การทำแห้งเหนือวิกฤตของคาร์บอนแอโรเจล

Supercritical Drying of Carbon Aerogel

สุทัชชา รื่นรส* สุรชัย ฮ้อถาวรพัฒน์* จินตวัฒน์ ไชยชนะวงศ์** สุรัตน์ อารีรัตน์*

*สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

**สาขาวิชาวิศวกรรมการผลิต คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีไทย-ญี่ปุ่น

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษากระบวนการสังเคราะห์คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ผ่านกระบวนการโซลเจลพอลิคอนเดนเซชัน ตามด้วยกระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายกับน้ำภายในรูพรุน พร้อมทั้งกระบวนการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ และกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน โดยศึกษาอิทธิพลของตัวทำละลายในกระบวนการแลกเปลี่ยนระหว่างน้ำกับตัวทำละลายต่างๆ ได้แก่ เอทานอล อะซิโตน และไอโซโพรพานอล และศึกษาอิทธิพลของความดันในการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตที่ความดัน 105 125 และ 145 bar ต่อลักษณะสัณฐานวิทยาและสมบัติรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ โดยพบว่าตัวทำละลายในกระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายมีผลกับพื้นที่ผิวต่อน้ำหนัก สามารถอธิบายได้จากค่าการละลายและค่าคงที่ไดอิเล็กตริก ซึ่งคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่ใช้ไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลายในกระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายและใช้ความดันในการทำแห้งแบบเหนือวิกฤต 145 bar มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยช่วง 54 – 56 μm และมีพื้นที่ผิวต่อน้ำหนักเท่ากับ 927 m^2/g เมื่อนำคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่ผ่านกระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายและใช้ความดันในการทำแห้งแบบเหนือวิกฤต 105 bar ไปทดสอบการดูดซับฟีนอล พบว่าคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่ใช้ไอโซโพรพานอลในกระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายมีปริมาณการดูดซับฟีนอลที่อุณหภูมิ 30 ºC 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 ºC.

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. บทนำ

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

กระบวนการทำแห้งเป็นกระบวนการกำจัดตัวทำละลายที่อยู่ภายในรูพรุน ซึ่งกระบวนการทำแห้งมีหลายวิธี [3] ได้แก่ การทำแห้งแบบซับคริติคอล (Subcritical Drying) เป็นการทำแห้งภายใต้สภาวะต่ำกว่าจุดวิกฤตที่อาศัยการระเหยของตัวทำละลาย ซึ่งเกิดแรงคาปิลลารีเนื่องจากแรงตึงผิวของตัวทำละลาย เรียกวัสดุที่ได้จากกระบวนการนี้ว่าซีโรเจล (Xerogel) การทำแห้งแบบแช่แข็ง (Freeze Drying) เป็นการทำแห้งโดยอาศัยหลักการระเหิดโดยตัวทำละลายจะกลายเป็นของแข็งและเมื่อลดความดันลงอย่างรวดเร็วทำให้ตัวทำละลายระเหิดกลายเป็นไอเรียกวัสดุที่ได้จากกระบวนการนี้ว่าไครโอเจล (Cryogel) และการทำแห้งแบบเหนือวิกฤต (Supercritical Drying) เป็นการทำแห้งที่สภาวะอุณหภูมิและความดันสูงกว่าจุดวิกฤต ของไหลเหนือวิกฤต (Supercritical Fluid) มีแรงตึงผิวน้อยมากจึงทำให้มีการหดตัวของโครงสร้างน้อยและยังรักษาโครงสร้างของรูพรุนไว้ได้ โดยการทำแห้งเหนือวิกฤตนั้นนิยมใช้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เป็นตัวสกัดตัวทำละลายที่อยู่ภายในรูพรุนเรียกวัสดุที่ได้จากกระบวนการนี้ว่าแอโรเจล (Aerogel) จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้นำเข้าสู่กระบวนคาร์บอนไนเซชัน (Carbonization) ที่อุณหภูมิ 1,000 ºC ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนเพื่อเปลี่ยนเจลให้เป็นคาร์บอนทำให้มีความเสถียรและสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานต่างๆได้

งานวิจัยนี้จึงเป็นการศึกษาอิทธิพลของตัวทำละลายในขั้นตอนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลาย และศึกษาอิทธิพลของความดันในกระบวนการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ (Supercritical Carbon Dioxide Drying, sc-CO_2) ที่มีผลต่อลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคและสมบัติรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจล หลังจากนั้นนำคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้ไปทดสอบประสิทธิภาพการดูดซับฟีนอล

2. การทดลอง

2.1 วัสดุและสารเคมี

รีซอร์ซินอล ($C_6H_4(OH)_2$ จากบริษัท Fluka) ฟอร์มาลดีไฮด์ (HCHO จากบริษัท RCI Labscan) โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3 จากบริษัท Ajax Finechem) Sorbitan Monooleate ($C_{24}H_{44}O_6$ จากบริษัท SIGMA) ไซโคลเฮกเซน (C_6H_{12} จากบริษัท RCI Labscan) อะซิโตน (CH_3COCH_3 จากบริษัท RCI Labscan) เอทานอล (C_2H_5OH จากบริษัท RCI Labscan) ไอโซโพรพานอล (C_3H_7OH จากบริษัท RCI Labscan) น้ำกลั่น ฟีนอล (C_6H_5OH จากบริษัท BDH Chemicals) แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ความบริสุทธิ์ 99.95% และแก๊สไนโตรเจน ความบริสุทธิ์ 99.999%

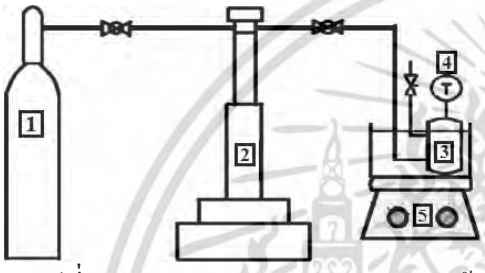
2.2 ขั้นตอนการทดลองและการวิเคราะห์ผล

2.2.1 การเตรียมคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

กำหนดอัตราส่วนรีซอร์ซินอลต่อฟอร์มาลดีไฮด์ (R/F) 1:2 mol:mol รีซอร์ซินอลต่อโซเดียมคาร์บอเนต (R/C) 50:1 mol:mol และรีซอร์ซินอลต่อน้ำ (R/W) 25:100 g/cm^3 จากนั้นผสมโดยปั่นกวนสารละลาย (สารละลายอาร์เอฟ) ที่ 25 ºC เป็นเวลา 1 h แล้วฉีดสารละลายอาร์เอฟผ่านเมทัลซินเตอร์ลงไปในสารละลายอินทรีย์ผสม (ไซโคลเฮกเซนและ Span 80 ประมาณ 7 %wt) ด้วยอัตราการฉีด 0.5 ml/h เป็นเวลา 2 h ซึ่งสารละลายอินทรีย์จะถูกปั่นกวนด้วยอัตราเร็ว 180 rpm [4] หลังจากนั้นปั่นกวนอิมัลชันที่ได้ เป็นเวลา 24 h ที่อุณหภูมิ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

25 °C แยกเจลออกจากสารละลายอินทรีย์ แล้วนำเจลไปแช่ในตัวทำละลายเป็นเวลา 24 h เพื่อศึกษาอิทธิพลของตัวทำละลายโดยตัวทำละลายที่ศึกษามี 3 ชนิดคือ เอทานอล อะซิโตน และไอโซโพรพานอล โดยกำหนดให้ผลิตภัณฑ์คาร์บอนแอโรเจลที่เปลี่ยนตัวทำละลายในข้างต้นใช้ตัวย่อคือ CA-EtOH, CA-Act และ CA-IPA ตามลำดับ จากนั้นนำอาร์เอฟเจลเข้าสู่กระบวนการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วย sc-CO_2 ดังรูปที่ 2.1 โดยบรรจุสารอาร์เอฟเจลที่ชั่งน้ำหนักแล้วลงในภาชนะทนความดันสูง ใช้ความดัน 105, 125 และ 145 bar ที่อุณหภูมิ 40 °C ทิ้งไว้เป็นเวลา 8 h



รูปที่ 2.1 แผนภาพกระบวนการทำแห้งด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต 1. ถังแก๊ส CO_2 2. ปั๊มความดันสูง (Syringe Pump) 3. ภาชนะทนแรงดันสูง (High Pressure Vessel) 4. เทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple) 5. อุปกรณ์ให้ความร้อนและชุดปั่นกวน (Stirrer)

จากนั้นตรวจสอบประสิทธิภาพในการทำแห้งโดยคำนวณหาปริมาณตัวทำละลายที่สกัดได้ (% Wet Basis) ดังสมการที่ 2.1

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

โดยที่ W_1 คือ น้ำหนักอาร์เอฟเจลก่อนทำแห้ง (g)
W_2 คือ น้ำหนักอาร์เอฟเจลหลังทำแห้ง (g)

นำอาร์เอฟแอโรเจลผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน โดยเตรียมเตาเผาให้อยู่ในสภาวะบรรยากาศเฉื่อยด้วยการป้อนแก๊สไนโตรเจนด้วยอัตราการไหล 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 Quantachorme รุ่น Autosorp-1

2.2.3 การทดลองดูดซับฟีนอลโดยใช้คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

นำคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ผ่านการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายและทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วย sc-CO_2 ที่ความดัน 105 bar อุณหภูมิ 40 °C มาทดลองดูดซับฟีนอลความเข้มข้นเริ่มต้น 100 mg/l โดยเขย่าด้วยเครื่องเขย่าที่ความเร็วรอบ 150 rpm ที่อุณหภูมิ 30 ºC 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-CO_2 ที่ความดัน 105 bar อุณหภูมิ 40 ºC พบว่าเมื่อเปลี่ยนชนิดตัวทำละลายเป็นไอโซโพรพานอลทำให้สามารถสกัดตัวทำละลายออกจากโครงสร้างเจล (%Wet Basis) เพิ่มขึ้น เนื่องจากไอโซโพรพานอลมีค่าการละลาย (Solubility) ใน sc-CO_2 สูงดังตารางที่ 1 โดยการคำนวณหาปริมาณของตัวทำละลายที่สกัดได้เป็นการคำนวณแบบ %Wet Basis เนื่องจากค่าความดันไอของตัวทำละลายที่นำมาศึกษามีค่าแตกต่างกัน เป็นผลทำให้น้ำหนักอาร์เอฟเจลก่อนทำแห้งมีค่าแตกต่างกัน

ตารางที่ 1 อิทธิพลของตัวทำละลายต่อประสิทธิภาพการทำแห้ง (%Wet Basis)

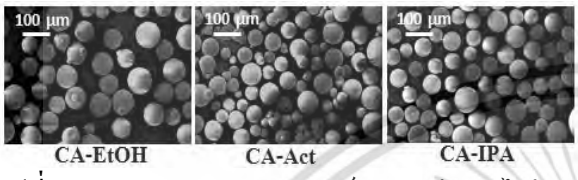
Sample	Vapor pressure (mmHg) [5]	Solubility (mol/mol)*	%Wet Basis
CA-EtOH	60	1.10×10^{-3}	73%
CA-Act	231	1.03×10^{-2}	80%
CA-IPA	45	1.20×10^{-2}	81%

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.1.2 ลักษณะสัณฐานวิทยาของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

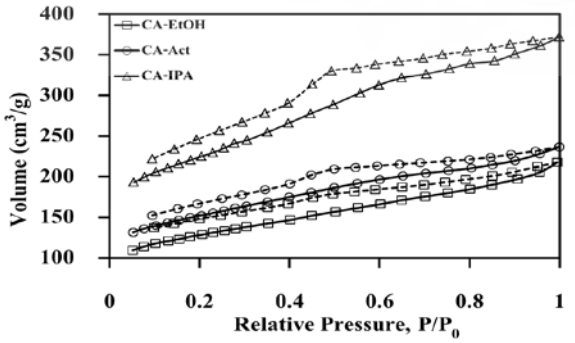
ภาพสัณฐานวิทยาของคาร์บอนแอโรเจลเมื่อเปลี่ยนชนิดของตัวทำละลายในขั้นตอนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลาย แสดงในรูปที่ 3.1 พบว่าการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายที่ศึกษาไม่ส่งผลต่อลักษณะของคาร์บอนแอโรเจล โดยอนุภาคมีลักษณะเป็นทรงกลมและมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคอยู่ในช่วง 54-56 µm



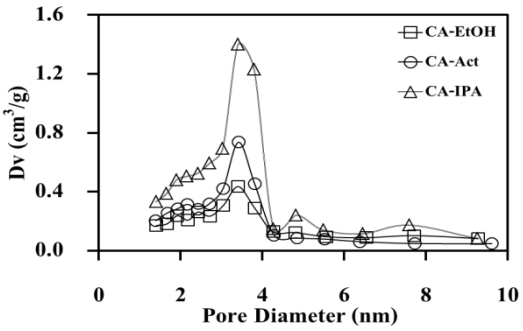
รูปที่ 3.1 ภาพสัณฐานวิทยาของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์เมื่อเปลี่ยนชนิดตัวทำละลาย

3.1.3 สมบัติรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

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



รูปที่ 3.2 อิทธิพลของตัวทำละลายต่อไอโซเทอมของการดูดซับและการคายซับของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์



รูปที่ 3.3 อิทธิพลของตัวทำละลายที่มีผลต่อการกระจายตัวของขนาดรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

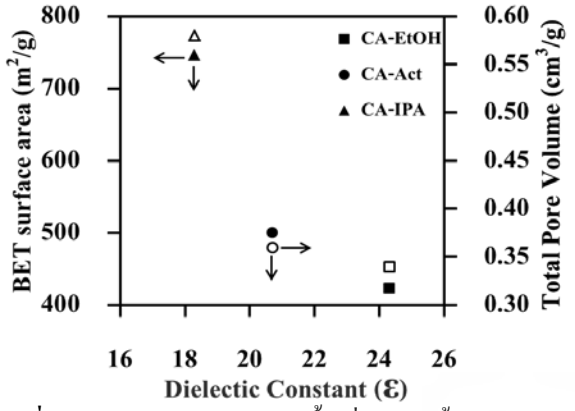
จากการวิเคราะห์สมบัติของรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ดังตารางที่ 2 พบว่าเมื่อเปลี่ยนชนิดตัวทำละลายเป็นไอโซโพรพานอล ทำให้คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์มีปริมาตรไมโครพอร์ ปริมาตรเมโซพอร์ และปริมาตรรูพรุนทั้งหมดมาก ส่งผลทำให้มีพื้นที่ผิวต่อน้ำหนักคือ 746 m^2/g เนื่องจากไอโซโพรพานอลมีค่า Solubility ใน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

ตารางที่ 2 อิทธิพลของตัวทำละลายต่อสมบัติรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลในการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วย sc-CO_2 ที่ความดัน105 bar และอุณหภูมิ 40 ºC

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]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

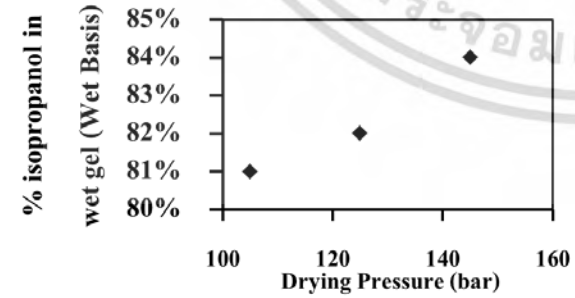


รูปที่ 3.4 ความสัมพันธ์ของพื้นที่ผิวต่อน้ำหนักและปริมาตรของรูพรุนทั้งหมดของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์กับค่าคงที่ไดอิเล็กตริก

3.2 อิทธิพลของความดันในการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วย sc-CO_2

3.2.1 ประสิทธิภาพการทำแห้งและลักษณะสัณฐานวิทยาของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

เมื่อนำอาร์เอฟเจลที่ใช้ไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลายในขั้นตอนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลาย ผ่านกระบวนการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วย sc-CO_2 โดยใช้ความดันในการทำแห้งคือ 105 125 และ 145 bar ที่อุณหภูมิ 40 ºC พบว่าสามารถสกัดไอโซโพรพานอลออกจากโครงสร้างเจลได้มากขึ้นคือ 81 82 และ 84% (%Wet Basis) ตามลำดับดังรูปที่ 3.5 เนื่องจากค่า Solubility ของไอโซโพรพานอลใน sc-CO_2 มีค่าต่ำกว่าเส้นค่า Solubility จึงทำให้ไอโซโพรพานอลที่อยู่ในโครงสร้างเจลสามารถละลายใน sc-CO_2 ได้เป็นอย่างดี

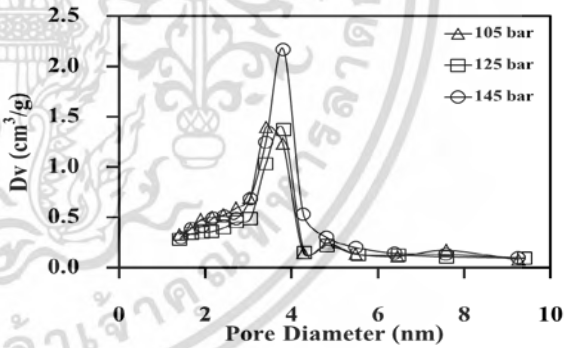


รูปที่ 3.5 อิทธิพลของความดันต่อประสิทธิภาพการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วย sc-CO_2

เมื่อพิจารณาลักษณะสัณฐานของอนุภาคเมื่อปรับเปลี่ยนความดันในการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วย sc-CO_2 พบว่าความดันในการทำแห้งไม่ส่งผลต่อลักษณะและขนาดของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของปฐมพร [7]

3.2.2 สมบัติรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

จากการศึกษาอิทธิผลของความดันในการทำแห้งเหนือวิกฤติ เมื่อวิเคราะห์ไอโซเทอมของของการดูดซับและคายซับของแก๊สไนโตรเจนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ พบว่าเมื่อเพิ่มความดันในการทำแห้งปริมาณการดูดซับและการคายซับไนโตรเจนสูงขึ้นซึ่งอนุภาคมีการกระจายตัวของขนาดรูพรุนอยู่ในช่วงของไมโครพอร์ สามารถอธิบายได้จากการกระจายตัวของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ดังรูปที่ 3.6 พบว่ามีช่วงการกระจายตัวอยู่ในลักษณะเดียวกันเนื่องจากเป็นการเปลี่ยนแปลงความดันในการทำแห้งแต่ยังคงเป็นตัวทำละลายชนิดเดิม จึงไม่ส่งผลต่อช่วงการกระจายตัวของขนาดรูพรุน การเพิ่มความดันส่งผลทำให้มีปริมาณของขนาดรูพรุนเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากไอโซโพรพานอลละลายใน sc-CO_2 เพิ่มขึ้น โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุนมีค่าใกล้เคียงกับการเปลี่ยนชนิดตัวทำละลายซึ่งกล่าวมาแล้วในข้างต้น



รูปที่ 3.6 อิทธิพลของความดันที่มีผลต่อการกระจายตัวของขนาดรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

จากการวิเคราะห์สมบัติของรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจล พบว่าเมื่อเพิ่มความดันในการทำแห้งแบบเหนือวิกฤต ส่งผลทำให้มีปริมาตรไมโครพอร์ ปริมาตรเมโซพอร์ และปริมาตรรูพรุนทั้งหมดเพิ่มมากขึ้น ความดัน 145 bar ทำให้คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์มีพื้นที่ผิวต่อน้ำหนักคือ 927 m^2/g เนื่องจากการเพิ่มความดันเป็นการเพิ่มค่า Solubility ระหว่าง sc-CO_2 กับไอโซโพรพานอลในลักษณะการเพิ่มจำนวนโมลของคาร์บอนไดออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

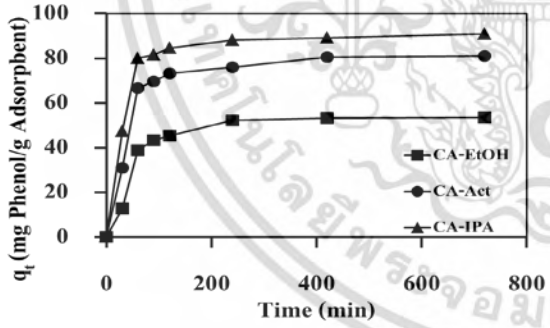
เข้าไปในระบบซึ่งทำให้เพิ่มความสามารถในการสกัดตัวทำละลายได้มากขึ้นดังตารางที่ 3

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-CO_2 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-CO_2 พบว่าเมื่อที่ใช้ไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลายซึ่งมีค่า Solubility สูงและผลต่างของค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมีค่าน้อยทำให้มีประสิทธิภาพการทำแห้งดีกว่าตัวทำละลายชนิดอื่น เมื่อทำแห้งแบบเหนือวิกฤตด้วยความดัน 145 bar อุณหภูมิ 40° C ที่มีโครงสร้างของคาร์บอนแอโรเจลได้มากขึ้น ทำให้มีพื้นที่ผิวต่อน้ำหนัก 927 m^2/g เนื่องจากมีปริมาตรเมโซพอร์ 0.38 cm^3/g ปริมาตรไมโครพอร์ 0.45 cm^3/g และปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.70 cm^3/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 Resorcoinol-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.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้