



รายงานการวิจัย

ศึกษาระบบต้นแบบที่ใช้เทคโนโลยีนาโนร่วมกับเทคโนโลยีเมมเบรน
ในการจัดการปัญหาน้ำเสีย

**Study on the Combined Prototype System of Nanotechnology and
Membrane Technology for Wastewater Treatment**

ฉลาด ยืนยาว

สาขาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนจากงบประมาณทุนอุดหนุนงานวิจัยด้าน
วิทยาศาสตร์ วิจัยและนวัตกรรม ผ่านกองทุนส่งเสริมวิทยาศาสตร์ วิจัยและ
นวัตกรรม

ภายใต้แผนยุทธศาสตร์การวิจัยและนวัตกรรม

ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2563

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

ศึกษาระบบต้นแบบที่ใช้เทคโนโลยีนาโนร่วมกับเทคโนโลยีเมมเบรน
ในการจัดการปัญหาน้ำเสีย

**Study on the Combined Prototype System of Nanotechnology and
Membrane Technology for Wastewater Treatment**

ฉลาด ยืนยาว

สาขาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนจากงบประมาณทุนอุดหนุนงานวิจัยด้านวิทยาศาสตร์ วิจัย
และนวัตกรรม ผ่านกองทุนส่งเสริมวิทยาศาสตร์ วิจัยและนวัตกรรม ภายใต้แผน
ยุทธศาสตร์การวิจัยและนวัตกรรม
ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2563

ชื่องานวิจัย	ศึกษาระบบต้นแบบที่ใช้เทคโนโลยีนาโนร่วมกับเทคโนโลยีเมมเบรนในการจัดการปัญหาน้ำเสีย Study on the Combined Prototype System of Nanotechnology and Membrane Technology for Wastewater Treatment
ชื่อผู้วิจัย	ฉลาด ยืนยาว
มหาวิทยาลัย	มหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์ ปีเสร็จวิจัย 2563

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ เพื่อสังเคราะห์วัสดุนาโนที่เหมาะสมสำหรับการประยุกต์ใช้ในการบำบัดน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือ พัฒนาสมรรถนะการแยกสารของเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมด้วยวัสดุนาโนและเพื่อออกแบบ สร้างและทดสอบระบบต้นแบบที่ใช้เทคโนโลยีเมมเบรนและนาโนเทคโนโลยีในการทดสอบบำบัดน้ำเสีย ในส่วนของการสังเคราะห์วัสดุนาโนนั้น อนุภาคนาโนแบบมีรูพรุน 3 ชนิดคือ ซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีรูพรุนระดับมีโซและไมโคร (MMSNs) ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) และซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ได้ถูกสังเคราะห์ด้วยเทคนิคการควบแน่นร่วม เทคนิคการควบแน่นร่วมภายใต้สภาวะสองเฟส (Bi-phasic) เทคนิคไฮโดรเทอร์มัล และเทคนิคการทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้นกับตัวทำละลาย ภายใต้สภาวะที่มีการไหลของน้ำตาลทราย ตามลำดับ ในการสังเคราะห์ MMSNs ด้วยวิธีควบแน่นร่วม CTAB ถูกใช้เป็นแม่พิมพ์ $\text{NH}_4\text{OH}+\text{EtOH}$ ถูกใช้เป็นสารตัวเร่ง ขณะที่การสังเคราะห์ MMSNs ด้วยวิธีการควบแน่นร่วมภายใต้สภาวะสองเฟส DI-Water และ CHX ถูกกำหนดให้เป็นเฟสที่ 1 และ 2 ตามลำดับ คลื่นเสียงความถี่สูงถูกใช้ในการกระตุ้นการพองตัวของแม่พิมพ์ MTAB ถูกใช้เป็นแม่พิมพ์หลัก และ LAG ถูกใช้เป็นตัวเร่ง ขณะที่ DMHA, PVP, PEG และ S-770 ถูกกำหนดให้ทำหน้าที่แม่พิมพ์ร่วม TiO_2 แบบมีรูพรุน จะถูกสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลแบบใช้แม่พิมพ์ร่วมกับการปรับปรุงคุณสมบัติด้วยสารละลาย KCl และ Na_2CO_3 ขณะที่ ZnO จะถูกสังเคราะห์ด้วยการทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้นและตัวทำละลายภายใต้สภาวะที่มีการไหลของน้ำตาลทรายที่อุณหภูมิ 450°C อนุภาคที่ได้ถูกตรวจสอบคุณลักษณะด้วยเทคนิค SEM, TEM, BET, BJH และ XRD นอกจากการสังเคราะห์อนุภาคนาโนทั้ง 3 ชนิด งานวิจัยนี้ยังได้พัฒนาสมรรถนะของเมมเบรนคอมโพสิตนาโนโดยการเติมอนุภาคนาโนในเมตริกซ์ของพอลิซัลโฟนในปริมาณ 0.5, 1.0 และ 1.5 wt% เมมเบรนคอมโพสิตนาโนถูกเตรียมด้วยวิธีการเปลี่ยนเฟสและถูกทดสอบโครงสร้างสัณฐานวิทยา การกระจายตัวของ

อนุภาคนาโนในเมตริกซ์ของพอลิซิลิโคน และความชอบน้ำด้วยเทคนิค SEM และการวัดมุมสัมผัสของน้ำ ที่มากไปกว่านั้น งานวิจัยนี้ได้ออกแบบ สร้างและทดสอบระบบต้นแบบที่ใช้เทคโนโลยีเมมเบรนร่วมกับเทคโนโลยีนาโนสำหรับการทดสอบสมรรถนะของเมมเบรนด้วย ผลการวิจัยพบว่า สามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโน MMSNs ที่มีรูพรุนระดับมีโซและไมโครได้สำเร็จ พื้นที่ผิวจำเพาะสูงสุดของอนุภาคที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคการควบแน่นร่วมที่ใช้ $\text{NH}_4\text{OH}+\text{EtOH}$ เป็นตัวเร่งและใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์เท่ากับ $952.89 \text{ m}^2/\text{g}$ พื้นที่ผิวจำเพาะสูงสุดของอนุภาค MMSNs ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีควบแน่นร่วมภายใต้สภาวะสองเฟส ที่ใช้ MTAB, MTAB+DMHA, MTAB+PVP, MTAB+PEG และ MTAB+(S-770) เท่ากับ 672.30, 477.60, 431.91, 551.33 และ 259.71 ตามลำดับ ในกรณีของอนุภาค MMSNs เราพบว่า ขนาดของอนุภาคที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีควบแน่นร่วมโดยใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์และใช้ $\text{NH}_4\text{OH}+\text{EtOH}$ เป็นตัวเร่งใหญ่กว่าที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีควบแน่นร่วมภายใต้สภาวะสองเฟสที่ใช้ MTAB+แม่พิมพ์ร่วมและใช้ LAG เป็นตัวเร่ง นอกจาก MMSNs เรายังสามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโน TiO_2 และ ZnO ได้สำเร็จด้วย อนุภาคนาโน TiO_2 ที่ได้มีขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะสูงกว่า TiO_2 (P25) ที่มีจำหน่ายในเชิงพาณิชย์กว่า 4 เท่า ขณะที่ ZnO ที่ได้มีขนาดอนุภาคเล็กกว่าและการกระจายขนาดของอนุภาคดีกว่า ZnO ที่มีจำหน่ายในท้องตลาด ที่สำคัญคือ เราสามารถสังเคราะห์ ZnO ได้ด้วยวิธีที่ค่อนข้างง่าย และใช้เวลาในการสังเคราะห์น้อย (ประมาณ 2 h) สำหรับการพัฒนาสมรรถนะของเมมเบรน เราพบว่า การเติมอนุภาคนาโนในเมตริกซ์ของพอลิซิลิโคนทำให้โครงสร้างฐานวิทยาของเมมเบรนเปลี่ยนไป รูพรุนคล้ายหยดน้ำและคล้ายฟองน้ำลดลงและปรากฏโครงสร้างรูพรุนคล้ายนิ้วมือ ชันเลือกผ่านบางลงเมื่อเทียบกับกรณีที่ไม่ได้เติมอนุภาค ผลการทดสอบสมรรถนะการบำบัดน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือในเทอมของฟลักซ์ของการซึมผ่านและค่าการกักกันเกลือ พบว่า ฟลักซ์การซึมผ่านของเมมเบรนพอลิซิลิโคนบริสุทธิ์มีค่าต่ำกว่าเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาคนาโน ขณะที่เปอร์เซ็นต์การกักกันเกลือของเมมเบรนพอลิซิลิโคนบริสุทธิ์มีค่าสูงกว่าเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาคนาโน แสดงให้เห็นว่า การเติมด้วยอนุภาคนาโนในเมตริกซ์ของเมมเบรนพอลิเมอร์ทำให้ฟลักซ์การซึมผ่านของเมมเบรนดีขึ้น สำหรับการศึกษาออกแบบและสร้างระบบต้นแบบที่ใช้เทคโนโลยีเมมเบรนร่วมกับเทคโนโลยีนาโน พบว่า ระบบต้นแบบที่สร้างขึ้นสามารถใช้ในการทดสอบสมรรถนะการแยกของเมมเบรนได้เป็นอย่างดี โดยไม่มีการรั่วไหลของสารระหว่างการใช้งาน

คำสำคัญ : วัสดุนาโน, ฟลักซ์การซึมผ่าน, เมมเบรนคอมโพสิตนาโน, น้ำเสีย, เปอร์เซ็นต์การกักกันเกลือ

SEARCH TITLE: Study on the Combined Prototype System of Nanotechnology and Membrane Technology for Wastewater Treatment

RESEARCHERS: Chalad Yuenyao

UNIVERSITY: Phetchabun Rajabhat University

ACADEMIC YEAR: 2020

ABSTRACT

This research aims to synthesize the nanomaterials that is suitable for application in the treatment of salt contaminated water, to develop the nanocomposite membrane separation performance by incorporation of nanomaterials in the matrix of polymeric membrane and to design, construct and operation testing of the combined prototype system of nanotechnology and membrane technology for salt contaminated wastewater treatment. For the synthesis of nanomaterials, three types of porous nanoparticles including micro and meso-porous silicon dioxide (MMSN), titanium dioxide (TiO_2) and zinc oxide (ZnO) are completely synthesized by the co-condensation, co-condensation under bi-phasic, hydrothermal and sugar mediated methods (SMM), respectively. In the synthesis of MMSNs with the co-condensation method, cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) and $\text{NH}_4\text{OH}+\text{EtOH}$ are used as template and catalyst, respectively. While the synthesis of MMSNs by co-condensation under bi-phasic method, deionized water (DI-Water) and cyclohexane (CHX) are given to be the 1st and 2nd phase, respectively. Ultrasonic wave is used to stimulate the swelling of template. Myristyltrimethylammonium bromide (MTAB) and L-Arginine (LAG) are used as template and catalyst, respectively, while N,N-Dimethylhexylamine (DMHA), polyvinylpyrrolidone (PVP, K30), polyethylene glycol (PEG) and ester sugar (S-770) are given to be co-templates. In this work, porous TiO_2 is synthesized by hydrothermal method with template and as-synthesized TiO_2 is post

modified by potassium chloride (KCl) and sodium carbonate (Na_2CO_3) while ZnO is synthesized by the sugar mediated method at temperature of 450 °C. Resulted particles are characterized with scanning electron microscope (SEM), transmission electron microscope (TEM), Brunauer–Emmett–Teller (BET) and Barrett-Joyner-Halenda (BJH) calculations and x-ray diffractometer (XRD). In addition to the synthesis of three types of nanoparticles, this research project also develop the separation performance of nanocomposite membrane by incorporating of nanoparticles in matrix of polysulfone (PSF) membrane for 0.5, 1.0 and 1.5 wt%. Nanocomposite membranes are fabricated by a phase inversion method. Distribution of nanoparticles in the matrix of PSF and wettability of membrane sample surfaces are analyzed by SEM and water contact angle (WCA) measurement. Furthermore, this work have designed, constructed and operation tested the combined prototype system, as well. Research results found that MMSNs are successfully synthesized. Maximum specific surface area (SSA_{max}) of MMSNs synthesized by the co-condensation method using $\text{NH}_4\text{OH}+\text{EtOH}$ and CTAB as catalyst and template, respectively, is about 952.89 m^2/g . While SSA_{max} of MMSNs synthesized by the co-condensation under bi-phasic method using MTAB, MTAB+DMHA, MTAB+PVP, MTAB+PEG and MTAB+(S-770) as template is about 672.30, 477.60, 431.91, 551.33 and 259.71, respectively. In case of MMSNs, the research found that size of particles synthesized by co-condensation method is bigger than of particles synthesized by co-condensation under bi-phasic method. Additionally, TiO_2 and ZnO porous nanoparticles are also successfully synthesized. SSA_{max} of synthesized TiO_2 is higher than of TiO_2 (P25) over 4 times. For ZnO, research results found that particle size of synthesized ZnO is smaller than of commercialized ZnO and particle size distribution of synthesized particles is better than of commercialized particles. Importantly, the synthesis method of ZnO is quite simple and fast (about 2 h). For the development of membrane performance, we found that incorporation of nanoparticles in the matrix of PSF membrane lead to the alteration of morphological structure that is water-drop and sponge-like porous structure replaced by a finger-like porous structure. Comparison between the pure PSF and PSF composite membrane showed that thickness of selective layer of PSF composite membrane is lower than of pure PSF membrane. Results from the performance testing in term of permeation flux

and salt rejection using of the constructed prototype system showed that permeation flux of pure PSF membrane is lower than of PSF composite membrane while a percentage of salt rejection of pure PSF is higher than of PSF composite membrane. These results clearly showed that incorporation of porous nanoparticles with high SSA and high hydrophilicity in the matrix of PSF can improve the permeation flux. For the study, design and construction of combined prototype system, we found that constructed prototype system can be well used for performance testing of nanocomposite membrane by no leakage of some solution during use.

Key Words: Nanotechnology, membrane technology, salt contaminated wastewater, treatment, composite membrane

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณ กองทุนส่งเสริมวิทยาศาสตร์ วิจัยและนวัตกรรม ภายใต้แผนยุทธศาสตร์การวิจัยและนวัตกรรม ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2563 ที่ให้การสนับสนุนเงินทุนวิจัยในครั้งนี้

ขอขอบคุณมหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์ ที่ได้ให้การสนับสนุนโครงสร้างพื้นฐานและอำนวยความสะดวกด้านข้อมูลการวิจัย ผ่านทางสถาบันวิจัยและพัฒนา มาโดยตลอด

ขอขอบคุณสาขาวิชาฟิสิกส์ ที่ได้อนุเคราะห์ใช้ห้องปฏิบัติการสำหรับการทดลองและการสังเคราะห์สาร

ขอขอบคุณ ศูนย์วิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ที่ให้การสนับสนุนวัสดุและอุปกรณ์วิจัย รวมทั้งเครื่องมือวิเคราะห์สมบัติของวัสดุในการวิจัย

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ สถาบันวิจัยวิจัยและพัฒนา มหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์ ที่ได้กรุณาให้ความช่วยเหลือในด้านการบริหารจัดการโครงการวิจัย และการจัดการเอกสารทางการเงิน ให้สามารถใช้จ่ายสำหรับดำเนินโครงการ จนสำเร็จลุล่วงด้วยดี

ขอขอบคุณ ลูกศิษย์ที่น่ารักที่คอยช่วยงาน และมีส่วนอย่างสำคัญในการทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี

ขอขอบคุณ คุณสุภาพร ยืนยาว ที่ได้ช่วยดูแลครอบครัวเล็ก ๆ ที่น่ารัก ทำให้สามารถทุ่มเทเวลาในการทำงานวิจัยได้อย่างเต็มที่ จนสำเร็จลุล่วงด้วยดี

ในท้ายที่สุดขอขอบพระคุณพ่อสีและแม่เจียง ยืนยาว พ่อแม่ผู้อบรมเลี้ยงดู ที่ได้ให้โอกาสได้มาอยู่ ณ ที่แห่งนี้ และได้มีโอกาสทำในสิ่งที่ประสงค์จะทำ ข้าพเจ้าขอกราบขอบพระคุณด้วยความเคารพยิ่ง

ฉลาด ยืนยาว
หัวหน้าโครงการวิจัยฯ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	i
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	iii
กิตติกรรมประกาศ	vi
สารบัญ	vii
สารบัญตาราง	x
สารบัญภาพ	xi
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย	2
1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ	4
1.5 คำสำคัญ	4
บทที่ 2 การศึกษาเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
2.1 การพัฒนาสมรรถนะของเมมเบรนพอลิเมอร์โดยการเติมด้วยอนุภาคนาโน	6
2.2 พอลิซิลโฟน	15
2.3 การเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนโดยการเติมด้วยอนุภาคนาโนชนิดต่าง ๆ	16
2.4 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนแบบมีรูพรุนคุณภาพสูง	19
2.4.1 อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์	19
2.4.2 การสังเคราะห์และการประยุกต์ใช้อนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์นาโนแบบมีรูพรุน	22
2.4.3 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์แบบมีรูพรุน	24
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	26
3.1 วิธีและวัสดุที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์	26
3.2 วิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนไททาเนียมแบบมีรูพรุน	30
3.3 วิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์	31
3.4 วิธีการเตรียมเมมเบรนพอลิซิลโฟนบริสุทธิ์	32
3.5 การเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโน	34

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.6 การวิเคราะห์คุณลักษณะของอนุภาคนาโน	35
3.7 การวิเคราะห์คุณลักษณะของเมมเบรน	36
3.8 การออกแบบ สร้างและทดสอบระบบต้นแบบสำหรับทดสอบสมรรถนะการบำบัดน้ำเสีย	36
3.9 การทดสอบสมรรถนะของเมมเบรนในการบำบัดน้ำที่ปนเปื้อนเกลือ	38
บทที่ 4 ผลการทดลอง	40
4.1 ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนแบบมีรูพรุน	40
4.1.1 ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์แบบมีรูพรุน	40
4.1.2 ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์แบบมีรูพรุน	55
4.1.3 ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์	63
4.2 ผลการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาคนาโนแบบมีรูพรุน	65
4.2.1 ผลการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาค MMSNs	66
4.2.2 ผลการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาค TiO_2	67
4.2.3 ผลการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาค ZnO	68
4.3 ผลการทดสอบสมรรถนะของเมมเบรนคอมโพสิตนาโนในการบำบัดน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือ	70
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง วิเคราะห์และข้อเสนอแนะ	74
5.1 การสังเคราะห์วัสดุนาโนแบบมีรูพรุน	74
5.2 การพัฒนาสมรรถนะของเมมเบรนคอมโพสิตนาโนโดยการเติมด้วยอนุภาคนาโนแบบมีรูพรุน	75
5.3 ระบบต้นแบบที่ใช้เทคโนโลยีเมมเบรนและนาโนเทคโนโลยีในการทดสอบบำบัดน้ำเสีย	76
5.4 ข้อเสนอแนะ	76
บรรณานุกรม	78
ภาคผนวก	83
ภาคผนวก ก	84
ภาคผนวก ข	86
ภาคผนวก ค	89
ประวัติผู้วิจัย	92

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	สมบัติทางกายภาพของไททานเนียมไดออกไซด์(Ola and Maroto-Valer, 2015)	14
3.1	ส่วนประกอบที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์แบบมีรูพรุน	28

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 รูปแบบของเมมเบรนคอมโพสิตนาโน, (a) แบบดั้งเดิม (b) แบบเคลือบด้วยวัสดุนาโน, (c) แบบเคลือบฟิล์มบางและเติมวัสดุนาโน, (d) แบบเคลือบด้วยฟิล์มบางที่มีชั้นของวัสดุนาโนแทรก และ (e) แบบเคลือบด้วยฟิล์มบางและวัสดุนาโน (ENPs = อนุภาคนาโนที่ผ่านการปรับปรุงคุณสมบัติ) (Wen et. al., 2019)	11
2.2 โครงสร้างทางเคมีของพอลิซิลโฟน (Urducea et. al., 2020)	16
2.3 ตัวอย่างกระบวนการเกิดอนุภาคนาโนซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้สารลดแรงตึงผิว (Surfactant) เป็นแม่แบบ (Nandiyanto et. al., 2009)	20
3.1 โครงสร้างโมเลกุลของ Cetyltrimethyl ammonium bromide (CTAB)	27
3.2 โครงสร้างโมเลกุลของ Myristyltrimethylammonium bromide (MTAB)	27
3.3 โครงสร้างโมเลกุลของเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (Tetraethyl orthosilicate; TEOS)	27
3.4 ขั้นตอนการสังเคราะห์ SiO_2 โดยใช้ TEOS เป็นสารตั้งต้นและใช้แม่พิมพ์	28
3.5 ขั้นตอนการสังเคราะห์ SiO_2 โดยใช้ NH_4OH เป็นสารตัวเร่ง และใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์	29
3.6 โครงสร้างทางเคมีของไททาเนียมไอโซโพรพอกไซด์ (Titanium (IV) isopropoxide, TTIP)	30
3.7 ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคนาโน TiO_2 ในกรณีที่ใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์	31
3.8 ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคนาโน ZnO แบบมีรูพรุน โดยใช้น้ำตาลทรายเป็นสื่อกลาง	32
3.9 เม็ดวัสดุพอลิเมอร์ Udel P-3500 LCD MB7 (พอลิซิลโฟน, Pellet of PSF)	33
3.10 ขั้นตอนและวิธีการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตที่มีการเติมอนุภาคนาโน	35
3.11 สเปกของโมดูลเมมเบรนส่วนล่าง	37
3.12 ส่วนสเปกของโมดูลเมมเบรนส่วนบน	38
3.13 แผนภาพส่วนประกอบของระบบต้นแบบสำหรับทดสอบสมรรถนะของเมมเบรน	39
4.1 N_2 adsorption-desorption isotherm ของ MMSNs ($\text{NH}_4\text{OH}+\text{EtOH}$ as catalyst, CTAB as template)	41
4.2 N_2 adsorption-desorption isotherm ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB as template)	41

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.3	N ₂ adsorption-desorption isotherm ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+DMHA as template)	42
4.4	N ₂ adsorption-desorption isotherm ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+PVP as template)	42
4.5	N ₂ adsorption-desorption isotherm ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB + PEG as template)	43
4.6	N ₂ adsorption-desorption isotherm ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB + S-770 as template)	43
4.7	BET plot ของ MMSNs (NH ₄ OH+EtOH as catalyst, CTAB as template)	45
4.8	BET plot ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB as template)	45
4.9	BET plot ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+DMHA as template)	46
4.10	BET plot ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+PVP as template)	46
4.11	BET plot ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+S-770 as template)	47
4.12	BET plot ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+PEG as template)	47
4.13	SEM, สัณฐานวิทยาภายนอกของ MMSNs (NH ₄ OH+EtOH as catalyst, CTAB as template)	48
4.14	SEM, สัณฐานวิทยาภายนอกของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB as template)	49
4.15	SEM, สัณฐานวิทยาภายนอกของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+DMHA as template)	49
4.16	SEM, สัณฐานวิทยาภายนอกของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+PVP as template)	50
4.17	SEM, สัณฐานวิทยาภายนอกของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+S-770 as template)	50
4.18	SEM, สัณฐานวิทยาภายนอกของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+PEG as template)	50
4.19	TEM, สัณฐานวิทยาและรูพรุนบนอนุภาค MMSNs (NH ₄ OH+EtOH as catalyst, CTAB as template) (a) ภาพกำลังขยายต่ำ แสดงโครงสร้างแบบ Yolk-shell และ (b) ภาพกำลังขยายสูง แสดงโครงสร้างรูพรุนบนอนุภาคและรูปทรง	52

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.20	TEM, สัณฐานวิทยาและรูพรุนบนอนุภาค MMSNs (LAG as catalyst, MTAB as template)	52
4.21	TEM, สัณฐานวิทยาและรูพรุนบนอนุภาค MMSNs (LAG as catalyst, MTAB + DMHA as template)	53
4.22	TEM, สัณฐานวิทยาและรูพรุนบนอนุภาค MMSNs (LAG as catalyst, MTAB + PVP as template)	54
4.23	TEM, สัณฐานวิทยาและรูพรุนบนอนุภาค MMSNs (LAG as catalyst, MTAB + PEG as template)	54
4.24	TEM, สัณฐานวิทยาและรูพรุนบนอนุภาค MMSNs (LAG as catalyst, MTAB + S-770 as template)	55
4.25	BET และ BJH plots ของอนุภาคนาโน TiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล ร่วมกับการปรับปรุงคุณสมบัติด้วย Na_2CO_3 ที่ใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์ และไม่ผ่านการเผาที่ $350\text{ }^{\circ}\text{C}$	57
4.26	BET และ BJH plots ของอนุภาคนาโน TiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล ร่วมกับการปรับปรุงคุณสมบัติด้วย Na_2CO_3 ที่ใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์ และผ่านการเผาที่ $350\text{ }^{\circ}\text{C}$	58
4.27	BET plot ของอนุภาคนาโน TiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลร่วมกับการปรับปรุงคุณสมบัติด้วย KCl ที่ใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์ และไม่ผ่านการเผาที่ $350\text{ }^{\circ}\text{C}$	59
4.28	BET plot ของอนุภาคนาโน TiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลร่วมกับการปรับปรุงคุณสมบัติด้วย KCl ที่ใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์ และผ่านการ Calcine	60
4.29	TEM, โครงสร้างนาโนและรูพรุนบนอนุภาคนาโน TiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลร่วมกับการปรับปรุงด้วย Na_2CO_3 ที่ใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์ และไม่ผ่านการ Calcine	61
4.30	TEM, โครงสร้างนาโนและรูพรุนบนอนุภาคนาโน TiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลร่วมกับการปรับปรุงด้วย Na_2CO_3 ที่ใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์ และไม่ผ่านการ Calcine	61

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.32	TEM, โครงสร้างนาโนและรูพรุนบนอนุภาคนาโน TiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลร่วมกับการปรับปรุงด้วย KCl ที่ใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์ และผ่านการ Calcine	62
4.33	TEM, สัณฐานวิทยาเชิงโครงสร้าง รูพรุน และระนาบผลึกของอนุภาคนาโน ZnO ที่สังเคราะห์ด้วยการหลอมน้ำตาลทรายร่วมกับน้ำและสารตั้งต้นของ ZnO ที่อุณหภูมิ $450\text{ }^{\circ}\text{C}$	63
4.34	SEM กำลังขยาย 50KX และ 100KX, สัณฐานวิทยาภายนอกอนุภาค ZnO ที่สังเคราะห์ด้วยการหลอมน้ำตาลทรายร่วมกับน้ำและสารตั้งต้นของ ZnO ที่อุณหภูมิ $450\text{ }^{\circ}\text{C}$	63
4.35	XRD, สเปกตรัมของอนุภาคนาโน ZnO ที่สังเคราะห์ด้วยการหลอมน้ำตาลทรายร่วมกับน้ำและสารตั้งต้นของ ZnO ที่อุณหภูมิ $450\text{ }^{\circ}\text{C}$	64
4.36	SEM และ TEM , สัณฐานวิทยาภายนอก (ซ้าย) และภายใน (ขวา) ของอนุภาค ZnO ที่มีจำหน่ายในเชิงพาณิชย์, ตามลำดับ	64
4.37	สัณฐานวิทยาของเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมด้วยอนุภาค MMSNs, (a) ผิวหน้า, (b) ภาคตัดขวางตลอดความหนา และ (c) ภาคตัดขวางแสดงโครงสร้างที่บริเวณรอยต่อระหว่างผิวบนและโครงสร้างภายในของเมมเบรน	66
4.38	สัณฐานวิทยาของเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมด้วยอนุภาค TiO_2 , (a) ผิวหน้า, (b) ภาคตัดขวางตลอดความหนา และ (c) ภาคตัดขวางแสดงโครงสร้างที่บริเวณรอยต่อระหว่างผิวบนและโครงสร้างภายในของเมมเบรน	67
4.39	สัณฐานวิทยาของเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมด้วยอนุภาค ZnO, (a) ผิวหน้า, (b) ภาคตัดขวางตลอดความหนา และ (c) ภาคตัดขวางแสดงโครงสร้างที่บริเวณรอยต่อระหว่างผิวบนและโครงสร้างภายในของเมมเบรน	68
4.40	ภาพถ่าย SEM แสดงสัณฐานวิทยาโครงสร้างภาคตัดขวางเมมเบรนพอลิซิลิโคนบริสุทธิ์	69
4.41	มุมสัมผัสของน้ำของเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาค MMSNs, TiO_2 และ ZnO	70
4.42	พลั๊กการซึมผ่านน้ำบริสุทธิ์ที่ความดัน 100 – 400 kPa ของเมมเบรนพอลิซิลิโคนบริสุทธิ์ (Pure PSF) และเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมด้วย MMSNs, TiO_2 และ ZnO	71

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.43	ความสัมพันธ์ระหว่างฟลักซ์ของน้ำบริสุทธิ์และปริมาณอนุภาค MMSNs, TiO_2 และ ZnO ที่เติมในเมตริกซ์ของพอลิซิลิโคน	72
4.44	ฟลักซ์การซึมผ่านและการเปอร์เซ็นต์การกักกันเกลือของเมมเบรนที่เติมด้วยอนุภาคนาโน MMSNs, TiO_2 และ ZnO ที่ระดับความเข้มข้น 0.0, 0.5, 1.0 และ 1.5 wt% (ความดัน 300 kPa)	73

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

ปัญหาน้ำเสีย ทั้งจากชุมชนและโรงงานอุตสาหกรรมเป็นปัญหาที่นับวันจะทวีความรุนแรงและส่งผลกระทบต่อคุณภาพชีวิตและสิ่งแวดล้อมมากขึ้นเรื่อย ๆ ถ้าไม่มีการบริหารจัดการหรือการนำเทคโนโลยีที่เหมาะสมมาใช้ เฉพาะในเขตจังหวัดเพชรบูรณ์ มีชุมชนขนาดค่อนข้างใหญ่หลายชุมชนที่ประกอบกิจกรรมการผลิตผลิตภัณฑ์อาหารที่จำเป็นต้องใช้น้ำในกระบวนการผลิตและทำให้มีการปล่อยน้ำที่ใช้แล้วลงสู่แม่น้ำลำคลอง เช่น การผลิตขนมจีน การประกอบกิจการร้านอาหาร ฟาร์มเลี้ยงสัตว์ และกิจกรรมอื่น ๆ นอกจากนี้ยังมีโรงงานอ้อยและน้ำตาล โรงงานทอผ้า รวมทั้งการย้อมผ้าในชุมชน ซึ่งเป็นที่ยอมรับว่าเพชรบูรณ์เป็นจังหวัดที่มีการทอผ้าพื้นบ้านเป็นจำนวนมาก

ในกรณีของโรงงานอ้อยและน้ำตาล ในแต่ละรอบการผลิตน้ำตาลจากการหีบอ้อย จำเป็นต้องใช้น้ำหลายพันลูกบาศก์เมตรต่อวัน ก่อให้เกิดน้ำเสียเป็นจำนวนมากที่กำลังรอการบริหารจัดการหรือการบำบัดที่เหมาะสมก่อนปล่อยออกสู่สิ่งแวดล้อมหรือนำกลับมาใช้ใหม่ ทราบว่าในกระบวนการบำบัดน้ำเสียจากโรงงานน้ำตาลจะต้องใช้เกลือในกระบวนการปรับปรุงคุณภาพน้ำ ซึ่งทำให้เกิดการปนเปื้อนเกลือในน้ำที่จำเป็นต้องมีการศึกษาวิจัยและพัฒนาเพื่อหาเทคโนโลยีที่เหมาะสมในการแยกน้ำออกจากเกลือ เทคโนโลยีเมมเบรนและนาโนเทคโนโลยีเป็นเทคโนโลยีที่ได้รับการยอมรับอย่างกว้างขวางในการประยุกต์ใช้งานด้านต่าง ๆ ทั้งทางด้านพลังงาน การแพทย์ การเกษตร บรรจุภัณฑ์ และด้านสิ่งแวดล้อม ระบบเมมเบรนเป็นระบบที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม เป็นระบบที่ไม่ซับซ้อนสามารถขยายขนาดหรือเพิ่มเติมส่วนประกอบระบบได้โดยง่าย ขณะที่วัสดุนาโนหรืออนุภาคนาโนซึ่งเป็นสาขาหนึ่งของนาโนเทคโนโลยีก็ได้รับการยอมรับว่ามีศักยภาพในการช่วยพัฒนาสมรรถนะการแยกของเมมเบรนที่เป็นหัวใจสำคัญของเทคโนโลยีเมมเบรน

สำหรับการประยุกต์ใช้เทคโนโลยีเมมเบรนในด้านสิ่งแวดล้อมและพลังงาน มีการศึกษาวิจัยและต่อยอดจนเกิดเป็นผลิตภัณฑ์สำหรับการใช้งานในชีวิตประจำวันหลากหลายผลิตภัณฑ์ ตัวอย่าง เช่น เมมเบรนคอมโพสิตนาโนสำหรับการทำน้ำบริสุทธิ์ สำหรับการบำบัดน้ำเสีย วัสดุนาโนสำหรับการดูดซับสารพิษจำพวกสารระเหยและโลหะหนัก เมมเบรนคอมโพสิตสำหรับการปรับปรุงคุณภาพเชื้อเพลิงชีวภาพ อนุภาคนาโนสำหรับการพัฒนาเซลล์แสงอาทิตย์ประสิทธิภาพสูง วัสดุนาโนสำหรับการพัฒนาอุปกรณ์กักเก็บพลังงานหรือแบตเตอรี่ รวมไปถึงเซลล์เชื้อเพลิงที่กำลังเป็นที่สนใจของนักวิทยาศาสตร์ทั่วทุกมุมโลก การพัฒนาเทคโนโลยีเมมเบรน จำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องมีการศึกษาวิจัยและพัฒนา วัสดุที่มีสมบัติช่วยขยายขอบเขตประสิทธิภาพของเมมเบรน เช่น ซิลิกา

คาร์บอน ซิงค์ อนุพันธ์ของซีโอไลต์ในรูปของ MOF (Metal organic framework) และกราฟีน (Graphene) ร่วมกับการพัฒนาเมมเบรน เพื่อให้ได้คอมโพสิตเมมเบรนที่มีสมบัติที่ดี สามารถแยกสารเป้าหมาย เช่น น้ำเสีย เชื้อเพลิงชีวภาพและสารอื่น ๆ ได้ดีขึ้น สำหรับเมมเบรนที่เตรียมจากพอลิเมอร์บริสุทธิ์เพียงชนิดเดียว โดยทั่วไปจะพบปัญหาในการพัฒนา คือ เมื่อต้องการเพิ่มความสามารถในการซึมผ่านได้ (Permeability) โดยลดความหนาของเมมเบรนลง จะทำให้เมมเบรนสูญเสียความสามารถในการเลือกแยก (Selectivity) ในทางกลับกัน เพื่อเพิ่มสมรรถนะการแยก ด้วยการเพิ่มความหนาของเมมเบรน ความสามารถในการซึมผ่านได้จะลดลง ความสัมพันธ์ลักษณะนี้ถูกเรียกว่า “Trade-off relationship” ในการพัฒนาเมมเบรนนั้น เป้าหมายสูงสุดของการพัฒนาที่นักพัฒนาเมมเบรนต้องการ คือการพัฒนาเพื่อให้ได้เมมเบรนที่ไม่มีคุณสมบัตินี้ กล่าวคือ เป็นเมมเบรนที่สามารถเพิ่มความสามารถในการซึมผ่านได้ไปพร้อมกับการเพิ่มความสามารถในการแยกหรือเลือกผ่านได้

จากที่กล่าวข้างต้น ผู้วิจัยจึงได้ริเริ่มโครงการวิจัยเพื่อศึกษาวิจัยระบบต้นแบบที่ใช้เทคโนโลยีเมมเบรนร่วมกับนาโนเทคโนโลยีในการบำบัดน้ำเสีย โดยมุ่งหวังที่จะพัฒนาและนำเทคโนโลยีนี้มาเป็นทางเลือกหนึ่งในการช่วยบริหารจัดการหรือช่วยในการแก้ปัญหาน้ำเสีย โดยเฉพาะปัญหาน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือ

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อสังเคราะห์วัสดุนาโนที่เหมาะสมสำหรับการประยุกต์ใช้ในการบำบัดน้ำ โดยเฉพาะน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือ
2. เพื่อพัฒนาสมรรถนะการแยกสารของเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมแต่งด้วยวัสดุนาโนชนิดต่าง ๆ
3. เพื่อออกแบบ สร้าง และทดสอบระบบต้นแบบที่ใช้เทคโนโลยีเมมเบรนและนาโนเทคโนโลยีในการทดสอบบำบัดน้ำเสียจากชุมชนหรือโรงงานอุตสาหกรรม

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

ศึกษาคุณลักษณะและสมรรถนะการแยกหรือการบำบัดน้ำเสียของเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมแต่งด้วยวัสดุนาโน ทั้งที่สังเคราะห์ขึ้นเองในห้องปฏิบัติการและจากที่มีจำหน่ายในเชิงพาณิชย์ สำหรับวัสดุนาโนที่สังเคราะห์ขึ้นเองในห้องปฏิบัติการนั้น จะได้พิจารณาทดลองสังเคราะห์วัสดุนาโนจากชีวมวลหรือวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรซึ่งมีเป็นจำนวนมากในจังหวัดเพชรบูรณ์ร่วมด้วย โดยวางเป้าหมายคือ ได้วัสดุนาโนหรือวัสดุคอมโพสิตนาโนที่มีคุณภาพสูงสำหรับการเติมแต่งในเมมเบรนคอมโพสิตเพื่อการแยกน้ำหรือบำบัดน้ำ

การสังเคราะห์วัสดุนาโน

ตัวแปรต้น

ชนิดสารตั้งต้น (Precursors)

ความขบ้น้ำมาก

ชนิดแม่แบบ (Templates)

ชนิดสารตัวเร่ง (Catalyst)

ชนิดสารยับยั้ง (inhibitors)

ชนิดสารเติมแต่งเพื่อกำหนดคุณสมบัติ (Functional additives)

ตัวแปรตาม

วัสดุนาโนที่มีพื้นที่ผิวมาก ปริมาตรรูพรุนมาก และมี

ศึกษาคุณลักษณะและสมรรถนะการแยกหรือการบำบัดน้ำเสีย (การแยกเกลือออกจากน้ำ) ของ เมมเบรนคอมโพสิตที่เติมแต่งด้วยวัสดุนาโนชนิดต่าง ๆ ทั้งที่สังเคราะห์ขึ้นเองในห้องปฏิบัติการและ จากที่มีจำหน่ายในเชิงพาณิชย์ สำหรับวัสดุนาโนที่สังเคราะห์ขึ้นเองในห้องปฏิบัติการนั้น อาจจะ พิจารณาทดลองสังเคราะห์วัสดุนาโนจากชีวมวลหรือวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรซึ่งมีเป็นจำนวนมาก ในจังหวัดเพชรบูรณ์ โดยวางเป้าหมายคือ ได้วัสดุนาโนหรือวัสดุคอมโพสิตนาโนที่มีคุณภาพสูงสำหรับ ใช้ในการเติมแต่งในเมมเบรนคอมโพสิตเพื่อการแยกน้ำหรือบำบัดน้ำ

การสังเคราะห์วัสดุนาโน

ตัวแปรต้น

ชนิดสารตั้งต้น (Precursors)

ความขบ้น้ำมาก

ชนิดแม่แบบ (Templates)

ชนิดสารตัวเร่ง (Catalyst)

ชนิดสารยับยั้ง (inhibitors)

ชนิดสารเติมแต่งเพื่อกำหนดคุณสมบัติ (Functional additives)

ตัวแปรตาม

วัสดุนาโนที่มีพื้นที่ผิวมาก ปริมาตรรูพรุนมาก และมี

การพัฒนาสมรรถนะการแยกน้ำของเมมเบรนคอมโพสิตนาโน

ตัวแปรต้น

ชนิดพอลิเมอร์

กับเกลือได้ดีขึ้น

ชนิดตัวทำละลาย

ชนิดของอนุภาคนาโนที่ใช้เติมแต่ง

เงื่อนไขในการเตรียม

ตัวแปรตาม

เมมเบรนคอมโพสิตที่มีสมรรถนะในการแยกระหว่างน้ำ

ระบบเมมเบรนต้นแบบในห้องปฏิบัติการ

ตัวแปรต้น

การออกแบบ
ปนเปื้อนเกลือได้

ส่วนประกอบของระบบ

ตัวแปรตาม

ระบบเมมเบรนต้นแบบในห้องปฏิบัติการที่สามารถใช้ในการแยกน้ำเสียที่

หมายเหตุ: ชนิดสารตั้งต้น หมายถึงถึงชนิดของเศษวัสดุชีวมวลที่ใช้ในการสังเคราะห์ด้วย

1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

หลังจากสิ้นสุดโครงการ คาดว่าจะได้ต้นแบบเทคโนโลยีระดับห้องปฏิบัติการ นั่นคือ เมมเบรนและระบบเมมเบรนอย่างง่ายสำหรับทดสอบบำบัดน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือ จากโรงงานน้ำตาลหรือจากชุมชน จำนวน 1 ระบบ และได้ต้นฉบับรายงานผลการวิจัยสำหรับส่งขอตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับชาติหรือนานาชาติ ในฐานะข้อมูลที่สำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา (สกอ.) รับรอง โดยผลลัพธ์ที่คาดว่าจะได้รับคือ ต้นแบบระบบเมมเบรนสามารถใช้ทดสอบบำบัดน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรมน้ำตาลได้ และต้นฉบับรายงานผลการวิจัยได้รับการตอบรับให้ตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับชาติ/นานาชาติ อย่างน้อย 1 เรื่อง

หน่วยงานหรือบุคคลที่สามารถใช้ประโยชน์จากผลการวิจัย นอกจากประโยชน์สำหรับการศึกษาวิจัยเพื่อต่อยอดการวิจัยทางด้านสิ่งแวดล้อม ของคณะจารย์ในสาขาฟิสิกส์แล้ว ผลการวิจัยยังสามารถนำไปใช้ในการเรียนการสอนทั้งระดับมัธยมศึกษาและอุดมศึกษา ในโรงเรียนรัฐและเอกชน และในสถาบันอุดมศึกษาต่าง ๆ รวมทั้งผลผลิต (อนุภาคนาโนแบบมีรูพรุน) จากการวิจัยสามารถใช้ในการด้านการเกษตรหรือการเพาะปลูกของเกษตรกรได้ด้วย

1.5 คำสำคัญ

นาโนเทคโนโลยี เทคโนโลยีเมมเบรน น้ำเสียปนเปื้อนเกลือ การบำบัด เมมเบรนคอมโพสิต

Nanotechnology, membrane technology, salt contaminated wastewater, treatment, composite membrane

บทที่ 2

การศึกษาเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

เพื่อให้การวิจัยตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งไว้ ผู้วิจัยได้ศึกษาค้นคว้าเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง เพื่อเป็นพื้นฐานและแนวทางในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนและการเตรียมเมมเบรนสำหรับการบำบัดน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือที่ใช้อนุภาคนาโนที่สังเคราะห์ได้ในห้องปฏิบัติการเป็นสารเติมแต่ง (Filler) พอลิเมอร์ฐานที่ใช้ในการวิจัยนี้ คือ พอลิซัลโฟน (Polysulfone; PSF) เป็นวัสดุหลักที่ใช้ในการเตรียมเมมเบรน โดยทั่วไป เมมเบรนที่เตรียมจากพอลิเมอร์บริสุทธิ์ จะมีข้อดีข้อด้อย ข้อดีที่สำคัญของพอลิเมอร์คือ สามารถขึ้นรูปเป็นเมมเบรนที่บางมากได้ง่าย มีความยืดหยุ่นไม่แตกหักง่าย และสามารถเตรียมโมดูลเมมเบรนที่มีพื้นที่ผิวมากโดยที่ขนาดโมดูลไม่ใหญ่มากได้ ในส่วนของข้อด้อย ข้อด้อยที่สำคัญคือ ข้อด้อยในเรื่องของฟลักซ์ในการซึมผ่านซึ่งมีความสำคัญเป็นอย่างยิ่งในการประยุกต์ใช้งาน รวมทั้งยังมีข้อด้อยในเรื่องของความสัมพันธ์แบบตรงข้ามกัน (Anti-trade-off relationship) ระหว่างความสามารถในการซึมผ่านได้ (หรือฟลักซ์การซึมผ่าน) และความสามารถในการเลือกให้ผ่านหรือความสามารถในแยก สำหรับเมมเบรน คอมโพสิตนาโนที่มีการเติมด้วยอนุภาคนาโนแบบมีรูพรุนในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ แม้จะมีข้อดีที่ชัดเจนในเรื่องที่สามารถทำให้ฟลักซ์การซึมผ่านได้เพิ่มขึ้น แต่เป็นที่ทราบดีว่า วัสดุพอลิเมอร์และอนุภาคนาโนเป็นวัสดุต่างกลุ่มกัน อนุภาคนาโนเป็นสารอนินทรีย์ ขณะที่เมมเบรนพอลิเมอร์เป็นสารจำพวกสารอินทรีย์ จึงมีปัญหาความเข้ากันได้ (Compatibility) การวิจัยและพัฒนาครั้งนี้ได้พยายามสังเคราะห์อนุภาคนาโนแบบมีรูพรุนที่มีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนมาก มีการกระจายขนาดอนุภาคสม่ำเสมอ สำหรับใช้ในการเตรียมเมมเบรน ร่วมกับการพัฒนาตัวระบบที่ใช้เมมเบรนในการแยกหรือบำบัดน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือ โดยมุ่งศึกษาวิจัย กรรณวิธีในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนแบบมีรูพรุนมาก ไปพร้อมกับการทดลองเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมแต่งด้วยอนุภาคนาโน และการออกแบบระบบเมมเบรนที่ใช้เมมเบรนที่เตรียมได้เป็นส่วนประกอบที่ทำหน้าที่ในการแยกในระบบที่สร้างขึ้นนี้ รายละเอียดผลการศึกษาทฤษฎีและเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้องดังนี้

2.1 การพัฒนาสมรรถนะของเมมเบรนพอลิเมอร์โดยการเติมด้วยอนุภาคนาโน

เทคโนโลยีที่ใช้เมมเบรนพอลิเมอร์เป็นฐานได้ถูกนำมาประยุกต์ใช้ในการบำบัดน้ำเสียมาหลายสิบปีแล้ว อย่างไรก็ตาม ด้วยข้อจำกัดของเมมเบรนพอลิเมอร์จึงมีการเติมด้วยสารเติมแต่ง (Filler) จำพวกสารอนินทรีย์เพื่อให้เมมเบรนสามารถแยกสารได้ดีขึ้น (ฟลักซ์การซึมผ่านและค่าการเลือกให้ผ่านดีขึ้น) เมมเบรนคอมโพสิตนาโนหรือเมมเบรนที่ประกอบด้วยวัสดุสองชนิดได้รับความสนใจจากนักวิทยาศาสตร์ทั่วทุกมุมโลกในการนำมาใช้ปรับปรุงคุณภาพน้ำ เช่น การบำบัดน้ำเสีย การ

ทำให้น้ำบริสุทธิ์ การแยกจุลชีพหรือสารประกอบเคมีและโลหะหนัก รวมทั้งน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือ การเติมด้วยวัสดุนาโนหรืออนุภาคนาโน เช่น ท่อนาโนคาร์บอน นาโนซิงค์ออกไซด์ ออกไซด์ของกราฟีน อนุภาคนาโนเงินและทองแดง อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ และวัสดุนาโนอื่น ๆ ลงในเมทริกซ์เมมเบรนพอลิเมอร์มีข้อดีหลายอย่าง อาทิ ช่วยเพิ่มสมบัติความชอบน้ำ ลดการสะสมของสารหรืออนุภาคที่จะทำให้เมมเบรนอุดตัน เพิ่มประสิทธิภาพในการเลือกผ่าน รวมทั้งช่วยให้ความแข็งแรงเชิงกลและความเสถียรภายใต้สภาพแวดล้อมที่อุณหภูมิต่าง ๆ ดีขึ้น (Ursino et. al., 2018) การทำให้น้ำบริสุทธิ์สามารถทำได้หลายวิธี เช่น การตกตะกอนด้วยวิธีทางเคมี การดูดซับ การแลกเปลี่ยนไอออน การกรองด้วยเมมเบรน การแยกทางเคมีไฟฟ้า และเทคโนโลยีอื่น ๆ แต่เนื่องจากการกรองด้วยเมมเบรนเป็นวิธีที่สามารถทำได้ที่อุณหภูมิห้อง ค่อนข้างง่าย ใช้พลังงานค่อนข้างน้อย ประสิทธิภาพสูง และการลงทุนทั้งระบบค่อนข้างน้อย จึงทำให้เทคนิคการกรองด้วยเมมเบรนได้รับความสนใจมากกว่าในการทำให้น้ำบริสุทธิ์ (Wang et. al., 2018; Gnus et. al., 2018)

Surwade และคณะ (2015) ได้ศึกษาวิจัยเกี่ยวกับการแยกเกลือจากน้ำโดยใช้ กราฟีนแบบชั้นเดียว (single-layer) ที่มีรูพรุนระดับนาโน และพบว่าสามารถเพิ่มอัตราการแยกเกลือ (Salt rejection rate) ได้เกือบ 100% และน้ำสามารถซึมผ่านไปได้อย่างรวดเร็ว โดยฟลักซ์ของน้ำเพิ่มขึ้นได้สูงสุดถึง $10^6 \text{ gm}^{-2}\text{s}^{-1}$ ที่อุณหภูมิ 40 °C เมื่อวัดค่าโดยใช้ความแตกต่างความดัน และเมื่อใช้ความดันออสโมติกเป็นแรงขับเคลื่อน ฟลักซ์ของน้ำจะอยู่ในช่วงน้อยกว่าหรือเท่ากับ $70 \text{ gm}^{-2}\text{s}^{-1}\text{atm}^{-1}$ มีการวิจัยเกี่ยวกับเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่ใช้พอลิเมอร์เป็นวัสดุฐาน กล่าวคือ ใช้ Polyethersulfone (PES) และ Polyamide (PA) และใช้อนุภาคนาโน TiO_2 ที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงคุณสมบัติ (Functionalization) ด้วยอะมิโนไซเลน พบว่า ฟลักซ์ของน้ำเพิ่มขึ้นเป็น 2 เท่าเมื่อเทียบกับเมมเบรน PA บริสุทธิ์ โดยค่าการเลือกผ่านลดลงเพียงเล็กน้อย ผลการวิจัยนี้ชี้ว่า การปรับปรุงคุณสมบัติของอนุภาคนาโนก่อนเติมลงในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ช่วยทำให้ฟลักซ์การซึมผ่านเพิ่มขึ้นได้และทำให้ประสิทธิภาพการเลือกผ่านดีขึ้นด้วย (Rajaeian et. al., 2013) นอกจากนี้ยังมีการเติม TiO_2 ในเมทริกซ์ของ PA โดยใช้เมมเบรนพอลิซัลฟอน (Polysulfone, PSF) เป็นชั้นค้ำจุน (Supporting layer) การเติม TiO_2 ในเมทริกซ์ของ PA นี้ TiO_2 จะถูกกวนให้กระจายตัวในสารละลาย trimesoyl chloride-hexane (TMC-hexane) ก่อนจะนำไปก่อพอลิเมอร์ในสารละลาย m-phenylenediamine (MPD) ที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย ทั้งนี้เพื่อแก้ไขปัญหาการกระจุกตัวของอนุภาคและความเข้ากันได้ระหว่าง TiO_2 กับเมทริกซ์ของ PA ในขณะเดียวกันเมมเบรนค้ำจุนจะถูกขึ้นรูปและแช่ในสารละลาย MPD ต่อด้วยการแช่ในสารละลาย TMC-hexane เพื่อให้ยึดติดกันดีกับชั้นเลือกผ่าน ผลการศึกษาพบว่า ฟลักซ์ของน้ำเพิ่มขึ้นจาก 40 เป็น 65 L/m^2 เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ TiO_2 จาก 0 เป็น 0.1 wt% ขณะที่ความสามารถในการแยกเกลือ (NaCl rejection) มีค่าสูงกว่า 96% ที่มากไปกว่านั้นคือ เมมเบรนที่ได้ยังมีความต้านทานการอุดตันได้ดีและมีประสิทธิภาพในการต้าน

แบบที่เรียกว่า ในปี ค.ศ. 2011 มีการศึกษาวิจัยเกี่ยวกับการใช้เมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่ใช้ PES และ PVP เป็นพอลิเมอร์ฐานและใช้ Montmorillonite ที่ถูกปรับปรุงคุณสมบัติโดยการเติมด้วย สารอินทรีย์ เพื่อใช้ในการแยกสารกำจัดแมลงศัตรูพืช (Pesticides) ออกจากน้ำ ผลการศึกษาพบว่า เมมเบรนมีสมบัติเชิงกลและความเสถียรต่ออุณหภูมิดีขึ้น ที่มากกว่านั้นคือ ฟลักซ์ของน้ำบริสุทธิ์ ความสามารถในการซึมผ่าน และความสามารถในการแยกไนโตรฟีนอล (Nitrophenols) ดีขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ และเมื่อเปรียบเทียบกับเมมเบรนที่มีจำหน่ายในเชิงพาณิชย์พบว่าเมมเบรนที่เตรียมขึ้นมีคุณสมบัติและสมรรถนะเหนือกว่า (Ghaemi et. al., 2011) วัสดุนาโนอีกชนิดที่น่าสนใจคือ วัสดุนาโนในกลุ่มคาร์บอน มีการศึกษาวิจัยโดยนำท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังเดี่ยว (Single-walled carbon nanotubes, SWCNTs) มาใช้ในการสังเคราะห์เมมเบรนคอมโพสิตนาโนโดยใช้พอลิอะครีโลไนไตรล์ (Polyacrylonitrile, PAN) เป็นวัสดุฐานเพื่อใช้ในการลดระดับมลภาวะทางเคมีและชีววิทยาของน้ำเสีย ประกอบด้วยค่า COD, BODs, TDS, สารซักฟอก, Fecal coliform และ total coliform พบว่าค่าเหล่านี้ลดลง 98%, 89.62%, 91.4%, 88.4%, 90.9%, 100% และ 99.28% ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่า เมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่สังเคราะห์จาก PAN และเติมแต่งด้วย CNTs สามารถลดระดับมลภาวะของน้ำได้อย่างมีประสิทธิภาพ (Mohsenibandpey et. al., 2016)

ปี 2020 Shahlol และคณะ ได้เตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนแบบแผ่นบาง (Flat sheet membrane) ด้วยวิธีการเปลี่ยนเฟส (Phase inversion method) โดยใช้ไดเมทิลฟอร์มมาไมด์ (Dimethyl formamide, DMF) และน้ำดีไอ (Deionized water, DI-water) เป็นตัวทำละลายและสารกระตุ้นให้ตกตะกอน (Coagulant) ตามลำดับ และใช้พอลิเอทิลีนไกลคอล (Polyethylene glycol, PEG) เป็นสารก่อรูพรุน ใช้ท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังเดี่ยว (SWCNTs), ท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้น (MWCNTs) อลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) และออกไซด์ของทองแดง (CuO) เติมในเมตริกซ์ของพอลิเมอร์เพื่อเพิ่มสมรรถนะให้กับเมมเบรน เมมเบรนที่ได้ถูกนำไปทดสอบสมรรถนะด้วยการทดสอบฟลักซ์ของน้ำที่อุณหภูมิ 60 °C และน้ำปนเปื้อนเกลือ 123.14 mg/L พบว่า ค่าการกักกันเกลือ (salt rejection) สูงสุดเท่ากับ 99.99% และค่าฟลักซ์การซึมผ่านน้ำของเมมเบรนที่เติมด้วย SWCNTs, Al_2O_3 , CuO และ MWCNT เท่ากับ 20.91, 19.92, 18.92 และ 18.20 L/m²·h ตามลำดับ นอกจากนี้เมมเบรนที่ได้ยังมีความเสถียรของสมรรถนะได้อย่างต่อเนื่องกว่า 480 min (Shahlol et. al., 2020)

Wang และคณะ (2020) เตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนสำหรับกระบวนการแยกด้วยรีเวิร์สออสโมซิส โดยการเติมด้วยอนุภาคนาโน MSNs ที่ถูกปรับปรุงคุณสมบัติด้วย 4-triethoxysilylaniline (TESA) หรือ AMSN และใช้เมมเบรน PSF ที่มีขนาดรูพรุนเฉลี่ย 20 nm เป็นเมมเบรนฐาน รองรับชั้นเลือกผ่านที่ประกอบด้วย Polyamide (PA) อนุภาคนาโน MSN ที่ถูกปรับปรุงคุณสมบัติแล้ว, M-phenylenediamine (MPD), Camphor sulfonic acid (CSA) และ

Triethylamine (TEA) ผลการวิจัยพบว่า สามารถเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนได้สำเร็จ และเมื่อปริมาณ AMSN เพิ่มขึ้น ค่าความชอบน้ำของเมมเบรนก็เพิ่มขึ้นด้วย เมื่อเปรียบเทียบกับเมมเบรน Polyamide บริสุทธิ์ พบว่าปริมาณ AMSN ที่ให้ผลดีที่สุดคือ 0.25 g/L กล่าวคือ ค่าฟลักซ์ของน้ำ (Water flux) เพิ่มขึ้นประมาณ 21.6% ขณะที่ค่าการกักกันเกลือ NaCl เท่ากับ 98.97% (ลดลงเพียงเล็กน้อยคือ ลดลงเพียง 0.29% เท่านั้น) อย่างไรก็ตาม ค่าฟลักซ์ที่ได้ยังต่ำกว่าที่ Wang และคณะ คาดหมายไว้ ซึ่งแนวทางในการเพิ่มฟลักซ์คือ การลดความหนาของชั้นเลือกผ่านลง เพื่อยืนยันผลการพัฒนาเมมเบรนคอมโพสิต Wang และคณะได้ทดสอบสมรรถนะของเมมเบรน RO ด้วยการวัดค่าความสามารถในการซึมผ่าน (Permeability) และค่าการเลือกให้ผ่าน (Selectivity) ของเมมเบรนในเทอมของ “ฟลักซ์การซึมผ่านน้ำ” (Water flux) และการกักกันเกลือ (Salt rejection) ตามลำดับ เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบนี้ประกอบด้วยเซลล์ที่ทำจากสแตนเลสที่สามารถวางเมมเบรนที่มีพื้นที่ยังผลเท่ากับ 32.15 cm² ได้ ก่อนทำการวัด เมมเบรน RO จะถูกอัดด้วยความดันขาเข้าเท่ากับ 5.52 MPa ที่อุณหภูมิ 25 °C เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นจึงเก็บรวบรวมสารที่ซึมผ่านเมมเบรนในช่วงเวลาที่กำหนด เพื่อนำไปคำนวณฟลักซ์การซึมผ่านน้ำของเมมเบรน (Water flux, J) ดังสมการ 2.1 นั่นคือ

$$J = \frac{V}{A \times \Delta t} \quad (2.1)$$

เมื่อ A คือ พื้นที่ยังผลของเมมเบรน (Effective membrane area) หน่วยเป็น m²
 V คือ ปริมาตรของสารที่ซึมผ่าน หน่วยเป็น L
 Δt คือ ช่วงเวลาที่ใช้ในการซึมผ่านสาร หน่วยเป็น h

นอกจากนี้ Wang และคณะได้ทดสอบสมรรถนะการกักกันเกลือโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) ด้วยการวัดความเข้มข้นของ NaCl ของสารที่ซึมผ่านเมมเบรน (C_p) และสารที่ถูกป้อนเข้าสู่เมมเบรน (C_f) และคำนวณค่าเปอร์เซ็นต์การกักกันหรือค่ารีเจกชัน (Rejection, R) จากสมการที่ 2.2 (Wang et. al., 2020; Rodriguez et. al., 2018)

$$R = \left(1 - \frac{C_p}{C_f}\right) \times 100 \quad (2.2)$$

เมมเบรนคอมโพสิตแบบฟิล์มบางสามารถแยกไอออนได้ทั้งแบบโมโนและไดวาเลนต์ออกจากน้ำได้ด้วยการละลาย-แพร่ (Solution-diffusion) ของแต่ละองค์ประกอบผ่านไปในชั้นเลือกผ่านที่อัดแน่นแต่บางมาก ซึ่งโมเลกุลของน้ำจะถูกขนส่งผ่านไปในเมมเบรนได้เร็วกว่าเกลือที่อยู่ในระบบ การ

เปลี่ยนค่าการเลือกผ่านของชั้นเลือกผ่านหรือชั้นบาง ๆ ที่ทำหน้าที่เลือกให้ผ่านนี้สามารถทำได้ด้วยการปรับสมบัติทางเคมีของชั้นเลือกผ่านนี้ร่วมกับการปรับความหนาไปพร้อมกันด้วย ในงานวิจัยนี้ Chan และคณะ ได้เตรียมเมมเบรนคอมโพสิตเพื่อเพิ่มสมรรถนะการแยกโดยใช้เมมเบรนการกรองระดับอัลตราที่มีจำหน่ายในเชิงพาณิชย์มาเคลือบด้วยชั้นของอนุภาคนาโนที่เป็นสารอนินทรีย์ด้วยเทคนิคไฟฟ้าสถิต โดยไม่มีการเปลี่ยนแปลงสมบัติภายในเนื้อของเมมเบรนฐาน ซึ่งเขาและคณะพบว่าด้วยการเคลือบชั้นของอนุภาคนาโนเพียงหนึ่งชั้น ก็เพียงพอที่จะเพิ่มสมรรถนะการเลือกผ่านได้มากถึง 50% เมื่อเทียบกับเมมเบรนฐานที่ไม่ได้เคลือบ (Chan et. al., 2014)

วิธีการสำคัญที่เป็นที่ยอมรับในกลุ่มของนักวิทยาศาสตร์ที่กำลังมุ่งพัฒนาเมมเบรนสำหรับการแยกเกลือจากน้ำว่า เป็นวิธีที่มีศักยภาพและมีประสิทธิภาพ รวมทั้งมีโอกาที่จะเข้ามามีบทบาทสำคัญในอุตสาหกรรมการแยกเกลือจากน้ำเพื่อผลิตน้ำบริสุทธิ์สำหรับใช้อุปโภคบริโภคในพื้นที่ขาดแคลนน้ำสะอาดและเพื่อบำบัดน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือหรือสารพิษอื่น ๆ นั่นคือ การพัฒนาเมมเบรนคอมโพสิตนาโนสำหรับการกรองแบบรีเวิร์สออสโมซิสโดยการเติมด้วยอนุภาคนาโนคุณภาพสูง อนุภาคนาโนที่มีการนำมาเติมในเมตริกซ์ของเมมเบรนฐานมีหลายชนิด ประกอบด้วย อนุภาคนาโนคาร์บอนชนิดต่าง ๆ (ท่อนาโนคาร์บอน, กราฟีนออกไซด์, ทรงกลมนาโนคาร์บอนที่มีรูพรุนสูงมาก) โลหะและออกไซด์ของโลหะ (เงิน, ทองแดง, ไททาเนียมไดออกไซด์, ซิงค์ออกไซด์, อลูมินา และ metal-organic frameworks (MOFs)) และอนุภาคอื่น ๆ ที่มีขนาดระดับนาโน เช่น ซิลิกา, ซีโอไลต์ และผลึกนาโนที่มีเซลลูโลสเป็นฐาน (cellulose-nano-crystals based) ซึ่งอนุภาคนาโนเหล่านี้ล้วนแสดงให้เห็นถึงผลเชิงบวกที่เกิดกับเมมเบรนในเทอมของฟลักซ์การซึมผ่านน้ำ (Water flux) การกักกันเกลือ (Salt rejection) การต้านทานการอุดตัน (Anti-fouling) ที่เพิ่มขึ้น เมื่อเทียบกับเมมเบรนมาตรฐานที่ไม่ได้มีการเติมด้วยอนุภาคนาโน อย่างไรก็ตาม ยังมีปัญหาอีกหลายอย่างที่ยังจำเป็นต้องมีการศึกษาวิจัยเพื่อให้ได้เมมเบรนคอมโพสิตนาโนแบบฟิล์มบางที่มีสมรรถนะเหมาะสมสำหรับการใช้ในเชิงพาณิชย์ (Saleem และ Zaidi, 2020)

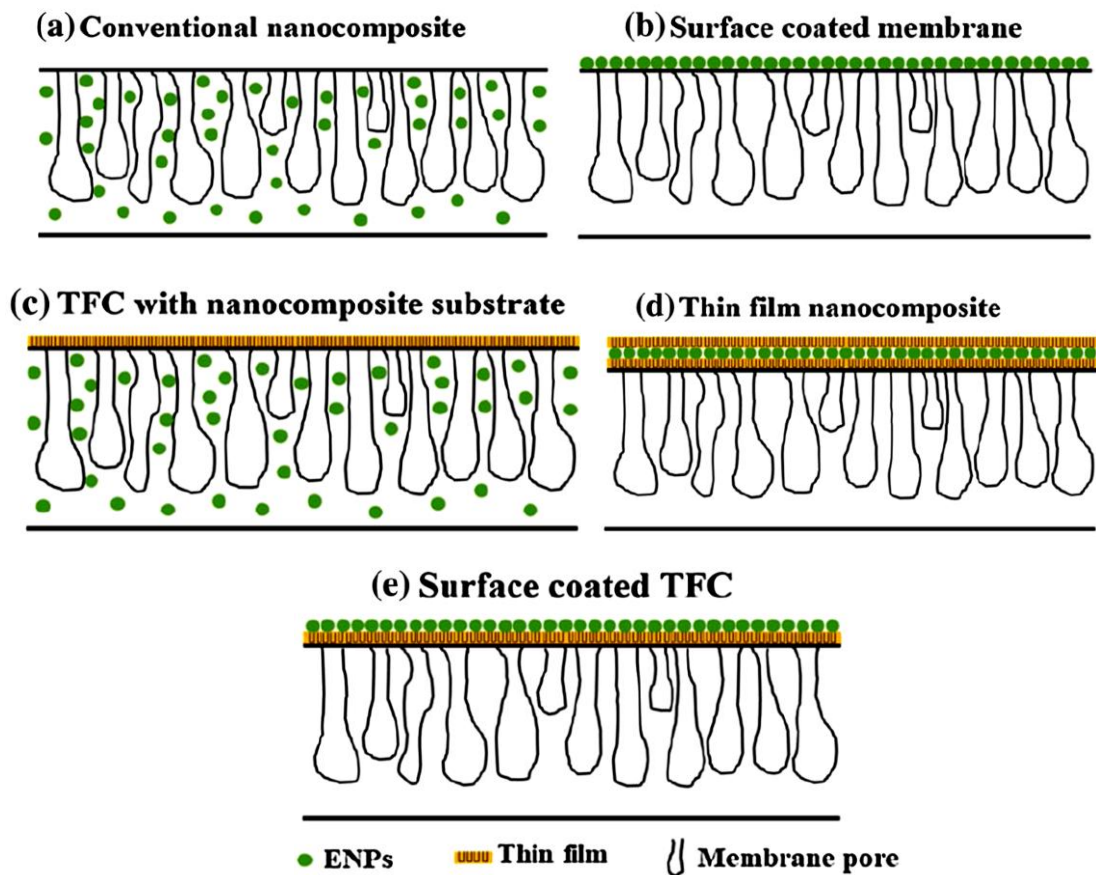
ปัจจุบัน การกรองเกลือจากน้ำทะเลเพื่อผลิตน้ำบริสุทธิ์สำหรับการอุปโภคบริโภคด้วยกระบวนการเมมเบรนครองสัดส่วนการตลาดเท่ากับ 53% ของตลาดการกรองน้ำทะเลทั้งระบบ และยังเป็นที่ยอมรับว่า เป็นวิธีการที่ทรงพลังในการบำบัดน้ำเสียเนื่องจากเป็นวิธีที่ง่ายในการดำเนินการ ประหยัด จำเป็นต้องใช้สารเคมีไม่มาก ให้ผลผลิตมากกว่า (Greater productivity) ไม่มีการเปลี่ยนแปลงของสาร ขยายขนาดของระบบได้ง่าย และมีความสามารถในการเลือกแยกค่อนข้างสูง (Li et. al., 2016; Luo et. al., 2012; Curcio et. al., 2015)

เนื่องจากความต้องการน้ำสะอาดจากแหล่งน้ำที่มีเกลือผสมอยู่เพิ่มขึ้น เมมเบรนสำหรับการแยกเกลือออกจากน้ำจึงได้รับความสนใจอย่างกว้างขวางและต่อเนื่อง Liu และคณะ (2018) ได้รายงานผลการศึกษาวิจัยเกี่ยวกับสมรรถนะของเมมเบรนรีเวิร์สออสโมซิสที่เขาและคณะ

พัฒนาขึ้น โดยการเติมและเคลือบด้วยอนุภาคนาโนที่มีสมบัติชอบน้ำ 2 ชนิด คือ ซีโอไลต์และกราฟีนออกไซด์ เพื่อให้ได้เมมเบรนที่มีค่าความสามารถในการซึมผ่านสูงขึ้น ผลการวิจัยชี้ว่า เมื่อนำอนุภาคซีโอไลต์และกราฟีนออกไซด์เติมในชั้นเลือกผ่านที่มีพอลิเอไมด์ (Polyamide) เป็นพอลิเมอร์ฐาน ความสามารถในการซึมผ่านน้ำ (Water permeability) ดีขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ชั้นของกราฟีนออกไซด์และพอลิเอทิลีนไกลคอลที่ถูกเคลือบบนชั้นเลือกผ่านส่งผลทำให้สมรรถนะการต้านการอุดตันดีขึ้น Liu และคณะพบว่าค่าการซึมผ่านน้ำและค่าการกักกันเกลือของเมมเบรนที่ถูกปรับปรุงด้วยอนุภาคนาโนซีโอไลต์และกราฟีนออกไซด์ดังกล่าวนี้เท่ากับ $13.2 \text{ L/(m}^2\cdot\text{h}\cdot\text{bar)}$ ที่ค่ากักกันเกลือ 96.0% และเท่ากับ $15.9 \text{ L/(m}^2\cdot\text{h}\cdot\text{bar)}$ ที่ค่ากักกันเกลือ 94.3% ซึ่งดีกว่าค่าการซึมผ่านน้ำและค่ากักกันเกลือของเมมเบรนที่ไม่ได้ผ่านการปรับปรุงคุณสมบัติ จะเห็นว่า ผลการศึกษานี้ชี้ให้เห็นถึงอิทธิพลของอนุภาคนาโนแต่ละชนิดและปริมาณความเข้มข้นที่มีต่อสมรรถนะของเมมเบรนในเทอมของค่าความสามารถในการซึมผ่านและค่าการกักกันเกลือ และอิทธิพลต่อคุณลักษณะ (ค่าความขรุขระและความชอบน้ำของผิวเมมเบรน) ซึ่งจะช่วยในการเลือกชนิดและค่าความเข้มข้นของอนุภาคนาโนสำหรับการปรับปรุงสมรรถนะการแยกของเมมเบรน (Liu et. al., 2018)

รูปแบบของเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่นักวิทยาศาสตร์หลายกลุ่มได้สังเคราะห์หรือเตรียมขึ้น สามารถแบ่งได้เป็น 5 แบบ คือ (1) เมมเบรนคอมโพสิตนาโนแบบดั้งเดิม, (2) เมมเบรนคอมโพสิตนาโนแบบเคลือบอนุภาคนาโนเป็นชั้นเลือกผ่านที่ผิวหน้า, (3) เมมเบรนคอมโพสิตนาโนแบบเคลือบฟิล์มบางและการเติมด้วยวัสดุนาโน, (4) เมมเบรนคอมโพสิตนาโนแบบเคลือบฟิล์มบางโดยมีชั้นอนุภาคนาโนแทรก และ (5) เมมเบรนคอมโพสิตนาโนแบบเคลือบฟิล์มบางซ้อนกับอนุภาคนาโน ดังรูปที่ 2.1

จากงานวิจัยของ Mahmoudi และคณะ (2018) เพื่อทดสอบการเปลี่ยนแปลงคุณลักษณะของเมมเบรนคอมโพสิตอันเป็นผลมาจากการเติมด้วยอนุภาคนาโน ตัวอย่างเมมเบรนที่เตรียมขึ้นจะถูกนำไปวิเคราะห์ด้วยกระบวนการวิธีและเทคนิคต่าง ๆ เช่น การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM เพื่อสังเกตการเปลี่ยนแปลงของคุณลักษณะโครงสร้างรูพรุนหรือสัณฐานวิทยาในระดับนาโน รวมทั้งการกระจายตัวของอนุภาคนาโนในเมตริกซ์ของพอลิเมอร์ฐาน การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DMTA เพื่อตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงความแข็งแรงเชิงกลในเทอมของมอดูลัส การวิเคราะห์การต้านทานการอุดตัน (Fouling) การตรวจสอบความชอบน้ำของผิวเมมเบรนด้วยการวัดมุมสัมผัสของน้ำ การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR เพื่อตรวจสอบการปรากฏของหมู่ฟังก์ชันบนผิวของเมมเบรน



รูปที่ 2.1 รูปแบบของเมมเบรนคอมโพสิตนาโน, (a) แบบดั้งเดิม (b) แบบเคลือบด้วยวัสดุนาโน, (c) แบบเคลือบฟิล์มบางและเติมวัสดุนาโน, (d) แบบเคลือบด้วยฟิล์มบางที่มีชั้นของวัสดุนาโนแทรก และ (e) แบบเคลือบด้วยฟิล์มบางและวัสดุนาโน (ENPs = อนุภาคนาโนที่ผ่านการปรับปรุงคุณสมบัติ) (Wen et. al., 2019)

นอกจากนี้ยังมีการวิเคราะห์ความพรุนด้วยการทดสอบการบวม (Swelling) แล้วคำนวณค่าความพรุนรวม (overall membrane porosity, $\mathcal{E}$) ด้วยวิธีกราวิเมตริกซ์ (Gravimetric method) ดังสมการ 2.3

$$\mathcal{E} = \frac{\omega_1 - \omega_2}{A \times l \times d_w} \quad (2.3)$$

เมื่อ

- $\mathcal{E}$ คือ ค่าความพรุนรวมของเมมเบรน
- ω_1 คือ น้ำหนักเปียกของเมมเบรน หน่วย “กรัม” (g)
- ω_2 คือ น้ำหนักแห้งของเมมเบรน หน่วย “กรัม” (g)

- A คือ พื้นที่ของเมมเบรน หน่วย “ตารางเมตร” (m^2)
 l คือ ความหนาของเมมเบรน หน่วย “เมตร” (m)
 d_w คือ ความหนาแน่นของน้ำ (ที่อุณหภูมิ 20 °C) 998 kg/m^3

จากข้อมูลความพรุน (Porosity) และสมการ Guerout-Elford-Ferry สามารถคำนวณหาขนาดรูพรุนสัมพัทธ์ของเมมเบรนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สมการที่ 2.4 ได้ นั่นคือ

$$r_m = \sqrt{\frac{(2.9-1.75\varepsilon)8\eta lQ}{\varepsilon \times A \times \Delta P}} \quad (2.4)$$

เมื่อ

- η คือ ค่าความหนืดของน้ำ (8.9×10^{-4} Pa·s)
 Q คือ ปริมาตรของน้ำที่ซึมผ่านเมมเบรนต่อหน่วยเวลา (m^3/s)
 ΔP คือ ความดันขณะทดสอบ (0.4 MPa)

การประเมินสมรรถนะของเมมเบรน จะประเมินจากฟลักซ์ของการซึมผ่าน ในการทดสอบเพื่อประเมินสมรรถนะของเมมเบรนนี้จะใช้ระบบทดสอบแบบ Dead-end และเพื่อจะกำจัดสารเคมีที่ปรากฏในเมมเบรนและเพื่อให้ได้ค่าฟลักซ์ที่มีความคงตัวหรือเสถียรมากกว่า เมมเบรนจะถูกอัดในเซลล์เป็นเวลา 20 นาที ที่ความดัน 5 bars หลังจากอัดด้วยความดันแล้วจึงเริ่มทดสอบฟลักซ์การซึมผ่านของน้ำบริสุทธิ์เป็นเวลา 120 min ที่ความดัน 4 bars และฟลักซ์การซึมผ่าน (Permeate flux, J) จะสามารถคำนวณได้จากสมการ

$$J = \left(\frac{\Delta V}{A \Delta T} \right) \quad (2.5)$$

เมื่อ

- J คือ ฟลักซ์การซึมผ่านที่วัดได้ (L/m^2h)
 ΔV คือ ปริมาตรของสารที่ซึมผ่านเมมเบรน (L)
 A คือ พื้นที่ยังผลของเมมเบรน (m^2)
 ΔT คือ ช่วงเวลาที่ใช้ในการกรอง (h)

(Mahmoudi et. al., 2018)

ในกรณีของการพัฒนาเมมเบรนคอมโพสิตนาโนด้วยอนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์พบว่า มีการนำ TiO_2 ไปใช้ในการเพิ่มสมรรถนะการแยกและโครงสร้างสัณฐานวิทยาของเมมเบรนพอลิเมอร์ หลายชนิด เช่น พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol, PVA) พอลิซัลโฟน (Polysulfone, PSF) และพอลิอีเทอร์ซัลโฟน (Polyethersulfone, PES) ในกรณีของ PVA นั้น มีรายงานว่า การเติม TiO_2 ลงในเมตริกซ์ของ PVA ทำให้สมบัติเชิงกลของ PVA ดีขึ้น และที่ความเข้มข้นของ P25- TiO_2 ไม่เกิน 20 wt% พบว่า ค่าความสามารถในการซึมผ่านได้ (Permeability) ของก๊าซ N_2 , O_2 , H_2 และ CO_2 ผ่านเมมเบรนคอมโพสิตที่เตรียมได้มีค่าลดลง ขณะที่ค่าเลือกผ่านได้ของคู่ก๊าซ O_2/N_2 , CO_2/H_2 , H_2/N_2 และ CO_2/N_2 เพิ่มขึ้น แต่เมื่อความเข้มข้นของ P25- TiO_2 อยู่ในช่วง 20-30 wt% ค่าซึมผ่านได้จะค่อนข้างคงที่ ขณะที่ค่าเลือกผ่านลดลง และที่ความเข้มข้นในช่วง 30-40 wt% พบว่า ค่าซึมผ่านก๊าซทุกชนิดดังกล่าวข้างต้นนี้มีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นขณะที่ค่าเลือกผ่านลดลง (Ahmad et. al., 2013)

อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) เป็นอีกหนึ่งอนุภาคที่สำคัญและเป็นอนุภาคหรือวัสดุที่ราคาไม่แพง ไม่เป็นพิษ มีความเข้ากันได้ทางชีววิทยาดี ด้านทานต่อสารเคมี และมีความสามารถด้านทานการกัดกร่อนได้ดี จึงถูกนำมาประยุกต์ใช้ในงานด้านต่าง ๆ เช่น การเร่งเชิงแสง (Photocatalysis) การแยก (Separations) อุปกรณ์เซนเซอร์แสง (Sensor devices) และโซลาร์เซลล์ (Reyes-Coronado et. al., 2008) ใช้เป็นส่วนผสมของสี แผ่นกรองแสง ยาสีฟัน ใช้พัฒนาตัวเก็บประจุยิ่งยวดและแบตเตอรี่ลิเทียม ใช้เป็นวัสดุดูดซับคลื่นไมโครเวฟ รวมทั้งการประยุกต์ใช้ในด้าน การแพทย์ (Yan และ Chen, 2015) ด้วยข้อจำกัดบางอย่าง เช่น ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะ (Hafsa Siddiqui, 2019) ปริมาตรรูพรุน (Pore volume) รูปทรงและการกระจายขนาดรูพรุน และขนาดอนุภาค ที่ไปจำกัดประสิทธิภาพการประยุกต์ใช้งาน จึงทำให้มีการวิจัยและพัฒนาวิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโน TiO_2 โดยคาดหวังว่าจะสามารถแก้ไขข้อด้อยเหล่านี้ได้ คุณสมบัติหรือพฤติกรรมของอนุภาคนาโน TiO_2 มีความสัมพันธ์กับโครงสร้างผลึก ขนาดอนุภาค และสัณฐานวิทยา ขณะที่คุณลักษณะเหล่านี้ขึ้นกับวิธีการและเงื่อนไขในการสังเคราะห์ อนุภาคนาโน TiO_2 เป็นอนุภาคที่อยู่ในรูปเฟสของผลึกที่สำคัญ 3 ประเภท คือ บรูไคท์ (Brookite) รูไทล์ (Rutile) และอะนาทาส (Anatase) โดยทั่วไป TiO_2 บริสุทธิ์จะไม่สามารถเกิดขึ้นได้ในธรรมชาติแต่จะอยู่ในรูปของสินแร่อิลเมนไนท์ (Ilmenite) ซึ่งมีสูตรเคมีในกลุ่มแร่ไอรอนไททาเนต (FeTiO_3) หรือสินแร่ลูโซซีน (Leucocene ores) สารประกอบ TiO_2 ถูกจัดเป็นหนึ่งในตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) ที่ใช้ในกระบวนการออกซิเดชัน ปกติประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งจะไม่สมบูรณ์ถ้ามี TiO_2 อยู่เดี่ยว ๆ แต่ถ้าประกอบอยู่กับออกไซด์ของโลหะอัลคาไลน์อื่น เช่น โซเดียม โพแทสเซียม ซึ่งการปรากฏของออกไซด์ของโลหะอัลคาไลน์นี้จะช่วยส่งเสริมหรือเพิ่มพูนคุณสมบัติการเป็นตัวเร่งให้กับ TiO_2 ตารางที่ 2.1 แสดงสมบัติทางกายภาพของอนุภาคนาโน TiO_2

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของไททาเนียมไดออกไซด์ (Ola and Maroto-Valer, 2015)

Properties	Crystalline forms		
	Anatase	Rutile	Brookite
Crystalline structure	Tetragonal	Tetragonal	Rhombohedral
Lattice constants (nm)	a = b = 0.3733 c = 0.9370	a = b = 0.4584 c = 0.2953	a = 0.5436 b = 0.9166 c = 0.5135
Bravais lattice	Simple, body centered	Simple, body centered	Simple
Density (g/cm ³)	3.83	4.24	4.17
Melting point (°C)	Turning into rutile	1870	Turning into rutile
Boiling point (°C)	2927*	-	-
Band gap (eV)	3.2	3.0	2.8090
Refractive index (n _D)	2.5688	2.9467	-
Standard heat capacity,	55.52	55.60	78
Dielectric constant	55	110-117	

* Pressure at P(O₂) is 101.325 kPa

นอกจากนี้ ยังมีการศึกษาผลของ TiO₂ ที่มีต่อโครงสร้างสัณฐานวิทยาของเมมเบรนคอมโพสิตนาโน ซึ่งผลจากการเติม TiO₂ ในเมตริกซ์ของ PES พบว่า โครงสร้างสัณฐานวิทยาของเมมเบรนตรงบริเวณใต้ชั้นเลือกผ่านเปลี่ยนไป จำนวนรูพรุนเพิ่มขึ้น มีโครงสร้างรูพรุนคล้ายนิ้วมือ (Finger-like structure) เกิดขึ้นมาทดแทนรูพรุนแบบเดิมในกรณีไม่เติม TiO₂ และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ TiO₂ ในโครงสร้างของ PES จนถึง 10 wt% พบว่าโครงสร้างรูพรุนคล้ายนิ้วมือมีความเด่นชัดมากขึ้น ขณะที่จำนวนรูพรุนที่ผนังของโครงสร้างคล้ายนิ้วมือก็เพิ่มขึ้นด้วย (Madaeni et.al., 2012)

อนุภาคนาโนที่สำคัญอีกชนิดหนึ่งที่มีผู้สนใจนำมาใช้ปรับปรุงสมรรถนะของเมมเบรนพอลิเมอร์ด้วย นั่นคือ อนุภาคนาโนซิลิกาไดออกไซด์ ซึ่งเป็นสารประกอบอนินทรีย์ที่ประกอบด้วยซิลิกอนและออกซิเจนอย่างละ 1 และ 2 อะตอม มีสูตรเคมีเป็น SiO₂ ซิลิกาไดออกไซด์ถูกแบ่งออกเป็นหลายชนิดตามคุณสมบัติทางฟิสิกส์และเคมี เช่น ความเป็นผลึก การมีหรือไม่มีรูพรุนบนอนุภาค ขนาดของรูพรุนบนอนุภาค คุณสมบัติความชอบน้ำ รูปร่างอนุภาค และขนาดพื้นที่ผิวของอนุภาค รวมทั้งประเภทการประยุกต์ใช้ การแบ่งอนุภาคนาโนซิลิกาไดออกไซด์ตามโครงสร้างผลึกและความเป็นผลึกจะแบ่งได้เป็น 2 กลุ่ม คือ แบบผลึก (Crystalline silica) และแบบอะมอร์ฟัส (Amorphous silica) (Chen Qian, 2018) ตามมาตรฐาน IUPAC อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนระดับมีโซ (Mesoporous silica nanoparticles, MSNs) ซึ่งมีรูพรุนในช่วง 2-50 nm ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากเนื่องจากเป็นอนุภาคที่มีคุณสมบัติทางเคมีและฟิสิกส์เหมาะสมสำหรับประยุกต์ใช้งานหลายอย่าง เช่น มีโครงสร้างแบบแข็งแรง มีความเสถียรต่อความร้อน สารเคมีและเชิงกลที่ดี รวมทั้ง

สามารถปรับปรุงสมบัติเพิ่มเติมได้ง่าย การสังเคราะห์ MSNs สามารถทำได้หลายวิธีทั้งแบบที่ใช้และไม่ใช้แม่พิมพ์ (Template) MSNs เป็นวัสดุแข็งที่ประกอบด้วยช่องว่างที่มีขนาดในระดับนาโนเมตรประกอบกันเป็นผลึกหรือโครงสร้างที่มีรูปร่างต่าง ๆ กัน เช่น รูปทรงกลม (Rouet et. al., 2018) รูปทรงคล้ายรังผึ้ง (Vivero-Escoto et. al., 2010) รูปทรงคล้ายดอกไม้ (Das et. al., 2019) รูปทรงดาวกระจายหรือเดนไดรเมอร์ (Liu et. al., 2019) และรูปทรงคล้ายไวรัส (Wang et. al., 2017) การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์สามารถทำได้ทั้งแบบใช้และไม่ใช้แม่พิมพ์ (Templates) ในกรณีที่ใช้แม่พิมพ์ในการสังเคราะห์จะมีข้อดีคือ สามารถควบคุมคุณลักษณะโครงสร้างนาโน ขนาดรูพรุน ขนาดอนุภาค และการกระจายขนาดอนุภาคได้ แต่มีข้อเสียคือ ใช้สารเคมีเพิ่มขึ้น ในกรณีของการสังเคราะห์โดยไม่ใช้แม่พิมพ์ สามารถใช้แม่แบบเพียงหนึ่งชนิดหรือมากกว่าได้ การควบคุมขนาดของอนุภาคสามารถควบคุมได้จากอัตราส่วนของสารตั้งต้น (Precursor) ต่อแม่แบบ หรืออัตราส่วนของตัวทำละลาย สารเร่งปฏิกิริยาและสารยับยั้งปฏิกิริยา รวมทั้งเงื่อนไขอื่น ๆ เช่น อุณหภูมิ ระยะเวลาในการสังเคราะห์ และความเร็วในการกวนผสม

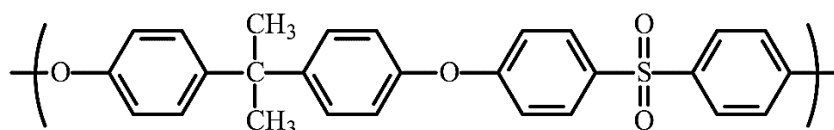
ในกรณีของอนุภาคนาโนของโลหะ มีการศึกษาพบว่า ปริมาณที่เหมาะสมของอนุภาคนาโนในเมตริกซ์ของเมมเบรนจะขึ้นกับคุณสมบัติของเมมเบรนพอลิเมอร์และขนาดของอนุภาคนาโนที่ใช้ เช่น การเติมอนุภาคเงินนาโนที่มีขนาดอนุภาค 70 nm ในเมตริกซ์ของพอลิซัลโฟนที่ความเข้มข้น 0.5 wt% ทำให้ฟลักซ์การซึมผ่านของน้ำบริสุทธิ์ลดลง 20% ขณะที่การเติมด้วยอนุภาคชนิดเดียวกันที่มีขนาด 30 nm ในปริมาณเท่ากัน ในเมตริกซ์ของพอลิซัลโฟนกลับทำให้ฟลักซ์การซึมผ่านของน้ำบริสุทธิ์สูงขึ้นถึง 186.7% สาเหตุที่เป็นเช่นนี้อาจเป็นเพราะอนุภาคโลหะที่มีขนาดใหญ่ไปบล็อกหรือไปขวางรูพรุนของเมมเบรนขณะที่อนุภาคที่ขนาดเล็กกว่าไม่เกิดการขวางกั้นรูพรุน (Mollahosseini et. al., 2012)

นอกจากนี้ยังมีการนำอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (ZnO) มาใช้ในการพัฒนาฟลักซ์การซึมผ่านน้ำของเมมเบรนพอลิเมอร์ โดยก่อนจะเติม ZnO ในเมตริกซ์ของพอลิเมอร์ ZnO จะถูกปรับปรุงคุณสมบัติผิวด้วย 1,3-phenylenediamine (MPD) และ Triethylenetetramine (TETA) และก่อนจะปรับปรุงด้วย MPD และ TETA อนุภาคนาโนจะถูกเตรียมผิวเพื่อให้หมู่เอมีนจาก MPD และ TETA สามารถจับกันได้ดีกับอนุภาคโดยกราฟต์ด้วย 3-Glycidyloxypropyl trimethoxysilane (GTMS) ผลการเติม ZnO ที่ผ่านการปรับปรุงคุณสมบัติผิวดังกล่าวนี้ ทำให้ฟลักซ์การซึมผ่านน้ำของเมมเบรนพอลิเมอร์สูงขึ้น แต่ทำให้ค่าการกักกันเกลือลดลง (Darabi et. al., 2019)

2.2 พอลิซัลโฟน

พอลิซัลโฟน (Polysulfone, PSF) เป็นวัสดุพอลิเมอร์ชนิดหนึ่งที่ถูกใช้ในการเตรียมเมมเบรนสำหรับการแยกก๊าซ (Yuenyao et. al., 2015) และสารชนิดอื่น ๆ อีกหลายชนิด รวมทั้งการ

บำบัดน้ำเสีย ทั้งนี้เพราะ PSF เป็นวัสดุที่มีสมบัติโดดเด่น เช่น มีความต้านทานเชิงกล ต้านทานต่อสารเคมีและความร้อนได้ดี เตรียมเมมเบรนได้ง่าย สมรรถนะในการเลือกผ่านและการต้านการแปรสภาพ (Degradation) อยู่ในระดับที่ยอมรับได้ นอกจากนี้ PSF ยังมีความเหนียว แข็ง และเป็นเทอร์โมพลาสติกที่มีความแข็งแรงเชิงกลสูง สามารถใช้งานในสภาพแวดล้อมที่มีอุณหภูมิสูงถึง 149 °C เป็นเวลานาน ๆ ได้เป็นอย่างดี มีความต้านทานต่อการเกิดออกซิเดชันและการถูกไฮโดรไลต์ด้วยน้ำ ต้านทานต่อการกรดด่าง กรดอัลคาไลน์ สารละลายเกลือ สารซักล้าง และน้ำมันไฮโดรคาร์บอน อย่างไรก็ตาม PSF จะถูกละลายหรือแปรสภาพเมื่อสัมผัสกับตัวทำละลายมีขั้ว เช่น ตัวทำละลายจำพวกคีโตน คลอรีนไฮโดรคาร์บอน และอะโรมาติกไฮโดรคาร์บอน นอกจากนี้ PSF ยังต้านทานต่อการเสื่อมสภาพจากการออกบรังสีแกมมาและลำอิเล็กตรอนพลังงานสูง แต่จะเสื่อมสภาพได้เมื่ออาบด้วยรังสียูวีเป็นเวลานาน เป็นวัสดุที่มีสมบัติทางไฟฟ้าที่เสถียรมากแม้จะอยู่ในบริเวณที่มีอุณหภูมิและความชื้นสูง PSF มีด้วยกันหลายเกรด (ตามน้ำหนักโมเลกุล) แต่ที่นิยมนำมาใช้เตรียมเมมเบรน คือ PSF ที่มีน้ำหนักโมเลกุลค่อนข้างสูง เช่น Udel P-3500 LCD, Udel P-1700 NAT, Ultrason S-6010 และ Ultrason S-3010 สำหรับ Udel P-3500 LCD เป็นวัสดุที่มีความเหนียว มีความต้านทานต่อสารเคมีสูง และยังมีระดับของ Cyclic dimer ต่ำกว่ารุ่นอื่น ๆ สมบัติเชิงฟิสิกส์ เชิงกล และสมบัติทางไฟฟ้า ได้แก่ ความหนาแน่น (1.24 g/cm³), การดูดซับน้ำในช่วงระยะเวลา 24 h (0.3 wt%), Tensile modulus (2,480 MPa), Tensile strength (at break, 70.3 MPa), สภาพต้านทานทางไฟฟ้า (3.0×10⁶ ohms-cm) และค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (60 Hz : 3.03, 1 kHz : 1.0×10⁻³, 1 MHz : 6.0×10⁻³) P-3500 LCD สามารถอบแห้งได้ที่อุณหภูมิสูงถึง 135-163 °C ได้โดยใช้เวลาในการอบแห้งประมาณ 3.5 h. โครงสร้างทางเคมีของพอลิซัลโฟนแสดงดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 โครงสร้างทางเคมีของพอลิซัลโฟน (Urducea et. al., 2020)

2.3 การเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนโดยการเติมด้วยอนุภาคนาโนชนิดต่าง ๆ

เมมเบรนคอมโพสิตนาโน (Nanocomposite membranes) หมายถึง เมมเบรนหรือเยื่อบางที่มีองค์ประกอบสารตั้งแต่ 2 ชนิดขึ้นไป โดยวัสดุชนิดแรกอาจเป็นวัสดุพอลิเมอร์หรือเซรามิก ขณะที่วัสดุชนิดที่สองจะเป็นอนุภาคนาโนชนิดต่าง ๆ หรืออาจเป็นวัสดุพอลิเมอร์ทั้งสองชนิด การเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโน สามารถเตรียมได้หลายวิธี รวมทั้งวิธีการเปลี่ยนเฟส (Phase

inversion method) และการก่อพอลิเมอร์ที่ผิวรอยต่อ (Interfacial polymerization) ที่มีการเติมด้วยอนุภาคนาโนหรือวัสดุอื่น ๆ ทั้งสารอินทรีย์และอนินทรีย์ เมมเบรนที่ได้จะมีองค์ประกอบหลายชนิด และมีโครงสร้างรูพรุนหลายแบบ ได้แก่ เมมเบรน PSF ที่เติมด้วยนาโนซิลิกาหรือสารเติมแต่งในกลุ่มพอลิเมอร์ เช่น พอลิเอทิลีนไกลคอล (Polyethylene glycol, PEG) และพอลิไวนิลไพร์โรลิโดน (Polyvinylpyrrolidone, PVP) วัตถุประสงค์หลักของการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาคนาโนคุณภาพสูง คือ เพื่อเพิ่มสมรรถนะการแยก เพิ่มความแข็งแรงเชิงกล ปรับสมบัติทางไฟฟ้าของเมมเบรนและการปรับความชอบและไม่ชอบน้ำให้เมมเบรนพอลิเมอร์ กรณีของเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาคนาโนจำพวกสารอินทรีย์ ปกติจะประสบปัญหาความเข้ากันได้ (Compatibility) ระหว่างเมทริกซ์ของพอลิเมอร์กับผิวของอนุภาคนาโน เป็นปัญหาที่ต้องแก้ไขด้วยการปรับปรุงสมบัติผิวของอนุภาคนาโน ก่อนที่จะเติมลงในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ซึ่งอยู่ในกลุ่มสารอินทรีย์

จากการสืบค้นเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้องพบว่า การเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตแบบฟิล์มบาง (Thin film composite membranes; TFC) โดยการเติมด้วยอนุภาคนาโนแบบมีรูพรุน สามารถปรับปรุงสมบัติทางเคมีฟิสิกส์ของเมมเบรน เช่น สมบัติความชอบน้ำ, ความเสถียรเชิงกล และความต้านทานต่ออุณหภูมิหรือความร้อน รวมทั้งสมบัติการเลือกให้ผ่านให้ดีขึ้นได้ (Kang and Cao, 2012; Kim et. al., 2013; Zhao et. al., 2014) อนุภาคนาโนที่ถูกใช้เป็นสารเติมแต่ง (nanofillers) ในเมมเบรนคอมโพสิตนาโน (Thin film nanocomposite membranes) ถูกแบ่งออกเป็น 3 กลุ่ม ประกอบด้วย ออกไซด์ของโลหะแบบไม่มีขนาดและออกไซด์ของโลหะ (Non-dimensional metal and Metal oxides) ท่อนาโนแบบหนึ่งมิติ (One-dimensional nanotubes) และอนุภาคนาโนแบบมีรูพรุนสองมิติ (2-D porous NPs)

ในปี 2015 Su และคณะ สามารถเพิ่มสมรรถนะเชิงกลและการแยกให้กับเมมเบรนไฮบริดของพอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) ที่ผ่านการเชื่อมขวาง ได้โดยการเติมแต่งด้วยอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่ถูกปรับปรุงสมบัติผิวด้วยอะมิโนโพรพิลไตรเอทอกซีไซเลน (Aminopropyl triethoxysilane; APTES) Su และคณะ พบอีกว่า ทั้ง storage modulus และความเสถียรต่ออุณหภูมิของเมมเบรนไฮบริดที่เตรียมได้ เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ในเมทริกซ์ของ PEG (Su et. al., 2015)

Gholami และคณะ (2017) ได้เตรียม MMMs (Mixed matrix membranes) โดยใช้โพลียูรีเทน (Polyurethane; PU) เป็นพอลิเมอร์ฐานและเติมแต่งด้วยอนุภาคนาโน ZIF-8 ที่มีรูพรุน โดยที่ PU ทำหน้าที่เป็น continuous phase ขณะที่ ZIF-8 เป็น dispersed phase ปริมาณของ ZIF-8 ถูกเติมในเมทริกซ์ของ PU ตั้งแต่ 0-50 wt% ผลการวิจัยของเขาและทีมชี้ว่า การเติม ZIF-8 สามารถเพิ่มความแข็งแรงเชิงกลและความเสถียรต่ออุณหภูมิให้กับเมมเบรนได้ ที่มากกว่านี้

สมรรถนะการแยกระหว่าง CO_2/CH_4 ของเมมเบรนที่เตรียมได้ก็เพิ่มขึ้นอีกด้วย (Gholami et. al., 2017) นอกจากนี้ Nordin และคณะ (2015) ได้ใช้วิธีอย่างง่ายปรับปรุงเมมเบรน MMMs ที่เติมแต่งด้วย ZIF-8 เพื่อใช้ในการแยกระหว่าง CO_2/CH_4 โดย Nordin และคณะได้สังเคราะห์อนุภาค ZIF-8 และปรับแต่งด้วยแอมโมเนียที่อุณหภูมิและปริมาณสารละลายแอมโมเนียค่าต่าง ๆ ผลการปรับแต่งทำให้หมู่ N-H ติดบนอนุภาค และทำให้ความเป็นผลึกดีขึ้น พื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนก็เพิ่มขึ้นด้วย ในการวิจัยนี้ Nordin และคณะได้เตรียม MMMs ที่ใช้พอลิซัลโฟน (Polysulfone; PSF) เป็นพอลิเมอร์ฐานด้วยวิธีการเปลี่ยนเฟสแบบแห้ง/เปียก (Dry/wet phase inversion method) ผลการทดสอบการซึมผ่าน CO_2 และ CH_4 พบว่าค่าการซึมผ่านของ CO_2 ลดลง ขณะที่การเลือกให้ผ่านระหว่าง CO_2/CH_4 เพิ่มขึ้น ผลการปรับปรุงสมบัติของ ZIF-8 ด้วยแอมโมเนียซึ่งทำให้มีหมู่ N-H ติดอยู่บนอนุภาค หมู่ N-H ดึงดูด CO_2 ทำให้การซึมผ่าน CO_2 ดีขึ้น เช่น เมื่อ ZIF-8 ที่ถูกปรับปรุงใน 25 mL NH_4OH ที่ 60 °C ถูกเติมในเมตริกซ์ของ PSF ทำให้การเลือกผ่าน CO_2/CH_4 เพิ่มขึ้นถึง 72% และความสามารถในการซึมผ่าน CO_2 เพิ่มขึ้นถึง 43 % เมื่อเทียบกับเมมเบรน PSF ที่ไม่ได้เติม ZIF-8 ในงานของ Nordin และคณะ ZIF-8 ที่ใช้มีขนาดพื้นที่ผิวสูงสุด 1,250.5 m^2/g และมีขนาดปริมาตรรูพรุน 2 ขนาด คือ ขนาดระดับมีโซ 0.195 cm^3/g และระดับไมโคร 0.385 cm^3/g ทำให้ปริมาตรรูพรุนรวมเท่ากับ 0.580 cm^3/g ด้วยหลักการและกลไกในการแยกที่เหมือนกันคือ เป็นการแยกสารโดยอาศัยกลไกการละลาย-แพร่ (Solution-diffusion mechanism) เพราะฉะนั้นการศึกษาค้นคว้าเกี่ยวกับการปรับปรุงสมรรถนะของเมมเบรนพอลิเมอร์ด้วยการเติมอนุภาคนาโนจึงมีความสำคัญต่อการวิจัยในครั้งนี้ นอกจากนี้การสังเคราะห์อนุภาคนาโนแบบมีรูพรุนชนิดต่าง ๆ ซึ่งถือเป็นประเด็นสำคัญในการพัฒนาสมรรถนะของเมมเบรน โดยเฉพาะการสังเคราะห์ที่ทำให้ได้อนุภาคนาโนที่มีขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะมาก ขนาดอนุภาคเล็ก มีปริมาตรรูพรุนใหญ่ และมีโครงสร้างนาโนที่สอดคล้องกับวัตถุประสงค์ในการใช้งาน ก็มีความจำเป็นต้องศึกษาด้วย

Miricioiu และคณะ (2019) ได้พัฒนา MMMs ที่เติมด้วยอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีรูพรุนระดับมีโซ (MSNs) เพื่อใช้ในการแยกระหว่างก๊าซ CO_2 และ O_2 อนุภาค MSNs ที่ใช้คือ MCM-41 ซึ่งมีพื้นที่ผิวจำเพาะมากและถูกปรับปรุงคุณสมบัติด้วยการติดหมู่เอมีน (MCM-41-NH_2) ในอัตรา 5 10 และ 20 wt% พบว่าคุณสมบัติการเลือกผ่านและการซึมผ่านก๊าซได้ของเมมเบรนเปลี่ยนไป เขาและคณะพบอีกว่า การปรับปรุง MCM-41 ด้วยการติดหมู่เอมีน ทำให้อันตรกิริยาระหว่างเมตริกซ์ของ PSF กับ MCM-41 สูงขึ้น ซึ่งสังเกตได้จากการเพิ่มขึ้นของค่าการเลือกให้ผ่านเมื่อเทียบกับกรณีที่ไม่ได้ติดหมู่เอมีน (Miricioiu et. al., 2019)

Sultan และคณะ (2020) ได้เตรียมเมมเบรนคอมโพสิตโดยใช้โพลียูรีเทน (Polyurethane, PU) เป็นพอลิเมอร์ฐานและเติมด้วยอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่ผ่านการปรับปรุงคุณสมบัติความชอบน้ำ ในปริมาณ 0.01-0.03 wt% ในการวิจัยนี้ เขาและคณะได้ทดสอบ

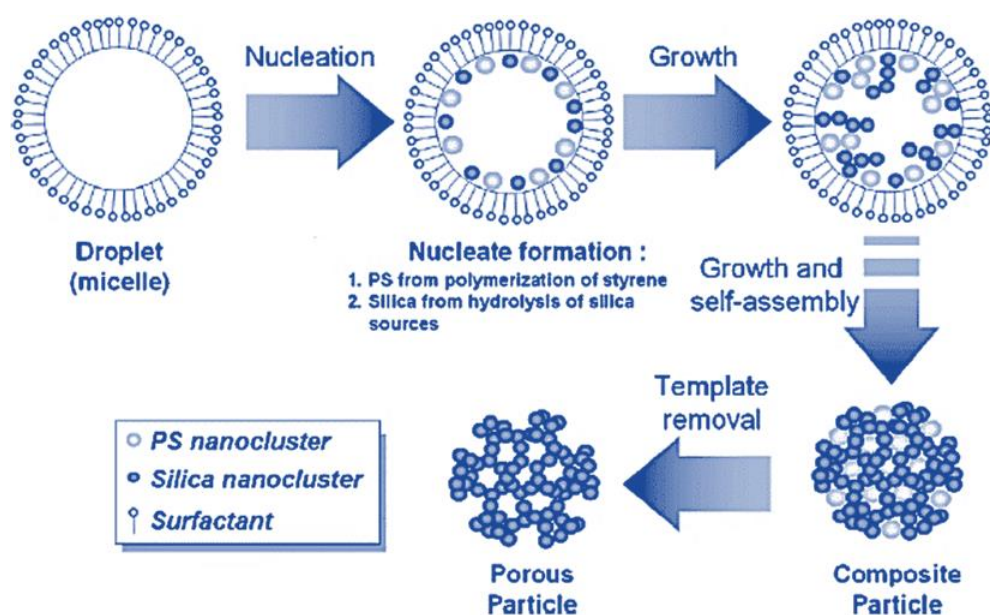
คุณสมบัติทางฟิสิกส์เคมีและสมรรถนะการกักกันเกลือ (Salt rejection) ของเมมเบรน และพบว่า ความแข็งแรงเชิงกลและความเสถียรต่ออุณหภูมิมากขึ้นตามปริมาณการเพิ่มขึ้นของอนุภาคนาโน ซิลิกอนไดออกไซด์ ค่าการกักกันเกลือและฟลักซ์ของน้ำสูงสุดเท่ากับ 92.5% และ 22.8 L/h-m² ตามลำดับ เมื่อเติมอนุภาคนาโนในประมาณ 0.02 wt% (Sultan et. al., 2020)

2.4 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนแบบมีรูพรุนคุณภาพสูง

2.4.1 อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์

อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ โดยเฉพาะอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีรูพรุนระดับมีโซ (MSNs) และไมโคร (Microporous) ร่วมด้วย ส่วนมากจะสังเคราะห์ด้วยการปรับวิธีการของสโตเบอร์ (Stober's method) นอกจากนั้นยังวิธีโซล-เจล (Sol-gel method) ซึ่งเป็นวิธีที่มีการประยุกต์ใช้อย่างกว้างขวาง ในกระบวนการสังเคราะห์แบบโซล-เจลนั้น จะมีปฏิกิริยาที่สำคัญ 2 ปฏิกิริยา คือ ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) และกระบวนการควบแน่น (Condensation) ของโมโนเมอร์อัลคอกไซด์ (Alkoxide monomers) ไปเป็นสารคอลลอยด์ (Sol) ซึ่งจะประพัตินเป็นสารตั้งต้นที่จะก่อตัวเป็นโครงข่ายที่มีระบบของพอลิเมอร์หรืออนุภาค ปกติโซล-เจลจะเกิดขึ้นในสภาวะที่มีสารตัวเร่งที่เป็นกรดหรือเบส ทั้งนี้ขึ้นกับเงื่อนไขของการเกิดปฏิกิริยาและอัตราส่วนโดยโมลของ Si/H₂O หมู่อัลคอกไซด์จะเกิดไฮโดรไลซิส อัตราการไฮโดรไลซิสจะเกิดขึ้นได้เร็วกว่าในสภาวะเบส และจะช้ากว่าในสภาวะกรด นอกจากนี้การควบแน่นจะทำให้ไฮโดรไลซิสเกิดได้สำเร็จ ขณะเดียวกัน การควบแน่นจะเกิดได้อย่างมีประสิทธิภาพหรือไม่ ก็ขึ้นอยู่กับปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสด้วย (Narayan et. al., 2018) นั่นหมายถึง ทั้งสองปฏิกิริยานี้ต่างก็เสริมกันและกัน ถ้าต้องการให้ปฏิกิริยาหนึ่งเกิดสำเร็จก็จำเป็นต้องทำให้ปฏิกิริยาหนึ่งเกิดได้อย่างสมบูรณ์ ในปี 2011 Adam และคณะ ได้สังเคราะห์ซิลิกานาโนจากแกลบ (Rice husk) ซึ่งเป็นเศษวัสดุชีวมวลเหลือทิ้งจากการเกษตร ด้วยวิธีโซล-เจล ที่อุณหภูมิห้อง (30 °C) วิธีโซล-เจล เป็นวิธีสังเคราะห์ที่ง่ายและประหยัดพลังงานเนื่องจากไม่ต้องสกัดแม่พิมพ์ด้วยการเผาที่อุณหภูมิสูง Adam และทีมพบว่า อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีพื้นที่ผิวสูงสุด 245 m²/g และมีปริมาตรรูพรุน 0.78 cm³/g มีทีมวิจัยอีกหลายกลุ่มได้สังเคราะห์นาโนซิลิกอนไดออกไซด์ และเรียกซิลิกอนไดออกไซด์หรือซิลิกาที่สังเคราะห์จากชีวมวลนี้ว่า “ซิลิกาชีวภาพ” (Biosilica) (Lee et. al., 2017; Fu et. al., 2016; Le et. al., 2013) ในปี 2013 Zhang และคณะ รายงานผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์แบบทรงกลมที่มีรูพรุนสม่ำเสมอในระดับมีโซ ด้วยวิธีโซล-เจล โดยเป็นการสังเคราะห์ในระดับใหญ่ (Large scale) ที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้ TEOS (Tetraethylorthosilicate) เป็นสารตั้งต้นและใช้ CTATos (Cetyltrimethylammonium tosylate) และ CTABr (Cetyltrimethylammonium bromide) เป็นแม่พิมพ์ โดย Zhang และคณะ ได้เติม TEA (Triethanolamine) ลงในระบบด้วย และพบว่า สามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนรูปทรงต่าง ๆ

ได้ และเป็นการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาจำนวนค่อนข้างมากในครั้งเดียว โครงสร้างของอนุภาคที่ได้ถูกกำหนดด้วยโครงสร้างของแม่พิมพ์ และพบอีกว่าสามารถสังเคราะห์อนุภาคที่มีพื้นที่ผิวสูงสุดถึง $1,154 \text{ m}^2/\text{g}$ และปริมาตรรูพรุนประมาณ $1.58 \text{ cm}^3/\text{g}$ เมื่ออัตราส่วนโดยโมลระหว่าง TEAH/TEOS มีค่าสูง เทคนิคการสังเคราะห์ด้วยแม่พิมพ์อ่อน (Soft template) เป็นเทคนิควิธีที่ง่ายที่สุดสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาแบบมีรูพรุนระดับมีโซ (Mesoporous) นอกจากนี้ Chen และคณะ (2015) ได้สังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนระดับมีโซรูปร่างต่าง ๆ Chen และคณะพบว่า ชั้นผิวนอกของซิลิกาสามารถควบคุมได้ด้วยการปรับอัตราส่วนโดยโมลระหว่างไซเลนและสารตั้งต้น (Precursor) การวิจัยนี้ Chen และคณะปรับอัตราส่วนโดยโมลของ VTES (Triethoxyvinylsilane) ต่อ TEOS อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีพื้นที่ผิวสูงสุด $468.6 \text{ m}^2/\text{g}$ ปริมาตรรูพรุน $1.29 \text{ cm}^3/\text{g}$ และขนาดรูพรุน 18.3 nm ปี 2015 Egger และคณะ ได้ตีพิมพ์ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนระดับมีโซด้วยวิธีการใช้แม่พิมพ์ เทคนิคที่ใช้คือการทำให้แม่พิมพ์บวมน้ำ (Swelling) ร่วมกับการกระตุ้นด้วยคลื่นเสียงความถี่สูง (Sonochemical synthesis) และการควบแน่นร่วม (Co-condensation) ในการวิจัยนี้ Egger และคณะเลือกใช้ CTAB (Cetyltrimethylammonium bromide) เป็นแม่พิมพ์และ DMHA (Dimethylhexadecylamine) เป็นแม่พิมพ์ร่วม โดยใช้ Decane เป็นตัวควบคุมอัตราการตกตะกอนของสารตั้งต้น (TEOS) ผลการวิจัยพบว่า สามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนระดับมีโซ มีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนสูงสุดถึง $1,235 \text{ m}^2/\text{g}$ และ $4.5 \text{ cm}^3/\text{g}$ (Egger et. al., 2015)



รูปที่ 2.3 ตัวอย่างกระบวนการเกิดอนุภาคนาโนซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้สารลดแรงตึงผิว (Surfactant) เป็นแม่แบบ (Nandiyanto et. al., 2009)

วิธีการสังเคราะห์ซิลิกอนไดออกไซด์นาโนจากแอลกอฮอล์ให้ได้ซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์ วิธีการคือ การล้างแอลกอฮอล์ด้วยน้ำบริสุทธิ์ก่อนนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600-800 °C เมื่อได้ซีเถ้าแอลกอฮอล์แล้วจึงนำมาล้างด้วยกรดเพื่อล้างสารอนินทรีย์ที่เจือปนอยู่ออกไป การล้างด้วยกรดทำให้สามารถเพิ่มความบริสุทธิ์ของซิลิกาได้ถึง 98.22 % (Daniel Fernando et. al., 2018) นอกจากนี้ทีมวิจัยของ Zhu ได้เตรียมซิลิกาที่มีรูพรุนระดับมีโซแบบเร็ว (Rapidly synthesis) พบว่าคลื่นไมโครเวฟช่วยลดระยะเวลาในการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกา MCM-41 ลงได้มาก กล่าวคือ ใช้เวลาเพียง 40 นาทีเท่านั้น นอกจากนี้ยังได้ศึกษาผลของกรดที่มีต่อโครงสร้างของ MCM-41 ซึ่งพบว่า กรดซัลฟริก ทำให้โครงสร้างระดับมีโซของอนุภาคที่ได้มีความเป็นระเบียบแบบเฮกซะโกนอล (More order hexagonal) และยังทำให้ปริมาตรรูพรุนและเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเพิ่มขึ้นอีกด้วย MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้ยังมีสมบัติในการเป็นตัวดูดซับโลหะหนักได้ดี (Zhu et. al., 2017) รูปที่ 2.3 แสดงตัวอย่างกระบวนการและหลักการก่อตัวของอนุภาคนาโนซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้แม่แบบ ซึ่ง Nandiyanto และคณะ ได้ทำการสังเคราะห์ในปี 2009

Teng และคณะ (2013) ได้แสดงวิธีการในการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกอนไดออกไซด์นาโนที่มีรูพรุนระดับมีโซ มีช่องกลวงภายใน (Mesoporous silica hollow sphere) วิธีการที่ใช้สังเคราะห์เป็นวิธีการที่ทำได้ไม่ยากมีขนาดอนุภาคสม่ำเสมอและช่องรูพรุนวางตัวในแนวรัศมีอย่างเป็นระเบียบ วิธีการที่ใช้จะดัดแปลงจากวิธีของสโตเบอร์ (Stöber method) ด้วยการบ่มสารละลายสโตเบอร์ด้วยน้ำ ซึ่งการก่อตัวของโครงสร้างที่มีช่องกลวงตรงบริเวณกลางอนุภาคซิลิกอนไดออกไซด์นาโนไม่จำเป็นต้องมีแม่พิมพ์ หรือสารปกป้องพื้นผิวอนุภาค ซึ่งอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีเส้นผ่านศูนย์กลางซึ่งสามารถควบคุมได้ เช่นเดียวกับความหนาของชั้นโครงสร้างจากผิวนอกถึงรูกลวงภายในอนุภาค เขาและคณะพบว่า อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีชั้นความหนาจากผิวนอกถึงช่องกลวงภายในที่สามารถปรับได้ มีพื้นที่ผิวจำเพาะมาก และมีรูพรุนระดับมีโซที่สม่ำเสมอ ผลการตรวจสอบด้วย TEM ทำให้ทราบว่า การเกิดรูกลวงในอนุภาคเป็นผลจากระดับการควบแน่นที่แตกต่างกันของซิลิการะหว่างข้างนอกและข้างในอนุภาค และอนุภาคที่ได้ถูกทดสอบแล้วว่ามีความเข้ากันได้เชิงชีววิทยาได้เป็นอย่างดี วิธีการสังเคราะห์ที่ Teng และคณะใช้ในการสังเคราะห์แบ่งเป็น 2 ขั้นตอนหลักคือ (1) การสังเคราะห์อนุภาคซิลิกอนไดออกไซด์นาโนแบบที่มีรูพรุนแต่ไม่มีช่องกลวงภายในด้วยวิธีโซล-เจล โดยใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์ภายใต้สภาพแวดล้อมที่มีสารละลายแอมโมเนียมเป็นตัวเร่งและมีเอทานอลร่วมด้วย และ (2) การกัดรอยแกนกลางของอนุภาคออกเพื่อให้ได้เป็นอนุภาคซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีช่องกลวงภายใน สำหรับการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกานาโนในขั้นตอนแรกนั้น จะเริ่มจากการละลาย CTAB ในสารละลายเอทานอลที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย และมีสารละลายแอมโมเนียมเข้มข้น (25 wt%) หลังจากนั้นจึงให้ความร้อนกับสารผสมที่ 35 °C ที่อุณหภูมิสูงขึ้นถึง 35 °C จึงเติม TEOS อย่างเร็วพร้อมทั้งกวนอย่างเข้มข้นที่อัตราเร็วรอบสูง อัตราส่วนโดยมวลของสารที่ทำปฏิกิริยา คือ

1.00TEOS:0.0922CTAB:2.96NH₃:621H₂O:115C₂H₅OH หลังจากกวนสารเป็นเวลา 24 h จะได้ผลผลิตที่มีสีขาว และรวบรวมอนุภาคที่ได้ด้วยการปั่นเหวี่ยงที่ 4,000 rpm เป็นเวลา 10 min และล้างด้วยเอทานอลจำนวน 3 ครั้ง ก็จะได้อนุภาคนาโนที่พร้อมสำหรับนำไปกักแกนกลางออกในขั้นตอนที่ 2 ซึ่งเริ่มจากการแขวนลอยและบ่มในน้ำบริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 25-90 °C เป็นเวลา 2-148 h ก่อนจะคัดแยกและรวบรวมอนุภาคด้วยการปั่นเหวี่ยงและล้างด้วยเอทานอลจำนวน 3 ครั้ง เพื่อกำจัดแม่พิมพ์ (CTAB) ออกจากอนุภาค วัสดุที่สังเคราะห์ได้จะถูกกวนที่ 60 °C เป็นเวลา 3 h ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCl solution) ที่มีเอทานอลเป็นตัวทำละลายจำนวน 2 รอบ เพื่อให้มั่นใจว่าสารแม่พิมพ์จะถูกกำจัดออกจนหมด หลังจากนั้นจึงล้างอีก 3 ครั้งด้วยเอทานอล และอบแห้งในตู้อบสุญญากาศ ในงานวิจัยของ Teng และคณะนี้ ความหนาของชั้นเปลือกของอนุภาคถูกปรับด้วยการปรับอัตราส่วนระหว่าง C₂H₅OH/H₂O ในขั้นตอนที่ 1 ของการเตรียมอนุภาค ร่วมกับการบ่ม (Incubated) ในน้ำ 400 mL ที่ 70 °C เป็นเวลา 12 h

ผลการศึกษาทบทวนเอกสารงานวิจัยในส่วนของการสังเคราะห์อนุภาคนาโนแบบมีรูพรุนจะพบว่า มีการสังเคราะห์วัสดุนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนระดับมีโซและมีขนาดอนุภาคสม่ำเสมอเป็นจำนวนมาก ด้วยหลากหลายวิธี ได้แก่ การใช้วิธีโซล-เจลสังเคราะห์ MCM-41 และ SBA-15 ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนดังกล่าวข้างต้นนี้สามารถปรับเปลี่ยนเงื่อนไขได้อย่างหลากหลาย เช่น การปรับความเข้มข้นของสารที่ทำปฏิกิริยา การปรับค่า pH ชนิดของสารลดแรงตึงผิวหรือแม่พิมพ์ อุณหภูมิ ระยะเวลาในการสังเคราะห์ (ระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยา) (Argyio et. al., 2014)

2.4.2 การสังเคราะห์และการประยุกต์ใช้อุณหภูมิไททาเนียมไดออกไซด์นาโนแบบมีรูพรุน

อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์นาโนแบบมีรูพรุน สามารถสังเคราะห์ได้หลายวิธี Yuan และคณะ (2018) สังเคราะห์แท่งไททาเนียมนาโนที่มีรูพรุน พบว่า สามารถสังเคราะห์แท่งไททาเนียมไดออกไซด์นาโนที่มีพื้นที่ผิวสูงถึง 109.81 m²/g ความยาวและความกว้างของแท่งไททาเนียมนาโนประมาณ 1 μm และ <10 nm ขนาดพื้นที่ผิวของแท่งนาโนสามารถปรับเปลี่ยนได้ด้วยการปรับเปลี่ยนอัตราเร็วในการกวน (Stirring rate) ระหว่างที่เกิดกระบวนการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิสูง ในปี 2006 Konishi และคณะ เตรียมโมโนลิธของอนุภาคนาโนไททาเนียมนาโน (TiO₂) ที่อุณหภูมิห้องที่สามารถควบคุมความพรุนหรือขนาดรูพรุนได้ด้วยวิธีโซล-เจล และการแยกเฟสภายใต้สภาวะที่ไม่มีแม่พิมพ์ เขาและคณะพบว่า สามารถสังเคราะห์อะนาเทสไททาเนียมโมโนลิธที่มีรูพรุนระดับแมโครและมีโซได้ด้วยการควบคุม pH ของระบบระหว่างที่สารตั้งต้นกำลังเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและการควบแน่นร่วม พื้นที่ผิวของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้สูงถึงประมาณ 150 m²/g ข้อดีของอนุภาคที่มีรูพรุนในระดับแมโครและมีโซคือ รูพรุนระดับแมโครจะช่วยให้การไหลของของไหลสูงขึ้น ขณะที่รูพรุนระดับมีโซจะสนับสนุนให้เกิดการแยกกระดับโมเลกุล เพราะฉะนั้นวัสดุโมโนลิธที่มีโครงสร้างรูพรุน

หลายขนาดจึงสามารถประยุกต์ใช้เป็นตัวกลางที่ทำให้เกิดการแยก เช่น ใช้ใน HPLC (High performance liquid chromatography) (Konishi et. al., 2006) ในปี 2016 Zhu และคณะสังเคราะห์ TiO_2 ที่มีรูพรุนระดับมีโซและมีการกระจายขนาดอนุภาคสม่ำเสมอด้วยวิธีการใช้แม่พิมพ์คู่ร่วมกับการอบที่ $160\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Solvothermal) เพื่อใช้ในการเพิ่มสมรรถนะของอุปกรณ์กักเก็บประจุไฟฟ้าแบบลิเทียม แม่พิมพ์ที่ใช้คือ เอ็น-โดเดซิลเอมีน (DDA) และพลูโรนิคเอฟหนึ่งสองเจ็ด (Pluronic F127) เทคนิคในการสังเคราะห์คือ การควบแน่นร่วม ภายในสภาวะที่มีน้ำและแอลกอฮอล์ โดยใช้เตตระบิวทิลไททานเนทเป็นสารตั้งต้น โดยพบว่า สามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโน TiO_2 รูปทรงกลมที่มีขนาดระดับนาโน (nanosphere) สามารถปรับขนาดอนุภาค ระหว่าง $50\text{-}250\text{ nm}$ ได้ด้วยการปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของ H_2O และแม่พิมพ์ ในการวิจัยนี้ Zhu และคณะสามารถสังเคราะห์ TiO_2 ที่มีพื้นที่ผิวสูงถึง $160\text{ m}^2/\text{g}$ และขนาดรูพรุนในช่วง $4\text{-}30\text{ nm}$ เมื่อเติมแต่งในระบบแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนพบว่า สามารถเพิ่มสมรรถนะของแบตเตอรี่ได้เป็นอย่างดี ทั้งสมรรถนะการกักเก็บและความทนทาน (Zhu et. al., 2016) นอกจากนี้ไททาเนียมโมโนลิทไฮบริดที่มีรูพรุนแบบเป็นลำดับขั้นและเป็นไททาเนียมที่ถูกปรับแต่ง (Functionalized) ด้วยฟอสเฟตไปพร้อม ๆ กับการสังเคราะห์ ได้ถูกสังเคราะห์ขึ้นด้วยวิธีการอย่างง่าย อนุภาคที่ได้มีรูพรุนทั้งระดับแมโครและมีโซ ในการสังเคราะห์ดังกล่าวนี้ได้ใช้โพลีคาโพรแลคโตน (Polycaprolactone; PCL) เป็นสารตัวเติมในปฏิกิริยา โดยให้สารตั้งต้น (Vinylsilsesquioxanes, VinylPOSS และ Vinylphosphonic acid, VPA) เกิดปฏิกิริยาก่อนพอลิเมอร์ร่วม ผลจากการเสื่อมสลายไปของ PCL ที่เติมลงไปทำให้พื้นที่ผิวของโมโนลิท ไฮบริดมีค่าสูงสุดถึง $502\text{ m}^2/\text{g}$ แสดงว่าขนาดรูพรุนระดับแมโครสามารถควบคุมได้จากปริมาณ PCL ที่เติมลงไป (Zhang et. al., 2017) ไททาเนียมไดออกไซด์ เป็นออกไซด์ของโลหะชนิดหนึ่งที่มีความสนใจศึกษาค้นคว้าในช่วง 10-30 ปีที่ผ่านมา ตั้งแต่มีการรายงานถึงคุณสมบัติการตอบสนองต่อแสงที่ดีเป็นออกไซด์ของโลหะที่ถูกพัฒนาและนำไปประยุกต์ใช้งานในหลายด้าน เช่น วัสดุกักเก็บพลังงานเป็นส่วนประกอบสำคัญในอุปกรณ์ผลิตพลังงานทดแทน (เซลล์แสงอาทิตย์, พิวเซลล์, เมมเบรนแลกเปลี่ยนไอออน) การทำบริสุทธิ์อากาศ การแก้ไขปัญหาหน้าเสีย เป็นเซนเซอร์ ตัวเร่ง และการประยุกต์ทางด้านการแพทย์ ทั้งนี้เนื่องจากไททาเนียมไม่ปรากฏความเป็นพิษ ไม่ละลายน้ำ ชอบน้ำ ราคาไม่แพง และมีความเสถียรต่อสภาพแวดล้อม อุณหภูมิ และสารเคมีค่อนข้างสูง ไททาเนียมไดออกไซด์ที่ตกแต่งด้วยโลหะอื่น ๆ เช่น Au, Ag, Cu, Pt, Pd ฯลฯ ยังช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการตอบสนองต่อแสงให้กับไททาเนียมไดออกไซด์ในรูปของการแยกประจุโดยการขนส่งอิเล็กตรอนที่ดีขึ้น โดยเฉพาะการเติมแต่งด้วยอนุภาคนาโนเงิน (Ag NPs) ซึ่งได้รับความสนใจจากนักวิจัยจำนวนมากเพราะราคาค่อนข้างถูก มีความเสถียรค่อนข้างดี ต่อต้านแบคทีเรียได้ดีมาก จึงมีการประยุกต์ในการทำความสะดวกอากาศและน้ำเสีย (Chen et. al., 2016)

2.4.3 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์แบบมีรูพรุน

อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เป็นอนุภาคที่มีผู้นิยมนำมาประยุกต์ใช้ในงานด้านต่าง ๆ อย่างหลากหลาย เป็นหนึ่งในสารกึ่งตัวนำในกลุ่มออกไซด์ของโลหะ เป็นอนุภาคนาโนที่มีช่องว่างแถบพลังงาน (Band gap energy) ค่อนข้างกว้าง (ประมาณ 3.37 eV) และมีพลังงานพันธะ (Binding energy) 60 meV เป็นอนุภาคสารกึ่งตัวนำที่แสดงสมบัติเพียโซอิเล็กทริก เป็นตัวออกซิไดซ์ และมีสมบัติด้านการเจริญของเชื้อจุลินทรีย์ มีการประยุกต์ใช้ในการวิจัยเกี่ยวกับการทำเซลล์แสงอาทิตย์แบบสีย้อมไวแสง รวมทั้งใช้เป็นตัวรับรู้ (Sensor) และสารดูดซับแสงยูวี (Islam et. al., 2019) Rajakumaran และคณะ (2019) ได้สังเคราะห์อนุภาคนาโน ZnO ที่มีรูพรุนต่าง ๆ กัน ด้วยวิธี Sol-gel โดยใช้ซิงค์อะซิเตทไดไฮเดรต ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น และใช้กรดออกซาลิก (Oxalic acid) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทำให้เกิดสถานะเจล ลำดับการเตรียมเริ่มจากการเตรียมสารละลายของซิงค์อะซิเตทไดไฮเดรตและสารละลายกรดออกซาลิกในเอทานอลด้วยอัตราส่วนโดยโมล 1:1 ถัดจากนั้นจึงค่อยๆ เติมสารละลายกรดออกซาลิกที่ละลายลงในสารละลายซิงค์อะซิเตท ที่อุณหภูมิ 50 °C และกวนผสมให้เกิดปฏิกิริยาอย่างเข้มข้นเป็นเวลา 90 min กระทั่งได้เจลของซิงค์ ออกซาลาเลท แล้วจึงอบแห้งเจลที่ 60 °C เป็นเวลาหนึ่งคืน จะได้อนุภาคนาโน ZnO หลังจากนั้นจึงทำการเผาแคลไซด์ที่อุณหภูมิ 400 °C เป็นเวลา 3 h จะได้อนุภาคนาโน ZnO ที่มีรูพรุนกลมและพร้อมใช้งานสำหรับ ZnO ที่มีรูพรุนคล้ายดอกไม้และแบบแท่ง Rajakumaran และคณะได้สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล โดยควบคุมอัตราส่วนโดยโมลของ NaOH และซิงค์อะซิเตท (ZnAc) และได้ทำไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 6 h อนุภาคที่ได้ปล่อยให้เย็นลงที่อุณหภูมิห้องและล้างด้วยน้ำ DI หลาย ๆ ครั้ง ก่อนจะนำไปอบแห้ง (Rajakumaran et. al., 2019)

ปี 2012 Samat และ Nor ได้สังเคราะห์อนุภาคนาโน ZnO ด้วยวิธีที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมโดยใช้สารสกัดจากผลของมะนาว (*Citrus aurantifolia*) ร่วมกับการปรับอัตราส่วนความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตท ซึ่งใช้เป็นสารตั้งต้น และพบว่าอนุภาคที่ได้มีขนาดอยู่ในช่วง 50-200 nm และปรากฏหมู่ไฮดรอกซิลบนอนุภาคที่ได้ด้วย (Samat and Nor, 2012) ในปี 2019 Islam และคณะได้สังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยการทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้นในน้ำ ภายใต้การหลอมของน้ำตาลซูโครสที่อุณหภูมิ 500 °C วิธีการของ Islam และคณะ เป็นวิธีที่ง่ายและรวดเร็ว โดยสามารถสังเคราะห์ ZnO ได้มากในแต่ละครั้ง ที่สำคัญคือ ZnO ที่ได้มีความบริสุทธิ์สูงและมีพื้นที่ผิวจำเพาะอยู่ในระดับสูงถึง 80.11 m^2/g

โครงการวิจัยนี้ แบ่งงานการดำเนินการออกเป็น 3 ส่วน คือ (1) การสังเคราะห์และทดสอบคุณลักษณะทางเคมีฟิสิกส์อนุภาคนาโน โดยมีเป้าหมาย คือ ได้อนุภาคนาโนแบบมีรูพรุนที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะมาก มีการกระจายขนาดของอนุภาคสม่ำเสมอ และมีความชอบน้ำ (เนื่องจาก

วัตถุประสงค์ในการใช้งานคือ การแยกระหว่างเกลือกับน้ำ และการแยกจะเกิดขึ้นได้ดี น้ำต้องสามารถซึมผ่านเมมเบรนไปได้เร็วกว่าหรือเกลือไม่สามารถซึมผ่านไปได้เลย อนุภาคที่มีความชอบน้ำจะช่วยส่งเสริมหรือทำให้เมมเบรนพอลิเมอร์มีความชอบน้ำมากขึ้น โดยมีความชอบน้ำทั้งที่ผิวและในโครงสร้างด้วย) (2) เตรียมและทดสอบเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาคนาโน เป้าหมายของการวิจัยในส่วนนี้ คือ ได้เมมเบรนที่มีสมบัติเชิงกลในเทอมของมอดูลัสสูงและมีสมรรถนะในการกักกันเกลือหรือสมรรถนะในการแยกเกลือออกจากน้ำได้ดี รวมทั้งเป็นเมมเบรนที่น้ำสามารถละลายแพร่ผ่านไปได้ดีกว่าเกลือหรือฟลักซ์ในการซึมผ่านของน้ำบริสุทธิ์ค่อนข้างสูงเมื่อเทียบกับเมมเบรนที่เตรียมด้วยวิธีใกล้เคียงกันที่มีผู้เตรียมไว้ก่อนแล้ว เป็นเมมเบรนที่ไม่มีช่องว่างขนาดใหญ่หรือ Macrovoid ปรากฏให้เห็น มีชั้นเลือกผ่านที่บริเวณผิวบน (Top surface) ที่มีความชอบน้ำ และ (3) การออกแบบ สร้างและทดลองใช้ระบบต้นแบบสำหรับทดสอบบำบัดน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือ โดยมีเป้าหมายคือ ได้ระบบต้นแบบที่สามารถใช้ทดสอบสมรรถนะของเมมเบรนได้จริง ไม่มีการรั่วไหลของน้ำเสีย และเป็นระบบที่สามารถควบคุมอุณหภูมิด้าน Feed และด้าน Permeate ได้อย่างแม่นยำ เป็นระบบที่สามารถควบคุมอัตราการไหลของสารได้ในช่วงค่อนข้างกว้าง และเป็นระบบที่สามารถตรวจเช็คและควบคุมความดันด้านเข้า-ออกจากเมมเบรนได้ เพื่อให้งานวิจัยสำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์และเป้าหมาย ผู้วิจัยได้เลือกสังเคราะห์อนุภาคนาโนแบบมีรูพรุนทั้งที่ใช้และไม่ใช้แม่พิมพ์ และได้ทดลองใช้ระบบต้นแบบที่สร้างขึ้นในการทดสอบสมรรถนะการบำบัดน้ำเสีย (น้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือ) ของเมมเบรน ตัวอย่างน้ำเสียที่ใช้ในการวิจัย ผู้วิจัยเลือกใช้การจำลองน้ำปนเปื้อนเกลือ โดยการเตรียมสารละลายเกลือโซเดียมคลอไรด์กับน้ำรีเวิร์สออสโมซิส แล้วป้อนน้ำผสมเกลือนี้ผ่านเมมเบรนที่เตรียมได้ และนำน้ำที่ผ่านและไม่ผ่านเมมเบรนออกมาไปทำการตรวจเช็คปริมาณเกลือที่เหลืออยู่ในน้ำ และนำค่าที่ได้ไปคำนวณค่าการกักกันเกลือ (Salt rejection) ของตัวอย่างเมมเบรน ซึ่งจะช่วยให้ทราบว่า เมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้มีสมรรถนะในการแยกหรือการรีเจ็คเกลือได้มากเท่าใด การทดสอบสมรรถนะของเมมเบรน ผู้วิจัยได้ตรวจวัดอุณหภูมิของสารละลายก่อนจะถูกป้อนด้วยปั๊ม (Peristaltic pump) เข้าสู่โมดูลเมมเบรน (Feed) แบบไหลขวาง (Cross flow) และหลังจากซึมผ่านเมมเบรนไปออกมาแล้ว (Permeate) สารละลายที่ยังไม่ผ่านเมมเบรนจะไหลกลับไปรวมกับสารละลายตั้งต้น (Retentate) และถูกป้อนเข้าสู่โมดูลเมมเบรน อีกครั้ง

บทที่ 3

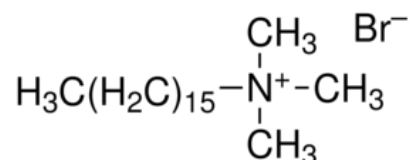
วิธีดำเนินการวิจัย

กิจกรรมหลักของการดำเนินการวิจัยในโครงการวิจัยนี้ ซึ่งประกอบด้วย (1) สังเคราะห์อนุภาคนาโนแบบมีรูพรุนที่เหมาะสมสำหรับการประยุกต์ใช้ในการบำบัดน้ำ โดยเฉพาะน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือ (2) การเตรียมและทดสอบเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมแต่งด้วยอนุภาคนาโน และ (3) ออกแบบสร้าง และทดลองใช้ระบบต้นแบบที่ใช้เทคโนโลยีเมมเบรนและนาโนเทคโนโลยีในการทดสอบบำบัดน้ำเสีย สำหรับการวิจัยในส่วนที่ 1 นั้น ผู้วิจัยเลือกศึกษาและสังเคราะห์อนุภาคนาโนแบบมีรูพรุน 3 ชนิดคือ อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) และอนุภาคนาโนสังกะสีออกไซด์ (ZnO) โดยคาดหวังจะพัฒนาการสังเคราะห์ให้ได้อนุภาคที่มีรูพรุนมาก ปริมาตรรูพรุนมาก มีรูปร่างตรงตามที่กำหนด มีพื้นที่ผิวมาก มีการกระจายขนาดสม่ำเสมอ มีรูพรุนทั้งขนาดมีโซและไมโคร สำหรับการสังเคราะห์อนุภาค TiO_2 และ ZnO ผู้วิจัยได้ทดลองสังเคราะห์โดยวิธีการทำปฏิกิริยาภายใต้สภาวะที่มีการหลอมของน้ำตาลทราย (Grain sugar) หรือมีน้ำตาลเป็นสื่อกลางในการเกิดปฏิกิริยา สำหรับการสังเคราะห์อนุภาคนาโน SiO_2 ที่มีรูพรุนระดับมีโซและไมโคร ผู้วิจัยเลือกสังเคราะห์ด้วยวิธีการควบแน่นร่วมภายใต้สภาวะ 2 เฟส โดยใช้และไม่ใช่แม่พิมพ์ แม่พิมพ์ที่เลือกใช้คือ CTAB (Cetyltrimethyl ammonium bromide, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{Br})(\text{CH}_3)_3$) ซึ่งมีโครงสร้างโมเลกุลดังรูปที่ 3.1 และมีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 364.45 g/mol MTAB (Myristyltrimethylammonium bromide, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{13}\text{N}(\text{Br})(\text{CH}_3)_3$) มีโครงสร้างโมเลกุลดังรูปที่ 3.2 และมีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 336.39 g/mol นอกจากนี้ยังได้เลือกเติมด้วยแม่พิมพ์อันดับที่สองหรือแม่พิมพ์ร่วมด้วย ได้แก่ DMHA (N,N-Dimethylhexadecylamine, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{CH}_3)_2$) ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุล 269.51 g/mol PVP (Polyvinyl pyrrolidone) ที่มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย 360,000 และ S-770 (Ryoto sugar ester S-770, จากบริษัท Mitsubishi-Kagaku Foods Corporation) สำหรับการสังเคราะห์อนุภาคนาโน SiO_2 ได้เลือกใช้สารตัวเร่ง 2 ชนิดคือแอลอาร์จินีน (L-Arginine, LAG) และสารละลายแอมโมเนียม (NH_4OH , 25 wt%) รายละเอียดวิธีการสังเคราะห์และการทดสอบมีดังนี้

3.1 วิธีและวัสดุที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์

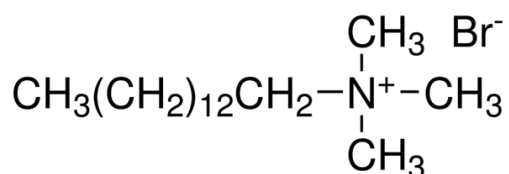
การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์แบบมีรูพรุน จะใช้เตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (Tetraethyl orthosilicate; TEOS) ที่มีสูตรโมเลกุลเป็น $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ และมีสูตรโครงสร้างโมเลกุลดังรูปที่ 3.3 เป็นสารตั้งต้น (Precursor) ซึ่ง TEOS นี้จะอยู่ในรูปของเฟสที่เป็นของเหลวใสไม่มีสี น้ำหนักโมเลกุล 208.33 g/mol โดยทั่วไป TEOS จะถูกใช้เป็นตัวเชื่อมในโครงสร้างของโพลิเมอร์และเป็นสารตั้งต้นของการผลิตซิลิกาในอุตสาหกรรมสารกึ่งตัวนำ และ TEOS ยังถูกใช้เป็นเชื้อเพลิงเสริมใน

เชื้อเพลิงจรวดเพื่อลดการไหลของความร้อนลงสู่ผนังห้องของเครื่องยนต์ และยังสามารถนำมาผลิตเป็นซิลิกาแอโรเจล (Silica aerogel) ที่ใช้สำหรับดูดความชื้นได้อีกด้วย (Chen et. al., 2017)



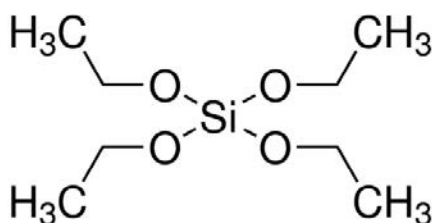
รูปที่ 3.1 โครงสร้างโมเลกุลของ Cetyltrimethyl ammonium bromide (CTAB)

(ที่มา: <https://www.mpbio.com/us/0219400480-cetyltrimethylammonium-bromide-cf>)



รูปที่ 3.2 โครงสร้างโมเลกุลของ Myristyltrimethylammonium bromide (MTAB)

(ที่มา: <https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/t4762?lang=en®ion>)



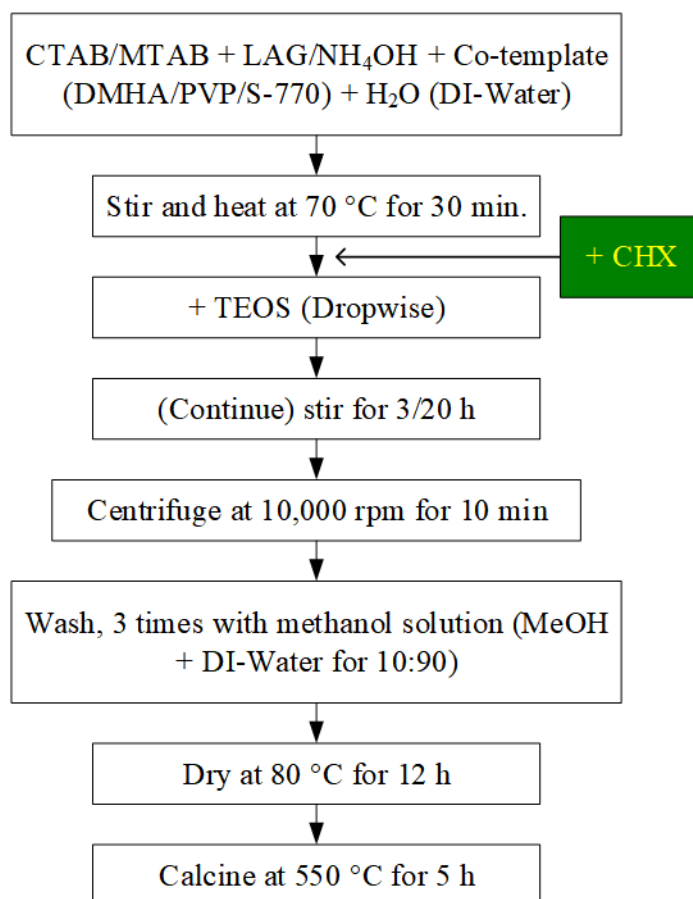
รูปที่ 3.3 โครงสร้างโมเลกุลของเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (Tetraethyl orthosilicate; TEOS)

(ที่มา: www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/131903?lang=en®ion=TH)

อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ในงานวิจัยนี้ใช้ Myristylmethyammonium bromide (MTAB, ≥ 97.5 % purity) และ CTAB เป็นแม่แบบ (Template) หลัก ร่วมกับการเติมด้วยแม่พิมพ์ร่วม (Co-template) อีก 3 ชนิดคือ DMHA, PVP และ S-770 โดยเป็นการทำปฏิกิริยาในสภาวะที่มีตัวเร่ง และสารตัวเร่ง (Catalyst) ที่ใช้คือ สารละลายแอมโมเนีย (NH_4OH , 25%) และ L-Arginine (LAG) ตารางที่ 3.1 แสดงส่วนประกอบที่ใช้ในการสังเคราะห์ SiO_2 แบบมีรูพรุน ในงานวิจัยนี้ได้เลือกสังเคราะห์ SiO_2 แบบขยายสเกลในการสังเคราะห์ให้ได้อนุภาคในการสังเคราะห์แต่ละครั้งมากขึ้น

ตารางที่ 3.1 ส่วนประกอบที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์แบบมีรูพรุน

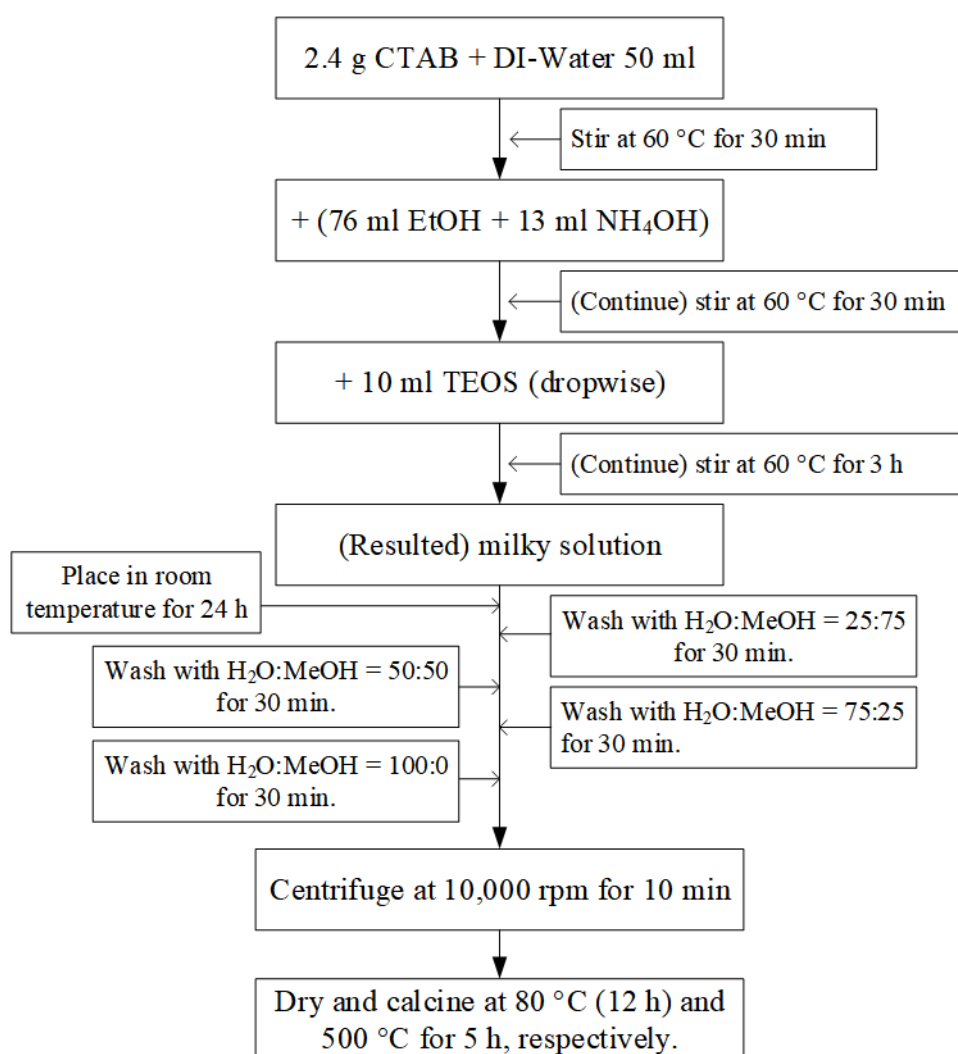
สาร	มวล (g)
TEOS	37.6
MTAB/CTAB	2.5
DMHA/PVP/S-770	3.0
H ₂ O	1,000
LAG/NH ₄ OH	1.5
Cyclohexane (CHX)	11.68



รูปที่ 3.4 ขั้นตอนการสังเคราะห์ SiO₂ โดยใช้ TEOS เป็นสารตั้งต้นและใช้แม่พิมพ์

ขั้นตอนการสังเคราะห์ SiO₂ โดยใช้ TEOS เป็นสารตั้งต้น ดังรูปที่ 3.4 ในงานวิจัยนี้ เราได้ทดลองสังเคราะห์โดยการกระตุ้นแม่แบบด้วยคลื่นเสียงความถี่สูง (Ultrasonic) ด้วย ซึ่งการกระตุ้นดังกล่าวนี้ จะดำเนินการกระตุ้นในขั้นตอนการเตรียมแม่แบบดังรูปที่ 3.4 เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (ก่อนจะ

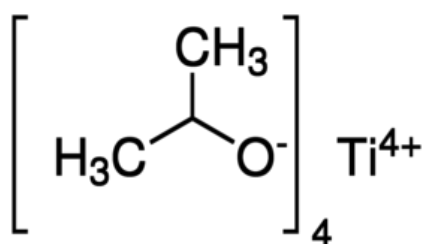
เติม CHX) หลังจากนั้นจึงเติมสารตั้งต้น และกวน (Stir) ต่อเนื่องต่อไปอีกเป็นเวลา 12 ชั่วโมง หลังจากนั้นจึงนำสารที่ได้มาปั่นแยกที่ความเร็ว 10,000 rpm สลับกับการล้างด้วยน้ำและเอทานอลจำนวน 3 รอบ ก่อนจะนำไปอบแห้งในตู้อบไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง (หรือจนกระทั่งสารที่ได้แห้งสนิท) แล้วจึงนำไปเผาในเตาเผาอุณหภูมิสูงเพื่อกำจัดสารแม่แบบ ที่อุณหภูมิ 550 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง เนื่องจากการเผาเพื่อกำจัดสารแม่แบบที่อุณหภูมิสูง แม้จะทำให้ได้ซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงขึ้น แต่มีข้อเสียคือ จะทำให้สารที่ใช้ในการเติมแต่งเพื่อปรับปรุงสมบัติของอนุภาคนาโนถูกเผาไหม้ไปหมดด้วย การเผาที่อุณหภูมิสูงเกินไปและการเผาเป็นระยะเวลานานอาจส่งผลต่อคุณลักษณะโครงสร้างรูพรุนของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ ดังนั้นในการวิจัยนี้จึงได้เลือกเผาซิลิกานาโนที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิไม่สูงมาก ในกรณีที่ใช้ NH_4OH เป็นสารตัวเร่ง ผู้วิจัยเลือกสังเคราะห์โดยใช้แม่พิมพ์เดี่ยวคือ CTAB ซึ่งมีขั้นตอนการสังเคราะห์ดังรูปที่ 3.5



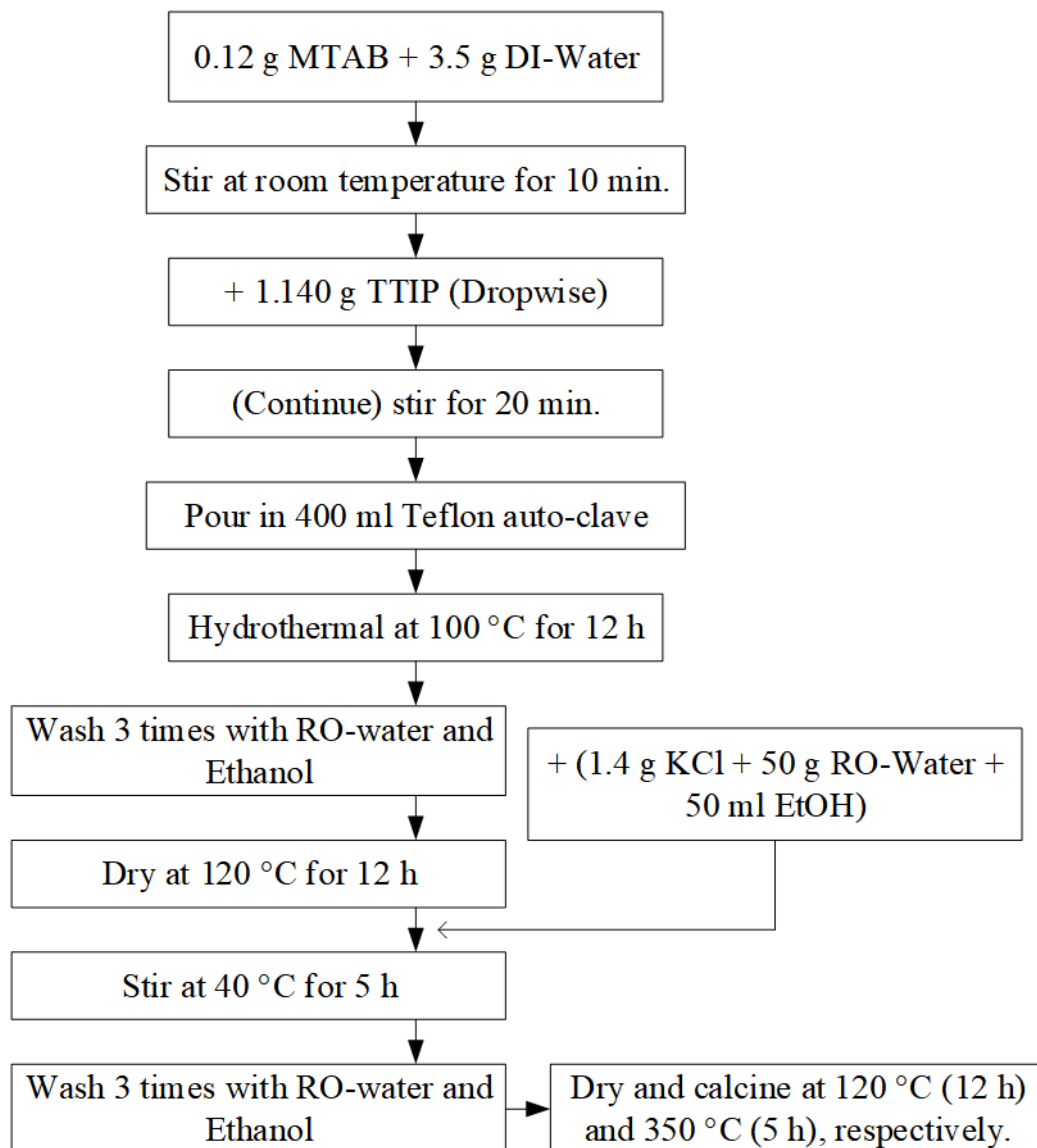
รูปที่ 3.5 ขั้นตอนการสังเคราะห์ SiO_2 โดยใช้ NH_4OH เป็นสารตัวเร่ง และใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์

3.2 วิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนไททาเนียมแบบมีรูพรุน

ในการวิจัยนี้ได้สังเคราะห์อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์โดยใช้ MTAB และ CTAB เป็นแม่พิมพ์ ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 100 °C ขั้นตอนการสังเคราะห์เริ่มจากการละลายแม่พิมพ์ในน้ำดีไอด้วยการกวนผสมที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 10 min. เมื่อแม่พิมพ์ละลายหมดดีแล้วจึงค่อย ๆ เติมสารตั้งต้น นั่นคือ TTIP, 99.99% purity ซึ่งมีโครงสร้างโมเลกุลดังรูปที่ 3.6 ที่ละลายจนหมด หลังจากนั้นจึงเทสารผสมที่ได้ลงในรีแอกเตอร์ ขนาดความจุ 400 ml ซึ่งทำจากเทฟลอน สำหรับทำไฮโดรเทอร์มัล เมื่อสิ้นสุดการทำไฮโดรเทอร์มัลแล้ว (ใช้เวลา 12 h) จึงทิ้งไว้ให้ค่อย ๆ เย็นลงจนถึงอุณหภูมิห้องซึ่งใช้เวลา 24 h แล้วจึงล้างด้วยน้ำ RO และเอทานอล จำนวน 3 ครั้ง ก่อนจะนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 12 h เมื่อได้อนุภาคแล้ว อนุภาคที่ได้จะถูกนำไปปรับปรุงสมบัติในขั้นต่อไปด้วยสารละลายโปตัสเซียมคลอไรด์ (KCl, ละลาย KCl 4 g ในน้ำ 50 ml) และสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต (Na₂CO₃, ละลาย Na₂CO₃ 1 g ในน้ำและเอทานอลอย่างละ 50 ml) โดยกวนอนุภาค TiO₂ ที่ได้ในสารละลาย KCl และ Na₂CO₃ ที่อุณหภูมิ 40 °C เป็นเวลา 5 h หลังจากนั้นจึงล้างด้วยน้ำ RO และเอทานอลอีก 3 ครั้ง สลับกับการปั่นเหวี่ยงที่ 11,000 rpm เป็นเวลา 30 นาที แล้วจึงนำอนุภาคที่ได้ไปอบแห้งที่ 120 °C เป็นเวลา 12 h และเผาที่ 350 °C อีก 5 h จึงจะได้อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ที่พร้อมสำหรับการทดสอบคุณสมบัติต่าง ๆ รูปที่ 3.7 แสดงขั้นตอนโดยสรุปของการสังเคราะห์อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์เมื่อใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์ ในกรณีที่ใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์ จะใช้สารละลาย Na₂CO₃ เป็นสารปรับปรุงสมบัติ ขณะที่การสังเคราะห์โดยใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์ อนุภาคนาโน TiO₂ จะถูกปรับปรุงคุณสมบัติด้วยสารละลาย KCl



รูปที่ 3.6 โครงสร้างทางเคมีของไททาเนียมไอโซโพรพ็อกไซด์ (Titanium (IV) isopropoxide, TTIP)
(<https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/687502>)

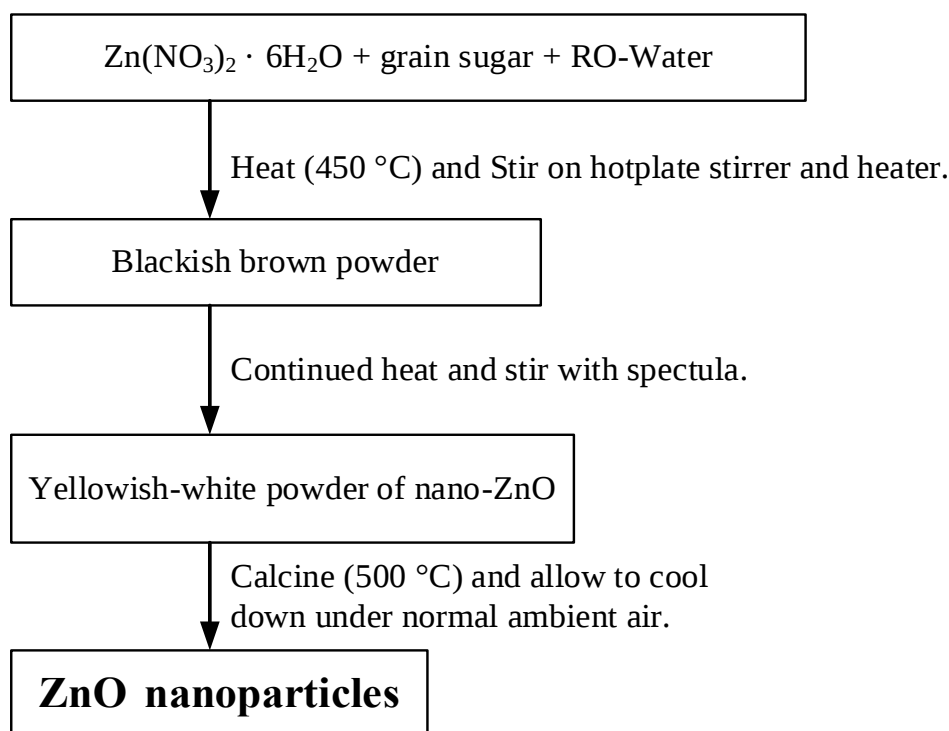


รูปที่ 3.7 ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคนาโน TiO_2 ในกรณีที่ใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์

3.3 วิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์

การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ผู้วิจัยเลือกใช้วิธีการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิค่อนข้างสูง โดยการทำปฏิกิริยาภายใต้การหลอมของน้ำตาลทราย ซึ่งในการวิจัยนี้ได้เลือกใช้น้ำตาลทรายขาวละเอียด ซึ่งผลิตโดยบริษัทมิตรผล จำกัด เป็นองค์ประกอบการสังเคราะห์ที่มีราคาถูกเมื่อเทียบกับน้ำตาลเคมีชนิดต่าง ๆ เช่น น้ำตาลซูโครส ฟรุ็กโตส และแลคโตส วิธีการสังเคราะห์ ZnO นี้ ผู้วิจัยดัดแปลงการสังเคราะห์จากงานวิจัยของ Islam และคณะ กล่าวคือ ได้ขยายสเกลการสังเคราะห์ขึ้นเป็น 10 เท่า และปรับลดอุณหภูมิในการสังเคราะห์ลง 50 °C นอกจากนี้ยังได้ปรับเปลี่ยนจากการใช้น้ำตาลซูโครส มาใช้น้ำตาลทรายขาวที่มีราคาถูกกว่าถึง 40 เท่า ซึ่งจะช่วยลดต้นทุนในการ

สังเคราะห์ได้ รูปที่ 3.8 แสดงขั้นตอนเบื้องต้นในการสังเคราะห์อนุภาคนาโน ZnO แบบมีรูพรุน โดยใช้น้ำตาลทรายเป็นสื่อกลางในการเกิดปฏิกิริยา



รูปที่ 3.8 ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคนาโน ZnO แบบมีรูพรุน โดยใช้น้ำตาลทรายเป็นสื่อกลาง

3.4 วิธีการเตรียมเมมเบรนพอลิซัลโฟนบริสุทธิ์

โครงการวิจัยนี้ ผู้วิจัยได้เตรียมเมมเบรนแบบแผ่นบาง (Flat sheet membrane) จากพอลิซัลโฟน (Polysulfone; PSF) โดยใช้วิธีเปลี่ยนเฟส (Phase inversion method) ในตัวไม่ทำละลายพอลิเมอร์ ขั้นตอนการเตรียม จะเริ่มจากการละลายเม็ดของวัสดุพอลิซัลโฟน (Pellet of PSF) ดังรูปที่ 3.6 ที่ถูกใช้ในการเตรียมเมมเบรนในครั้งนี้ ได้ซื้อจากบริษัทโซลเวย์ ประเทศจีน (Solvay (China) Co. Ltd.) โดยมีชื่อทางการค้าคือ Udel P-3500 LCD MB7 เป็นวัสดุพอลิเมอร์ชนิดหนึ่งที่มีความทนทานต่อสภาพแวดล้อมที่มีความเป็นกรด-ด่าง ได้ดี ทนต่ออุณหภูมิสูงถึงระดับ 180+ °C ทนต่อสารเคมีและแสงยูวี นอกจากนี้ยังเป็นพอลิเมอร์ที่มีความต้านทานต่อรังสีพลังงานสูง เช่น รังสีแกมมา และลำอิเล็กตรอนพลังงานสูง ได้ค่อนข้างดี และเป็นวัสดุที่มีค่าไดอิเล็กตริกค่อนข้างสูง มีความเสถียรทางไฟฟ้า ที่สำคัญคือ ได้รับการพิสูจน์แล้วว่าสามารถใช้เตรียมเมมเบรนสำหรับการบำบัดน้ำเสียหรือใช้ในอุตสาหกรรมน้ำดื่มได้เป็นอย่างดี โดยมีสมบัติการแยกและการซึมผ่านได้อยู่ในระดับที่ยอมรับได้



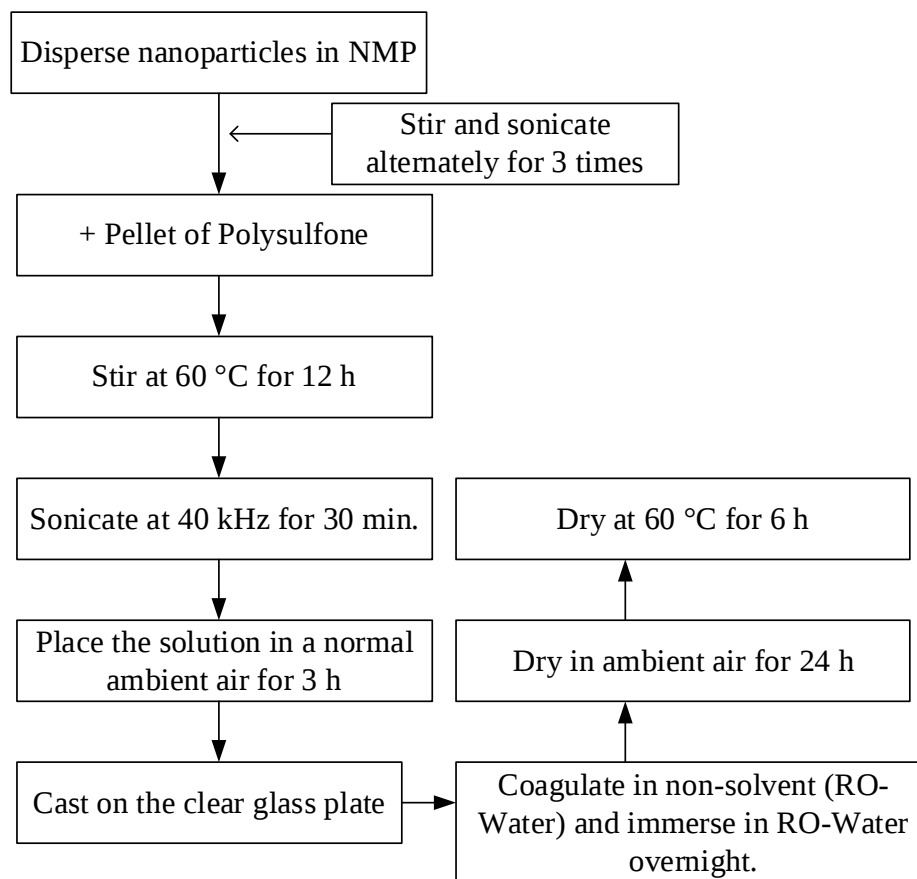
รูปที่ 3.9 เม็ดวัสดุพอลิเมอร์ Udel P-3500 LCD MB7 (พอลิสไตรีน, Pellet of PSF)

แม้วัสดุพอลิสไตรีนจะดูดซับความชื้นในอัตราที่ค่อนข้างต่ำ แต่ความชื้นเพียงเล็กน้อยในเม็ดวัสดุพอลิสไตรีนมีผลทางลบต่อคุณภาพของเมมเบรนที่เตรียมได้ เพราะฉะนั้น ก่อนใช้ต้องอบแห้งเม็ดพอลิสไตรีนที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง อย่างไรก็ตาม สามารถอบแห้งที่อุณหภูมิต่ำกว่านี้หรือสูงกว่านี้ได้ โดยอาจอบแห้งที่อุณหภูมิสูงถึง 150 °C ได้ ซึ่งจะทำให้สามารถอบแห้งได้ภายใน 2 ชั่วโมง แล้วนำมาชั่งซ้ำอีกเพื่อตรวจสอบการแห้ง โดยให้ทำซ้ำจนกระทั่งมวลของวัสดุไม่เปลี่ยนแปลง แล้วจึงดำเนินการละลายเม็ดพอลิสไตรีนในตัวทำละลายอินทรีย์ ซึ่งในโครงการวิจัยนี้ได้เลือกใช้ N-Methyl-2-pyrrolidone (NMP) เป็นตัวทำละลาย สารละลายพอลิเมอร์ (Dope solution) ที่เตรียมในการวิจัยนี้ประกอบด้วย PSF 18 wt% และ NMP 82 wt% อุณหภูมิในการละลายคือ 60 °C ระยะเวลาในการละลาย 12 ชั่วโมง (ระยะเวลาในการละลายขึ้นกับชนิดของตัวทำละลาย อุณหภูมิในการละลาย และอัตราส่วนของวัสดุพอลิเมอร์ที่ใช้) หรือจนกระทั่งเม็ดพอลิสไตรีนละลายหมด (ได้สารละลายใส ไม่มีตะกอน) เนื่องจากฟองอากาศขนาดเล็กที่เกิดขึ้นระหว่างการละลายวัสดุพอลิเมอร์ส่งผลทางลบต่อคุณภาพของเมมเบรนที่เตรียมได้ ดังนั้น หลังจากละลายวัสดุพอลิเมอร์แล้ว สารละลายพอลิเมอร์ที่ได้จะถูกนำไปกำจัดฟองอากาศด้วยการวางในเครื่องล้างด้วยคลื่นเสียงความถี่สูง (Ultrasonic cleaner) เป็นเวลา 15 นาที เพื่อกำจัดฟองอากาศขนาดเล็ก (Micro-bubble) ก่อนจะตั้งไว้ในอากาศปกติอีกเป็นเวลา 3 ชั่วโมง เมื่อตรวจสอบด้วยตาเปล่าจนมั่นใจว่าไม่มีฟองอากาศในเนื้อของสารละลายพอลิเมอร์ (ยกภาชนะที่บรรจุสารละลายพอลิเมอร์มาวางก้นระหว่างแหล่งกำเนิดแสงกับตาของผู้สังเกต เพื่อสังเกตฟองอากาศในสารละลายพอลิเมอร์) จึงเริ่มดำเนินการขึ้นรูปเป็นเมมเบรนแบบแผ่น การขึ้นรูปเป็นแผ่นเมมเบรน จะเทสารละลายพอลิเมอร์ บนกระจกใส เรียบ สะอาด และแห้ง โดยทั้งสองข้างของกระจกจะติดด้วยเทปพลาสติกจำนวน 3 ชั้น เพื่อควบคุมความหนา

เริ่มต้นของเมมเบรนที่ประมาณ 150 μm เมื่อเตรียมแผ่นกระจกใสพร้อมแล้ว จึงเริ่มเทสารละลายพอลิเมอร์ลงบนแผ่นกระจก และปาด (Cast) ขึ้นรูปด้วยแท่งแก้ว และยกแผ่นกระจกนั้นลงแช่ในน้ำออสโมซิสผกกลับ (RO-water) ทันทีที่แผ่นกระจกถูกจุ่มลงในน้ำ สารละลายพอลิเมอร์ที่ถูกปาดขึ้นรูปอยู่บนแผ่นกระจกจะเริ่มเปลี่ยนเฟสจากสารละลายที่มีเฟสเป็นของเหลวเป็นแผ่นเมมเบรนแข็งสีขาว เพื่อให้สารละลายพอลิเมอร์เปลี่ยนเฟสเป็นของแข็งโดยสมบูรณ์ แผ่นเมมเบรนจะถูกแช่ในน้ำเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ก่อนจะยกขึ้นตากที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และนำไปอบแห้งในตู้อบไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 60 $^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 12 ชั่วโมง การปาดขึ้นรูปเมมเบรนจำเป็นต้องควบคุมให้น้ำหนักที่ตกลงบนแผ่นกระจกและความเร็วในการปาดคงที่มากที่สุด

3.5 การเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโน

ในการวิจัยนี้ ผู้วิจัยเลือกศึกษาผลของอนุภาคนาโนซิลิคอนไดออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ และซิงค์ออกไซด์ ที่มีต่อคุณลักษณะของเมมเบรนพอลิเมอร์ (พอลิซัลโฟน) ขั้นตอนในการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตจะดำเนินการเหมือนกับการเตรียมเมมเบรนพอลิซัลโฟนบริสุทธิ์ จะต่างกันเฉพาะการเติมอนุภาคนาโนในตัวทำละลายก่อนจะเติมเม็ดพอลิซัลโฟน วัตถุประสงค์ของการเติมอนุภาคนาโนในตัวทำละลายก่อนการละลายเม็ดพอลิซัลโฟน คือ เพื่อให้อนุภาคนาโนกระจายตัวสม่ำเสมอ ซึ่งในขั้นตอนการเตรียม ผู้วิจัยได้นำคลื่นเสียงความถี่สูงมาประยุกต์ใช้ในการทำให้อนุภาคนาโนกระจายตัวดีขึ้น โดยการวางสารแขวนลอยของอนุภาคนาโนในเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 30 นาที สลับกับการกวนด้วยเครื่องกวน (Stirrer) จำนวน 3 รอบ หลังจากครบ 3 รอบแล้วจึงค่อย ๆ เติมเม็ดพอลิซัลโฟนลงไป และกวนให้เม็ดพอลิเมอร์ละลายที่อุณหภูมิ 60 $^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 12 h หลังจากเม็ดพอลิเมอร์ละลายหมดแล้ว จึงยกวางในเครื่องอัลตราโซนิกเพื่อกำจัดฟองอากาศระดับไมโคร เป็นเวลา 30 นาที และตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องปกติอีก 3 h จึงเริ่มกระบวนการขึ้นรูปเป็นแผ่นเมมเบรน ซึ่งดำเนินการเหมือนกับการเตรียมเมมเบรนพอลิซัลโฟนบริสุทธิ์ รูปที่ 3.10 แสดงขั้นตอนการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตที่มีพอลิซัลโฟนเป็นพอลิเมอร์ฐาน



รูปที่ 3.10 ขั้นตอนและวิธีการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตที่มีการเติมอนุภาคนาโน

ในการวิจัยครั้งนี้ ได้เตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโน โดยเติมอนุภาคนาโนในเมตริกซ์ของพอลิซัลโฟนในปริมาณ 0.50, 0.10 และ 0.15 wt% โดยคำนวณจากปริมาณพอลิซัลโฟนที่ใช้ ซึ่งในการวิจัยนี้ใช้ปริมาณพอลิซัลโฟนแต่ละครั้ง 18 wt% และเตรียมสารละลายครั้งละ 100 g เพราะฉะนั้น ในการเตรียมสารละลายแต่ละครั้งจะชั่งเม็ดพอลิซัลโฟน, อนุภาคนาโน และตัวทำละลาย เท่ากับ 18.0, (0.09, 0.18 และ 0.27 g) และ (81.91, 81.82 และ 81.73 g) ตามลำดับ

3.6 การวิเคราะห์คุณลักษณะของอนุภาคนาโน

เพื่อศึกษาผลของพารามิเตอร์และองค์ประกอบในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อสมบัติของอนุภาคนาโน ตัวอย่างอนุภาคนาโนได้ถูกวิเคราะห์คุณลักษณะ (Characteristics) ด้วยเทคนิควิเคราะห์ทางเคมี ฟิสิกส์หลายชนิด โครงสร้างสัณฐานวิทยา (Morphological structure) และรูปทรง (Shape) ภายนอกของอนุภาคจะวิเคราะห์จากภาพถ่ายที่ได้จากการถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) การมีรูพรุนและสัณฐานวิทยาภายในอนุภาครวมทั้งการประมาณขนาดของอนุภาคและรูพรุนจะถูกวิเคราะห์ผ่านทางภาพถ่ายที่ได้จากการถ่ายด้วย

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ขณะที่พื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรรูพรุน การกระจายขนาดของอนุภาค จะถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดและคายซับก๊าซไนโตรเจน (N_2 -adsorption-desorption isotherm) ร่วมกับการคำนวณด้วยเทคนิค BET และ BJH

3.7 การวิเคราะห์คุณลักษณะของเมมเบรน

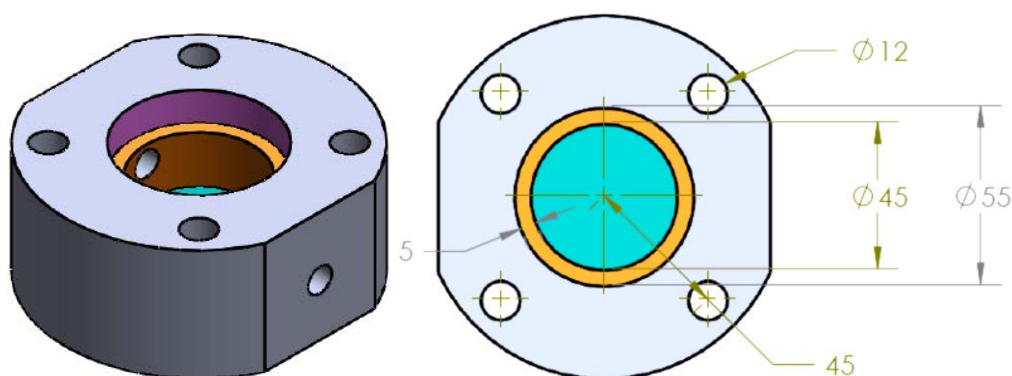
งานวิจัยนี้ได้ดำเนินการทดสอบและวิเคราะห์คุณลักษณะ (Characteristics) ของเมมเบรนทั้งเมมเบรนพอลิเอทิลีนและเมมเบรนคอมโพสิตนาโน เทคนิควิเคราะห์ที่ใช้ประกอบด้วย SEM และการวัดมุมสัมผัสของน้ำ การถ่ายภาพด้วยเทคนิค SEM เพื่อตรวจสอบการกระจายตัวของอนุภาคนาโนในเมทริกซ์ของเมมเบรนรวมทั้งคุณลักษณะโครงสร้างพื้นฐานวิทยาที่ผิวและภาคตัดขวางของเมมเบรน ตรวจสอบลักษณะรูพรุนในแนวภาคตัดขวางของเมมเบรน การกระจายตัวของอนุภาคมีความสำคัญต่อสมรรถนะของเมมเบรนอย่างยิ่ง เช่นเดียวกับความเข้ากันได้ระหว่างอนุภาคและเมทริกซ์ของเมมเบรนพอลิเมอร์ สำหรับการวัดมุมสัมผัสของน้ำ เป็นการตรวจสอบความชอบหรือไม่ชอบน้ำของผิวเมมเบรน เมมเบรนที่มีความชอบน้ำหรือเปียกน้ำได้ดี น้ำจะละลายและแพร่ซึมผ่านไปได้ดี ทำให้ฟลักซ์การซึมผ่านสูง งานวิจัยนี้ต้องการพัฒนาเมมเบรนที่สามารถแยกระหว่างน้ำและเกลือโซเดียมคลอไรด์ สำหรับการประยุกต์ใช้บำบัดน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือ โดยมุ่งที่จะทำให้น้ำสามารถซึมผ่านเมมเบรนได้ดีกว่าเกลือหรือสามารถกักกันเกลือไว้ได้ เมมเบรนที่มีความชอบน้ำสูงจึงเป็นเป้าหมายของการวิจัยในครั้งนี้ การวัดมุมสัมผัสของน้ำบนผิวหน้าของเมมเบรนจะดำเนินการ 5 จุด กระจายบนผิวบน (Top surface) ของเมมเบรน ค่าที่รายงานจะเป็นค่าที่ได้จากการเฉลี่ยค่าจาก 5 จุด ในการทดสอบมุมสัมผัสของน้ำ เมมเบรนจะถูกตัดเป็นชิ้นเล็ก ๆ ขนาดกว้าง 1.0 cm. ยาว 3.0 cm โหมดที่ใช้ในการทดสอบคือ Sessile drop mode น้ำที่ใช้ในการทดสอบคือ น้ำดีไอ (DI-Water)

3.8 การออกแบบ สร้างและทดสอบระบบต้นแบบสำหรับทดสอบสมรรถนะการบำบัดน้ำเสีย

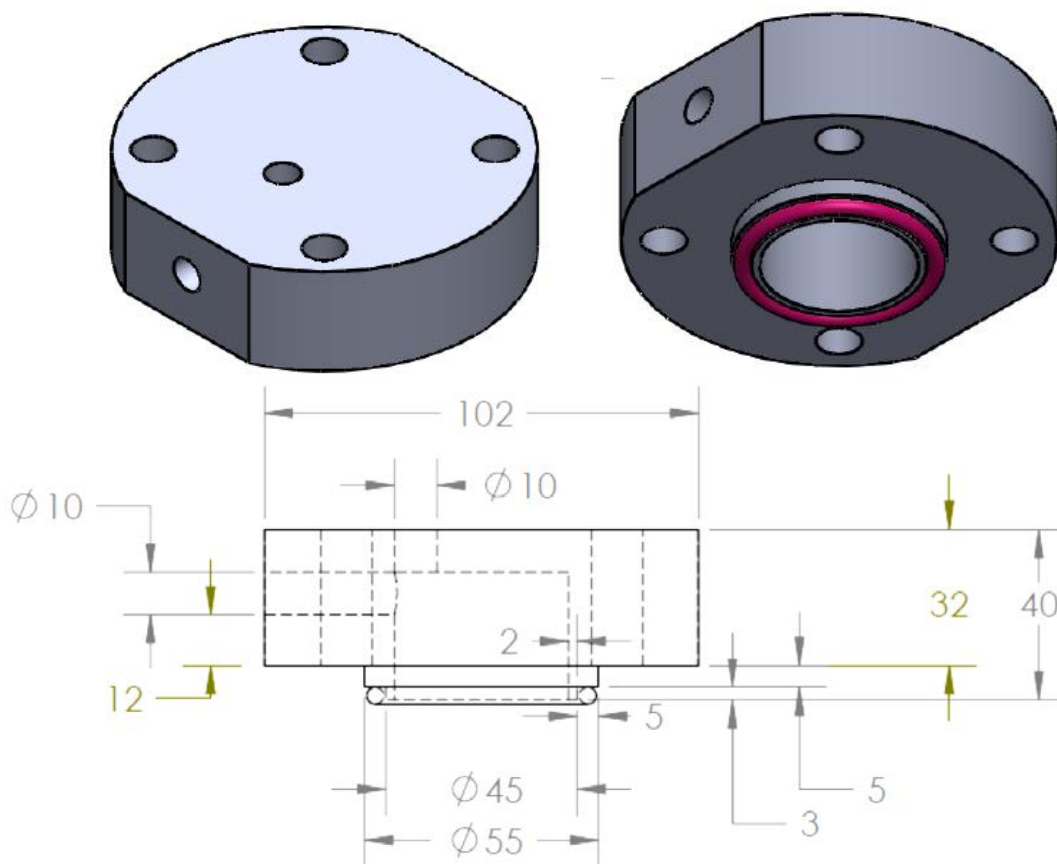
ระบบต้นแบบสำหรับการทดสอบสมรรถนะของเมมเบรนหรือใช้ในการทดลองบำบัดน้ำเสียด้วยเมมเบรนคอมโพสิตนาโน ได้ถูกออกแบบ สร้างและทดสอบใช้งานในการบำบัดน้ำเสียจำลอง ในห้องปฏิบัติการ ส่วนประกอบของระบบที่ได้ออกแบบในงานวิจัยนี้ ประกอบด้วย ภาชนะบรรจุน้ำเสีย (จำลอง) ที่จะถูกดูดด้วยปั๊มให้ไหลผ่านท่อและไหลเข้าสู่โมดูล และซึมผ่านเมมเบรนด้วยแรงขับเคลื่อนที่เกิดจากความแตกต่างของความดันระหว่างฝั่ง Feed และฝั่ง Permeate ท่อและอุปกรณ์ควบคุมการไหลของน้ำเสีย ปั๊มป้อนสารที่สามารถกำหนดอัตราการไหลได้ในช่วงกว้างและสามารถทำงานได้อย่างต่อเนื่อง ระบบต้นแบบนี้มีโมดูลสำหรับติดตั้งเมมเบรนเมื่อต้องการทดสอบสมรรถนะของเมมเบรนที่สามารถทดสอบเมมเบรนแผ่นกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 55.0 และ 47.0 mm ได้นอกจากนี้ยังประกอบด้วยชุดอุปกรณ์ควบคุมความดันฝั่ง Permeate ซึ่งจะช่วยในการปรับลดความ

ดันฝั่ง Permeate ให้ต่ำกว่ากว่าฝั่ง Feed อุปกรณ์หลักในส่วนของชุดอุปกรณ์ควบคุมความดันคือ ปั๊มสุญญากาศ วาล์วควบคุมและเกจวัดความดันต่ำ นอกจากอุปกรณ์ควบคุมความดันยังมีอุปกรณ์วัดอัตราการไหลของของเหลว (Liquid flow)

สำหรับโมดูลเมมเบรนซึ่งถือเป็นส่วนประกอบที่สำคัญ ผู้วิจัยได้ออกแบบโมดูล จำนวน 2 ชุด ชุดที่ 1 ใช้ทดสอบเมมเบรนแผ่นกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 55.0 mm และชุดที่ 2 ใช้สำหรับทดสอบเมมเบรนแผ่นกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 47.0 mm โมดูลเมมเบรนจะประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ชั้นส่วนบนและชั้นส่วนล่าง แต่ละส่วนจะมีช่องเปิดสำหรับเชื่อมต่อกับท่อขนส่งสารจำนวน 2 ช่อง สำหรับช่องเปิดที่ส่วนบนจะต่อกับท่อสำหรับ Feed สาร และท่อสำหรับ Retentate ขณะที่ช่องเปิดที่อยู่บนส่วนล่างจะต่อกับท่อสำหรับ Permeate และสำหรับต่อกับท่อป้อนพาหะ (Carrier) และปั๊มสุญญากาศ รูปที่ 3.11 และ 3.12 แสดงขนาดและช่องเปิดของชั้นส่วนบนและล่างของโมดูลเมมเบรนตามลำดับ จากรูปที่ 3.11 จะเห็นว่าชั้นส่วนล่างของโมดูลมีปากสำหรับรองรับแผ่นค้ำจุน (Supporting plate) เมมเบรน (แสดงด้วยสีส้ม)



รูปที่ 3.11 สเปกของโมดูลเมมเบรนส่วนล่าง

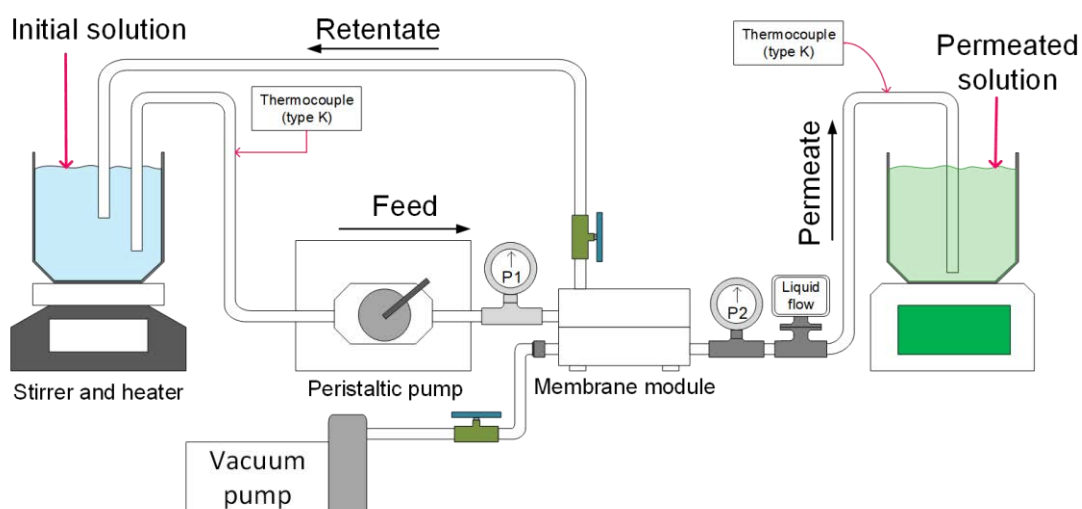


รูปที่ 3.12 ส่วนสเปกของโมดูลเมมเบรนส่วนบน

3.9 การทดสอบสมรรถนะของเมมเบรนในการบำบัดน้ำที่ปนเปื้อนเกลือ

การทดสอบสมรรถนะของเมมเบรนในการบำบัดน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือ ผู้วิจัยได้จำลองน้ำเสีย โดยผสมเกลือโซเดียมคลอไรด์กับน้ำรีเวิร์สออสโมซิสที่ระดับความเข้มข้น 10 mM น้ำที่ปนเปื้อนเกลือหรือสารละลายเกลือโซเดียมคลอไรด์จะถูกบรรจุในบีกเกอร์ขนาด 3000 ml และบีกเกอร์จะถูกวางไว้บนเครื่องกวน สารละลายจะถูกป้อนผ่านท่อเทฟลอนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1/4 นิ้ว สลับกับท่อซิลิโคน โดยอาศัยปั๊มเพริสโตนิก (Peristaltic pump) ความดันของสารละลายทั้งด้าน Feed และด้าน Permeate จะถูกตรวจสอบด้วยเกจวัดความดัน ขณะที่อุณหภูมิของสารละลายจะถูกวัดด้วยสายเทอร์โมคัปเปิลชนิด K (Thermocouple type K) ก่อนการทดลอง สารละลายจะถูกป้อน (Feed) ให้ไหลผ่านระบบทดสอบด้าน Feed และ Retentate เป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้เมมเบรนสารละลาย และชิ้นส่วนของระบบอยู่ในสภาวะสมดุล หลังจากนั้นจึงเปิดทำงานปั๊มสุญญากาศทางด้าน Permeate เพื่อปรับลดความดันด้าน Permeate ให้อยู่ในสภาวะความดันต่ำ ซึ่งเป็นการเพิ่มแรงดันตกคร่อมระหว่างด้าน Feed และด้าน Permeate ของเมมเบรน และทำให้สารละลายแพร่ซึมผ่านเมมเบรน สำหรับด้าน Permeate ได้ติดตั้งอุปกรณ์วัดอัตราการไหล (Liquid flow) เกจวัดความดัน

และวาล์วควบคุมการไหล และอุณหภูมิของสารที่ผ่านเมมเบรนออกมา ปริมาณสาร (น้ำ) ตั้งต้นทางด้าน Feed และที่ซึมผ่านเมมเบรนจะถูกบันทึก และถูกนำไปทดสอบความเข้มข้นของเกลือ เพื่อตรวจสอบสมรรถนะในการกักกันเกลือของเมมเบรน สมรรถนะของเมมเบรนจะแสดงในเทอมของค่าฟลักซ์ของน้ำ (Water flux) ที่ซึมผ่านเมมเบรน และค่าการกักกันเกลือ (Salt rejection) รูปที่ 3.13 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของระบบสำหรับทดสอบสมรรถนะของเมมเบรน ซึ่งได้สร้างขึ้นในการวิจัยนี้



รูปที่ 3.13 แผนภาพส่วนประกอบของระบบต้นแบบสำหรับทดสอบสมรรถนะของเมมเบรน

บทที่ 4

ผลการทดลอง

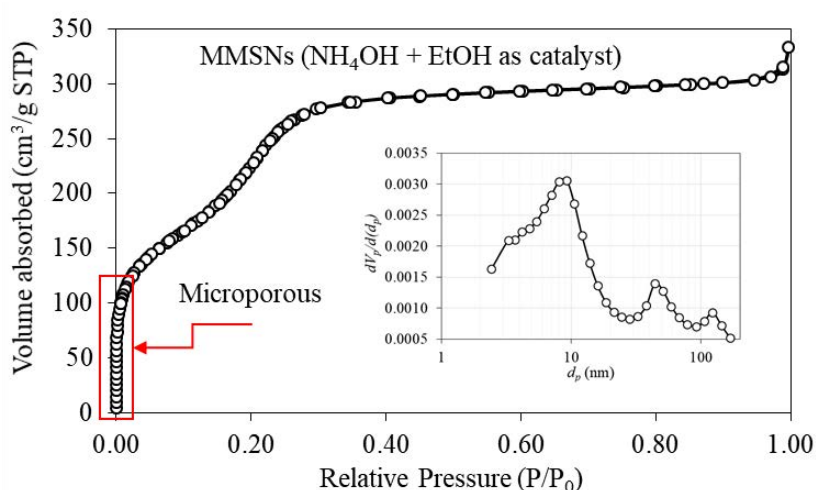
สืบเนื่องจากวัตถุประสงค์และวิธีการในการดำเนินการวิจัยที่กำหนดและได้อธิบายไว้ในบทที่ 1 และ 3 ข้างต้น ผลการวิจัยจึงประกอบด้วย ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนแบบมีรูพรุน 3 ชนิด คือ อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) อนุภาคนาโนไททาเนียม (TiO_2) และอนุภาคนาโนสังกะสีออกไซด์ (ZnO) ในกรณีของอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีรูพรุนระดับมีโซและระดับไมโคร และเป็นอนุภาคที่มีรูพรุนทรงกลม (Meso and micro-porous silica nanosphere) ในการอธิบายผลการทดลอง จะกำหนดชื่อว่า “MMSN” นอกจากผลการสังเคราะห์และการวิเคราะห์คุณลักษณะอนุภาคนาโนแล้ว ยังมีผลในส่วนของการเตรียมเมมเบรนทั้งเมมเบรนพอลิซัลโฟนาบิสฟุทรีและเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาคนาโนชนิดต่าง ๆ และยังมีในส่วนของการออกแบบ สร้างและทดลองใช้ระบบต้นแบบสำหรับทดสอบสมรรถนะของเมมเบรนคอมโพสิตนาโนในการบำบัดน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือด้วย ซึ่งรายละเอียดผลการวิจัยมีดังนี้

4.1 ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนแบบมีรูพรุน

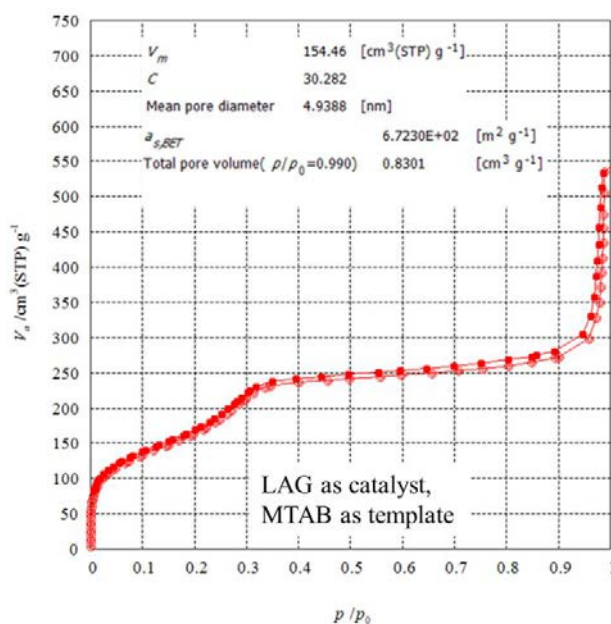
4.1.1 ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์แบบมีรูพรุน

เพื่อตรวจสอบคุณสมบัติต่าง ๆ ของอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ว่าเป็นอย่างไร ตัวอย่างอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ในห้องปฏิบัติการวิจัยถูกส่งไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิควิเคราะห์ทางเคมีฟิสิกส์หลายเทคนิค อันดับแรกคือ พื้นที่ผิวจำเพาะและการกระจายขนาดอนุภาค รวมทั้งปริมาตรรูพรุน ซึ่งวิเคราะห์ด้วยการดูด-คายซับก๊าซไนโตรเจนที่สภาวะสมดุล ร่วมกับการคำนวณตามวิธีของ BET และ BJH ในการวิจัยนี้ได้สังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) ด้วยเทคนิคการควบแน่น โดยการปรับเปลี่ยนสารตัวเร่งและแม่พิมพ์ ทั้งแบบแม่พิมพ์เดี่ยวและแม่พิมพ์คู่หรือแม่พิมพ์ร่วม กรณีของการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ ผลการวิเคราะห์อนุภาคโดยการดูด-คายซับของอนุภาคนาโนที่สังเคราะห์ได้ปรากฏดังรูปที่ 4.1 ถึง 4.6 และเมื่อพิจารณาในแต่ละรูปจะเห็นว่า ปรากฏรูพรุนระดับไมโคร ($< 2 \text{ nm}$) และมีโซ ($2\text{-}50 \text{ nm}$) บนอนุภาคที่ได้จากการสังเคราะห์ทุกวิธี จากรูปที่ 4.1 ถึง 4.6 โชนที่แสดงถึงการปรากฏของรูพรุนระดับไมโครคือ ช่วงที่ความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) ภายในอนุภาคมีค่าน้อยๆ (ดังที่แสดงไว้ในรูปที่ 4.1) ซึ่งในช่วงนี้อนุภาคจะดูดซับก๊าซไนโตรเจนเข้าสู่ภายในรูพรุนโดยที่ความดันสัมพัทธ์คงที่ หลังจากก๊าซถูกดูดซับเข้าสู่ภายในระยะหนึ่งหนึ่งแล้วความดันสัมพัทธ์จะเริ่มเพิ่มขึ้นอย่างช้า ๆ จนกระทั่งถึงความดันสัมพัทธ์ค่าหนึ่งปริมาตรก๊าซที่ถูกดูดซับจะค่อนข้างคงที่เมื่อความดันสัมพัทธ์เข้าสู่ 1.00 หรือความดันเท่ากับความดันอิ่มตัว จึงค่อย ๆ เริ่มดำเนินการคายซับก๊าซออกด้วยการลดความดันภายนอกอนุภาคให้ต่ำกว่าความดันภายใน ข้อมูลจากการดูด-คายซับจะ

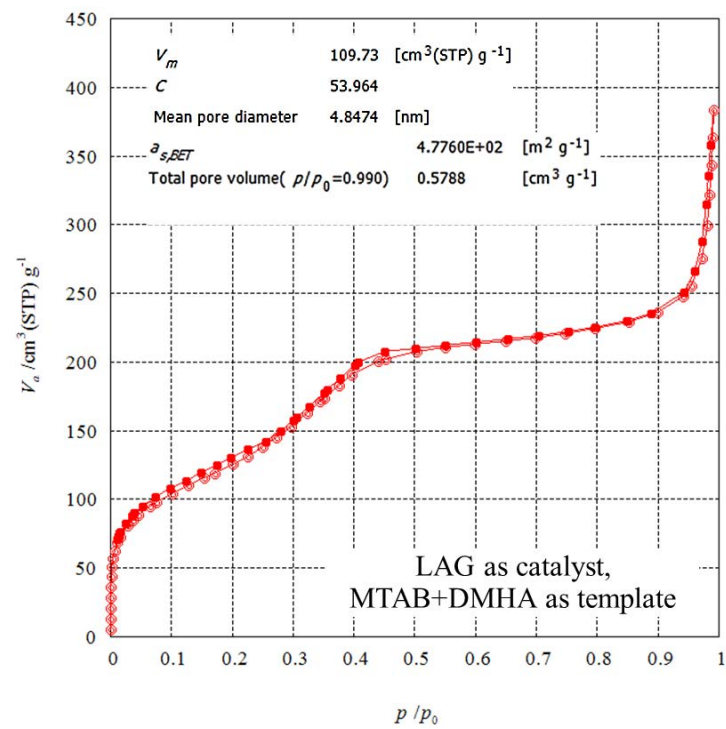
ถูกนำไปพล็อตกราฟ BET (รูปที่ 4.7 ถึง 4.12) และ BJH (Inset รูปที่ 4.1) เพื่อคำนวณหาพื้นที่ผิวจำเพาะ ($a_{s, \text{BET}}$) เส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ย (Mean pore diameter, d_p) และปริมาตรรูพรุนรวม (Total pore volume, V_p at $P/P_0 = 0.990$) ซึ่งผลการวิเคราะห์พบว่า ปริมาตรรูพรุนสูงสุดเท่ากับ 0.8301 สำหรับอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์ ใช้ NH_4OH ร่วมกับ EtOH เป็นสารตัวเร่งร่วม และเติม TEOS (สารตั้งต้น) แบบหยดทีละน้อย



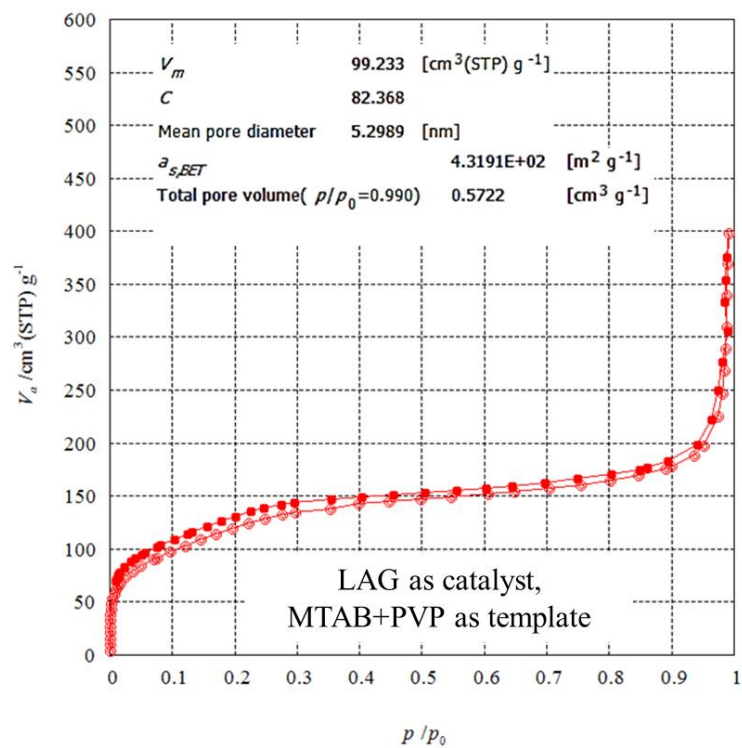
รูปที่ 4.1 N_2 adsorption-desorption isotherm ของ MMSNs ($\text{NH}_4\text{OH} + \text{EtOH}$ as catalyst, CTAB as template)



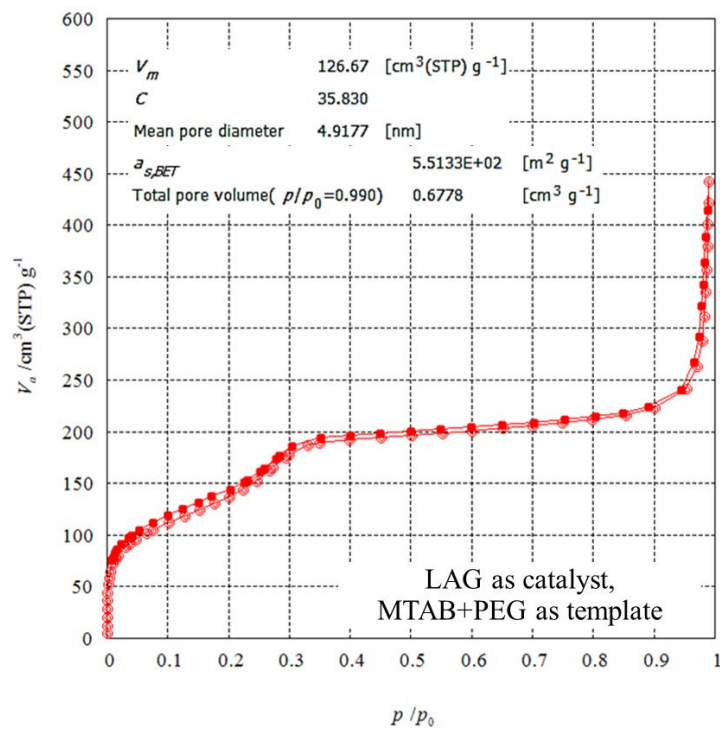
รูปที่ 4.2 N_2 adsorption-desorption isotherm ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB as template)



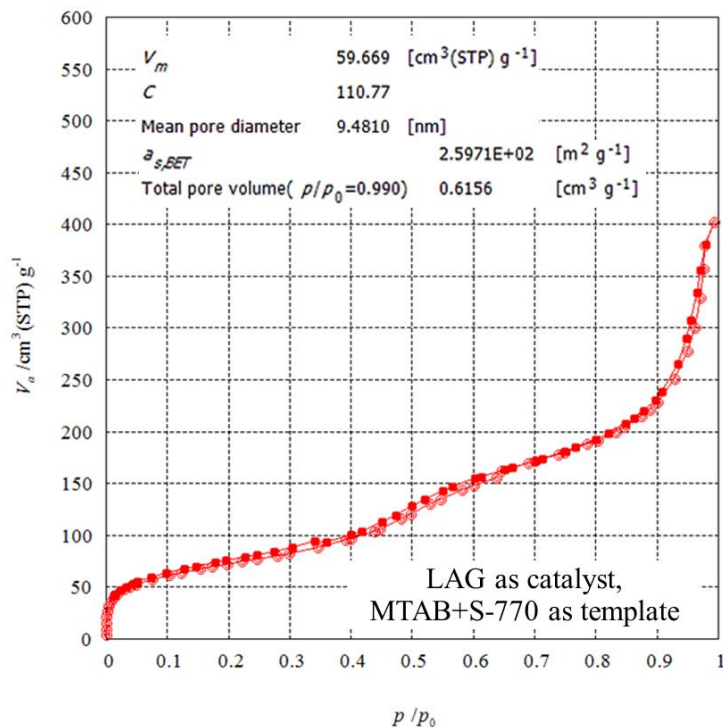
รูปที่ 4.3 N₂ adsorption-desorption isotherm ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+DMHA as template)



รูปที่ 4.4 N₂ adsorption-desorption isotherm ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+PVP as template)



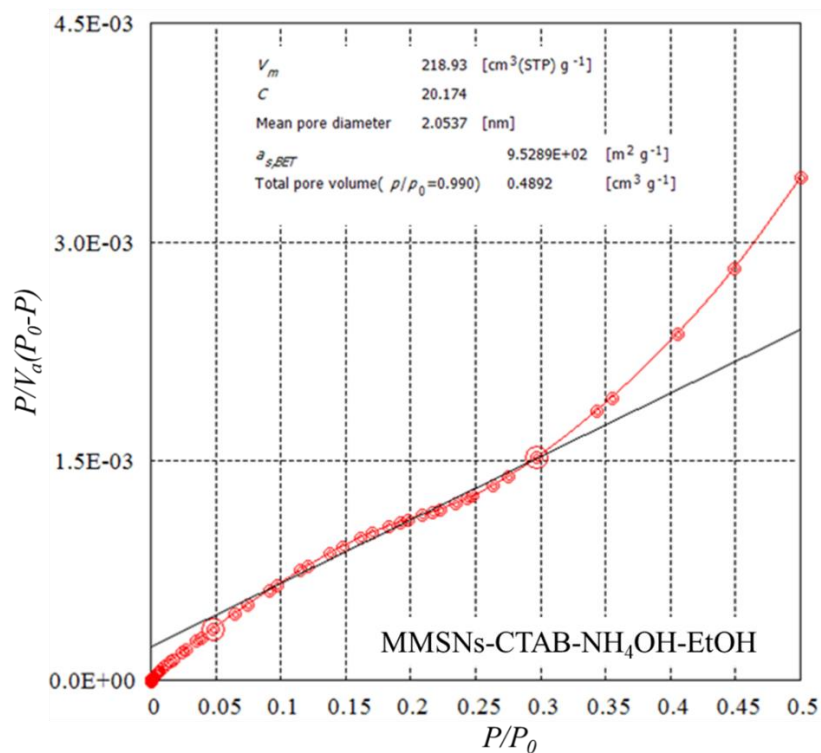
รูปที่ 4.5 N_2 adsorption-desorption isotherm ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB + PEG as template)



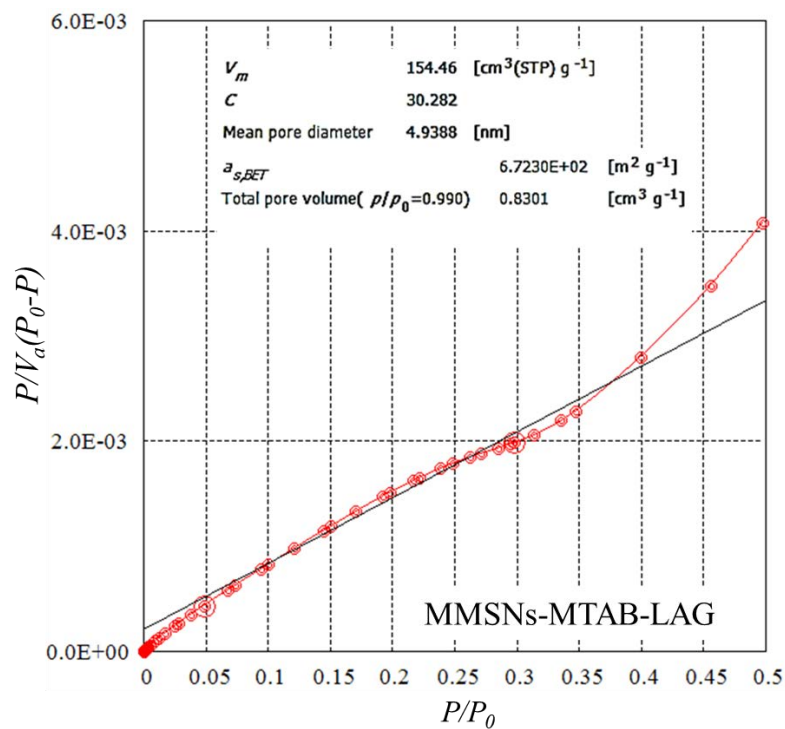
รูปที่ 4.6 N_2 adsorption-desorption isotherm ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB + S-770 as template)

ผลการวิเคราะห์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ยตามวิธี BET พบว่า ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ยมีค่าเท่ากับ 2.0537 nm เมื่อสังเคราะห์โดยใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์และใช้ $\text{NH}_4\text{OH}+\text{EtOH}$ เป็นตัวเร่งร่วม และเมื่อใช้ L-Arginine (LAG) เป็นตัวเร่งขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ยเท่ากับ 4.9388, 4.8474, 5.2989, 9.4810 และ 4.9177 nm เมื่อใช้ MTAB, MTAB+DMHA, MTAB+PVP, MTAB+S-770 และ MTAB+PEG เป็นแม่พิมพ์ ตามลำดับ จะเห็นชัดเจนว่า ขนาดรูพรุนของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้อยู่ในระดับมีโซ และอนุภาคมีรูปร่างเป็นทรงกลม รวมทั้งมีโปรไฟล์ของการดูด-คายซับที่แสดงถึงการมีรูพรุนระดับไมโครด้วย เพราะฉะนั้นตั้งแต่จุดนี้เป็นต้นไป ผู้วิจัยจะเรียกอนุภาคซิลิกอนไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เหล่านี้ว่า MMSNs (Micro and meso-porous silica nanospheres) ขณะที่ปริมาตรรูพรุนซึ่งคำนวณด้วยวิธี BJH พบว่า ปริมาตรรูพรุนมีค่าเท่ากับ 0.4892 cm^3/g เมื่อสังเคราะห์โดยใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์ และใช้ $\text{NH}_4\text{OH}+\text{EtOH}$ เป็นตัวเร่ง และเติม TEOS แบบหยดทีละน้อย ในกรณีของ MMSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ LAG เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และใช้ MTAB, MTAB+DMHA, MTAB+PVP, MTAB+S-770 และ MTAB+PEG เป็นแม่พิมพ์ ปริมาตรรูพรุนของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ มีค่าเท่ากับ 0.8301, 0.5788, 0.5722, 0.6156 และ 0.6778 cm^3/g ตามลำดับ จะเห็นว่า อนุภาคมีขนาดใหญ่แต่รูพรุนมีขนาดเล็กเมื่อสังเคราะห์โดยใช้ $\text{NH}_4\text{OH}+\text{EtOH}$ เป็นสารตัวเร่ง โดยพบว่ามีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ยเท่ากับ 2.0537 nm ขณะที่ขนาดอนุภาคมีขนาดใหญ่ถึงกว่า 500 nm MMSNs ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเดียวกันแต่ใช้ MTAB หรือ MTAB+DMHA, MTAB+PVP, MTAB+PEG, MTAB + S-770 เป็นแม่พิมพ์ ขนาดรูพรุนจะใหญ่กว่ากรณีที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์ และใช้ $\text{NH}_4\text{OH}+\text{EtOH}$ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เมื่อเปรียบเทียบปริมาตรรูพรุนสูงสุด (V_m) จะพบว่า V_m ที่มีค่าต่ำสุดคือ 59.669 cm^3/g ซึ่งเป็น V_m ของอนุภาค MMSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ S-770 เป็นแม่พิมพ์ร่วม และ V_m สูงสุดคือ 218.93 cm^3/g จะเป็น V_m ของ MMSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์และเร่งปฏิกิริยาด้วย $\text{NH}_4\text{OH}+\text{EtOH}$

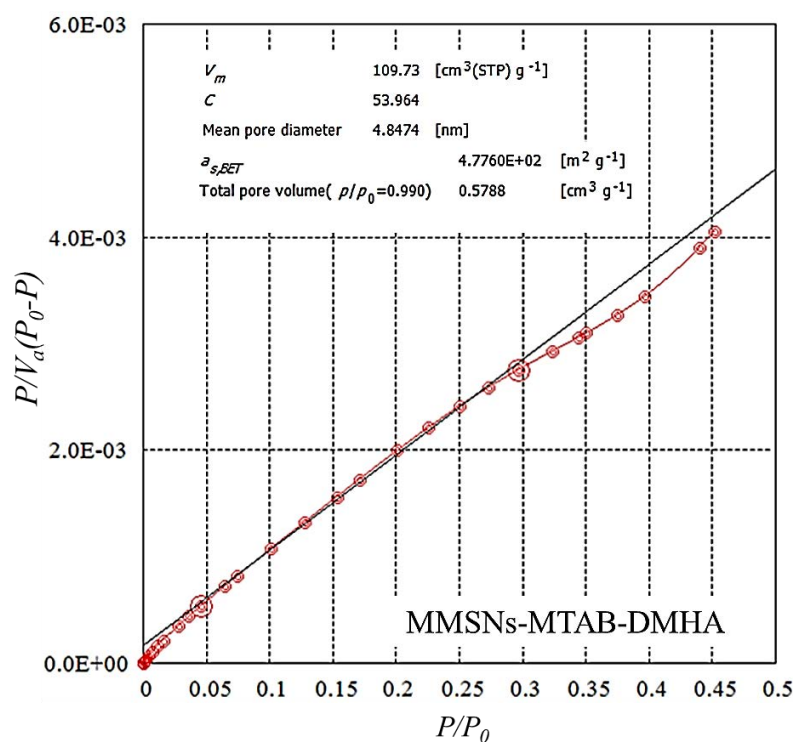
โดยทั่วไป ถ้าอนุภาคมีขนาดใหญ่ พื้นที่ผิวจำเพาะจะค่อนข้างน้อย แต่ในกรณีของ MMSNs ที่สังเคราะห์ได้ในการวิจัยนี้ แม้เบื้องต้นอนุภาคจะมีขนาดใหญ่แต่พื้นที่ผิวกลับมีค่ามากอาจเป็นเพราะมีรูพรุนขนาดเล็กจำนวนมาก กระจายอย่างสม่ำเสมอและหนาแน่นบนอนุภาค รูพรุนที่อยู่บนอนุภาคที่มีขนาดใหญ่เป็นรูพรุนที่ลึก ผิวรูพรุนบางและมีโครงสร้างที่ชัดเจน ต่างจากกรณีของอนุภาค MMSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ S-770 เป็นแม่พิมพ์ร่วม แม้ตัวอนุภาคจะมีขนาดค่อนข้างเล็ก แต่รูพรุนบนอนุภาคมีขนาดใหญ่ นั่นหมายถึงจำนวนรูพรุนบนอนุภาคน้อย รวมทั้งโครงสร้างไม่ชัดเจน ทำให้พื้นที่ผิวจำเพาะน้อยกว่ามาก นอกจากนี้ ด้วยโครงสร้างไม่ชัดเจน ประกอบกับ MMSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์และใช้ $\text{NH}_4\text{OH}+\text{EtOH}$ เป็นตัวเร่ง มีขนาดอนุภาคหลายขนาดด้วย จึงอาจเป็นเหตุผลที่เสริมให้พื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคสูงกว่า



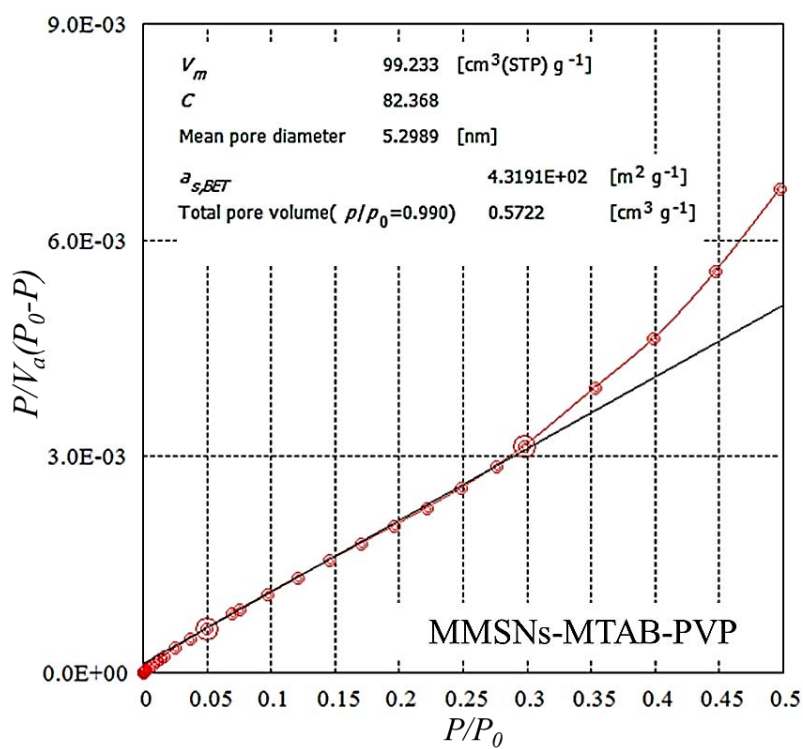
รูปที่ 4.7 BET plot ของ MMSNs (NH₄OH+EtOH as catalyst, CTAB as template)



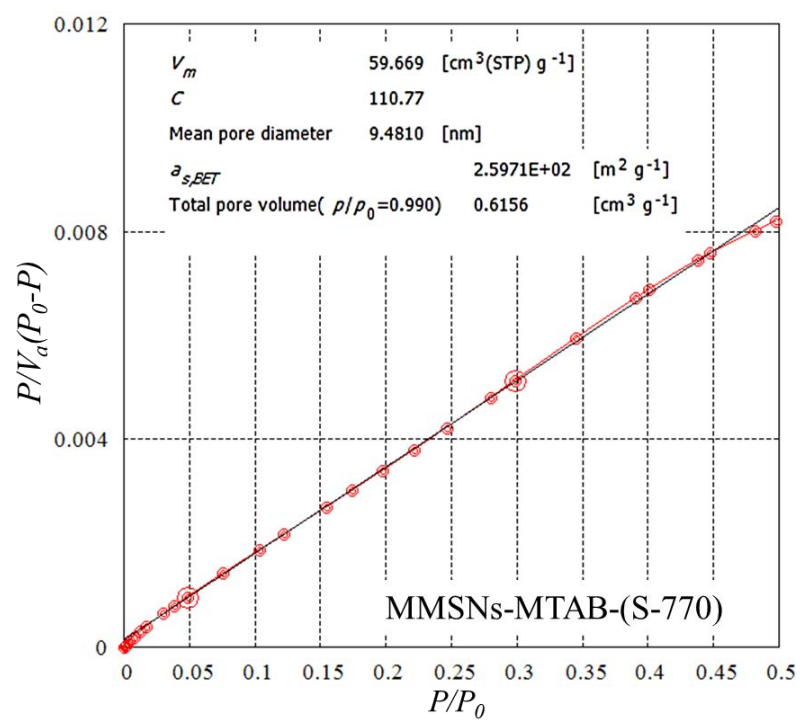
รูปที่ 4.8 BET plot ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB as template)



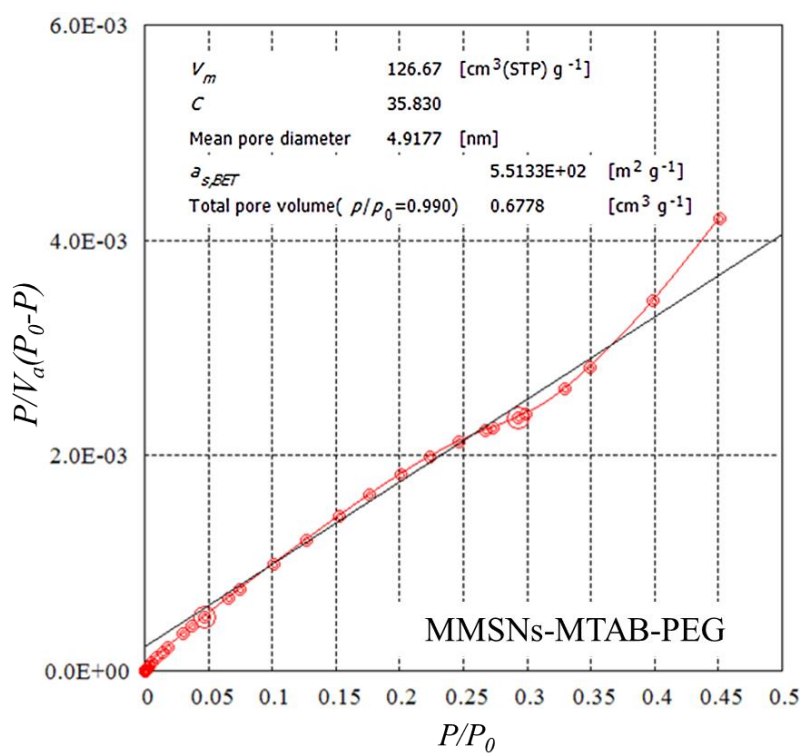
รูปที่ 4.9 BET plot ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+DMHA as template)



รูปที่ 4.10 BET plot ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+PVP as template)

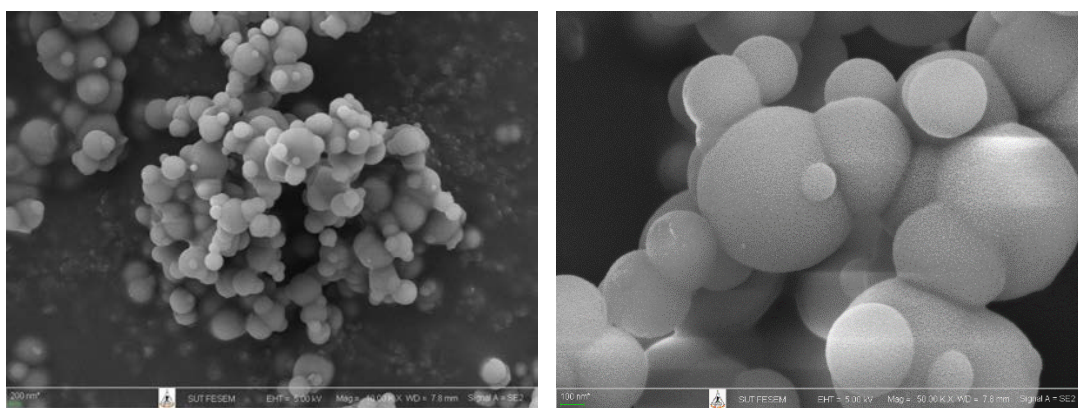


รูปที่ 4.11 BET plot ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+S-770 as template)



รูปที่ 4.12 BET plot ของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+PEG as template)

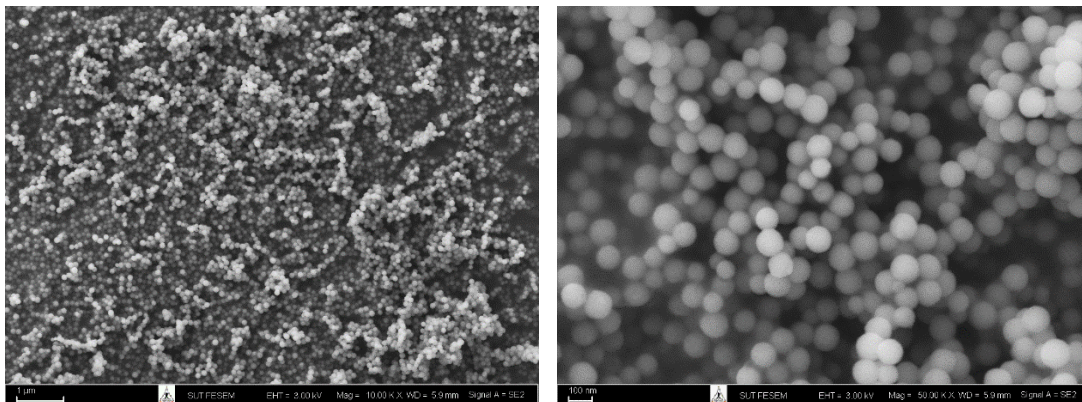
จากที่ได้อภิปรายผลไว้ข้างต้น เกี่ยวกับขนาดอนุภาค ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ดังแสดงในรูปที่ 4.13 จะเห็นชัดเจนว่าขนาดอนุภาคของ MMSNs ที่สังเคราะห์ด้วย CTAB และเร่งด้วย $\text{NH}_4\text{OH}+\text{EtOH}$ โดยเติม TEOS ด้วยการหยดทีละน้อย มีขนาดใหญ่ (ขนาดใหญ่สุดเส้นผ่านศูนย์กลางมากกว่า 500 nm) และขนาดอนุภาคไม่สม่ำเสมอ และอนุภาคยังเกาะกลุ่มกัน เป็นอนุภาคที่มีลักษณะรูปทรงเป็นทรงกลม สาเหตุที่อนุภาคมีขนาดแตกต่างกันมากอาจเป็นเพราะการเกิดปฏิกิริยายังไม่สมบูรณ์ กล่าวคือ มีอนุภาคที่กำลังก่อตัวรวมอยู่กับอนุภาคที่ก่อตัวและเติบโตเต็มที่แล้ว เมื่อพิจารณาขั้นตอนวิธีในการสังเคราะห์จะเห็นว่า การสังเคราะห์อนุภาคดังรูปที่ 4.13 นี้ ใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาเพียง 3 h เท่านั้น ซึ่งสอดคล้องกับการอภิปรายผลข้างต้นคือ มีอนุภาคที่กำลังก่อตัวกับอนุภาคที่ก่อตัวจนโตเต็มที่แล้วอยู่ด้วยกัน นอกจากนี้ การสังเคราะห์อนุภาคที่มีการใช้แม่พิมพ์ อนุภาคที่ได้ควรจะมีขนาดอนุภาคค่อนข้างสม่ำเสมอ (Monodisperse) เพราะเป็นการก่อตัวบนแม่พิมพ์ที่มีขนาดแน่นอน จึงยืนยันว่า การที่อนุภาคที่ได้มีขนาดแตกต่างกัน จึงเป็นเพราะมีบางอนุภาคยังเติบโตไม่เต็มที่ ขณะที่บางอนุภาคเติบโตเร็วกว่าและเติบโตเต็มที่ อย่างไรก็ตามความแตกต่างของขนาดอนุภาคอาจเป็นเหตุผลหนึ่งที่ทำให้ขนาดพื้นที่ผิวอนุภาคของอนุภาคที่สังเคราะห์ด้วยวิธีนี้มีค่าสูง ซึ่งต้องมีการศึกษาวิจัยต่อไป



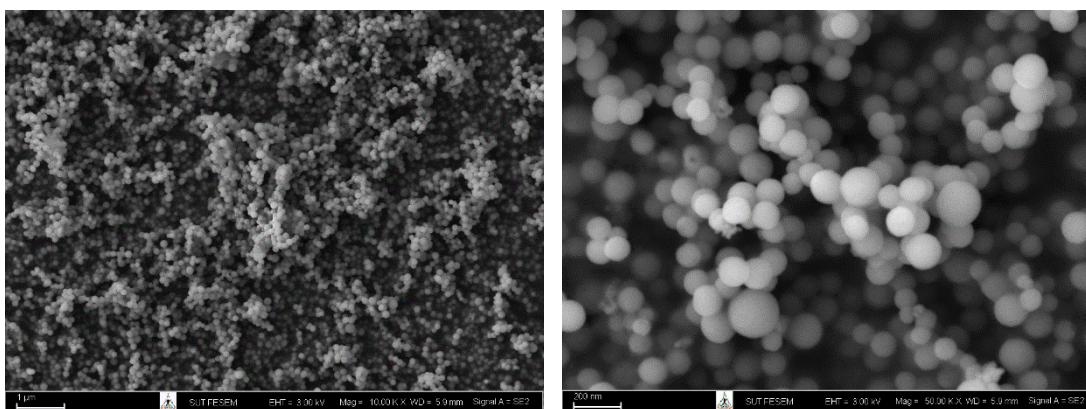
รูปที่ 4.13 SEM, สัณฐานวิทยาภายนอกของ MMSNs ($\text{NH}_4\text{OH}+\text{EtOH}$ as catalyst, CTAB as template)

สำหรับอนุภาค MMSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ LAG เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และใช้ MTAB MTAB+DMHA, MTAB+PVP, MTAB+PEG และ MTAB+S-770 เป็นแม่พิมพ์ ภาพถ่าย SEM ดังรูปที่ 4.14 ถึง 4.18 แสดงให้เห็นว่า อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอนุภาคสม่ำเสมอ กระจายตัวค่อนข้างดี โครงสร้างชัดเจน และมีรูปทรงเป็นทรงกลมอย่างชัดเจน ยกเว้นกรณีที่ใช้ S-770 เป็นแม่พิมพ์ร่วมที่อนุภาคเกาะกลุ่มกันค่อนข้างมากและโครงสร้างอนุภาคไม่ชัดเจน และมีอนุภาคที่ไม่เป็นทรงกลม

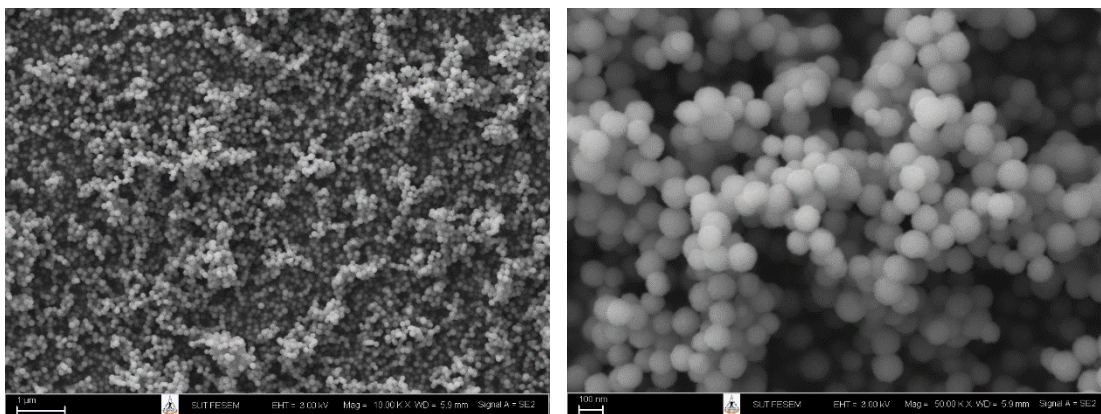
ด้วย อย่างไรก็ตาม อนุภาคที่ได้มีขนาดเล็กกว่ากรณีที่ใช้แม่พิมพ์ร่วมชนิดอื่น เมื่อตรวจสอบภาพ SEM ที่กำลังขยายสูงแล้วพบว่า ในกรณีที่ใช้ PVP และ PEG เป็นแม่พิมพ์ร่วม มีอนุภาคบางตัวมีลักษณะเป็นอนุภาคทรงกลมกลวง (Hollow sphere) และผิวอนุภาคค่อนข้างขรุขระ ต่างจากกรณีที่ไม่ใช้แม่พิมพ์ร่วมและที่ใช้ DMHA เป็นแม่พิมพ์ร่วม ที่ผิวอนุภาคค่อนข้างเรียบกว่า



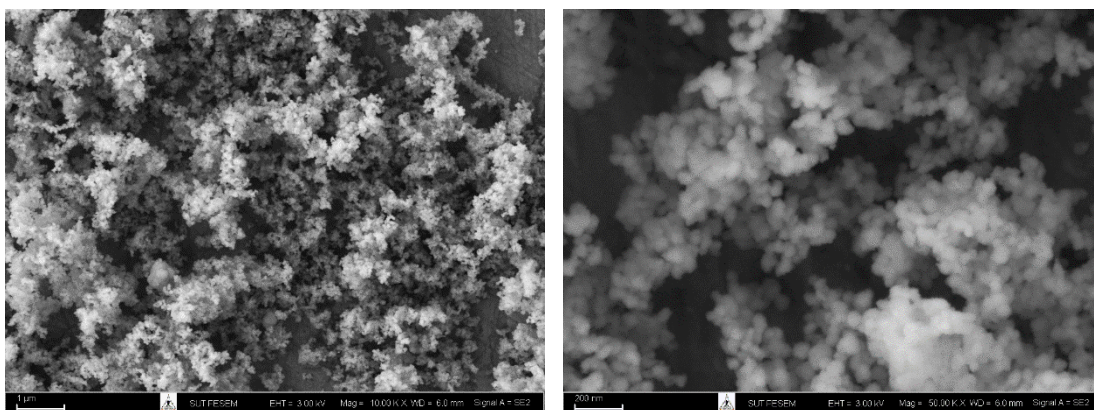
รูปที่ 4.14 SEM, สัณฐานวิทยาภายนอกของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB as template)



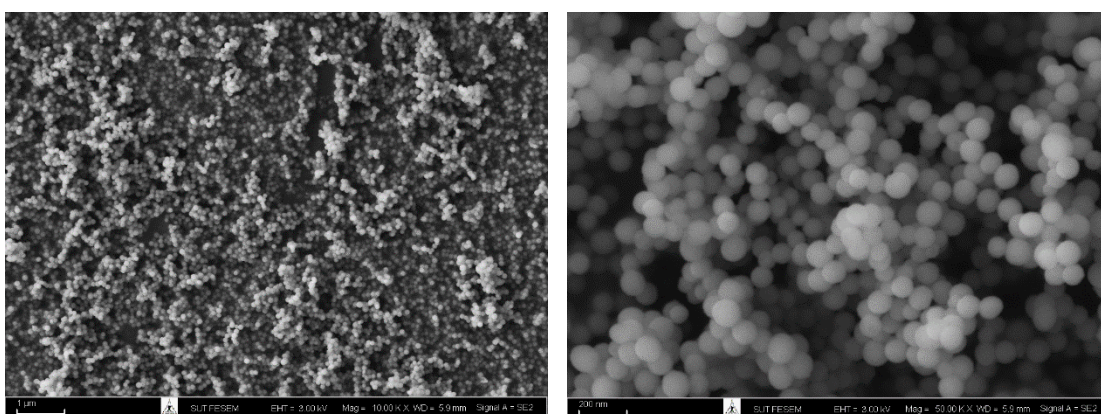
รูปที่ 4.15 SEM, สัณฐานวิทยาภายนอกของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+DMHA as template)



รูปที่ 4.16 SEM, สัณฐานวิทยาภายนอกของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+PVP as template)



รูปที่ 4.17 SEM, สัณฐานวิทยาภายนอกของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+S-770 as template)



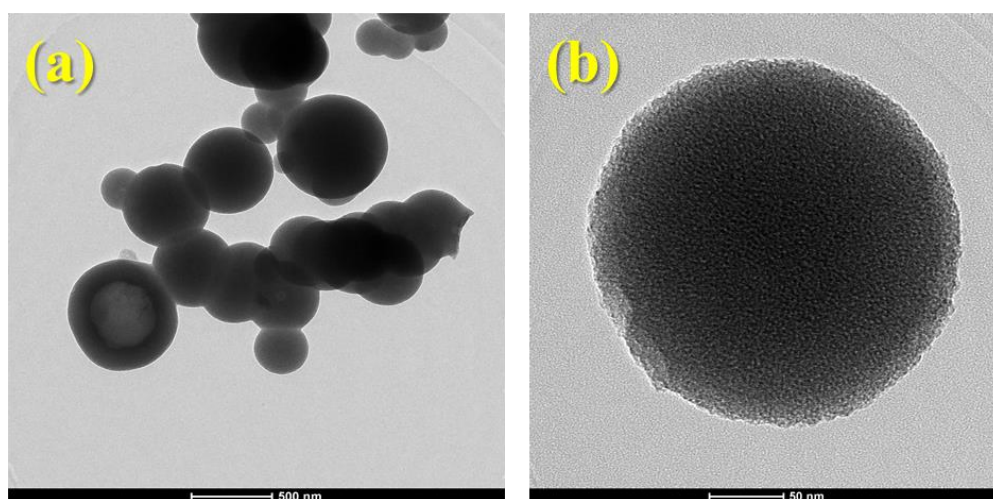
รูปที่ 4.18 SEM, สัณฐานวิทยาภายนอกของ MMSNs (LAG as catalyst, MTAB+PEG as template)

นอกจากผลการดูด-คายซับก๊าซไนโตรเจนที่สภาวะสมดุล ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวและรูพรุนด้วยเทคนิค BET และ BJH รวมทั้งการวิเคราะห์โครงสร้างสัณฐานวิทยาภายนอกของอนุภาคที่ได้จากการสังเคราะห์แล้ว งานวิจัยนี้ยังได้วิเคราะห์โครงสร้างสัณฐานวิทยาภายในด้วยเทคนิค TEM รวมทั้งการวิเคราะห์ฐาน (EDX) เพื่อยืนยันว่าอนุภาคที่ได้เป็นอนุภาคที่ต้องการ ที่มีความบริสุทธิ์ อย่างไรก็ตาม ผู้วิจัยจะไม่แสดงผลการวิเคราะห์ธาตุในรายงานการวิจัยนี้ แต่จะนำไปรายงานในต้นฉบับสำหรับการขอตีพิมพ์เท่านั้น รูปที่ 4.19 ถึง 4.24 แสดงผลการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM

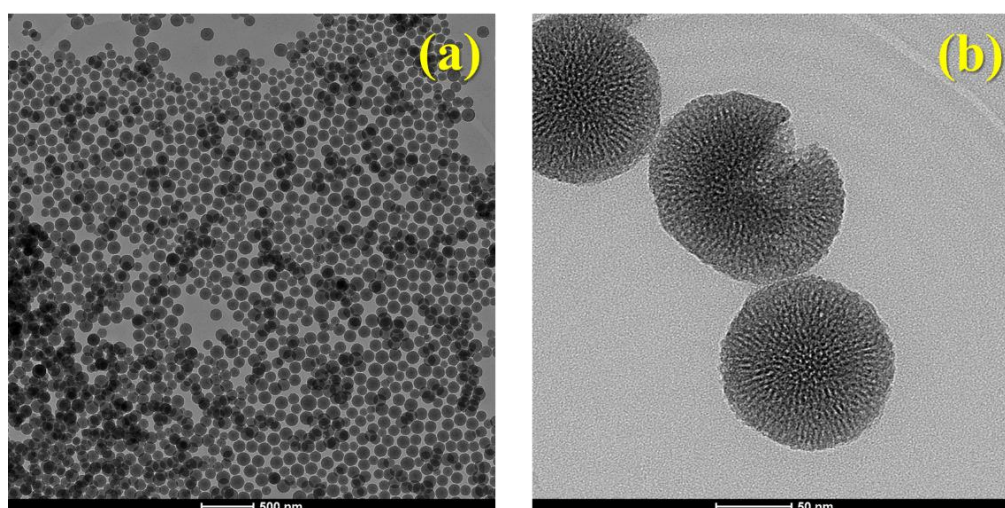
รูปที่ 4.19 เป็นภาพถ่าย TEM แสดงโครงสร้างสัณฐานวิทยาภายในอนุภาค MMSNs ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีควบแน่น โดยใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์ และใช้ $\text{NH}_4\text{OH} + \text{EtOH}$ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยควบคุมระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาไว้ที่ 3 h (เพื่อให้ใช้เวลาในการสังเคราะห์น้อยที่สุด) รูปที่ 4.19 (a) เป็นภาพกำลังขยายต่ำ ขณะที่รูป 4.19 (b) เป็นภาพกำลังขยายปานกลางและโฟกัสที่อนุภาคเดี่ยวเพียงหนึ่งอนุภาค ทั้งรูป 4.19 (a) และ (b) ยืนยันชัดเจนว่า อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีรูพรุน และในรูป 4.19 (a) ตรงมุมล่างซ้าย เราจะเห็นว่าอนุภาคหนึ่งมีโครงสร้างเป็นแบบ Yolk-shell และอนุภาคมีหลายขนาดสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วย SEM ข้างต้น ส่วนในรูป 4.19 (b) เราจะเห็นว่า อนุภาคเป็นรูปทรงกลมสมมาตร มีรูพรุนบนอนุภาคอย่างชัดเจน โดยเป็นรูพรุนที่มีขนาดค่อนข้างเล็กบนอนุภาคที่มีขนาดค่อนข้างใหญ่ (เส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 250-300 nm) จำนวนรูพรุนมีความหนาแน่นค่อนข้างมาก และสม่ำเสมอทั่วทั้งผิวอนุภาค เนื่องจากขนาดอนุภาคค่อนข้างใหญ่ จึงทำให้ภาพ TEM ที่ได้ค่อนข้างมืด ต่างจากภาพ TEM ของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์ และใช้ LAG เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่มีความสว่างมากกว่าเนื่องจากอนุภาคมีขนาดเล็กกว่าอย่างชัดเจน และจำนวนรูพรุนที่ปรากฏบนอนุภาคก็ค่อนข้างจะหนาแน่นน้อยกว่าด้วย

รูปที่ 4.20 (a) และ (b) คือภาพถ่าย TEM ที่กำลังขยายต่ำและปานกลาง ตามลำดับ แสดงโครงสร้างสัณฐานวิทยาภายในของ MMSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์และใช้ LAG เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา รูป 4.20 (a) แสดงให้เห็นถึงการกระจายขนาดของอนุภาค ซึ่งจะเห็นว่า ขนาดอนุภาคค่อนข้างสม่ำเสมอ และเป็นไปได้ว่า ถ้าเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาจาก 20 h เป็น 24 h อาจได้อนุภาคที่มีความสม่ำเสมอมากขึ้น นอกจากนี้ยังแสดงให้เห็นว่า อนุภาคที่ได้มีการกระจายตัวค่อนข้างดี และมีโครงสร้างชัดเจนคือ มีลักษณะเป็นทรงกลมชัดเจน รูป 4.20 (b) แสดงให้เห็นรูพรุนบนอนุภาคที่มีลักษณะรูปทรงเป็นทรงกลม และมีบางอนุภาคที่มีรอยบุบหรือเป็นรูปทรงกลมที่ไม่สมบูรณ์ รูปที่ 4.21 เป็นภาพถ่าย TEM กำลังขยายต่ำ (a) และกำลังขยายปานกลาง (b) แสดงโครงสร้างภายในระดับนาโนของอนุภาค MMSNs ที่สังเคราะห์ด้วยเดียวกันกับที่แสดงในรูปที่ 4.20 คือ วิธีควบแน่นร่วมภายใต้สภาวะสองเฟส (น้ำและไซโคลเฮกเซน) รูป 4.21(a) จะเห็นภาพมุมกว้างแสดงการกระจายขนาดอนุภาค ขนาดอนุภาคเกือบทั้งหมดค่อนข้างสม่ำเสมอ มีอนุภาคบางอนุภาคเท่านั้นที่มีขนาดต่างจากกลุ่มจนเห็นได้ชัด ภาพรวมสามารถแบ่งขนาดได้ 3 ระดับคือขนาดเล็ก กลาง และใหญ่ อย่างไรก็ตาม

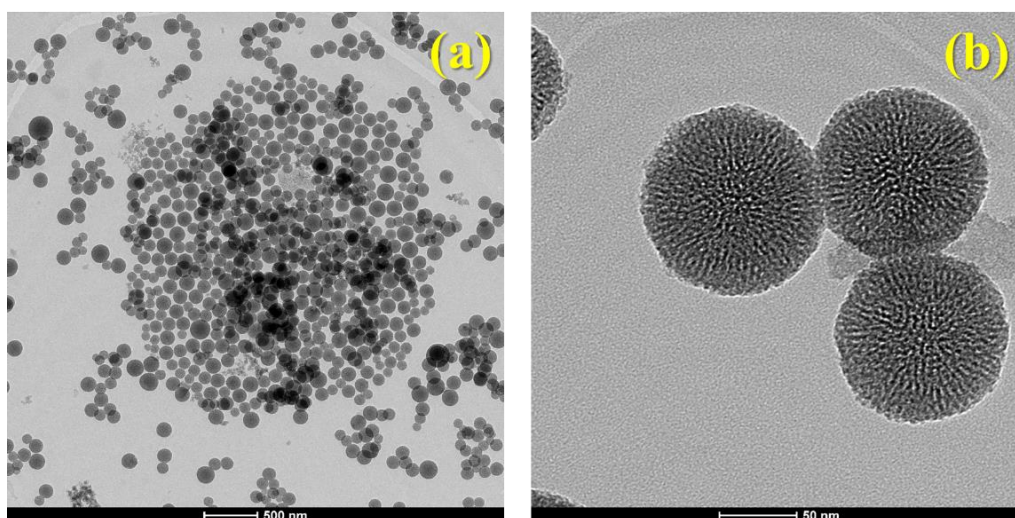
ตาม เมื่อเปรียบเทียบกับอนุภาคในรูปที่ 4.19 อนุภาคที่มีขนาดใหญ่ที่สุดที่ปรากฏในรูปที่ 4.21(a) ยังมีขนาดเล็กกว่าอนุภาคที่มีขนาดเล็กสุดที่ปรากฏในภาพที่ 4.19(a) สำหรับภาพในรูปที่ 4.21(b) เราจะเห็นรูพรุนกระจายอยู่บนอนุภาคอย่างสม่ำเสมอเหมือนกับรูพรุนบนอนุภาคในรูปที่ 4.20(b) และจะเห็นอีกว่า รูพรุนที่ปรากฏบนอนุภาคทั้งในรูป 4.20(b) และ 4.21(b) มีลักษณะเหมือนกัน นอกจากนี้ผิวของอนุภาคก็มีความเรียบใกล้เคียงกันด้วย



รูปที่ 4.19 TEM, สัณฐานวิทยาและรูพรุนบนอนุภาค MMSNs ($\text{NH}_4\text{OH} + \text{EtOH}$ as catalyst, CTAB as template) (a) ภาพกำลังขยายต่ำ แสดงโครงสร้างแบบ Yolk-shell และ (b) ภาพกำลังขยายสูง แสดงโครงสร้างรูพรุนบนอนุภาคและรูปทรง

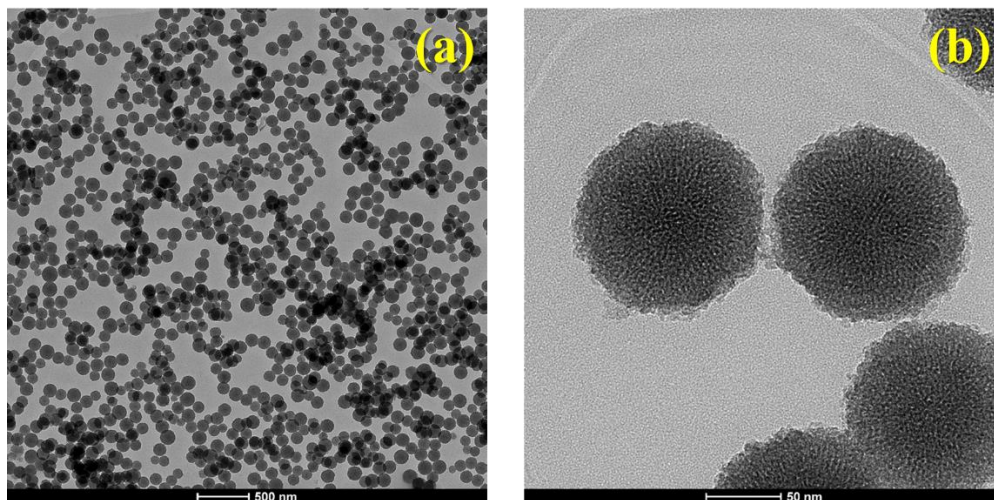


รูปที่ 4.20 TEM, สัณฐานวิทยาและรูพรุนบนอนุภาค MMSNs (LAG as catalyst, MTAB as template)

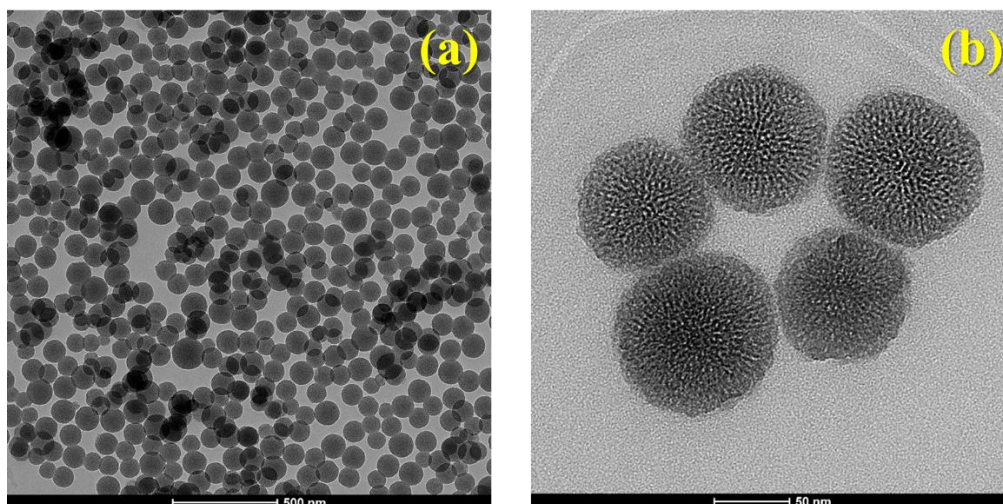


รูปที่ 4.21 TEM, สัณฐานวิทยาและรูพรุนบนอนุภาค MMSNs (LAG as catalyst, MTAB + DMHA as template)

รูปที่ 4.22 และ 4.23 เป็นภาพถ่าย TEM แสดงโครงสร้างสัณฐานวิทยาของอนุภาค MMSNs ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเดียวกับอนุภาคในรูปที่ 4.20 และ 4.21 เช่นเดียวกัน รูป 4.22(a) และ 4.23(a) เป็นภาพกำลังขยายต่ำ ที่แสดงให้เห็นการกระจายขนาดของอนุภาค ขณะที่รูป 4.22(b) และ 4.23(b) เป็นภาพกำลังขยายปานกลาง แสดงให้เห็นการกระจายของรูพรุนบนอนุภาค สำหรับอนุภาคในรูป 4.22(a) และ 4.23(a) เราจะเห็นว่าขนาดอนุภาคมีการกระจายตัวค่อนข้างสม่ำเสมอ โดยมีความสม่ำเสมอมากกว่าอนุภาคในรูป 4.21(a) ความพิเศษที่แตกต่างของอนุภาค MMSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ PVP และ PEG เป็นแม่พิมพ์ร่วมกับ MTAB คือ ผิวของอนุภาคไม่เรียบเมื่อเทียบกับอนุภาคที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้ MTAB อย่างเดียวหรือ MTAB+DMHA เป็นแม่พิมพ์ ซึ่งเราสามารถสังเกตได้โดยง่ายจากภาพถ่าย TEM ในรูปที่ 4.22(b) และ 4.23(b) อย่างไรก็ตาม จะเห็นว่าปริมาณหรือจำนวนหรือความหนาแน่นของรูพรุนบนอนุภาคของอนุภาคในรูปที่ 4.20 ถึง 4.23 ใกล้เคียงกันมาก สำหรับการกระจายตัวของอนุภาค เราจะพบว่า อนุภาคมีการกระจายตัวดีแม้จะพบการซ้อนทับกันของอนุภาค แต่ไม่พบการเชื่อมติดกันของแต่ละอนุภาค



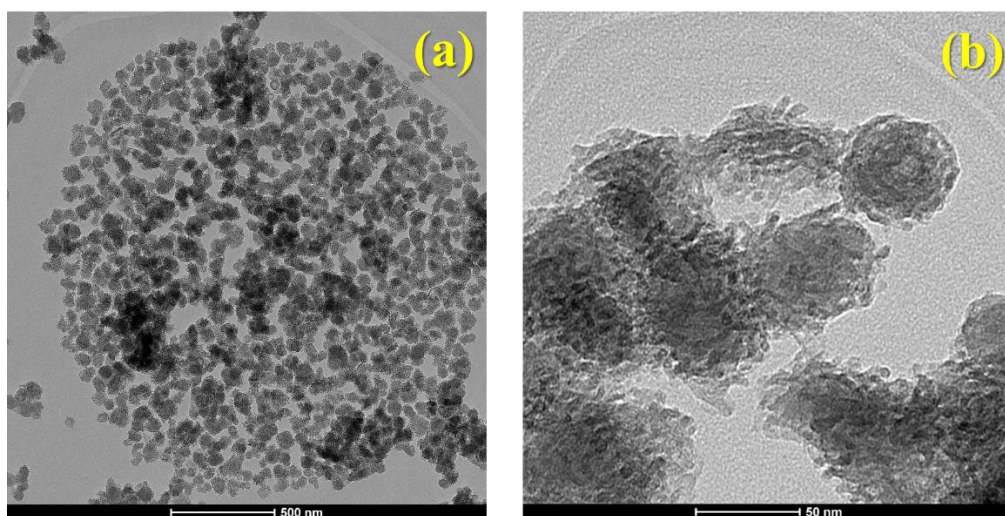
รูปที่ 4.22 TEM, สัณฐานวิทยาและรูพรุนบนอนุภาค MMSNs (LAG as catalyst, MTAB + PVP as template)



รูปที่ 4.23 TEM, สัณฐานวิทยาและรูพรุนบนอนุภาค MMSNs (LAG as catalyst, MTAB + PEG as template)

สำหรับรูปที่ 4.24 (a) และ (b) เป็นภาพถ่าย TEM แสดงโครงสร้างสัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโนที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเดียวกับอนุภาคที่ปรากฏในรูปที่ 4.20 ถึง 4.23 แต่อนุภาคในรูป 4.24 นี้เป็นอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้ S-770 เป็นแม่พิมพ์ร่วมกับ MTAB จะเห็นว่า อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีรูปร่างไม่แน่นอน และมีรูปร่างกลมด้วย (ดังรูป 4.24(b)) และผลจากการที่อนุภาคมีรูปร่างหรือโครงสร้างไม่ชัดเจนนี้อาจสาเหตุหนึ่งที่ทำให้ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคน้อยกว่าอนุภาคชนิดเดียวกันที่สังเคราะห์โดยใช้แม่พิมพ์ร่วมชนิดอื่น ดังกล่าวข้างต้น แม้ว่าขนาดอนุภาคจะเล็กกว่าอนุภาค

ที่สังเคราะห์โดยใช้แม่พิมพ์ชนิดอื่น ซึ่งผลนี้สอดคล้องกับการวิเคราะห์ด้วย SEM การที่อนุภาคมีโครงสร้างไม่ชัดเจน และมีการซ้อนทับกันมากนี้ อาจทำให้การดูดซับก๊าซไนโตรเจนเป็นไปได้ยาก และส่งผลให้สามารถดูดซับก๊าซได้น้อย ทำให้ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะที่คำนวณได้น้อยกว่าอนุภาคอื่น ๆ ที่มีขนาดอนุภาคใหญ่กว่าแต่มีโครงสร้างนาโนที่ชัดเจนกว่า และด้วยโครงสร้างที่ไม่แน่นอนนี้ผู้วิจัยจึงพิจารณาว่า อนุภาคที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้ S-770 เป็นแม่พิมพ์ร่วมในการวิจัยนี้ไม่เป็นอนุภาค MMSNs



รูปที่ 4.24 TEM, สัณฐานวิทยาและรูพรุนบนอนุภาค MMSNs (LAG as catalyst, MTAB + S-770 as template)

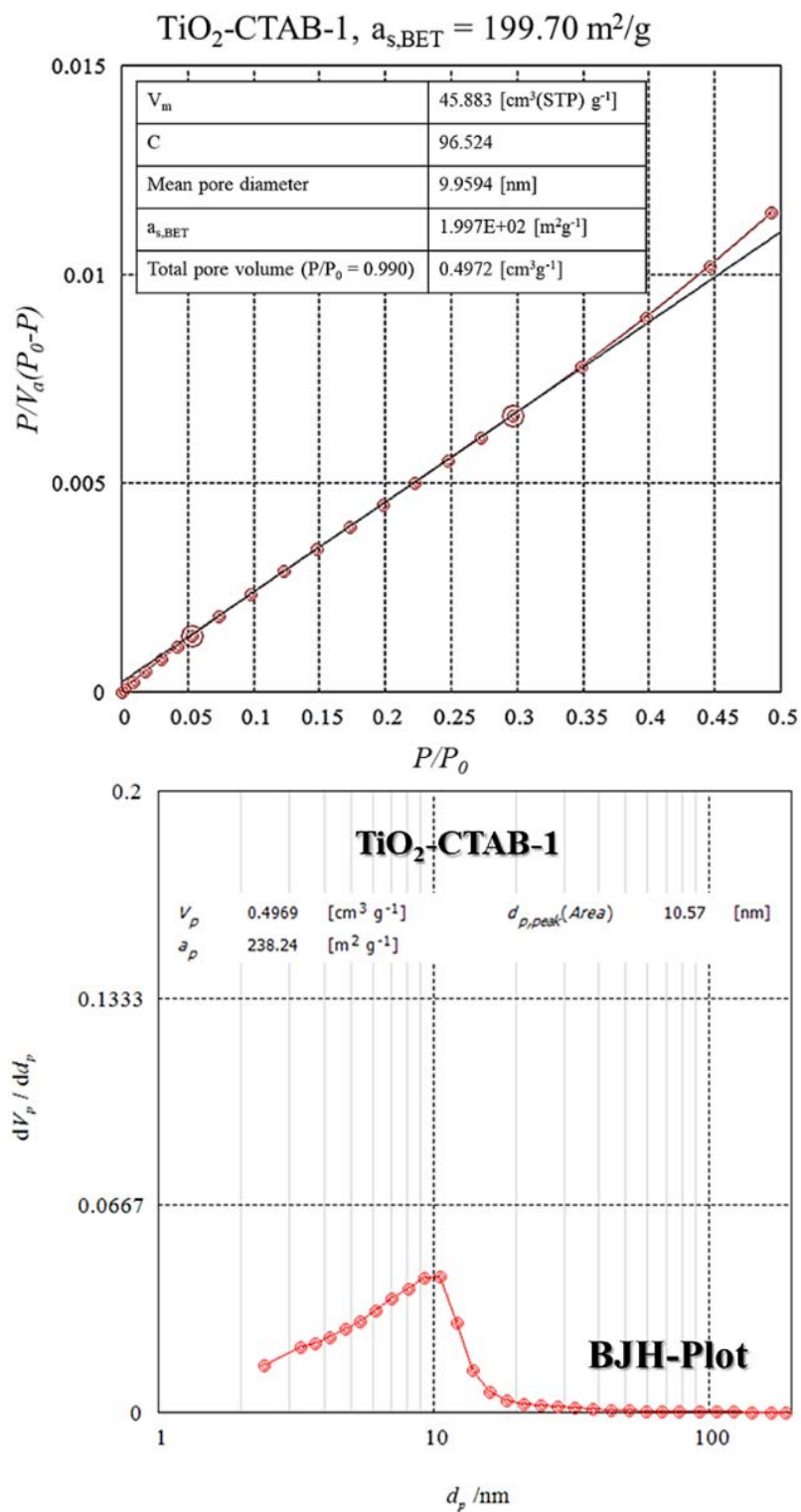
4.1.2 ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์แบบมีรูพรุน

จากการสังเคราะห์อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide, TiO_2) ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลร่วมกับการปรับปรุงคุณสมบัติด้วย KCl และ Na_2CO_3 พบว่า สามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์แบบมีรูพรุนและมีพื้นที่ผิวจำเพาะมากได้สำเร็จ ซึ่งผลการทดสอบอนุภาคด้วยเทคนิคต่าง ๆ แสดงดังต่อไปนี้

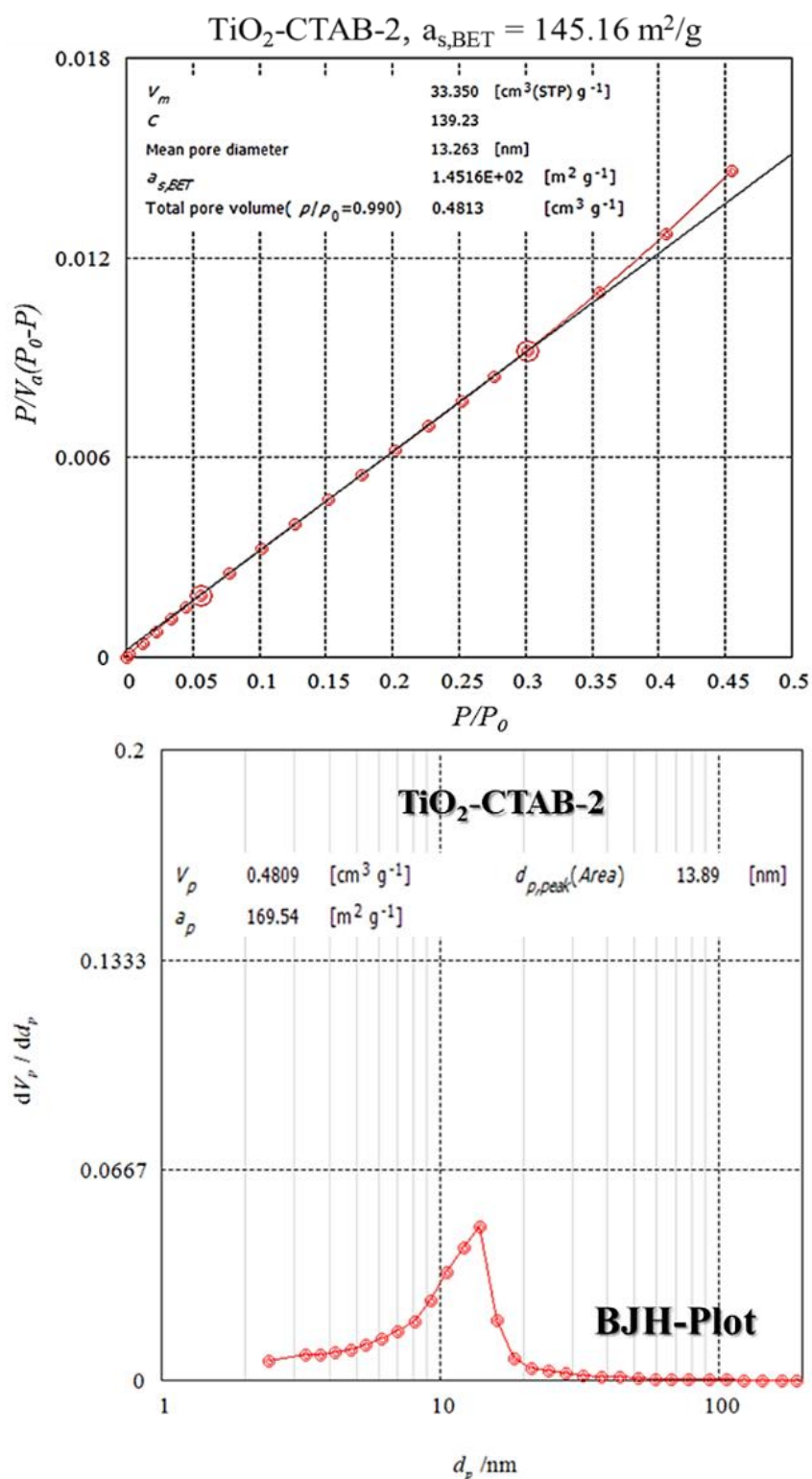
รูปที่ 4.25 เป็นกราฟ BET และ BJH ของอนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์แบบมีรูพรุนที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล ที่อุณหภูมิ 100 °C (12 h) ใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์และใช้ TTIP เป็นสารตั้งต้น อนุภาคที่ได้จากไฮโดรเทอร์มัลถูกปรับปรุงคุณสมบัติด้วยสารละลาย KCl หรือ Na_2CO_3 ที่อุณหภูมิ 40 °C อีกเป็นเวลา 5 h อนุภาคที่ผ่านการปรับปรุงคุณสมบัติจะถูกนำไปผ่านและไม่ผ่านการ Calcine ที่อุณหภูมิ 350 °C เป็นเวลา 5 h รูปที่ 4.25(ซ้าย) แสดงกราฟ BET และคุณสมบัติต่าง ๆ ที่ตรวจวัดได้ทั้ง ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะ เส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ย ปริมาตรรูพรุนรวมที่ความดัน

สัมพัทธ์ 0.990 และปริมาตรรูพรุนสูงสุด (V_m) จากกราฟ BET จะเห็นว่า พื้นที่ผิวจำเพาะ ($a_{s, \text{BET}}$) ของอนุภาคนาโน TiO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการดังกล่าวนี้ มีค่าเท่ากับ $199.70 \text{ m}^2/\text{g}$ ขณะที่เส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ยดังแสดงในกราฟ BJH มีค่าเท่ากับ 9.9594 nm และปริมาตรรูพรุนรวมที่ความดันสัมพัทธ์ เท่ากับ 0.99 มีค่าเท่ากับ $0.4972 \text{ cm}^3/\text{g}$ เมื่อเทียบกับ TiO_2 (P25) ที่มีจำหน่ายในเชิงพาณิชย์และเป็นอนุภาคที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะประมาณ $57.4 \text{ m}^2/\text{g}$ (Suttiponparnit et. al., 2011) จะเห็นชัดว่าพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคนาโน TiO_2 แบบมีรูพรุนที่สังเคราะห์ได้จากการวิจัยนี้มีค่ามากกว่าถึง 3.5 เท่า ซึ่งพื้นที่ผิวจำเพาะดังกล่าวนี้มีผลต่อประสิทธิภาพในการประยุกต์ใช้งานในด้านต่าง ๆ เช่น การใช้ในการดูดซับสารที่เป็นพิษกับสิ่งแวดล้อม และมีศักยภาพในการใช้เพื่อพัฒนาสมรรถนะการแยกของเมมเบรนสำหรับการแยกสาร ในการวิจัยนี้ คุณสมบัติของอนุภาค TiO_2 ที่ผ่านและไม่ผ่านการเผา (Calcination) จะแตกต่างกันค่อนข้างชัดเจน โดยเฉพาะขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะ, เส้นผ่านรูพรุนเฉลี่ย และปริมาตรรูพรุนรวม (ที่ความดันสัมพัทธ์ 0.99) ซึ่งจะเห็นว่า พื้นที่ผิวจำเพาะลดลงมาอยู่ที่ $145.16 \text{ m}^2/\text{g}$ ขณะที่เส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ยมีค่าเพิ่มขึ้นเป็น 13.263 nm และปริมาตรรูพรุนรวมลดลงเล็กน้อยจาก 0.4972 มาอยู่ที่ $0.4813 \text{ cm}^3/\text{g}$ อย่างไรก็ตาม พื้นที่ผิวจำเพาะของ TiO_2 ที่สังเคราะห์ได้ยังสูงกว่าที่มีจำหน่ายในเชิงพาณิชย์ 2.5 เท่า ในการวิจัยนี้ไม่ได้ดำเนินการตรวจสอบเฟสของอนุภาค TiO_2 ซึ่งโดยทั่วไป อนุภาคนาโน TiO_2 ที่ไม่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 550°C จะเป็นอนุภาคแบบหลายเฟส ขณะที่ TiO_2 ที่ผ่านการเผาที่ 550°C จะมีการเปลี่ยนเฟสเป็นเฟสเดียวคือ อะนาเทส ซึ่งจะได้รายงานในต้นฉบับสำหรับการตีพิมพ์ต่อไป

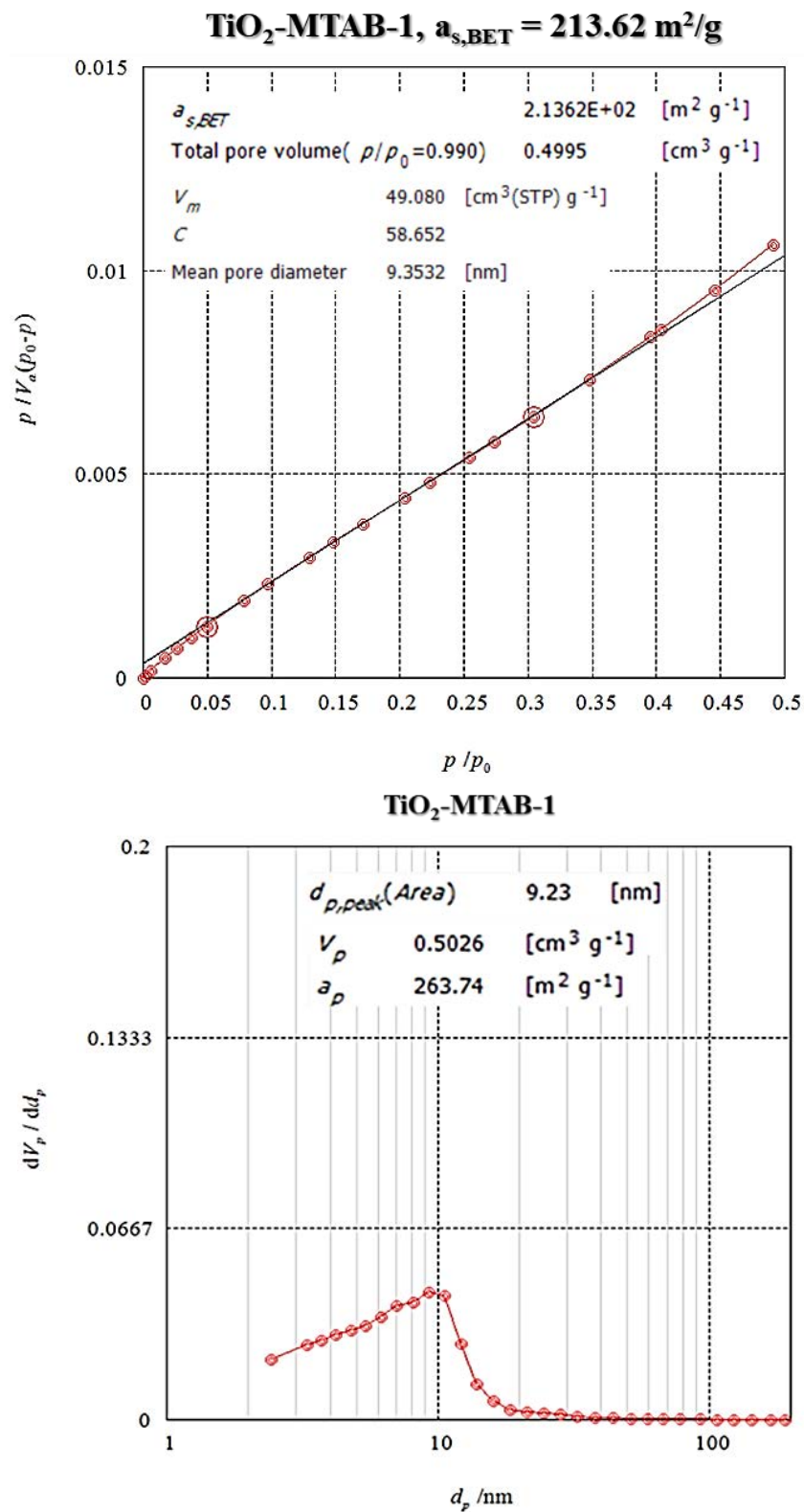
จะเห็นว่า อนุภาค TiO_2 ที่เตรียมด้วยวิธีดังกล่าวข้างต้นนี้ เป็น TiO_2 ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะค่อนข้างมากเมื่อเทียบกับ TiO_2 (P25) ที่มีจำหน่ายในท้องตลาด ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิต่ำ (100°C) แบบใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์ ร่วมกับการปรับปรุงคุณสมบัติด้วย KCl และ Na_2CO_3 เราสามารถสังเคราะห์ TiO_2 ที่มีรูพรุนระดับไมโครได้สำเร็จ จากรูปที่ 4.29 ถึง 4.32 จะเห็นว่า อนุภาคที่ได้มีขนาดเล็กกว่า 20 nm และเป็นอนุภาคที่มีขนาดค่อนข้างสม่ำเสมอ



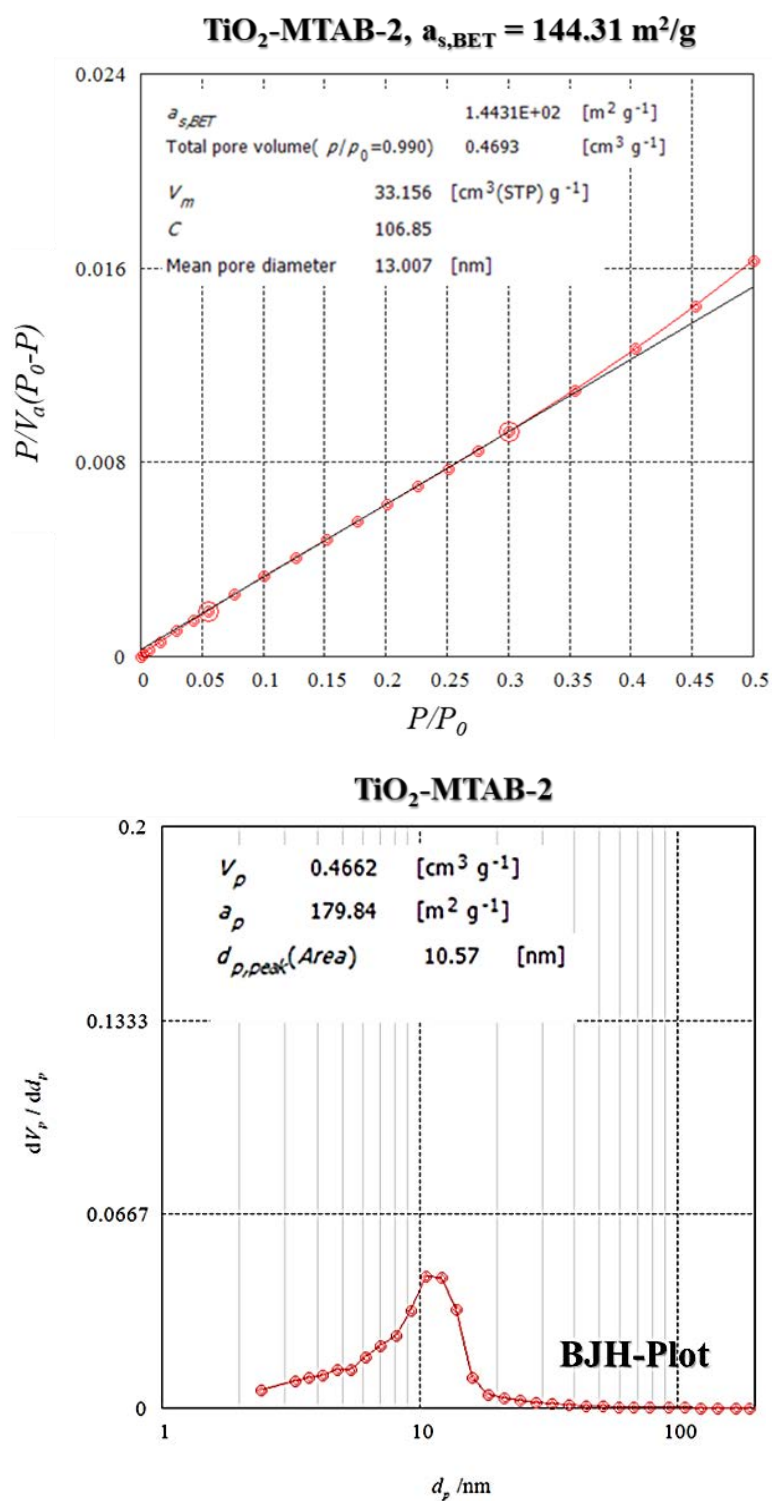
รูปที่ 4.25 BET และ BJH plots ของอนุภาคนาโน TiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลร่วมกับการปรับปรุงคุณสมบัติด้วย Na₂CO₃ ที่ใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์ และไม่ผ่านการเผาที่ 350 °C



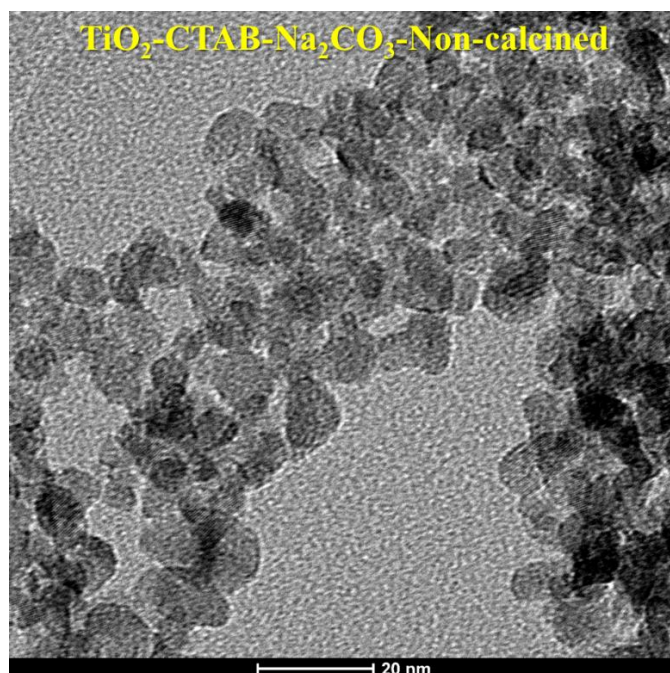
รูปที่ 4.26 BET และ BJH plots ของอนุภาคนาโน TiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลร่วมกับการปรับปรุงคุณสมบัติด้วย Na₂CO₃ ที่ใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์ และผ่านการเผาที่ 350 °C



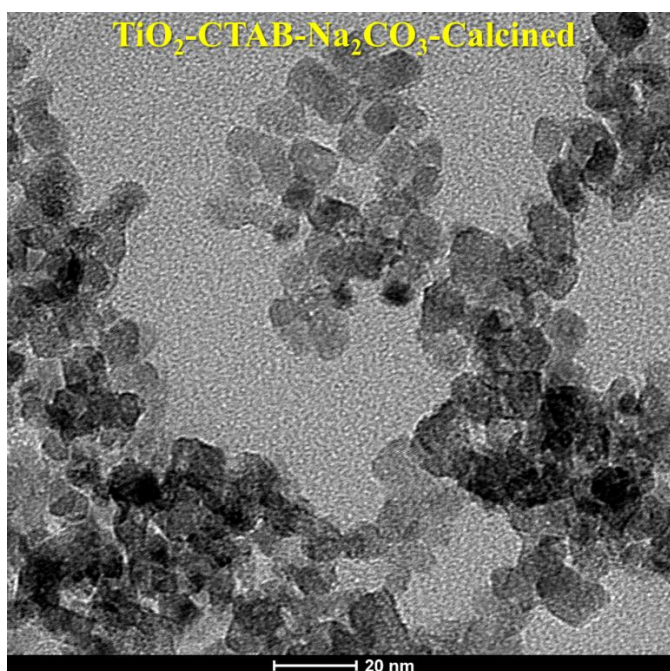
รูปที่ 4.27 BET plot ของอนุภาคนาโน TiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลร่วมกับการปรับปรุงคุณสมบัติด้วย KCl ที่ใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์ และไม่ผ่านการเผาที่ 350 °C



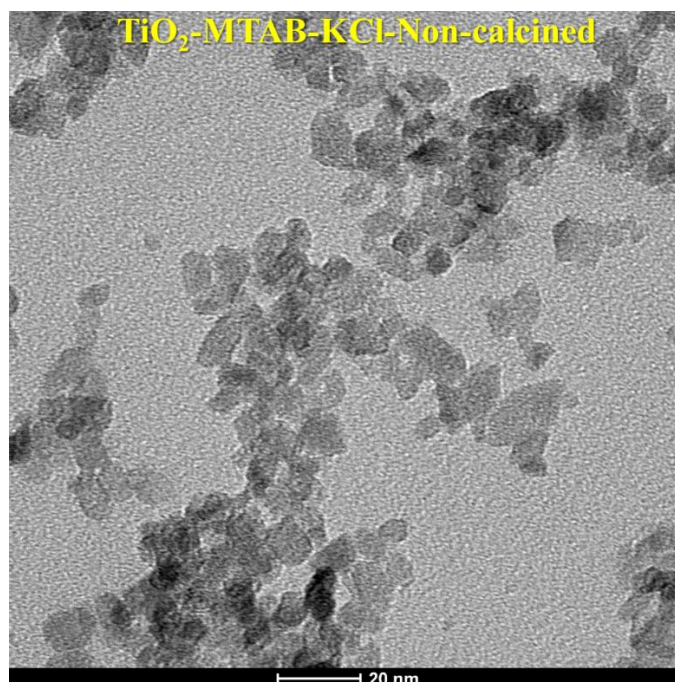
รูปที่ 4.28 BET plot ของอนุภาคนาโน TiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลร่วมกับการปรับปรุงคุณสมบัติด้วย KCl ที่ใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์ และผ่านการ Calcine



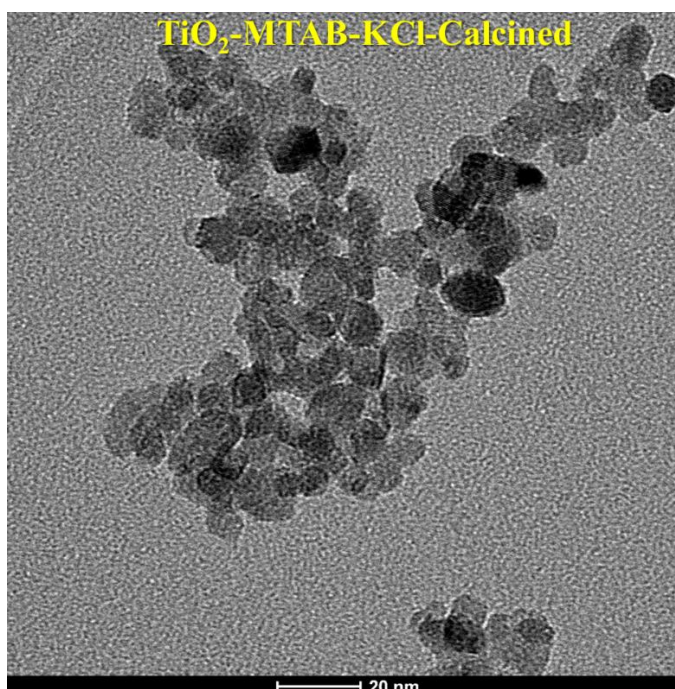
รูปที่ 4.29 TEM, โครงสร้างนาโนและรูพรุนบนอนุภาคนาโน TiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล ร่วมกับการปรับปรุงด้วย Na₂CO₃ ที่ใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์ และไม่ผ่านการ Calcine



รูปที่ 4.30 TEM, โครงสร้างนาโนและรูพรุนบนอนุภาคนาโน TiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล ร่วมกับการปรับปรุงด้วย Na₂CO₃ ที่ใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์ และไม่ผ่านการ Calcine



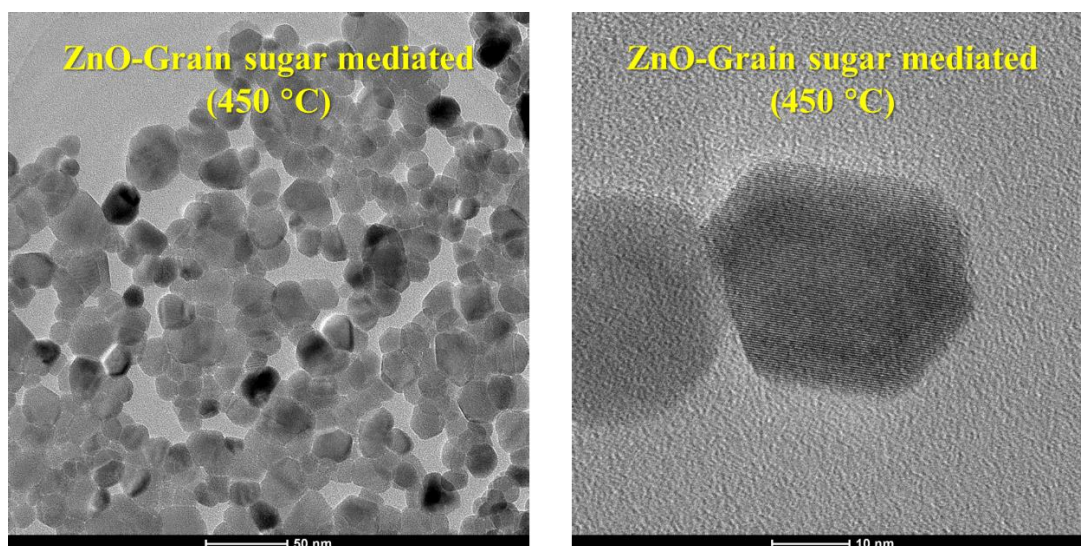
รูปที่ 4.31 TEM, โครงสร้างนาโนและรูพรุนบนอนุภาคนาโน TiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล ร่วมกับการปรับปรุงด้วย KCl ที่ใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์ และไม่ผ่านการ Calcine



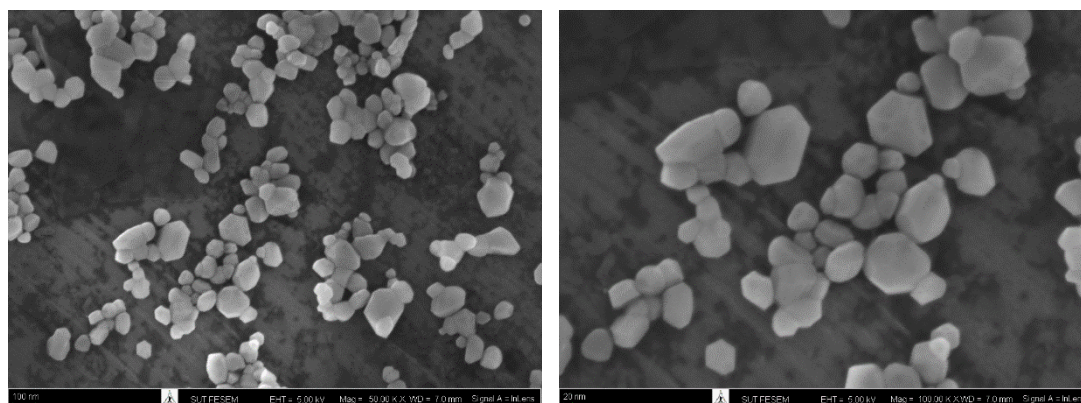
รูปที่ 4.32 TEM, โครงสร้างนาโนและรูพรุนบนอนุภาคนาโน TiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล ร่วมกับการปรับปรุงด้วย KCl ที่ใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์ และผ่านการ Calcine

4.1.3 ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์

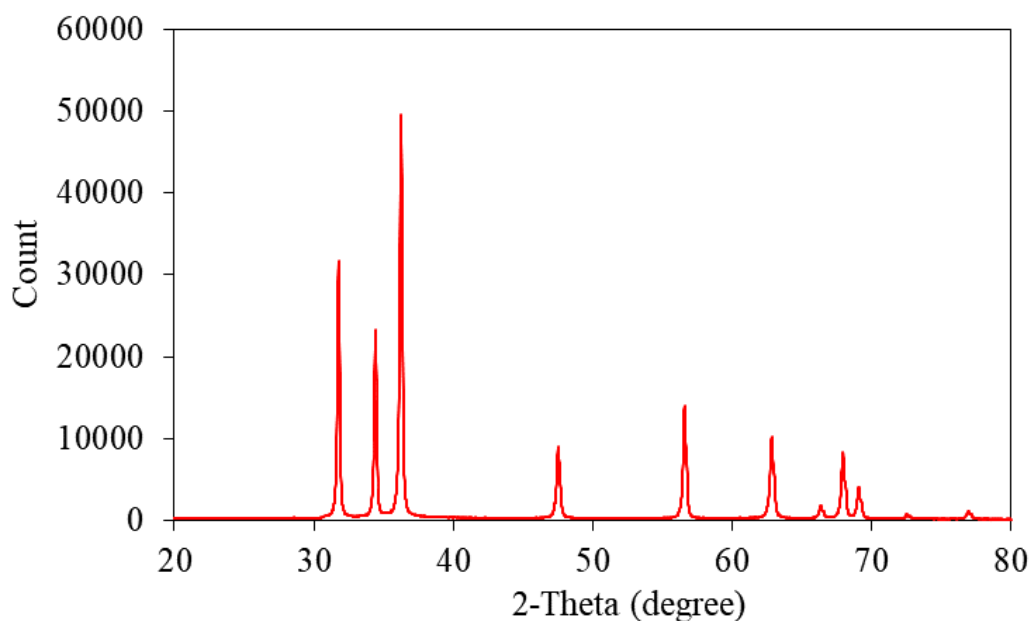
อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เป็นอนุภาคที่สามารถถ่ายโอนอิเล็กตรอนได้ดี สามารถประยุกต์ใช้ได้หลายด้าน ทั้งด้านพลังงาน สิ่งแวดล้อม และการเกษตร งานวิจัยนี้ได้ดำเนินการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์แบบมีรูพรุนด้วยวิธีอย่างง่ายที่ใช้เวลาไม่นานและใช้วัตถุดิบในการสังเคราะห์เพียงไม่กี่ชนิด วัตถุดิบที่ใช้ได้พยายามเลือกใช้วัตถุดิบที่มีราคาถูกและหาได้ง่ายในท้องตลาด และพยายามลดปริมาณพลังงานที่ใช้ในการสังเคราะห์ เมื่อเทียบกับวิธีการสังเคราะห์ที่มีผู้ดำเนินการแล้ว ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโน ZnO มีดังนี้



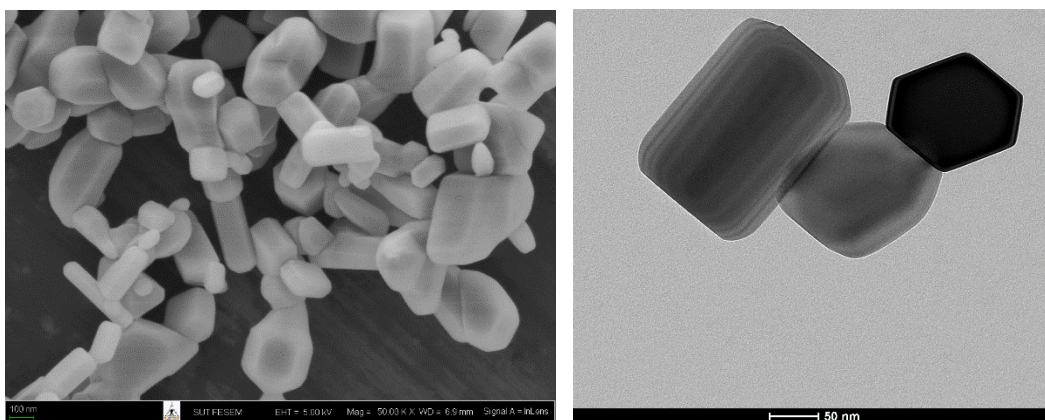
รูปที่ 4.33 TEM, สัณฐานวิทยาเชิงโครงสร้าง รูพรุน และระนาบผลึกของอนุภาคนาโน ZnO ที่สังเคราะห์ด้วยการหลอมน้ำตาลทรายร่วมกับน้ำและสารตั้งต้นของ ZnO ที่อุณหภูมิ 450 °C



รูปที่ 4.34 SEM กำลังขยาย 50KX และ 100KX, สัณฐานวิทยาภายนอกอนุภาค ZnO ที่สังเคราะห์ด้วยการหลอมน้ำตาลทรายร่วมกับน้ำและสารตั้งต้นของ ZnO ที่อุณหภูมิ 450 °C



รูปที่ 4.35 XRD, สเปกตรัมของอนุภาคนาโน ZnO ที่สังเคราะห์ด้วยการหลอมน้ำตาลทรายร่วมกับน้ำ และสารตั้งต้นของ ZnO ที่อุณหภูมิ 450 °C



รูปที่ 4.36 SEM และ TEM , สัณฐานวิทยาภายนอก (ซ้าย) และภายใน (ขวา) ของอนุภาค ZnO ที่มีจำหน่ายในเชิงพาณิชย์, ตามลำดับ

ผลการวิจัยพบว่า อนุภาค ZnO ที่สังเคราะห์ได้ในห้องปฏิบัติการมีขนาดอนุภาคค่อนข้างเล็กกว่าเมื่อเทียบกับอนุภาค ZnO ที่มีจำหน่ายในเชิงพาณิชย์ (เปรียบเทียบภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยาย 50 KX ในรูปที่ 4.34 (ขวา) และรูปที่ 4.36 (ซ้าย) และภาพถ่าย TEM ที่กำลังขยาย 50 KX ในรูปที่ 4.33 (ซ้าย) และรูปที่ 4.36 (ขวา)) ขณะที่รูปทรงอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะใกล้เคียงกับที่มีจำหน่ายในเชิงพาณิชย์ อนุภาคที่สังเคราะห์ได้ ได้รับการยืนยันว่าเป็นอนุภาค ZnO ด้วยสเปกตรัม XRD ดังรูปที่ 4.35 กล่าวคือ สเปกตรัมที่ได้ปรากฏผลการดูดกลืนที่ตำแหน่งเดียวกันกับสเปกตรัมของ

ZnO มาตรฐาน ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโน ZnO แบบมีรูพรุนในงานวิจัยนี้ จะเห็นว่า ผู้วิจัยได้ดำเนินการสังเคราะห์ด้วยวิธีที่ค่อนข้างง่าย สะดวก ใช้เวลาในการสังเคราะห์ (เริ่มตั้งแต่การเตรียมสารที่จำเป็นต้องใช้ในการทำปฏิกิริยาจนกระทั่งได้อนุภาคพร้อมใช้งาน) ค่อนข้างสั้น ประมาณ 2 h ที่สำคัญคือ ใช้สารในการทำปฏิกิริยาเพียงไม่กี่ชนิดเท่านั้น และสามารถขยายสเกลการสังเคราะห์เพื่อให้ได้อนุภาค ZnO จำนวนมากขึ้นในแต่ละครั้งได้ ซึ่งในการวิจัยนี้ ผู้วิจัยได้ทดลองขยายสเกลการสังเคราะห์ของ Islam และคณะขึ้นไป 10 เท่า ซึ่งทำให้ได้ปริมาณอนุภาคนาโน ZnO ครั้งละประมาณ 8-10 กรัม รวมทั้งได้พยายามลดอุณหภูมิในการสังเคราะห์ลงจาก 500 °C มีอยู่ที่ 450 °C ซึ่งพบว่าสามารถดำเนินการได้ ที่สำคัญอีกประการหนึ่งคือ น้ำตาลที่ใช้ในการสังเคราะห์ คือ น้ำตาลทรายขาว (Refined sugar) ซึ่งมีราคาถูกกว่าน้ำตาลซูโครสที่ Islam และคณะใช้กว่า 40 เท่า

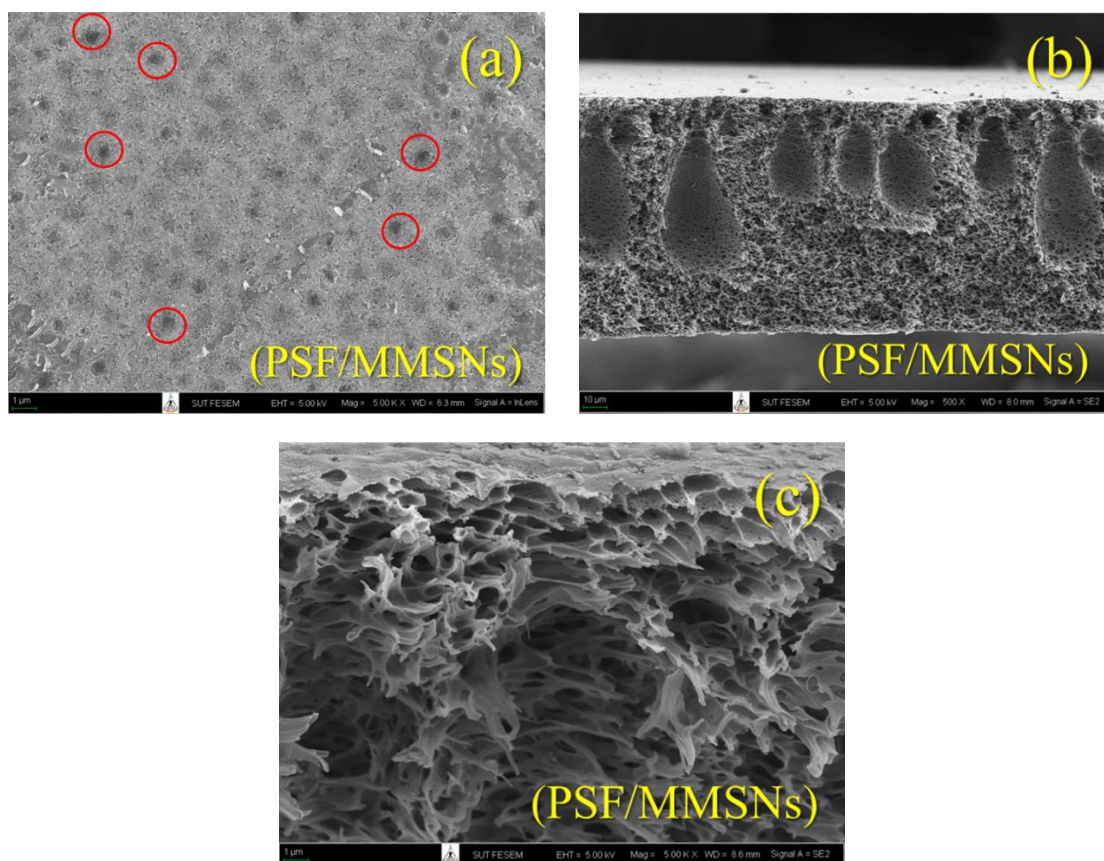
อนุภาคนาโน ZnO เป็นอนุภาคที่มีคุณสมบัติเชิงแสง สามารถให้อิเล็กตรอนได้ดี และมีฤทธิ์ในการยับยั้งการเจริญของเชื้อจุลินทรีย์ทั้งเชื้อแบคทีเรียและเชื้อรา การสังเคราะห์ ZnO ให้ได้จำนวนมากโดยใช้วัตถุดิบในการสังเคราะห์ที่ไม่แพงจึงน่าจะเป็นประโยชน์ต่อการสังเคราะห์และการประยุกต์ใช้งานในด้านต่าง ๆ รูปทรงของอนุภาคนาโน ZnO ขึ้นกับกระบวนการและเงื่อนไขในการสังเคราะห์ ในงานวิจัยนี้ ได้ทดลองผสมอนุภาคนาโน ZnO ในเมตริกซ์ของพอลิซิลิโคน ซึ่งผลการทดลองปรากฏในหัวข้อที่ 4.2.3

4.2 ผลการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาคนาโนแบบมีรูพรุน

งานวิจัยนี้ได้ทดลองเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนโดยใช้พอลิซิลิโคนเป็นพอลิเมอร์ฐาน ขั้นตอนการเตรียมเมมเบรนปรากฏดังรูปที่ 3.8 ในการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมด้วยอนุภาคนาโน วัตถุประสงค์คือ ต้องการเพิ่มสมรรถนะการบำบัดน้ำเสีย ซึ่งในงานวิจัยนี้คำว่าน้ำเสีย จะหมายถึงน้ำที่ปนเปื้อนเกลือโซเดียมคลอไรด์ โดยผู้วิจัยได้จำลองขึ้นด้วยการผสมเกลือโซเดียมคลอไรด์ในน้ำ RO ที่ระดับความเข้มข้น 10 mM และคำว่า “เพิ่มสมรรถนะการบำบัดน้ำเสีย” จึงหมายถึงความสามารถในการกักกันเกลือไว้ได้ของเมมเบรนคอมโพสิต นั่นคือ น้ำที่ผ่านเมมเบรนไปได้จะต้องมีปริมาณความเข้มข้นของเกลือลดลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเทียบกับน้ำที่ยังไม่ได้ผ่านเมมเบรน ซึ่งโดยทั่วไป สมรรถนะของเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาคนาโนชนิดต่าง ๆ จะดีขึ้นหรือไม่ ขึ้นกับหลายปัจจัย ปัจจัยที่สำคัญอันหนึ่งคือ ความเข้ากันได้ระหว่างเมตริกซ์ของพอลิเมอร์กับอนุภาคนาโนและการกระจายตัวของอนุภาคนาโน รวมทั้งโครงสร้างพื้นฐานวิทยาของพอลิเมอร์ฐานที่เปลี่ยนแปลงไปเนื่องจากการเติมด้วยอนุภาคนาโน เพราะฉะนั้นในหัวข้อที่ 4.2.1 ถึง 4.2.3 ผู้วิจัยจึงแสดงผลของการเติมอนุภาคนาโนที่มีต่อโครงสร้างพื้นฐานวิทยาและการกระจายตัวของอนุภาคในเมตริกซ์ของพอลิซิลิโคนที่ถูกใช้เป็นพอลิเมอร์ฐาน

4.2.1 ผลการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาค MMSNs

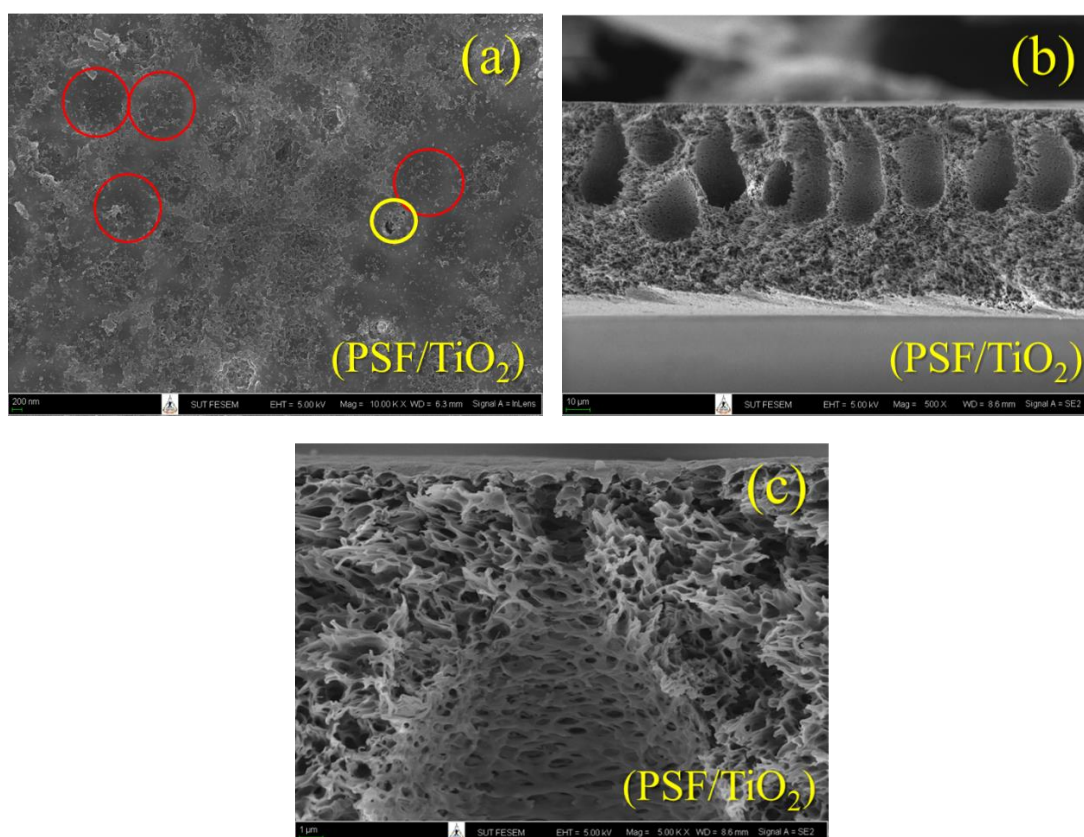
เมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่ใช้พอลิซิลิโคนเป็นพอลิเมอร์ฐานที่เติมด้วยอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีรูพรุนระดับไมโครและเมโซ (Micro and meso-porous silica nanoparticles, MMSNs) ถูกเตรียมขึ้นในงานวิจัยนี้ เพื่อศึกษาผลของอนุภาคที่เติมในเมตริกซ์ของพอลิเมอร์ฐาน ตัวอย่างเมมเบรนที่เตรียมได้ทั้งที่ไม่เติมและที่เติมด้วยอนุภาคนาโน ถูกนำไปวิเคราะห์โครงสร้างสัณฐานวิทยาและการกระจายของอนุภาคนาโนในเมตริกซ์ของเมมเบรนด้วยเทคนิค SEM ดังแสดงในรูปที่ 4.37 ซึ่งจะเห็นในรูปที่ 4.37 (a) ว่า ปรากฏเงาของรูพรุนขนาดเล็กอยู่ใต้ผิวบนของเมมเบรน และโครงสร้างภายในภาคตัดขวางปรากฏโครงสร้างคล้ายหยดน้ำ (Water-drop-like structure) ที่บริเวณใกล้ผิวด้านบนของเมมเบรน และเป็นโครงสร้างที่มีรูพรุนหนาแน่น เมื่อส่องด้วย SEM ที่กำลังขยายสูงขึ้น จะพบว่าอนุภาคนาโนที่เติมในเมตริกซ์ของพอลิเมอร์เกาะกลุ่มกันในบางบริเวณ ตรงบริเวณรอยต่อระหว่างผิวบน (Top surface) และจะปรากฏโครงสร้างคล้ายหยดน้ำมากกว่าด้านล่าง



รูปที่ 4.37 สัณฐานวิทยาของเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมด้วยอนุภาค MMSNs, (a) ผิวหน้า, (b) ภาคตัดขวางตลอดความหนา และ (c) ภาคตัดขวางแสดงโครงสร้างที่บริเวณรอยต่อระหว่างผิวบนและโครงสร้างภายในของเมมเบรน

4.2.2 ผลการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาค TiO_2

รูปที่ 4.38 ภาพถ่าย SEM แสดงสัณฐานวิทยาของเมมเบรนคอมโพสิตของพอลิซัลโฟนที่เติมด้วยอนุภาคนาโน TiO_2 รูปที่ 4.38 (a) แสดงลักษณะทางกายภาพของผิวบน (Top surface) ของเมมเบรน ซึ่งจะเห็นว่าบริเวณเกือบทั้งหมดปรากฏเงาของรูพรุนได้ชั้นบาง ๆ (วงกลมใหญ่, สีแดง) และมีรูพรุนปรากฏชัดเจนในบางบริเวณ (วงด้วยวงกลมเล็ก, สีเหลือง) ผลการเปรียบเทียบขนาดกับสเกลที่กำหนดไว้ตรงด้านล่างซ้ายของภาพ (a) พบว่า รูพรุนมีขนาดค่อนข้างใหญ่ โดยมีขนาดใหญ่กว่า 200 nm

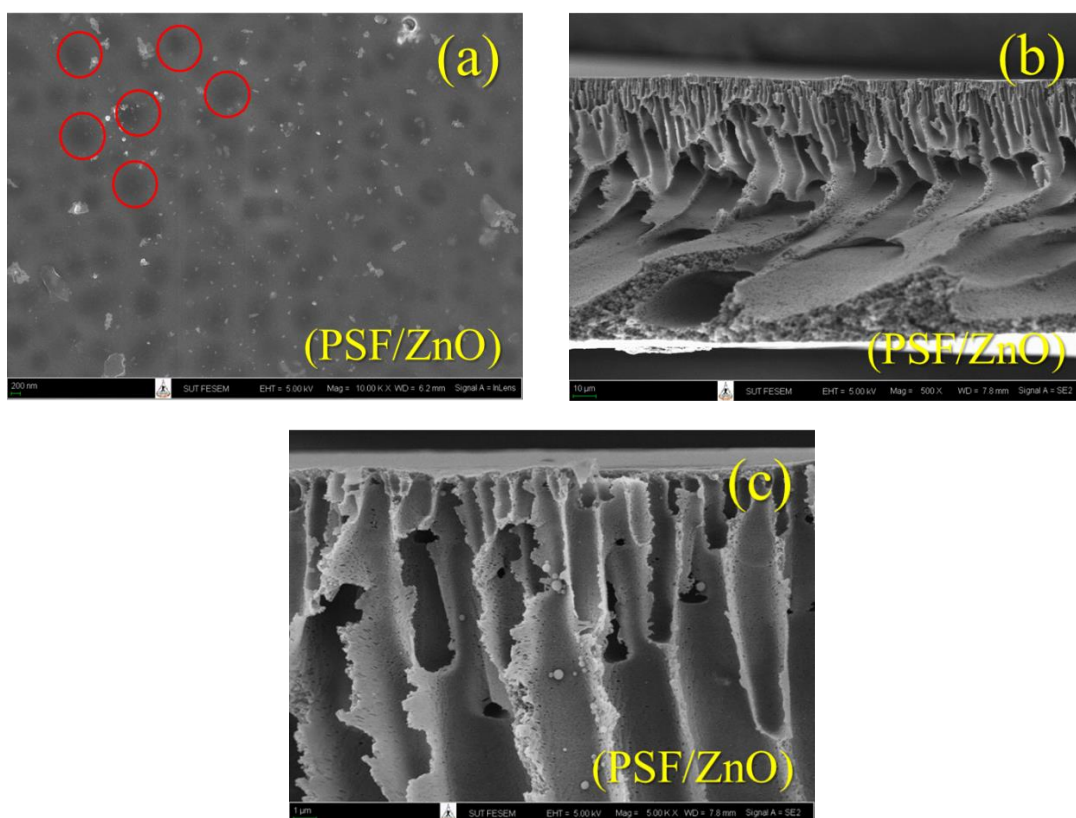


รูปที่ 4.38 สัณฐานวิทยาของเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมด้วยอนุภาค TiO_2 , (a) ผิวหน้า, (b) ภาคตัดขวางตลอดความหนา และ (c) ภาคตัดขวางแสดงโครงสร้างที่บริเวณรอยต่อระหว่างผิวบนและโครงสร้างภายในของเมมเบรน

รูปที่ 4.38 (b) และ (c) เป็นภาพภาคตัดขวางแสดงให้เห็นโครงสร้างภายในเมมเบรนตลอดความหนาและโครงสร้างตรงบริเวณรอยต่อระหว่างผิวบนและภายในเมมเบรน ในรูปที่ 4.38 (b) จะเห็นชัดเจนว่า มีรูพรุนที่มีรูปร่างคล้ายหยดน้ำกระจายตัวเอียงขึ้นไปทางผิวบน ขณะที่ด้านล่างจะมีรูพรุนคล้ายฟองน้ำกระจายอย่างสม่ำเสมอ เมื่อเพิ่มกำลังขยายของภาพ SEM จาก 500 เท่า (รูป (b))

ไปเป็น 5000 เท่า และโฟกัสไปที่ผิวบนและโครงสร้างใต้ผิวจะเห็นว่า ผิวนิรของรูพรุนคล้ายหยดน้ำจะมีรูพรุนกระจายตัวอยู่ทั่วทั้งปริมาตรรูพรุน ซึ่งแสดงให้เห็นว่ารูพรุนภายในเมมเบรนเป็นรูพรุนที่เปิดถึงกันตลอด โดยจะสังเกตเห็นการเกาะกลุ่มกันเล็กน้อยของอนุภาคนาโน TiO_2 ในบางบริเวณ ในการวิจัยนี้ได้เตรียมเมมเบรนด้วยวิธีการเปลี่ยนเฟสในน้ำ ซึ่งขั้นตอนการขึ้นรูปเมมเบรนเริ่มจากการเทสารละลายพอลิเมอร์ที่ผสมหรือเติมอนุภาคนาโนแล้วบนแผ่นกระจกเรียบ แห้งและสะอาด แล้วปาดขึ้นรูปทันทีด้วยแท่งแก้ว โดยควบคุมความหนาเริ่มต้นไว้ที่ประมาณ $150\text{ }\mu\text{m}$ ทันทีที่ปาดขึ้นรูปเสร็จแล้ว จึงยกแผ่นกระจกนั้นลงจุ่มในน้ำสะอาดให้สารละลายพอลิเมอร์เกิดการเปลี่ยนเฟสด้วยการแลกเปลี่ยนระหว่างตัวทำละลาย (NMP) และตัวไม่ทำละลาย (น้ำ) ซึ่งสามารถสังเกตการเปลี่ยนเฟสได้ง่ายโดยสังเกตจากการเปลี่ยนสีของสารละลายพอลิเมอร์บนแผ่นกระจกจากสีใสเป็นสีขาว

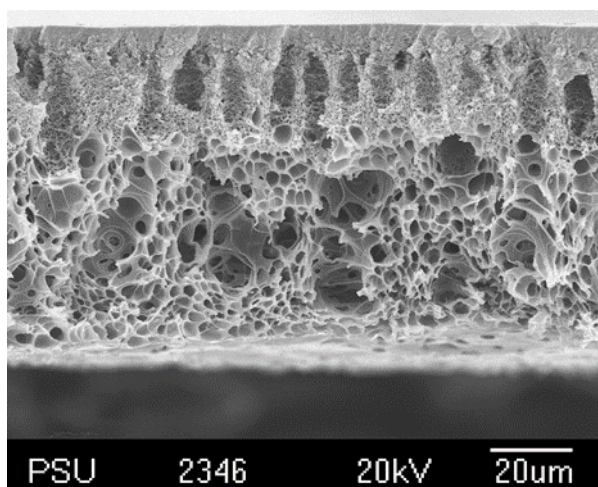
4.2.3 ผลการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาค ZnO



รูปที่ 4.39 สัณฐานวิทยาของเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมด้วยอนุภาค ZnO, (a) ผิวหน้า, (b) ภาคตัดขวางตลอดความความหนา และ (c) ภาคตัดขวางแสดงโครงสร้างที่บริเวณรอยต่อระหว่างผิวบนและโครงสร้างภายในของเมมเบรน

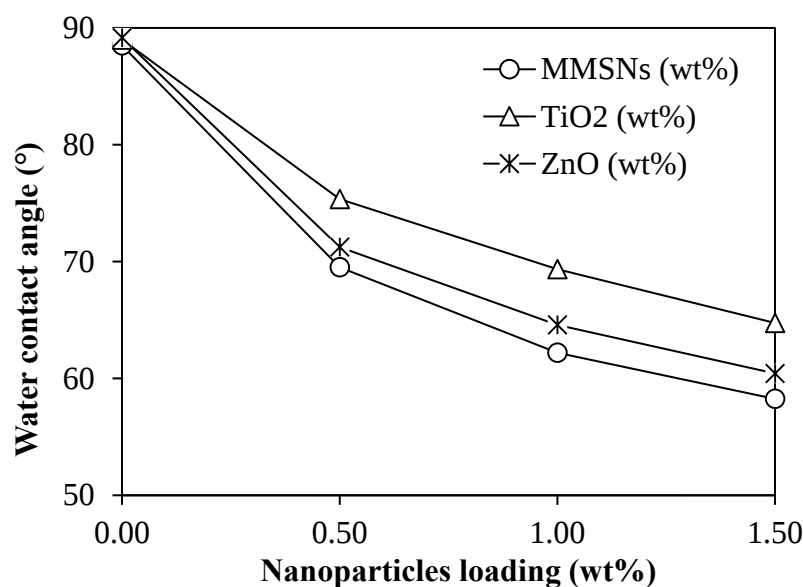
สำหรับเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาค ZnO ผลการวิเคราะห์ด้วย SEM ดังที่แสดงในรูปที่ 4.39 พบว่า เมมเบรนที่ได้เป็นเมมเบรนที่มีรูพรุนในแนวภาคตัดขวาง (รูปที่ 4.39 (b)) จากด้านบนลงสู่ด้านล่าง และเมื่อสังเกตที่ผิวบนของเมมเบรน (รูปที่ 4.39 (a)) จะปรากฏเงาของรูพรุนอยู่ใต้ชั้นบาง ๆ ของพอลิเมอร์ และมีบางบริเวณที่ตรวจพบรูพรุนเปิดสู่ผิวบนของเมมเบรนด้วย สำหรับภาพถ่าย SEM ดังรูปที่ 4.39 (c) จะแสดงโครงสร้างที่กำลังขยาย 5000 เท่า ซึ่งจะเห็นการกระจายตัวของอนุภาค ZnO โดยพบการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคบนผนังรูพรุนที่มีรูปร่างคล้ายนิ้วมือ และวางตัวในแนวจากผิวบนลงสู่ผิวด้านล่าง (bottom surface) ในกรณีของการเติมอนุภาคนี้นี้ในเมทริกซ์ของพอลิซิลิโคน จะเห็นว่า ผนังของรูพรุนคล้ายนิ้วมือมีรูพรุนขนาดเล็กเปิดเชื่อมถึงกันกับรูพรุนที่อยู่ติดกัน อย่างไรก็ตาม เมื่อเปรียบเทียบขนาดของรูพรุนบนผนังรูพรุนใหญ่กับกรณีการเติมด้วยอนุภาค MMSNs และ TiO_2 จะพบว่า รูพรุนมีขนาดเล็กกว่าอย่างชัดเจน

ผลการพิจารณาทั้งกรณีที่ได้เติมด้วย MMSNs, TiO_2 และ ZnO สรุปได้ว่า เมมเบรนคอมโพสิตที่ได้มีโครงสร้างภายในแตกต่างกัน กรณีที่เติมด้วย MMSNs และ TiO_2 จะปรากฏโครงสร้างคล้ายหยดน้ำ ขณะที่การเติมด้วย ZnO จะทำให้ได้เมมเบรนคอมโพสิตที่มีโครงสร้างรูพรุนคล้ายนิ้วมือปรากฏอย่างชัดเจน แต่เป็นรูพรุนที่มีการหักงอจากผิวบนลงสู่ผิวด้านล่าง ลักษณะที่เหมือนกันของเมมเบรนทั้ง 3 กรณี คือ โครงสร้างรูพรุนเป็นโครงสร้างที่มีรูพรุนเปิดเชื่อมถึงกันตลอด ต่างกันเฉพาะขนาดเท่านั้น และโครงสร้างรูพรุนขนาดเล็กที่เกิดขึ้น เป็นโครงสร้างรูพรุนคล้ายฟองน้ำ เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบกับกรณีที่ไม่ได้เติมอนุภาคนาโน ดังรูปที่ 4.40 จะเห็นว่าโครงสร้างรูพรุนของเมมเบรนพอลิซิลิโคนมีการเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจน โดยเฉพาะกรณีที่เติมด้วยอนุภาคนาโน ZnO ในกรณีที่ไม่ได้เติมอนุภาคนาโน จะเห็นว่า โครงสร้างรูพรุนจากผิวบนสู่ผิวด้านล่างจะเป็นแบบหยดน้ำและแบบฟองน้ำตามลำดับ เฉพาะในส่วนที่มีโครงสร้างคล้ายฟองน้ำ (Sponge-like structure) จะเป็นรูพรุนที่ไม่สม่ำเสมอ



รูปที่ 4.40 ภาพถ่าย SEM แสดงสัณฐานวิทยาโครงสร้างภาคตัดขวางเมมเบรนพอลิซิลิโคนบริสุทธิ์

นอกจากการตรวจสอบโครงสร้างด้วยเทคนิค SEM ยังได้ตรวจสอบคุณสมบัติความชอบน้ำของผิวเมมเบรนด้วยการวัดมุมสัมผัสของน้ำบริสุทธิ์ ผลการทดสอบมุมสัมผัสของน้ำปรากฏดังรูปที่ 4.41 จะเห็นว่า เมื่อความเข้มข้นของอนุภาคเพิ่มขึ้น มุมสัมผัสของน้ำจะลดลง แสดงให้เห็นว่า ผิวเมมเบรนชอบน้ำมากขึ้นเมื่อปริมาณอนุภาคนาโนในเมตริกซ์ของเมมเบรนเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตาม การเพิ่มขึ้นของความชอบน้ำจะเพิ่มมากในช่วงแรกและจะค่อย ๆ อิ่มตัวหรือมีแนวโน้มอิ่มตัวตามสมบัติความชอบน้ำของอนุภาคนาโนที่เติมลงไปในเมตริกซ์ของเมมเบรน เปรียบเทียบระหว่างอนุภาคนาโน MMSNs, TiO_2 และ ZnO จะเห็นว่า ที่ระดับความเข้มข้นของอนุภาคนาโนเท่ากัน ผิวบนของเมมเบรนที่เติมด้วย MMSNs มีความชอบน้ำมากที่สุด ซึ่งอาจเป็นผลจากหมู่ไฮดรอกซิล (Si-OH) ซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันที่ปรากฏโดยทั่วไปเมื่อ MMSNs ถูกสังเคราะห์ด้วยวิธีการควบแน่น

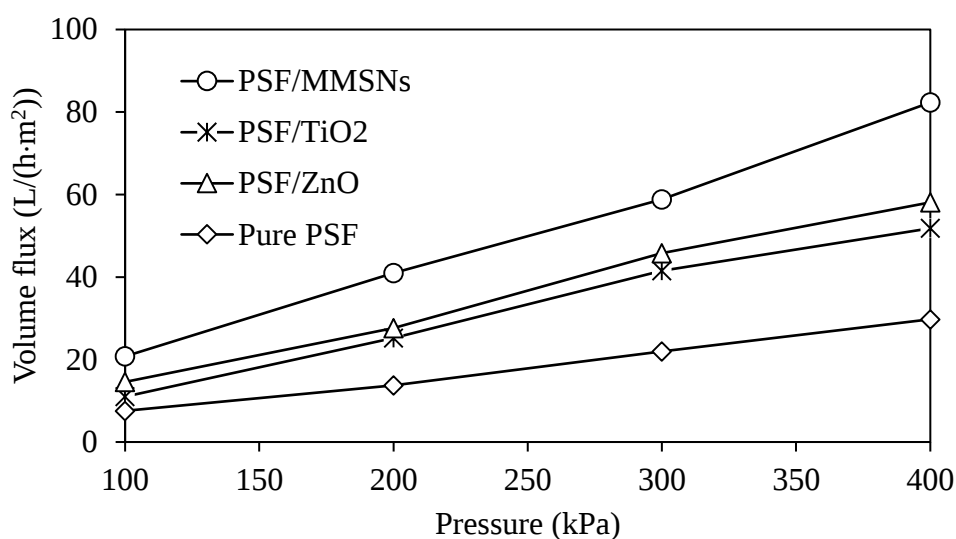


รูปที่ 4.41 มุมสัมผัสของน้ำของเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาค MMSNs, TiO_2 และ ZnO

4.3 ผลการทดสอบสมรรถนะของเมมเบรนคอมโพสิตนาโนในการบำบัดน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือ

หลังจากทดสอบคุณลักษณะของเมมเบรนแล้ว ผู้วิจัยได้ดำเนินการทดสอบสมรรถนะการกักกันเกลือและฟลักซ์การซึมผ่านของน้ำบริสุทธิ์ของเมมเบรนคอมโพสิตและเมมเบรนพอลิซัลโฟนาบริสุทธิ์ในห้องปฏิบัติการ โดยใช้ระบบต้นแบบที่ได้ออกแบบ และสร้างขึ้น ผลการทดลองปรากฏดังรูปที่ 4.42 ถึง 4.43 ซึ่งจะเห็นจากรูปที่ 4.42 ว่า ฟลักซ์การซึมผ่านของน้ำบริสุทธิ์ของเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วย MMSNs มีค่าสูงสุดสอดคล้องกับคุณสมบัติความชอบน้ำของเมมเบรนและพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาค MMSNs ที่มีค่าสูงที่สุดเมื่อเทียบกับ TiO_2 และ ZnO ขณะที่ฟลักซ์การซึมผ่านน้ำ

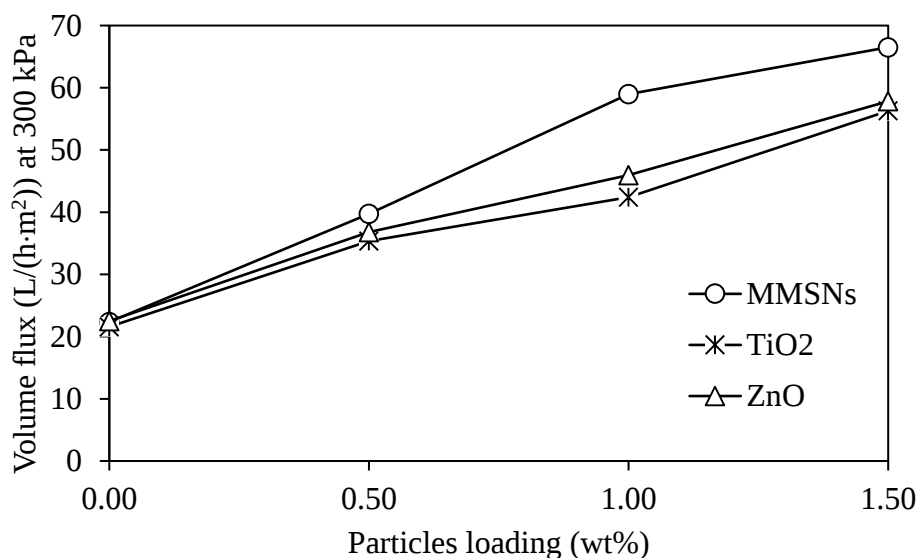
ของเมมเบรนพอลิซัลโฟนบิสฟลูออรีนที่ค่อนข้างต่ำเนื่องจากผิวเมมเบรนค่อนข้างไม่ชอบน้ำ กล่าวคือ มุมสัมผัสของน้ำที่ผิวของเมมเบรนพอลิซัลโฟนบิสฟลูออรีนมีค่าโดยเฉลี่ยเท่ากับ 88.88° นอกจากนี้ ชั้นเลือกผ่านที่บริเวณใกล้ผิวบนของเมมเบรนบิสฟลูออรีนยังค่อนข้างอัดแน่นและหนา ขณะที่ชั้นเลือกผ่านของเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาคนาโนทั้ง 3 ชนิดค่อนข้างบาง และความชอบน้ำสูงกว่า พลิกซ์ของน้ำบิสฟลูออรีนที่ซึมผ่าน จึงสูงกว่า ในงานวิจัยนี้ได้ทดสอบพลิกซ์การซึมผ่านของน้ำบิสฟลูออรีนที่ความดัน 100, 200, 300 และ 400 kPa และใช้เวลาในการทดสอบครั้งละ 15 min น้ำที่ซึมผ่านเมมเบรนถูกรวบรวมและชั่ง จะเห็นว่า พลิกซ์การซึมผ่านเพิ่มขึ้นตามความดันที่ใช้ในการทดสอบ



รูปที่ 4.42 พลิกซ์การซึมผ่านน้ำบิสฟลูออรีนที่ความดัน 100 – 400 kPa ของเมมเบรนพอลิซัลโฟนบิสฟลูออรีน (Pure PSF) และเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมด้วย MMSNs, TiO_2 และ ZnO

จากรูปที่ 4.42 พลิกซ์การซึมผ่านน้ำบิสฟลูออรีนของเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาคนาโนมีค่าสูงกว่าเมมเบรนพอลิซัลโฟนบิสฟลูออรีน ที่ทุกความดัน พลิกซ์ของน้ำบิสฟลูออรีนสูงสุดของเมมเบรนพอลิซัลโฟนบิสฟลูออรีน (Pure PSF) และเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วย MMSNs, TiO_2 และ ZnO ในปริมาณ 1.0 wt% ที่ความดัน 400 kPa เท่ากับ 29.76, 82.31, 51.81 และ 58.10 $\text{L}/(\text{h}\cdot\text{m}^2)$ ตามลำดับ

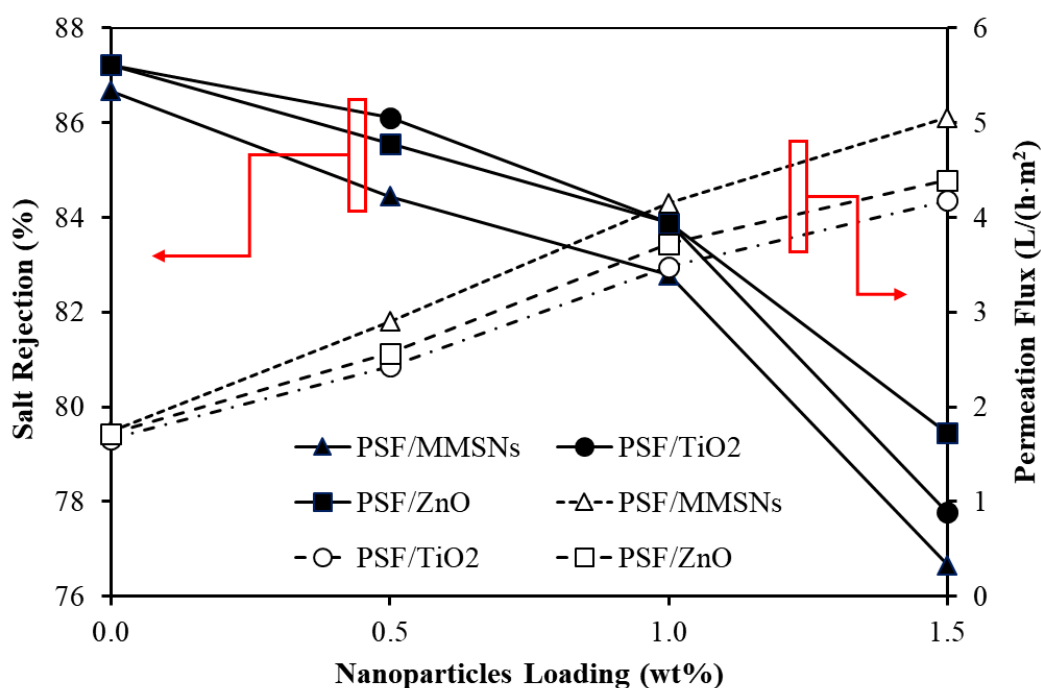
รูปที่ 4.43 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของอนุภาคนาโนและพลิกซ์การซึมผ่านของน้ำบิสฟลูออรีน ที่ความดันคงที่ 300 kPa จะเห็นว่า พลิกซ์ของน้ำบิสฟลูออรีนเพิ่มขึ้น เมื่อปริมาณของอนุภาคนาโนในเมตริกซ์ของเมมเบรนพอลิเมอร์เพิ่มขึ้น สอดคล้องกับผลการทดสอบพลิกซ์ของน้ำบิสฟลูออรีนที่ความดันต่าง ๆ คือ พลิกซ์น้ำบิสฟลูออรีนของเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมด้วย MMSNs 1.50 wt% มีค่าสูงสุดที่ประมาณ 66.51 $\text{L}/(\text{h}\cdot\text{m}^2)$



รูปที่ 4.43 ความสัมพันธ์ระหว่างฟลักซ์ของน้ำบริสุทธิ์และปริมาณอนุภาค MMSNs, TiO₂ และ ZnO ที่เติมในเมตริกซ์ของพอลิซิลโฟน

นอกจากนี้ยังได้ทดสอบค่าการกักกันเกลือโซเดียมคลอไรด์ โดยการจำลองน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือด้วยการละลายเกลือโซเดียมคลอไรด์ในน้ำรีเวิร์สออสโมซิสที่ระดับความเข้มข้น 10 mM สารละลายเกลือจะถูกป้อน (Feed) ผ่านปั๊มเข้าสู่โมดูลเมมเบรน ที่ติดตั้งเมมเบรนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 47.0 mm ซึ่งเมมเบรนนี้จะมีพื้นที่ยังผล (Effective area) ประมาณ $11.94 \times 10^{-4} \text{ m}^2$ ก่อนการทดสอบการกักกันเกลือ สารละลายจะถูกปล่อยให้ไหลผ่านระบบ ผ่านปั๊ม เข้าสู่เมมเบรนและไหลวนกลับสู่ภาชนะบรรจุ (ปีเกอร์ขนาด 3000 ml) ทาง Retentate เป็นเวลา 30 นาที ในการวิจัยนี้เลือกใช้ความเข้มข้นของสารละลายเกลือสำหรับทดสอบการกักกันเกลือเพียงหนึ่งความเข้มข้นเท่านั้น โดยได้ทดสอบเบื้องต้นเพื่อศึกษาความสามารถในการกักกันเกลือของเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมด้วยอนุภาคนาโนเท่ากับ 0.5, 1.0 และ 1.5 wt% และฟลักซ์การซึมผ่านสารละลายเปรียบเทียบกับกรณีที่ไม่เติมอนุภาค เพื่อทดสอบเปอร์เซ็นต์การกักกันเกลือ (% Salt rejection) สารละลายเกลือหรืออิเล็กโทรไลต์ทางด้าน Feed และด้าน Permeate ถูกนำไปวัดค่าความนำไฟฟ้า (Electrical conductivity, mS/cm) ผลการทดสอบแสดงดังรูปที่ 4.44 จากรูปจะเห็นชัดเจนว่า ฟลักซ์การซึมผ่านสารละลายจะเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มขึ้นของความเข้มข้นของอนุภาคนาโนในเมตริกซ์ของเมมเบรนพอลิเมอร์ ขณะที่ค่าเปอร์เซ็นต์การกักกันเกลือลดลงเมื่อความเข้มข้นของอนุภาคนาโนในเมตริกซ์ของเมมเบรนพอลิเมอร์เพิ่มขึ้น นอกจากนี้เราพบว่า ฟลักซ์การซึมผ่านสารละลายเกลือโซเดียมคลอไรด์ ที่ระดับความดันเดียวกันมีค่าต่ำกว่าการซึมผ่านของน้ำบริสุทธิ์ ซึ่งเป็นผลจากการเกิดอันตรกิริยาระหว่างโมเลกุลของน้ำและของโซเดียมคลอไรด์ ในส่วนของเปอร์เซ็นต์การกักกันเกลือ จะ

พบว่าค่าการกักกันเกลือยังค่อนข้างต่ำเนื่องจากโครงสร้างชั้นเลือกผ่าน (ผิวบนและชั้นใต้ผิวบนของเมมเบรน) ของเมมเบรนปรากฏรูพรุนในบางจุดทำให้ค่าการเลือกให้ผ่านหรือค่าการกักกันยังอยู่ในระดับที่ค่อนข้างต่ำคือ ไม่ถึง 90% อย่างไรก็ตาม ระบบต้นแบบที่สร้างขึ้น สามารถใช้ในการทดสอบสมรรถนะการแยกระหว่างเกลือกับน้ำของเมมเบรนคอมโพสิตได้เป็นอย่างดี ไม่มีการรั่วไหลของสารละลายระหว่างการทดสอบ



รูปที่ 4.44 พลั๊กซ์การซึมผ่านและการเปอร์เซ็นต์การกักกันเกลือของเมมเบรนที่เติมด้วยอนุภาคนาโน MMSNs, TiO₂ และ ZnO ที่ระดับความเข้มข้น 0.0, 0.5, 1.0 และ 1.5 wt% (ความดัน 300 kPa)

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง วิจัยและข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้มีเป้าหมายคือ ให้ได้ต้นแบบระบบที่ใช้เทคโนโลยีนาโนร่วมกับเทคโนโลยีเมมเบรน ที่ผ่านการทดสอบเบื้องต้นในห้องปฏิบัติการสำหรับการบำบัดน้ำเสียจากโรงงานและชุมชน โดยเฉพาะการแยกเกลือออกจากน้ำ นอกจากนี้ยังมีเป้าหมายในการพัฒนาสมรรถนะของเมมเบรนคอมโพสิตที่เป็นหัวใจสำคัญของระบบและระบบประกอบที่จำเป็นด้วย และเพื่อไปสู่เป้าหมายดังกล่าว ผู้วิจัยได้กำหนดวัตถุประสงค์นำทางไว้ กล่าวคือ (1) เพื่อสังเคราะห์วัสดุนาโนที่เหมาะสมสำหรับการประยุกต์ใช้ในการบำบัดน้ำ โดยเฉพาะน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือ (2) เพื่อพัฒนาสมรรถนะการแยกสารของเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมด้วยวัสดุนาโนชนิดต่าง ๆ และ (3) เพื่อออกแบบ สร้างและทดสอบระบบต้นแบบที่ใช้เทคโนโลยีเมมเบรนและนาโนเทคโนโลยีในการทดสอบบำบัดน้ำเสียจากชุมชนหรือโรงงานอุตสาหกรรม ซึ่งในการวิจัยนี้ได้จำลองน้ำเสียปนเปื้อนเกลือด้วยการละลายเกลือโซเดียมคลอไรด์ในน้ำรีเวิร์สออสโมซิส

5.1 การสังเคราะห์วัสดุนาโนแบบมีรูพรุน

ผลการวิจัยสรุปได้ว่า สามารถสังเคราะห์วัสดุนาโนหรืออนุภาคนาโนแบบมีรูพรุนมากได้สำเร็จ โดยได้สังเคราะห์วัสดุนาโน 3 ชนิดคือ อนุภาคซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) ที่มีรูพรุนระดับมีโซและไมโครที่มีรูพรุนทรงกลม (MMSNs) อนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีรูพรุนมาก (TiO_2) และอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่มีรูพรุน (ZnO) ด้วยวิธีอย่างง่าย การสังเคราะห์ MMSNs ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงสุดถึง $952.89 \text{ m}^2/\text{g}$ สามารถทำได้ด้วยวิธีการควบแน่นร่วมแบบใช้แม่พิมพ์ โดยใช้สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นสารตัวเร่งร่วมกับเอทานอล และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเพียง 3 h เท่านั้น อย่างไรก็ตามอนุภาคที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้จะเป็นอนุภาคที่มีขนาดค่อนข้างใหญ่ และการกระจายขนาดอนุภาคค่อนข้างมาก แม้ขนาดอนุภาคจะต่างกันแต่รูพรุนที่ปรากฏบนอนุภาคค่อนข้างสม่ำเสมอและอยู่อย่างหนาแน่น ทำให้ขนาดพื้นที่ผิวมีค่ามาก นอกจากจะสามารถสังเคราะห์โดยใช้สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์และเอทานอลเป็นสารตัวเร่งและใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์แล้ว ยังสามารถสังเคราะห์อนุภาค MMSNs ที่มีขนาดอนุภาคสม่ำเสมอ มีรูพรุนที่มีขนาดระดับมีโซและไมโครกระจายทั่วทั้งอนุภาค และอนุภาคมีขนาดเล็กประมาณ 100 nm ได้ด้วยวิธีควบแน่นภายใต้สภาวะสองเฟส โดยใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์หลัก ใช้ DMHA, PVP, S-770, PEG เป็นแม่พิมพ์ร่วม และใช้ LAG กับ CHX เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและเป็นเฟสที่สอง ตามลำดับ นอกจากนี้อนุภาค MMSNs ที่ได้ยังกระจายตัวกันอย่างสม่ำเสมอด้วย อย่างไรก็ตามการสังเคราะห์ในแบบสองเฟสนี้ใช้เวลาในการสังเคราะห์ค่อนข้างนาน กล่าวคือนานกว่าวิธีควบแน่นร่วมแบบเฟสเดียวหลายเท่า สำหรับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ ได้ข้อสรุปว่า สามารถสังเคราะห์อนุภาค TiO_2 ที่มีพื้นที่ผิวมากได้

กล่าวคือ อนุภาค TiO_2 ที่ได้สังเคราะห์ขึ้นในงานวิจัยนี้มีพื้นที่ผิวสูงสุดอยู่ที่ประมาณ $213.62 \text{ m}^2/\text{g}$ ซึ่งสูงกว่า TiO_2 (P25) ที่มีจำหน่ายในทางการค้ากว่า 4 เท่า ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลแบบใช้ MTAB และ CTAB เป็นแม่พิมพ์ ที่อุณหภูมิต่ำ ได้ ที่สำคัญคือ อนุภาคที่ได้มีขนาดเล็กและอนุภาคที่มีพื้นที่ผิวสูงสุดเป็นอนุภาคที่ไม่ต้องผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง อย่างไรก็ตามผู้วิจัยยังไม่ได้ศึกษาเฟสของอนุภาค TiO_2 ที่สังเคราะห์ได้ โดยจะทำการศึกษาและรายงานผลในการเขียนต้นฉบับเพื่อการตีพิมพ์เผยแพร่ผลงานวิจัยในวารสารวิชาการต่อไป ในการสังเคราะห์ TiO_2 นี้ แม่พิมพ์จะถูกกำจัดออกโดยการล้างหลาย ๆ ครั้งด้วยสารละลายเอทานอล ร่วมกับการเผาที่อุณหภูมิ 350°C เป็นเวลา 5 h การสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้จะใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 12 h และก่อนที่อนุภาคจะถูกเผา อนุภาคจะถูกปรับปรุงสมบัติผิวด้วย KCl หรือ Na_2CO_3 ที่อุณหภูมิ 40°C จำนวน 5 h ซึ่งผลสรุปคือ การปรับปรุงด้วย KCl และ Na_2CO_3 สามารถเพิ่มพื้นที่ผิวได้ สำหรับผลสรุปจากการสังเคราะห์อนุภาคนาโน ZnO ด้วยวิธีอย่างง่าย ใช้เวลาในการสังเคราะห์น้อยและใช้วัสดุตั้งต้นน้อยชนิด ได้แก่ สารตั้งต้นของ TiO_2 , น้ำดีไอ และน้ำตาลทรายขาว วิธีการสังเคราะห์คือ ให้สารตั้งต้นและน้ำเกิดปฏิกิริยาในสภาวะการหลอมของน้ำตาลทรายที่อุณหภูมิ 450°C อนุภาค ZnO ที่ได้มีขนาดอนุภาคเล็กกว่าที่มีจำหน่ายในท้องตลาด น้ำตาลที่ใช้มีราคาถูกกว่าน้ำตาลทางเคมีกว่า 40 เท่า ซึ่งทำให้ต้นทุนในการสังเคราะห์ถูกกว่ามาก นอกจากนี้ การสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้นี้ยังได้อนุภาคที่มีความบริสุทธิ์ค่อนข้างสูงด้วย

เพราะฉะนั้น การวิจัยในส่วนของการสังเคราะห์อนุภาคนาโนจึงบรรลุตามวัตถุประสงค์ที่กำหนดไว้

5.2 การพัฒนาสมรรถนะของเมมเบรนคอมโพสิตนาโนโดยการเติมด้วยอนุภาคนาโนแบบมีรูพรุน

ในการวิจัยนี้ผู้วิจัยได้เตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนโดยการเติมอนุภาคนาโน MMSNs, TiO_2 และ ZnO ในเมตริกซ์ของเมมเบรนพอลิซัลโฟน ในปริมาณ 0.5, 1.0 และ 1.5 wt% ผลการวิจัยสรุปได้ว่า การเติมด้วยอนุภาคนาโนแบบมีรูพรุนทำให้เกิดการเปลี่ยนโครงสร้างรูพรุนของเมมเบรนพอลิซัลโฟนได้ และในการวิจัยนี้สามารถเตรียมเมมเบรนที่มีรูพรุนคล้ายหยดน้ำและคล้ายนิ้วมือได้ โดยอนุภาคที่เติมกระจายตัวในเมตริกซ์ของพอลิเมอร์ฐานได้ค่อนข้างดี การเติมอนุภาคนาโนทำให้โครงสร้างรูพรุนแบบฟองน้ำลดลง และทำให้ชั้นเลือกผ่าน (ผิวบนของเมมเบรน) บางลงเมื่อเทียบกับเมมเบรนพอลิซัลโฟนบริสุทธิ์ที่ไม่ได้เติมอนุภาคนาโน การเติมด้วยอนุภาคนาโนนอกจากจะทำให้โครงสร้างรูพรุนเปลี่ยนแปลงแล้ว ยังทำให้สมบัติความชอบน้ำของผิวเมมเบรนเปลี่ยนไปด้วย โดยสรุปได้ว่า การเติมด้วยอนุภาคนาโน MMSNs ทำให้ผิวเมมเบรนมีความชอบน้ำสูงขึ้นหรือทำให้มุมสัมผัสของน้ำลดลงมากกว่าการเติมด้วย TiO_2 และ ZnO ในปริมาณเท่ากัน ทั้งนี้เนื่องจาก MMSNs มีหมู่ไฮดรอกซิล (Si-OH) ซึ่งเป็นหมู่ที่สามารถจับกับโมเลกุลของน้ำได้ดี สำหรับคุณสมบัติอื่นของเมมเบรน ผู้วิจัยจะรายงานในต้นฉบับสำหรับการขอตีพิมพ์เผยแพร่ต่อไป

ในส่วนของการพัฒนาสมรรถนะของเมมเบรนนี้ เมมเบรนที่เตรียมได้ได้ถูกทดสอบสมรรถนะในการบำบัดน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือโซเดียมคลอไรด์ โดยทดสอบใน 2 พารามิเตอร์ที่สำคัญคือ ฟลักซ์การซึมผ่านและเปอร์เซ็นต์การกักกันเกลือ ระบบที่ใช้ทดสอบเป็นระบบที่ได้ออกแบบและสร้างขึ้นในการวิจัยนี้ ผลการทดสอบสรุปได้ว่า เมมเบรนคอมโพสิทนาโนที่ได้สามารถกักกันเกลือไว้ได้โดยมีเปอร์เซ็นต์การกักกันเกลือสูงสุดมากกว่า 85% และฟลักซ์ในการซึมผ่านสูงขึ้นเมื่อเติมด้วยอนุภาคนาโน

5.3 ระบบต้นแบบที่ใช้เทคโนโลยีเมมเบรนและนาโนเทคโนโลยีในการทดสอบบำบัดน้ำเสีย

ผู้วิจัยได้ดำเนินการออกแบบ สร้างและทดสอบระบบต้นแบบที่ใช้เทคโนโลยีเมมเบรนและเทคโนโลยีนาโนในการทดสอบบำบัดน้ำเสียในห้องปฏิบัติการ ซึ่งต้นแบบที่สร้างขึ้น สามารถใช้ทดสอบสมรรถนะการบำบัดน้ำเสียที่ปนเปื้อนเกลือของเมมเบรนได้เป็นอย่างดี ไม่มีการรั่วไหลของสารละลายที่ใช้ในการทดสอบ โดยโมดูลที่สร้างขึ้นสามารถใช้ทดสอบเมมเบรนแบบแผ่นบางที่มีลักษณะเป็นแผ่นกลมเส้นผ่านศูนย์กลาง 47.0 และ 55.0 mm. ได้ ระบบต้นแบบที่สร้างขึ้นสามารถควบคุมอัตราการป้อนสารหรือน้ำเสียที่ต้องการบำบัดได้ในช่วงค่อนข้างกว้าง เป็นระบบที่มีภาชนะบรรจุสารละลายได้มากที่สุด 3000 ml เป็นระบบที่มีชุดอุปกรณ์ควบคุมการไหลและอุปกรณ์ตรวจวัดความดันทั้งด้าน Feed และด้าน Permeate มีอุปกรณ์ตรวจวัดอัตราการไหลทางด้าน Permeate นอกจากนี้ยังมีในส่วนของปั๊มควบคุมความดันทางด้าน Permeate และชุดเครื่องกวนพร้อมกับให้ความร้อนที่สามารถควบคุมอุณหภูมิให้มีความแม่นยำในระดับ 0.1 °C ได้ ระบบที่สร้างขึ้นสามารถตรวจวัดอุณหภูมิของสารได้ง่ายโดยได้ติดตั้งเทอร์โมคัปเปิ้ลชนิด K ไว้ทั้งด้าน Feed และด้าน Permeate ซึ่งสามารถต่อยอดให้สามารถเก็บข้อมูลอุณหภูมิได้ด้วยการเชื่อมต่อสายเทอร์โมคัปเปิ้ลเข้ากับดาต้าล็อกเกอร์

5.4 ข้อเสนอแนะ

ในส่วนของการสังเคราะห์อนุภาคนาโน ผู้วิจัยเชื่อว่ายังสามารถปรับสัดส่วนของสารตั้งต้นตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวทำละลาย แม่พิมพ์ และระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยา รวมทั้งการนำเครื่องมือทางฟิสิกส์มาประยุกต์ใช้เพื่อให้ได้อนุภาคนาโนที่มีขนาดพื้นที่ผิวสูงขึ้นไปอีกได้ โดยเฉพาะการสังเคราะห์อนุภาคนาโน TiO_2 และ ZnO สำหรับ MMSNs การปรับระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาและสัดส่วนของสารตั้งต้น แม่พิมพ์ ตัวทำละลาย การกระตุ้นด้วยคลื่นเสียงความถี่สูงในช่วงเวลาที่เหมาะสม และการเลือกแม่พิมพ์ร่วมที่เหมาะสมจะทำให้สามารถสังเคราะห์ MMSNs ที่มีคุณลักษณะที่ดีกว่านี้ได้ ซึ่งผู้วิจัยคาดหวังว่าจะสามารถพัฒนาการสังเคราะห์ต่อไปจนสามารถสังเคราะห์อนุภาคที่มีขนาดพื้นที่ผิวมากกว่า $1000 \text{ m}^2/\text{g}$ ที่มีการกระจายขนาดอนุภาคและขนาดรูพรุนสม่ำเสมอได้ รวมทั้งการปรับปรุงสมบัติของอนุภาคให้มีความชอบน้ำยิ่งยวดได้ด้วยการเติมหมู่ที่ชอบน้ำในอนุภาคนาโนด้วยวิธีร่วมเคมี

ฟิลิกส์ นอกจากนี้ยังมีอนุภาคนาโนชนิดอื่น ๆ ที่สามารถสังเคราะห์และนำมาทดลองใช้ในการพัฒนาสมรรถนะของเมมเบรนได้

ในส่วนของการพัฒนาสมรรถนะของเมมเบรนพอลิเมอร์ (พอลิซัลโฟน) ผู้วิจัยมีแนวทางในการพัฒนาเพื่อให้ได้เมมเบรนที่มีค่าการกักกันเกลือสูงกว่า 95% โดยหลักการการซึมผ่านลดลงไม่มากนัก คือ การสร้างชั้นเลือกผ่านแบบคอมโพสิตของพอลิเมอร์ที่ชอบน้ำมาก เช่น Polyamide (PA), Polyvinyl alcohol (PVA) และ Polyacrylonitrile (PAN) และอนุภาคนาโนที่ผ่านการปรับปรุงสมบัติให้มีความชอบน้ำยิ่งยวดแล้ว โดยเชื่อว่าจะสามารถเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตที่มีสมบัติชอบน้ำยิ่งยวด ที่มีรูพรุนที่เหมาะสมได้ ซึ่งจะทำให้น้ำสามารถซึมผ่านไปได้ง่ายขึ้นขณะที่เกลือสามารถซึมผ่านได้น้อยลงและส่งผลให้ค่าการกักกันเกลือสูงขึ้นได้

สำหรับระบบต้นแบบ ผู้วิจัยมีแนวทางที่จะทดสอบเพิ่มเติมให้มั่นใจว่าสามารถใช้งานได้จริง และมีแนวทางที่จะขยายสเกลของระบบให้สามารถทดสอบเมมเบรนที่มีพื้นที่มากกว่าได้ รวมทั้งสามารถใช้ทดสอบเมมเบรนแบบเส้นใยกลวงโดยการพัฒนาในส่วนของโมดูลสำหรับติดตั้งเมมเบรนให้สามารถติดตั้งเมมเบรนแบบท่อหรือแบบเส้นใยกลวง (Hollow fiber) ได้ ซึ่งถ้าสามารถพัฒนาไปถึงจุดนั้นได้ จะทำให้สามารถรับทดสอบเมมเบรนให้กับหน่วยงานราชการและเอกชนได้

บรรณานุกรม

- Reyes-Coronado D., Rodriguez-Gattorno G., Espinosa-Pesqueira M.E., Cab C., De Coss R. and Oskam G. 2008. Phase-pure TiO₂ nanoparticles: anatase, brookite and rutile. *Nanotechnology*. 19. 145605(10 pp).
- Yan X. and Chen X. 2015. Titanium dioxide nanomaterials. *Encyclopedia of Inorganic and Bioinorganic Chemistry*. John Wiley & Sons, Ltd. DOI: 10.1002/9781119951438.eibc2335.
- Ahmad J., Deshmukh K. and Hägg M.B. 2013. Influence of TiO₂ on the chemical, mechanical, and gas separation properties of polyvinyl alcohol-titanium dioxide (PVA-TiO₂) nanocomposite membranes. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*. 18. 287-296.
- Madaeni S.S., Moahamadi Sarab Badieh M., Vatanpour V. and Ghaemi N. 2012. Effect of titanium dioxide nanoparticles on polydimethylsiloxane/polyethersulfone composite membranes for gas separation. *Polymer Engineering and Science*. 52(12). 2664-2674. DOI: 10.1002/pen.
- Qian C. 2018. Facile synthesis of hollow porous silica micro- and nanospheres and their application. *Doctoral dissertations. Aalto University Publication Series*, 179.
- Vivero-Escoto J.L., Slowing I.I. and Lin V.S.Y. 2010. Tuning the cellular uptake and cytotoxicity properties of oligonucleotide intercalator-functionalized mesoporous silica nanoparticles with human cervical cancer cells HeLa. *Biomaterials*. 31. 1325-1333.
- Rouet P.E., Chomette C. Adumeau L., Duguet E. and Ravaine S. 2018. Colloidal chemistry with patchy silica nanoparticles. *Beilstein Journal of Nanotechnology*. 9. 2989-2998.
- Das S., Samanta A. and Jana S. 2019. Light-driven synthesis of uniform dandelion-like mesoporous silica nanoflowers with tunable surface area for carbon dioxide uptake. *Chemical Engineering Journal*. 374. 1118-1126.
- Wang W., Wang P., Tang X., Elzatahry A.A., Wang S., Al-Dahyan D., Zhao M. and Yao C. 2017. Facile synthesis of uniform virus-like mesoporous silica nanoparticles for enhanced cellular internalization. *ACS Central Science*. 3(8). 839-846.

- Liu Z., Ru J., Sun S., Teng Z., Dong H., Song P. and Guo H. 2019. Uniform dendrimer-like mesoporous silica nanoparticles as nano-adjuvant for foot-and-mouth disease virus-like particles vaccine. *Journal of Materials Chemistry B*. DOI: 10.1039/c8tb03315c.
- Yuenyao C., Tirawanichakul Y. and Chittrakarn T. 2015. Asymmetric polysulfone gas separation membranes treated by low pressure DC glow discharge plasmas. *Journal of Applied Polymer Science*. 132(24). 42116.
- Nandiyanto A.B.D., Kim S.G., Iskandar F. and Okuyama K. 2009. Synthesis of spherical mesoporous silica nanoparticles with nanometer-size controllable pores and outer diameters. *Microporous and Mesoporous Materials*. 120(3). 447-453.
- Egger, S. M., Hurley, K. R., Datt, A., Swindlehurst, G., & Haynes, C. L. (2015). Ultraporous mesostructured silica nanoparticles. *Chemistry of Materials*, 27(9), 3193-3196. DOI: 10.1021/cm504448u
- Zhu W., Wang J., Wu D., Li X., Luo Y., Han C., Ma W., and He S. (2017). Investigating the heavy metal adsorption of mesoporous silica materials prepared by microwave synthesis. *Nanoscale Research Letters*. 12:323. DOI: 10.1186/s11671-017-2070-4.
- Fu J., Wang S., He C., Lu Z., Huang J., and Chen Z. (2016). Facilitated fabrication of high strength silica aerogels using cellulose nanofibrils as scaffold. *Carbohydrate Polymers*. 147, 89-96.
- Lee J. H., Kwon J. H., Lee J. W., Lee H. S., Chang J. H., and Sang B. I. (2017). Preparation of high purity silica originated from rice husks by chemically removing metallic impurities. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 50, 79-85.
- Le V. H., Thuc C. N. H., and Thuc H. H. (2013). Synthesis of silica nanoparticles from Vietnamese rice husk by sol-gel method. *Nanoscale Research Letters*. 8:58. DOI: 10.1186/1556-276X-8-58.
- Yuan S., Chen S., Zhu X., Xiong P., Yang Y., Hu Z., and Xiong J. (2018). Obtaining ultra-high surface area TiO₂ nanorods via hydrothermally transformation of elongated titanate nanotubes. *Journal of Nano Research*. 51. 13-23

- Konishi J., Fujita K., Nakanishi K., and Hirao K. (2006). Monolithic TiO₂ with controlled multiscale porosity via a template-free sol-gel process accompanied by phase separation. *Chemistry of Materials*. 18, 6069-6074
- Zhang H., Ou J., Yao Y., Wang H., Liu Z., Wei Y., and Ye M. (2017). Facile preparation of titanium (IV)-immobilized hierarchically porous hybrid monoliths. *Analytical Chemistry*. 89, 4655-2662.
- Chen Y., Deng Y., Pu Y., Tang B., Su Y., and Tang J. (2016). One pot preparation of silver nanoparticles decorated TiO₂ mesoporous microspheres with enhanced antibacterial activity. *Materials Science and Engineering C*. 65, 27-32.
- Gholami M., Mohammadi T., Mosleh S., and Hemmati M., (2017). CO₂/CH₄ separation using mixed matrix membrane-based polyurethane incorporated with ZIF-8 nanoparticles. *Chem. Pap.* DOI: 10.1007/s11696-017-0177-9.
- Nandiyanto A. B. D., Kim S.G., Iskandar F., Okuyama K.. (2009). Synthesis of spherical mesoporous silica nanoparticles with nanometer-size controllable pores and outer diameters. *Microporous and Mesoporous Materials*. 120. 447-453.
- Urducea C.B., Nechifor A.C., Dimulescu I.A., Oprea O., Nechifor G., Totu E.E., Isildak I., Albu P.C. and Bungău S.G. 2020. Control of nanostructured polysulfone membrane preparation by phase inversion method. *Nanomaterials*. 10. 2349. Doi:10.3390/nano10122349.
- Narayan R., Nayak U.Y., Raichur A.M. and Garg S. 2018. (Review) Mesoporous silica nanoparticles: A comprehensive review on synthesis and recent advances. *Pharmaceutics*. 10. 118. Doi:10.3390/pharmaceutics10030118.
- Sultan M., Khan S.U., Kanwal F., Islam A., Rafiq K., Hafeez S., Gull N., Shafiq M. and Khan R.U. 2020. Silica nanoparticle-doped polyurethane membranes for reverse osmosis applications. *Chemical Papers*. 74. 2837-2848.
- Argyo C., Weiss V., Brauchle C. and Bein T. 2014. Multifunctional mesoporous silica nanoparticles as a universal platform for drug delivery. *Chemistry of Materials*. 26. 435-451.
- Shahlol O.M.A., Isawi H., El-Malky M.G., Al-Assar A.E.M. and El zwai A. 2020. Performance evaluation of the different nano-enhanced polysulfone membranes via

- membrane distillation for produced water desalination in Sert Basin-Libya. *Arabian Journal of Chemistry*. 13. 5118-5136.
- Wang J., Wang Q., Gao X., Tian X., Wei X., Wei Y., Cao Z., Guo C. and Zhang H. 2020. Surface modification of mesoporous silica nanoparticle with 4-triethoxysilylaniline to enhance seawater desalination properties of thin-film nanocomposite reverse osmosis membranes. *Frontiers of Environmental Science & Engineering*. 14(1). 6. <https://doi.org/10.1007/s11783-019-1185-5>.
- Chan E.P., Mulhearn W.D., Huang Y.R., Lee J.H., Lee D. and Stafford C.M. 2014. Tailoring the permselectivity of water desalination membranes via nanoparticle assembly. *Langmuir*. 30. 611-616.
- Saleem H. and Zaidi S.J. 2020. Nanoparticles in reverse osmosis membranes for desalination: A state of the art review. *Desalination*. 475. 114171. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2019.114171>.
- Li D., Yan Y. and Wang H. 2016. Recent advances in polymer and polymer composite membranes for reverse and forward osmosis processes. *Progress in Polymer Science*. 61. 104-155.
- Luo J., Cao W., Ding L., Zhu Z., Wan Y. and Jaffrin M.Y. 2012. Treatment of dairy effluent by shear-enhanced membrane filtration: the role of foulants. *Separation and Purification Technology*. 96. 194-203.
- Curcio E., Profio Di Profio G., Fontananova E. and Drioli E. 2015. Membrane technologies for seawater desalination and brackish water treatment. *Advances in Membrane Technologies for Water Treat*. Woodhead Publishing. 411-441.
- Liu Y., Tan J., Choi W., Hsu J.H., Han D. S., Han A., Abdel-Wahab A. and Yu, C. 2018. Influence of nanoparticle inclusions on the performance of reverse osmosis membranes. *Environmental Science: Water Research & Technology*, 4(3), 411–420. doi:10.1039/c7ew00420f.
- Wen Y., Yuan J., Ma X., Wang S. and Liu Y. 2019. Polymeric nanocomposite membranes for water treatment: a review. *Environmental Chemistry Letters*. 17. 1539-1551.
- Rodriguez B., Ozturk D., Rosales M., Flores M. and Garcia A. 2018. Antibiofouling thin-film composite membrane (TFC) by in situ formation of Cu-(m-

- phenylenediamine) oligomer complex. *Journal of Materials Science*. 53. 6325-6338.
- Mahmoudi E., Ng L.Y., Ang W.L., Chung Y.T., Rohani R. and Mohamad A.W. 2019. Enhancing morphology and separation performance of polyamide 6,6 membranes by minimal incorporation of silver decorated graphene oxide nanoparticles. *Scientific Reports*. 9. 1216.
- Mollahosseini A., Rahimpour A., Jahamshahi M., Peyravi M. and Khavarpour M. 2012. The effect of silver nanoparticle size on performance and antibacteriability of polysulfone ultrafiltration membrane. *Desalination*. 306. 41-50.
- Darabi R.R., Peyravi M. and Jahanshahi M. 2019. Modified forward osmosis membranes by two amino-functionalized ZnO nanoparticles: A comparative study. *Chemical Engineering Research and Design*. 145. 85-98.
- Islam M.T., Dominguez A., Alvarado-Tenorio B., Bernal R.A., Montes M.O. and Noveron J.C. 2019. Sucrose-mediated fast synthesis of zinc oxide nanoparticles for the photocatalytic degradation of organic pollutants in water. *ACS Omega*. 4. 6560-6572.
- Suttiaponparnit K., Jiang J., Sahu M., Suvachittanont S., Charinpanitkul T. and Biswas P. 2011. Role of surface, primary particle size, and crystal phase on titanium dioxide nanoparticle dispersion properties. *Nanoscale Research Letters*. 6. 27.
- Rajakumaran R., Boddu V., Kumar M., Shalaby M.S., Abdallah H. and Chetty R. 2019. Effect of ZnO morphology on GO-ZnO modified polyamide reverse osmosis membranes for desalination. *Desalination*. 467. 245-256.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

ข้อมูลผลการวัดมุมสัมผัสของน้ำของเมมเบรน

ตารางที่ ก-1 ผลการตรวจวัดมุมสัมผัสของน้ำบริสุทธิ์ของเมมเบรน Pure PSF แผ่นที่ 1

Run-No	CA(M)[°]	IFT[mN/m]	Err[μm]	Vol[μL]
1	88.59	0	1.15	9.15
2	88.64	0	1.18	9.27
3	89.36	0	2.01	9.82
4	87.85	0	2.1	9.68
5	87.95	0	2.12	9.76
	88.478			

ตารางที่ ก-2 ผลการตรวจวัดมุมสัมผัสของน้ำบริสุทธิ์ของเมมเบรน Pure PSF แผ่นที่ 2

Run-No	CA(M)[°]	IFT[mN/m]	Err[μm]	Vol[μL]
1	88.69	0	2.64	9.25
2	89.94	0	1.18	9.27
3	89.56	0	2.04	9.82
4	88.86	0	2.01	9.68
5	87.99	0	2.31	9.76
	89.008			

ตารางที่ ก-3 ผลการตรวจวัดมุมสัมผัสของน้ำบริสุทธิ์ของเมมเบรน Pure PSF แผ่นที่ 3

Run-No	CA(M)[°]	IFT[mN/m]	Err[μm]	Vol[μL]
1	88.79	0	3.16	9.25
2	89.54	0	1.38	9.75
3	89.36	0	2.34	9.87
4	88.36	0	1.95	9.74
5	89.69	0	2.23	9.8
	89.148			

ตารางที่ ก-4 ผลการตรวจวัดคุณสมบัติของน้ำบริสุทธิ์ของเมมเบรน PSF/MMSNs

Run-No.	PSF/MMSNs (wt%)		
	0.5	1	1.5
1	68.85	63.04	58.45
2	69.36	62.13	59.06
3	69.21	62.18	57.25
4	70.17	61.46	57.27
5	69.82	62.14	59.22
	69.482	62.19	58.25

ตารางที่ ก-5 ผลการตรวจวัดคุณสมบัติของน้ำบริสุทธิ์ของเมมเบรน PSF/TiO₂

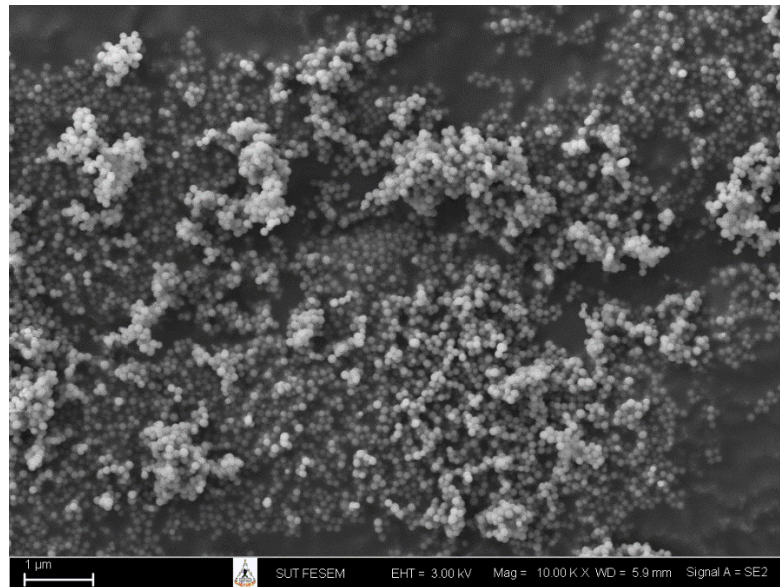
Run-No.	PSF/TiO ₂ (wt%)		
	0.5	1	1.5
1	75.48	69.24	64.87
2	74.98	69.53	64.78
3	75.69	69.38	64.63
4	74.86	69.62	65.17
5	75.72	68.98	64.32
	75.346	69.35	64.754

ตารางที่ ก-6 ผลการตรวจวัดคุณสมบัติของน้ำบริสุทธิ์ของเมมเบรน PSF/ZnO

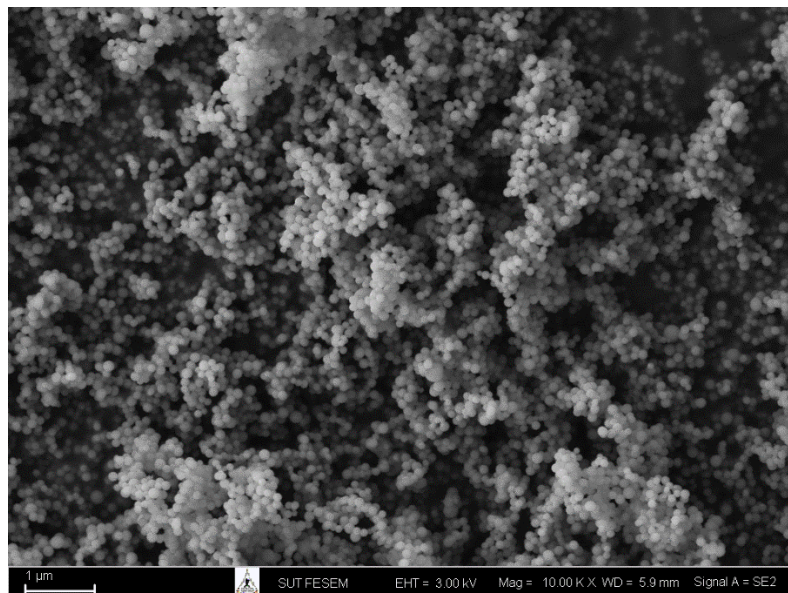
Run-No.	PSF/ZnO (wt%)		
	0.5	1	1.5
1	71.55	64.54	60.62
2	71.26	64.68	60.82
3	70.74	64.58	59.75
4	71.17	65.48	60.27
5	71.52	63.64	60.71
	71.248	64.584	60.434

ภาคผนวก ข

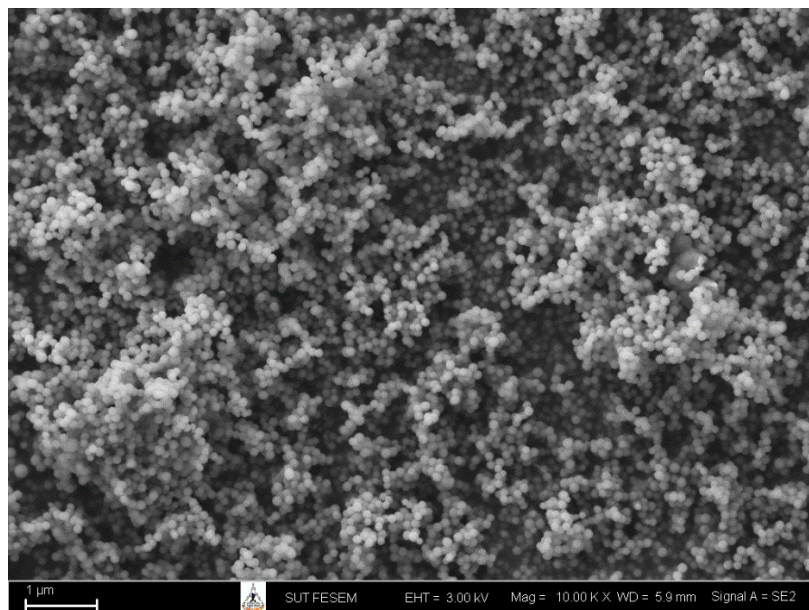
ข้อมูลภาพถ่าย SEM อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีรูพรุนระดับมีโซและไมโคร



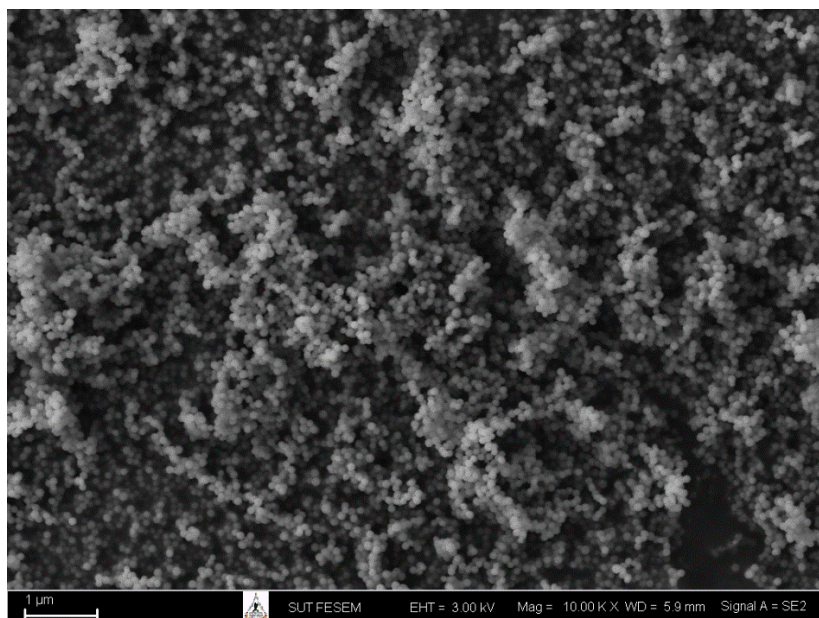
รูปที่ ข-1 ภาพ SEM กำลังขยาย 10KX อนุภาคนาโน MMSNs ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีควบแน่นร่วม ภายใต้สภาวะสองเฟสโดยใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์และใช้ LAG เป็นตัวเร่ง



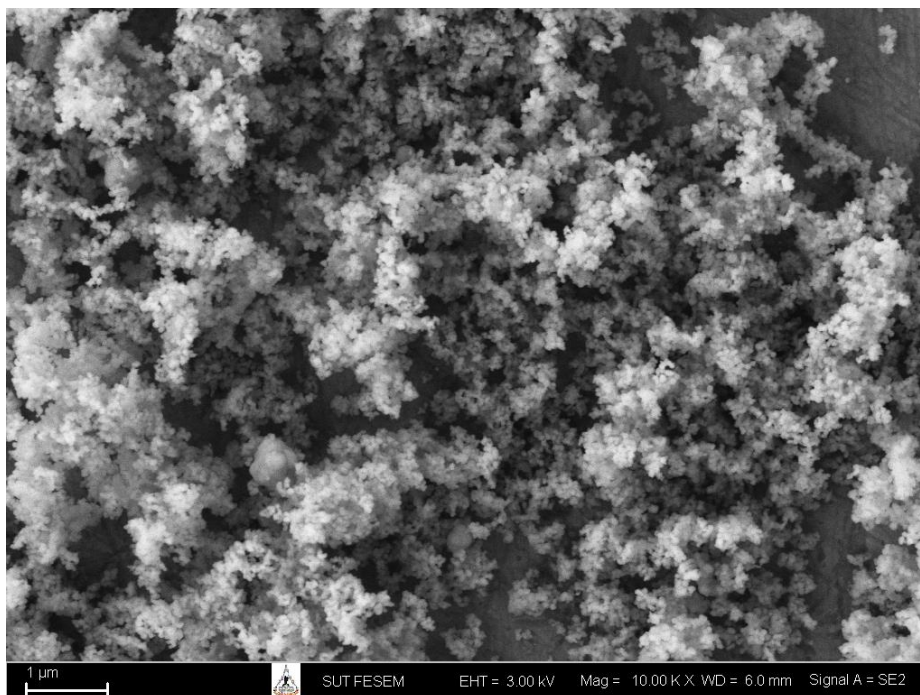
รูปที่ ข-2 ภาพ SEM กำลังขยาย 10KX อนุภาคนาโน MMSNs ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีควบแน่นร่วม ภายใต้สภาวะสองเฟสโดยใช้ MTAB+DMHA เป็นแม่พิมพ์และใช้ LAG เป็นตัวเร่ง



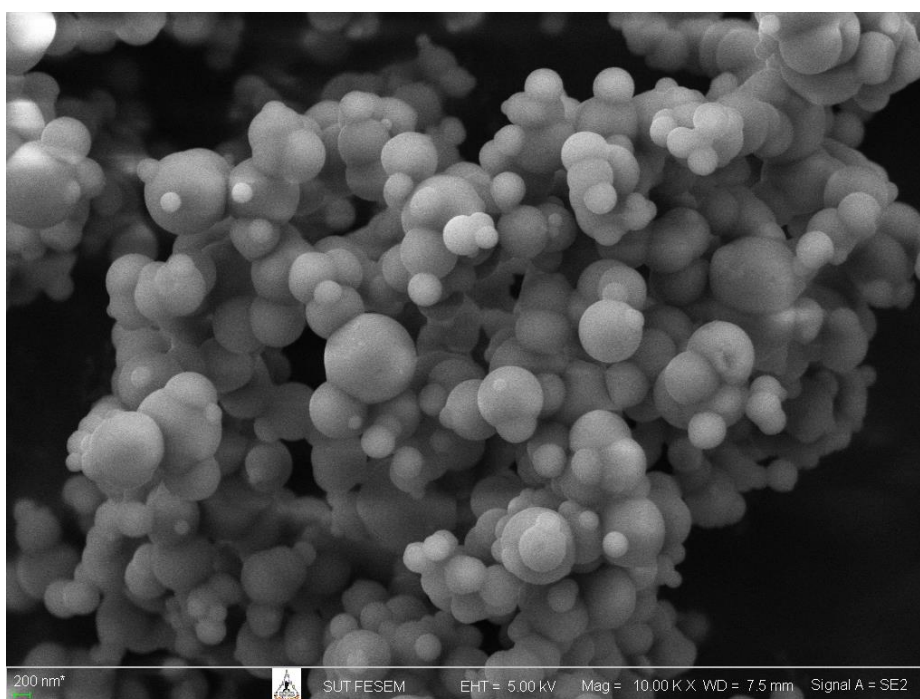
รูปที่ ข-3 ภาพ SEM กำลังขยาย 10KX อนุภาคนาโน MMSNs ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีควบแน่นร่วม ภายใต้สภาวะสองเฟสโดยใช้ MTAB + PVP เป็นแม่พิมพ์และใช้ LAG เป็นตัวเร่ง



รูปที่ ข-4 ภาพ SEM กำลังขยาย 10KX อนุภาคนาโน MMSNs ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีควบแน่นร่วม ภายใต้สภาวะสองเฟสโดยใช้ MTAB + PEG เป็นแม่พิมพ์และใช้ LAG เป็นตัวเร่ง



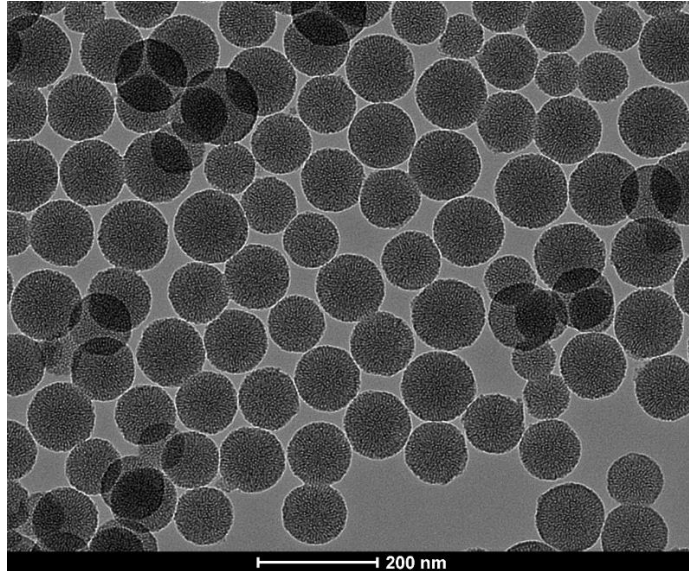
รูปที่ ข-5 ภาพ SEM กำลังขยาย 10KX อนุภาคนาโน MMSNs ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีควบแน่นร่วม ภายใต้สภาวะสองเฟสโดยใช้ MTAB + (S-770) เป็นแม่พิมพ์และใช้ LAG เป็นตัวเร่ง



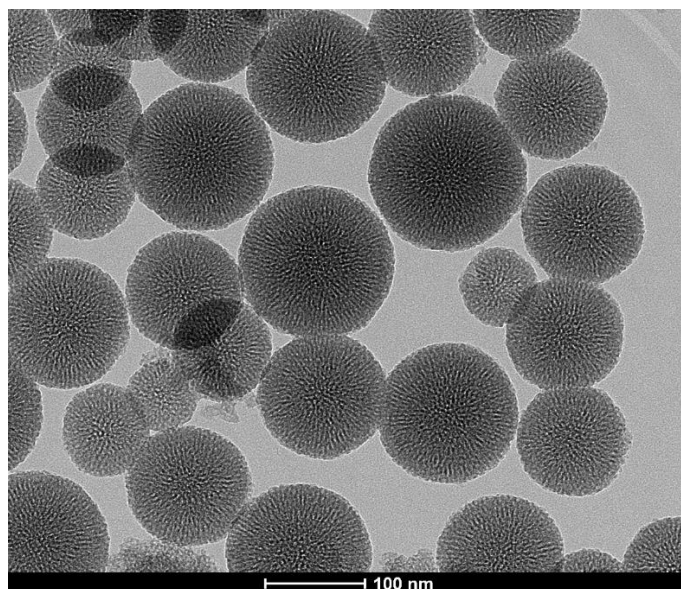
รูปที่ ข-6 ภาพ SEM กำลังขยาย 10KX อนุภาคนาโน MMSNs ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีควบแน่นร่วม โดยใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์และใช้ $\text{NH}_4\text{OH} + \text{EtOH}$ เป็นตัวเร่ง

ภาคผนวก ค

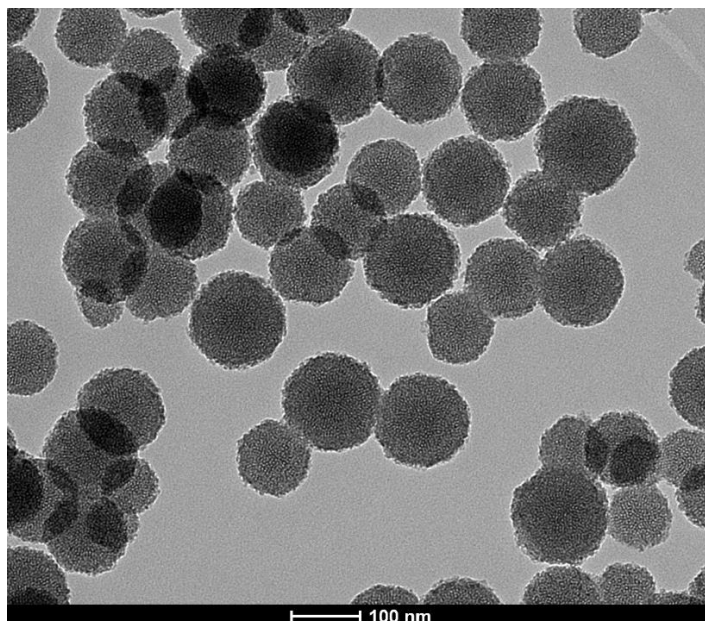
ข้อมูลภาพถ่าย TEM อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีรูพรุนระดับมีโซและไมโคร



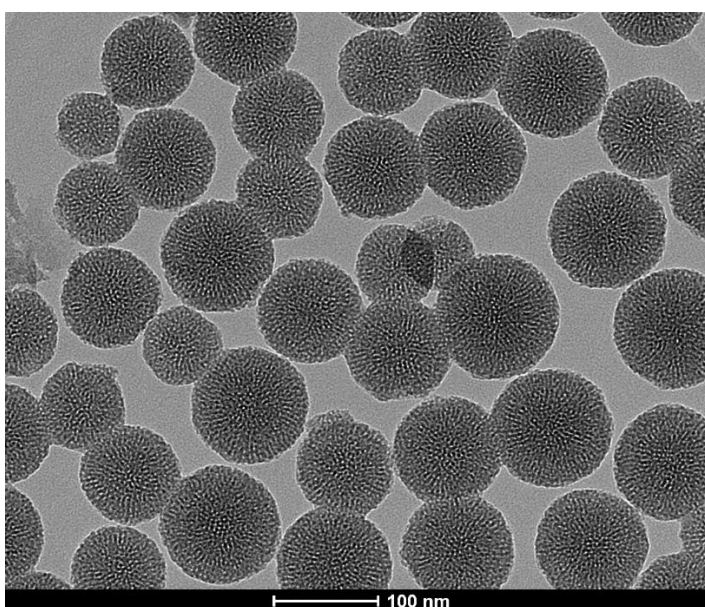
รูปที่ ค-1 ภาพ TEM สเกล 200 nm อนุภาคนาโน MMSNs ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีควบแน่นร่วม ภายใต้สภาวะสองเฟสโดยใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์และใช้ LAG เป็นตัวเร่ง



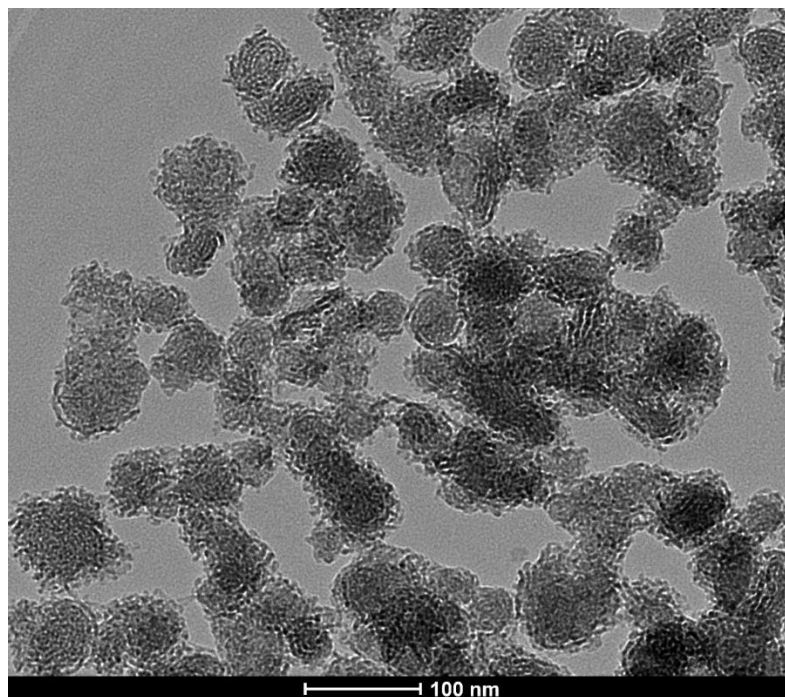
รูปที่ ค-2 ภาพ TEM สเกล 100 nm อนุภาคนาโน MMSNs ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีควบแน่นร่วม ภายใต้สภาวะสองเฟสโดยใช้ MTAB+DMHA เป็นแม่พิมพ์และใช้ LAG เป็นตัวเร่ง



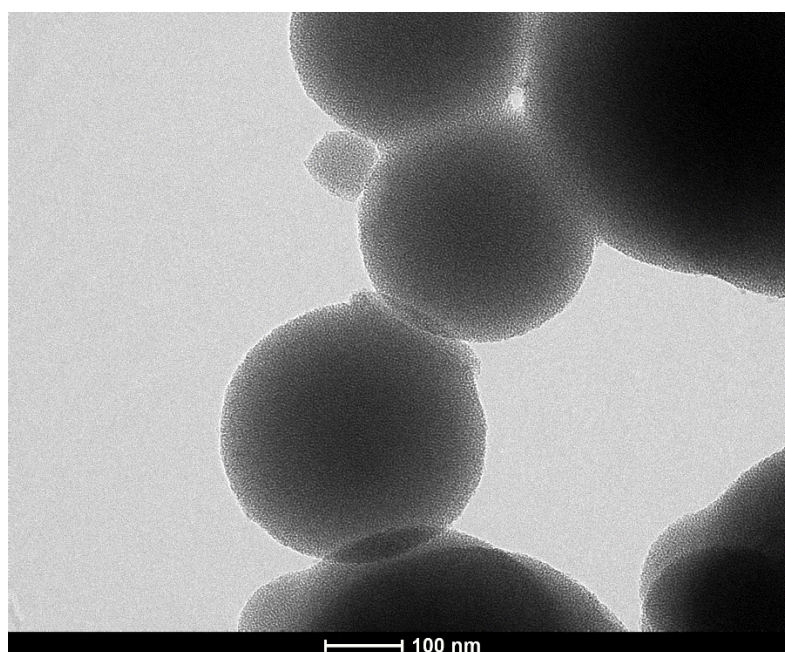
รูปที่ ค-3 ภาพ TEM สเกล 100 nm อนุภาคนาโน MMSNs ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีควบแน่นร่วม ภายใต้สภาวะสองเฟสโดยใช้ MTAB + PVP เป็นแม่พิมพ์และใช้ LAG เป็นตัวเร่ง



รูปที่ ค-4 ภาพ TEM สเกล 100 nm อนุภาคนาโน MMSNs ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีควบแน่นร่วม ภายใต้สภาวะสองเฟสโดยใช้ MTAB + PEG เป็นแม่พิมพ์และใช้ LAG เป็นตัวเร่ง



รูปที่ ค-5 ภาพ TEM สเกล 100 nm อนุภาคนาโน MMSNs ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีควบแน่นร่วมภายใต้สภาวะสองเฟสโดยใช้ MTAB + (S-770) เป็นแม่พิมพ์และใช้ LAG เป็นตัวเร่ง



รูปที่ ค-6 ภาพ TEM สเกล 100 nm อนุภาคนาโน MMSNs ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีควบแน่นร่วมโดยใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์และใช้ $\text{NH}_4\text{OH} + \text{EtOH}$ เป็นตัวเร่ง

ประวัติผู้วิจัย

1. ชื่อ-นามสกุล นายฉลาด ยืนยาว
2. หมายเลขบัตรประจำตัวประชาชน 3-4209-00363-15-1
3. ตำแหน่งปัจจุบัน อาจารย์
4. ตำแหน่งทางวิชาการ -
5. หน่วยงานและสถานที่อยู่ติดต่อได้สะดวก
6. ประวัติการศึกษา



ปริญญา	ชื่อสถาบัน	ปีที่สำเร็จ
วิทยาศาสตร์บัณฑิต (ฟิสิกส์)	มหาวิทยาลัยเชียงใหม่	2541
วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (ฟิสิกส์)	มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2550
ปรัชญาดุษฎีบัณฑิต (ฟิสิกส์)	มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2558

7. สาขาที่มีความชำนาญพิเศษ

เมมเบรนพอลิเมอร์ การสังเคราะห์อนุภาคนาโน เทคโนโลยีพลาสมา

8. ประสบการณ์ที่เกี่ยวข้องกับการบริหารงานวิจัย

- ปีงบประมาณ 2562 โครงการ คุณลักษณะของเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมแต่งด้วยอนุภาคนาโนซิลิกาและไททาเนียมแบบมีรูพรุนที่สังเคราะห์ด้วยวิธีอย่างง่าย ทุนเงินรายได้มหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์ (หัวหน้าโครงการ)
- ปีงบประมาณ 2562 โครงการ การใช้อนุภาคนาโนแบบมีรูพรุนควบคุมเชื้อราในมะขามหวาน ทุนสนับสนุนจากสำนักงานพัฒนาการวิจัยการเกษตร (สวก.) (หัวหน้าโครงการ)

9. ทุนการศึกษาที่ได้รับ

ทุนผู้ช่วยวิจัยระดับปริญญาเอก ศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์ ปี 2552 - 2553

ทุนเฟลโลวชิพระดับปริญญาเอก ศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์ ปี 2553 - 2557

10. รางวัลที่ได้รับ

รางวัลวิทยานิพนธ์ (ระดับปริญญาเอก) ดีเด่น ระดับชมเชย ปี 2558

รางวัลการนำเสนอดีเด่น ในการประชุมวิชาการ SPC2015 (Oral Presentation)