซีลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ P123 และ F127 เป็นแม่แบบ และใช้เกลือ 2 ชนิดคือ  $[KCl] = 0.15M$  และ  $[Na_2SO_4] = 0.15M$

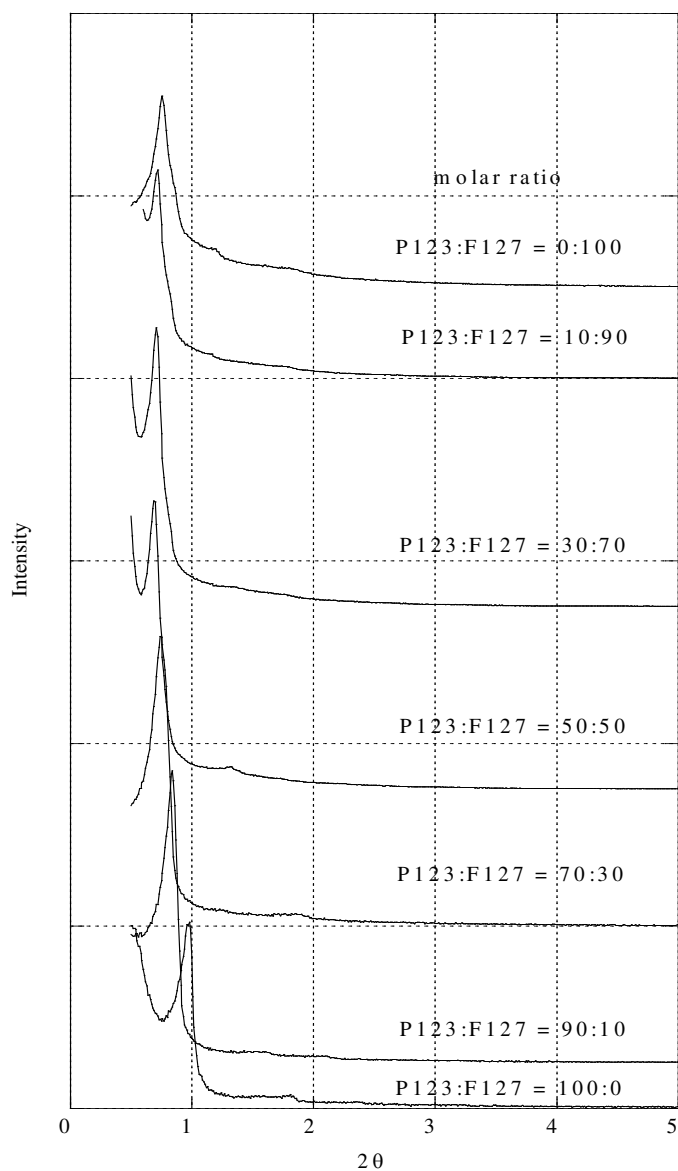
ชื่อตัวอย่าง	P123:F127 molar ratio	วิธี	ชนิดของเกลือ [0.15M]	ค่า d-spacing ของ พีกแรกที่ยังไม่เผา (nm)	ค่า d-spacing ของ พีกแรกที่เผาแล้ว (nm)
F12722	0:100	3	KCl	11.61	10.41
P12301F2	10:90	3	KCl	12.32	10.89
P12303F2	30:70	3	KCl	12.32	11.31
P12305F2	50:50	3	KCl	12.42	11.61
P12307F2	70:30	3	KCl	11.92	10.89
P12309F2	90:10	3	KCl	10.50	9.91
P12322	100:0	3	KCl	9.10	9.01
P12301FN	10:90	3	$Na_2SO_4$	11.31	10.75
P12303FN	30:70	3	$Na_2SO_4$	11.03	11.18
P12305FN	50:50	3	$Na_2SO_4$	12.32	11.18
P12307FN	70:30	3	$Na_2SO_4$	12.32	11.61
P12309FN	90:10	3	$Na_2SO_4$	11.31	10.38

จากตารางที่ 3.25 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า d-spacing และค่า  $r_p$  ของซีลิกาที่เผาแล้วสังเคราะห์โดยใช้ P123 และ F127 เป็นแม่แบบและใช้เกลือ 2 ชนิด คือ  $[KCl] = 0.15M$  และ  $[Na_2SO_4] = 0.15M$  ทั้งค่า d-spacing และค่า  $r_p$  จะบ่งบอกถึงขนาดของรูพรุนของซีลิกาที่สังเคราะห์ได้ โดยค่า d-spacing คือระยะห่างระหว่างจุดกึ่งกลางของ 2 รูพรุนและค่า  $r_p$  คือค่ารัศมีของรูพรุนที่เกิดจากการรวมกันของผนังรูพรุนและ core ของรูพรุน (ภาพประกอบที่ 1.11) จากตารางพบว่าค่า d-spacing และค่า  $r_p$  มีแนวโน้มเปลี่ยนแปลงไปในทิศทางเดียวกัน คือเมื่อค่า d-spacing มีค่ามากขึ้น ค่า  $r_p$  มีค่ามากขึ้นเช่นกัน แสดงให้เห็นว่ารูพรุนที่ได้มีขนาดใหญ่ แต่เมื่อค่า d-spacing มีค่าลดลง ค่า  $r_p$  มีค่าลดลง ซึ่งแสดงให้เห็นว่ารูพรุนที่ได้มีขนาดเล็ก

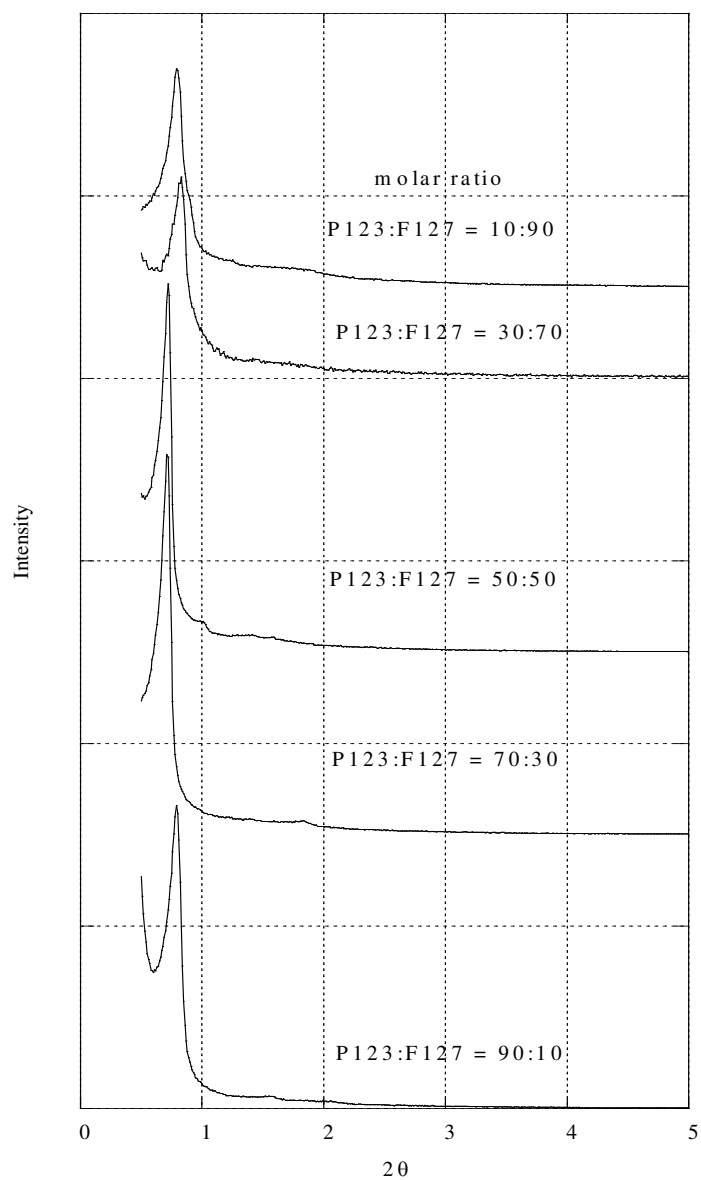
ตารางที่ 3.25 ความสัมพันธ์ระหว่างค่า d-spacing และค่า  $r_p$  ของซิลิกาที่เผาแล้วสังเคราะห์โดยใช้ P123 และ F127 เป็นแม่แบบและใช้เกลือ 2 ชนิด คือ  $[KCl] = 0.15M$  และ  $[Na_2SO_4] = 0.15M$

ชื่อตัวอย่าง	P123:F127 molar ratio	วิธี	ชนิดของเกลือ	ค่า d-spacing ของพีคแรก (nm)	$r_p$ (nm)
P12301F2C	10:90	3	KCl	10.89	3.6
P12303F2C	30:70	3	KCl	11.31	5.4
P12305F2C	50:50	3	KCl	11.61	7.6
P12307F2C	70:30	3	KCl	10.89	5.4
P12309F2C	90:10	3	KCl	9.91	4.2
P12301FNC	10:90	3	$Na_2SO_4$	10.75	3.8
P12303FNC	30:70	3	$Na_2SO_4$	11.18	4.2
P12305FNC	50:50	3	$Na_2SO_4$	11.18	4.2
P12307FNC	70:30	3	$Na_2SO_4$	11.61	5.0
P12309FNC	90:10	3	$Na_2SO_4$	10.38	4.0

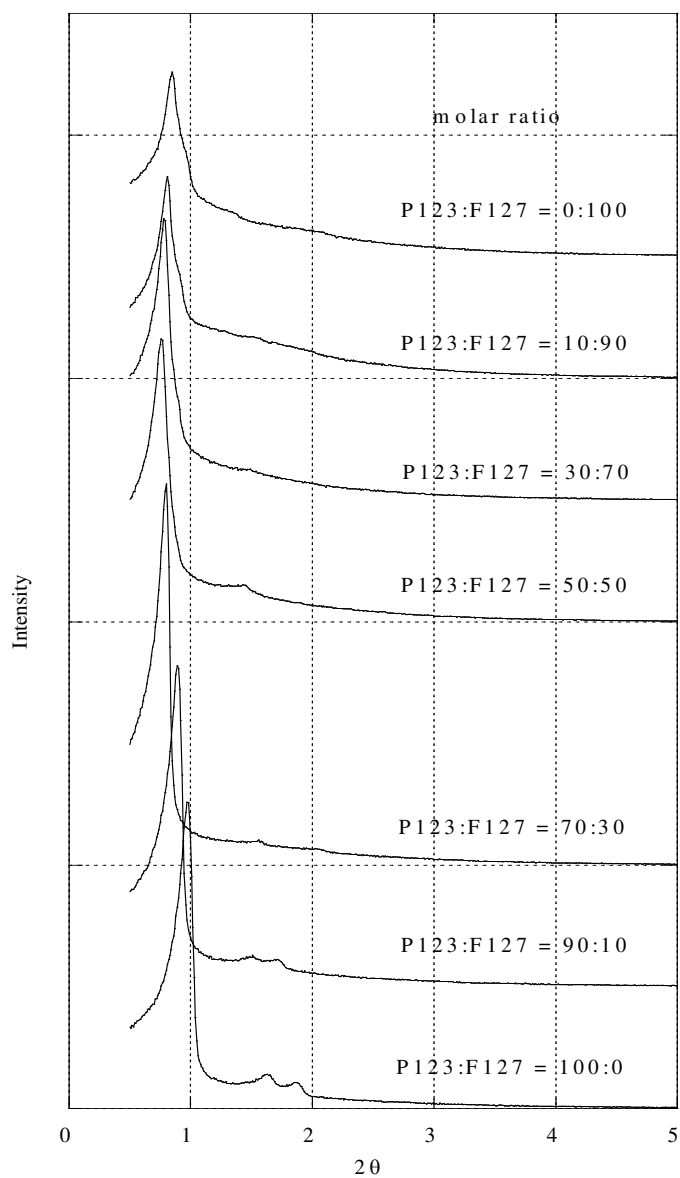
ภาพประกอบที่ 3.59 แสดงผล XRD ของซิลิกาที่เผาแล้วสังเคราะห์โดยใช้ P123 และ F127 เป็นแม่แบบและใช้เกลือชนิด  $[KCl] = 0.15M$  พบว่าที่อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 100:0 ประกอบด้วยพีค 3 พีค ซึ่งเป็นลักษณะเด่นของซิลิกาที่มีโครงสร้างแบบ hexagonal (Fulvio et al, 2005) แต่เมื่ออัตราส่วนโดยโมลของ P123 มีค่าลดลง คือ P123:F127 = 70:30 และ 90:10 พีคที่ได้จะค่อยๆเปลี่ยนจาก 3 พีคเป็นพีคเดียว แสดงให้เห็นว่ามีการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้าง คือ เปลี่ยนจากโครงสร้างแบบ hexagonal ไปเป็นโครงสร้างที่มีทั้งโครงสร้างแบบ hexagonal ร่วมกับโครงสร้างแบบ cubic แต่ที่อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 50:50, 30:70 และ 10:90 โครงสร้างที่ได้จะเป็นโครงสร้างแบบ cubic เนื่องจาก F127 มีอัตราส่วนมากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จาก TEM สำหรับภาพประกอบที่ 3.60 แสดงผล XRD ของซิลิกาที่เผาแล้วสังเคราะห์โดยใช้ P123 และ F127 เป็นแม่แบบและใช้  $[Na_2SO_4] = 0.15M$  ให้ผลไปในทิศทางเดียวกันกับเกลือชนิด KCl



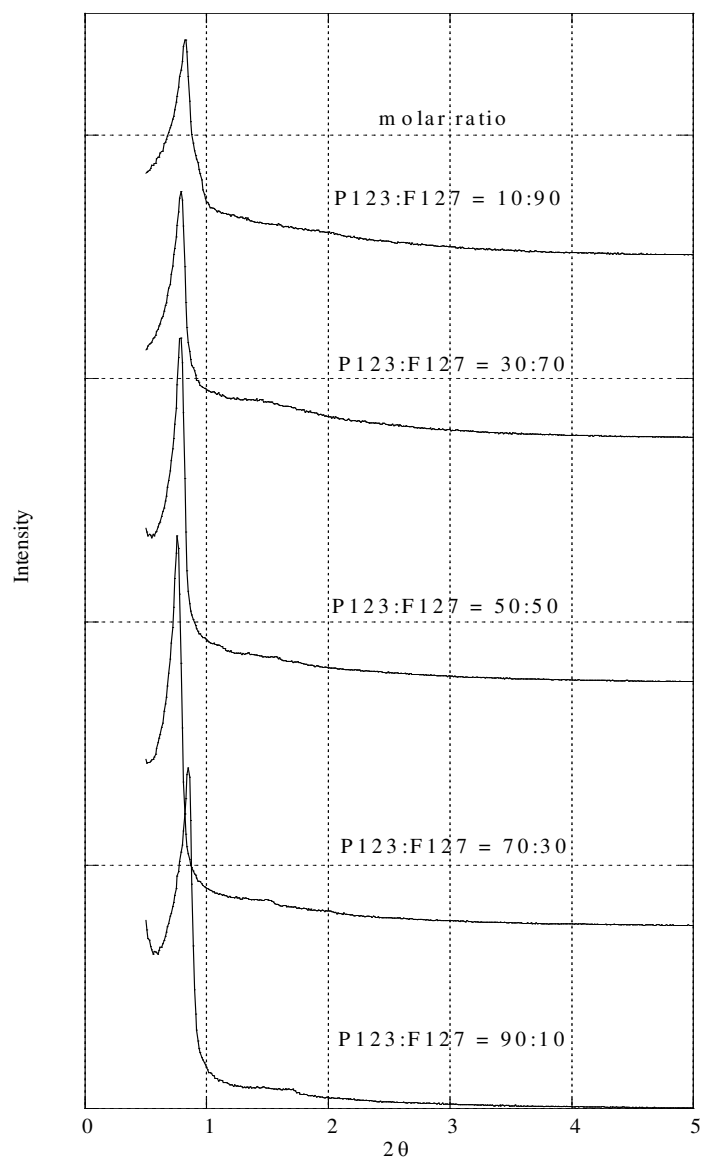
ภาพประกอบที่ 3.57 ผล XRD ของซิลิกาที่ยังไม่เผาสังเคราะห์โดยใช้ P123 และ F127 เป็นแม่แบบ และใช้  $[KCl] = 0.15M$



ภาพประกอบที่ 3.58 ผล XRD ของซิลิกาที่ยังไม่เผาสังเคราะห์โดยใช้ P123 และ F127 เป็นแม่แบบ และใช้  $[\text{Na}_2\text{SO}_4] = 0.15\text{M}$



ภาพประกอบที่ 3.59 ผล XRD ของซิลิกาที่เผาแล้วสังเคราะห์โดยใช้ P123 และ F127 เป็นแม่แบบ และใช้  $[KCl] = 0.15M$

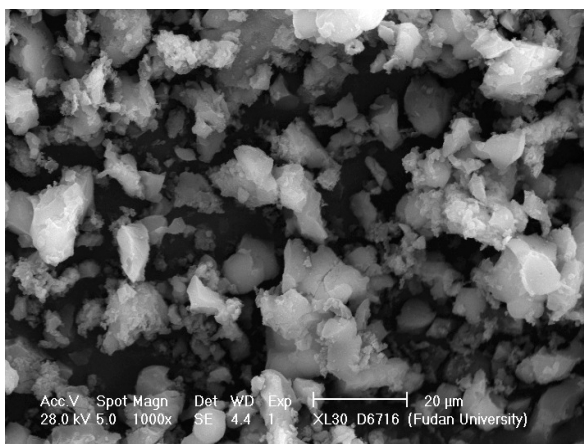


ภาพประกอบที่ 3.60 ผล XRD ของซิลิกาที่เผาแล้วสังเคราะห์โดยใช้ P123 และ F127 เป็นแม่แบบ และใช้  $[\text{Na}_2\text{SO}_4] = 0.15\text{M}$

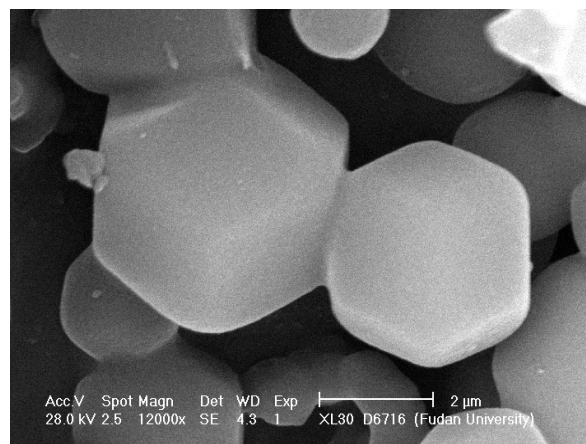
**3.3.2 สังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้ P123 และ F127 เป็นแม่แบบและใช้เกลือ 2 ชนิดคือ [KCl] = 0.15M และ [Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>] = 0.15M และ [HCl] = 0.6M**

จากภาพประกอบที่ 3.61-3.65 แสดงภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ P123 และ F127 เป็นแม่แบบ โดยใช้เกลือ Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> และ KCl และใช้ [HCl] = 0.6M พบว่าที่อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 10:90, 30:70 และ 50:50 และใช้เกลือ Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> รูปร่างที่ได้ส่วนใหญ่จะมีลักษณะเป็นผลึกที่ชัดเจนกว่าที่อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 70:30 และ 90:10 สำหรับเกลือชนิด KCl ที่อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 30:70 และ 50:50 รูปร่างที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลม แต่ที่อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 10:90, 70:30 และ 90:10 จะมีลักษณะเป็นผลึก

ดังนั้นเมื่อเปรียบเทียบรูปร่างของซิลิกาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเดียวกันและใช้เกลือชนิดเดียวกัน แต่เปลี่ยนจาก [HCl] = 2M (แสดงในภาพประกอบที่ 3.45-3.49) เป็น [HCl] = 0.6M พบว่าเมื่อกรดมีความเข้มข้นลดลง ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จะมีรูปร่างดีขึ้น เนื่องจากในการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารลดแรงตึงผิวกับแหล่งให้ซิลิกา กรดจะทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) ดังนั้นเมื่อกรดมีความเข้มข้นลดลง ส่งผลให้พอลิเมอร์ที่ใช้เป็นแม่แบบมีเวลาในการรวมตัวเกิดเป็นไมเซลล์มากขึ้นและการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารลดแรงตึงผิวกับแหล่งให้ซิลิกาเกิดได้ดีขึ้น ทำซิลิกาที่สังเคราะห์ได้มีรูปร่างที่ดีกว่าซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากวิธีเดียวกันและใช้เกลือชนิดเดียวกัน แต่ใช้กรดที่มีความเข้มข้นสูง (Yu et al, 2004)



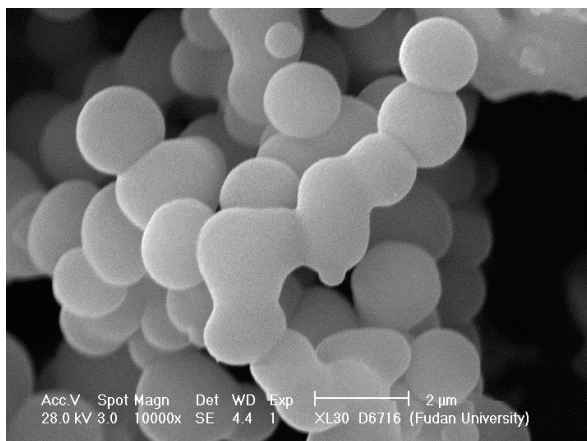
(a)



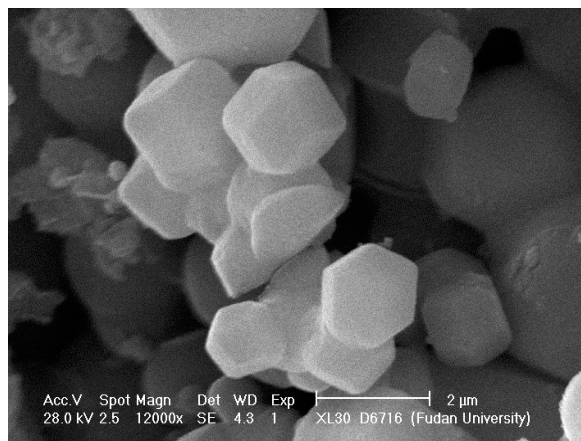
(b)

ภาพประกอบที่ 3.61 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 10:90 (a) [KCl] = 0.15M (b) [Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>] = 0.15M



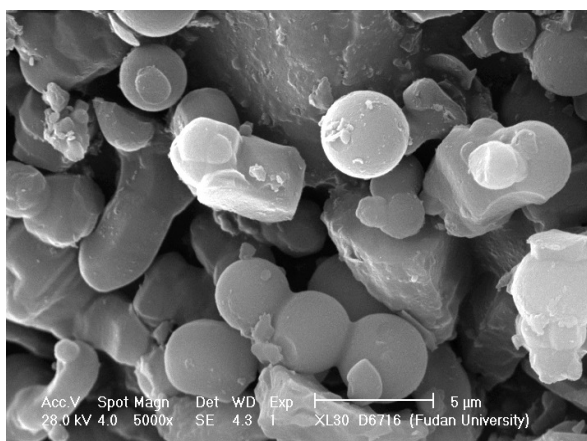


(a)



(b)

ภาพประกอบที่ 3.62 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 30:70 (a)  $[KCl] = 0.15M$  (b)  $[Na_2SO_4] = 0.15M$

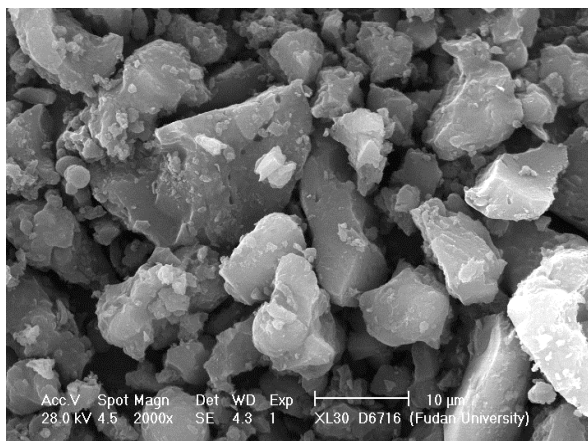


(a)

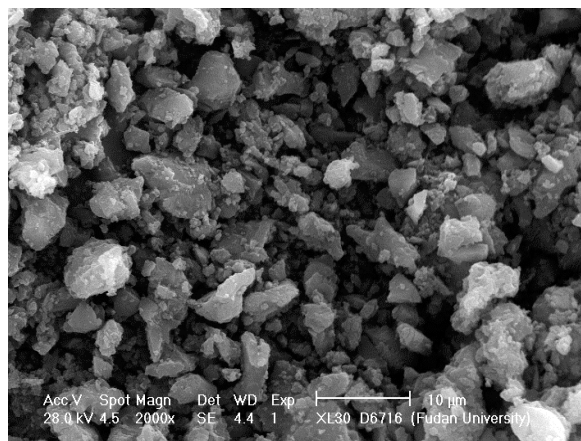


(b)

ภาพประกอบที่ 3.63 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 50:50 (a)  $[KCl] = 0.15M$  (b)  $[Na_2SO_4] = 0.15M$

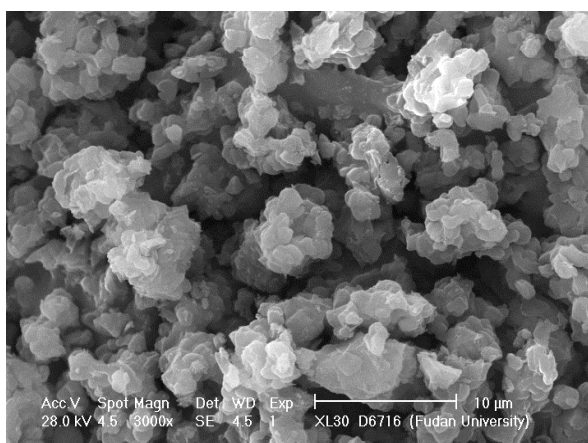


(a)

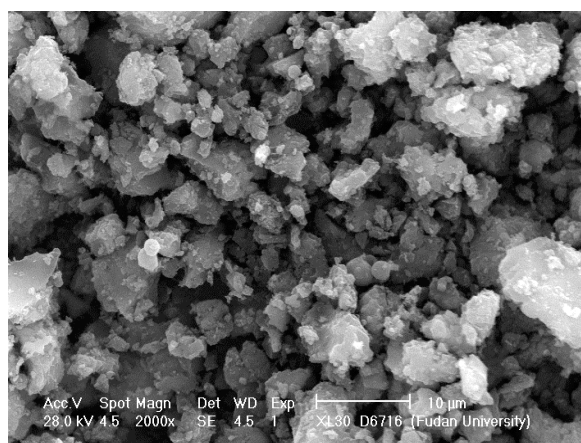


(b)

ภาพประกอบที่ 3.64 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 70:30 (a) [KCl] = 0.15M (b) [Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>] = 0.15M



(a)



(b)

ภาพประกอบที่ 3.65 ภาพ SEM ของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 = 90:10 (a) [KCl] = 0.15M (b) [Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>] = 0.15M