



รายงานฉบับสมบูรณ์

การพัฒนากระบวนการสังเคราะห์คาร์บอนรูพรุน
Development of Synthetic Process of Porous Carbon

ผศ.ดร. จินตวัฒน์ ไชยชนะวงศ์
Asst. Prof. Jintawat Chaichanawong, D.Eng.

TNI

คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีไทย-ญี่ปุ่น
พ.ศ. 2558

บทคัดย่อ

โครงการวิจัยนี้มุ่งเน้นการพัฒนากระบวนการสังเคราะห์คาร์บอนรูพรุนที่ไม่ซับซ้อนและมีประสิทธิภาพ โดยแบ่งงานวิจัยออกเป็น 3 ส่วน ส่วนที่หนึ่งมุ่งเน้นการใช้วัตถุดิบจากวัสดุเหลือใช้หรือผลผลิตจากการเกษตรเพื่อผลิตถ่านกัมมันต์ ส่วนที่สองเน้นพัฒนาแนวทางเบื้องต้นในการสังเคราะห์คาร์บอนรูพรุนชนิดเม็ดด้วยกระบวนการโซล-เจลพอลิคอนเดนเซชันโดยใช้เทคนิคการปั่นกวนอย่างง่าย และส่วนที่สามเป็นการทดลองผลิตถ่านกัมมันต์ที่ได้ในการประยุกต์ใช้สำหรับการบำบัดน้ำเสีย

จากการศึกษาการผลิตถ่านกัมมันต์จากเมล็ดมะขามสามารถผลิตได้ด้วยวิธีการคาร์บอนในเซชันภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน พบว่าอุณหภูมิการไพโรไลซิสเป็นปัจจัยสำคัญที่สุดที่มีผลต่อคุณสมบัติรูพรุนของถ่านกัมมันต์ และสามารถปรับปรุงคุณสมบัติรูพรุนได้ด้วยการกระตุ้นทางเคมีโดยใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH)

ในการศึกษาการสังเคราะห์คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ โดยใช้วิธีการฉีดอย่างง่าย ให้เกิดเป็นอิมัลชัน ผ่านกระบวนการโซลเจลพอลิคอนเดนเซชันของสารละลายรีซอร์ซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ โดยใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้นนำมาผ่านกระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายกับน้ำภายในรูพรุนโดยใช้เอซิโตน การทำแห้งแบบเหนียววิกฤตโดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต และการทำคาร์บอนในเซชันในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนที่อุณหภูมิสูง โดยการศึกษาอิทธิพลของเวลาบ่มก่อนการฉีด 1-4 ชั่วโมง อัตราการฉีด 0.25-1.00 mL/h และอัตราการปั่นกวนของเฟสต่อเนื่อง 180-450 rpm ที่มีผลต่อขนาดของอนุภาคและสมบัติรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้ พบว่าประสบความสำเร็จในการเตรียมคาร์บอนแอโรเจลที่มีรูปร่างทรงกลม ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้อยู่ในช่วงประมาณ 20 ถึง 55 μm โดยการเพิ่มเวลาบ่มก่อนการฉีด จะไม่ส่งผลต่อขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่ได้รับ คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์โดยใช้เวลาบ่มก่อนการฉีด 1 2 3 และ 4 ชั่วโมง จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาค 44.6 42.7 42.5 และ 43.2 μm ตามลำดับ จะส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) ปริมาตรไมโครพอร์ และปริมาตรรูพรุนทั้งหมดเพิ่มขึ้น ขณะที่การเพิ่มอัตราการฉีดทำให้ขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้จะมีขนาดเล็กลง โดยที่คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราการฉีด 0.25 0.50 0.75 และ 1.00 mL/h จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาค 55.1 44.6 37.3 และ 31.6 μm ตามลำดับ จะส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) ปริมาตรเมโซพอร์ และปริมาตรรูพรุนทั้งหมดลดลง ส่วนการเพิ่มอัตราการปั่นกวน ขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้ จะมีขนาดอนุภาคที่เล็กลง โดยที่คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราการปั่นกวน 180 260 360 และ 450 rpm จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาค 44.6 36.7 25.7 และ 20.8 μm ตามลำดับ จะส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) ปริมาตรไมโครพอร์ และปริมาตรรูพรุนทั้งหมดลดลง

จากการศึกษาความสามารถในการดูดซับฟีนอล โดยนำคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้เวลาบ่มก่อนการฉีด 1 ชั่วโมง อัตราการฉีด 0.5 mL/h และอัตราการปั่นกวนของเฟสต่อเนื่อง 180 rpm มาทดลองดูดซับฟีนอล พบว่าสามารถดูดซับได้ปริมาณ 29.20 mg/g ที่อุณหภูมิคงที่ 30 °C ซึ่งสามารถดูดซับได้มากกว่าตัวดูดซับถ่านกัมมันต์เชิงการค้าประมาณ 11 เท่า

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยนี้สำเร็จได้ ข้าพเจ้าขอกราบขอบพระคุณ รศ.ดร.ธวัชชัย ชรินพานิชกุล ผู้อำนวยการศูนย์เชี่ยวชาญเฉพาะทางด้านเทคโนโลยีอนาคต คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และผศ.ดร.สุรัตน์ อาริรัตน์ อาจารย์ประจำสาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังลาดกระบัง ที่ให้คำแนะนำและคอยช่วยเหลือในระหว่างการทำวิจัย ตลอดจนได้ให้ความกรุณาอนุเคราะห์อุปกรณ์การวิจัยและสถานที่สำหรับใช้ในการทำงานวิจัย จนโครงการวิจัยนี้เสร็จสมบูรณ์

ขอกราบขอบพระคุณ Dr. Kyuya Nakagawa (Kyoto University) และ Dr. Takuji Yamamoto (University of Hyogo) ที่ให้ความกรุณาอนุเคราะห์เตาเผาแบบท่อสำหรับใช้ในการทำงานวิจัย และให้คำแนะนำในการเริ่มทำโครงการการทำวิจัยนี้

ขอขอบคุณ นายมรรณพ พักขาว และ นางสาวสิรี บุราภรณ์พงศ์ (ผู้ช่วยวิจัยประจำโครงการ) นายกรณิศ คงเจริญ และ นางสาวปฐมพร เคลือบสุวรรณ (นักศึกษาปริญญาโทสาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังลาดกระบัง) นายธนพงษ์ จารุโรจน์พีระ และ นางสาวณัฐกานต์ เนยเขียว (นักศึกษาปริญญาตรีหลักสูตรวิศวกรรมการผลิต คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีไทย-ญี่ปุ่น) ที่ร่วมทำงานวิจัยจนโครงการนี้สำเร็จ

หากเกิดความผิดพลาดใดในงานวิจัย ข้าพเจ้าน้อมรับไว้ ณ ที่นี้ และข้าพเจ้ายินดีที่จะนำข้อเสนอแนะไปใช้ประกอบการศึกษาค้นคว้าและพัฒนาเพื่อเป็นประโยชน์ต่อไปในอนาคต

ผศ.ดร. จินตวัฒน์ ไชยชนะวงศ์
หัวหน้าโครงการวิจัย

TNI

TAHITI - NICHI INSTITUTE OF TECHNOLOGY

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ.....	i
กิตติกรรมประกาศ.....	ii
สารบัญ.....	iii
สารบัญตาราง.....	iv
สารบัญรูป.....	vii
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตการวิจัย.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 วัสดุคาร์บอนรูพรุน (Porous Carbon).....	4
2.2 ถ่านกัมมันต์ (Activated Carbon).....	5
2.2.1 การคาร์บอนไนเซชัน (Carbonization).....	5
2.2.2 การกระตุ้น (Activation).....	6
2.3 โซล-เจลเทคโนโลยี (Sol-Gel Technology)	7
2.3.1 การเตรียมเจล.....	7
2.3.2 การทำให้เกิดเจล.....	8
2.3.3 การทำเจลให้แห้ง.....	8
2.3.4 รีซอร์ซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์คาร์บอนเจล.....	9
2.4 การดูดซับ (Adsorption)	12
2.4.1 ประเภทของการดูดซับ.....	12
2.4.2 ประเภทของสารดูดซับ.....	13
2.4.3 ไอโซเทอर्मของการดูดซับ.....	13
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	14

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 3 การทดลอง	19
3.1 การสังเคราะห์ถ่านกัมมันต์จากเมล็ดมะขาม.....	19
3.1.1 วัสดุและสารเคมี	19
3.1.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ทำการวิจัย.....	19
3.1.3 การสังเคราะห์ถ่านกัมมันต์จากเมล็ดมะขามโดยการกระตุ้นทางเคมี.....	20
3.1.4 การศึกษาคุณลักษณะของถ่านกัมมันต์	21
3.2 การสังเคราะห์คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์โดยวิธีการทำให้เกิดอิมัลชันผ่านการฉีด อย่างง่าย	21
3.2.1 วัสดุและสารเคมี	21
3.2.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ทำการวิจัย.....	22
3.2.3 การเตรียมคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์	22
3.2.4 การศึกษาคุณลักษณะของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์	24
3.3 การศึกษาความสามารถในการดูดซับฟีนอล	25
3.3.1 การทดลองดูดซับฟีนอลด้วยคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์.....	25
3.3.2 การคำนวณหาปริมาณของฟีนอลที่ถูกดูดซับ	25
บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล.....	27
4.1 การสังเคราะห์ถ่านกัมมันต์จากเมล็ดมะขาม	27
4.2 การศึกษาการสังเคราะห์คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์โดยวิธีการทำให้เกิดอิมัลชัน ผ่านการฉีดอย่างง่าย	29
4.2.1 อิทธิพลของเวลาบ่มก่อนการฉีดต่อขนาดของอนุภาคและสมบัติ ของรูพรุน	29
4.2.2 อิทธิพลของอัตราการฉีดต่อขนาดของอนุภาคและสมบัติของรูพรุน	34
4.2.3 อิทธิพลของอัตราการปั่นกววนของเฟสต่อเนื่องต่อขนาดของอนุภาค และสมบัติของรูพรุน.....	38
4.3 การศึกษาความสามารถในการดูดซับฟีนอล	43

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 5 สรุปผลการศึกษาและข้อเสนอแนะ.....	45
5.1 สรุปผลการศึกษา	45
5.1.1 การสังเคราะห์ถ่านกัมมันต์จากเมล็ดมะขาม.....	45
5.1.2 การศึกษาการสังเคราะห์คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์โดยวิธีการ ทำให้เกิดอิมัลชันผ่านการฉีดยาง่าย	47
5.1.3 การศึกษาความสามารถในการดูดซับฟีนอล	47
5.2 ข้อเสนอแนะ	48
บรรณานุกรม	47
ภาคผนวก	50
ผลงานตีพิมพ์.....	50



TNI

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
4.1 ผลการวิเคราะห์แบบประมาณ (Proximate analysis) ของเมล็ดมะขาม	27
4.2 สมบัติรูปพูนในเงื่อนไขการทดลองของถ่านกัมมันต์	28
4.3 คุณลักษณะของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่เตรียมโดยใช้เวลารับก่อนการฉีดยาต่างกัน	34
4.4 คุณลักษณะของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่เตรียมโดยใช้อัตราการผลิตต่างกัน	37
4.5 คุณลักษณะของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่เตรียมโดยใช้อัตราการผลิตต่างกัน ของเฟสต่อเนื่องต่างกัน	42



สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 โครงสร้างรูปพรุนของวัสดุคาร์บอนรูปพรุน.....	4
2.2 กลไกการเกิดปฏิกิริยาพอลิคอนเดนเซชันของรีซอร์ซินอลกับฟอร์มัลดีไฮด์	10
2.3 การเติบโตของรีซอร์ซินอลฟอร์มัลดีไฮด์พอลิเมอร์	10
2.4 ไอโซเทอร์มของการดูดซับตามการจำแนกของ IUPAC	13
3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์ถ่านกัมมันต์จากเมล็ดมะขามโดยการกระตุ้นทางเคมี.....	20
3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการสังเคราะห์คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์	23
4.1 ผลการวิเคราะห์ TG-DTG ของเมล็ดมะขาม	28
4.2 การเปลี่ยนแปลงความหนืดสัมพัทธ์ของสารละลายอาร์เอฟที่ 25 °C	30
4.3 สันฐานวิทยาของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้ ที่เตรียมโดยใช้เวลาลบก่อนการฉีด 1 2 3 และ 4 ชั่วโมง.....	31
4.4 ขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดย ใช้เวลาลบก่อนการฉีดต่างกัน.....	31
4.5 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้เวลาลบก่อนการฉีดต่างกัน.....	32
4.6 ไอโซเทอร์มการดูดซับและคายซับของก๊าซไนโตรเจนบนคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ซึ่งเตรียมตัวอย่างโดยใช้เวลาลบก่อนการฉีด 1 และ 4 ชั่วโมง.....	33
4.7 การกระจายตัวของขนาดรูปพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้เวลาลบก่อนการฉีด 1 และ 4 ชั่วโมง.....	34
4.8 สันฐานวิทยาของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้ ที่เตรียมด้วยอัตราการฉีด 0.25 0.50 0.75 และ 1.00 ml/h.....	35
4.9 ขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดย ใช้อัตราการฉีดต่างกัน	35
4.10 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้อัตราการฉีดต่างกัน	36
4.11 ไอโซเทอร์มการดูดซับและคายซับของแก๊สไนโตรเจนบนคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ซึ่งเตรียมตัวอย่างโดยใช้อัตราการฉีด 0.5 และ 1.00 ml/h	47

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.12 การกระจายตัวของขนาดรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้อัตราการฉีด 0.5 และ 1.00 mL/h	38
4.13 สัณฐานวิทยาของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้ ที่เตรียมด้วยอัตราการปั่นกวของเฟสต่อเนื่อง 180 260 360 และ 450 rpm	39
4.14 ขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดย ใช้อัตราการปั่นกวของเฟสต่อเนื่องต่างกัน	39
4.15 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้อัตราการปั่นกวของเฟสต่อเนื่องต่างกัน	40
4.16 ไอโซเทอร์มการดูดซับและคายซับของแก๊สไนโตรเจนบนคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ซึ่งเตรียมตัวอย่างโดยใช้อัตราการปั่นกวของเฟสต่อเนื่อง 180 และ 450 rpm	43
4.17 การกระจายตัวของขนาดรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้อัตราการปั่นกวของเฟสต่อเนื่อง 180 และ 450 rpm	42
4.18 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณดูดซับจำเพาะของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ กับระยะเวลาในการดูดซับ	43



TNi

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

คาร์บอนรูพรุน (Porous carbon) เช่น คาร์บอนเจล (Carbongel) ถ่านกัมมันต์ (Activated carbon) นิยมนำไปใช้เป็นตัวดูดซับในกระบวนการดูดซับ [1-3] เนื่องจากมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง ส่งผลให้มีความจุในการดูดซับสูง นอกจากนี้คาร์บอนรูพรุนยังสามารถใช้ในกระบวนการคະຕະໂລດิกส้ออกซิเดชัน เช่น ในกระบวนการบำบัดน้ำเสียที่มีการใช้โอโซนร่วมกับการดูดซับ [4,5] คาร์บอนรูพรุนยังสามารถแบ่งตามลักษณะรูปร่างได้ 3 ประเภทดังนี้ ชนิดผงละเอียด ชนิดเม็ด และชนิดเกล็ด โดยชนิดผงละเอียดสามารถกระจายตัวในน้ำได้ดี แต่ไม่สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ นิยมนำไปใช้ในอุตสาหกรรมที่เกี่ยวข้องกับสารละลายหรือของเหลว เช่น ใช้ฟอกสีและดูดกลิ่นในอุตสาหกรรมน้ำตาล การผลิตน้ำมันพืช อุตสาหกรรมอาหาร และการทำน้ำให้บริสุทธิ์ ส่วนชนิดเม็ดหรือชนิดเกล็ด จะสามารถนำมา Regeneration เพื่อนำกลับมาใช้ใหม่ได้ คาร์บอนรูพรุนชนิดเม็ดนิยมใช้ในกระบวนการแยกสารเคมีที่เป็นพิษ กระบวนการทำก๊าซให้บริสุทธิ์ เช่น เครื่องกรองอากาศ เครื่องกันก๊าซพิษ กันกรองบูห์ รวมถึงการบำบัดน้ำเสีย [4-6] เป็นต้น

คาร์บอนรูพรุนสามารถผลิตได้หลายวิธี เช่น การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจลพอลิคอนเดนเซชัน (Sol-gel polycondensation) ตามด้วยการทำให้แห้ง (Drying) และคาร์บอนไนเซชัน (Carbonization) ตามลำดับ [7, 8] ซึ่งคาร์บอนรูพรุนที่ได้จะเรียกว่า “คาร์บอนเจล” โดยจะมีชื่อเรียกแบ่งย่อยอีกตามกระบวนการทำให้แห้ง ตัวอย่างเช่น คาร์บอนเจลที่ได้จากกระบวนการทำให้แห้งด้วยความเย็น โดยการแช่แข็งและตามด้วยการระเหิดตัวทำละลาย คาร์บอนที่ได้จากกระบวนการนี้เรียกว่า คาร์บอนไครโอเจล (Carbon cryogel) ซึ่งจะสามารถควบคุมคุณลักษณะ เช่น ขนาดรูพรุน พื้นที่ผิวจำเพาะของคาร์บอนได้ง่ายเพียงแค่ปรับเปลี่ยนสภาวะในแต่ละขั้นตอน และยังสามารถทำทั้งในรูปแบบเม็ดและผง อย่างไรก็ตามต้นทุนของวิธีการนี้ยังมีราคาค่อนข้างสูงเนื่องจากมีกระบวนการค่อนข้างซับซ้อน ใช้สารเคมีที่ยังมีราคาแพง และปริมาณการผลิตต่อแบทช์น้อย นอกจากนี้ยังมีกระบวนการผลิตอื่นที่สามารถผลิตคาร์บอนรูพรุนที่เรียกว่า “ถ่านกัมมันต์” ได้จากวัสดุเหลือใช้และผลผลิตจากการเกษตรโดยการเผาที่ความร้อนสูง ตามด้วยการปรับปรุงคุณสมบัติด้วยกรด เบส หรือไอน้ำ เช่น กะลามะพร้าว กะลาปาล์ม ไม้ไผ่ เป็นต้น แม้ว่าวิธีการนี้จะควบคุมคุณลักษณะได้ค่อนข้างยาก เนื่องจากวัตถุดิบจะมีความหลากหลายและมีคุณสมบัติแตกต่างกัน และไม่สามารถผลิตเป็นเม็ดได้โดยตรง แต่ก็เป็นที่นิยมและมีการ

ผลิตในเชิงอุตสาหกรรม เนื่องจากวัตถุดิบเหล่านี้มีปริมาณมากและมีต้นทุนต่ำ สามารถผลิตในปริมาณมากๆได้ โดยเฉพาะในประเทศไทยซึ่งเป็นประเทศเกษตรกรรม มีผลผลิตและวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรอีกจำนวนมากที่ยังไม่มีการนำมาประยุกต์ใช้เพื่อให้เกิดประโยชน์สูงสุด

จากการศึกษาแนวโน้มในการพัฒนากระบวนการผลิตคาร์บอนรูพรุน พบว่าแต่กระบวนการผลิตแต่ละชนิดมีข้อดี และข้อจำกัดที่แตกต่างกันออกไป ทางคณะผู้วิจัยเล็งเห็นว่ายังสามารถพัฒนากระบวนการผลิตให้ง่ายแต่ยังคงคุณสมบัติของคาร์บอนรูพรุนที่ดีได้ ดังนั้นโครงการวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นการพัฒนากระบวนการสังเคราะห์คาร์บอนรูพรุนที่ไม่ซับซ้อนและมีประสิทธิภาพ โดยแบ่งงานวิจัยออกเป็น 3 ส่วน ส่วนที่หนึ่งมุ่งเน้นการใช้วัตถุดิบจากวัสดุเหลือใช้หรือผลผลิตจากการเกษตรเพื่อผลิตถ่านกัมมันต์ ส่วนที่สองเน้นพัฒนาแนวทางเบื้องต้นในการสังเคราะห์คาร์บอนรูพรุนชนิดเม็ดด้วยกระบวนการโซล-เจลพอลิคอนเดนเซชันโดยใช้เทคนิคการปั้นก้อนอย่างง่าย โดยใช้ชุดอุปกรณ์อย่างง่ายที่ประกอบขึ้นเอง เพื่อทดแทนขั้นตอนการฉีดเป็นเม็ดในอ่างน้ำมัน (Oil bath) ที่อุณหภูมิประมาณ $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ของวิธีการ Syringe Injection ที่มีกระบวนการค่อนข้างซับซ้อน และปริมาณที่ได้ต่อแบทช์ (Batch) ไม่สูง โดยเทคนิคการปั้นก้อนนี้จะสามารถผลิตคาร์บอนชนิดเม็ดได้และสามารถควบคุมคุณลักษณะต่างๆที่สำคัญของรูพรุน เช่น ขนาดรูพรุน พื้นที่ผิวจำเพาะของคาร์บอน และขนาดเม็ดคาร์บอนได้เช่นเดียวกันกับวิธีการ Syringe Injection และส่วนที่สามเป็นการทดลองผลิตถ่านกัมมันต์ที่สังเคราะห์ได้ในการประยุกต์ใช้สำหรับการบำบัดน้ำเสีย

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1.2.1 พัฒนาการบวนการสังเคราะห์คาร์บอนรูพรุนโดยใช้วัตถุดิบจากวัสดุเหลือใช้หรือผลผลิตจากการเกษตร

1.2.2 พัฒนาการบวนการสังเคราะห์คาร์บอนรูพรุนชนิดเม็ดที่ไม่ซับซ้อนและสามารถควบคุมคุณลักษณะเฉพาะของคาร์บอนรูพรุนได้ เช่น พื้นที่ผิวจำเพาะ ขนาดรูพรุน ขนาดของเม็ดคาร์บอน เป็นต้น

1.2.3 ประยุกต์ใช้คาร์บอนรูพรุนที่ผลิตได้ ในการบำบัดน้ำเสีย

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 การพัฒนากระบวนการสังเคราะห์คาร์บอนรูพรุนโดยใช้วัตถุดิบจากวัสดุเหลือใช้หรือผลผลิตจากการเกษตร

- 1) การพัฒนากระบวนการสังเคราะห์ถ่านกัมมันต์ โดยใช้วัตถุดิบจากวัสดุเหลือใช้หรือผลผลิตจากการเกษตร โดยใช้เมล็ดมะขามเป็นวัตถุดิบในการศึกษา

- 2) ศึกษาคุณสมบัติเบื้องต้นและกระบวนการในการผลิตถ่านกัมมันต์ โดยใช้ไม้ติ่มมะขาม ซึ่งตัวแปรในกระบวนการผลิตที่นำมาศึกษา ได้แก่ อุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน อัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจนขณะทำการเผา และเวลาที่ใช้ในการเผาถ่านกัมมันต์ ณ อุณหภูมิที่กำหนด เพื่อให้ได้ประสิทธิภาพสูงสุด

1.3.2 การพัฒนากระบวนการสังเคราะห์คาร์บอนรูพรุนชนิดเม็ด

- 1) ศึกษาการสังเคราะห์คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ โดยวิธีการทำให้เกิดอิมัลชันผ่านการฉีดอย่างง่าย ผ่านกระบวนการโซลเจลพอลิคอนเดนเซชันของสารละลายริซอร์ซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์ จากนั้นนำมาผ่านกระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลาย การทำแห้งแบบเหนือวิกฤตโดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์ และการทำคาร์บอนไนเซชันในบรรยากาศของไนโตรเจน
- 2) ศึกษาอิทธิพลของสภาวะในการสังเคราะห์ ได้แก่ เวลาบ่มก่อนการฉีดในช่วง 1 – 4 h อัตราการฉีดในช่วง 0.25 – 1.00 ml/h และอัตราการปั่นกววนของเฟสต่อเนื่องในช่วง 180 – 450 rpm ที่มีผลต่อขนาดอนุภาคและสมบัติรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้

1.3.3 การประยุกต์ใช้คาร์บอนรูพรุนที่ผลิตได้ ในการบำบัดน้ำเสีย

- 1) ทดสอบการดูดซับฟีนอล เพื่อหาความสามารถในการดูดซับของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่เตรียมได้

TNI

TAHTI - NICHI INSTITUTE OF TECHNOLOGY

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

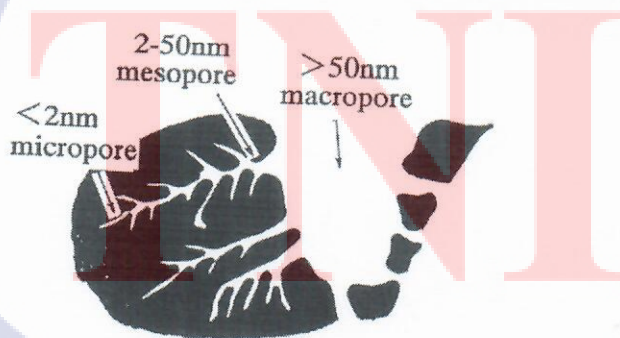
2.1 วัสดุคาร์บอนรูพรุน (Porous Carbon) [9]

คาร์บอนถูกนำเข้ามาามีบทบาทในการประยุกต์ทำเป็นวัสดุ เพื่อนำคุณสมบัติที่ดีของคาร์บอนมาประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรม เช่น เส้นใยคาร์บอน (Carbon Fibers) แกรไฟต์ (Graphite) และถ่านกัมมันต์ (Activated carbon) เป็นต้น วัสดุคาร์บอนสามารถเกิดจากวัสดุทางธรรมชาติ และวัสดุสังเคราะห์ คาร์บอนรูพรุนชนิดเม็ดเป็นตัวเลือกหนึ่งที่ถูกนำไปใช้ประโยชน์ เนื่องจากมีความเสถียรทางความร้อน มีพื้นที่ผิวต่อน้ำหนักสูง มีความสามารถในการดูดซับได้ดี และสามารถนำไฟฟ้าได้ดี จึงมีการนำคาร์บอนรูพรุนไปศึกษาเพื่อประยุกต์ใช้ในหลายด้าน โดยวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่มีการศึกษาอย่างกว้างขวาง ได้แก่ ถ่านกัมมันต์ (Activated carbon) ซีโอไลต์ (Zeolite) และคาร์บอนแอโรเจล (Carbon aerogel) เป็นต้น

การแบ่งชนิดของรูพรุน

การสังเคราะห์วัสดุคาร์บอนรูพรุนควรพิจารณาให้มีลักษณะเหมาะสมกับการใช้งาน โดยเฉพาะเรื่องขนาดของรูพรุน ซึ่งจะมีประโยชน์และความเหมาะสมสำหรับการใช้งานที่แตกต่างกัน การแบ่งชนิดของรูพรุน โดยใช้เกณฑ์ของขนาดรูพรุนเป็นเกณฑ์ในการกำหนด สามารถแบ่งออกเป็น 3 ชนิด ดังรูปที่ 2.1 ได้แก่

- 1) รูพรุนแบบมาโครพอร์ (Macropores) มีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุนมากกว่า 50 nm
- 2) รูพรุนแบบเมโซพอร์ (Mesopores) มีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุนตั้งแต่ 2 – 50 nm
- 3) รูพรุนแบบไมโครพอร์ (Micropores) มีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุนน้อยกว่า 2 nm



รูปที่ 2.1 โครงสร้างรูพรุนของวัสดุคาร์บอนรูพรุน [9]

2.2 ถ่านกัมมันต์ (Activated Carbon)

ถ่านกัมมันต์ เป็นคาร์บอนรูพรุนที่มีรูพรุนประกอบไปด้วยอะตอมของคาร์บอนที่มีความบริสุทธิ์สูง นิยมใช้เป็นตัวดูดซับในการบำบัดมลพิษทางอากาศและน้ำ รวมถึงใช้เป็นวัสดุดูดซับไฮโดรเจน ซึ่งจำเป็นต้องใช้วัสดุที่มีรูพรุนที่มีสมบัติเหมาะสมกับการใช้งาน มีความบริสุทธิ์สูงและมีลักษณะเฉพาะ ซึ่งการจำแนกวัสดุเหล่านี้สามารถทำได้โดยการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ความพรุน การกระจายตัวของขนาดรูพรุน และขนาดของรูพรุน ซึ่งคุณสมบัติเหล่านี้จะมีบทบาทสำคัญโดยตรงต่อคุณภาพในการนำไปใช้งาน คาร์บอนที่มีรูพรุนขนาดเล็ก มีความเป็นระเบียบของรูพรุนและมีความสม่ำเสมอในโครงสร้างสูงนั้น จะช่วยเพิ่มคุณสมบัติในการใช้งาน เช่น เพิ่มพื้นที่ผิวเพิ่มความสามารถในการไฮโดรเจน เพิ่มความสามารถในการเป็นตัวรองรับของตัวเร่งปฏิกิริยาและเพิ่มความสามารถในการคัดแยกขนาดโมเลกุลของสารที่ผ่านเข้าไปในโครงสร้างเมื่อนำไปใช้เป็นตัวดูดซับ โดยทั่วไปขั้นตอนในการผลิตถ่านกัมมันต์มี 2 ขั้นตอนหลัก ได้แก่ การคาร์บอนไนเซชัน และการกระตุ้น

2.2.1 การคาร์บอนไนเซชัน (Carbonization)

การคาร์บอนไนเซชัน เป็นกระบวนการไพโรไลซิส (Pyrolysis) รูปแบบหนึ่งโดยการเผาวัตถุดิบที่เป็นสารอินทรีย์ซึ่งประกอบด้วยคาร์บอนและไฮโดรเจนเป็นองค์ประกอบหลัก ทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ในรูปของถ่านชาร์ (Char) ซึ่งเป็นของแข็งเป็นส่วนใหญ่ ได้ก๊าซและน้ำมันทาร์เป็นผลิตภัณฑ์อีกส่วนหนึ่ง การคาร์บอนไนเซชันเป็นการเพิ่มปริมาณคาร์บอนในผลิตภัณฑ์ให้สูงขึ้น สามารถทำได้ง่าย โดยการเผาในที่อับอากาศที่อุณหภูมิ 200 – 1,000 °C ปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อการคาร์บอนไนเซชัน ได้แก่

1) อุณหภูมิของการคาร์บอนไนเซชัน

อุณหภูมิของการคาร์บอนไนเซชันส่งผลต่อการระเหยและการสลายตัวของสารอินทรีย์ที่อยู่ในสารตั้งต้นซึ่งเป็นปัจจัยที่ส่งผลต่อการเพิ่มสัดส่วนของคาร์บอนของสารอินทรีย์ ขณะเดียวกันก็ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นของเหลวและก๊าซออกมาด้วย โดยการสลายตัวของสารอินทรีย์จะเกิดขึ้นบริเวณที่มีพันธะไม่แข็งแรงหรือหมู่ฟังก์ชันที่หลุดได้ง่าย ทำให้กลุ่มโมเลกุลวงแหวนแตกออกจากกันเป็นกลุ่มๆ จำนวนมากและหลุดออกจากโครงสร้างหลักไป โครงสร้างวงแหวนอะโรมาติกหลักที่เหลือจะกลายเป็นโครงสร้างของถ่านชาร์ โดยการจัดเรียงตัวของคาร์บอนอะตอมจะเปลี่ยนไปตามอุณหภูมิที่เผา ส่วนโครงสร้างโมเลกุลหรือหมู่ที่มีขนาดเล็กกว่า จะระเหยและสลายตัวออกมาเป็นผลิตภัณฑ์ต่างๆ ที่อุณหภูมิห้อง เช่น น้ำ แอมโมเนีย น้ำมันทาร์ และก๊าซต่างๆ

2) อัตราการให้ความร้อน

ผลกระทบของอัตราการให้ความร้อน เป็นตัวปัจจัยสำคัญต่อปริมาณและองค์ประกอบของสารระเหยที่ได้จากการคาร์บอนไนเซชัน โดยทั่วไปอัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการคาร์บอนไนเซชันอยู่ที่ประมาณ $20\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ อันเป็นช่วงที่ทำให้เกิดการปลดปล่อยสารระเหยอย่างรวดเร็ว ถ้าอัตราการให้ความร้อนสูง ปริมาณสารระเหยจะถูกปลดปล่อยอย่างรวดเร็ว ส่งผลให้ได้ถ่านที่มีรูพรุนขนาดใหญ่ ความว่องไวในการทำปฏิกิริยาสูงกว่าถ่านที่ได้จากการให้ความร้อนด้วยอัตราที่ต่ำกว่า เนื่องจากถ่านที่ได้จากการคาร์บอนไนเซชันด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิสูง คาร์บอนจะเรียงตัวกันเป็นระเบียบน้อย ทำให้เกิดช่องว่างมากเป็นรูพรุนขนาดใหญ่ เมื่อทำปฏิกิริยากระตุ้น ตัวกระตุ้นจะเข้าไปทำปฏิกิริยาได้ง่าย แต่ถ้าอัตราการให้ความร้อนสูงเกินไปจะส่งผลให้รูพรุนเกิดความเสียหายได้เช่นกัน

3) ตัวกลางของปฏิกิริยา

ตัวกลางของปฏิกิริยาที่อยู่ในกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน ได้แก่ ก๊าซเฉื่อย เช่น ก๊าซไนโตรเจน ก๊าซอาร์กอน และก๊าซที่เกิดจากการเผาไหม้ ตัวกลางของปฏิกิริยาจะมีผลกระทบต่อการเกิดปฏิกิริยาระหว่างการคาร์บอนไนเซชัน ถ้าก๊าซและไอระเหยซึ่งเป็นตัวกลางที่เป็นก๊าซที่ได้จากการเผาไหม้ที่เกิดขึ้นระหว่างการคาร์บอนไนเซชันถูกพาออกไปอย่างรวดเร็ว ปริมาณถ่านที่ได้จะน้อยกว่ากรณีที่ใช้ตัวกลางเป็นก๊าซไนโตรเจนในปริมาณมากๆ แต่ถ่านที่ได้จะมีความว่องไวในการทำปฏิกิริยากับตัวกระตุ้นสูงกว่า และพบว่าการคาร์บอนไนเซชันโดยใช้อากาศเป็นตัวกลางในเตาเผาแบบฟลูอิดไชด์เบดจะใช้พลังงานต่ำ เพราะความร้อนจากการเผาไหม้ของสารระเหยจะให้ความร้อนกับเตาฟลูอิดไชด์เบด

2.2.2 การกระตุ้น (Activation)

การกระตุ้น คือ การทำให้คาร์บอนหรือถ่านมีความสามารถในการดูดซับสูงขึ้น ซึ่งเป็นผลจากการเพิ่มพื้นที่ผิวและการเพิ่มพื้นที่ผิวที่ว่องไว (Active surface area) โดยเกิดปฏิกิริยาทางเคมี ทำให้โมเลกุลบางกลุ่มหลุดออกไป และเกิดส่วนที่มีความสามารถในการดูดซับขึ้นมาแทน โดยอาจเป็นการเพิ่มความว่องไวในการดูดซับให้พื้นที่ผิวที่มีอยู่แล้ว โดยทำให้อะตอมของคาร์บอนมีพลังงานศักย์สูงขึ้น จากการจัดเรียงโครงสร้างใหม่ให้มีความว่องไวในการดูดซับสูงขึ้น และยังเป็นกำจัดอินทรีย์วัตถุหรืออนินทรีย์วัตถุต่างๆ ซึ่งเป็นสารปนเปื้อนออกจากบริเวณที่ทำหน้าที่ดูดซับอีกด้วย การกระตุ้นทำได้ 2 วิธี ได้แก่

1) การกระตุ้นทางกายภาพ (Physical activation)

การกระตุ้นทางกายภาพ เป็นการปรับปรุงสมบัติของถ่านที่ได้การกระตุ้นโดยการใช้ก๊าซ เช่น ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ หรือไอน้ำ ซึ่งใช้อุณหภูมิในการเผากระตุ้นค่อนข้างสูงประมาณ $800\text{--}1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ เพื่อให้สารอินทรีย์ที่เหลืออยู่ในถ่านสลายไป ทำให้โครงสร้างภายในมีรูพรุนเพิ่มขึ้น ขนาดของรูพรุนที่ได้จะ

มีขนาดเล็กกว่าการกระตุ้นทางเคมี ซึ่งถ่านกัมมันต์ที่กระตุ้นด้วยทางกายภาพมีข้อดี คือ ที่สามารถนำไปใช้งานได้เลยไม่ต้องทำการชะล้างสารเคมีที่เหลือตกค้างจากการกระตุ้น

2) การกระตุ้นทางเคมี (Chemical activation)

การกระตุ้นทางเคมี เป็นการปรับปรุงสมบัติของถ่านที่ได้โดยใช้สารเคมีกระตุ้นทำปฏิกิริยาเคมีกับผิวคาร์บอน โดยมีความร้อนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งขั้นตอนการกระตุ้นด้วยสารเคมีนั้น ข้อดีของวิธีนี้ คือ อุณหภูมิที่ใช้ไม่สูงมาก ($400 - 600\text{ }^{\circ}\text{C}$) แต่มีข้อเสีย คือ มีสารเคมีตกค้างในถ่านกัมมันต์ทำให้ต้องเสียเวลาและค่าใช้จ่ายในการล้างสารเคมีดังกล่าวออกเพิ่มขึ้น รวมทั้งเครื่องมือที่ใช้ต้องเป็นชนิดพิเศษที่สามารถต้านทานการกัดกร่อนได้ เพราะสารเคมีเหล่านี้เป็นสารกัดกร่อน สารเคมีที่นิยมใช้เป็นตัวกระตุ้นส่วนใหญ่เป็นสารดูดน้ำ ได้แก่ ซิงค์คลอไรด์ (ZnCl_2) โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) เป็นต้น

2.3 โซล-เจลเทคโนโลยี (Sol-Gel Technology) [10]

กระบวนการโซลเจลเป็นเทคนิคที่นิยมใช้ในการผลิตวัสดุที่มีคุณสมบัติเฉพาะตัวหรือวัสดุที่มีรูพรุนที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง [11] เนื่องจากเป็นการเตรียมสารในระดับโมเลกุลทำให้สามารถกำหนดคุณสมบัติต่างๆที่ต้องการได้ นิยมใช้ในการสังเคราะห์วัสดุระดับนาโน กระบวนการโซลเจลประกอบด้วย 3 ขั้นตอนหลัก ได้แก่ การเตรียมเจล การทำให้เกิดเจล และการทำเจลให้แห้ง

2.3.1 การเตรียมเจล

ขั้นตอนกระบวนการโซลเจล คือ การผสมสารตั้งต้น (Precursor) กับสารตัวทำละลาย โดยคุณสมบัติและโครงสร้างของเจลที่ได้จะขึ้นกับชนิดของสารตั้งต้นและตัวทำละลาย โดยสามารถแบ่งประเภทของเจล [12] ได้ดังนี้

1) เจลอนินทรีย์ (Inorganic Gel) [13] เตรียมได้จากสารจำพวกเกลืออนินทรีย์ หรือเมทัลอัลคอกไซด์ (Metal Alkoxide) ออกไซด์ของโลหะและวัสดุที่มีซิลิกาเป็นองค์ประกอบ เช่น เตตระเมทอกซีซิลเลน (Tetramethoxysilane) เตตระเอทอกซีซิลเลน (Tetraethoxysilane) อะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminium Oxide) โครเมียมออกไซด์ (Chromium Oxide) ทินออกไซด์ (Tin Oxide) เป็นต้น

2) เจลอินทรีย์ (Organic Gel) [14] เตรียมได้จากปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน (Polymerization) ระหว่างไฮดรอกซีเลทเบนซีน (Hydroxylated Benzenes) และอัลดีไฮด์ (Aldehydes) ตัวอย่างสารประกอบไฮดรอกซีเลทเบนซีน เช่น ฟีนอล (Phenol) แคทชอล (Catechol) รีซอร์ซินอล (Resorcinol)

เป็นต้น ส่วนสารประกอบของอัลดีไฮด์ เช่น ฟอรัมาลดีไฮด์ (Formaldehyde) เพอร์ฟูรอล (Furfural) เป็นต้น

3) ไฮโดรเจล (Hydrogel) [15] เป็นเจลที่ได้จากการผสมสารตั้งต้นจากน้ำ

4) โลโอเจล (Lyogel) [15] เป็นเจลที่ได้จากการผสมสารตั้งต้นกับสารละลายอินทรีย์ เช่น อะซิโตน (Acetone) เมทานอล (Methanol) เอทานอล (Ethanol) นอมีลโพรพานอล (N-propanol) ไอโซโพรพานอล (Iso-propanol) เป็นต้น

2.3.2 การทำให้เกิดเจล

หลังจากการผสมสารตั้งต้นกับตัวทำละลาย สารละลายจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) และปฏิกิริยาพอลิคอนเดนเซชัน (Polycondensation) สารประกอบที่อยู่ในสถานะของเหลวที่เรียกว่า โซล (Sol) ซึ่งมักอยู่ในรูปของสารแขวนลอย (Colloid) เกาะตัวกันเป็นร่างแหอย่างต่อเนื่อง กลายเป็นของแข็งที่เรียกว่า เจล (Gel)

2.3.3 การทำให้แห้ง

การทำให้แห้งเป็นกระบวนการกำจัดน้ำที่มีอยู่มากในไฮโดรเจล ผลของการทำให้แห้งนั้นอาจทำให้โครงสร้างของรูพรุนเกิดการยุบตัวลง (Collapse) ในการควบคุมขั้นตอนนี้จะทำให้สามารถรักษาโครงสร้างของรูพรุน ปัจจัยที่มีผลต่อการทำให้แห้ง เช่น วิธีการทำให้แห้ง อุณหภูมิ ความชื้นสัมพัทธ์ อัตราการไหลของอากาศบนผิวหน้า ขนาดของตะกอน เป็นต้น ซึ่งวิธีการทำให้แห้ง [15] ได้แก่ การทำให้แห้งแบบเหนือวิกฤต (Supercritical drying) การทำให้แห้งแบบแช่แข็ง (Freeze drying) และการทำให้แห้งแบบซับคริติคอลล (Subcritical drying)

ผลิตภัณฑ์จากกระบวนการโซล-เจลจะอยู่ในรูปแบบต่างๆ เช่น ขึ้นรูปด้วยการรีดให้เป็นเส้นใย (Fiber) การทำให้แห้งเหนือจุดวิกฤตได้เป็นแอโรเจล (Aerogel) ทำให้แห้งในสภาวะบรรยากาศได้เป็นซีโรเจล (Xerogel) สามารถทำให้เป็นอนุภาคผง (Powder) และใช้ในงานเคลือบฟิล์ม (Coating film) เป็นต้น กระบวนการโซล-เจลเป็นกระบวนการที่สามารถทำได้ที่อุณหภูมิห้อง สามารถทำได้ในระดับห้องปฏิบัติการจนถึงระดับอุตสาหกรรม

2.3.4 รีซอร์ซินอล-ฟอรัมาลดีไฮด์คาร์บอนเจล (Resorcinol-Formaldehyde Carbon Gel, RF Gel)

สมบัติของวัสดุคาร์บอนที่เตรียมจากปฏิกิริยาพอลิคอนเดนเซชันของไฮดรอกซีเลทเบนซีนและอัลดีไฮด์ในตัวทำละลาย ตามด้วยกระบวนการแลกเปลี่ยนสารละลาย กระบวนการทำให้แห้ง (Drying) และการ

ไพโรไลซิส (Pyrolysis) จะขึ้นอยู่กับธรรมชาติของสารตั้งต้นในสภาวะการเกิดเจลและกระบวนการทำให้แห้ง ซึ่งสารตั้งต้นที่นิยมใช้ในการสังเคราะห์วัสดุคาร์บอนคือ รีซอร์ซินอลกับฟอร์มัลดีไฮด์ สังเคราะห์พอลิเมอร์โดยใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย และโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา [16]

1) การเตรียมรีซอร์ซินอลฟอร์มัลดีไฮด์เจลหรืออาร์เอฟเจล [17]

การเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของรีซอร์ซินอล(1,3-dihydroxybenzene, $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2$) กับฟอร์มัลดีไฮด์(HCHO) ประกอบด้วย 2 ขั้นตอน ดังรูปที่ 2.2 และ 2.3 ได้แก่

1.1) ปฏิกิริยาการเติม (Addition Reaction) รีซอร์ซินอลซึ่งเป็นสารประกอบฟีนอลิก (Phenolic) ไตรฟังก์ชันนอล (Tri-Funtional) เกิดปฏิกิริยาการเติมด้วยโมเลกุลของฟอร์มัลดีไฮด์ได้ 3 ตำแหน่ง (2, 4 และ 6) จากนั้นจึงเกิดเป็นรีซอร์ซินอลฟอร์มัลดีไฮด์มอนอเมอร์ (Resorcinol Formaldehyde Monomer)

1.2) ปฏิกิริยาcondensation (Condensation Reaction) โดยการรวมตัวกันของรีซอร์ซินอลฟอร์มัลดีไฮด์มอนอเมอร์ด้วยพันธะเมทิลีนบริดจ์ (Methylene Bridges, $-\text{CH}_2-$) และพันธะเมทิลีนอีเทอร์บริดจ์ (Methylene Ether Bridges, $-\text{CH}_2\text{OCH}_2-$) ปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องเกิดเป็นร่างแหของพอลิเมอร์ และกลายเป็นอนุภาคคอลลอยด์ที่เรียกว่า โซล ซึ่งจะเกาะตัวกันกลายเป็นเจล

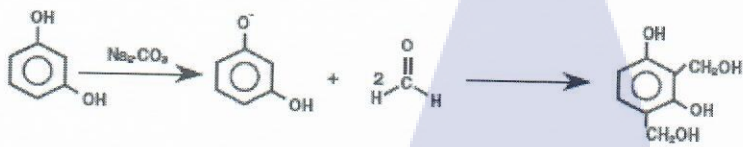
2) กระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลาย (Solvent Exchange) [18]

การแลกเปลี่ยนตัวทำละลาย เป็นขั้นตอนที่สำคัญในการสังเคราะห์รีซอร์ซินอลฟอร์มัลดีไฮด์คาร์บอนเจล ทำได้โดยการเลือกตัวทำละลายอื่นที่มีค่าแรงตึงผิวน้อยกว่าตัวทำละลายที่อยู่ภายในรูพรุนของเจล การแลกเปลี่ยนตัวทำละลายก่อนการทำแห้ง จะช่วยลดแรงคาปิลลารีในช่วงการทำแห้ง เป็นการลดโอกาสการเสียหายทางโครงสร้างของรูพรุน

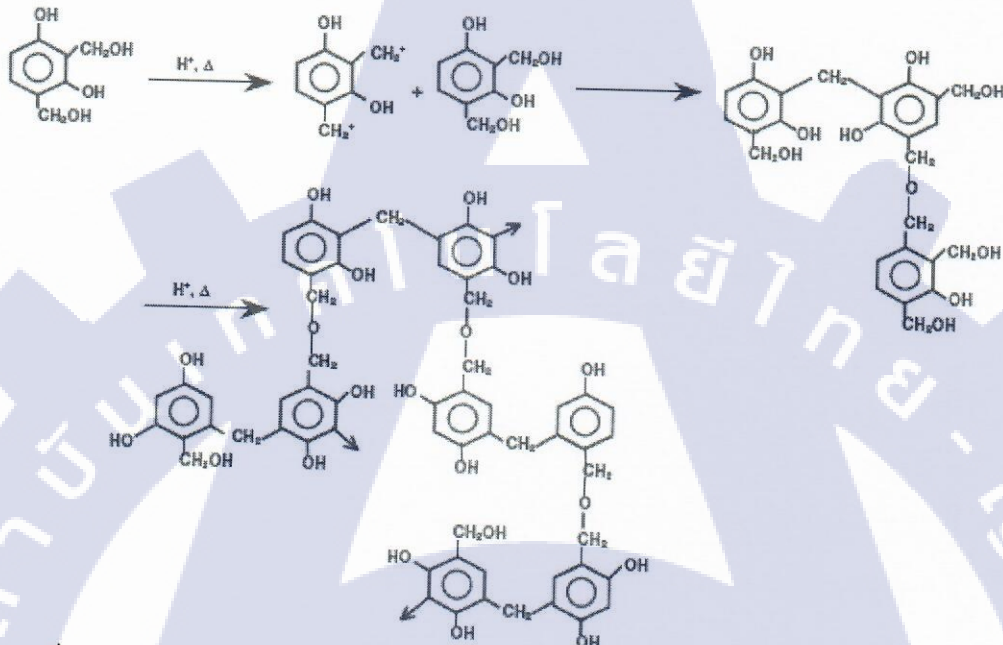
TNI

THAI - NICHI INSTITUTE OF TECHNOLOGY

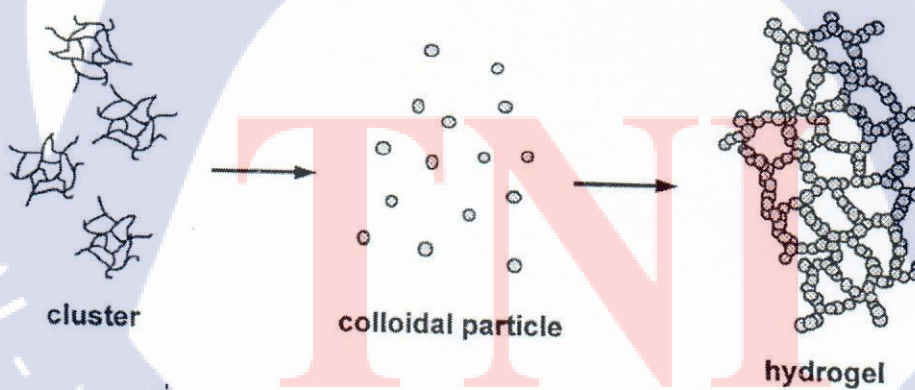
1. Addition Reaction



2. Condensation Reaction



รูปที่ 2.2 กลไกการเกิดปฏิกิริยาพอลิคอนเดนเซชันของรีซอร์ซินอลกับฟอร์มัลดีไฮด์ [17]



รูปที่ 2.3 การเติบโตของรีซอร์ซินอลฟอร์มัลดีไฮด์พอลิเมอร์ [17]

3) การบวนการทำแห้ง (Drying Process) [19]

เมื่อโซลกลายเป็นเจลสมบูรณ์แล้ว ต้องมีการกำจัดตัวทำละลายที่ใช้เป็นตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยา กระบวนการทำแห้งสามารถทำได้หลายวิธี ซึ่งจะมีผลต่อคุณสมบัติของวัสดุ ดังนั้นหากต้องการควบคุมคุณสมบัติของเจลอินทรีย์ที่มีโครงสร้างระดับนาโนเมตร ต้องพิจารณาเลือกรูปแบบการทำแห้งให้เหมาะสม กระบวนการทำแห้งที่ใช้กันอย่างแพร่หลาย ได้แก่

3.1) การทำแห้งแบบซับคริติคอล (Subcritical Drying) [16]

การทำแห้งวิธีนี้ เป็นการทำให้ตัวทำละลายอยู่ในสถานะต่ำกว่าจุดวิกฤต อาศัยการระเหยของตัวทำละลาย จะเกิดผิวสัมผัสระหว่างของเหลวกับก๊าซ เกิดแรงตึงผิวของตัวทำละลาย ที่เป็นสาเหตุของการยุบตัวของโครงสร้างรูพรุน ทำให้วัสดุหดตัว และวัสดุที่ได้หลังจากกระบวนการไฟโรไลซิสที่ผ่านวิธีการนี้ ส่วนใหญ่จะไม่มีรูพรุน เจลที่ทำแห้งด้วยวิธีนี้เรียกว่า ซีโรเจล (Xerogel) ตัวอย่างการทำแห้งด้วยวิธีนี้เช่น การทำแห้งด้วยสุญญากาศ (Vacuum Drying) การทำแห้งด้วยการพาของอากาศ (Convective Air Drying) เป็นต้น

3.2) การทำแห้งแบบแช่แข็ง (Freeze Drying)

การทำแห้งวิธีนี้ เป็นการทำให้ตัวทำละลายมีความเย็นจัด และถูกกำจัดออกด้วยการลดความดันลงจนระเหิดออกไป เป็นวิธีหนึ่งที่จะเสี่ยงการเกิดเฟสระหว่างของเหลวกับก๊าซ แต่จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของเจลหลังจากการแช่แข็ง อาจจะทำให้โครงสร้างระดับนาโนของพอลิเมอร์เกิดการบิดเบี้ยวไป จึงมักทำการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายก่อนการทำแห้ง ตัวทำละลายที่นิยมใช้มากที่สุดคือ เทอร์เทียร์บิวทานอล (t-butanol) เนื่องจากทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของเจลเพียงเล็กน้อย และมีความดันไอสูงกว่าน้ำ จะช่วยลดเวลาในกระบวนการทำแห้ง ข้อดีของการทำแห้งด้วยวิธีนี้คือ ทำให้เกิดรูพรุนแบบเมโซพอร์ในปริมาณมาก ข้อเสีย คือ มีขั้นตอนที่ยุ่งยากยาก และมีโอกาสเกิดช่องว่างในโครงสร้างสูง เรียกเจลที่ทำแห้งด้วยวิธีนี้ว่า ไครโอเจล (Cryogels)

3.3) การทำแห้งแบบเหนือวิกฤต (Supercritical Drying) [12]

การทำแห้งแบบนี้ เป็นการทำให้ตัวทำละลายอยู่ในสถานะเหนือจุดวิกฤต สามารถหลีกเลี่ยงการเกิดเฟสระหว่างของเหลวและก๊าซได้ เป็นวิธีที่ดีที่สุดในการรักษาโครงสร้างรูพรุนและคุณสมบัติของโครงสร้างที่เกิดระหว่างการสังเคราะห์เจล เรียกเจลที่ทำแห้งด้วยวิธีนี้ว่า แอโรเจล (Aerogel) การทำแห้งจะทำการอัดความดันและให้ความร้อนแก่เจลจนเกินความและอุณหภูมิวิกฤตของตัวทำละลาย หลังจากนั้นลดความดันจนถึงความดันบรรยากาศ และลดอุณหภูมิจนถึงอุณหภูมิห้อง ซึ่งทำให้ตัวทำละลายอยู่ในสถานะก๊าซโดยไม่เกิดการกลั่นตัว

4) การไฟโรไลซิส (Pyrolysis) [17]

การไพโรไลซิสหรือการคาร์บอนเซชัน (Carbonization) คือ กระบวนการสลายตัวของชีวมวลด้วยความร้อนในสภาพอัดอากาศ ใช้ในการเปลี่ยนเจลให้กลายเป็นคาร์บอนบริสุทธิ์โดยการกำจัดธาตุที่ไม่ใช่คาร์บอนออก ได้แก่ กลุ่มออกไซด์ (Oxide Group) และไฮโดรเจน (Hydrogen Group) ที่ตกค้างอยู่ โดยใช้อุณหภูมิสูง เจลที่ผ่านกระบวนการนี้จะถูกเรียกว่า คาร์บอนเจล (Carbon Gel) โดยส่วนใหญ่จะทำในเตาปฏิกรณ์ (Tube Furnace) ภายใต้สภาวะก๊าซเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน อาร์กอน ฮีเลียม ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อแทนที่อากาศภายในเตาด้วยก๊าซเฉื่อย และใช้ช่วงอุณหภูมิในการเผาที่ 600-1200 °C

2.4 การดูดซับ (Adsorption) [20, 21]

การดูดซับ เป็นกระบวนการที่เกิดขึ้นระหว่าง 2 เฟส โดยที่อะตอมหรือโมเลกุลที่อยู่บนผิวหน้าของตัวถูกดูดซับ (Adsorbate) ไปเกาะกับผิวหน้าของตัวดูดซับ (Adsorbent) ปัจจัยที่มีผลต่อการเกาะติดบนผิวตัวดูดซับของอะตอมหรือโมเลกุล ได้แก่

- 1) ความสามารถในการดูดซับ (Absorbability) สภาวะที่จะทำให้อะตอมหรือโมเลกุลสามารถเกาะยึดบนผิวตัวดูดซับได้นั้น ผิวของตัวดูดซับจะมีลักษณะเป็นรูพรุน (Capillary Tube)
- 2) ประจุบนพื้นผิวของตัวดูดซับ (Surface Charge) ประจุบนพื้นผิวตัวดูดซับจะดูดประจุที่มีขั้วตรงข้ามมาเกาะติดที่ผิวได้

2.4.1 ประเภทของการดูดซับ

การดูดซับสามารถแบ่งออกได้ 2 ประเภท ได้แก่ การดูดซับทางเคมี และการดูดซับทางกายภาพ

- 1) การดูดซับทางเคมี (Chemical Adsorption) เป็นการดูดซับที่เกิดจากแรงดึงดูดทางพันธะเคมี จะเกิดขึ้นได้เมื่อตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับทำปฏิกิริยากัน จะมีการสร้างพันธะเคมีระหว่างตัวดูดซับแล้วตัวถูกดูดซับที่แข็งแรง มีพลังงานสูง จึงทำให้ตัวถูกดูดซับหลุดออกจากผิวตัวดูดซับได้ยาก
- 2) การดูดซับทางกายภาพ (Physical Adsorption) เป็นการดูดซับที่เกิดจากแรงแวนเดอร์วาลส์ ซึ่งเป็นแรงดึงดูดอ่อนๆ ทำให้การดูดซับประเภทนี้มีการคายพลังงานความร้อนที่ค่อนข้างน้อย มันเกิดในสภาวะอุณหภูมิต่ำๆ และมีพลังงานการดูดซับต่ำ

2.4.2 ประเภทของสารดูดซับ

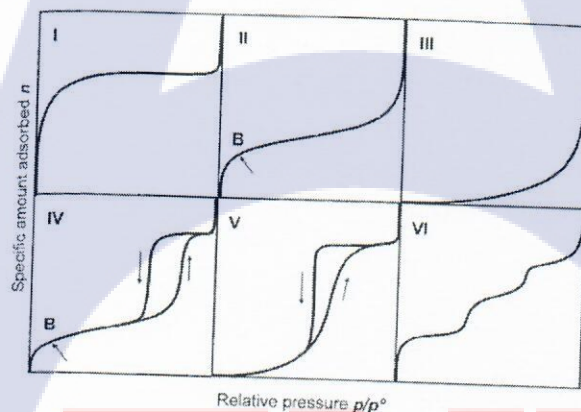
1) สารประเภทอนินทรีย์ เป็นสารประกอบธรรมชาติ เช่น ออกไซด์ของโลหะต่างๆ ดินเหนียว มีพื้นที่ผิวประมาณ $50-200 \text{ m}^2/\text{g}$ ตัวดูดซับประเภทนี้มีความสามารถในการดูดซับอะตอม หรือโมเลกุลได้ไม่กี่ชนิด

2) ถ่านกัมมันต์ (Activated Carbon) สารดูดซับประเภทนี้อาจผ่านการสังเคราะห์โดยกระบวนการทางเคมีหรือทางกายภาพ เพื่อให้เกิดรูพรุนในโครงสร้าง มีพื้นที่ผิวประมาณ $600-1000 \text{ m}^2/\text{g}$ ขึ้นอยู่กับวัสดุที่นำมาทำเป็นถ่านกัมมันต์

3) สารอินทรีย์สังเคราะห์ สารดูดซับประเภทนี้สามารถนำกลับมาใช้งานใหม่ได้ เช่น ไอออนเอ็กซ์เชนเจอร์เรซิน (Ion Exchanger Resin) มีพื้นที่ผิวประมาณ $300-5000 \text{ m}^2/\text{g}$

2.4.3 ไอโซเทอร์มของการดูดซับ [13, 22]

ในการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของตัวถูกดูดซับกับความดันหรือความเข้มข้นของสารละลายที่สภาวะสมดุลของการดูดซับ ที่อุณหภูมิคงที่ ซึ่งเป็นปฏิกิริยาคายความร้อน ปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับ ได้แก่ อุณหภูมิ ความดัน หรือความเข้มข้นของสารถูกดูดซับ และชนิดของสารดูดซับ



รูปที่ 2.4 ไอโซเทอร์มของการดูดซับตามการจำแนกของ IUPAC [22]

ไอโซเทอร์มของการดูดซับทางกายภาพมีความหลากหลาย ขึ้นกับชนิดของตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับ ตามหลักการแบ่งของ IUPAC แบ่งออกได้เป็น 6 ชนิด ดังนี้

ชนิดที่ 1 (Type I) เรียกว่า ไอโซเทอร์มแบบแลงเมียร์ (Langmuir) เป็นไอโซเทอร์มสำหรับการดูดซับแบบชั้นเดียวตามสมการของแลงเมียร์ มักจะพบในวัสดุที่มีพื้นที่ผิวภายนอกต่ำ เช่น ซีโอไลต์ หรือถ่านกัมมันต์ การดูดซับจะเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วที่ความดันสัมพัทธ์ต่ำๆ และเกิดการอิ่มตัวอย่างรวดเร็วและคงที่ ไอโซเทอร์มของการดูดซับแบบนี้ เส้นกราฟของการดูดและการคายซ้อนกัน

ชนิดที่ 2 (Type II) เรียกว่า ไอโซเทอร์มแบบ S-Shaped มักเกิดกับวัสดุที่ไม่มีความพรุนหรือมีรูพรุนขนาดใหญ่ (Macro-Porous) ตำแหน่ง B เป็นตำแหน่งที่ผิวหน้าสารดูดซับถูกคลุมแบบชั้นเดียว เมื่อ

เพิ่มความดันสัมพัทธ์ การดูดซับจะเกิดขึ้นหลายชั้น การดูดซับแบบนี้ย้อนกลับได้ ไอโซเทอร์มของการดูดซับแบบนี้ เส้นกราฟของการดูดและการคายซ้อนกัน

ชนิดที่ 3 (Type III) ไอโซเทอร์มแบบนี้มีรูปร่างเหมือนกระจกแก้ว ไม่ค่อยพบมาก จะเกิดกับของแข็งที่มีรูพรุนขนาดเล็กเป็นส่วนใหญ่ ทำให้ดูดซับได้น้อย ที่ความดันสัมพัทธ์ต่ำจะเกิดการดูดซับแบบชั้นเดียว เช่น การดูดซับสารที่มีขั้วบนวัสดุที่ไม่มีขั้ว ที่ความดันสัมพัทธ์สูงๆจะเกิดการดูดซับแบบหลายชั้น จะเกิดแรงดึงดูดระหว่างตัวดูดซับด้วยกันเอง ทำให้ดูดซับได้มากขึ้น เช่น การดูดซับไอน้ำบนแกรไฟต์

ชนิดที่ 4 (Type IV) มักจะพบในวัสดุที่มีรูพรุนขนาดกลาง(Meso-Porous) รูพรุนมีขนาดระหว่าง 2 ถึง 50 nm การดูดซับในช่วงแรกซึ่งมีความดันสัมพัทธ์ต่ำจะเหมือนกับไอโซเทอร์มชนิดที่ 2 แต่เมื่อความดันสัมพัทธ์เพิ่มสูงขึ้น การดูดซับจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว เนื่องจากเกิดการควบแน่นในรูพรุนแบบคาปิลลารี(Capillary Condensation) ทำให้เกิดฮิสเทอรีซิส(Hysteresis loop) เส้นกราฟของการดูดซับและการคายซับจะไม่ทับกันเพราะการคายซับเกิดได้ยากกว่า จึงต้องเอาชนะแรงคาปิลลารี

ชนิดที่ 5 (Type V) เหมือนกับชนิดที่ 4 ต่างกันเพียงการควบแน่นในรูพรุนในกรณีนี้เกิดขึ้นเมื่อความดันสัมพัทธ์สูงกว่า เนื่องจากอันตรกิริยาระหว่างสารถูกดูดซับและการดูดซับมีค่าต่ำ เกิดฮิสเทอรีซิส ไอโซเทอร์มชนิดนี้พบไม่บ่อยนัก

ชนิดที่ 6 (Type VI) เรียกว่าเป็นไอโซเทอร์มแบบขั้นบันได พบได้ไม่บ่อยนัก เกิดจากการดูดซับที่ละชั้นบนผิวหน้าที่มีหลายชั้นและมีความเป็นระเบียบสูง ความชันของเส้นกราฟจะขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ

2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ปริญธร เต็มถาวรศิลป์ [22] ศึกษาการเตรียมและการวิเคราะห์คุณลักษณะเฉพาะของถ่านกัมมันต์จากไม้เต็งและไม้เหมาจู้ อายุ 1-3 ปี จากบริเวณจังหวัดกาญจนบุรี โดยวิธีกระตุ้นทางเคมี ซึ่งสารที่ใช้ในการกระตุ้น ได้แก่ กรด ฟอสฟอริก โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ และ กรดไนตริก ผลของการศึกษาพบว่า สมบัติของถ่านกัมมันต์ ได้แก่องค์ประกอบแบบประมาณ และความสามารถในการดูดซับ ขึ้นอยู่กับพันธุ์และชนิดของไม้ไฟ ชนิดของสารกระตุ้น และสภาวะในการกระตุ้น ได้แก่ ความเข้มข้นของสารกระตุ้น และเวลาที่ใช้ในการกระตุ้น นอกจากนี้ได้ทำการศึกษาการดูดซับ แคดเมียม (II) สีย้อมเมทิลบลู ฟีนอล และไอโอดีนจากสารละลาย โดยถ่านกัมมันต์และถ่านไม้ไฟที่เตรียมได้ เปรียบเทียบกับถ่านกัมมันต์ และถ่านไม้ไฟ ทางการค้า และยังได้ทำการศึกษาองค์ประกอบแบบประมาณ ได้แก่ ความชื้น เถ้า สารระเหย และคาร์บอนคงตัว รวมถึง ได้อาศัยเทคนิคฟลูอิดไรซทรานซฟอร์หมอินฟราเรด และ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ในการศึกษาหมู่ฟังก์ชันที่ผิวและโครงสร้างของถ่านกัมมันต์และถ่านไม้ไฟ

ปัญญา มณีจักร์ [23] ศึกษาการเตรียมถ่านคาร์บอนและถ่านกัมมันต์จากลูกหูกวาง ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เมื่อวิเคราะห์พื้นที่ผิวของการดูดซับในถ่านทั้งสองชนิดพบว่า ผลที่ได้สอดคล้องกันคือ พื้นที่ผิวและรูพรุนของถ่านคาร์บอนมีขนาดเล็กกว่าถ่านกัมมันต์ และ

งานวิจัยนี้ยังได้ศึกษาผลของปริมาณตัวดูดซับ ขนาดของตัวดูดซับ ค่าความเป็นกรดต่าง อัตราเร็วรอบ และเวลาในการปั่นกวที่มีผลต่อประสิทธิภาพของการดูดซับ นอกจากนี้ได้ศึกษากลไกการดูดซับด้วยไอโซเทอร์มแบบแลงเมียร์และแบบฟรุนดิชของการดูดซับของสารละลายไอโอดีน จากกลไกการดูดซับไอโอดีนพบว่า R^2 ของถ่านกัมมันต์จากลูกหูกวางสอดคล้องกับ ไอโซเทอร์มฟรุนดิช ซึ่งแสดงกลไกการดูดซับไอโอดีนเป็นแบบหลายชั้น ส่วนคาร์บอนไนซ์และถ่านกัมมันต์การค้าจะมีค่า R^2 สอดคล้องกับไอโซเทอร์มแลงเมียร์ แสดงว่ากลไกการดูดซับไอโอดีนเป็นแบบชั้นเดียว

J. Chaichanawong และคณะ [8] ศึกษาการเตรียมคาร์บอนไครโอเจลทรงกลมที่ปรับปรุงสภาพด้วยนิกเกิล (Ni/CCBs) ที่มีขนาดอนุภาคสม่ำเสมอ โดยใช้วิธีการฉีดผ่านหลอดฉีดยาผ่านกระบวนการโซลเจลพอลิคอนเดนเซชันของสารละลายริซอร์ซินอลฟอร์มัลดีไฮด์ (RF Solution) โดยใช้นิกเกิลอะซิเตต (Ni acetate) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้นตามด้วยกระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลาย (Solvent Exchange) การทำให้แห้งแบบแช่แข็ง (Freeze Drying) และการทำคาร์บอนไนเซชัน (Carbonization) ในบรรยากาศของไนโตรเจน โดยศึกษาผลของความหนืดที่เพิ่มขึ้นในขณะเกิดโซลเจลพอลิคอนเดนเซชันของสารละลายอาร์เอฟ ที่มีต่อการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของ Ni/CCBs และลักษณะของรูพรุนที่เกิดขึ้น และศึกษาอิทธิพลของปริมาณนิกเกิลที่มีผลต่อสมบัติของรูพรุนของ Ni/CCBs ที่ได้ พบว่า Ni/CCBs มีการกระจายตัวแบบสม่ำเสมอ (Monodispersed) เมื่อทำการฉีดสารละลายในช่วงเวลาเริ่มต้นปฏิกิริยาก่อนที่ความหนืดของสารละลายอาร์เอฟจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว และพบว่าสมบัติของรูพรุนของ Ni/CCBs ไม่ขึ้นกับความหนืดของสารละลายอาร์เอฟ พื้นที่ผิว ปริมาตรไมโครพอร์ และปริมาตรเมโซพอร์ของ Ni/CCBs จะลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณนิกเกิล ในทางตรงกันข้ามปริมาตรมาโครพอร์จะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณนิกเกิล โดยที่ขนาดของอนุภาคนิกเกิลที่กระจายในคาร์บอนเมทริกซ์จะอยู่ในช่วง 30-60 nm

T. Yamamoto และคณะ [24] ศึกษาการสังเคราะห์มอดิฟิเคชันคาร์บอนไครโอเจล (MCC) ผ่านการเกิดอิมัลชันของสารละลายริซอร์ซินอลฟอร์มัลดีไฮด์ โดยใช้เมมเบรนชนิด Shirasu porous glass (SPG membrane) เพื่อควบคุมขนาดของอนุภาค จากนั้นตามด้วยการทำให้แห้งแบบแช่แข็ง และการไฟโรไลซิสในบรรยากาศของแก๊สเฉื่อย โดยศึกษาผลของขนาดรูพรุนของ SPG membrane คือในช่วงเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 1-10 μm และอุณหภูมิในการบ่มหลังจากเกิดเป็นอิมัลชันในช่วง 298-353 K ที่มีผลต่อการกระจายตัวของขนาดอนุภาค และสมบัติรูพรุนของคาร์บอนไครโอเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งพบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของไมโครสเฟียร์สามารถควบคุมได้ โดยการเปลี่ยนขนาดรูพรุนของ SPG membrane และสมบัติความพรุนของไมโครสเฟียร์สามารถปรับปรุงให้ดีขึ้นได้ โดยการเพิ่ม

อุณหภูมิในการบ่มหลังจากเกิดเป็นอิมัลชัน โดยการเพิ่มอุณหภูมิในช่วง 298-353 K สามารถเพิ่มรูพรุนขนาดเมโซพอร์ได้ในช่วง $0.21-1.22 \text{ cm}^3/\text{g}$

T. Horikawa และคณะ [25] ศึกษาการสังเคราะห์อาร์เอฟแอโรเจลที่มีรูปร่างทรงกลม ผ่านปฏิกิริยาอิมัลชันพอลิเมอไรเซชันของรีซอร์ซินอลกับฟอร์มัลดีไฮด์ในสารละลายเบส ตามด้วยการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตโดยคาร์บอนไดออกไซด์ และการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิสูงภายใต้สภาวะไนโตรเจน โดยมีการศึกษาผลของความหนืดของสารละลายอาร์เอฟ ที่มีผลต่อขนาดของอาร์เอฟคาร์บอนแอโรเจลที่เตรียมได้ ซึ่งจะเปลี่ยนความหนืดของสารละลายอาร์เอฟโดยการเติมไซโคลเฮกเซนที่ประกอบด้วย surface-active agent ซึ่งพบว่าสามารถสังเคราะห์อาร์เอฟคาร์บอนแอโรเจลที่มีรูปร่างเป็นทรงกลมที่สมบูรณ์ ที่มีขนาดของอนุภาคในช่วง $10-500 \text{ }\mu\text{m}$ โดยการเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายอาร์เอฟ และพบว่าอาร์เอฟคาร์บอนแอโรเจลที่มีรูปร่างทรงกลมที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย $20 \text{ }\mu\text{m}$ จะมีพื้นที่ผิวประมาณ $800 \text{ m}^2/\text{g}$ และรัศมีรูพรุนขนาดเมโซพอร์อยู่ที่ 1.78 nm

B. Babić และคณะ [26] ศึกษาการสังเคราะห์อาร์เอฟคาร์บอนโครโอเจล ผ่านปฏิกิริยาโซลเจลพอลิคอนเดนเซชันของรีซอร์ซินอลกับฟอร์มัลดีไฮด์ ตามด้วยการทำแห้งแบบแช่แข็งโดยมีการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายกับ t-butanol ก่อนการทำแห้ง และการไฟโรไลซิสในบรรยากาศของแก๊สเฉื่อย จากการตรวจสอบคุณสมบัติของคาร์บอนโครโอเจลโดยใช้เครื่องดูดซับแก๊สไนโตรเจนพบว่า มีรูพรุนและพื้นที่ผิวที่สูง ($500 \text{ m}^2/\text{g} < S_{\text{BET}} < 750 \text{ m}^2/\text{g}$)

H. Tamon และคณะ [27] ศึกษาการสังเคราะห์อาร์เอฟแอโรเจลผ่านปฏิกิริยาโซลเจลพอลิคอนเดนเซชันของรีซอร์ซินอลกับฟอร์มัลดีไฮด์ในสารละลายเบสอ่อน ตามด้วยการทำแห้งแบบเหนือวิกฤตโดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์ หลังจากนั้นนำไปไฟโรไลซิสในบรรยากาศของแก๊สเฉื่อย โดยมีการศึกษาผลของการเปลี่ยนปริมาณรีซอร์ซินอล ฟอร์มัลดีไฮด์ น้ำกลั่น และโซเดียมคาร์บอเนต ที่ใช้ในปฏิกิริยาพอลิคอนเดนเซชัน ที่มีต่อโครงสร้างของรูพรุนที่ได้ จากการวิเคราะห์คุณสมบัติโดยใช้เครื่องดูดซับแก๊สไนโตรเจนพบว่า รัศมีของรูพรุนขนาดเมโซพอร์ของอาร์เอฟแอโรเจล สามารถควบคุมให้อยู่ในช่วง $2.5-9.2 \text{ nm}$ โดยการเปลี่ยนอัตราส่วนโดยโมลของรีซอร์ซินอลต่อโซเดียมคาร์บอเนต (R/C) และอัตราส่วนของรีซอร์ซินอลต่อน้ำกลั่น (R/W) หลังจากการไฟโรไลซิสจะทำให้โครงสร้างรูพรุนเกิดการยุบตัว จะพบว่ารัศมีของรูพรุนขนาดเมโซพอร์ของคาร์บอนแอโรเจลจะอยู่ในช่วง $2.0-6.1 \text{ nm}$ จากการนำคาร์บอนแอโรเจลไปทดสอบดูดซับอีเทน และเอทิลีน พบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการไฟโรไลซิส จะทำให้ปริมาณอีเทนที่ถูกดูดซับมากกว่าเอทิลีน

X. Wang และคณะ [28] ศึกษาการสังเคราะห์คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ผ่านปฏิกิริยาอินเวอร์สอิมัลชันพอลิเมอไรเซชัน (Inverse emulsion polymerization) จากการศึกษาพบว่าขนาดอนุภาคและสมบัติของรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ขึ้นอยู่กับอัตราการปั่นกววน และความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว ที่อยู่ในกระบวนการอิมัลชันพอลิเมอไรเซชัน ซึ่งขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์จะอยู่ในช่วง 2-50 μm โดยการปรับเปลี่ยนอัตราการปั่นกววน การปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว (SPAN80) จะส่งผลให้คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่ได้มีพื้นที่ผิว S_{BET} 414-603 m^2/g และมีปริมาตรรูพรุนขนาดเมโซพอร์ 0.028-0.432 cm^3/g และจากผลของ cyclic voltammetry บ่งบอกว่าคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่เตรียมที่อัตราการปั่นกววน 480 rpm และที่ $V_s/V_h = 0.01$ จะมีค่าความจุจำเพาะ (Specific capacitance) ของอิเล็กโทรดมากสุดถึง 180 F/g

M. Mirzaeian และ J. Hall [29] สังเคราะห์แอโรเจลอินทรีย์ โดยกระบวนการโซลเจลพอลิเมอไรเซชันของรีซอร์ซินอล (R) กับฟอร์มัลดีไฮด์ (F) เร่งปฏิกิริยากับโซเดียมคาร์บอเนต (C) ตามด้วยการทำแห้งแบบสูญญากาศ ได้ทำการศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนระหว่างรีซอร์ซินอลกับโซเดียมคาร์บอเนต (R/C) ที่มีต่อโครงสร้างรูพรุนของแอโรเจลที่สังเคราะห์ได้ ทำการวัดการดูดซับ คายซับไนโตรเจน และพบว่าแอโรเจลมีการพัฒนาโครงสร้างแบบรูพรุนและเป็นรูพรุนแบบเมโซพอร์เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอัตราส่วน R/C คาร์บอนแอโรเจลได้จากการทำคาร์บอนเซชันของอาร์เอฟแอโรเจล อุณหภูมิการคาร์บอนเซชันส่งผลกระทบต่อโครงสร้างระดับไมโครของแอโรเจลโดยเกิดการเปลี่ยนแปลงรูพรุนขณะการคาร์บอนเซชัน ซึ่งอาจเกิดจากการเกิดขึ้นของรูพรุนแบบไมโครพอร์และการหดตัวของโครงสร้างเจล ซึ่งที่อุณหภูมิ 1073 K ส่งผลต่อโครงสร้างรูพรุนของเจลมากกว่าอุณหภูมิอื่น ผ่านกัมมันต์ได้จากการกระตุ้นคาร์บอนแอโรเจลด้วย CO_2

N. Job และคณะ [30] ศึกษาอิทธิพลของกระบวนการทำแห้งที่มีต่อสมบัติผิวของวัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนที่เกิดจากการทำแห้ง และไพโรไลซิสรีซอร์ซินอล-ฟอร์มัลดีไฮด์เจล ลักษณะพื้นผิวรูพรุนของวัสดุขึ้นอยู่กับกระบวนการทำแห้ง โดยพบว่ากระบวนการทำแห้งแบบแช่แข็งจะทำให้พื้นผิวรูพรุนแบบไมโครเจลเกิดรูพรุนขนาดใหญ่ (Megalopores) ความกว้างมากกว่า 10 μm ซึ่งเกิดจากผลึกน้ำแข็งที่เกิดขึ้นระหว่างกระบวนการแช่แข็ง ซึ่งเป็นสาเหตุให้โครงสร้างรูพรุนเกิดการพังทลาย

R.W. Pekala [31] ได้ทำการสังเคราะห์แอโรเจลอินทรีย์จากกระบวนการพอลิคอนเดนเซชันของรีซอร์ซินอลกับฟอร์มัลดีไฮด์ภายใต้สภาวะความเป็นต่าง เกิดเป็นกลุ่มก้อนของพอลิเมอร์แล้ว รวมตัวกัน

เป็นร่างแหเกิดเป็นเจล และผ่านกระบวนการที่ทำภายใต้สภาวะเหนือวิกฤตเกิดเป็นแอโรเจลอินทรีย์ที่มีความหนาแน่นต่ำ ($\leq 0.1 \text{ g/cm}^3$) แอโรเจลที่ได้มีสีแดงเข้มประกอบด้วยอนุภาคที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 nm เชื่อมต่อกันอยู่ กลไกการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันโครงสร้าง และคุณสมบัติของรีซอร์ซินอลซฟอร์มาลดีไฮด์แอโรเจลนั้นเหมือนกับกระบวนการโซลเจลของซิลิกา



บทที่ 3

การทดลอง

โครงการวิจัยนี้มุ่งเน้นการพัฒนากระบวนการสังเคราะห์คาร์บอนรูพรุนที่ไม่ซับซ้อนและมีประสิทธิภาพ รวมถึงศึกษาความเป็นไปได้ในการประยุกต์ใช้ผลิตภัณฑ์ที่ได้ในการดูดซับน้ำเสีย จึงแบ่งการทดลองออกเป็น 3 ส่วน ได้แก่

- 1) การสังเคราะห์ถ่านกัมมันต์จากเมล็ดมะขาม
- 2) การสังเคราะห์คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์โดยวิธีการทำให้เกิดอิมัลชันผ่านการฉีดยาง่าย
- 3) การศึกษาความสามารถในการดูดซับฟีนอล

3.1 การสังเคราะห์ถ่านกัมมันต์จากเมล็ดมะขาม

3.1.1 วัสดุและสารเคมี

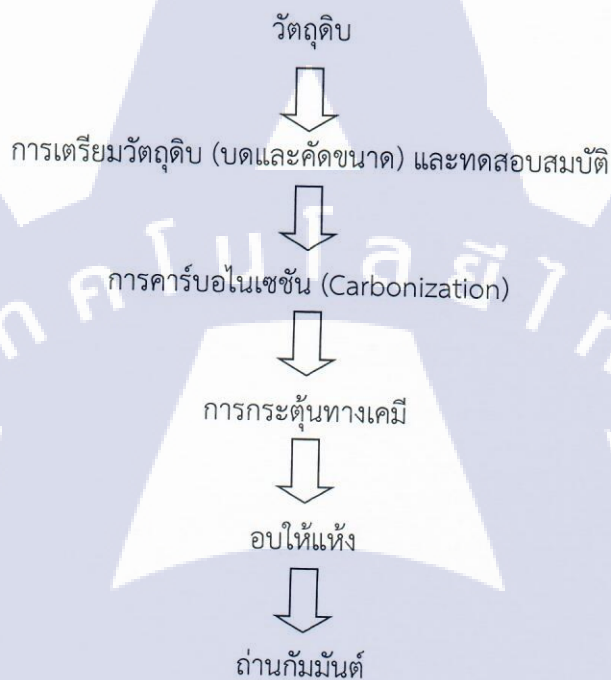
- 1) เมล็ดมะขาม
- 2) น้ำกลั่น
- 3) ก๊าซไนโตรเจน ความบริสุทธิ์ 99.995%
- 4) โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH)

3.1.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ทำการวิจัย

- 1) เครื่องบด (Hammer mill)
- 2) ชุดตะแกรงร่อนแยกขนาดอนุภาค (ขนาด 500 – 1,000 ไมครอน)
- 3) ปีกเกอร์
- 4) ข้อนดักสาร
- 5) กระบอกตวง
- 6) แท่งกวนแม่เหล็ก
- 7) เครื่องปั่นกวน
- 8) อุปกรณ์ให้ความร้อน (Yellow line)
- 9) เตาเผาแบบท่อ (Tube Furnace)

3.1.3 การสังเคราะห์ถ่านกัมมันต์จากเมล็ดมะขามโดยการกระตุ้นทางเคมี

ในการศึกษานี้เลือกใช้เมล็ดมะขามเป็นวัตถุดิบ และใช้การกระตุ้นทางเคมีด้วยโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) เนื่องจากเป็นวิธีที่สะดวกและนิยมใช้ในการสังเคราะห์ถ่านกัมมันต์จากเศษวัสดุทางการเกษตร ขั้นตอนการสังเคราะห์ถ่านกัมมันต์โดยใช้เมล็ดมะขามเป็นวัตถุดิบโดยการกระตุ้นทางเคมีที่ใช้ในการศึกษานี้แสดงดังรูปที่ 3.1 โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์ถ่านกัมมันต์จากเมล็ดมะขามโดยการกระตุ้นทางเคมี

- 1) ทำความสะอาดเมล็ดมะขามหลายๆ ครั้งด้วยน้ำ และทำให้แห้ง โดยการอบที่ 100 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
- 2) เมื่อเมล็ดมะขามแห้งแล้ว ทำการบดเมล็ดมะขามให้มีขนาดอยู่ในช่วง 500-1000 μm
- 3) ทำการวิเคราะห์สมบัติแบบประมาณ (Proximate analysis) เพื่อตรวจสอบปริมาณความชื้น (Moisture content) ปริมาณสารระเหย (Volatile matter content) ปริมาณเถ้า (Ash content) และปริมาณคาร์บอนคงตัว (Fixed carbon content) ตามมาตรฐาน ASTM D-5142
- 4) ทำการวิเคราะห์ Thermo Gravimetric Analysis (TGA) เพื่อศึกษาพฤติกรรมการเผาไหม้ของเมล็ดมะขาม เพื่อเป็นข้อมูลในการเลือกสภาวะการทดลองที่เหมาะสม

- 5) นำผงเมล็ดมะขามผ่านกระบวนการไพโรไลซิสในเตาเผาไฟฟ้าภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน ในช่วงอุณหภูมิ 800-1000°C อัตราการไหลของก๊าซ 0.6-1.0 L/min เป็นเวลา 120-300 min
- 6) จากนั้นทำการกระตุ้นทางเคมีโดยใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH, 75 w/w%) โดยใช้สัดส่วนของน้ำหนักคาร์บอนต่อน้ำหนักสารกระตุ้นเป็น 1:3
- 7) ทำการอบถ่านที่ผ่านการกระตุ้นด้วย KOH ให้แห้งที่ 300 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ได้ถ่านกัมมันต์

3.1.4 การศึกษาคุณลักษณะของถ่านกัมมันต์

ทำการกำจัดก๊าซออกที่อุณหภูมิ 300°C ในสุญญากาศเป็นเวลา 10 h ก่อนนำสารตัวอย่างไปทำการวัดคุณสมบัติความพรุน การหาขนาดของรูพรุน ปริมาตรรูพรุน พื้นที่ผิวและการกระจายตัวของขนาดรูพรุนสามารถวิเคราะห์โดยใช้ไอโซเทอร์มของการดูดซับก๊าซไนโตรเจนที่ 196°C โดยใช้เครื่องดูดซับก๊าซไนโตรเจน (Quantachrome Autosorb-1) โดยหาพื้นที่ผิวจำเพาะจากสมการบีอีที (BET) โดยอาศัยข้อมูลไอโซเทอร์มการดูดซับของไนโตรเจน หากการกระจายตัวของขนาดรูพรุนเมโซพอร์ และปริมาตรรูพรุนแบบเมโซพอร์ (V_{mes}) จากข้อมูลไอโซเทอร์มการคายซับของไนโตรเจน แล้วคำนวณด้วยสมการของบีเจเฮช (Barret-Joyner-Halenda) และหาปริมาตรรูพรุนแบบไมโครพอร์ (V_{mic}) ด้วยวิธีที-พล็อต (t-plot) ในไอโซเทอร์มการดูดซับของไนโตรเจน ในการศึกษาที่ใช้คำจำกัดความของรูพรุนขนาดกลาง ($r_p = 1-25$ nm; r_p คือ รัศมีรูพรุน) และรูพรุนขนาดเล็ก ($r_p < 1$ nm) ตาม IUPAC

3.2 การสังเคราะห์คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์โดยวิธีการทำให้เกิดอิมัลชันผ่านการฉีดอย่างง่าย

3.2.1 วัสดุและสารเคมี

- 1) รีซอร์ซินอล ($C_6H_4(OH)_2$) จากบริษัท Fluka)
- 2) ฟORMALดีไฮด์ (HCHO จากบริษัท RCI Labscan)
- 3) โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3 จากบริษัท Ajax Finechem)
- 4) Span80 ($C_{24}H_{44}O_6$ จากบริษัท SIGMA)
- 5) โซโคเลเฮกเซน (C_6H_{12} จากบริษัท RCI Labscan)
- 6) อะซิโตน (CH_3COCH_3 จากบริษัท RCI Labscan)
- 7) น้ำกลั่น
- 8) ฟีนอล (C_6H_5OH)
- 9) ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ความบริสุทธิ์ 99.95%

- 10) ก๊าซไนโตรเจน ความบริสุทธิ์ 99.995%

3.2.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ทำการวิจัย

- 1) ปีกเกอร์
- 2) ซ้อนตักสาร
- 3) กระบอกตวง
- 4) แท่งกวนแม่เหล็ก
- 5) Viscometer แบบ Cannon-Fenske Routine
- 6) หลอดฉีดยา
- 7) เมทิลซินเตอร์ (ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุน 10 μm)
- 8) เครื่องควบคุมการให้สารละลายด้วยกระบอกฉีดยา (KD Scientific)
- 9) เครื่องปั่นกวน
- 10) อุปกรณ์ให้ความร้อน (Yellow line)
- 11) เครื่องปฏิกรณ์แบบกะทนความดันสูง (รุ่น Taiatsu Techno/Japan SUS316 ความจุ 15 mL)
- 12) ป้อนความดันสูง (ISCO Syringe Pump Model 260D/USA)
- 13) เตาเผาแบบท่อ (Tube Furnace)
- 14) เครื่องเขย่าชนิดควบคุมอุณหภูมิ

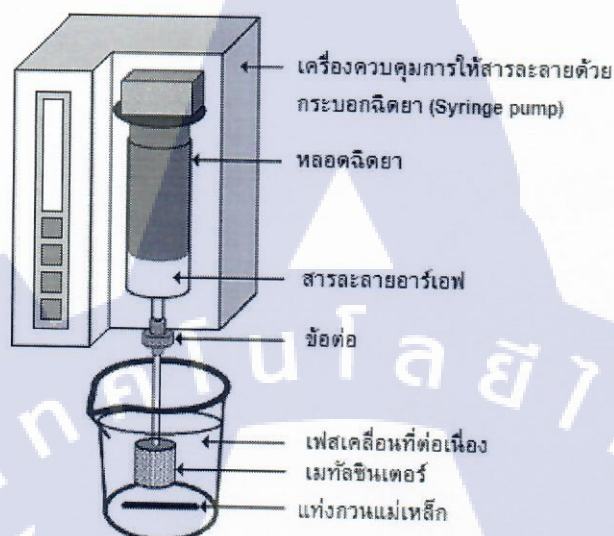
3.2.3 การเตรียมคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

ในการทดลองนี้ได้กำหนดอัตราส่วนของรีซอร์ซินอลต่อฟอร์มัลดีไฮด์ (R/F) และรีซอร์ซินอลต่อน้ำ (R/W) เป็น 0.5 mol/mol และ 0.25 g/cm³ ตามลำดับ ขณะที่อัตราส่วนของรีซอร์ซินอลต่อโซเดียมคาร์บอเนต (R/C) ถูกกำหนดไว้ที่ 50 mol/mol การสังเคราะห์คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ โดยวิธีการทำให้เกิดอิมัลชันผ่านการฉีดอย่างง่าย มีรายละเอียดขั้นตอนการดำเนินงานดังนี้

1) เตรียมสารละลายอาร์เอฟ โดยการผสมรีซอร์ซินอลในน้ำกลั่น เติมโซเดียมคาร์บอเนต และเติมฟอร์มัลดีไฮด์ ผสมให้เข้ากันตามอัตราส่วนข้างต้น จากนั้นนำสารละลายอาร์เอฟที่เตรียมได้ไปปั่นกวนทิ้งไว้ที่ 25 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

2) นำสารละลายอาร์เอฟที่ได้ไปฉีดผ่านเมทิลซินเตอร์ลงไปในเฟสต่อเนื่อง (ไซโคลเฮกเซนที่ประกอบด้วย Span 80 ประมาณร้อยละ 7 โดยน้ำหนัก) โดยใช้เครื่องควบคุมการให้สารละลายด้วยกระบอกฉีดยา (Syringe Pump) ด้วยอัตราการฉีด 0.50 mL/h โดยใช้เครื่องมือตามแบบจำลองที่แสดงใน

รูปที่ 3.2 ส่วนเฟสต่อเนื่องนั้นจะปั่นกวนด้วยอัตรา 180 rpm อุณหภูมิของสารละลายอาร์เอฟในระหว่างการฉีดควบคุมไว้ที่ 25 °C



รูปที่ 3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการสังเคราะห์คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

- 3) หลังจากฉีดเสร็จ นำอิมัลชัน (Emulsion) ที่ได้ไปปั่นกวนทิ้งไว้ที่ 25 °C ด้วยอัตราเร็วเท่าเดิมเป็นเวลา 24 ชั่วโมงเพื่อให้เกิดเป็นเจลสมบูรณ์
- 4) เมื่อครบ 24 ชั่วโมง ทำการแยกอาร์เอฟไฮโดรเจลไมโครสเฟียร์ออกจากเฟสต่อเนื่องโดยการปั่นเหวี่ยงศูนย์ (Centrifugation) และนำไปแช่ในอะซิโตนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อแลกเปลี่ยนตัวทำละลายกับน้ำภายในรูพรุน ขั้นตอนนี้จะทำซ้ำ 3 ครั้ง
- 5) จากนั้นนำเจลที่ผ่านขั้นตอนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายเรียบร้อยแล้วไปทำแห้งแบบเหนือวิกฤต โดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์ ที่อุณหภูมิ 45 °C ความดัน 100 bar จะได้อาร์เอฟแอโรเจลไมโครสเฟียร์
- 6) นำอาร์เอฟแอโรเจลไมโครสเฟียร์ไปผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน ในเตาเผาที่อุณหภูมิ 1000 °C ซึ่งจะได้คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์
- 7) ทำตามขั้นตอนที่ 1-6 โดยปรับเปลี่ยนเวลาบ่มก่อนการฉีดเป็น 2, 3 และ 4 ชั่วโมง
- 8) ทำตามขั้นตอนที่ 1-6 โดยปรับเปลี่ยนอัตราการฉีดเป็น 0.25 0.75 และ 1.00 mL/h

9) ทำตามขั้นตอนที่ 1-6 โดยปรับเปลี่ยนอัตราการปั่นกวของเฟสต่อเนื่องเป็น 260 360 และ 450 rpm

3.2.4 การศึกษาคุณลักษณะของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ถูกนำมาวิเคราะห์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) โดยขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของขนาดอนุภาค ถูกวัดจากภาพสัณฐานวิทยาโดยใช้โปรแกรม ImageJ ในการหาขนาดของรูพรุน ปริมาตรรูพรุน พื้นที่ผิวและการกระจายตัวของขนาดรูพรุน สามารถวิเคราะห์โดยใช้ไอโซ เทอร์มของการดูดซับแก๊สไนโตรเจนที่ -196°C โดยใช้เครื่องดูดซับก๊าซไนโตรเจน (Quantachrome Autosorb-1) ทำการกำจัดก๊าซออกที่อุณหภูมิ 300°C ในสุญญากาศเป็นเวลา 10 h ก่อนนำสารตัวอย่างไปทำการวัดคุณสมบัติความพรุน โดยหาพื้นที่ผิวจำเพาะจากสมการบีอีที (BET) โดยอาศัยข้อมูลไอโซเทอร์มการดูดซับของไนโตรเจน หาการกระจายตัวของขนาดรูพรุนเมโซพอร์ และปริมาตรรูพรุนแบบเมโซพอร์ (V_{mes}) จากข้อมูลไอโซเทอร์มการคายซับของไนโตรเจน แล้วคำนวณด้วยสมการของบีเจเฮช (Barret-Joyner-Halenda) และหาปริมาตรรูพรุนแบบไมโครพอร์ (V_{mic}) ด้วยวิธีที-พล็อต (t-plot) ในไอโซเทอร์มการดูดซับของไนโตรเจน

3.3 การศึกษาความสามารถในการดูดซับฟีนอล

3.3.1 การทดลองดูดซับฟีนอลด้วยคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์

นำคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่เตรียมโดยใช้เวลาบ่มก่อนการฉีด 1 ชั่วโมง อัตราการฉีด 0.5 mL/h และอัตราการปั่นกวที่ 180 rpm ที่ได้จากหัวข้อ 3.2 มาทำการทดลองดูดซับฟีนอล โดยมีขั้นตอนดังนี้

- 1) ชั่งคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ปริมาณ 0.05 g ใส่ลงในสารละลายฟีนอลที่มีความเข้มข้น 100 mg/L ปริมาณ 25 ml ในขวดแก้วที่มีฝาปิดมิดชิด จำนวน 7 ขวด
- 2) นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าที่ความเร็วรอบ 150 รอบ/นาที อุณหภูมิ 30 °C ทำการเก็บตัวอย่างที่ เวลา 30 60 90 120 240 420 และ 720 min
- 3) แยกตัวดูดซับออกจากสารละลายโดยใช้การกรองด้วยกระดาษกรอง
- 4) นำสารละลายที่ผ่านการแยกตัวดูดซับแล้ว ไปวิเคราะห์หาปริมาณฟีนอลที่เวลาการดูดซับต่างๆ ด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสง (UV-VIS Spectrophotometer ยี่ห้อ Milton Roy)

3.3.2 การคำนวณหาปริมาณของฟีนอลที่ถูกดูดซับ

การหาปริมาณของฟีนอลที่ถูกดูดซับโดยคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่เวลาใดๆ หาได้จากความเข้มข้นของฟีนอลในสารละลายที่เวลาเริ่มต้น และความเข้มข้นของฟีนอลที่เหลืออยู่ในสารละลายที่เวลาใดๆ ดังสมการ (3.1) แสดงสมการประสิทธิภาพการดูดซับ สมการ (3.2) แสดง สมการประสิทธิภาพการดูดซับที่สมดุล และสมการ (3.3) แสดงสมการประสิทธิภาพการกำจัด

$$q_t = \frac{(C_0 - C_t)V}{m} \quad (3.1)$$

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e)V}{m} \quad (3.2)$$

$$\% \text{removal} = \frac{(C_0 - C_e)}{C_0} \times 100 \quad (3.3)$$

โดยที่

C_0 = ความเข้มข้นของฟีนอลในสารละลายที่เวลาเริ่มต้น (mg/L)

C_e = ความเข้มข้นของฟีนอลที่เหลืออยู่ในสารละลายที่สมดุล (mg/L)

q_t = ปริมาณฟีนอลที่ถูกดูดซับด้วยโดยคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่เวลาใดๆ (mg/g)

q_e = ปริมาณฟีนอลที่ถูกดูดซับด้วยโดยคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สมดุล (mg/g)

%removal = เปอร์เซ็นต์การกำจัด

C_t = ความเข้มข้นของฟีนอลที่เหลืออยู่ในสารละลายที่เวลาใดๆ (mg/L)

V = ปริมาตรของสารละลาย (L)

m = น้ำหนักของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ (กรัม)



บทที่ 4

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

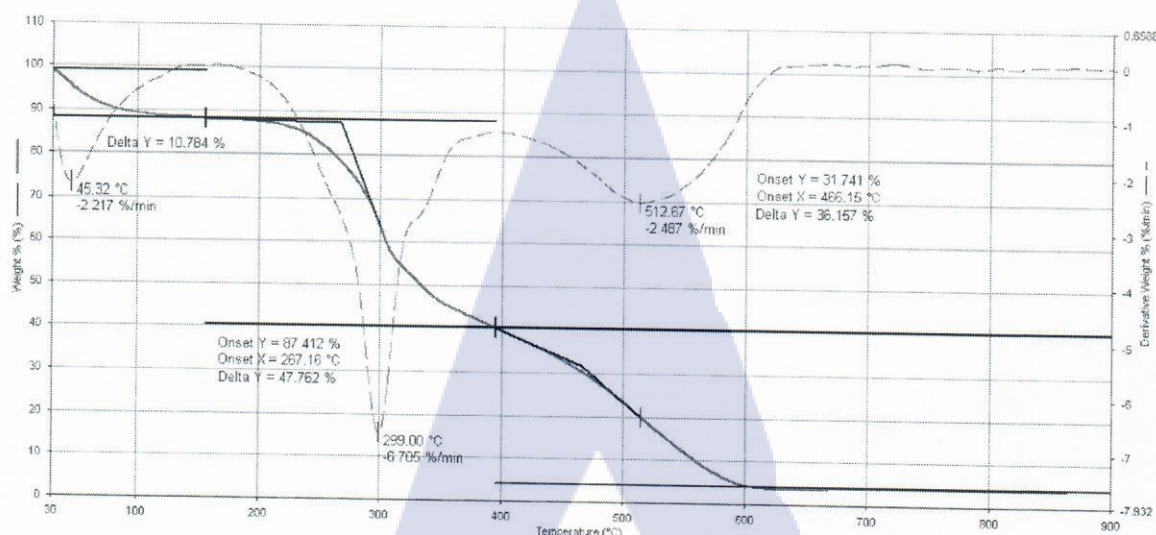
4.1 การสังเคราะห์ถ่านกัมมันต์จากเมล็ดมะขาม

ตารางที่ 4.1 แสดงผลจากการวิเคราะห์แบบประมาณ (Proximate analysis) ของเมล็ดมะขาม พบว่าเมล็ดมะขามมีความเหมาะสมในการนำมาใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตถ่านกัมมันต์เนื่องจากปริมาณคาร์บอนคงตัวสูงและปริมาณขี้เถ้าต่ำ เมื่อเทียบกับเศษวัสดุทางธรรมชาติอื่นๆ

ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์แบบประมาณ (Proximate analysis) ของเมล็ดมะขาม

Description	Amount (wt %)
Moisture Content	12.48
Volatile Matter	2.90
Ash Content	0.45
Fixed Carbon Content	84.17

รูปที่ 4.1 แสดงกราฟ TG-DTG จากการวิเคราะห์ Thermo Gravimetric Analysis ของเมล็ดมะขาม ในช่วงอุณหภูมิ 30-160 °C น้ำหนักของสารตัวอย่างมีการเปลี่ยนแปลงไปเล็กน้อยประมาณ 10% การเปลี่ยนแปลงอย่างมีนัยสำคัญในช่วงอุณหภูมิ 160-400 °C และ 400-510 °C เนื่องจากสารระเหยและสารประกอบอื่นๆในเมล็ดมะขามมีการระเหยออก ในช่วงสุดท้ายของการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักที่อุณหภูมิในช่วง 600-900 °C พบว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงอย่างมีนัยสำคัญ เป็นผลมาจากในสารตัวอย่างเหลือเพียงคาร์บอนคงตัวหลงเหลืออยู่ จึงสามารถสรุปได้ว่า การคาร์บอนเซชันและการกระตุ้นถ่านกัมมันต์ควรดำเนินการในช่วงอุณหภูมิ 800-1000 °C ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงกำหนดอุณหภูมิการคาร์บอนเซชันในช่วงอุณหภูมิดังกล่าว



รูปที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์ TG-DTG ของเมล็ดมะขาม

ตารางที่ 4.2 แสดงสมบัติรูพรุนของถ่านกัมมันต์ที่สังเคราะห์จากจากเมล็ดมะขามที่สภาวะต่างๆ จากผลการศึกษาพบว่าพื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) และปริมาตรรูพรุนรวมของถ่านกัมมันต์ลดลงเมื่ออุณหภูมิไพโรไลซิสมีการเพิ่มขึ้น เนื่องจากเกิดการเผาทำลายคาร์บอนเกินกว่าเกณฑ์ที่อุณหภูมิสูง ทำให้เกิดการขยายและมีการทำลายรูพรุน ดังนั้นความพรุนจึงลดลง เวลาการไพโรไลซิสและอัตราการไหลของก๊าซตัวพาไม่แสดงผลกระทบที่มีนัยสำคัญต่อพื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) และปริมาตรรูพรุนของถ่านกัมมันต์ สภาวะที่ดีที่สุดสำหรับการผลิตถ่านกัมมันต์จากเมล็ดมะขามก่อนการกระตุ้น ได้แก่ การคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 800 °C ที่อัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจน 0.9 L/min เป็นเวลา 120 นาที ซึ่งมีพื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) เท่ากับ 18.9 m²/g นอกจากนี้คุณสมบัติรูพรุนสามารถปรับปรุงด้วยการกระตุ้นทางเคมีโดยใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) อย่างไรก็ตามสมบัติรูพรุนของถ่านกัมมันต์ที่ได้จากงานวิจัยนี้ค่อนข้างต่ำเมื่อเทียบกับถ่านกัมมันต์จากเศษวัสดุทางธรรมชาติอื่นๆ เป็นผลมาจากการเกิดทาร์ (Tar) ที่มีจะเกิดขึ้นระหว่างการคาร์บอนไนเซชันในช่วง (200-300 °C) ซึ่งอาจมีการดูดซับหรือเกิดปฏิกิริยากับผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการคาร์บอนไนเซชัน ส่งผลให้ถ่านกัมมันต์มีความพรุนลดลง ทั้งนี้ Foo และ Lee [32] ได้เสนอแนะว่า การกระตุ้นทางเคมีก่อนการคาร์บอนไนเซชันเพื่อชะล้างองค์ประกอบทางเคมีที่เป็นสาเหตุให้เกิดทาร์ขึ้นได้ จะสามารถช่วยลดการเกิดทาร์ระหว่างการคาร์บอนไนเซชันและช่วยให้มีสมบัติรูพรุนที่ดีขึ้นได้

ตารางที่ 4.2 สมบัติรูพรุนในเงื่อนไขการทดลองของถ่านกัมมันต์

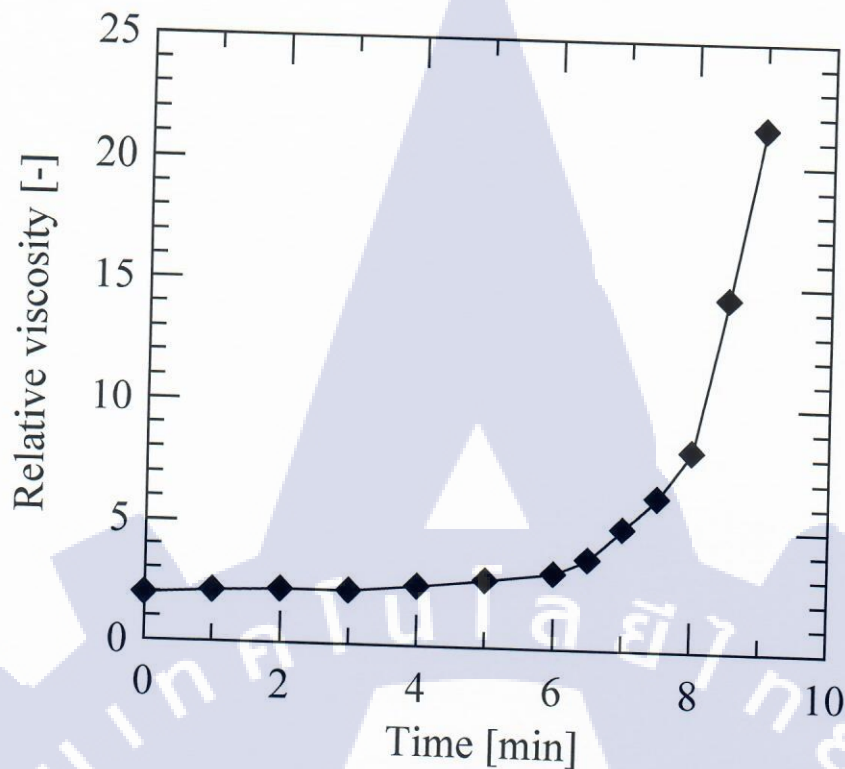
No.	Conditions				Porous Properties			
	Temp. [°C]	Gas flow rate [V/min]	Carbonization time [min]	Activation method	S_{BET} [m ² /g]	V_{total} [cm ³ /g]	V_{micro} [cm ³ /g]	V_{meso} [cm ³ /g]
1	800	0.9	240	-	14.9	0.02	-	0.02
2	900	0.9	240	-	12.8	0.04	-	0.02
3	1,000	0.9	240	-	10.3	0.02	-	0.02
4	800	0.6	240	-	14.5	0.04	-	0.03
5	800	1.0	240	-	9.4	0.02	0.001	0.01
6	800	0.9	120	-	18.9	0.03	-	0.02
7	800	0.9	300	-	18.2	0.02	0.004	0.02
8	800	0.9	240	KOH	135.5	0.08	0.050	0.03

4.2 การสังเคราะห์คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์โดยวิธีการทำให้เกิดอิมัลชันผ่านการฉีดอย่างง่าย

งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ โดยใช้วิธีการทำให้เกิดอิมัลชันผ่านการฉีดอย่างง่าย เพื่อให้ได้คาร์บอนแอโรเจลที่มีรูปร่างเป็นทรงกลม และศึกษาอิทธิพลของสภาวะในการสังเคราะห์ ได้แก่ เวลาบ่มก่อนการฉีด 1 2 3 และ 4 ชั่วโมง อัตราการฉีด 0.25 0.50 0.75 และ 1.00 mL/h และอัตราการปั่นกววนของเฟสต่อเนื่อง 180 260 360 และ 450 rpm ที่มีผลต่อขนาดอนุภาคและสมบัติรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้ โดยทำการวิเคราะห์หาขนาดอนุภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของขนาดอนุภาค ถูกวัดจากภาพสัณฐานวิทยาโดยใช้โปรแกรม ImageJ สมบัติรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ถูกวิเคราะห์ด้วยเครื่องดูดซับก๊าซไนโตรเจน หลังจากนั้นนำคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่เตรียมได้ ไปทดลองดูดซับฟีนอลเพื่อศึกษาหาความสามารถในการดูดซับ และเปรียบเทียบกับความสามารถในการดูดซับฟีนอลของถ่านกัมมันต์เชิงการค้า

4.2.1 อิทธิพลของเวลาบ่มก่อนการฉีดต่อขนาดของอนุภาคและสมบัติของรูพรุน

จากการทดลองหาค่าความหนืดของสารละลายอาร์เอฟที่เปลี่ยนแปลงไป เมื่อเวลาเพิ่มขึ้นโดยใช้ Viscometer แบบ Cannon-Fenske Routine หาค่าความหนืดสัมพัทธ์ (เทียบกับน้ำ) ซึ่งการเปลี่ยนแปลงความหนืดของสารละลายอาร์เอฟที่ 25 °C เมื่อเวลาเพิ่มขึ้น ได้แสดงในรูปที่ 4.2

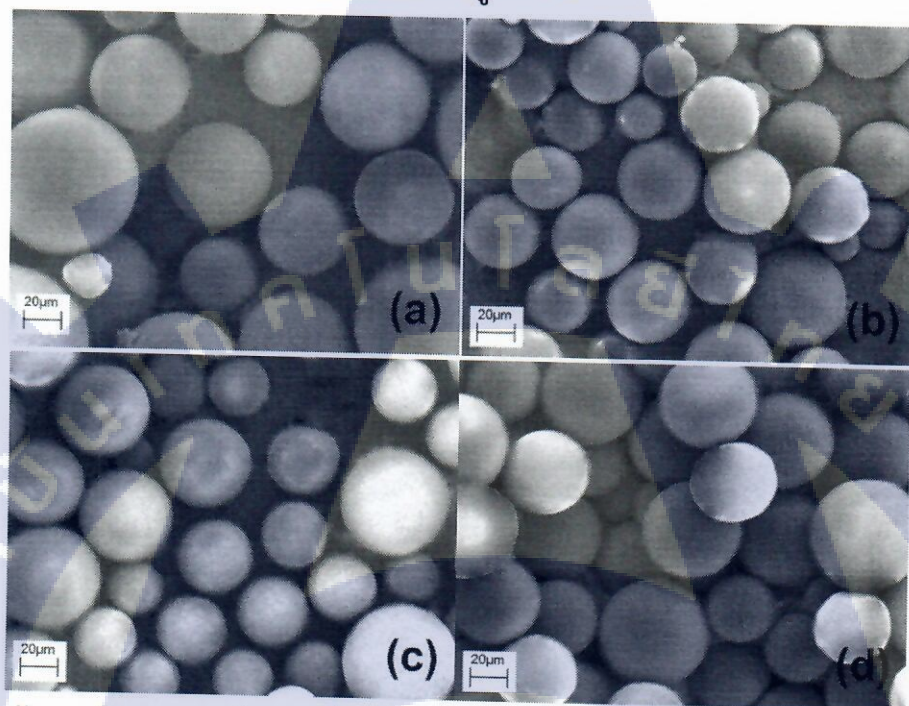


รูปที่ 4.2 การเปลี่ยนแปลงความหนืดสัมพัทธ์ของสารละลายอาร์เอฟที่ 25 °C (เมื่อเทียบกับน้ำ)

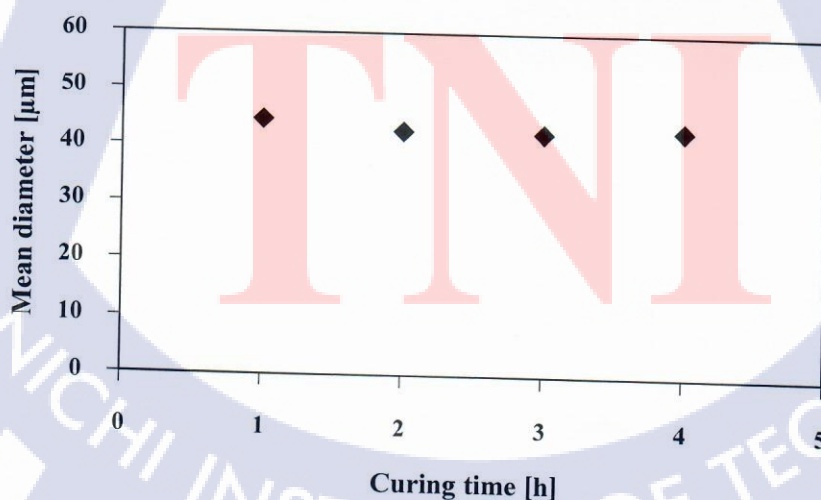
จากผลการทดลอง สารละลายอาร์เอฟมีความหนืดเพิ่มขึ้นอย่างช้าๆในช่วงแรก เมื่อเวลาผ่านไป 7 ชั่วโมง ความหนืดจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว สารละลายเริ่มกลายเป็นเจล เนื่องจากเกิดปฏิกิริยาโซลเจลพอลิคอนเดนเซชัน ซึ่งประกอบด้วย 2 ปฏิกิริยาหลัก (1) ปฏิกิริยาการเติม ของฟอร์มัลดีไฮด์ลงบนวงแหวนอะโรมาติกของรีซอร์ซินอล เกิดเป็นอนุพันธ์ของไฮดรอกซีเมทิล (Hydroxymethyl derivatives) และ (2) ปฏิกิริยาคอนเดนเซชัน ของอนุพันธ์ของไฮดรอกซีเมทิลที่เกิดขึ้น เกิดเป็นสารประกอบที่เชื่อมต่อกันด้วยพันธะเมทิลีนบริดจ์ (Methylene bridges, $-CH_2-$) และเมทิลีนอีเทอร์บริดจ์ (Methylene ether bridges, $-CH_2OCH_2-$) ปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง เกิดเป็นโครงสร้างร่างแหของพอลิเมอร์ กลายเป็นคอลลอยด์ที่เรียกว่า โซล และจะฟอร์มตัวกลายเป็นเจล ดังแสดงในรูปที่ 2.2 และ 2.3

ภาพพื้นฐานวิทยาของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้ จากการเตรียมโดยใช้เวลาบ่มก่อนการฉีดสารละลายอาร์เอฟผ่านเมทิลซินเตอร์ 1 2 3 และ 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการฉีด 0.5 mL/h และอัตราการปั่นกวานที่ 180 rpm แสดงในรูปที่ 4.3 พบว่าคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้มีรูปร่างเป็นทรงกลมที่สมบูรณ์ และเมื่อเวลาที่ใช้ในการบ่มก่อนการฉีดเพิ่มขึ้น จะไม่ส่งผลต่อขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่ได้รับ เนื่องจากช่วงการบ่มเป็นการฉีด

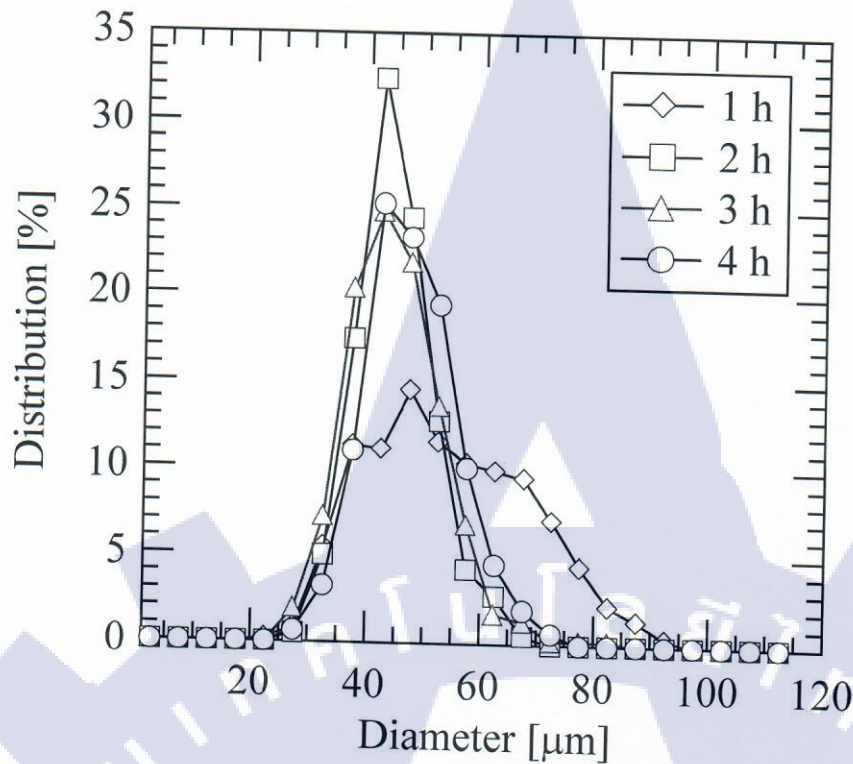
สารละลายอาร์เอฟก่อนที่ความหนืดของมันจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว เมื่อสารละลายเริ่มกลายเป็นเจล (ใช้เวลาประมาณ 7 ชั่วโมง) สารละลายจะมีความหนืดไม่แตกต่างกันมากนัก สารละลายอาร์เอฟจึงสามารถไหลออกจากปากกรูพรุนของตัวเมทัลซินเตอร์ได้ใกล้เคียงกัน ขนาดอนุภาคที่ได้จึงไม่แตกต่างกันมากนัก โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาค 44.6 42.7 42.5 และ 43.2 μm ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 4.4 ส่วนการกระจายตัวของขนาดอนุภาคคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์จากการเตรียมโดยใช้เวลาบ่มก่อนการฉีดยาที่แตกต่างกันแสดงไว้ในรูปที่ 4.5



รูปที่ 4.3 สัณฐานวิทยาของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้ ที่เตรียมโดยใช้เวลาบ่มก่อนการฉีดยา (a) 1 ชั่วโมง (b) 2 ชั่วโมง (c) 3 ชั่วโมง และ (d) 4 ชั่วโมง



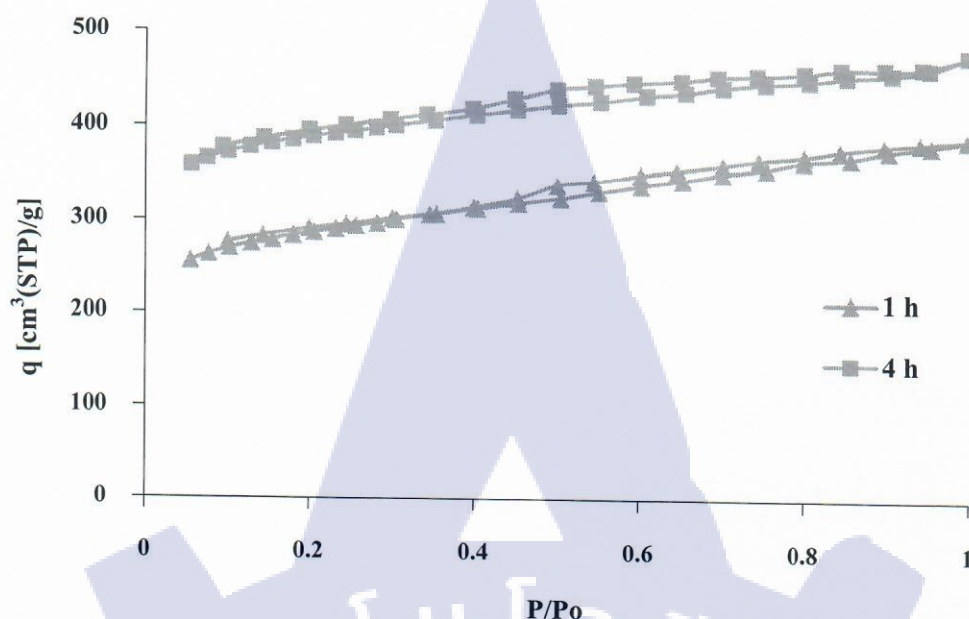
รูปที่ 4.4 ขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้เวลาบ่มก่อนการฉีดยาที่แตกต่างกัน



รูปที่ 4.5 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอร์เจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้เวลาดำก่อนการฉีดยาที่แตกต่างกัน

จากกราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอร์เจลไมโครสเฟียร์ พบว่าในทุกกรณีของการใช้เวลาดำก่อนการฉีดยา กราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคเป็นแบบมอนอดิสเพิร์ส (Monodisperse) คือเกิดเพียงพีกเดียวเท่านั้น ส่งผลให้ขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ค่อนข้างสม่ำเสมอ อธิบายได้จากผลของความหนืดของสารละลายอาร์เอฟ ดังแสดงในรูปที่ 4.2 ส่งผลให้ขนาดอนุภาคที่ได้รับค่อนข้างสม่ำเสมอ

จากการวิเคราะห์คุณสมบัติของคาร์บอนแอร์เจลไมโครสเฟียร์ด้วยเครื่องดูดซับก๊าซไนโตรเจน จะได้ไอโซเทอร์มการดูดซับและคายซับของก๊าซไนโตรเจน ที่เตรียมโดยใช้เวลาดำก่อนการฉีดยา 1 และ 4 ชั่วโมง ซึ่งเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรของไนโตรเจนที่ถูกดูดซับกับความดันสัมพัทธ์ของก๊าซไนโตรเจน ดังแสดงในรูปที่ 4.6

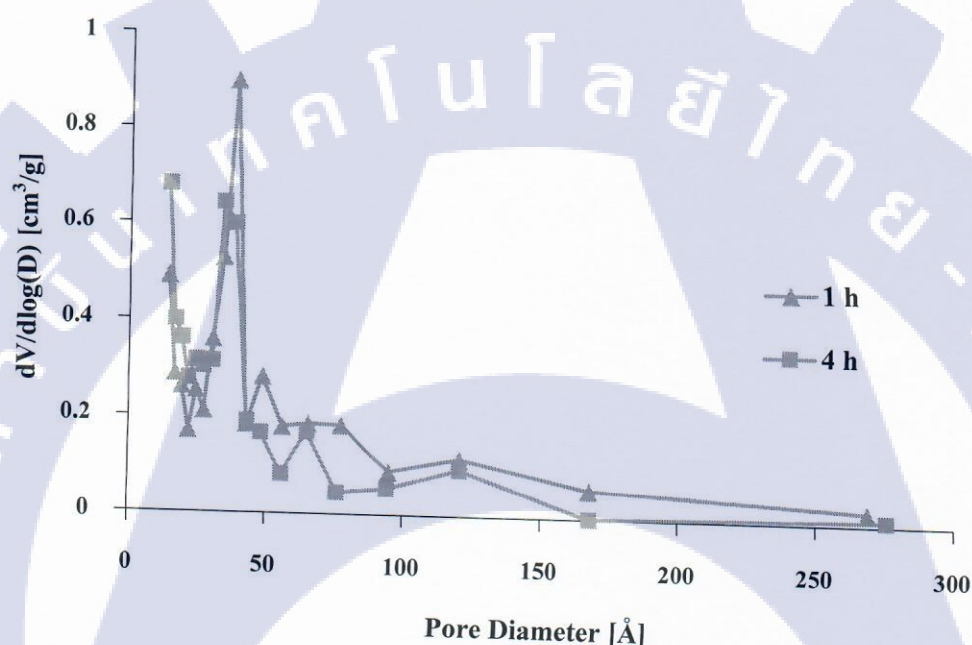


รูปที่ 4.6 ไอโซเทอร์มการดูดซับและคายซับของก๊าซไนโตรเจนบนคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ เส้นล่าง คือ การดูดซับ เส้นบน คือ การคายซับของโมเลกุลที่ผิวหน้า ซึ่งเตรียมตัวอย่างโดยใช้เวลาดำก่อนการฉีก ▲ คือ 1 ชั่วโมง ■ คือ 4 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.6 พบว่าเมื่อเวลาดำก่อนการฉีกเพิ่มขึ้น ปริมาณไนโตรเจนที่ถูกดูดซับจะเพิ่มขึ้น สมบัติทางกายภาพของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้เวลาดำก่อนการฉีกที่ต่างกัน ได้แสดงในตารางที่ 4.3 พบว่า ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคไม่เปลี่ยนแปลงมากนักเมื่อเพิ่มเวลาดำก่อนการฉีก ส่วนสมบัติของรูพรุน เมื่อเพิ่มเวลาดำก่อนการฉีกจะทำให้สารตั้งต้นมีเวลาในการทำปฏิกิริยากับในบัลค์(Bulk) มากขึ้น จะส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) ปริมาตรไมโครพอร์ และปริมาตรรูพรุนทั้งหมดเพิ่มขึ้น รูปที่ 4.7 แสดงการกระจายตัวของขนาดรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้เวลาดำก่อนการฉีกที่ต่างกัน จากผลการทดลองพบว่าการใช้เวลาดำก่อนการฉีกทั้ง 1 และ 4 ชั่วโมง จะมีการกระจายตัวของขนาดรูพรุนในช่วงกว้างตั้งแต่ไมโครพอร์ไปจนถึงเมโซพอร์และมีรูปร่างใกล้เคียงกัน โดยเมื่อเพิ่มเวลาดำก่อนการฉีก การกระจายตัวของรูพรุนจะอยู่ในช่วงไมโครพอร์มากขึ้น โดยคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่เตรียมโดยใช้เวลาดำก่อนการฉีก 1 และ 4 ชั่วโมง จะมีสัดส่วนของเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนที่มีปริมาตรสูงสุด (D_{peak}) 3.83 และ 1.41 nm ซึ่งเป็นขนาดรูพรุนที่อยู่ในช่วงของเมโซพอร์ และไมโครพอร์ ตามลำดับ

ตารางที่ 4.3 คุณสมบัติของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้เวลาบ่มก่อนการฉีดต่างกัน

เวลาบ่ม ก่อนการฉีด (ชั่วโมง)	ขนาดเส้นผ่าน ศูนย์กลางเฉลี่ย ของอนุภาค (nm)	พื้นที่ผิว จำเพาะ (S_{BET}) (m^2/g)	ปริมาตร ไมโครพอร์ (cm^3/g)	ปริมาตร เมโซพอร์ (cm^3/g)	ปริมาตร รูพรุนทั้งหมด (cm^3/g)	D_{peak} (nm)
1	44.6	903.02	0.27	0.31	0.60	3.83
4	43.2	1200.06	0.44	0.30	0.74	1.41

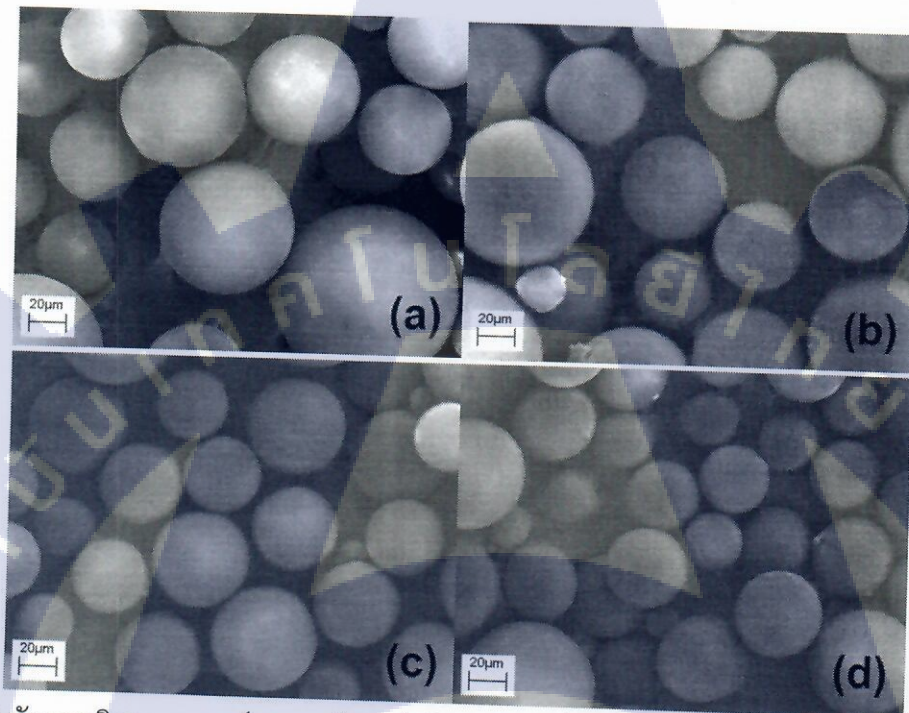


รูปที่ 4.7 การกระจายตัวของขนาดรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้เวลาบ่มก่อนการฉีด ▲ คือ 1 ชั่วโมง ■ คือ 4 ชั่วโมง

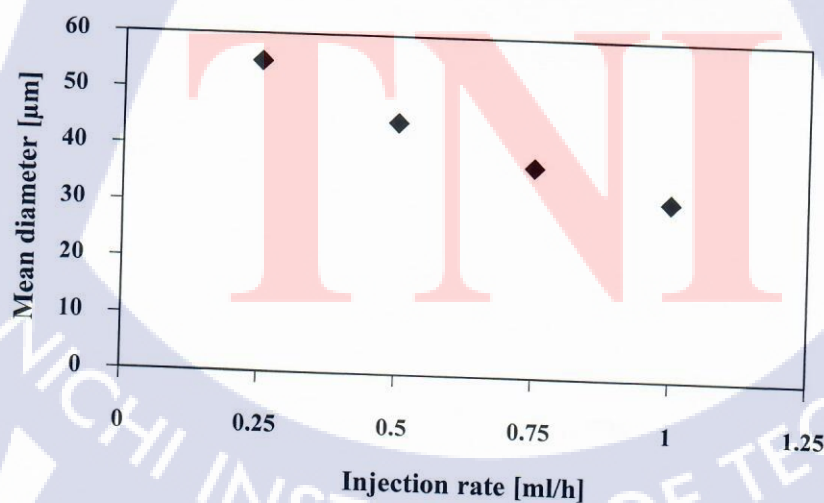
4.2.2 อิทธิพลของอัตราการฉีดต่อขนาดของอนุภาคและสมบัติของรูพรุน

ภาพสัณฐานวิทยาของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้ จากการฉีดสารละลายอาร์เอฟผ่านเมทิลซินเตอร์ด้วยอัตรา 0.25 0.50 0.75 และ 1.00 ml/h โดยใช้เวลาบ่มก่อนการฉีด 1 ชั่วโมง และอัตราการปั่นกววน 180 rpm ได้แสดงไว้ในรูปที่ 4.8 จากผลการทดลองพบว่าคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้มีรูปร่างเป็นทรงกลมที่สมบูรณ์ และเมื่อเพิ่มอัตราการฉีดสูงขึ้นขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้จะมีขนาดที่เล็กลง เนื่องจากสารละลายอาร์เอฟสามารถไหลออกจากปากรูพรุนของเมทิลซินเตอร์ไปติดกับการไหลของเฟส

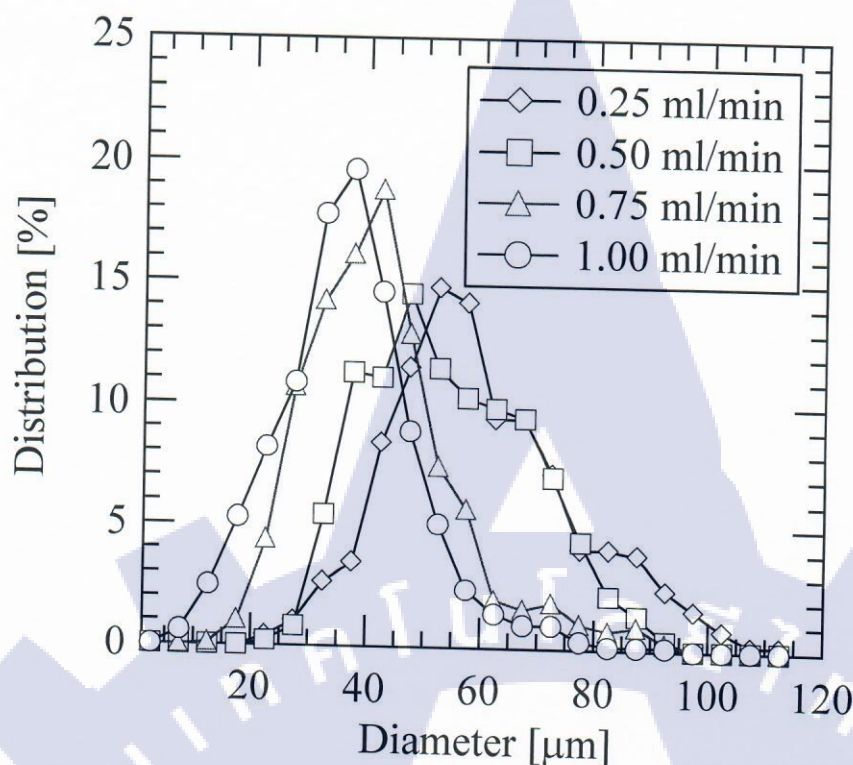
ต่อเนื่องได้เร็วขึ้น จึงเกิดเป็นหยดของสารละลายอาร์เอฟที่เล็กกว่า และถูกทำให้เสถียรด้วยสารลดแรงตึงผิวที่ละลายอยู่ในเฟสต่อเนื่อง โดยที่คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราการฉีด 0.25 0.50 0.75 และ 1.00 ml/h จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาค 55.1 44.6 37.3 และ 31.6 μm ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 4.9 ส่วนการกระจายตัวของขนาดอนุภาคคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์จากการเตรียมด้วยอัตราการฉีดที่ต่างกันแสดงไว้ในรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.8 สัณฐานวิทยาของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้ ที่เตรียมด้วยอัตราการฉีด (a) 0.25 ml/h (b) 0.50 ml/h (c) 0.75 ml/h และ (d) 1.00 ml/h



รูปที่ 4.9 ขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้อัตราการฉีดต่างกัน

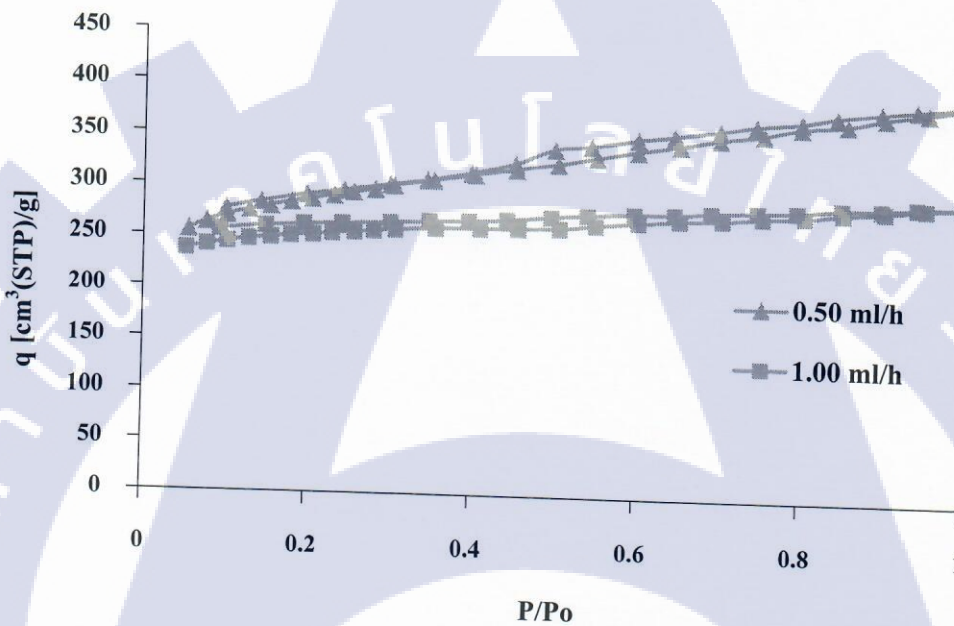


รูปที่ 4.10 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้อัตราการฉีดต่างกัน

จากกราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอรเจลไมโครสเฟียร์ พบว่าในทุกกรณีของการใช้อัตราการฉีด กราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคจะเป็นแบบมอดิสเพิร์ส (Monodisperse) ขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้จึงค่อนข้างสม่ำเสมอ ซึ่งสามารถอธิบายได้จากผลของความหนืดของสารละลายได้เช่นเดียวกับหัวข้อ 4.2.1

จากการวิเคราะห์คุณสมบัติของคาร์บอนแอรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้อัตราการฉีดต่างกัน ด้วยเครื่องดูดซับก๊าซไนโตรเจน โดยใช้อัตราการฉีดที่ 0.5 และ 1.00 ml/h จะได้ไอโซเทอร์มการดูดซับและคายซับของก๊าซไนโตรเจน ดังแสดงในรูปที่ 4.11 พบว่าเมื่ออัตราการฉีดเพิ่มขึ้น ปริมาณไนโตรเจนที่ถูกดูดซับจะลดลง สมบัติทางกายภาพของคาร์บอนแอรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้อัตราการฉีดต่างกัน ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.4 พบว่า ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคจะลดลงเมื่ออัตราการฉีดเพิ่มขึ้น ส่วนสมบัติของรูพรุนเมื่อเพิ่มอัตราการฉีด จะทำให้ได้หดยาสารละลายอาร์เอฟเล็ก ๆ ซึ่งมีปริมาณสารตั้งต้นน้อยกว่าในหยดที่มีขนาดใหญ่ ในการทำปฏิกิริยาจึงเกิดเป็นร่างแหได้น้อย จะส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) ปริมาตรเมโซพอร์ และปริมาตรรูพรุน

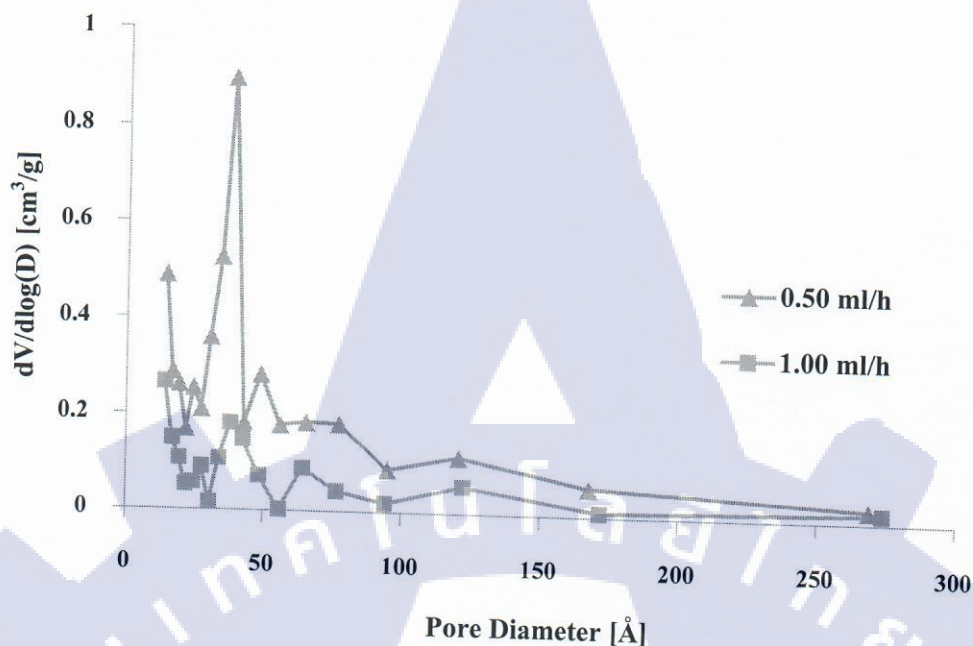
ทั้งหมดลดลง รูปที่ 4.12 แสดงการกระจายตัวของขนาดรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้อัตราการฉีดต่างกัน จากผลการทดลองพบว่าการใช้อัตราการฉีดทั้ง 0.50 และ 1.00 mL/h จะมีการกระจายตัวของขนาดรูพรุนในช่วงกว้างตั้งแต่ไมโครพอร์ไปจนถึงเมโซพอร์และมีรูปร่างใกล้เคียงกัน โดยที่เมื่ออัตราการฉีดเพิ่มขึ้นจะส่งผลให้การกระจายตัวของรูพรุนไปอยู่ในช่วงไมโครพอร์มากขึ้น โดยคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่เตรียมโดยใช้อัตราการฉีด 0.50 และ 1.00 mL/h จะมีสัดส่วนของเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนที่มีปริมาตรสูงสุด (D_{peak}) 3.83 และ 1.39 nm ซึ่งเป็นขนาดรูพรุนที่อยู่ในช่วงของเมโซพอร์ และไมโครพอร์ ตามลำดับ



รูปที่ 4.11 ไอโซเทอร์มการดูดซับและคายซับของก๊าซไนโตรเจนบนคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ เส้นล่าง คือ การดูดซับ เส้นบน คือ การคายซับของโมเลกุลที่ผิวหน้า ซึ่งเตรียมตัวอย่างโดยใช้อัตราการฉีด ▲ คือ 0.5 mL/h ■ คือ 1.00 mL/h

ตารางที่ 4.4 คุณสมบัติของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้อัตราการฉีดต่างกัน

อัตราการฉีด (mL/h)	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาค (nm)	พื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) (m^2/g)	ปริมาตรไมโครพอร์ (cm^3/g)	ปริมาตรเมโซพอร์ (cm^3/g)	ปริมาตรรูพรุนทั้งหมด (cm^3/g)	D_{peak} (nm)
0.50	44.6	903.02	0.27	0.31	0.60	3.83
1.00	31.6	770.90	0.31	0.10	0.45	1.39

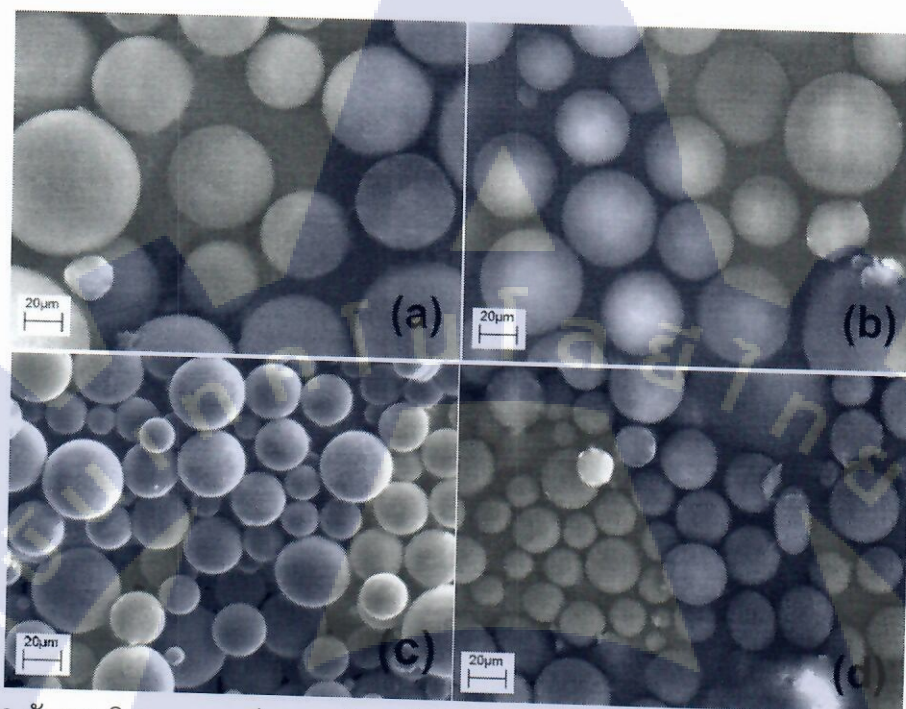


รูปที่ 4.12 การกระจายตัวของขนาดรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้อัตราการฉีด ▲ คือ 0.50 ml/h ■ คือ 1.00 ml/h

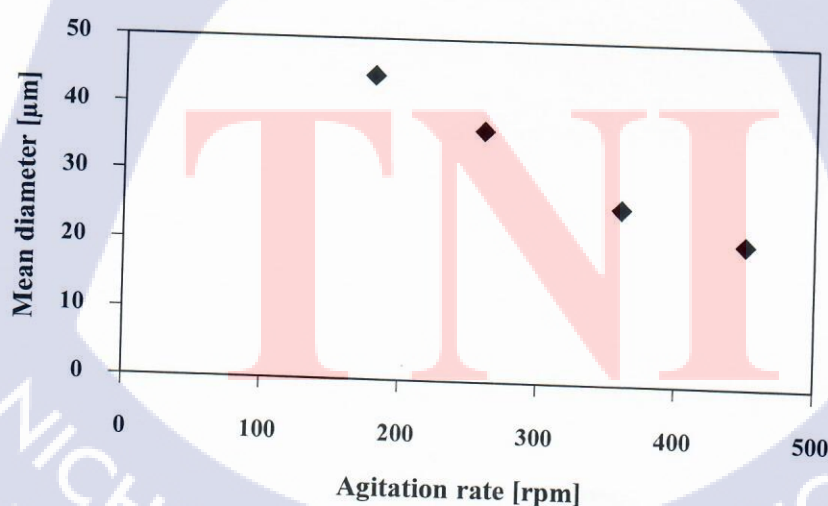
4.2.3 อิทธิพลของอัตราการปั่นกวต่อขนาดของอนุภาคและสมบัติของรูพรุน

ภาพสัณฐานวิทยาของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้ จากการเตรียมด้วยอัตราการปั่นกว 180 260 360 และ 450 rpm โดยใช้เวลามาก่อนการฉีด 1 ชั่วโมง และอัตราการฉีด 0.5 ml/h ได้แสดงไว้ในรูปที่ 4.13 จากผลการทดลองพบว่าเมื่ออัตราการปั่นกวสูงขึ้น ขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้ จะมีขนาดอนุภาคที่เล็กลง เนื่องจากการเพิ่มอัตราการปั่นกว จะทำให้เกิดการไหลแบบปั่นป่วนมากขึ้น หยดของสารละลายอาร์เอฟสามารถหลุดออกจากปากรูพรุนของเมทิลซินเตอร์ได้เร็วขึ้น จึงเกิดเป็นหยดของสารละลายอาร์เอฟที่เล็กกว่า และที่อัตราการปั่นกวสูงๆ จะทำให้อนุภาคบางส่วนเกิดการแตกหักไม่เป็นทรงกลม เนื่องจากแท่งกวแม่เหล็กจะหมุนด้วยอัตราเร็วที่สูงมาก และเมื่อไปกระทบกับอนุภาคไฮโดรเจลก็จะทำให้เกิดการแตกหักขึ้น โดยที่คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราการปั่นกวของเฟสต่อเนื่อง 180 260 360 และ 450 rpm จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาค 44.6 36.7 25.7 และ 20.8 μm ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 4.14 ส่วนการกระจายตัวของขนาดอนุภาคคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์จากการเตรียมด้วยอัตราการปั่นกวของเฟสต่อเนื่องต่างกันแสดงไว้ในรูปที่ 4.15

จากกราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ พบว่าในทุกกรณีของการใช้อัตราการปั่นกววน กราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่เป็นแบบมอดิสเพิร์ส (Monodisperse) ส่งผลให้ขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้จึงค่อนข้างสม่ำเสมอ ซึ่งสามารถอธิบายได้จากผลของความหนืดของสารละลายได้เช่นเดียวกับหัวข้อ 4.2.1

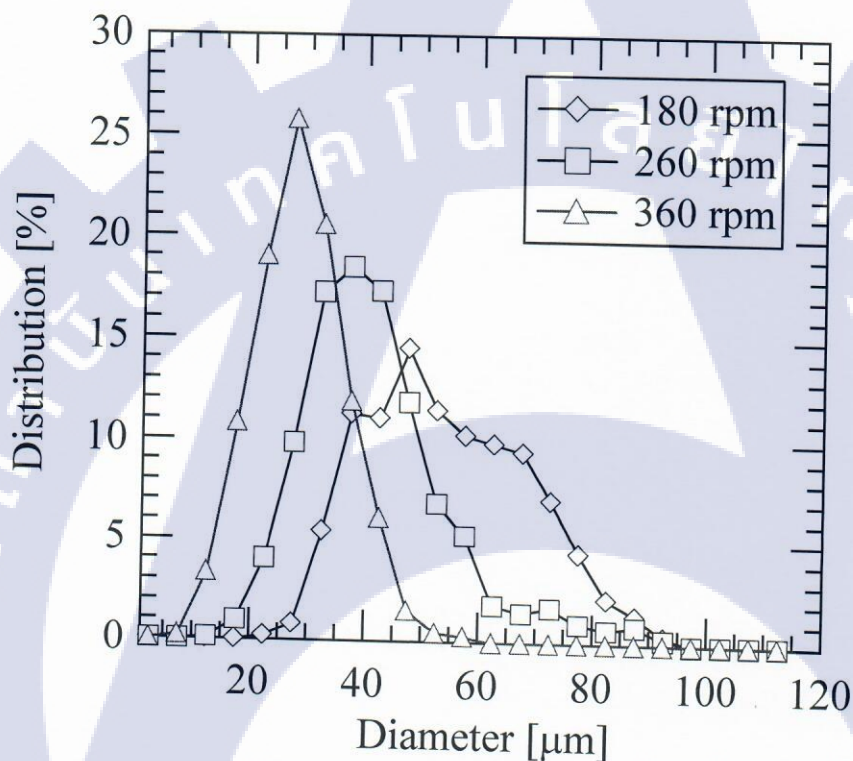


รูปที่ 4.13 สัณฐานวิทยาของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้ ที่เตรียมด้วยอัตราการปั่นกววนของเฟสต่อเนื่อง (a) 180 rpm (b) 260 rpm (c) 360 rpm และ (d) 450 rpm

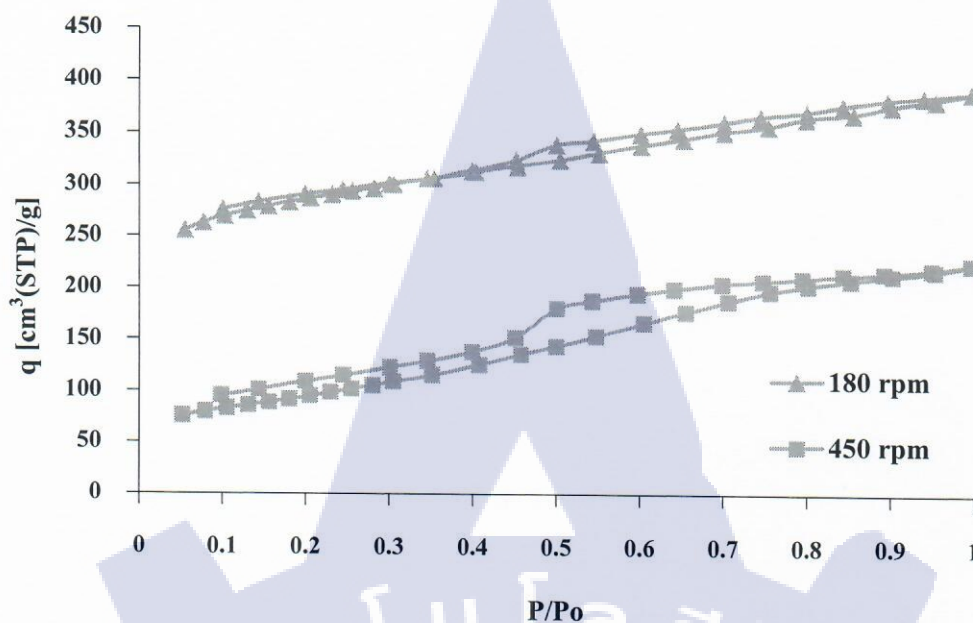


รูปที่ 4.14 ขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้อัตราการปั่นกววนของเฟสต่อเนื่องต่างกัน

จากการวิเคราะห์คุณสมบัติของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้อัตราการปั่นกววนที่ต่างกัน ด้วยเครื่องดูดซับก๊าซไนโตรเจน จะได้ไอโซเทอร์มการดูดซับและคายซับของก๊าซไนโตรเจน ดังแสดงในรูปที่ 4.16 จากไอโซเทอร์มการดูดซับและคายซับของก๊าซไนโตรเจนบนคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้อัตราการปั่นกววน 180 และ 450 rpm พบว่าเมื่ออัตราการปั่นกววนเพิ่มขึ้น ปริมาณไนโตรเจนที่ถูกดูดซับจะลดลง สมบัติทางกายภาพของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้อัตราการฉีดยาต่างกัน ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.4



รูปที่ 4.15 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้อัตราการปั่นกววนของเฟสต่อเนื่องต่างกัน

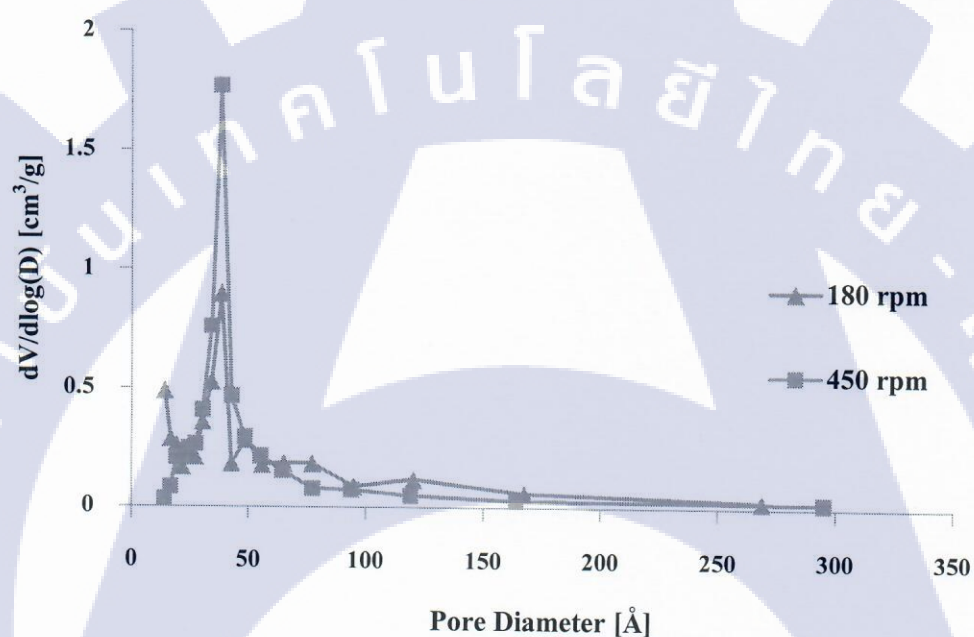


รูปที่ 4.16 ไอโซเทอร์มการดูดซับและคายซับของก๊าซไนโตรเจนบนคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ เส้นล่าง คือ การดูดซับ เส้นบน คือ การคายซับของโมเลกุลที่ผิวหน้า ซึ่งเตรียมตัวอย่างโดยใช้อัตราการปั่นกววนของเฟสต่อเนื่อง ▲ คือ 180 rpm ■ คือ 450 rpm

จากผลการทดลองพบว่า ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคจะลดลงเมื่อเพิ่มอัตราการปั่นกววน ส่วนสมบัติของรูพรุนเมื่อเพิ่มอัตราการฉีด เนื่องจากการเพิ่มอัตราการปั่นกววนจะทำให้อนุภาคแตกหักมากขึ้น รูพรุนเกิดความเสียหาย จะส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) ปริมาตรไมโครพอร์ และปริมาตรรูพรุนทั้งหมดลดลง โดยที่อัตราการปั่นกววน 450 rpm จะมีปริมาณของคาร์บอนแอโรเจลที่แตกหักมากที่สุดเมื่อสังเกตจากภาพสัณฐานวิทยา รูปที่ 4.17 แสดงการกระจายตัวของขนาดรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้อัตราการปั่นกววนที่ต่างกัน จากผลการทดลองพบว่า การใช้อัตราการปั่นกววนทั้ง 180 และ 450 rpm จะมีการกระจายตัวของขนาดรูพรุนในช่วงกว้าง ตั้งแต่ไมโครพอร์ไปจนถึงเมโซพอร์ เมื่ออัตราการปั่นกววนเพิ่มขึ้นจะส่งผลให้การกระจายตัวของรูพรุนในช่วงไมโครพอร์ลดลงเนื่องจากโครงสร้างรูพรุนเกิดความเสียหาย โดยคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่เตรียมโดยใช้อัตราการปั่นกววน 180 และ 450 rpm จะมีสัดส่วนของเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนที่มีปริมาตรสูงสุด (D_{peak}) 3.83 nm เท่ากันคู่ ซึ่งเป็นขนาดรูพรุนที่อยู่ในช่วงของเมโซพอร์

ตารางที่ 4.5 คุณสมบัติของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้อัตราการปั่นกวของเฟสต่อเนื้อต่างกัน

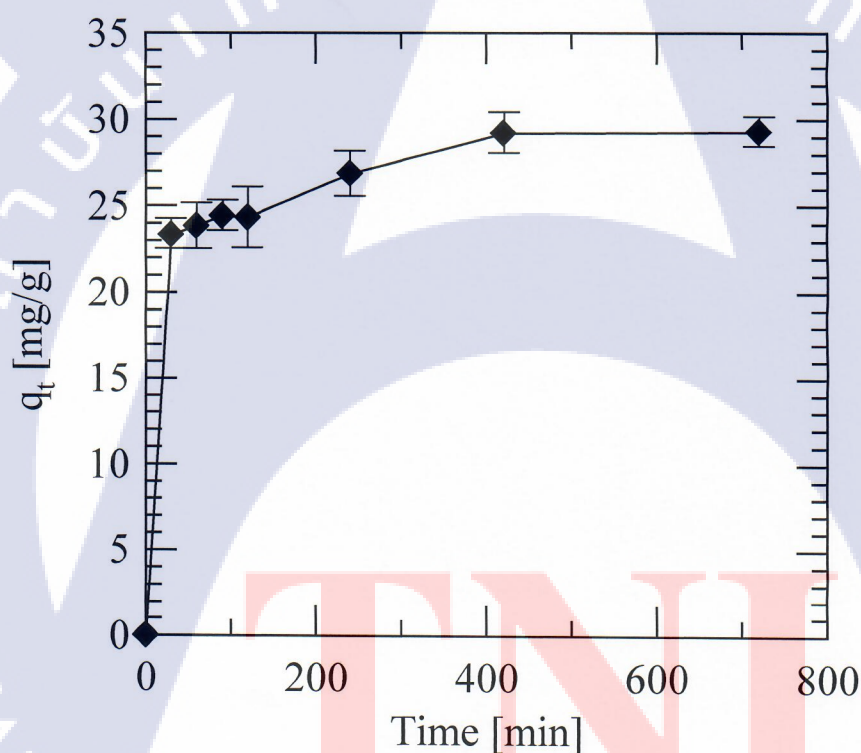
อัตราการปั่นกว (rpm)	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาค (nm)	พื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) (m^2/g)	ปริมาตรไมโครพอร์ (cm^3/g)	ปริมาตรเมโซพอร์ (cm^3/g)	ปริมาตรรูพรุนทั้งหมด (cm^3/g)	D_{peak} (nm)
180	44.6	903.02	0.27	0.31	0.60	3.83
450	31.6	334.70	0.02	0.31	0.34	3.83



รูปที่ 4.17 การกระจายตัวของขนาดรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้อัตราการปั่นกวของเฟสต่อเนื้อ ▲ คือ 180 rpm ■ คือ 450 rpm

4.3 การศึกษาความสามารถในการดูดซับฟีนอล

ในขั้นตอนนี้เป็นการศึกษาความสามารถในการดูดซับของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้ โดยทำการศึกษาการดูดซับสารละลายฟีนอล และทำการหาความสามารถในการดูดซับเพื่อเปรียบเทียบกับถ่านกัมมันต์ทางการค้า ซึ่งในการทดลองตอนนี้ จะใช้คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่เตรียมโดยใช้เวลาดำก่อนการฉีดยา 1 ชั่วโมง อัตราการฉีด 0.5 mL/h และอัตราการปั่นกววน 180 rpm มาทดลองดูดซับสารละลายฟีนอลที่มีความเข้มข้นเริ่มต้น 100 mg/L โดยทำการทดลองตามหัวข้อ 3.3.1 โดยวิเคราะห์หาปริมาณฟีนอลที่เหลือด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 292 nm จากนั้นนำข้อมูลความเข้มข้นของฟีนอลที่เหลือที่เวลาใดๆ ไปคำนวณตามสมการที่ 3.1 และสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณการดูดซับฟีนอลต่อกรัมตัวดูดซับคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ (q_t) กับเวลา แสดงดังรูปที่ 4.18



รูปที่ 4.18 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณดูดซับจำเพาะของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ กับระยะเวลาในการดูดซับ

จากกราฟในรูปที่ 4.18 แสดงปริมาณฟีนอลที่ถูกดูดซับที่เวลาต่างๆ ที่มีความเข้มข้นของฟีนอลเริ่มต้น 100 mg/l พบว่าในช่วงเวลา 30 นาทีแรก ของเวลาสัมผัสจะเกิดการดูดซับอย่างรวดเร็ว และปริมาณฟีนอลที่ถูกดูดซับจะเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเวลาผ่านไป จนกระทั่งเข้าสู่สมดุลเมื่อเวลาผ่านไป 420 นาที โดยสามารถคำนวณประสิทธิภาพของการกำจัดฟีนอล ได้สูงถึง 58.40 % โดยคำนวณจากเวลาที่สมดุลคือ 420 นาที สำหรับปริมาณการดูดซับที่สมดุล 420 นาที พบว่าคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่เตรียมโดยใช้เวลาบ่มก่อนการฉีด 1 ชั่วโมง อัตราการฉีด 0.5 mL/h และอัตราการปั่นกววนของเฟสต่อเนื่อง 180 rpm ซึ่งมีพื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) 903.02 m²/g ปริมาตรเมโซพอร์ 0.31 cm³/g และปริมาตรไมโครพอร์ 0.27 cm³/g จะให้ค่าปริมาณการดูดซับฟีนอล 29.20 mg/g ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับถ่านกัมมันต์เชิงการค้า (จากบริษัท Fluka หมายเลขผลิตภัณฑ์ 05120) ซึ่งมีพื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) ใกล้เคียงกัน คือมีพื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) 900 m²/g จะมีความสามารถในการดูดซับฟีนอลแค่ 2.59 mg/g เท่านั้น [22] เนื่องจากขนาดของรูพรุนที่เหมาะสมสำหรับการดูดซับฟีนอลคือรูพรุนขนาดเมโซพอร์ แต่ถ่านกัมมันต์เชิงการค้าส่วนใหญ่จะมีรูพรุนอยู่ในช่วงไมโครพอร์ และมีปริมาตรรูพรุนที่น้อย ทำให้สามารถดูดซับฟีนอลได้ในปริมาณที่น้อย ส่วนคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้นั้น มีรูพรุนทั้งขนาดไมโครพอร์ และเมโซพอร์ รวมถึงมีปริมาตรรูพรุนมากกว่าถ่านกัมมันต์เชิงการค้า ทำให้สามารถดูดซับฟีนอลได้มากกว่า



TNI

TAHITI - NICHI INSTITUTE OF TECHNOLOGY

บทที่ 5

สรุปผลการศึกษาและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการศึกษา

5.1.1 การสังเคราะห์ถ่านกัมมันต์จากเมล็ดมะขาม

การผลิตถ่านกัมมันต์จากเมล็ดมะขามสามารถผลิตได้ด้วยวิธีการคาร์บอนไนเซชันภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน ผลการทดลองชี้ว่า อุณหภูมิการไพโรไลซิสเป็นปัจจัยสำคัญที่สุดที่มีผลต่อคุณสมบัติรูพรุนของถ่านกัมมันต์ และสามารถปรับปรุงคุณสมบัติรูพรุนได้ด้วยการกระตุ้นทางเคมีโดยใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) อย่างไรก็ตามพื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) และปริมาตรรูพรุน ที่ได้จากถ่านกัมมันต์ในงานวิจัยนี้ยังมีค่าค่อนข้างน้อย การปรับปรุงคุณสมบัติรูพรุนและการใช้ประโยชน์จากถ่านกัมมันต์ จะทำการทดสอบในการศึกษาต่อไป

5.1.2 การสังเคราะห์คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ โดยวิธีการทำให้เกิดอิมัลชันผ่านการฉีดอย่างง่าย

คาร์บอนแอโรเจลที่มีรูปร่างทรงกลมประสบความสำเร็จในการเตรียม โดยใช้วิธีการทำให้เกิดอิมัลชันผ่านการฉีดอย่างง่าย ผ่านกระบวนการโซลเจลพอลิคอนเดนเซชันของสารละลายริซอร์ซินอล-ฟอร์มาลดีไฮด์ โดยใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ตามด้วยกระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลาย การทำแห้งแบบเหนียววิกฤตโดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์ และการทำคาร์บอนไนเซชันในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนที่อุณหภูมิสูง ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ได้สังเคราะห์ได้อยู่ในช่วงประมาณ 20 ถึง 55 μm

1) อิทธิพลของเวลาบ่มก่อนการฉีดต่อขนาดของอนุภาคและสมบัติของรูพรุน

การเพิ่มเวลาบ่มก่อนการฉีด จะไม่ส่งผลต่อขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่ได้รับ โดยที่คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์โดยใช้เวลาบ่มก่อนการฉีด 1 2 3 และ 4 ชั่วโมง จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาค 44.6 42.7 42.5 และ 43.2 μm ตามลำดับ จะส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) ปริมาตรไมโครพอร์ และปริมาตรรูพรุนทั้งหมดเพิ่มขึ้น

2) อิทธิพลของอัตราการฉีดต่อขนาดของอนุภาคและสมบัติของรูพรุน

การเพิ่มอัตราการฉีด ขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้จะมีขนาดที่เล็กลง โดยที่คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราการฉีด 0.25 0.50 0.75 และ 1.00 mL/h จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาค 55.1 44.6 37.3 และ 31.6 μm ตามลำดับ จะส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) ปริมาตรเมโซพอร์ และปริมาตรรูพรุนทั้งหมดลดลง

3) อิทธิพลของอัตราการปั่นกวของเฟสต่อเนื่องต่อขนาดของอนุภาคและสมบัติของรูพรุน

การเพิ่มอัตราการปั่นกว ขนาดอนุภาคของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์ได้ จะมีขนาดอนุภาคที่เล็กลง โดยที่คาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราการปั่นกว 180 260

360 และ 450 rpm จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาค 44.6 36.7 25.7 และ 20.8 μm ตามลำดับ จะส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะ (S_{BET}) ปริมาตรไมโครพอร์ และปริมาตรรูพรุนทั้งหมดลดลง

5.1.3 การศึกษาความสามารถในการดูดซับฟีนอล

จากการทดลองนำคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ ที่เตรียมโดยใช้เวลาบ่มก่อนการฉีดยา 1 ชั่วโมง อัตราการฉีด 0.5 ml/h และอัตราการปั่นกวของเฟสต่อเนื่อง 180 rpm มาทดลองดูดซับฟีนอล พบว่าสามารถดูดซับได้ปริมาณ 29.20 mg/g ซึ่งสามารถดูดซับได้มากกว่าตัวดูดซับถ่านกัมมันต์เชิงการค้าประมาณ 11 เท่า

5.2 ข้อเสนอแนะ

- ควรมีการศึกษากการปรับปรุงคุณสมบัติรูพรุนของถ่านกัมมันต์จากเมล็ดมะขามโดยการกระตุ้นด้วยสารเคมีก่อนการคาร์บอนเซชัน เพื่อลดการเกิดทาร์ระหว่างการคาร์บอนเซชัน ซึ่งเป็นสาเหตุที่ทำให้ได้ถ่านกัมมันต์ที่มีรูพรุนน้อย
- ควรมีการศึกษาผลกระทบของขนาดรูพรุนของเมทัลลิกซ์เตอร์ต่อขนาดอนุภาคและสมบัติรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่ได้รับ
- ควรเพิ่มวิธีการทำแห้งของไฮโดรเจล เช่น การทำแห้งแบบแช่แข็ง แล้วเปรียบเทียบผลของขนาดอนุภาคและสมบัติรูพรุนของคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์ที่ได้รับ กับการทำแห้งแบบเหนียวิกฤติ

บรรณานุกรม

- [1] G. Busca, S. Berardinelli, C. Resini, L. Arrighi, "Technologies for the removal of phenol from fluid streams: A short review of recent developments," *Journal of Hazardous Materials*, vol. 160, pp. 265-288, 2008.
- [2] W. Tanthapanichakoon, P. Ariyadejwanich, P. Japthong, K. Nakagawa, S.R. Mukai, H. Tamon, "Adsorption-desorption characteristics of phenol and reactive dyes from aqueous solution on mesoporous activated carbon prepared from waste tires," *Water Research*, vol. 39, pp. 1347-1353, 2005.
- [3] T. Yamamoto, J. Chaichanawong, N. Thongprachan, T. Ohmori, A. Endo, "Adsorptive desulfurization of propylene derived from bio-ethanol," *Adsorption*, vol. 17, pp. 17-20, 2010.
- [4] L. Lei, L. Gu, X. Zhang, Y. Su, "Catalytic oxidation of highly concentrate real industrial wastewater by integrated ozone and active carbon," *Applied Catalyst A Gen*, vol. 327, pp. 287-294, 2007.
- [5] J. Chaichanawong, T. Yamamoto, T. Ohmori, "Enhancement effect of carbon adsorbent on ozonation of aqueous phenol," *Journal of Hazardous Materials*, 175 (2010) 673-679.
- [6] Md. Ahmaruzzaman, "Adsorption of phenolic compounds on low-cost adsorbents: A review," *Advanced Colloid Interface Science*, vol. 14, pp. 348-367, 2008.
- [7] T. Yamamoto, A. Endo, A. Eiad-ua, T. Ohmori, M. Nakaiwa, A. Soottitantawat, "Synthesis of monodisperse carbon beads with developed mesoporosity," *AIChE Journal*, vol. 53, pp. 746-749, 2007.
- [8] J. Chaichanawong, T. Yamamoto, S.-l. Kim, T. Ohmori, "Preparation and characterization of nickel-modified carbon cryogel beads with uniform particle size," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 355, pp. 1605-1612, 2009.
- [9] S. M. Manocha, "Porous carbons," *Sadhana*, vol.28, pp. 335-348, 2003.
- [10] จุฑารัตน์ อาชาวรัตน์ถาวร. (2555). *กระบวนการโซลเจล (Sol-Gel Technology)* [Online]. Available: <http://www.dpim.go.th/article?catid=125&articleid=3251>.
- [11] C. Lin and J. A. Ritter, "Effect of synthesis pH on the structure of carbon xerogels," *Carbon*, vol. 35, pp. 1271-1278, 1997.

- [12] M. Perrut and E. Francais. (2555). *Aerogel drying* [Online]. Available: <http://www.separex.fr/index.php/download/category/8-applications?download=20:aerogel-drying>
- [13] จตุพร วิทยาคุณ และนุรักษ์ กฤษดานุรักษ์, *การเร่งปฏิกิริยา: พื้นฐานและการประยุกต์*. กรุงเทพฯ: โรงพิมพ์มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์, 2547.
- [14] N. Job, R. Pirard, J. Marien and JP. Pirard, "Porous carbon xerogels with texture tailored by pH control during sol-gel process," *Carbon*, vol. 42, pp. 619-628, 2004.
- [15] S.A. Al-Muhtaseb and J.A. Ritter, "Preparation and properties of resorcinol-formaldehyde organic and carbon gels," *Advanced Materials*, vol. 15, pp. 101-114, 2003.
- [16] N. Job, R. Pirard, J. Marien, and J. P. Pirard, "Porous carbon xerogels with texture tailored by pH control during sol-gel process," *Carbon*, vol. 42, pp. 619-628, 2004.
- [17] S. A. Al-Muhtaseb and J. A. Ritter, "Preparation and properties of resorcinol-formaldehyde organic and carbon gel," *Advanced Materials*, vol.15, pp. 101-114, 2003.
- [18] สุริยภรณ์ ตันติธัญญกุล, "อิทธิพลของการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายสำหรับการเตรียมเมโซพอร์คาร์บอนซีโรเจลจากกรีซอร์ซินอลและฟอร์มัลดีไฮด์," *วิทยานิพนธ์ วศ.ม. (วิศวกรรมเคมี)*, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง, กรุงเทพฯ, 2550.
- [19] M. M. Rahman, *Nanomaterials*, Rijeka, Croatia: InTech, 2011
- [20] A. Fletcher, *Porosity and sorption behavior* [Online]. Available: <http://personal.strath.ac.uk/ashleigh.fletcher/adsorption.htm>
- [21] กิติโรจน์ หวันตาหลา และ ศิริวรรณ ศรีสรณ์, "การดูดซับไอออนโลหะสังกะสีโดยแอคติเวตเต็ดคาร์บอนที่เตรียมจากเกล็ด" *ปริญญาณิพนธ์ วศ.บ. (วิศวกรรมเคมี)*, มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ, กรุงเทพฯ, 2549.
- [22] ปรินทร์ เต็มธารศิลป์, "การเตรียมและการวิเคราะห์คุณลักษณะเฉพาะของถ่านกัมมันต์จากไผ่ตง และไผ่หมาจู," *วิทยานิพนธ์ วท.ม. (เคมี)*, มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, กรุงเทพฯ, 2551.
- [23] ปัญญา มณีจักร, "การเตรียมถ่านกัมมันต์จากลูกหูกวาง," *วารสารวิชาการสมาคมสถาบันอุดมศึกษาเอกชนแห่งประเทศไทย*, ปีที่ 18, ฉบับที่ 1, พฤษภาคม 2555.
- [24] T. Yamamoto, T. Ohmori and Y.H. Kim, "Preparation and characterization of monodisperse carbon cryogel microspheres," *Microporous and Mesoporous Materials*, vol. 112, pp. 211-218, 2008.

- [25] T. Horikawa, J. Hayashi and K. Muroyama, "Size control and characterization of spherical carbon aerogel particles from resorcinol-formaldehyde resin," *Carbon*, vol. 42, pp. 169-175, 2004.
- [26] B. Babić, B. Kaluđerović, Lj. Vračar and N. Krstajić, "Characterization of carbon cryogel synthesized by sol-gel polycondensation and freeze-drying," *Carbon*, vol. 42, pp. 2617-2624, 2004.
- [27] H. Tamon, H. Ishizaka, T. Araki and M. Okazaki, "Control of mesoporous structure of organic and carbon aerogels," *Carbon*, vol. 36, pp. 1257-1262, 1998.
- [28] X. Wang, X. Wang, L. Liu, L. Bai, H. An, L. Zheng and L. Yi, "Preparation and characterization of carbon aerogel microspheres by an inverse emulsion polymerization," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 357, pp. 793-797, 2011.
- [29] M. Mirzaeian, P. J. Hall, "The control of porosity at nano scale in resorcinol formaldehyde carbon aerogels," *Journal of Materials Science*, vol. 44, no. 10, pp. 2705-2713, 2009.
- [30] N. Job, A. Théry, R. Pirard, J. Marien, L. Kocon, J. N. Rouzaud, F. Béguin, and J. P. Pirarda, "Carbon aerogels, cryogels and xerogels: Influence of the drying method on the textural properties of porous carbon materials," *Carbon*, vol. 43, no. 12, pp. 2481-2494, 2005.
- [31] R.W. Pekala, "Organic aerogels from the polycondensation of resorcinol with formaldehyde," *Journal of Materials Science*, vol. 24, pp. 3221-3227, 1989.
- [32] P.Y.L. Foo, L.Y. Lee, "Preparation of Activated Carbon from *Parkia Speciosa* Pod by Chemical Activation," *Proceedings of World Congress on Engineering and Computer Science 2010, WCECS 2010*, October 20-22, 2010, San Francisco, USA, pp. 696-698.

ภาคผนวก ผลงานตีพิมพ์

ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการนานาชาติ

- [1] J. Chaichanawong, K. Kongcharoen, S. Areerat, "Preparation of carbon aerogel microspheres by a simple-injection emulsification method," *Advanced Powder Technology*, vol. 24, no. 5, pp. 891-896, 2013.

ผลงานตีพิมพ์ในรายงานสืบเนื่องจากการประชุมวิชาการระดับชาติและระดับนานาชาติ

- [1] ปฐมพร เคลือบสุวรรณ, กรณิศ คงเจริญ, จินตวัฒน์ ไชยชนะวงศ์, สุรัตน์ อาริรัตน์, "การเตรียมคาร์บอนแอโรเจลไมโครสเฟียร์โดยการเกิดอิมัลชันผ่านการฉีดอย่างง่ายและกระบวนการทำแห้งโดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤติ," *การประชุมวิชาการนานาชาติวิศวกรรมเคมีและเคมีประยุกต์แห่งประเทศไทย ครั้งที่ 22, นครราชสีมา, 25 - 26 ตุลาคม 2555*.
- [2] J. Chaichanawong, T. Jarurojpeera, N. Neoykiew, M. Fakkao, "Production of activated carbon from tamarind seeds by pyrolysis and chemical activation," *Proceedings of the 2nd Joint Conference on Renewable Energy and Nanotechnology, JCREN 2013, Higashi-Hiroshima, Japan, November 25-26, 2013*, pp. 198-201.