

การศึกษาผลของค่ากรด-เบส อุณหภูมิในการคัลไซน์ และกรดอะซิติก ต่อโครงสร้างของซิลิกาซีโรเจล และประสิทธิภาพในการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์

Effect of pH of mixture, calcinations temperature and acetic acid on textural properties of silica xerogel and CO<sub>2</sub> adsorption performance

นฤตล ทะตัน ไปรวิทย์ รัตนวิเชียร

ธงไทย วิฑูรย์

ภาควิชาวิศวกรรมเคมี, คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

โทร. 02-9428555 ต่อ 1247 โทรสาร 02-5614621 E-mail: fengtwti@ku.ac.th

บทคัดย่อ

โครงสร้างที่มีลักษณะเป็นรูพรุนของซิลิกาซีโรเจลถูกนำไปใช้ประโยชน์อย่างแพร่หลาย เช่น เป็นตัวดูดซับ หรือใช้เพื่อการตรวจจับแก๊ส ในงานวิจัยนี้จะศึกษาการเตรียมและลักษณะทางกายภาพของซิลิกาซีโรเจลที่มีการกระจายตัวของรูพรุนสองขนาด(ไมโครพอร์ และเมโซพอร์) และศึกษาประสิทธิภาพในการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ของซิลิกาซีโรเจล โดยทำการสังเคราะห์ซิลิกาซีโรเจลผ่านปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส และปฏิกิริยาcondensation โดยใช้โซเดียมซิลิเกตเป็นสารตั้งต้น โดยมีตัวแปรที่จะทำการศึกษาคือ ความเป็นกรด-เบส อุณหภูมิในการทำคัลไซน์และปริมาณของกรดอะซิติก ต่อลักษณะทางกายภาพของซิลิกาซีโรเจล หลังจากนั้นนำซิลิกาซีโรเจลที่สังเคราะห์ได้ไปทำการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะด้วยเทคนิค N<sub>2</sub>-sorption วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของพื้นผิวด้วยเทคนิค FT-IR วิเคราะห์โครงสร้างของรูพรุนด้วยเทคนิคการถ่ายภาพแบบส่องกราด และแบบส่องผ่าน และศึกษาการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน ผลการวิเคราะห์พบว่ามีการกระจายตัวของรูพรุนอยู่ในช่วงของไมโครพอร์และเมโซพอร์ เมื่อเพิ่มความเป็นกรด-เบสในการสังเคราะห์ ส่งผลให้ปริมาณรูพรุนช่วงไมโครพอร์ลดลง ในขณะที่ช่วงเมโซพอร์มีขนาดรูพรุนที่ใหญ่ขึ้น ผลของการทำคัลไซน์ที่อุณหภูมิสูง(500 องศาเซลเซียส) จะทำให้ซิลิกาซีโรเจลที่มีรูพรุนขนาดเล็กมีพื้นที่ผิวรวมทั้งปริมาณของรูพรุนมีค่าลดลงเนื่องจากการเผาผลาญ โดยเฉพาะซิลิกาซีโรเจลที่ค่าความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 2 และเมื่อพิจารณาการเพิ่มปริมาณกรดอะซิติก จะพบว่าหมู่ไฮดรอกซิลบนบริเวณพื้นที่ผิวของซิลิกาซีโรเจลเพิ่มขึ้น ซึ่งทำให้เกิดแรงแวนเดอร์วาลส์กับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ได้ดี ซึ่งเป็นผลให้ซิลิกาซีโรเจลที่เติมกรดอะซิติกปริมาณ 6 มิลลิลิตร ที่ค่าความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 2 มีปริมาณการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์สูงถึง 83.6 มิลลิกรัมคาร์บอนไดออกไซด์ต่อกรัมของตัวดูดซับซิลิกาซีโรเจล

คำสำคัญ: การกระจายตัวของรูพรุนสองขนาด; อุณหภูมิการทำคัลไซน์; ค่าความเป็นกรด-เบสของผสม; กรดอะซิติก; การดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์

Abstract

Tailoring the porous texture of silica xerogel is of great interest in catalysis, adsorption and sensors. In the present work, we reported the preparation and characterization of silica xerogels with bimodal (micro and meso) pore size distribution and their performance on CO<sub>2</sub> adsorption. The silica xerogels were synthesized by the hydrolysis and condensation of sodium silicate at 40 °C for 24 h and hydrothermal aging at 100 °C for 24 h. The effects of pH of mixture, calcination temperature and amounts of acetic acid on the textural properties of silica xerogel were investigated. The silica xerogel products were characterized by N<sub>2</sub>-sorption, Fourier transform infrared spectroscopy, Scanning electron microscopy, Transmission electron microscopy and Thermal gravimetric analysis. The obtained silica xerogels have bimodal pore size distribution in the range of micropore and mesopore regions. The amount of micropore volume was decreased, while the mesopore diameter was increased with increasing the pH of mixture. The high calcinations temperature (500 °C) caused the decrease of surface area and pore volume, especially those of silica xerogel prepared at pH 2. The concentration of silanol groups on the surface of silica xerogel was increased with increasing the amount of acetic acid. The silica xerogel prepared using 6 mL of acetic acid has the highest CO<sub>2</sub> adsorption capacity (83.6 mg<sub>CO<sub>2</sub></sub>/g<sub>sorbent</sub>).

**Keywords:** Bimodal pore size distribution; Calcination temperature; pH of mixture; Acetic acid; CO<sub>2</sub> adsorption

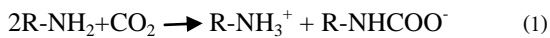
1. บทนำ

การปล่อยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์สู่บรรยากาศเป็นหนึ่งในปัญหาสิ่งแวดล้อมสำคัญของโลก (Song, 2006) ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์

ถูกระบุว่าเป็น “ก๊าซเรือนกระจก” (greenhouse gas) ซึ่งมีส่วนทำให้สภาพอากาศเปลี่ยนแปลง และทำให้อุณหภูมิของโลกสูงขึ้น ดังนั้นการควบคุมการปล่อยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์สู่บรรยากาศจึงเป็นเรื่องสำคัญและเร่งด่วนอย่างยิ่งที่ทุกคนต้องตระหนัก

แหล่งที่มาหลักของการปล่อยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ คือ การเผาไหม้เชื้อเพลิง เช่น ก๊าซธรรมชาติ ถ่านหิน และ ปิโตรเลียม เพื่อใช้ในการผลิตกระแสไฟฟ้า และ การขนส่ง (Chew T.L., 2010) การลดการปล่อยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์สามารถทำได้หลายวิธี เช่น การปรับปรุงประสิทธิภาพเครื่องยนต์ และ (Bernal M.P., 2004) เมื่อเร็ว ๆ นี้ การแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์จากก๊าซธรรมชาติและจากก๊าซผสมที่ปล่อยออกหลังจากการเกิดปฏิกิริยาในโรงงานอุตสาหกรรมได้รับความสนใจอย่างมาก (Lin H.,2005) เนื่องจากจะทำให้ค่าพลังงานในการเผาไหม้ของก๊าซธรรมชาติสูงขึ้น และเหมาะสมในการผลิตกระแสไฟฟ้าและลดปัญหาอุณหภูมิที่สูงขึ้นของโลก

เทคโนโลยีดั้งเดิมที่ใช้ในการแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ได้แก่ การใช้เทคนิคการควบแน่นก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิต่ำ (cryogenic distillation) กระบวนการดูดซับทางเคมีโดยผ่านก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์เข้าไปในสารละลายที่มีอนุพันธ์ของเอมีนอยู่ (amine compound) ทำให้ได้สารประกอบคาร์บาเมต (carbmates) ซึ่งสามารถเขียนเป็นสมการได้ดังนี้



อย่างไรก็ตามการใช้สารละลายเอมีน ส่งผลให้เกิดปัญหาด้านอื่นๆ เช่น การใช้พลังงานสูงสำหรับการนำสารละลายเอมีนกลับมาใช้ใหม่ การสึกกร่อนของอุปกรณ์ และปัญหาในเรื่องการไหลเนื่องจากความหนืดที่สูง (Zheng F., Gray M, 2005)

เนื่องจากปัญหาการใช้พลังงานสูงในการนำสารละลายเอมีนกลับมาใช้ใหม่ (Boumaceur R,2006) จึงได้มีการนำของแข็งที่มีรูพรุนสูง เช่น ซีโอไลต์ (zeolite) ซิลิกาซีโรเจล (silica xerogel) และ ซิลิกาเมโซพอร์ (mesoporous silica) มาใช้เป็นตัวดูดซับ ซึ่งจะสามารถดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ได้ประมาณ 10-30 มิลลิกรัมคาร์บอนไดออกไซด์ต่อกรัมตัวดูดซับ (Huang H.Y.,2003, Chatti R.,2009) จากการตรวจสอบพบว่าความแตกต่างในการค่าการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ของตัวดูดซับแต่ละชนิดยังไม่มีการรายงานที่ชัดเจน แต่โดยทั่วไปแล้วการดูดซับก๊าซบนพื้นผิวของตัวดูดซับจะขึ้นอยู่กับ 2 ปัจจัยหลักคือ สมบัติทางเคมีพื้นผิว (chemical surface properties) และ โครงสร้างของพื้นผิว (structure and geometry of adsorbent surface) เนื่องจากการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์บนพื้นผิวของซิลิกาจะเกิดขึ้นที่ หมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl groups) (Chew T.L.,2010) ซึ่งปฏิกิริยาระหว่างก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และหมู่ไฮดรอกซิลนั้นเป็นแรงอ่อนๆ (physical adsorption) ซึ่งจะดูดซับได้ดีที่อุณหภูมิต่ำ ดังนั้นหลาย งานวิจัยจึงได้มี

การปรับปรุงสภาพพื้นที่ผิวด้วยสารอินทรีย์ที่มีอนุพันธ์ของเอมีนเช่น เตตระเอทิลีนเพนตะมีน (tetraethylenepentamine) (Liu Y, Gu F.N.,2010) โพลีเอทิลีนอิมิน (polyethyleneimine) (Sanz R,2010, Chandrasekar G.,2009) ซึ่งพบว่าการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์หลังจากการปรับปรุงพื้นผิวซิลิกานั้นจะเป็นแบบเชิงเคมี (chemical adsorption) และได้ประสิทธิภาพสูงขึ้น 2-4 เท่าของตัวดูดซับที่ไม่ได้ปรับปรุงพื้นผิว

โครงการวิจัยนี้ผู้วิจัยจะทำการศึกษาการสังเคราะห์ ซิลิกาซีโรเจลที่มีรูพรุนแตกต่างกันก่อนแล้วนำมาศึกษาการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์เพื่อหาขนาดรูพรุนที่เหมาะสม หลังจากนั้นซิลิกาซีโรเจลที่ให้ค่าการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์สูงจะถูกนำมาปรับปรุงพื้นผิวโดยการเติมปริมาณกรดอะซิติกที่แตกต่างกัน และทำการศึกษาผลของการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิต่างๆ

## 2. วิธีการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมซิลิกาซีโรเจล ได้แก่ โซเดียมซิลิเกต ( $Na_2Si_2O_7$ ) ความเข้มข้น 28 % โดยน้ำหนัก น้ำกลั่น ( $H_2O$ ) ไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 38% กรดอะซิติก ( $CH_3COOH$ ) ความเข้มข้น 100 % ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ 99.99 % ก๊าซอาร์กอน 99.99%

### 2.1 วิธีการเตรียมซิลิกาซีโรเจล

ซิงโซเดียมซิลิเกตความเข้มข้น 28 % โดยน้ำหนัก 4.50 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร นำไปผสมกับน้ำกลั่น 70 มิลลิลิตร ใส่แท่งแม่เหล็กใช้สำหรับคนสารลงในบีกเกอร์ และนำไปเข้าเครื่องชกควบคุมอุณหภูมิพร้อมคนอัตโนมัติ เติมกรดอะซิติกที่ปริมาณแตกต่างกัน (0 2 4 และ 6 มิลลิลิตร) จากนั้นทำการปรับค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายให้เท่ากับ 2 โดยใช้กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น กวนด้วยความเร็วรอบ 300 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง สารที่ได้จากปฏิกิริยาข้างต้นจะอยู่ในรูปเจล จากนั้นนำเจลที่ได้เข้าเครื่องอบความร้อนด้วยไอน้ำ (Autoclave) โดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อปรับปรุงคุณภาพของซิลิกาเจล เมื่อเวลาผ่านไป 24 ชั่วโมง นำสารที่ได้ออกจากเครื่องอบ แล้วนำไปกรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่น จนค่าความเป็นกรด-เบสของซิลิกาซีโรเจลที่ได้ เป็นกลางแล้วกรองออก นำซิลิกาซีโรเจลที่ได้ไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นนำไปคลั่งขึ้นชั้นที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

### 2.2 การวิเคราะห์คุณสมบัติของซิลิกาซีโรเจล

พื้นผิว BET Isotherm ของการดูดซับ,การกระจายตัวของรูพรุน และปริมาตรของรูพรุน ของซิลิกาซีโรเจลที่ได้สังเคราะห์ขึ้นมา ใช้การวิเคราะห์โดยการใช้เครื่องมือ  $N_2$ -physisorption ของ Quantachrome Corporation (รุ่น : Autosorb1) ปริมาณหมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิวของซิลิกาซีโรเจลตรวจสอบโดยเครื่องมือวิเคราะห์ทางความร้อน DTA-TGA analyzer (TA instrument, SDT2960 simultaneous DTA-TGA Universal

2000) ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของสารที่มีอยู่ในซิลิกาซีโรเจลที่สังเคราะห์ได้ด้วยเครื่องมือ FT-IR ลักษณะโครงสร้างและกลุ่มของซิลิกาของตัวอย่าง ซิลิกาซีโรเจล วิเคราะห์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (JEOL JSM6301-F) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของ (JEOL JEM-2010:F) เป็นเครื่องมือที่มีสมรรถภาพสูงซึ่งให้ข้อมูลของโครงสร้างของรูพรุนและรูปร่างของซิลิกาซีโรเจลที่มีรูพรุนขนาดนาโน

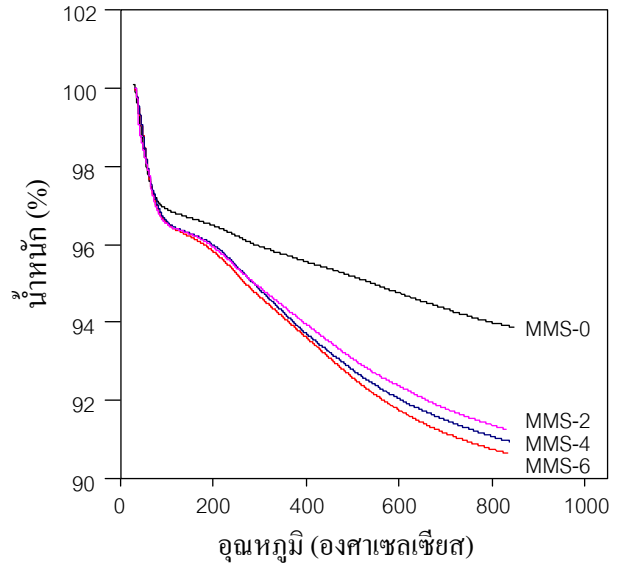
### 2.3 การตรวจวัดการดูดซับและคายซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์

วิธีการวิเคราะห์หาปริมาณการดูดซับและคายซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ของวัสดุซิลิกาซีโรเจล โดยใช้เครื่องมือวิเคราะห์ทางความร้อน DTA-TGA โดยเริ่มให้ความร้อนแก่ตัวอย่างโดยเริ่มที่อุณหภูมิห้องใช้อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียส ต่อนาทีพร้อมกับไหลผ่านก๊าซอาร์กอน (Ar 99.99%) จนกระทั่งอุณหภูมิสูงถึง 110 องศาเซลเซียส เมื่อการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักคงที่ทำการลดอุณหภูมิของตัวอย่างลงมาที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (99.99%) โดยมีอัตราการไหล 40 มิลลิลิตรต่อนาที ไหลผ่านไปในระบบ จากนั้นทำการบันทึกการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารตัวอย่าง ทำการทดสอบการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิแตกต่างกัน 3 อุณหภูมิได้แก่ 35 องศาเซลเซียส 55 องศาเซลเซียส และ 75 องศาเซลเซียส ต่อเนื่องตามลำดับ

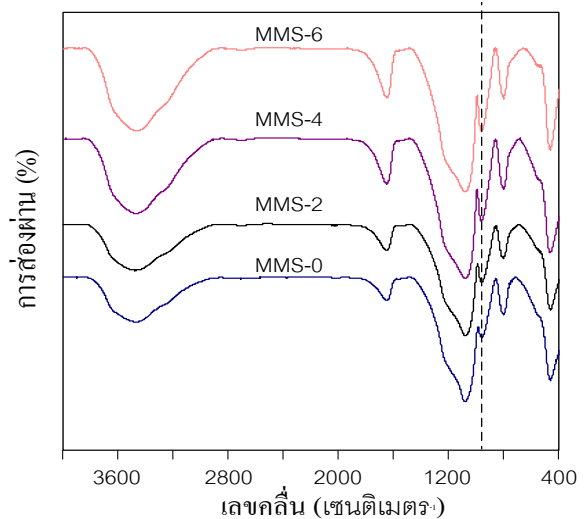
## 3. ผลการดำเนินโครงการและวิจารณ์ผล

จากการศึกษาที่ผ่านมาพบว่าการเติมกรดอะซิติกในการสังเคราะห์ซิลิกาซีโรเจล ทำให้ตัวอย่างที่ได้มีพื้นที่ผิวและปริมาตรที่เพิ่มมากขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่ามีประสิทธิภาพในการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ที่ดีเยี่ยม ในหัวข้อนี้จึงได้ทำการสังเคราะห์ซิลิกาซีโรเจลโดยเติมกรดอะซิติกในปริมาณที่แตกต่างกัน 4 ปริมาณ ได้แก่ 0 มิลลิลิตร (MMS-0) 2 มิลลิลิตร (MMS-2) 4 มิลลิลิตร (MMS-4) และ 6 มิลลิลิตร (MMS-6) โดยปรับค่าความเป็นกรด-เบสให้เท่ากับ 2 นำตัวอย่างที่ได้มาวิเคราะห์ลักษณะของพื้นผิวและลักษณะของโครงสร้างของรูพรุน ผลการศึกษามีดังนี้

รูปที่ 1 พบว่ารูปแบบของการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของซิลิกาซีโรเจลที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดนั้น แสดงการสูญเสียน้ำหนักที่แตกต่างกันสามช่วง โดยช่วงแรก ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 100 องศาเซลเซียส ช่วงที่สอง ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 100-200 องศาเซลเซียส และช่วงสุดท้ายที่อุณหภูมิมากกว่า 200 องศาเซลเซียส สำหรับในช่วงแรกและช่วงที่สองนั้นแสดงให้เห็นถึงการดูดซับทางกายภาพและการดูดซับทางเคมีของโมเลกุลน้ำตามลำดับ ส่วนในช่วงสุดท้ายนั้นแสดงถึงการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากการควบแน่นของหมู่ไฮดรอกซิลแบบแขนเดี่ยว (single) ไฮดรอกซิลแบบสองแขน (geminal) ไฮดรอกซิลแบบสามแขน (vicinal)

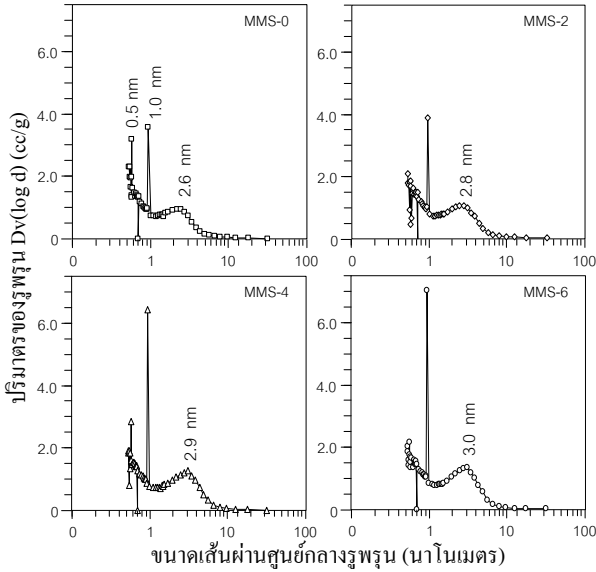


รูปที่ 1 รูปแบบ TGA ของการสังเคราะห์ซิลิกาซีโรเจลที่เตรียมขึ้นโดยการใช้ปริมาณกรดอะซิติกที่แตกต่างกัน



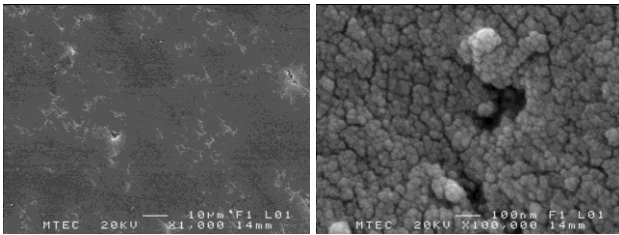
รูปที่ 2 แถบรังสีอินฟราเรดที่ส่องผ่านซิลิกาซีโรเจล คัลซิเนชันที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส

รูปที่ 2 พบว่าซิลิกาซีโรเจลทั้งหมดนั้นตอบสนองต่อรังสีอินฟราเรดด้วยรูปแบบเดียวกัน ซึ่งก็คือ ที่เลขคลื่น 1100 เซนติเมตร<sup>-1</sup> 780 เซนติเมตร<sup>-1</sup> และ 460 เซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงให้เห็นถึงการมีอยู่ของหมู่ Si-O-Si (K. Battisha et al.) เลขคลื่นประมาณ 3800 ถึง 3050 เซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงให้เห็นถึงการมีอยู่ของหมู่ O-H (T. Karbowski et al.) และที่เลขคลื่นประมาณ 950 เซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงให้เห็นถึงหมู่ไฮดรอกซิลที่เหลื่ออยู่ เมื่อพิจารณาตำแหน่งดังกล่าวจะพบว่า หมู่ไฮดรอกซิลมีปริมาณมากขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณกรดอะซิติก ซึ่งผลการวิเคราะห์ที่ได้ที่นั่นสอดคล้องกับการทดสอบด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ทางความร้อน (TGA)

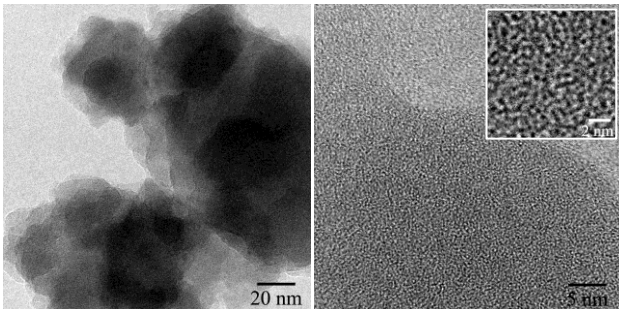


รูปที่ 3 การกระจายตัวของขนาดรูพรุนในวัสดุซิลิกาซีโรเจล

รูปที่ 3 พบว่าการกระจายตัวของรูพรุนของซิลิกาซีโรเจลจากการเตรียมโดยไม่เติมกรดอะซิติกมีลักษณะเป็นรูพรุนหลายขนาด โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนเฉลี่ยเท่ากับ 0.5 นาโนเมตร 1.0 นาโนเมตร และ 2.6 นาโนเมตร และเมื่อเพิ่มปริมาณกรดอะซิติกจะทำให้สัดส่วนของไมโครพอร์ (0.5 นาโนเมตร) ลดลง ขณะที่ขั้วออกกราฟบริเวณรูพรุนขนาดกลาง (1.0 นาโนเมตร) จะสูงกว่าตัวอย่างที่ไม่ได้เติมกรดอะซิติกซึ่งแสดงถึงโครงสร้างของรูพรุนที่มีลักษณะแบบเดียวกัน และยังพบว่ารูพรุนที่มีขนาดใหญ่ (2.6 นาโนเมตร) จะเปลี่ยนไปเป็นขนาดใหญ่ (3.0 นาโนเมตร) อย่างช้าๆ เมื่อเพิ่มปริมาณกรดอะซิติกเป็น 6 มิลลิกรัม

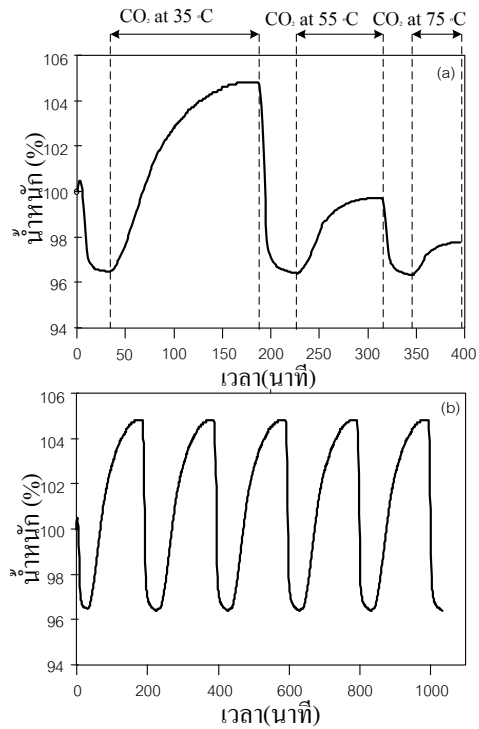


รูปที่ 4 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM) ของซิลิกาซีโรเจลที่สังเคราะห์โดยใช้กรดอะซิติกปริมาณ 6 มิลลิกรัม



รูปที่ 5 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (TEM)

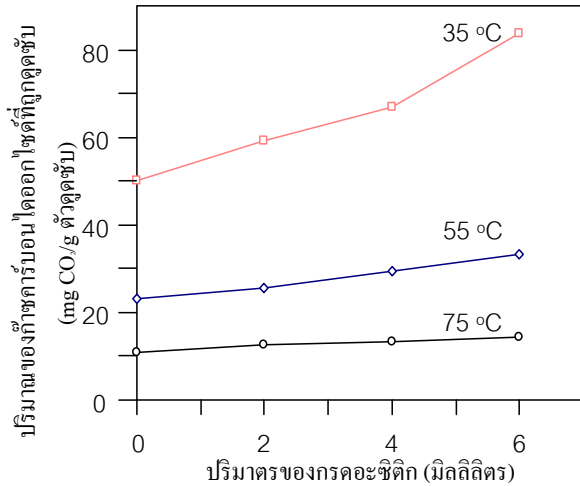
ซิลิกาซีโรเจลที่สังเคราะห์โดยใช้ปริมาณกรดอะซิติก 6 มิลลิกรัมจะถูกนำมาศึกษาแบบและโครงสร้างของรูพรุน รูปที่ 4 รูปของ SEM ที่กำลังขยายต่ำจะแสดงให้เห็นถึงพื้นผิวที่ราบเรียบและหนาแน่น เมื่อใช้กำลังขยายที่สูงขึ้นจะพบอนุภาคของซิลิกาในระดับนาโนเมตรรวมตัวกันอย่างหนาแน่น ส่วนรูปที่ 5 รูปของ TEM ที่กำลังขยายต่ำจะพบรูพรุนขนาดเมโซพอร์ที่ไม่เชื่อมต่อกัน อยู่ในช่องว่างระหว่างอนุภาคซิลิกาที่ซ้อนทับกันเป็นจำนวนมาก สอดคล้องกับการตรวจสอบด้วยเครื่องมือวิเคราะห์พื้นผิวจำเพาะ ( $N_2$ -sorption) ที่พบรูพรุนขนาดใหญ่ (2.6-3.0 นาโนเมตร) และยังพบว่าอนุภาคนาโนเหล่านี้จะอยู่บริเวณพื้นผิวภายนอก ซึ่งเป็นข้อแตกต่างระหว่างพื้นผิว BET และพื้นผิวของไมโครพอร์ นอกจากนี้รูป TEM ที่กำลังขยายสูงแสดงให้เห็นถึงการเชื่อมต่อกันของไมโครพอร์ด้วยโครงสร้างขนาดใหญ่ที่เป็นแบบเดียวกัน



รูปที่ 6 (a) การดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ของซิลิกาซีโรเจลตัวอย่าง MMS-6 (b) ตัวอย่าง MMS-6 แสดงให้เห็นถึงการผันกลับได้

การทดสอบโดยใช้เครื่องมือวิเคราะห์ทางความร้อน (TGA) ซึ่งน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นในระหว่างที่มีการไหลผ่านก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์คือปริมาณก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่ถูกดูดซับได้ โดยน้ำหนักเริ่มต้นของสารตัวอย่างที่ 100 เปอร์เซ็นต์ ให้ความร้อนไปที่ 110 องศาเซลเซียสพร้อมไหลผ่านก๊าซอาร์กอน 99.99% น้ำหนักจะลดลงเนื่องจากน้ำที่ระเหยออกไป เมื่อน้ำหนักคงที่ลดอุณหภูมิมาที่ 35 องศาเซลเซียสพร้อมไหลผ่านก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์จะเห็นการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นเนื่องจากการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์เมื่อการดูดซับครั้งที่ทำการคายซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส

จากนั้นทำการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์อย่างต่อเนื่องที่อุณหภูมิ 55 และ 75 องศาเซลเซียสตามลำดับ และเมื่อพิจารณารูปที่ 6 (b) ตัวอย่าง MMS-6 แสดงให้เห็นถึงการผันกลับได้และความเสถียรของการดูดซับ และคายซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์อย่างมีประสิทธิภาพระหว่างที่มีการทำซ้ำเช่นเดียวกันถึง 5 ครั้ง ที่อุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส



รูปที่ 7 ผลกระทบของอุณหภูมิที่มีผลต่อการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ของตัวอย่างทั้งหมด

รูปที่ 7 พบว่าปริมาณการดูดซับของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณของกรดอะซิติกที่ใช้ในการสังเคราะห์ และยังสอดคล้องกับโครงสร้างของรูพรุนที่มีลักษณะเดียวกันสูงและมีปริมาณของหมู่ไฮดรอกซิลจำนวนมาก จากการคำนวณพบว่า MMS-6 มีปริมาณการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่สูงที่สุด (83.9mgCO<sub>2</sub>/g<sub>adsorbent</sub>) ที่ 35 องศาเซลเซียส และเมื่อพิจารณาอุณหภูมิในการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่สูง สังเกตว่าปริมาณการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ลดลงอย่างมีนัยยะเมื่ออุณหภูมิการดูดซับสูงขึ้น แม้ว่าจะมีหมู่ไฮดรอกซิลจำนวนมากกระจายตัวอยู่บนพื้นผิวของซิลิกาซีโรเจล ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่า ที่อุณหภูมิการดูดซับที่สูง จะทำให้ความแข็งแรงของแรงแวนเดอร์วาล (van der Waals) ระหว่างก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และหมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิวของซิลิกาซีโรเจลลดลง

#### 4. สรุปผลการทดลอง

การสังเคราะห์ซิลิกาซีโรเจลที่มีพื้นที่ผิวและโครงสร้างของรูพรุนที่มีลักษณะแบบเดียวกันสูงและการมีหมู่ไฮดรอกซิลจำนวนมาก โดยการใช้กรดไฮโดรลิกและกรดอะซิติกผ่านกระบวนการ โซล-เจล พบว่าการสังเคราะห์ซิลิกาซีโรเจลที่มีการเติมกรดอะซิติก 6 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิการดูดซับต่ำ สามารถดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ได้สูงสุด(83.6 mgCO<sub>2</sub>/g<sub>adsorbent</sub>) เนื่องจากมีหมู่ไฮดรอกซิลจำนวนมากและลักษณะโครงสร้างของรูพรุนมีลักษณะเดียวกันสูง พบว่าปริมาณก๊าซ

คาร์บอนไดออกไซด์ที่ดูดซับได้ลดลงอย่างมีนัยยะ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการดูดซับ เนื่องจากแรงกระทำที่อ่อนลงระหว่างก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และพื้นผิวของซิลิกาซีโรเจล นอกจากนี้ซิลิกาซีโรเจลที่สังเคราะห์ได้แสดงให้เห็นถึงการนำกลับมาใช้ใหม่ได้และมีความเสถียรในการดูดซับและคายซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์อย่างมีประสิทธิภาพ

#### 5. กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณศูนย์นาโนเทคโนโลยี และคณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ที่ให้การสนับสนุนทุนวิจัยโครงการ

#### 6. เอกสารอ้างอิง

- Brinker, C.J.; Scherer, G.W. *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*, Academic Press, New York, 1990.
- Chew, T.L.; Ahmad A.L.; Bhatia, S. 2010. Ordered mesoporous silica (OMS) as an adsorbent and membrane for separation of carbon dioxide (CO<sub>2</sub>). *Adv. Col. Inter. Sci.* 153, p. 43-45.
- Gregg, S.J.; Sing, K.S.W. *Adsorption, Surface Area and Porosity*, Academic Press, New York, 1982.
- Liu, Y.; Ren, W.; Zheng, L.; Yao, X. 1999. New method for making porous SiO<sub>2</sub> thin films, *Thin Solid Films*. 353, p. 124-128.
- Mikhail, R.S.; Brunauer, S. 1975. Some remarks on pore structure analyses, *J. Colloid Interface Sci.* 52, p. 626-627.
- Neimark, A.V.; Ravikovitch, P.I.; Vishnyakov, 2000, A. *Adsorption hysteresis in nanopores*, *Phys. Rev. E*, 62 R1493-R1496.
- Song C., 2006. *Global Challenges and strategies for control, conversion and utilization of CO<sub>2</sub> for sustainable development involving energy, catalysis, adsorption and chemical processing*, *Catalyst Today*. 115, p. 2-32.
- Witton, T., Chareonpanich M.; Limtrakul, J. 2008. *Synthesis of bimodal porous silica from rice husk ash via sol-gel process using chitosan as template*, *Materials Letters*. 62, p. 1476-1479.