การเตรียมแผ่นเยื่อแลกเปลี่ยนโปรตอนจากซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน เพื่อการใช้งานด้านเซลล์เชื้อเพลิง

PREPARATION OF PROTON EXCHANGE MEMBRANES FROM SULFONATED POLY(ETHER ETHER KETONE) FOR FUEL CELL APPLICATION

นางสาวนัฐริกา สมิงแก้ว รหัส 57364815

นางสาวศศิธร สอนแสง รหัส 57364938

ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ ภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหการ
คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร
ปีการศึกษา 2560

ใบรับรองปริญญานิพนธ์

ชื่อหัวข้อโครงงาน การเตรียมแผ่นเยื่อแลกเปลี่ยนโปรตอนจากซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนเพื่อการใช้งานด้านเซลล์เชื้อเพลิง

ผู้ดำเนินโครงงาน นางสาวนัฐริกา สมิงแก้ว รหัสนิสิต 57364815

นางสาวศศิธร สอนแสง รหัสนิสิต 57364938

ที่ปรึกษาโครงงาน ดร. นฤมล สีพลไกร

สาขาวิชา วิศวกรรมวัสดุ

ภาควิชา วิศวกรรมอุตสาหการ

ปีการศึกษา 2560

.....

คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร อนุมัติให้ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ

..... ที่ปรึกษาโครงงาน

(ดร. นฤมล สีพลไกร)

..... ประธานกรรมการ

(ดร. ปิยนันท์ บุญพยัคฆ์)

.....กรรมการ

(ดร. ชุลีพร ป่าไร่)

.....กรรมการ

(ดร. ศิริกาญจน์ ขันสัมฤทธิ์)

ชื่อหัวข้อโครงงาน	การเตรียมแผ่นเยื่อแลกเปลี่ยนโปรตอนจากซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนเพื่อใช้งานด้านเซลล์เชื้อเพลิง
ผู้ดำเนินโครงงาน	นางสาวนัฐริกา สมิงแก้ว รหัสนิสิต 57364815
	นางสาวศศิธร สอนแสง รหัสนิสิต 57364938
ที่ปรึกษาโครงงาน	ดร.นฤมล สีพลไกร
ที่ปรึกษาร่วม	-
สาขาวิชา	วิศวกรรมวัสดุ
ภาควิชา	วิศวกรรมอุตสาหการ
ปีการศึกษา	2560

.....

บทคัดย่อ

การเตรียมแผ่นเยื่อนำโปรตอนจากซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนเพื่อใช้งานด้านเซลล์เชื้อเพลิง โดยการละลายพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนในกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้นร้อยละ 8 โดยน้ำหนัก แล้วปั่นกวนที่อุณหภูมิที่ 25 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลาแตกต่างกันคือ 12, 16 และ 20 ชั่วโมง จากนั้นหยุดปฏิกิริยาด้วยการตกตะกอนในน้ำเย็นล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนจนมีค่า pH 7 แล้วนำไปอบแห้งจากนั้นขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มโดยการทำการละลายกับสารละลายไดเมททิลฟอร์มาไมด์ความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และขึ้นรูปบนแผ่นกระจกขนาด 5x5 ตารางเซนติเมตร ปริมาณ 3 มิลลิลิตร อบแห้งที่ 60 องศาเซลเซียส เมื่อตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีของฟิล์มด้วยเทคนิค FT-IR จะพบพีคใหม่ของการสั่นสะเทือนของหมู่ซัลเฟอร์กับออกซิเจน (S-O) ของหมู่ซัลโฟนิกที่ตำแหน่ง 1076 cm^{-1} และพบพีคการสั่นสะเทือนของพันธะคาร์บอนต่อคาร์บอน (C-C) ที่ตำแหน่ง 1468 cm^{-1}, 1489 cm^{-1} และ 1487 cm^{-1} ของสายโซ่พอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน เมื่อนำไปทดสอบค่าการดูดซึมน้ำและค่าการแลกเปลี่ยนไอออน พบว่าแผ่นเยื่อซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยานานขึ้นแผ่นเยื่อจะมีค่าการดูดซึมน้ำสูงขึ้น เนื่องจากการมีปริมาณหมู่ซัลโฟนิกที่มากขึ้น โดยมีค่าการดูดซึมน้ำร้อยละ 12, 18.5 และ 18.1 เมื่อทำปฏิกิริยา 12, 16 และ 20 ชั่วโมง ตามลำดับ ในส่วนของค่าการแลกเปลี่ยนไอออนก็ให้ผลแนวโน้มเดียวกันคือค่าการแลกเปลี่ยนไอออนเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาเพิ่มขึ้น ที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 16 และ 20 ชั่วโมง พบว่าค่าการดูดซึมน้ำและค่าการแลกเปลี่ยนไอออนจะมีค่าใกล้เคียงกันอาจจะเพราะปริมาณของการแทนที่หมู่ซัลโฟนิกในสายโซ่ของพอลิเมอร์มีค่าใกล้เคียงกัน

Project title	PREPARATION OF PROTON EXCHANGE MEMBRANES FROM SULFONATED POLY(ETHER ETHER KETONE) FOR FUEL CELL APPLICATION	
Name	Miss. Nattarika Samingkaew	ID. 57364815
	Miss. Sasithorn Sonsang	ID. 57364938
Project advisor	Dr. Narumon Seeponkai	
Major	Materials Engineering	
Department	Industrial Engineering	
Academic year	2017	

.....

Abstract

The proton exchange membrane from sulfonated Poly (ether ether ketone ,SPEEK) was prepared for fuel cell applications. The PEEK was dissolved in sulfuric acid (conc) at concentration 8%wt, then stir at 25 ° C for 12, 16 and 20 hours. Reaction was stopped by precipitation in ice cool water. The polymers were washed with deionized water until pH 7 and dried in oven. The SPEEK were dissolved with dimethylformamide (5 %wt) and casted on glass plate (5x5 cm^2), then dried at 60 ° C. The membranes were characterized by using FT-IR techniques and found the new peak at 1076 cm^{-1} related to the vibration of the S-O bond of sulfonic group. The peak at 1468 cm^{-1}, 1487 cm^{-1} and 1489 cm^{-1} are related to the vibration of C-C bond of the PEEK chain. The water uptake and the ion exchange capacity (IEC) were increased by increasing the reaction times because the increased of sulfonic group. The water uptake of the membranes were 12%, 18.5% and 18.1% at the reaction times 12, 16 and 20 hour respectively, and similar treand in IEC values. The reaction times at 16 and 20 hour present the similar value of water uptake and IEC, this is due to the same amount of sulfonic substitution on the polymer chain.

กิตติกรรมประกาศ

คณะผู้วิจัยขอขอบคุณ ดร.นฤมล สีพลไกร อาจารย์ที่ปรึกษาโครงงานในการให้ความรู้ คำปรึกษา และข้อแนะนำเกี่ยวกับการค้นหาข้อมูล และแนวทางการวิเคราะห์ต่างๆ ตลอดจนสละเวลาให้คำแนะนำทั้งภาคทฤษฎี และภาคปฏิบัติ รวมถึง ดร.ปิยนันท์ บุญพยัคฆ์ ดร.ชุลีพรย์ ป่าไร่ และ ดร.ศิริกาญจน์ ขันสัมฤทธิ์ ที่กรุณาสละเวลาเป็นอาจารย์สอบโครงงาน พร้อมทั้งให้คำแนะนำที่เป็นประโยชน์ และข้อเสนอแนะในการปรับปรุงแก้ไขโครงงาน

ขอขอบคุณภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ที่ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ และอบรมสั่งสอนให้ผู้จัดทำเป็นคนที่ดีของสังคม คุณค่าและประโยชน์อันพึงมีจากโครงงานนี้ ทางผู้จัดทำขอมอบแด่ผู้มีพระคุณทุกท่านไว้ ณ โอกาสนี้

ผู้ดำเนินโครงงาน

นางสาวนัฐริกา สมิงแก้ว

นางสาวศศิธร สอนแสง

พฤษภาคม 2561

สารบัญ

หน้า

ใบรับรองปริญญานิพนธ์.....ก
บทคัดย่อภาษาไทย.....ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....ค
กิตติกรรมประกาศ.....ง
สารบัญ.....จ
สารบัญตาราง.....ช
สารบัญรูป.....ซ

บทที่ 1 บทนำ.....1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงงาน.....1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงงาน.....1
1.3 เกณฑ์ชี้วัดผลงาน.....2
1.4 เกณฑ์ชี้วัดผลสำเร็จ.....2
1.5 ขอบเขตการดำเนินงานวิจัย.....3
1.6 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....3
1.7 สถานที่ในการดำเนินงานวิจัย.....3
1.8 ระยะเวลาในการดำเนินงาน.....4
1.9 ขั้นตอนและแผนการดำเนินงาน.....4

บทที่ 2 หลักการและทฤษฎี.....5
2.1 เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cells).....5
2.2 เซลล์เชื้อเพลิงชนิดเยื่อแลกเปลี่ยนโปรตอน (Proton Exchange Membrane Fuel Cell: PEMFC or Polymer Electrolyte Membrane: PEM.....7
2.3 พอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (Poly(ether ether ketone) :PEEK).....8
2.4 ปฏิกิริยาซัลโฟเนชัน (Sulfonation).....9
2.5 เครื่อง FT-IR spectrometer.....9
2.6 เทคนิคการขึ้นรูปโดยใช้ตัวทำละลาย.....11
2.7 การไทเทรต (Titration).....12
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....13

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

บทที่ 3 วิธีการดำเนินโครงการ....14

3.1 สารเคมีและวัสดุที่ใช้ในโครงงาน....14

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย....14

3.3 วิธีการทดลอง....16

3.4 วิธีการทดสอบ....17

3.5 การวิเคราะห์และเปรียบเทียบผลการทดลอง....18

3.6 สรุปผลการทดลอง....18

บทที่ 4 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง....19

4.1 การทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชัน (Sulfonation)....19

4.2 ผลของการทดสอบ Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR)....20

4.3 ผลทดสอบค่าการดูดซึมน้ำ....23

4.4 ผลทดสอบความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน (Ion Exchange Capacity : IEC)....24

บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ....25

5.1 สรุปผลการทดลอง....25

5.2 ข้อเสนอแนะ....26

เอกสารอ้างอิง....27

ภาคผนวก ก....29

ภาคผนวก ข....31

ประวัติผู้เขียน....34

สารบัญตาราง

ตารางที่ หน้า
1.1 ขั้นตอนและแผนการดำเนินการ....4
2.1 สมบัติของพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน....8
4.1 การดูดกลืนช่วงคลื่นของ PEEK และ SPEEK....22
ข.1 ค่าผลการทดสอบความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนที่เวลา 12 ชั่วโมง....32
ข.2 ค่าผลการทดสอบความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนที่เวลา 16 ชั่วโมง....32
ข.3 ค่าผลการทดสอบความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนที่เวลา 20 ชั่วโมง....32
ข.4 ค่าความสามารถในการดูดซึมน้ำของเมมเบรนที่เวลา 12 , 16 , 20 ชั่วโมง....33

สารบัญรูป

รูปที่ หน้า

2.1 องค์ประกอบหลักที่สำคัญของเซลล์เชื้อเพลิง 6

2.2 หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง 6

2.3 กลไกการส่งผ่านของโปรตอนในเมมเบรนด้วยโมเลกุลน้ำ 8

2.4 โครงสร้างทางเคมีของพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน 9

2.5 โครงสร้างทางเคมีของซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน 9

2.6 เครื่อง FT-IR spectrometer 10

2.7 ตัวอย่าง Infrared spectrum ของ PEEK และ SPEEK 11

2.8 การขึ้นรูปฟิล์มด้วยสารละลาย 11

2.9 ลักษณะของแผ่นฟิล์มที่ได้หลังทำการขึ้นรูปโดยใช้ตัวทำละลาย 12

2.10 การไทเทรต 12

3.1 ขั้นตอนการทำปฏิกิริยาซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนและทดสอบแผ่นฟิล์ม 15

4.1 การทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชัน 19

4.2 ซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (SPEEK) ที่สภาวะต่างๆ 20

4.3 กราฟแสดงสเปกตรัม FT-IR ของ SPEEK และของ PEEK ที่เวลาการทำปฏิกิริยา ที่ 12, 16 และ 20 ชั่วโมง ที่ช่วง 4000 – 400 cm^{-1} 21

4.4 กราฟแสดงสเปกตรัม FT-IR ของ SPEEK และของ PEEK ที่เวลาการทำปฏิกิริยา ที่ 12, 16 และ 20 ชั่วโมง ที่ช่วง 1800 – 900 cm^{-1} 22

4.5 กราฟความสัมพันธ์ของเวลาการทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันและค่าการดูดซึมน้ำ 23

4.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ของเวลาการทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชัน และค่าแลกเปลี่ยนไอออน 24

ก.1 ลักษณะของเมมเบรนแต่ละเวลาในการทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชัน 30

ก.2 ผลของการไทเทรตของเมมเบรนแต่ละสภาวะ 30

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงงาน

ในปัจจุบันวิกฤตพลังงานและปัญหามลพิษทางสิ่งแวดล้อมกำลังเป็นปัญหาสำคัญและเชื้อเพลิงที่ใช้อยู่ในปัจจุบันส่วนใหญ่ก็มาจากน้ำมันปิโตรเลียมซึ่งเป็นต้นเหตุสำคัญของปัญหามลพิษทางสิ่งแวดล้อม เช่น การเกิดฝนกรดหรือการเกิดภาวะเรือนกระจกที่ทำให้โลกมีอุณหภูมิสูงขึ้นและความต้องการของการใช้พลังงานที่เพิ่มมากขึ้นในทรัพยากรที่มีจำกัด จึงได้มีการศึกษาหาพลังงานที่สะอาดมาเพื่อใช้ทดแทน โดยเซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cell) ในปัจจุบันมีหลากหลายชนิดแต่เซลล์เชื้อเพลิงที่เป็นทางเลือกที่ดีและน่าสนใจชนิดหนึ่งคือ เซลล์เชื้อเพลิงแบบเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน (Proton exchange membrane fuel cell, PEMFC) หรือเรียกอีกอย่างว่าเซลล์เชื้อเพลิงแบบเยื่ออิเล็กโทรไลต์พอลิเมอร์ (Polymer electrolyte membrane, PEM) เพราะมีประสิทธิภาพการใช้งานสูง ไม่ปล่อยของเสียที่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมทำให้ได้รับความสนใจสำหรับการเป็นแหล่งพลังงานทางเลือกใหม่ในอนาคตคือเซลล์เชื้อเพลิงแบบเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนสามารถผลิตไฟฟ้าได้โดยที่ไม่เกิดมลพิษต่อสิ่งแวดล้อมเนื่องจากในกระบวนการผลิตไฟฟ้านั้นไม่มีการเผาไหม้จากเชื้อเพลิงซึ่งจะทำให้ไม่เกิดก๊าซที่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมแต่เซลล์เชื้อเพลิงแบบเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนจะสามารถผลิตไฟฟ้าได้จากปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีโดยตรง โดยเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนที่นิยมใช้ในปัจจุบันมีชื่อทางการค้าว่า “แนฟฟิออน (Nafion®)” เป็นของบริษัทดูปอง (Dupont) ซึ่งทำจากพอลิเมอร์ชนิดกรดเปอร์ฟลูออโร-ซัลโฟนิก (Perfluoro-sulfonic acid) มีโครงสร้างเป็นพอลิเมอร์สายโซ่กิ่ง ($-O-CF_2-CF_2-O-CF_2-CF_2-)_n$ มีข้อดีคือมีความแข็งแรงและเสถียร สามารถนำโปรตอนได้สูงถึง 90 องศาเซลเซียส แต่มีข้อจำกัดคือไม่สามารถทำงานที่อุณหภูมิที่สูงกว่าจุดเดือดของน้ำได้ อุณหภูมิต้องต่ำกว่า 90 องศาเซลเซียส เพราะการซัลโฟเนตที่เกิดบนสายโซ่กิ่งของพอลิเมอร์ต้องการความชื้นสูงเพื่อใช้ในการนำโปรตอน ดังนั้นเซลล์จึงไม่สามารถทำงานได้ดีในอุณหภูมิที่สูงกว่า 90 องศาเซลเซียส เนื่องจากการระเหยของน้ำและความชื้นออกไปทำให้เมมเบรนแห้ง โดยที่อุณหภูมิสูงมากกว่า 100 องศาเซลเซียส ค่าการนำโปรตอนของแนฟฟิออนจะลดต่ำลงและอีกทั้งแนฟฟิออนยังมีราคาที่สูง ดังนั้นการศึกษาเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนที่สามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูงและสามารถนำโปรตอนได้คล้ายคลึงกับแนฟฟิออนจึงน่าสนใจ

จากปัญหาจึงได้มีแนวคิดที่จะศึกษาเมมเบรนที่สามารถทำงานได้ที่อุณหภูมิสูงได้และให้การนำโปรตอนได้คล้ายกับแนฟฟิออน จึงศึกษาโดยเลือกใช้พอลิเมอร์พอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (Poly(ether ether ketone) :PEEK) ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ที่เป็นเทอร์โมพลาสติกชนิดหนึ่ง มีสูตรทางเคมีคือ $(-C_6H_4-O-C_6H_4-O-C_6H_4-CO-)_n$ มีโครงสร้างแบบพอลิเมอร์กึ่งผลึก มีสมบัติเชิงกลที่ดี มีความแข็งแรงสูง แข็ง เหนียว ทนการสึกหรอ ทนอุณหภูมิสูง ทนสารเคมีและมีน้ำหนักเบา โดยคาดการณ์ว่าคุณสมบัติของพอลิเมอร์ดังกล่าวจะมาช่วยให้เมมเบรนสามารถทำงานที่อุณหภูมิสูงได้ โดยการนำพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (Poly(ether ether ketone) :PEEK) มาทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันได้เป็นซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (Sulfonated Poly(ether ether ketone) :SPEEK) เพื่อนำมาเป็นแผ่นเยื่อแลกเปลี่ยนโปรตอนเพื่อการใช้งานด้านเซลล์เชื้อเพลิง

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงงาน

1.2.1 เพื่อศึกษาพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนที่การทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 12, 16 และ 20 ชั่วโมง

1.2.2 เพื่อขึ้นรูปแผ่นฟิล์มซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนโดยวิธีการละลาย

1.2.3 เพื่อทดสอบสมบัติการดูดซึมน้ำและการแลกเปลี่ยนไอออนของแผ่นเมมเบรนซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนที่เตรียมได้

1.3 เกณฑ์ชี้วัดผลงาน

1.3.1 สามารถทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนได้

1.3.2 สามารถละลายและขึ้นรูปฟิล์มของซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนเตรียมจากสภาวะที่แตกต่างกันได้

1.4 เกณฑ์ชี้วัดผลสำเร็จ

1.4.1 สามารถสังเคราะห์ซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนผ่านปฏิกิริยาซัลโฟเนชันได้

1.4.2 สามารถขึ้นรูปซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนเป็นแผ่นฟิล์มได้

1.4.3 สามารถทดสอบสมบัติการดูดซึมน้ำและการแลกเปลี่ยนไอออนของเมมเบรนซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนที่ทั้ง 3 สภาวะได้

1.5 ขอบเขตการดำเนินงานวิจัย

1.5.1 สังเคราะห์ซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนที่อุณหภูมิห้องโดยใช้เวลา 12, 16 และ 20 ชั่วโมง

1.5.2 ขึ้นรูปซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนที่ได้

1.5.3 ทดสอบสมบัติการดูดซึมน้ำและการแลกเปลี่ยนไอออน

1.6 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

1.6.1 ศึกษาหลักการซัลโฟเนชัน

1.6.2 ศึกษาเวลาที่เหมาะสมที่ใช้สังเคราะห์ซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน

1.6.3 ทดสอบสมบัติการดูดซึมน้ำและการแลกเปลี่ยนไอออนของแผ่นเมมเบรนซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนที่เตรียมได้

1.7 สถานที่ในการดำเนินงานวิจัย

อาคารปฏิบัติการวิศวกรรมอุตสาหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

1.8 ระยะเวลาในการดำเนินงาน

สิงหาคม พ.ศ. 2560 ถึง พฤษภาคม พ.ศ. 2561

1.9 ขั้นตอนและแผนการดำเนินงาน

ตารางที่ 1.1 ขั้นตอนและแผนการดำเนินงาน

ลำดับ	การดำเนินงาน	ช่วงเวลา									
		2560					2561				
		ส.ค	ก.ย	ต.ค	พ.ย	ธ.ค	ม.ค	ก.พ	มี.ค	เม.ย	พ.ค
1	ศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	←	—	—	→						
2	วางแผนการทดลอง			←	—	→					
3	ทำการทดลองและขึ้นรูปชิ้นงาน					←	—	→			
4	ทดสอบคุณสมบัติ							←	—	→	
5	วิเคราะห์ผลการทดลอง									←	— →
6	สรุปผลการทดลอง										← →

บทที่ 2
หลักการและทฤษฎี

2.1 เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cells)

เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cells) เป็นอุปกรณ์ที่ทำให้เกิดพลังงานไฟฟ้าผ่านปฏิกิริยาทางไฟฟ้าเคมีระหว่างแก๊สไฮโดรเจน (H_2) และออกซิเจน (O_2) โดยการเปลี่ยนโมเลกุลไฮโดรเจน (H_2) และออกซิเจน (O_2) ให้กลายเป็นพลังงานไฟฟ้า โดยไม่ผ่านกระบวนการเผาไหม้ทำให้ไม่เกิดมลพิษทางสิ่งแวดล้อมจึงเป็นพลังงานที่สะอาดและยังมีประสิทธิภาพสูง

องค์ประกอบหลักที่สำคัญของเซลล์เชื้อเพลิงที่ใช้โดยทั่วไป ได้แก่ ขั้วอิเล็กโทรด (Electrode) ที่มี 1.แก๊สไฮโดรเจน (H_2) ที่ขั้วแอโนด (Anode) ซึ่งขั้วแอโนดมีหน้าที่ส่งอิเล็กตรอน (e^-) ออกจากขั้วแอโนด 2.แก๊สออกซิเจนที่ขั้วแคโทด (Cathod) ซึ่งขั้วแคโทดทำหน้าที่รับโปรตอนและแก๊สออกซิเจน (O_2) ที่ถูกปล่อยออกมาและทำหน้าที่รับอิเล็กตรอน (e^-) ที่มาจากวงจรภายนอกเพื่อรวมกับน้ำขั้วทั้งสองจะถูกคั่นด้วยสารพาประจุหรืออิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte) เป็นสารที่ทำให้เกิดการเคลื่อนที่ของไอออนชนิดต่างๆ และเป็นส่วนที่เซลล์เชื้อเพลิงแต่ละประเภทแตกต่างกันโดย ประเภทที่เราทำการศึกษานี้สารพาประจุจะเป็นเยื่อแลกเปลี่ยนโปรตอน (Proton exchange membrane) ซึ่งจะมีลักษณะเป็นแผ่นฟิล์มโดยที่จะยอมให้โปรตอนสามารถผ่านได้แต่จะไม่ยอมให้อิเล็กตรอนผ่านได้ (eeikucom, 2015) แสดงดังรูปที่ 2.1

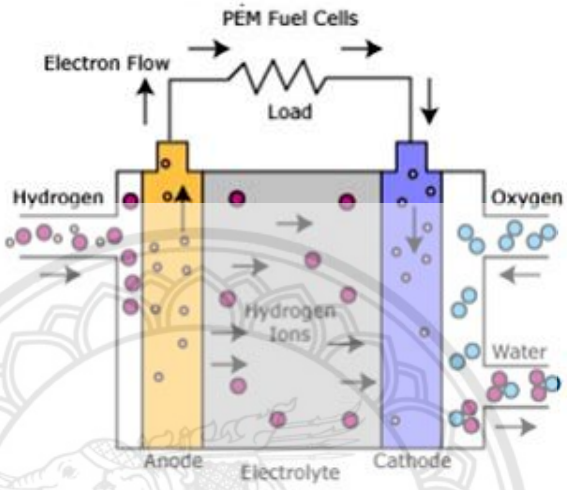
การทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงจะเกิดขึ้นเมื่อมีการเติมเชื้อเพลิงโดยจะต้องป้อนแก๊สไฮโดรเจน (H_2) เข้าที่ขั้วแอโนด (Anode) และแก๊สออกซิเจน (O_2) ในอากาศป้อนเข้าที่ขั้วแคโทด (Cathode) อะตอมของแก๊สไฮโดรเจน (H_2) จะเข้าสู่ขั้วแอโนด (Anode) และแตกตัวเป็นโปรตอน (H^+) และถูกดึงอิเล็กตรอน (e^-) ออก ซึ่งทำให้โปรตอน (H^+) สามารถเคลื่อนที่ผ่านสารพาประจุหรือเมมเบรนจากขั้วแอโนดไปยังขั้วแคโทด ในขณะเดียวกันจะทำให้อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ผ่านวงจรภายนอกเซลล์ไปยังขั้วแคโทดเพื่อให้ออกซิเจนได้รับอิเล็กตรอนเป็นออกไซด์ไอออน (O^{2-}) เมื่ออิเล็กตรอน (e^-) สามารถวิ่งไปรวมตัวกับโปรตอน (H^+) และออกซิเจน (O_2) โปรตอนที่เคลื่อนที่มาจากขั้วแอโนดจะผ่านอิเล็กโทรไลต์และเกิดการรวมตัวกับออกไซด์ไอออน (O^{2-}) ทำให้การนำไฟฟ้าเกิดขึ้น เกิดเป็นน้ำและความร้อนออกมาที่ขั้วแคโทดจึงไม่ก่อให้เกิดปัญหามลพิษทางสิ่งแวดล้อม (อรณิช, 2560) แสดงดังรูปที่ 2.2

แสดงการเกิดปฏิกิริยา

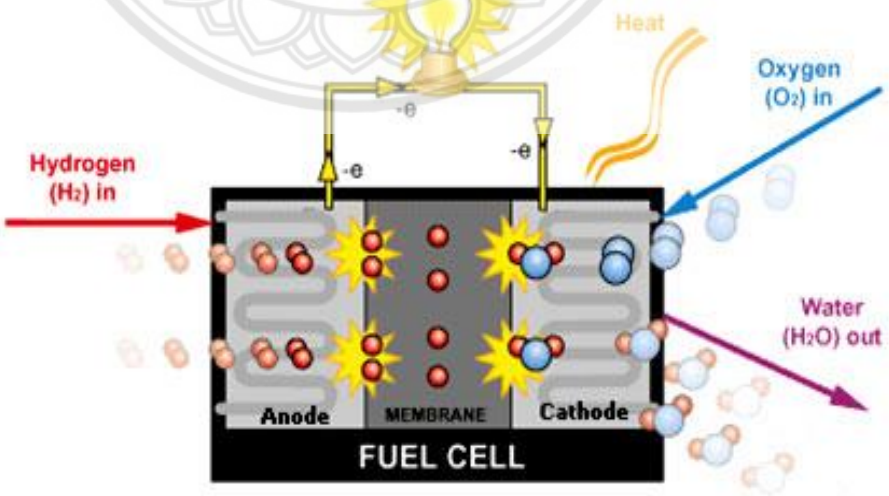
ปฏิกิริยาที่ขั้วแอโนด (Anode Reaction) $2H_2 + 2O^{2-} \longrightarrow 2H_2O + 4e^-$

ปฏิกิริยาที่ขั้วแคโทด (Cathod Reaction) $O_2 + 4e^- \longrightarrow 2O^{2-}$

ปฏิกิริยารวม (Overall Net Reaction) $2H_2 + O_2 \longrightarrow 2H_2O$



รูปที่ 2.1 องค์ประกอบหลักที่สำคัญของเซลล์เชื้อเพลิง (นวล**นิตย์**, 2551)



รูปที่ 2.2 หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง (eeikucom, 2015)

2.2 เซลล์เชื้อเพลิงชนิดเยื่อแลกเปลี่ยนโปรตอน (Proton Exchange Membrane Fuel Cell: PEMFC or Polymer Electrolyte Membrane: PEM)

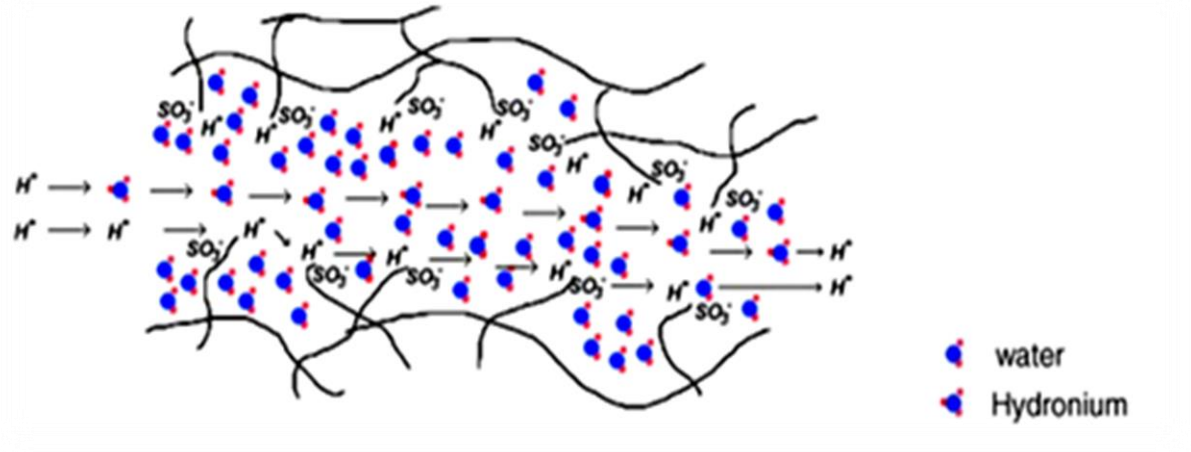
เป็นเซลล์เชื้อเพลิงชนิดที่จะใช้แผ่นเมมเบรนพอลิเมอร์บางๆที่สามารถนำไอออนได้เป็นอิเล็กโตรไลต์หรือสารพาประจุซึ่งจะนำโปรตอนแต่ไม่นำอิเล็กตรอน (e^-) หลักการทำงานจะใช้แก๊สไฮโดรเจน (H_2) และออกซิเจน (O_2) ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเจน (H_2) ที่ป้อนมายังขั้วแอโนด (Anode) จะแตกตัวให้โปรตอน (H^+) และเคลื่อนผ่านอิเล็กโตรไลต์จากด้านแอโนด (Anode) ไปด้านแคโทด (Cathod) และอิเล็กตรอน (e^-) จะเคลื่อนผ่านกระแสภายนอกไปด้านแคโทด (Cathod) เมื่ออิเล็กตรอน (e^-) รวมตัวกับโปรตอน (H^+) และออกซิเจน (O_2) จะเกิดเป็นน้ำ (H_2O) ที่ขั้วแคโทด แสดงการเกิดปฏิกิริยา

ปฏิกิริยาที่ขั้วบวก $2H_2 \longrightarrow 4H^+ + 4e^-$

ปฏิกิริยาที่ขั้วลบ $O_2 + 4H^+ + 4e^- \longrightarrow 2H_2O$

ปฏิกิริยารวม $2H_2 + O_2 \longrightarrow 2H_2O$ + พลังงาน

เซลล์เชื้อเพลิงชนิดเยื่อแลกเปลี่ยนโปรตอนจะมีข้อดีในด้านการนำไปใช้โดยไม่เกิดการกัดกร่อนเพราะของเหลวชนิดเดียวภายในเซลล์คือน้ำ นอกจากนี้เซลล์นิดนี้ยังให้ประสิทธิภาพสูงเมื่อเทียบกับเซลล์ชื้อเพลิงชนิดอื่นๆ การเตรียมอิเล็กโตรไลต์หรือแผ่นเยื่อเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนมีปัจจัยที่สำคัญในการนำโปรตอนคือปริมาณน้ำในพอลิเมอร์เมมเบรน ที่นิยมใช้คือมีค่าการนำโปรตอนประมาณ 0.01- 0.1 ซีเมนส์/เซนติเมตร และจะมีค่าลดลงเมื่อความชื้นในเมมเบรนลดลง การเคลื่อนที่ในน้ำเกิดขึ้นจากการเกิดพันธะในโมเลกุลของน้ำโดยจะเป็นตัวนำโปรตอน (H^+) ทำได้โดยการใช้กรดซัลฟิวริกมาทำการซัลโฟเนชันกับพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนทำให้สามารถแลกเปลี่ยนไอออนได้โดยบริเวณหมู่ซัลโฟนิกจะเป็นส่วนที่ชอบน้ำ (Hydrophilic regions) น้ำจึงสามารถผ่านบริเวณที่มีการซัลโฟเนตมากได้ดี เมื่อน้ำผ่านได้ดีโปรตอน (H^+) ก็จะสามารถเกาะอยู่บนโมเลกุลของน้ำได้ ทำให้โปรตอน (H^+) สามารถเคลื่อนที่ได้โดยมีน้ำเป็นพาหนะในการพาโปรตอน (H^+) ไปยังอีกฝั่งหนึ่งเมื่อมีการเคลื่อนที่ของโปรตอน (H^+) และการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน (e^-) ทำให้เกิดการนำไฟฟ้า (นวลนิตย์, 2551) แสดงดังรูปที่ 2.3



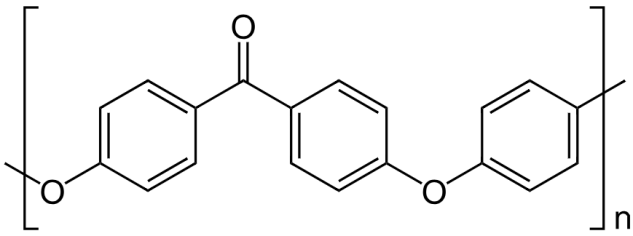
รูปที่ 2.3 กลไกการส่งผ่านของโปรตอนในเมมเบรนด้วยโมเลกุลน้ำ (นวลนิตย์, 2551)

2.3 พอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (Poly(ether ether ketone) :PEEK)

พอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (Poly(ether ether ketone) :PEEK) พอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนเป็นวัสดุพอลิเมอร์กึ่งผลึกมีสูตรพื้นฐานทางเคมีคือ $(-C_6H_4-O-C_6H_4-O-C_6H_4-CO-)_n$ โครงสร้างทางเคมีแสดงดังรูปที่ 2.4 มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิประมาณ 343 องศาเซลเซียส มีอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (Glass transition temperature) ที่อุณหภูมิประมาณ 143 องศาเซลเซียส มีคุณสมบัติที่สำคัญ นั่นคือมีคุณสมบัติเชิงกลที่ดี มีความแข็งแรงและความเหนียวสูง ทนต่อความล้า ทนต่อสารเคมี มีเสถียรทางความร้อนที่ดี (Thermal stability) ทนความร้อนได้ดี มีสมบัติทางเคมีที่ดี มีการปลดปล่อยก๊าซพิษที่ต่ำ นอกจากนี้พอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (PEEK) มีความต้านทานต่อการสึกหรอ (wear) สูง (กนกพร, 2553) ดังแสดงในตารางที่ 2.1 จึงเป็นพอลิเมอร์ที่น่าสนใจและมีการถูกใช้งานในด้านอุตสาหกรรมที่เพิ่มขึ้นถูกนำมาใช้งานอย่างกว้างขวางอีกทั้งยังสามารถนำมาทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันเพื่อทำเป็นแผ่นฟิล์มเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนได้

ตารางที่ 2.1 สมบัติของพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (Wikipedia, 2017)

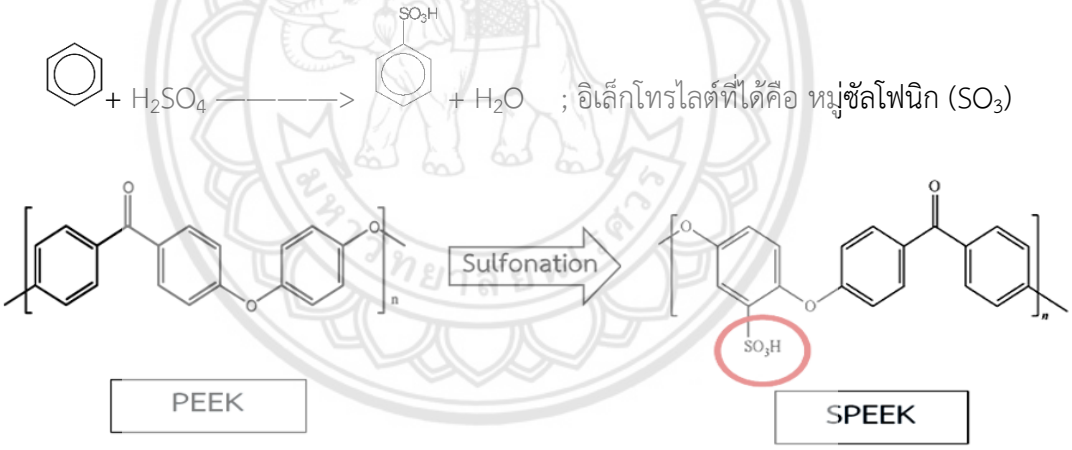
คุณสมบัติ	พอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (SPEEK)
ความหนาแน่น	1320 (kg/m^3)
มอดูลัส	3.6 (GPa)
ความทนแรงดึง	90-100 (MPa)
รอยบาก	55 (kJ/m^3)
อุณหภูมิสภาพแก้ว (T_g)	143 (°C)
อุณหภูมิหลอมเหลว (T_m)	343 (°C)



รูปที่ 2.4 โครงสร้างทางเคมีของพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (Wikipedia, 2017)

2.4 ปฏิกิริยาซัลโฟเนชัน (Sulfonation)

ปฏิกิริยาซัลโฟเนชันคือปฏิกิริยาที่ไฮโดรเจนของวงเบนซีนถูกแทนที่ด้วยหมู่ซัลโฟนิกที่มาเกาะบนสายโซ่ ทำได้โดยนำพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (PEEK) มาเติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้นลงไปทำผ่านปฏิกิริยาซัลโฟเนชันจะได้เป็นซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (SPEEK) โดยจากการเกิดปฏิกิริยาจะได้โครงสร้างทางเคมีของซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (SPEEK) แสดงดังรูปที่ 2.5 สมการแสดงการเกิดปฏิกิริยา



รูปที่ 2.5 โครงสร้างทางเคมีของซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (นวลนิตย์, 2551)

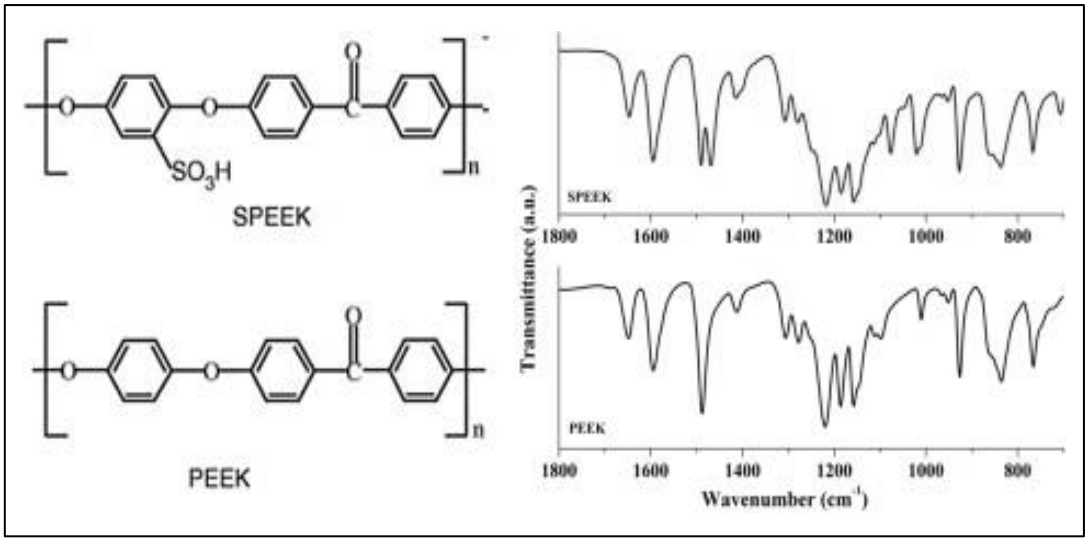
2.5 เครื่อง FT-IR spectrometer (Fourier Transform Infrared Spectrometer)

การทดสอบด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ตรวจสอบโครงสร้างของโมเลกุล แสดงดังรูปที่ 2.6 โดยการวัดการดูดกลืนรังสีที่อยู่ในช่วงอินฟราเรดที่อยู่ในช่วงเลขคลื่น (Wavenumber) ประมาณ 4000 - 200 cm^{-1} ซึ่งวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้ง ของแข็ง ของเหลว และก๊าซ รังสีอินฟราเรด (Infrared radiation) เป็นรังสีคลื่นที่มีประโยชน์มากสำหรับการจำแนกประเภทของสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ ทั้งที่เป็นของแข็ง

ของเหลว และแก๊ส ในระบบ FT-IR มีส่วนประกอบหลักคือ แหล่งกำเนิดรังสี Interferometer และเครื่องตรวจวัด โดยมีหลักการทำงานคือรังสีอินฟราเรดจะถูกฉายไปยัง Interferometer ซึ่งประกอบด้วยกระจกที่สามารถเคลื่อนที่ได้ กระจกที่ตรึงอยู่กับที่ โดยทั้งสองตั้งฉากซึ่งกันและกัน และตัวแยกแสงซึ่งเป็นอุปกรณ์กึ่งสะท้อนแสง ลำรังสีครึ่งหนึ่งจะทะลุผ่านไปยังกระจกที่ตรึงอยู่กับที่และอีกครึ่งหนึ่งจะสะท้อนไปยังกระจกที่สามารถเคลื่อนที่ได้ หลังจากนั้นลำรังสีก็จะสะท้อนจากกระจกกลับมารวมกันที่ตัวแยกแสงเกิดการแทรกสอดขึ้น หลังจากนั้นลำรังสีก็จะผ่านไปยังตัวอย่าง และในที่สุดก็จะตกลงบนเครื่องตรวจวัด เมื่อกระจกเคลื่อนที่ด้วยความเร็วคงที่ความเข้มของสัญญาณที่เครื่องตรวจวัดได้จะมีลักษณะเป็นรูปคลื่น (Sine) โดยกราฟจะพล็อตระหว่างการตอบสนองที่เครื่องตรวจวัดบันทึกได้และเวลาที่กระจกมีการเคลื่อนที่ ถ้าตัวอย่างเกิดการดูดกลืนรังสีที่ค่าความถี่นั้นๆขนาดของแอมพลิจูดจะลดลงโดยสัมพันธ์กับปริมาณของตัวอย่าง หลังจากนั้นใช้ Fourier Transform ซึ่งเป็นฟังก์ชันทางคณิตศาสตร์ในการแปลงผลที่ได้ (ขึ้นกับเวลา) ให้กลายเป็นค่าความเข้มกับความถี่

รังสีอินฟราเรดใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์ทางเคมีได้แก่ช่วง Middle IR (4000-200 cm^{-1}) เนื่องจากรังสีอินฟราเรดมีพลังงานค่อนข้างต่ำ เมื่อโมเลกุลของสารดูดกลืนรังสีอินฟราเรดเข้าไปจะทำให้พันธะในโมเลกุลเกิดการสั่นและการหมุนทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของโมเลกุลการ โดยที่โมเลกุลจะดูดกลืนรังสีอินฟราเรดได้นั้นความถี่ของรังสีอินฟราเรดต้องเท่ากับความถี่การสั่นของโมเลกุลของสารนั้นๆ ซึ่งสารอินทรีย์แต่ละชนิดจะมีค่าความถี่ของการสั่นที่จำเพาะและแตกต่างกันทำให้สามารถนำเทคนิคนี้มาใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างและชนิดของสารอินทรีย์ได้การแสดงผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้แสดงเป็นความสัมพันธ์ระหว่างเลขคลื่น (Wavenumber) กับค่าการดูดกลืนคลื่นแสง (Transmittance) ซึ่งเรียกว่า Infrared spectrum (วรางคณา, 2546) แสดงดังรูปที่ 2.7

รูปที่ 2.6 เครื่อง FT-IR spectrometer (Shimazu, 2018)

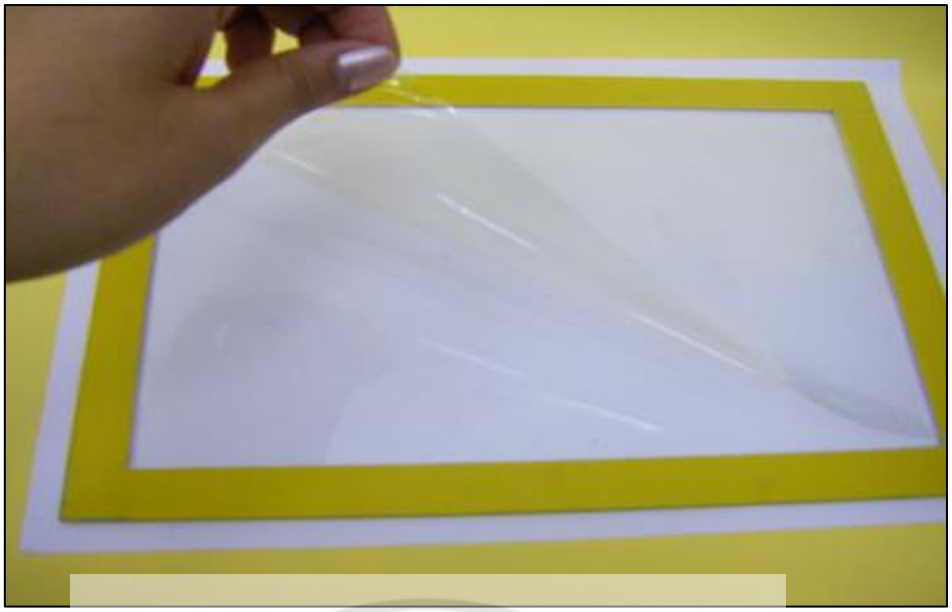


รูปที่ 2.7 ตัวอย่าง Infrared spectrum ของ PEEK และ SPEEK (Vijay etc., 2015)

2.6 เทคนิคการขึ้นรูปโดยใช้ตัวทำละลาย

เทคนิคการขึ้นรูปโดยใช้ตัวทำละลายคือเทคนิคขึ้นรูปโดยใช้ตัวทำละลายมากวนผสมตามอัตราส่วนจนเป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งบางชนิดเข้ากันได้ดีบางชนิดไม่สามารถเข้ากันได้ เนื่องจากโครงสร้างภายในสายโซ่ที่แตกต่างกันจึงไม่เกิดการกระจายตัวเกิดการแยกชั้น ถ้าสามารถกวนผสมเข้ากันได้จะสามารถขึ้นรูปด้วยวิธีการนี้ได้ เมื่อกวนผสมกันได้จะต้องทำการเทขึ้นรูปลงบนแผ่นกระจกตามขนาดที่ต้องการ แสดงดังรูปที่ 2.8 และอบไล่ความชื้นของตัวทำละลายออกได้เป็นแผ่นฟิล์มบางๆตามขนาดแสดงดังรูปที่ 2.9

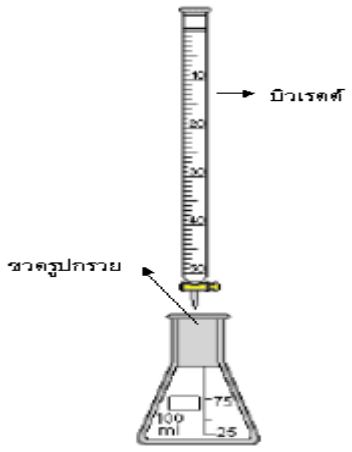
รูปที่ 2.8 การขึ้นรูปฟิล์มด้วยสารละลาย (MGR online, 2018)



รูปที่ 2.9 ลักษณะของแผ่นฟิล์มที่ได้หลังทำการขึ้นรูปโดยใช้ตัวทำละลาย (MGR online, 2018)

2.7 การไทเทรต (Titration)

การไทเทรต (Titration) เป็นการวิเคราะห์หาปริมาณของสารที่ไม่ทราบความเข้มข้น (Unknown) ด้วยการวัดปริมาตรของสารละลาย ซึ่งปริมาตรของสารละลายจะมีความสัมพันธ์กับปริมาณสาร โดยทำปฏิกิริยากับสารที่ทราบปริมาณหรือความเข้มข้นที่แน่นอน โดยสารที่ไม่ทราบความเข้มข้นจะบรรจุในขวดรูปชมพู่ส่วนสารที่ทราบความเข้มข้นแล้วจะถูกบรรจุในบิวเรตต์ จุดที่สารที่นำมาไทเทรตกันทำปฏิกิริยาพอดีกัน เรียกว่าจุดสมมูล (Equivalence Point) เป็นจุดที่กรดทำปฏิกิริยากันพอดีกับเบส ส่วนจุดที่อินดิเคเตอร์ (Indicator) เปลี่ยนสีเราเรียกว่าจุดยุติ (End Point) ซึ่งเป็นจุดที่เราจะยุติการไทเทรต โดยถ้าเราใช้อินดิเคเตอร์ที่เหมาะสมจะทำให้จุดยุติตรงกับจุดสมมูลหรือใกล้เคียงกันมาก (อำพาภรณ์, 2550) แสดงดังรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 การไทเทรต (อำพาภรณ์, 2550)

2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

นวลนิตย์ อินทรประสิทธิ์, 2551 ศึกษาการสังเคราะห์เมมเบรนคอมโพสิต Sulfonated Poly(ether ether ketone) (SPEEK)/Analcime สำหรับเซลล์เชื้อเพลิงแบบเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนโดยใช้ Analcime เป็นตัวเติมในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ SPEEK จากการทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันของ Poly(ether ether ketone) (PEEK) การเตรียมมเมมเบรนคอมโพสิตทำโดยผสม Analcime ลงในพอลิเมอร์ด้วยอัตราส่วนร้อยละ 5, 10, 15, 25 และ 35 โดยน้ำหนัก เมมเบรนที่เตรียมได้นำมาตรวจสอบด้วยเทคนิค FT-IR และ SEM วัดค่าการนำโปรตอนโดยเทคนิค Four Points Prob โดยผลการทดลองพบว่า อนุภาค Analcime กระจายตัวดีในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์เมื่อเติม Analcime ไม่เกินร้อยละ 10 ปริมาณ Analcime ที่เติมมากขึ้นในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์จะช่วยลดการบวมตัวของเมมเบรนคอมโพสิต

Rebecca S. L. Yee, Kaisong Zhang and Bradley P. Ladewig, 2013 ศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการแลกเปลี่ยนโปรตอนของแผ่นเยื่อแลกเปลี่ยนโปรตอนโดยทำการซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนที่หลายๆ สภาวะ โดยให้เวลา 2 และ 6 ชั่วโมง ที่อุณหภูม 40, 60 และ 70 องศาเซลเซียส แล้วนำมาทดสอบด้วยวิธีการ ทดสอบ Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy (NMR), ทดสอบด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR), ทดสอบค่าการดูดซึมน้ำ ทดสอบความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน (Ion Exchange Capacity: IEC) โดยพบว่า เวลาและอุณหภูมิที่เหมาะสมที่ทำให้สามารถแลกเปลี่ยนโปรตอนได้ดีคือการซัลโฟเนชันที่เวลา 6 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 40-50 องศาเซลเซียส

นันทิยา หาญศุภลักษณ์, 2553 ศึกษาการปรับปรุงพอลิเมอร์ชนิดพอลิอริวลีนอีเธอร์ซัลโฟนให้มีหมู่ที่แลกเปลี่ยนโปรตอนได้ด้วยการทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันและศึกษาอิทธิพลของซีเอสเอ็มไฟว์ที่ผสมกับพอลิเมอร์ดังกล่าวที่มีผลต่อความแข็งแรงเชิงกลของแผ่นเมมเบรนที่ผ่านการบ่ม 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 80, 100 และ120 องศาเซลเซียส โดยทำการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค FT-IR และ NMR วิเคราะห์ความสามารถในการนำโปรตอน ค่าการดูดซึมน้ำ วิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคด้วยเครื่อง SEM ผลการทดลองพบว่า พอลิเมอร์ที่มีค่าดีกรีของการซัลโฟเนชันที่ร้อยละ 8 ไม่เปลี่ยนรูปร่างหรือละลายเมื่อแช่ในน้ำหรือสัมผัสกับความชื้นที่อุณหภูมิสูง การกระจายตัวของซีโอไลต์ดีเมื่อมีปริมาณซีโอไลต์ที่ต่ำกว่าร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก ค่าการดูดซึมน้ำ ค่าการนำโปรตอนและค่าการแลกเปลี่ยนไอออนแปรผันตามกับปริมาณพอลิเมอร์ที่มีในเมมเบรนผสม

บทที่ 3
วิธีการดำเนินโครงงาน

การดำเนินโครงงานกำหนดไว้ 5 ขั้นตอนดังต่อไปนี้

ขั้นตอนที่ 1 ค้นคว้าเอกสารโครงงาน ข้อมูลพื้นฐานที่เกี่ยวข้องจากแหล่งต่างๆ เช่น หนังสือ ข้อมูลทางอินเตอร์เนต

ขั้นตอนที่ 2 วางแผนการดำเนินโครงงาน กำหนดขั้นตอนการดำเนินงาน ศึกษาวิธีการทดลองและกระบวนการต่างๆ ที่ใช้ในโครงงาน

ขั้นตอนที่ 3 เตรียมวัตถุดิบ และอุปกรณ์ที่ใช้ในโครงงาน

ขั้นตอนที่ 4 ดำเนินงานวิจัยโดยการเตรียมเม็ดพลาสติก พอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (Poly(ether ether ketone) : PEEK) กรดซัลฟิวริก ขึ้นรูปชิ้นงาน ทดสอบด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR), ทดสอบค่าการดูดซึมน้ำ ทดสอบความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน (Ion Exchange Capacity : IEC)

ขั้นตอนที่ 5 นำผลที่ได้จากโครงงานมาวิเคราะห์และสรุปผล

3.1 สารเคมีและวัสดุที่ใช้ในโครงงาน

3.1.1 พอลีอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (Poly(ether ether ketone) : PEEK)

3.1.2 กรดซัลฟิวริก เข้มข้นร้อยละ 98 โดยน้ำหนัก ยี่ห้อ ACl Labscan

3.1.3 โซเดียมคลอไรด์ เข้มข้น 1 โมลาร์ ยี่ห้อ Merck KGaA

3.1.4 โซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 0.1 โมลาร์ ยี่ห้อ Merck

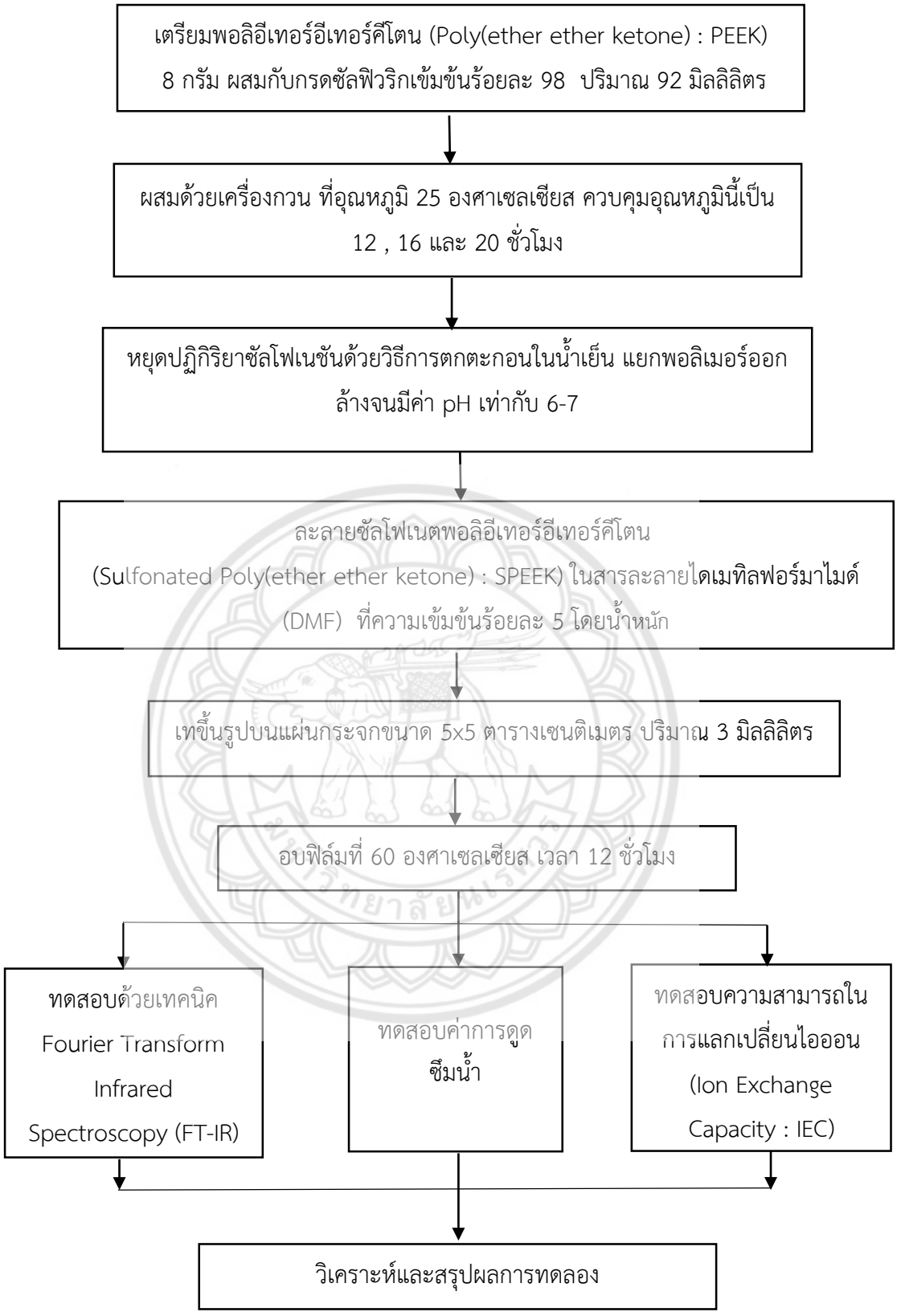
3.1.5 ฟีนอลทาลีน ยี่ห้อ VEJI

3.1.6 สารละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ยี่ห้อ ACl Labscan

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.1 เครื่องให้ความร้อนและกวนแบบแม่เหล็ก

3.3.2 เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) ยี่ห้อ Bruker รุ่น Tensor27



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการทำปฏิกิริยาซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนและทดสอบแผ่นฟิล์ม

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 นำพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (Poly(ether ether ketone) : PEEK) อบแห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส 24 ชั่วโมง แล้วนำมาทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชัน โดยชั่งพอลิเมอร์ที่อบแห้งแล้วจำนวน 8 กรัม เติมลงในกรดซัลฟิวริกเข้มข้นที่ปริมาณ 92 มิลลิลิตรอย่างช้าๆ พร้อมปั่นกวนให้เข้ากันด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็ก

3.3.2 ปิดปากขวดรูปชมพู่ด้วยแผ่นพาราฟิล์ม เพื่อป้องกันการสัมผัสกับความชื้นในอากาศ ทำการกวนของผสมที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เวลา 12 , 16 และ 20 ชั่วโมง

3.3.3 หยุดปฏิกิริยาซัลโฟเนชัน โดยหยดสารละลายในน้ำกลั่นที่แช่ในอ่างน้ำแข็ง พร้อมปั่นกวนตลอดเวลา จะได้พอลิเมอร์ตกตะกอนแยกออกมา

3.3.4 กรองพอลิเมอร์ออกมาและล้างพอลิเมอร์ด้วยน้ำปราศจากไอออนจนค่า pH เป็น 6-7

3.3.5 รอให้พอลิเมอร์แห้งที่อุณหภูมิห้องแล้วนำพอลิเมอร์ไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.3.6 เตรียมสารละลาย ซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (Sulfonated Poly(ether ether ketone) : SPEEK) 1 กรัมผสมกับสารละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์ (DMF) 20 มิลลิลิตร ความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ปั่นกวนที่อุณหภูมิห้องจนได้สารละลายที่เป็นเนื้อเดียวกัน

3.3.7 ขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มเมมเบรนโดยเทลงบนแผ่นกระจกขนาด 5x5 ตารางเซนติเมตรปริมาณ 3 มิลลิลิตร รอจนกว่าสารจะกระจายตัวทั่วแผ่นกระจก แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

3.3.8 ลอกแผ่นฟิล์มเมมเบรนออกจากกระจกโดยการเติมน้ำและชะล้างเมมเบรน ด้วยน้ำปราศจากไอออน

3.3.9 ทำการกระตุ้นแผ่นเมมเบรน โดยการแช่ในกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1 โมลาร์ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน แล้วซับน้ำให้แห้ง

3.4 วิธีการทดสอบ

3.4.1 การทดสอบด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

การทดสอบสมบัติทางเคมีของเมมเบรนทำได้จากการทดสอบชิ้นตัวอย่างของเมมเบรนในแต่ละเวลาของการทำปฏิกิริยา 1 ตัวอย่าง ทดสอบด้วยเครื่อง FT-IR ยี่ห้อ Bruker รุ่น Tensor 27 โดยใช้เทคนิค attenuate total reflectance (ATR) ทำการวิเคราะห์ในช่วงเลขคลื่น 4000-400 cm^{-1}

3.4.2 การทดสอบความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน (Ion Exchange Capacity : IEC) (นวลนิตย์,2551)

1. ชั่งแผ่นเมมเบรนแห้ง จำนวน 5 แผ่น

2. แช่เมมเบรนในสารละลายโซเดียมคลอไรด์เข้มข้น 0.1 โมลาร์ ปริมาณ 25 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3. หยดฟีนอลทาลีนเพื่อเป็นสารยุติจำนวน 3 หยดใส่ในของผสมในข้อ 2 จากนั้นทำการไทเทรตกับสารละลายกรดโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.1 โมลาร์

4. คำนวณค่าความสามารถในแลกเปลี่ยนไอออน ตามสมการที่ 3.1 ดังนี้

$$\text{ค่าแลกเปลี่ยนประจุ} = \frac{\text{ความเข้มข้น}_{NaoH} \times \text{ปริมาตรที่ใช้ไทเทรต}_{NaOH}}{\text{น้ำหนักเมมเบรนแห้ง}} \quad (meq/g) \qquad \textbf{(3.1)}$$

3.4.3 การทดสอบค่าการดูดซึม (นวลนิตย์,2551)

1. แช่เมมเบรนจำนวน 7 แผ่นในน้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

2. นำเมมเบรนมาซับน้ำที่ผิวหน้าเมมเบรนออกให้แห้งด้วยกระดาษซับแล้วชั่งน้ำหนักอย่างรวดเร็ว เพื่อป้องกันการระเหยของน้ำในเมมเบรน

3. นำเมมเบรนไปอบแห้งที่อุณภูมิ 80 องศาเซลเซียส 24 ชั่วโมง

4. ชั่งน้ำหนักของเมมเบรนแห้ง

5. นำค่าน้ำหนักของเมมเบรนแห้งและหลังการดูดซับน้ำมาคำนวณค่าร้อยละการดูดซับน้ำ ตามสมการที่ 3.2 ดังนี้

$$\text{ร้อยละค่าการดูดซึมน้ำ} = \frac{(\text{น้ำหนักเมมเบรนอิ่มตัวด้วยน้ำ} - \text{น้ำหนักเมมเบรนแห้ง})}{\text{น้ำหนักเมมเบรนแห้ง}} \times 100 \qquad \textbf{(3.2)}$$

3.5 การวิเคราะห์และเปรียบเทียบผลการทดลอง

นำข้อมูลที่ได้จากกการทดลองมาวิเคราะห์และเปรียบเทียบผลทดสอบของ ซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (Sulfonated Poly(ether ether ketone) : SPEEK) ที่อุณหภูมิห้อง 25 องศาเซลเซียส กับเวลาที่ต่างกันคือ 12 , 16 และ 20 ชั่วโมง

3.6 สรุปผลการทดลอง

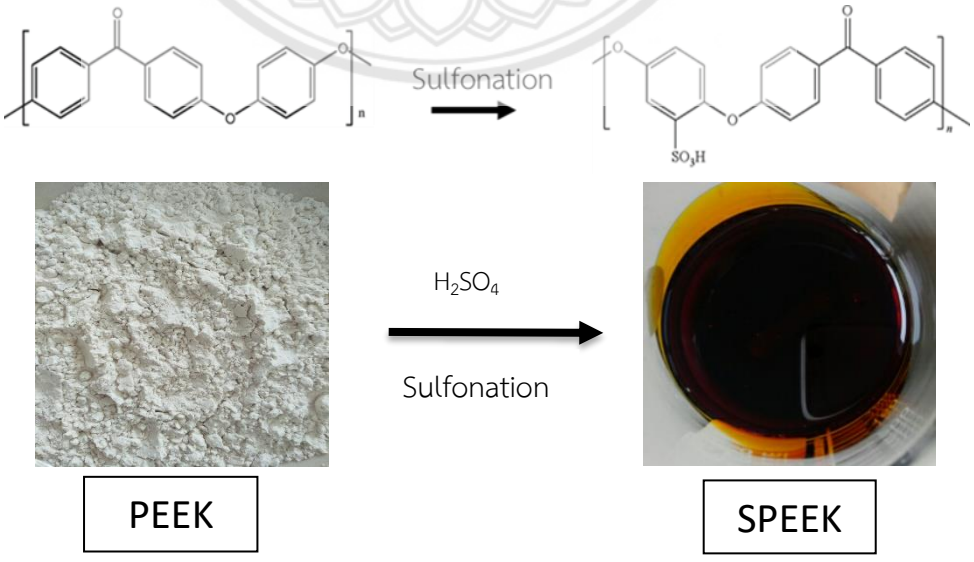
สรุปผลการทดลองของการเตรียมแผ่นเยื่อแลกเปลี่ยนโปรตอนจาก ซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (Sulfonated Poly(ether ether ketone) : SPEEK) แล้วนำข้อมูลที่ได้จัดทำเล่มเพื่อรายงานผลการทดลอง

บทที่ 4
ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

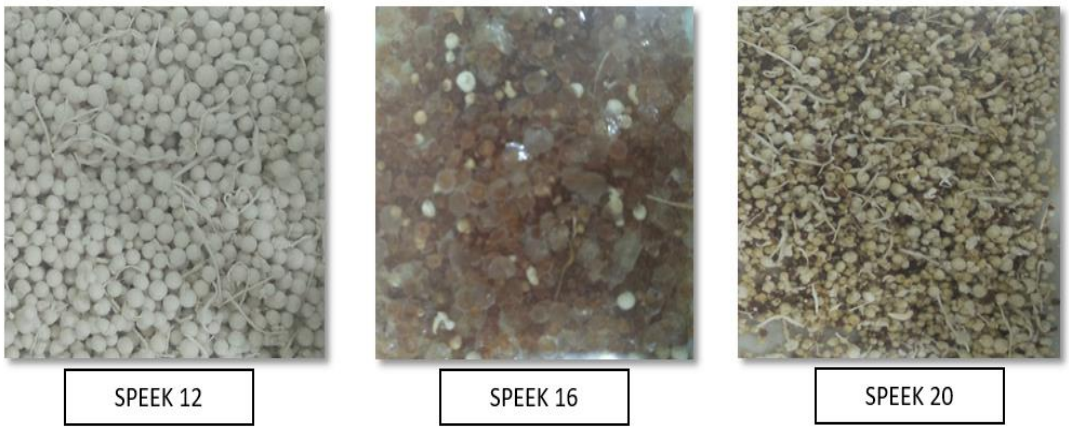
จากการศึกษาผลของการทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันกับพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (PEEK) เพื่อให้เกิดการแทนที่ของหมู่ซัลโฟนิกในโครงสร้างของพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (PEEK) ในการศึกษานี้ได้ทำการศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อการเกิดซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (SPEEK) คือศึกษาเวลาของการทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันที่เวลา 12, 16 และ 20 ชั่วโมง โดยภายหลังจากการทำการทดลองแล้วได้นำผลไปทดสอบคุณสมบัติต่างๆ ซึ่งผลที่ได้เป็นดังต่อไปนี้

4.1 การทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชัน (Sulfonation)

การทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชัน (Sulfonation) ทำโดยนำพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (PEEK) มาทำปฏิกิริยากับกรดซัลฟิวริกเข้มข้น จะได้เป็นซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (SPEEK) โดยจะเปลี่ยนจากผงพอลิเมอร์สีขาวเป็นสารละลายสีน้ำตาลเข้มหลังจากการทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันที่อุณหภูมิห้องตามเวลา 12, 16 และ 20 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 4.1 แล้วนำมาตกตะกอนเป็นเม็ดพอลิเมอร์ในน้ำปราศจากไอออนจะได้เม็ดพอลิเมอร์ที่มีสีเหลืองอมส้มที่ความเข้มสีแตกต่างกัน เนื่องจากมีปริมาณของหมู่ซัลโฟนิกที่มาเกาะในโครงสร้างที่แตกต่างกันตามเวลาในการทำปฏิกิริยา โดยเมื่อการทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันเกิดได้มากขึ้นก็ส่งผลทำให้สีของเม็ดพอลิเมอร์ที่ได้มีสีที่เข้มมากขึ้น แสดงดังรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.1 การทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชัน

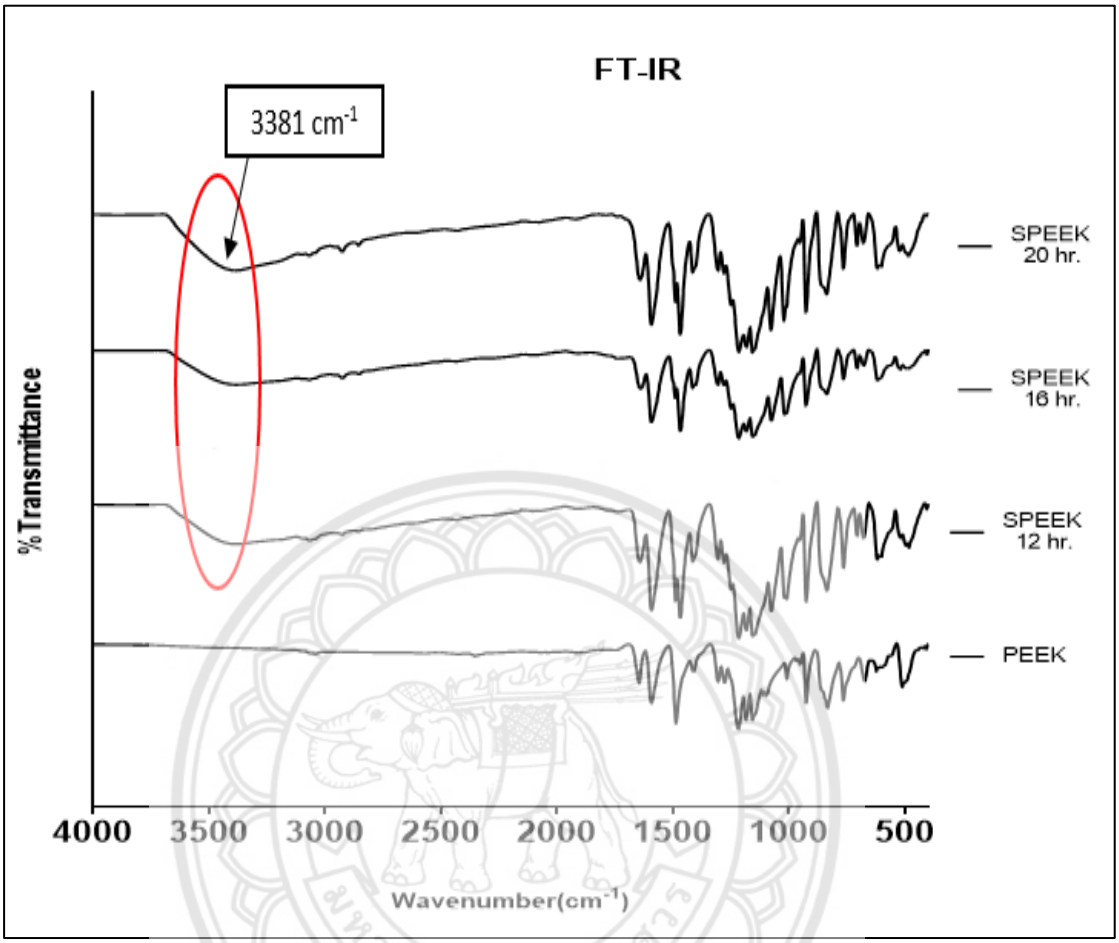


รูปที่ 4.2 ซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (SPEEK) ที่สภาวะต่างๆ

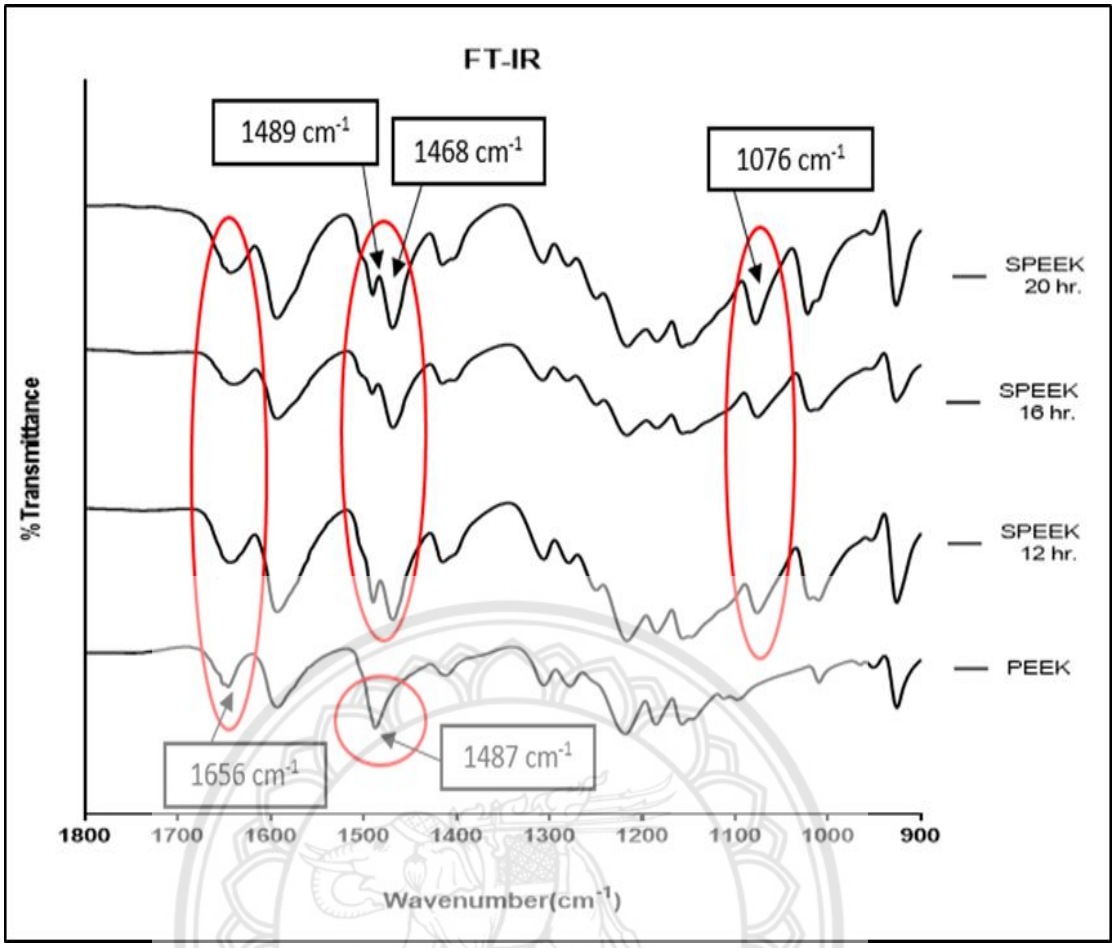
4.2 ผลของการทดสอบ Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR)

FT-IR เป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์ตรวจสอบโครงสร้างของสารโดยการวัดการดูดกลืนรังสีที่อยู่ในช่วงอินฟราเรดที่ช่วงเลขคลื่น (Wavenumber) 4000 – 200 cm^{-1} ซึ่งสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้โดยแสดงเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของแสง (Transmittance) กับความถี่หรือเลขคลื่น (Wavenumber) พอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนถูกทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันด้วยกรดซัลฟิวริกเข้มข้นที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เพื่อให้เกิดการแทนที่ของหมู่ซัลโฟนิกในโครงสร้างของพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน ผลจากการวิเคราะห์การทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันของแต่ละเวลาจะแสดงให้เห็นถึงลักษณะโครงสร้างที่เกิดขึ้นในรูปแบบของพีคในตำแหน่งของความยาวคลื่นที่ตำแหน่งต่างๆ แสดงเป็นสเปกตรัม FT-IR ของพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนและซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนที่ทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันในเวลาที่แตกต่างกันและผลจากการวิเคราะห์การศึกษาสเปกตรัมของ FT-IR ของพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนและซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนที่เวลาต่างๆ แสดงดังรูปที่ 4.3 และ 4.4 พบว่าผลจากการทำปฏิกิริยาตามเวลาจะพบพีคใหม่ซึ่งแสดงการดูดกลืนของพันธะซัลเฟอร์กับออกซิเจน (S-O) ที่มาจากการแทนที่ของหมู่ซัลโฟนิกในสายโซ่ของพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนที่ตำแหน่ง 1076 cm^{-1} และที่ตำแหน่ง 1487 cm^{-1} ซึ่งเป็นการสั่นสะเทือนของพันธะคาร์บอนต่อคาร์บอน (C-C) ของพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (PEEK) และจะพบว่าเกิดพีคที่เกิดขึ้นใหม่ 2 พีคในซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (SPEEK) ซึ่งเป็นการสั่นสะเทือนของพันธะคาร์บอนต่อคาร์บอนที่ตำแหน่ง 1468 cm^{-1} กับ 1489 cm^{-1} ของ SPEEK และที่ตำแหน่ง 3381 cm^{-1} แสดงการดูดกลืนพลังงานของหมู่ไฮดรอกซิล (O-H) ที่เกิดเนื่องจากการสร้างพันธะไฮโดรเจนจากการแทนที่ของตำแหน่งซัลโฟนิกบนสายโซ่ของ PEEK (วีรชัย, 2561) ตำแหน่งการเกิดพีคต่างๆ แสดงดังตารางที่ 4.1 โดยจาก

ผลการวิเคราะห์พบว่าสามารถสังเคราะห์ซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน (SPEEK) ได้



รูปที่ 4.3 กราฟแสดงสเปกตรัม FT-IR ของ SPEEK และของ PEEK ที่เวลาการทำปฏิกิริยาที่ 12, 16 และ 20 ชั่วโมง ที่ช่วง 4000 – 400 cm^{-1}



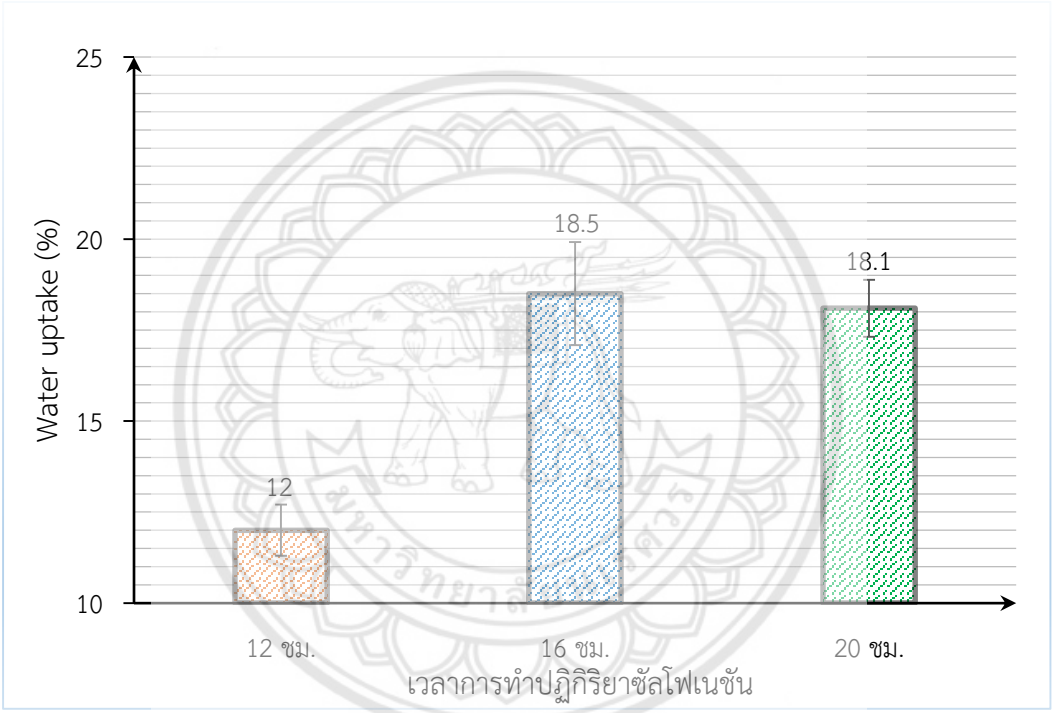
รูปที่ 4.4 กราฟแสดงสเปกตรัม FT-IR ของ SPEEK และของ PEEK ที่เวลาการทำปฏิกิริยาที่ 12, 16 และ 20 ชั่วโมง ที่ช่วง 1800 – 900 cm^{-1}

ตารางที่ 4.1 การดูดกลืนช่วงคลื่นของ PEEK และ SPEEK

ตำแหน่งที่ดูดกลืน / ตัวอย่าง	S-O	C-C			C=O	O-H
	1076 cm^{-1}	1487 cm^{-1}	1468 cm^{-1}	1489 cm^{-1}	1656 cm^{-1}	3381 cm^{-1}
PEEK	x	√	x	x	√	x
SPEEK 12	√	x	√	√	√	√
SPEEK 16	√	x	√	√	√	√
SPEEK 20	√	x	√	√	√	√

4.3 ผลทดสอบค่าการดูดซึมน้ำ

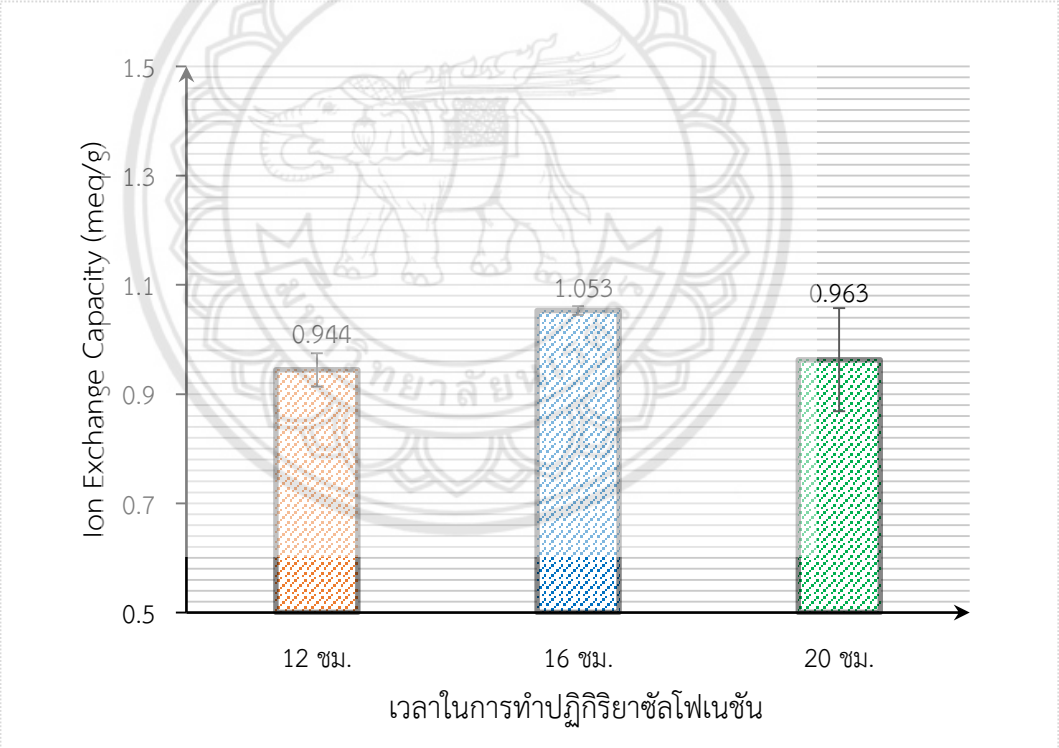
จากรูปที่ 4.5 กราฟความสัมพันธ์ของเวลาการทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันและค่าดูดซึมน้ำ ผลการทดลองพบว่า เมมเบรนที่ทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันเวลา 12 ชั่วโมง มีปริมาณการดูดซึมน้ำร้อยละ 12 และเพิ่มมากขึ้นเมื่อทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันเวลา 16 ชั่วโมง และ 20 ชั่วโมง เนื่องจาก มีปริมาณของกลุ่ม ซัลโฟนิก (SO_3H) อยู่ภายในโครงสร้างของเมมเบรนจำนวนมาก การที่มีหมู่ซัลโฟนิกมากจะทำให้มีการดูดซึมน้ำที่สูงขึ้น เนื่องจากบริเวณหมู่ซัลโฟนิกจะเป็นส่วนที่ขั้วและชอบน้ำ (Hydrophilic regions) จึงทำให้น้ำสามารถผ่านบริเวณที่มีการซัลโฟเนตมากได้ดี การดูดซึมน้ำที่สูงขึ้นจะส่งผลให้เมมมเบรนบวมขึ้นเมื่อดูจากน้ำหนักที่เปลี่ยนไป



รูปที่ 4.5 กราฟความสัมพันธ์ของเวลาการทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันและค่าการดูดซึมน้ำ

4.4 ผลทดสอบความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน (Ion Exchange Capacity : IEC)

จากรูปที่ 4.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ของเวลาในการทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันและค่าแลกเปลี่ยนประจุ การทดลองนี้ต้องการศึกษาความสัมพันธ์ของปริมาณการแทนที่ของหมู่ซัลโฟนิกในสายโซ่พอลิเมอร์ โดยพบว่าค่า IEC ของเมมเบรนทั้ง 3 สูตรแตกต่างกันเพียงเล็กน้อย อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาร่วมกับค่าการดูดซึมน้ำของเมมเบรนจะพบว่าค่าการดูดซึมน้ำมีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาจาก 12 ชั่วโมง เป็น 16 ชั่วโมง แต่เมื่อเพิ่มเวลาจาก 16 ชั่วโมง เป็น 20 ชั่วโมง พบว่าค่าการดูดซึมน้ำและค่า IEC มีค่าใกล้เคียงกันอาจเกิดเนื่องจากปริมาณการแทนที่ของหมู่ซัลโฟนิกในสายโซ่เกิดอย่างเต็มที่แล้วจึงไม่ส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงและเมื่อเปรียบเทียบกับเมมเบรนของแนฟฟิออนที่ใช้งานทางการค้าพบว่าจะมีค่าการดูดซึมน้ำและค่า IEC อยู่ที่ 26 และ 0.97 (mmolg^{-1}) (Xiangguo Teng etc, 2009) ซึ่งมีค่าใกล้เคียงเมื่อเปรียบเทียบกับเมมเบรน SPEEK ที่สังเคราะห์ได้ที่เวลา 16 ชั่วโมง ที่มีค่าการดูดซึมน้ำที่ 18.5 และค่าแลกเปลี่ยนไอออนที่ 1.053 (meq/g) น่าจะมีความเหมาะสมในการนำไปทดลองใช้งานเนื่องจากมีค่าใกล้เคียงกับเมมเบรนทางการค้า



รูปที่ 4.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ของเวลาการทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันและค่าแลกเปลี่ยนไอออน

บทที่ 5
สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

โครงงานนี้เป็นการเตรียมเมมเบรนเพื่อแลกเปลี่ยนโปรตอนจากพอลีอีเทอร์อีเทอร์คีโตนทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันกับกรดซัลฟิวริกเข้มข้น ที่ระยะเวลาต่างๆ และทำการศึกษาสมบัติด้านการทำปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนไอออนและการดูดซึมน้ำทำให้สามารถได้ข้อสรุป ดังนี้

5.1.1 ศึกษาการทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 12, 16 และ 20 ชั่วโมง

สามารถทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชันแก่พอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนได้ โดยตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาซัลโฟเนชันด้วยการทดสอบ FT-IR และพบพีคที่เกิดใหม่ที่ 1468 cm^{-1} และ 1489 cm^{-1} ของพันธะ C-C ส่วนของพีคที่แสดงการแทนที่ของหมู่ซัลโฟนิกจะพบที่ตำแหน่ง 1076 cm^{-1} ซึ่งเกิดจากการดูดกลืนพลังงานของพันธะซัลเฟอร์กับออกซิเจน (S-O) และมีการสั่นสะเทือนที่ 3381 cm^{-1} เป็นการสั่น เนื่องจากหมู่ไฮดรอกซิล (O-H) ของพันธะไฮโดรเจนบนสายโซ่

5.1.2 ศึกษาวิธีการขึ้นรูปแผ่นฟิล์มพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน

สามารถขึ้นรูปฟิล์มซัลโฟเนตพอลีอีเทอร์อีเทอร์คีโตนได้ โดยสามารถที่จะละลายได้ใน DMF ความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนักและขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มได้ที่เวลาการสังเคราะห์ 12 ชั่วโมงเป็นต้นไป และลักษณะของแต่ละแผ่นฟิล์มคือ แผ่นฟิล์มของเวลาการทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชัน 12 ชั่วโมง จะมีสีที่จางและแผ่นบางกว่าแผ่นฟิล์มของเวลาการทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชัน 16 และ 20 ชั่วโมง

5.1.3 ทดสอบสมบัติของแผ่นเมมเบรนที่เตรียมได้จากสภาวะต่าง

ค่าการดูดซึมน้ำและค่าการแลกเปลี่ยนไอออน พบว่า แผ่นเยื่อซัลโฟเนตพอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตนเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยานานขึ้นจะมีค่าการดูดซึมน้ำสูงขึ้น ในส่วนของค่าการแลกเปลี่ยนไอออนก็ให้ผลได้แนวโน้มเดียวกันโดยเวลาในการทำปฏิกิริยาที่ 12 ชั่วโมงมีค่าต่ำที่สุดและเวลาในการทำปฏิกิริยาที่ 16 และ 20 ชั่วโมงมีค่าใกล้เคียงกันอาจจะเพราะปริมาณของการแทนที่หมู่ซัลโฟนิกในโครงสร้างที่มีค่าใกล้เคียงกัน

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ควรศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาซันโฟเนชันที่แตกต่างกัน เพราะเมมเบรนที่ได้อาจจะมีหมู่แทนที่ซัลโฟนิกที่มากขึ้นและส่งผลต่อสมบัติของแผ่นเมมเบรนและสมบัติด้านอื่นๆได้

5.2.2 ควรทำการทดสอบ FT-IR อย่างน้อย 2-3 ครั้ง เพื่อแสดงพีคที่แม่นยำมากยิ่งขึ้น

เอกสารอ้างอิง

กนกพร อนันต์ชื่นสุข. (2553). **พอลิอีเทอร์อีเทอร์คีโตน:เทอร์โมพลาสติกสมรรถนะสูง.** บทความวิชาการ ภาควิชาวิศวกรรมเคมีและวัสดุ, มหาวิทยาลัยรังสิต. ปทุมธานี

นันทิยา หาญศุภลักษณ์. (2553). **การพัฒนาเมมเบรนพอลิเมอร์ที่นำโปรตอนได้ในช่วงอุณหภูมิขนาดกลางของเซลล์เชื้อเพลิง.** รายงานการวิจัย สาขาภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์, มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์. กรุงเทพมหานคร

นวลนิตย์ อินทรประสิทธิ์. (2551). **การเตรียมและสมบัติของเมมเบรนคอมโพสิต Sulfonated Poly(ether ether ketone) / Analcime สำหรับเซลล์เชื้อเพลิงแบบเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน.** วิทยานิพนธ์วิศวกรรมมหาบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี, มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, กรุงเทพมหานคร

วรางคณา อนุชิตโอฬาร. (2546). **FT-IR Imaging.** สืบค้นเมื่อ 31 ตุลาคม 2560, จาก https://www2.mtec.or.th/th/e-magazine/admin/upload/212_67-70.pdf

วีรชัย พุทธวงศ์. (2561). **อินฟราเรดสเปคโตรสโครปี.** สืบค้นเมื่อ 22 พฤษภาคม 2561, จาก http://coursewares.mju.ac.th:81/e-learning47/section2/ch351/download/ir.pdf

อรณิช เผือกคง. (2560). **เซลล์เชื้อเพลิง (fuel cell)** สืบค้นเมื่อ 17 ธันวาคม 2560, จาก http://www.Scimath.org/lesson-chemistry/item/7156-fuel-cells.

อำพาภรณ์ มั่นหมาย. (2550). **การไทเทรตกรด-เบส (Acid-base titration).** สืบค้นเมื่อ 21 พฤษภาคม 2561, จาก http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/acid-base/C11-1.HTM

eeikucom. (2015). **เซลล์เชื้อเพลิงชนิด PEMFC พลังงานทางเลือกที่สะอาดและเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม** สืบค้นเมื่อ 16 พฤศจิกายน 2560, จาก http://www.eei-ku.com/wordpress/?p=10598

MGR online. (2018). **พลาสติกชีวภาพ.** สืบค้นเมื่อ 17 มกราคม 2561, จาก http://www.manager.co.th/asp-bin/viewgallery.aspx

Rebecca S. L. Yee , Kaisong Zhang etc. (2013). **The Effects of Sulfonated Poly(ether ether ketone) Ion Exchange Preparation Conditions on Membrane Properties.** สืบค้นเมื่อ 30 กันยายน 2560

Shimazu. (2018). **Fourier Transfrom Infared Spectrophotometer.** สืบค้นเมื่อ 31 ตุลาคม 2560, จาก http://www.barascientific.com/products/shimadzu/analytical/spectro/thai/FTIR/IR-Prestige21.php

Vijay Shankar Rangasamy etc. (2015).**Vibration spectroscopic study of pure and silica doped sulfonated poly(ether ether ketone) membranes.** สืบค้นเมื่อ 13 พฤษภาคม 2561

Wikipedia. (2017). **Polyether ether ketone.** สืบค้นเมื่อ 13 มีนาคม 2560, จาก http://en.wikipedia.org/wiki/Polyether-ether-ketone

Xiangguo Teng etc. (2009). **Nafion/organically modified silicate hybrids membrane for vanadium redox flow battery.** สืบค้นเมื่อ 24 พฤษภาคม 2561

ภาคผนวก ก

ข้อมูลทดลองที่ใช้ในการทดสอบ

12 ชั่วโมง 16 ชั่วโมง 20 ชั่วโมง

รูปที่ ก.1 ลักษณะของเมมเบรนแต่ละเวลาในการทำปฏิกิริยาซัลโฟเนชัน

12 ชั่วโมง 16 ชั่วโมง

20 ชั่วโมง

รูปที่ ก.2 ผลของการไทเทรตของเมมเบรนแต่ละสภาวะ

ภาคผนวก ข

ข้อมูลผลการทดลอง

ตารางที่ ข.1 ค่าผลการทดสอบความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน เวลา 12 ชั่วโมง

เมมเบรนการทดลองที่	น้ำหนักเมมเบรนแห้ง	ปริมาตรที่ใช้ (ml)	ค่าแลกเปลี่ยนประจุ
1	0.104	1	0.962
2	0.104	1	0.962
3	0.088	0.8	0.909
ค่าเฉลี่ย	0.944 ± 0.03		

ตารางที่ ข.2 ค่าผลการทดสอบความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน เวลา 16 ชั่วโมง

เมมเบรนการทดลองที่	น้ำหนักเมมเบรนแห้ง	ปริมาตรที่ใช้ (ml)	ค่าแลกเปลี่ยนประจุ
1	0.134	1.4	1.045
2	0.152	1.6	1.053
3	0.132	1.4	1.061
ค่าเฉลี่ย	1.053 ± 0.01		

ตารางที่ ข.3 ค่าผลการทดสอบความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน เวลา 20 ชั่วโมง

เมมเบรนการทดลองที่	น้ำหนักเมมเรนแห้ง	ปริมาตรที่ใช้ (ml)	ค่าแลกเปลี่ยนประจุ
1	0.140	1.5	1.071
2	0.134	1.2	0.896
3	0.141	1.3	0.922
ค่าเฉลี่ย	0.963 ± 0.09		

ตารางที่ ข.4 ค่าความสามารถในการดูดซึมน้ำของเมมเบรน เวลา 12 , 16 , 20 ชั่วโมง

เมมเบรนการทดลองที่	ร้อยละการดูดซึมน้ำ		
	12 ชั่วโมง	16 ชั่วโมง	20 ชั่วโมง
1	12.3	16.2	18.3
2	13	18.1	19
3	11.2	19.7	18.6
4	12	19.2	17.5
5	11.5	19.3	17.1
ค่าเฉลี่ย	12 ± 0.70	18.5 ± 1.42	18.1 ± 0.78