

การทำแห้งเหนือวิกฤตของคาร์บอนแอโรเจล

Supercritical Drying of Carbon Aerogel

สุทธชา รื่นรส* สุรัชย์ อ้อถาวรพัฒน์* จินตวัฒน์ ไชยชนะวงศ์** สุรัตน์ อารีรัตน์*

*สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

**สาขาวิชาวิศวกรรมการผลิต คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีไทย-ญี่ปุ่น

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษากระบวนการสังเคราะห์คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ผ่านกระบวนการโซลเจลพอลิคอนเดนเซชัน ตามด้วยกระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายกับน้ำภายในรูปทรง พร้อมทั้งกระบวนการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ และกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน โดยศึกษาอิทธิพลของตัวทำละลายในกระบวนการแลกเปลี่ยนระหว่างน้ำกับตัวทำละลายต่างๆ ได้แก่ เอทานอล อะซิโตน และไอโซโพรพานอล และศึกษาอิทธิพลของความดันในการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตที่ความดัน 105 125 และ 145 bar ต่อลักษณะพื้นฐานวิทยาและสมบัติรูปทรงของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ โดยพบว่าตัวทำละลายในกระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายมีผลกับพื้นที่ผิวต่อน้ำหนักสามารถอธิบายได้จากค่าการละลายและค่าคงที่ไดอิเล็กตริก ซึ่งคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่ใช้ไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลายในกระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายและใช้ความดันในการทำแห้งแบบเหนือวิกฤต 145 bar มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยช่วง 54 – 56 μm และมีพื้นที่ผิวต่อน้ำหนักเท่ากับ 927 m^2/g เมื่อนำคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่ผ่านกระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายและใช้ความดันในการทำแห้งแบบเหนือวิกฤต 105 bar ไปทดสอบการดูดซับฟีนอล พบว่าคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่ใช้ไอโซโพรพานอลในกระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายมีปริมาณการดูดซับฟีนอลที่อุณหภูมิ 30 °C ที่สมดุลมีค่า 91 mg/g

คำสำคัญ : การแลกเปลี่ยนตัวทำละลาย, คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์, ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก, พื้นที่ผิวต่อน้ำหนัก

Abstract

This research studied the preparation of carbon aerogel microspheres by the sol-gel polycondensation. This process is followed by solvent exchange, supercritical carbon dioxide drying method and carbonization. The effects of solvent type such as ethanol, acetone and isopropanol in solvent exchange process and pressure in supercritical carbon dioxide drying of 105, 125 and 145 bar on the particle and porous properties were studied. The result shows that solvent in solvent exchange process affects on the surface area of carbon aerogel significantly. This could be explained by solubility and dielectric constant. Carbon aerogel microsphere by using isopropanol as solvent in solvent exchange process and pressure in supercritical carbon dioxide drying of 145 bar has average diameter of 54 - 56 μm and BET surface area of 927 m^2/g . Carbon aerogel microspheres by solvent exchange process and pressure in supercritical carbon dioxide drying of 105 bar was observed for phenol adsorption. The result shows that carbon aerogel microspheres by using isopropanol as solvent had adsorption capacity 91 mg /g at constant temperature 30 °C.

Keywords : Solvent Exchange, Carbon Aerogel Microspheres, Dielectric Constant, Surface Area

1. บทนำ

การสังเคราะห์คาร์บอนแอโรเจลเริ่มจากปฏิกิริยาโซลเจลพอลิคอนเดนเซชัน (Sol-gel Polycondensation) ของรีซอร์ซินอล (Resorcinol) และฟอร์มัลดีไฮด์ (Formaldehyde) โดยมีสารละลายเบสโซเดียมคาร์บอเนต (Sodium Carbonate) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา [1] กระบวนการโซลเจลเป็นการเกิดอนุภาคคอลลอยด์ที่เรียกว่า โซล (Sol) แล้วโซลจะรวมกันเป็นร่างแหกลายเป็นเจล (Gel) จากนั้นนำเจลที่ได้เข้าสู่กระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลาย (Solvent Exchange) ซึ่งเป็นกระบวนการสำคัญในการสังเคราะห์ โดยใช้ตัวทำละลายแลกเปลี่ยนกับน้ำที่เป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้ซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาพอลิคอนเดนเซชันภายในรูพรุน โดยตัวทำละลายจะต้องมีค่าแรงดึงดูดน้อยกว่าน้ำและช่วยลดแรงคาปิลลารี (Capillary Force) ที่เกิดขึ้นระหว่างขั้นตอนของการทำแห้ง ดังนั้นชนิดของตัวทำละลายจะส่งผลต่อโครงสร้างของเจล เพราะตัวทำละลายจะเปลี่ยนแปลงโครงสร้างภายในรูพรุนซึ่งส่งผลต่อลักษณะพื้นฐานวิทยา (Morphology) และสมบัติรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ [2]

กระบวนการทำแห้งเป็นกระบวนการกำจัดตัวทำละลายที่อยู่ภายในรูพรุน ซึ่งกระบวนการทำแห้งมีหลายวิธี [3] ได้แก่ การทำแห้งแบบซับคริติคอลล (Subcritical Drying) เป็นการทำให้แห้งภายใต้สภาวะต่ำกว่าจุดวิกฤตที่อาศัยการระเหยของตัวทำละลาย ซึ่งเกิดแรงคาปิลลารีเนื่องจากแรงดึงดูดของตัวทำละลาย เรียกว่าวัสดุที่ได้จากกระบวนการนี้ว่าซีโรเจล (Xerogel) การทำแห้งแบบแช่แข็ง (Freeze Drying) เป็นการทำให้แห้งโดยอาศัยหลักการระเหิดโดยตัวทำละลายจะกลายเป็นของแข็งและเมื่อลดความดันลงอย่างรวดเร็วทำให้ตัวทำละลายระเหิดกลายเป็นไอเรียกว่าวัสดุที่ได้จากกระบวนการนี้ว่าไครโอเจล (Cryogel) และการทำแห้งแบบเหนือวิกฤต (Supercritical Drying) เป็นการทำให้แห้งที่สภาวะอุณหภูมิและความดันสูงกว่าจุดวิกฤต ของไหลเหนือวิกฤต (Supercritical Fluid) มีแรงดึงดูดน้อยมากจึงทำให้มีการหดตัวของโครงสร้างน้อยและยังรักษาโครงสร้างของรูพรุนไว้ได้ โดยการทำแห้งเหนือวิกฤตนั้นนิยมใช้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เป็นตัวสกัดตัวทำละลายที่อยู่ภายในรูพรุนเรียกว่าวัสดุที่ได้จากกระบวนการนี้ว่า

แอโรเจล (Aerogel) จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้เข้าสู่กระบวนการคาร์บอนไนเซชัน (Carbonization) ที่อุณหภูมิ 1,000 °C ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนเพื่อเปลี่ยนเจลให้เป็นคาร์บอนทำให้มีความเสถียรและสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานต่างๆ ได้

งานวิจัยนี้จึงเป็นการศึกษาอิทธิพลของตัวทำละลายในขั้นตอนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลาย และศึกษาอิทธิพลของความดันในกระบวนการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ (Supercritical Carbon Dioxide Drying, sc-CO₂) ที่มีผลต่อลักษณะพื้นฐานวิทยาของอนุภาคและสมบัติรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจล หลังจากนั้นนำคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้ไปทดสอบประสิทธิภาพการดูดซับฟีนอล

2. การทดลอง

2.1 วัสดุและสารเคมี

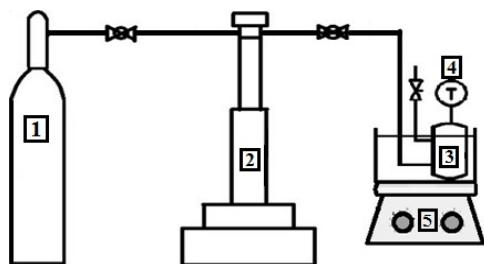
รีซอร์ซินอล (C₆H₄(OH)₂ จากบริษัท Fluka) ฟอร์มัลดีไฮด์ (HCHO จากบริษัท RCI Labscan) โซเดียมคาร์บอเนต (Na₂CO₃ จากบริษัท Ajax Finechem) Sorbitan Monooleate (C₂₄H₄₄O₆ จากบริษัท SIGMA) โซโคเลเฮกเซน (C₆H₁₂ จากบริษัท RCI Labscan) อะซิโตน (CH₃COCH₃ จากบริษัท RCI Labscan) เอทานอล (C₂H₅OH จากบริษัท RCI Labscan) ไอโซโพรพานอล (C₃H₇OH จากบริษัท RCI Labscan) น้ำกลั่น ฟีนอล (C₆H₅OH จากบริษัท BDH Chemicals) แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ความบริสุทธิ์ 99.95% และแก๊สไนโตรเจน ความบริสุทธิ์ 99.999%

2.2 ขั้นตอนการทดลองและการวิเคราะห์ผล

2.2.1 การเตรียมคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

กำหนดอัตราส่วนรีซอร์ซินอลต่อฟอร์มัลดีไฮด์ (R/F) 1:2 mol:mol รีซอร์ซินอลต่อโซเดียมคาร์บอเนต (R/C) 50:1 mol:mol และรีซอร์ซินอลต่อน้ำ (R/W) 25:100 g/cm³ จากนั้นผสมโดยปั่นกวนสารละลาย (สารละลายอาร์เอฟ) ที่ 25 °C เป็นเวลา 1 h แล้วฉีดสารละลายอาร์เอฟผ่านเมทลชีนเดอร์ลงไปในสารละลายอินทรีย์ผสม (โซโคเลเฮกเซนและ Span 80 ประมาณ 7 %wt) ด้วยอัตราการฉีด 0.5 ml/h เป็นเวลา 2 h ซึ่งสารละลายอินทรีย์จะถูกปั่นกวนด้วยอัตราเร็ว 180 rpm [4] หลังจากนั้นปั่นกวนอิมัลชันที่ได้ เป็นเวลา 24 h ที่อุณหภูมิ

25 °C แยกเจลออกจากสารละลายอินทรีย์ แล้วนำเจลไปแช่ในตัวทำละลายเป็นเวลา 24 h เพื่อศึกษาอิทธิพลของตัวทำละลายโดยตัวทำละลายที่ศึกษามี 3 ชนิดคือ เอทานอล อะซิโตน และไอโซโพรพานอล โดยกำหนดให้ผลิตภัณฑ์คาร์บอนแอโรเจลที่เปลี่ยนตัวทำละลายในข้างต้นใช้ตัวย่อคือ CA-EtOH, CA-Act และ CA-IPA ตามลำดับ จากนั้นนำอาร์เอฟเจลเข้าสู่กระบวนการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วย sc-CO₂ ดังรูปที่ 2.1 โดยบรรจุสารอาร์เอฟเจลที่ขังน้ำหนักแล้วลงในภาชนะทนความดันสูง ใช้ความดัน 105, 125 และ 145 bar ที่อุณหภูมิ 40 °C ทิ้งไว้เป็นเวลา 8 h



รูปที่ 2.1 แผนภาพกระบวนการทำแห้งด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต 1. ถังแก๊ส CO₂ 2. ปั๊มความดันสูง (Syringe Pump) 3. ภาชนะทนแรงดันสูง (High Pressure Vessel) 4. เทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple) 5. อุปกรณ์ให้ความร้อนและขูดปั่นกวน (Stirrer)

จากนั้นตรวจสอบประสิทธิภาพในการทำแห้งโดยคำนวณหาปริมาณตัวทำละลายที่สกัดได้ (% Wet Basis) ดังสมการที่ 2.1

$$\%WetBasis = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100\% \quad (2.1)$$

โดยที่ W_1 คือ น้ำหนักอาร์เอฟเจลก่อนทำแห้ง (g)

W_2 คือ น้ำหนักอาร์เอฟเจลหลังทำแห้ง (g)

นำอาร์เอฟแอโรเจลผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน โดยเตรียมเตาเผาให้อยู่ในสภาวะบรรยากาศเฉื่อย ด้วยการป้อนแก๊สไนโตรเจนด้วยอัตราการไหล 900 ml/min และเผาที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 12 h

2.2.2 การวิเคราะห์สมบัติของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

นำคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์มาวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) ยี่ห้อ

ZEISS รุ่น MA10 จากนั้นวิเคราะห์สมบัติของรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ โดยใช้เครื่องดูดซับไนโตรเจน ยี่ห้อ Quantachome รุ่น Autosorp-1

2.2.3 การทดลองดูดซับฟีนอลโดยใช้คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

นำคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ผ่านการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายและทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วย sc-CO₂ ที่ความดัน 105 bar อุณหภูมิ 40 °C มาทดลองดูดซับฟีนอลความเข้มข้นเริ่มต้น 100 mg/l โดยเขย่าด้วยเครื่องเขย่าที่ความเร็วรอบ 150 rpm ที่อุณหภูมิ 30 °C โดยเก็บตัวอย่างที่เวลา 30, 60, 90, 120, 240, 420 และ 720 min แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณฟีนอลที่ถูกดูดซับด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสง UV-Vis Spectrophotometer ยี่ห้อ HEXIOS

3. ผลการทดลองและการอภิปราย

3.1 อิทธิพลของตัวทำละลาย

3.1.1 ประสิทธิภาพการทำแห้งเหนือวิกฤต

เมื่อนำอาร์เอฟเจลเข้าสู่กระบวนการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วย sc-CO₂ ที่ความดัน 105 bar อุณหภูมิ 40 °C พบว่าเมื่อเปลี่ยนชนิดตัวทำละลายเป็นไอโซโพรพานอล ทำให้สามารถสกัดตัวทำละลายออกจากโครงสร้างเจล (%Wet Basis) เพิ่มขึ้น เนื่องจากไอโซโพรพานอลมีค่าการละลาย (Solubility) ใน sc-CO₂ สูงดังตารางที่ 1 โดยการคำนวณหาปริมาณของตัวทำละลายที่สกัดได้เป็นการคำนวณแบบ %Wet Basis เนื่องจากค่าความดันไอของตัวทำละลายที่นำมาศึกษามีค่าแตกต่างกัน เป็นผลทำให้น้ำหนักอาร์เอฟเจลก่อนทำแห้งมีค่าแตกต่างกัน

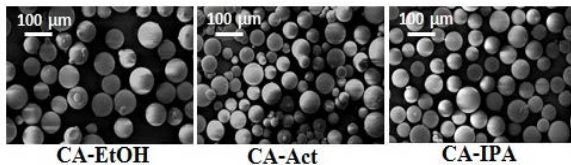
ตารางที่ 1 อิทธิพลของตัวทำละลายต่อประสิทธิภาพการทำแห้ง (%Wet Basis)

Sample	Vapor pressure (mmHg) [5]	Solubility (mol/mol)*	%Wet Basis
CA-EtOH	60	1.10×10^{-3}	73%
CA-Act	231	1.03×10^{-2}	80%
CA-IPA	45	1.20×10^{-2}	81%

หมายเหตุ : ค่า Solubility รายงานในหน่วยของโมลของตัวทำละลายต่อโมลของสารละลาย เป็นค่าที่ได้จากการประมาณโดยสมการ Peng-Robinson ที่อุณหภูมิ 40 °C และความดัน 105 bar

3.1.2 ลักษณะสัณฐานวิทยาของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

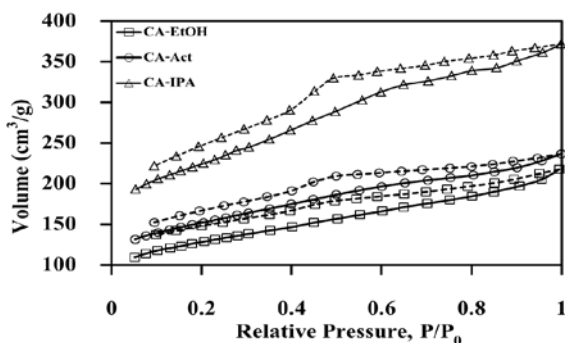
ภาพสัณฐานวิทยาของคาร์บอนแอโรเจลเมื่อเปลี่ยนชนิดของตัวทำละลายในขั้นตอนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลาย แสดงในรูปที่ 3.1 พบว่าการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายที่ศึกษาไม่ส่งผลต่อลักษณะของคาร์บอนแอโรเจล โดยอนุภาคมีลักษณะเป็นทรงกลมและมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคอยู่ในช่วง 54-56 μm



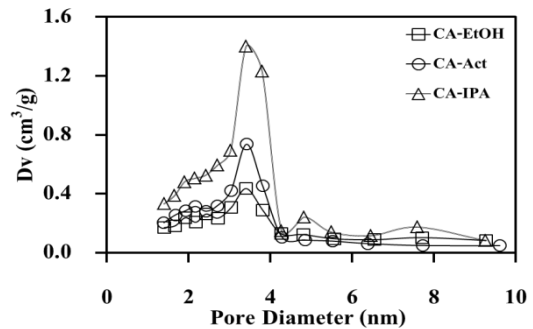
รูปที่ 3.1 ภาพสัณฐานวิทยาของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์เมื่อเปลี่ยนชนิดตัวทำละลาย

3.1.3 สมบัติรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

จากการพิจารณาไอโซเทอมของการดูดซับและคายซับของแก๊สไนโตรเจนแสดงในรูปที่ 3.2 พบว่า CA-IPA มีการดูดซับและคายซับของแก๊สไนโตรเจนสูง โดยช่วงการเกิดฮิสเทอรีซิส (Hysteresis) มีความชันของกราฟในการคายซับของแก๊สไนโตรเจนมาก เนื่องจากมีปริมาณของรูพรุนอยู่ในช่วงไมโครพอร์ สามารถอธิบายได้จากการกระจายตัวของขนาดรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจล ดังรูปที่ 3.3 พบว่าเมื่อเปลี่ยนชนิดตัวทำละลาย ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุนใกล้เคียงกันประมาณ 3 nm แต่ชนิดตัวทำละลายที่แตกต่างกันจะส่งผลต่อช่วงการกระจายตัวของขนาดรูพรุน เนื่องจากค่า Solubility ของตัวทำละลายใน sc-CO_2 มีค่าไม่เท่ากัน ส่งผลให้มีการกระจายตัวของขนาดรูพรุนที่แตกต่างกัน



รูปที่ 3.2 อิทธิพลของตัวทำละลายต่อไอโซเทอมของการดูดซับและการคายซับของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์



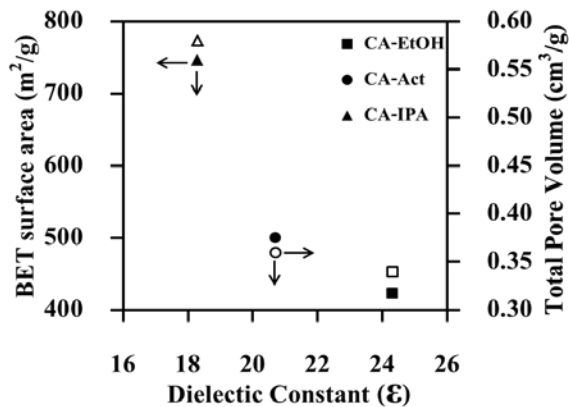
รูปที่ 3.3 อิทธิพลของตัวทำละลายที่มีผลต่อการกระจายตัวของขนาดรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

จากการวิเคราะห์สมบัติของรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ดังตารางที่ 2 พบว่าเมื่อเปลี่ยนชนิดตัวทำละลายเป็นไอโซโพรพานอล ทำให้คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์มีปริมาตรไมโครพอร์ ปริมาตรเมโซพอร์ และปริมาตรรูพรุนทั้งหมดมาก ส่งผลทำให้มีพื้นที่ผิวต่อน้ำหนักคือ 746 m^2/g เนื่องจากไอโซโพรพานอลมีค่า Solubility ใน sc-CO_2 มาก เมื่อสร้างความสัมพันธ์ของพื้นที่ผิวต่อน้ำหนักและปริมาตรของรูพรุนทั้งหมดของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์กับค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (Dielectric Constant, ϵ) ดังรูปที่ 3.4 พบว่าเมื่อค่าคงที่ไดอิเล็กตริกลดลงจะทำให้คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์มีพื้นที่ผิวต่อน้ำหนักเพิ่มขึ้น โดยผลต่างของค่าคงที่ไดอิเล็กตริกระหว่างตัวทำละลายไอโซโพรพานอลและคาร์บอนไดออกไซด์มีค่าน้อยกว่าตัวทำละลายอื่น จึงทำให้สามารถสกัดตัวทำละลายออกจากโครงสร้างเจลได้มาก เนื่องจากค่าคงที่ไดอิเล็กตริกจะแสดงความเป็นขั้วของตัวทำละลาย ซึ่งเมื่อมีค่าผลต่างน้อยจะทำให้ความเป็นขั้วมีความใกล้เคียงกันและจะสามารถละลายเข้ากันได้

ตารางที่ 2 อิทธิพลของตัวทำละลายต่อสมบัติรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลในการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วย sc-CO_2 ที่ความดัน 105 bar และอุณหภูมิ 40 $^{\circ}\text{C}$

Sample	ϵ [6]	S_{BET} (m^2/g)	V_{mic} (cm^3/g)	V_{mes} (cm^3/g)	V_{total} (cm^3/g)
CA-EtOH	24.3	423	0.17	0.24	0.34
CA-Act	20.7	500	0.21	0.24	0.37
CA-IPA	18.3	746	0.30	0.41	0.58

หมายเหตุ : ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของคาร์บอนไดออกไซด์ คือ 1.5 [6]

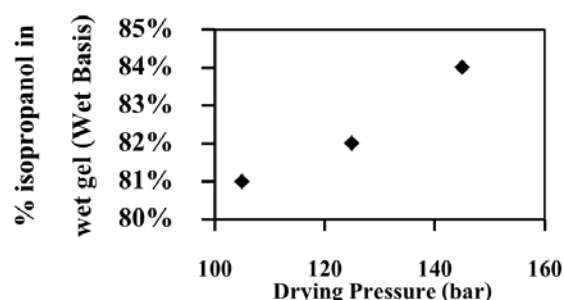


รูปที่ 3.4 ความสัมพันธ์ของพื้นที่ผิวต่อน้ำหนักและปริมาตรของรูพรุนทั้งหมดของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์กับค่าคงที่ไดอิเล็กตริก

3.2 อิทธิพลของความดันในการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วย sc-CO₂

3.2.1 ประสิทธิภาพการทำแห้งและลักษณะพื้นฐานวิทยาของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

เมื่อนำอาร์เอพเจลที่ใช้ไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลายในขั้นตอนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายผ่านกระบวนการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วย sc-CO₂ โดยใช้ความดันในการทำแห้งคือ 105 125 และ 145 bar ที่อุณหภูมิ 40 °C พบว่าสามารถสกัดไอโซโพรพานอลออกจากโครงสร้างเจลได้มากขึ้นคือ 81 82 และ 84% (%Wet Basis) ตามลำดับดังรูปที่ 3.5 เนื่องจากค่า Solubility ของไอโซโพรพานอลใน sc-CO₂ มีค่าต่ำกว่าเส้นค่า Solubility จึงทำให้ไอโซโพรพานอลที่อยู่ในโครงสร้างเจลสามารถละลายใน sc-CO₂ ได้เป็นอย่างดี



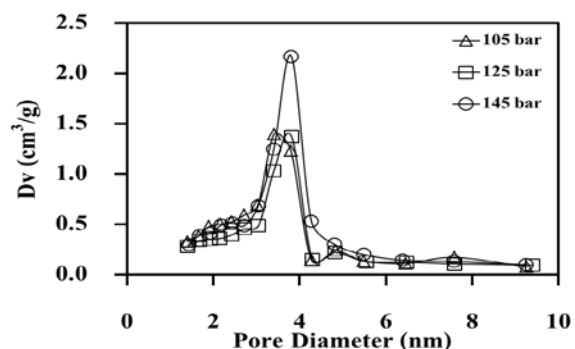
รูปที่ 3.5 อิทธิพลของความดันต่อประสิทธิภาพการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วย sc-CO₂

เมื่อพิจารณาถึงลักษณะพื้นฐานของอนุภาคเมื่อปรับเปลี่ยนความดันในการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วย sc-CO₂ พบว่าความดันในการทำแห้งไม่ส่งผลต่อลักษณะ

และขนาดของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของปฐมพร [7]

3.2.2 สมบัติรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

จากการศึกษาอิทธิพลของความดันในการทำแห้งเหนือวิกฤต เมื่อวิเคราะห์ไอโซเทอมของของการดูดซับและคายซับของแก๊สไนโตรเจนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ พบว่าเมื่อเพิ่มความดันในการทำแห้ง ปริมาณการดูดซับและการคายซับไนโตรเจนสูงขึ้น ซึ่งอนุภาคมีการกระจายตัวของขนาดรูพรุนอยู่ในช่วงของไมโครพอร์ สามารถอธิบายได้จากการกระจายตัวของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ดังรูปที่ 3.6 พบว่ามีช่วงการกระจายตัวอยู่ในลักษณะเดียวกันเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงความดันในการทำแห้งแต่ยังคงเป็นตัวทำละลายชนิดเดิม จึงไม่ส่งผลต่อช่วงการกระจายตัวของขนาดรูพรุน การเพิ่มความดันส่งผลทำให้มีปริมาณของขนาดรูพรุนเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากไอโซโพรพานอลละลายใน sc-CO₂ เพิ่มขึ้น โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุนมีค่าใกล้เคียงกับการเปลี่ยนชนิดตัวทำละลายซึ่งกล่าวมาแล้วในข้างต้น



รูปที่ 3.6 อิทธิพลของความดันที่มีผลต่อการกระจายตัวของขนาดรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

จากการวิเคราะห์สมบัติของรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจล พบว่าเมื่อเพิ่มความดันในการทำแห้งแบบเหนือวิกฤต ส่งผลทำให้มีปริมาณไมโครพอร์ ปริมาตรเมโซพอร์ และปริมาตรรูพรุนทั้งหมดเพิ่มมากขึ้น ความดัน 145 bar ทำให้คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์มีพื้นที่ผิวต่อน้ำหนักคือ 927 m²/g เนื่องจากการเพิ่มความดันเป็นการเพิ่มค่า Solubility ระหว่าง sc-CO₂ กับไอโซโพรพานอล ในลักษณะการเพิ่มจำนวนโมลของคาร์บอนไดออกไซด์

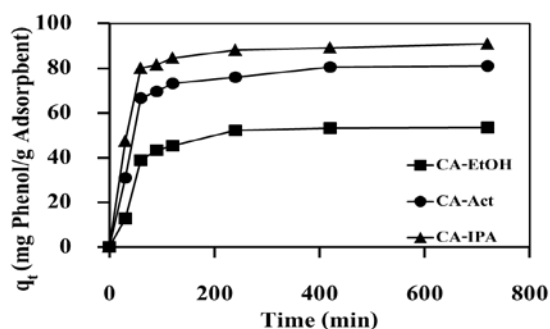
เข้าไปในระบบซึ่งทำให้เพิ่มความสามารถในการสกัดตัวทำละลายได้มากขึ้นดังตารางที่ 3

ตารางที่ 3 อิทธิพลของความดันต่อสมบัติรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลในการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตที่อุณหภูมิ 40° C

P (bar)	S _{BET} (m ² /g)	V _{mic} (cm ³ /g)	V _{mes} (cm ³ /g)	V _{total} (cm ³ /g)
105	746	0.30	0.41	0.58
125	697	0.28	0.38	0.54
145	927	0.38	0.45	0.70

3.3 ความสามารถในการดูดซับฟีนอลของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่มีการแลกเปลี่ยนตัวทำละลาย โดยใช้ตัวทำละลายคือ เอทานอล อะซิโตน และไอโซโพรพานอล ผ่านการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วย sc-CO₂ ที่ความดัน 105 bar อุณหภูมิ 40 °C นำมาทดสอบเปรียบเทียบความสามารถในการดูดซับฟีนอลของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์พบว่า CA-IPA มีปริมาณการดูดซับฟีนอล 91 mg/g โดยเข้าสู่สมดุลเมื่อเวลาผ่านไป 420 min ดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 ปริมาณการดูดซับฟีนอลของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

4. สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาอิทธิพลของตัวทำละลายในกระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลาย และการศึกษาอิทธิพลของความดันในกระบวนการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วย sc-CO₂ พบว่าเมื่อที่ใช้ไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลายซึ่งมีค่า Solubility สูงและผลต่างของค่าคงที่ไดอิลิกตริกมีค่าน้อยทำให้มีประสิทธิภาพการทำแห้งดีกว่าตัวทำละลาย

ชนิดอื่น เมื่อทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วยความดัน 145 bar อุณหภูมิ 40° C ที่มีโครงสร้างของคาร์บอนแอโรเจลได้มากขึ้น ทำให้มีพื้นที่ผิวต่อน้ำหนัก 927 m²/g เนื่องจากมีปริมาตรเมโซพอร์ 0.38 cm³/g ปริมาตรไมโครพอร์ 0.45 cm³/g และปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.70 cm³/g และจากการศึกษาประสิทธิภาพในการดูดซับ พบว่ามีปริมาณการดูดซับฟีนอล 91 mg/g

5. กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณสถาบันเทคโนโลยีไทย-ญี่ปุ่นที่สนับสนุนทุนวิจัย และขอขอบคุณสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังที่สนับสนุนการทำวิจัย

6. เอกสารอ้างอิง

- [1] H. Tamon, H. Ishizaka, T. araki and M. okazaki. "Control of Mesoporous of Organic and Carbon Aerogels," Carbon, Vol.36, pp.1257-1262, Oct., 1987.
- [2] Y. Jun-Bing, L. Li-Cheng, L. Lang, K. Fei-Yu, H. Zheng-Hong and W. Hui "Preparation and Properties of Phenolic Resin-Based Activated Carbon Spheres with Controlled Pore Size Distribution," Carbon, Vol. 40, pp. 911-916, Aug., 2002.
- [3] S. A. A-Muhtaseb and J. A. Ritter "Preparation and Properties of Resorcinol-Formaldehyde Organic and Carbon Gel," Adv. Mater., Vol.15, pp.101-114, Jan., 2003.
- [4] J. Chaichanawong, K. Kongcharoen and S. Areerat "Preparation of carbon aerogel microspheres by a simple-injection emulsification method," Adv. Power Tech., Vol. 24, pp.891-896, May, 2013
- [5] J. A. Dean, LANGE'S HANDBOOK OF CHEMISTRY, New York, MC Graw -Hill, 1999
- [6] A. A. Maryott and E. R. Smith. "Table of Dielectric Constants of Pure Liquids" National Bureau of Standards Circular 514, 1951.
- [7] P. Klueapsuwan, "Preparation of Carbon Aerogel Microspheres by Supercritical Carbon Dioxide Drying Process" Master of Engineering, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, 2013.