



รายงานการวิจัย

เมมเบรนาโนคอมโพสิตสำหรับการปรับปรุงคุณภาพเชื้อเพลิงชีวภาพ

Nanocomposite Membranes for Modifying the Quality of Biofuel

อาทิตย์ หู้เต็ม และคณะ

สาขาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์

**งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนจากงบประมาณทุนอุดหนุนงานวิจัยด้าน
วิทยาศาสตร์ วิจัยและนวัตกรรม ผ่านกองทุนส่งเสริมวิทยาศาสตร์ วิจัยและ
นวัตกรรม ภายใต้แผนยุทธศาสตร์การวิจัยและนวัตกรรม
ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2563**

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

เมมเบรนนาโนคอมโพสิตสำหรับการปรับปรุงคุณภาพเชื้อเพลิงชีวภาพ

Nanocomposite Membranes for Modifying the Quality of Biofuel

อาทิตย์ หุ่นเต็ม

สาขาวิชาฟิสิกส์

ฉลาด ยืนยาว

สาขาวิชาฟิสิกส์

ศศิภานต์ ปานปรางค์เจริญ

สาขาวิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนจากงบประมาณทุนอุดหนุนงานวิจัยด้านวิทยาศาสตร์ วิจัยและนวัตกรรม ผ่านกองทุนส่งเสริมวิทยาศาสตร์ วิจัยและนวัตกรรม ภายใต้แผนยุทธศาสตร์การวิจัยและนวัตกรรม

ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2563

ชื่องานวิจัย	เมมเบรนนาโนคอมโพสิตสำหรับการปรับปรุงคุณภาพเชื้อเพลิงชีวภาพ Nanocomposite Membranes for Modifying the Quality of Biofuel
ชื่อผู้วิจัย	อาทิตย์ หู้เต็ม
ผู้ร่วมวิจัย	ฉลาด ยืนยาว ศศิกานต์ ปานปราณีเจริญ
มหาวิทยาลัย	มหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์ ปีเสร็จวิจัย 2563

บทคัดย่อ

วัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้คือ เพื่อศึกษาวิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีรูพรุนระดับมีโซ (MSNs) และมีขนาดอนุภาคสม่ำเสมอ และไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO₂) เตรียมและศึกษาคุณลักษณะของเมมเบรน คอมโพสิตนาโนแบบโครงข่ายซ้อนที่เติมด้วยอนุภาค MSNs สำหรับการปรับปรุงคุณภาพเชื้อเพลิงชีวภาพ นอกจากการสังเคราะห์อนุภาคนาโนและการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนแบบโครงข่ายซ้อนแล้ว งานวิจัยนี้ยังได้ศึกษาออกแบบและสร้างระบบต้นแบบสำหรับทดสอบสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพของเมมเบรนคอมโพสิตด้วย สำหรับการสังเคราะห์อนุภาคนั้น อนุภาคนาโนได้ถูกสังเคราะห์ด้วยเทคนิคการควบแน่นร่วมภายใต้สภาวะสองเฟส (Biphasic) โดยใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์และใช้ TEA และ X-100 เป็นแม่พิมพ์ร่วม ขณะที่เมมเบรนคอมโพสิตแบบโครงข่ายซ้อน ได้ถูกเตรียมโดยใช้โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง (HPVA) และต่ำ (LPVA) เป็นพอลิเมอร์ฐาน การเตรียมเมมเบรนถูกแบ่งเป็น 2 ขั้นตอน ขั้นแรกเป็นการเตรียมโครงข่ายที่ 1 โดยการเติม MSNs ในเมตริกซ์ของ HPVA และหลังจากผ่านการเชื่อมขวางโครงข่ายที่ 1 ด้วยความร้อนที่ 130 °C เป็นเวลา 1 h แล้ว เมมเบรนที่ได้จะถูกนำไปเตรียมโครงข่ายที่ 2 ด้วยการแช่เมมเบรนที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 ใน LPVA ที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 30 min อนุภาคนาโนและเมมเบรนคอมโพสิตที่สังเคราะห์ได้ได้ถูกวิเคราะห์คุณสมบัติด้วยเทคนิควิเคราะห์ต่าง ๆ เช่น กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) เทคนิควิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ (BET) ด้วยการวัดปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุ และเทคนิควิเคราะห์พลวัตของสมบัติเชิงกลความร้อน (DMTA) ผลการวิจัยพบว่า สามารถสังเคราะห์อนุภาค MSNs และ TiO₂ ได้ สำหรับ MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ MTAB, MTAB+TEA และ MTAB+X-100 เป็นแม่พิมพ์ มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคค่อนข้างสม่ำเสมอและมีพื้นที่ผิว

จำเพาะ (Specific surface area, SSA) สูงกว่า $600 \text{ m}^2/\text{g}$ และจากการวิเคราะห์โปรไฟล์ของการดูดและคายซับก๊าซไนโตรเจน พบว่า อนุภาค MSNs ที่ได้ มีรูพรุนระดับไมโคร (Microporous) ด้วยขณะที่ SSA ของอนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเดียวกันโดยใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์และใช้ NH_4OH เป็นสารตัวเร่ง มี SSA และขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเท่ากับ $25.80 \text{ m}^2/\text{g}$ และ 27.61 nm ผลการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตแบบโครงข่ายซ้อนพบว่า โครงสร้างภาคตัดขวางของเมมเบรนเป็นแบบแน่นโดยที่อนุภาค MSNs กระจายตัวค่อนข้างสม่ำเสมอและเข้ากันได้ดีกับเมตริกซ์ของ PVA เติม MSNs ในเมตริกซ์ของ PVA ทำให้ค่าความสามารถในการซึมผ่านได้และค่าความแข็งแรงเชิงกลของเมมเบรนสูงขึ้น ส่งผลให้สมรรถนะของเมมเบรนดีขึ้น ผลการศึกษาออกแบบและสร้างระบบต้นแบบสำหรับการทดสอบสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพ พบว่าสามารถสร้างระบบต้นแบบได้สำเร็จ และสามารถใช้ในการทดสอบสมรรถนะการแยกของเมมเบรนได้เป็นอย่างดี ไม่มีการรั่วไหลของสาร

คำสำคัญ : วัสดุนาโน, เมมเบรนคอมโพสิตนาโน, เอทานอล, เชื้อเพลิงชีวภาพ, การแยก

RESEARCH TITLE: Nanocomposite membranes for modifying the quality of biofuel

RESEARCHERS: Artit Hutem et. al.

UNIVERSITY: Phetchabun Rajabhat University

ACADEMIC YEAR: 2020

ABSTRACT

This research aims to study synthesis method of mesoporous silica nanoparticles (MSNs) which have a uniform particle size distribution, and titanium dioxide (TiO_2). Beside, prepare and study the characteristics of double-network (DN) nanocomposite membranes incorporated with MSNs for improvement of the quality of biofuel. In addition to synthesise of porous nanoparticles and preparation of nanocomposite membranes, the research also study, design and construct a prototype system for testing of the biofuel separation performance of composite membranes. For the synthesis of porous nanoparticles, nanoparticles were synthesized with the co-condensation technique under bi-phasic conditions. MTAB was used as principal template while TEA and X-100 were employed as co-template. Polyvinyl alcohol (PVA) was used to prepare the DN composite membranes. High molecular weight polyvinyl alcohol (HPVA) and low molecular weight polyvinyl alcohol (LPVA) were utilized as first and second networks, respectively. Preparation method of DN has two steps included the 1st and 2nd networks preparing steps. For the 1st network preparation steps, MSNs were dispersed in HPVA solution and then the solution was casted on the nylon supporting membrane. The obtained membrane was step dried and thermal crosslinked at 130 °C for 1 h. To create a 2nd network, crosslinked membrane obtained from the 1st step was then immersed in LPVA solution at 70 °C for 30 min, step dried and crosslinked again at the same condition. Synthesized nanoparticles and DN composite membranes were evaluated the characteristics with various analytical

techniques such as SEM, TEM, BET and DMTA. Research results found that MSNs and TiO_2 were completely synthesized. MSNs that is synthesized by using MTAB, MTAB+TEA and MTAB+X-100 as template, have a uniform particle size distribution and specific surface area (SSA) higher than $600 \text{ m}^2/\text{g}$. Results from the consideration of N_2 adsorption-desorption isotherm showed the microporous on the MSNs, as well. For TiO_2 nanoparticles synthesized by co-condensation method using CTAB and NH_4OH as template and catalyst, they have SSA and pore diameter for $25.80 \text{ m}^2/\text{g}$ and 27.61 nm , respectively. DN composite membrane prepared in this work have a dense structure. Distribution of MSNs in the matrix of PVA is quite uniform. The compatibility between MSNs and matrix of PVA is quite good. These make the increase of permeability and mechanical strength and lead to the improvement of separation performance of the DN membranes. In this work, prototype system for testing of biofuel separation performance of DN composite membrane was successfully designed and constructed. The constructed system was employed by no leakage of biofuel.

Key Words: Nanomaterials, nanocomposite membrane, ethanol, biofuel, separation

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณ กองทุนส่งเสริมวิทยาศาสตร์ วิจัยและนวัตกรรม ภายใต้แผนยุทธศาสตร์การวิจัยและนวัตกรรม ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2563 ที่ให้การสนับสนุนเงินทุนวิจัยในครั้งนี้

ขอขอบคุณมหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์ ที่ได้ให้การสนับสนุนโครงสร้างพื้นฐานและอำนวยความสะดวกด้านข้อมูลการวิจัย ผ่านทางสถาบันวิจัยและพัฒนา มาโดยตลอด

ขอขอบคุณสาขาวิชาฟิสิกส์ ที่ได้อนุเคราะห์ให้ห้องปฏิบัติการสำหรับการทดลองและการสังเคราะห์สาร

ขอขอบคุณ นายวีระชัย มีสุข ที่ได้ช่วยเหลือในการวิจัย โดยเฉพาะในการสังเคราะห์อนุภาคนาโน

ขอขอบคุณ ศูนย์วิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ที่ให้การสนับสนุนวัสดุและอุปกรณ์วิจัย รวมทั้งเครื่องมือวิเคราะห์สมบัติของวัสดุในการวิจัย

ขอขอบคุณ ลูกศิษย์ที่น่ารักที่คอยช่วยงาน และมีส่วนอย่างสำคัญในการทำงานวิจัยนี้สำเร็จ ลุล่วงด้วยดี

ดร.อาทิตย์ หู้เต็ม
หัวหน้าโครงการวิจัยฯ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	i
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	iii
กิตติกรรมประกาศ	v
สารบัญ	vi
สารบัญตาราง	viii
สารบัญรูป	ix
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหาวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย	3
1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ	5
1.5 คำสำคัญ	6
บทที่ 2 การศึกษาเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	7
2.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนคุณภาพสูง	8
2.2 การพัฒนาและการประยุกต์ใช้เมมเบรนคอมโพสิตนาโน	13
2.3 อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์แบบมีรูพรุนระดับมีโซ (MSNs)	16
2.4 กระบวนการเพอร์แวกพอเรชัน (Pervaporation process)	17
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	26
3.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีรูพรุนระดับมีโซ	26
3.2 วิธีเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนแบบโครงสร้างซ้อน	28
3.3 การวิเคราะห์คุณลักษณะของอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์	29
3.4 การวิเคราะห์คุณสมบัติของเมมเบรน	30
3.5 การทดสอบสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพของเมมเบรน	31
บทที่ 4 ผลการทดลอง	34
4.1 ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีรูพรุนระดับมีโซ	34
4.2 ผลการเตรียมเมมเบรนที่เต็มและไม่เต็มด้วยอนุภาคนาโน	40
4.3 ผลการออกแบบและสร้างระบบต้นแบบสำหรับทดสอบสมรรถนะของเมมเบรน	46
4.3.1 การออกแบบและสร้างโมดูลเมมเบรน	46

4.3.2 ผลการออกแบบและสร้างระบบต้นแบบสำหรับทดสอบสมรรถนะของเมมเบรน	48
4.3.3 ผลการทดสอบสมรรถนะของเมมเบรนคอมโพสิตด้วยระบบต้นแบบ	51
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง วิจัยและข้อเสนอแนะ	55
5.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาและไททาเนียมแบบมีรูพรุน	55
5.2 การเตรียมเมมเบรนโครงข่ายซ้อนที่เติมและไม่เติมแต่งด้วยอนุภาคนาโน	56
5.3 การออกแบบและสร้างระบบต้นแบบสำหรับทดสอบสมรรถนะของเมมเบรน	56
5.4 วิจัยและข้อเสนอแนะ	57
บรรณานุกรม	59
ภาคผนวก	65
ภาคผนวก ก	66
ประวัติคณะผู้วิจัย	73

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุนรวม และเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนระดับไมโครของอนุภาค ZIFs	11
3.1	ส่วนประกอบที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ (MSNs)	27
4.1	ค่าสมรรถนะของเมมเบรนที่เติม MSN 1.0 wt% ในเทอมของ Permeability และ Selectivity ระหว่างน้ำและเอทานอล	53
4.2	ค่าสมรรถนะของเมมเบรนที่เติม MSN 5.0 wt% ในเทอมของ Permeability และ Selectivity ระหว่างน้ำและเอทานอล	53
4.3	ค่าสมรรถนะของเมมเบรนที่เติม MSN 10.0 wt% ในเทอมของ Permeability และ Selectivity ระหว่างน้ำและเอทานอล	54

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 แผนภาพแสดงกลไกการละลาย-แพร่ ผ่านเมมเบรนที่มีความสม่ำเสมอ	18
2.2 แผนภาพแสดงกระบวนการเพอร์แวกพอเรชัน (Pervaporation process)	19
3.1 โครงสร้างโมเลกุลของเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (Tetraethyl orthosilicate; TEOS)	27
3.2 การสังเคราะห์อนุภาค MSNs โดยใช้ TEOS เป็นสารตั้งต้นและใช้แม่แบบร่วม	28
4.1 ภาพ SEM แสดงสัณฐานวิทยาของอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้แม่พิมพ์เดี่ยว (MTAB)	35
4.2 ภาพ SEM แสดงสัณฐานวิทยาของอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ TEA ร่วมกับ MTAB	35
4.3 ภาพ SEM แสดงสัณฐานวิทยาของอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ X-100 ร่วมกับ MTAB	36
4.4 N_2 adsorption isotherm ของอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้แม่พิมพ์เดี่ยว (MTAB)	36
4.5 ผลการวิเคราะห์ขนาดปริมาตรรูพรุนของอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้แม่พิมพ์เดี่ยว ด้วยเทคนิค BJH	38
4.6 N_2 adsorption isotherm ของอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ TEA เป็นแม่พิมพ์ ร่วมกับ MTAB	38
4.7 ขนาดปริมาตรรูพรุนของอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ TEA เป็นแม่พิมพ์ร่วมกับ MTAB	39
4.8 N_2 adsorption isotherm ของอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ X-100 เป็นแม่พิมพ์ร่วมกับ MTAB	39
4.9 ขนาดปริมาตรรูพรุนของอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ X-100 เป็นแม่พิมพ์ ร่วมกับ MTAB	40
4.10 ผล DMTA แสดงค่า Modulus และ Tan delta ของเมมเบรนที่เติมด้วย MSNs 1.0 wt%	41
4.11 ผล DMTA แสดงค่า Modulus และ Tan delta ของเมมเบรนที่เติมด้วย MSNs 5.0 wt%	41

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.12 ผล DMTA แสดงค่า Modulus และ Tan delta ของเมมเบรนที่เติมด้วย MSNs 10.0 wt%	42
4.13 ภาพถ่าย SEM สัณฐานวิทยาที่ผิวบน (a), ภาคตัดขวาง (b) ภาคตัดขวางกำลังขยายสูง (c) ของเมมเบรนที่เติมด้วย MSNs 1.0 wt%	43
4.14 ภาพถ่าย SEM สัณฐานวิทยาที่ผิวบน (a), ภาคตัดขวาง (b) ภาคตัดขวางกำลังขยายสูง (c) ของเมมเบรนที่เติมด้วย MSNs 5.0 wt%	44
4.15 ภาพถ่าย SEM สัณฐานวิทยาที่ผิวบน (a), ภาคตัดขวาง (b) ภาคตัดขวางกำลังขยายสูง (c) ของเมมเบรนที่เติมด้วย MSNs 10.0 wt%	45
4.16 ผลวิเคราะห์ด้วย XRD, อนุภาคนาโน MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์	46
4.17 ภาพเขียนแบบโมดูลเมมเบรนพร้อมแสดงขนาด ส่วนบน (a) และส่วนล่าง (b)	47
4.18 สแตนด์เลสพูนแผ่นกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 47 mm สำหรับใช้เป็นแผ่นรองเมมเบรน ขณะทดสอบ	48
4.19 โมดูลเมมเบรนที่สร้างขึ้นในโครงการวิจัย	48
4.20 แผนภาพระบบต้นแบบสำหรับทดสอบสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพของเมมเบรนคอมโพสิตนาโน	50
4.21 ภาพถ่ายระบบต้นแบบสำหรับทดสอบสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพของเมมเบรนคอมโพสิตนาโน	50
4.22 ค่าเลือกผ่าน (Selectivity) ของเมมเบรน PVAs-DN ที่เติมด้วย MSNs 1.0 5.0 และ 10.0 wt%	53

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหาวิจัย

ปัจจุบันทั่วโลกกำลังเผชิญกับความท้าทายทางด้านพลังงานและสิ่งแวดล้อม พลังงานทดแทนหรือพลังงานทางเลือกเป็นทางออกที่สำคัญอันหนึ่งของสถานการณ์นี้ เชื้อเพลิงชีวภาพ เช่น ก๊าซชีวภาพหรือไบโอแก๊ส และไบโอเอทานอล เป็นตัวเลือกหนึ่งที่ทั่วโลกกำลังวิจัยและพัฒนา สำหรับประเทศไทย เรามีแหล่งวัตถุดิบสำหรับการผลิตก๊าซชีวภาพและเอทานอลเป็นจำนวนมากจากวัสดุชีวมวล และรัฐบาลให้การส่งเสริมอย่างต่อเนื่องให้มีการผลิตก๊าซชีวภาพและไบโอเอทานอล สำหรับใช้ในในประเทศ โดยหวังที่จะลดการพึ่งพาแหล่งพลังงานจากฟอสซิลและเพิ่มความปลอดภัยทางด้านพลังงาน รวมทั้งเป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับผลผลิตทางการเกษตรและเศษวัสดุชีวมวล อย่างไรก็ตาม การนำเชื้อเพลิงชีวภาพมาใช้ยังถูกจำกัด ในส่วนของก๊าซชีวภาพ ก๊าซที่ผลิตได้ยังเป็นก๊าซที่ไม่บริสุทธิ์หรือมีคุณภาพในการเผาไหม้ต่ำเนื่องจากก๊าซชีวภาพที่ผลิตได้ประกอบด้วยก๊าซชนิดต่าง ๆ ได้แก่ มีเทนประมาณ 60-70 % คาร์บอนไดออกไซด์ ประมาณ 20-30 % รวมทั้งก๊าซชนิดอื่น ๆ อีกหลายชนิด การที่ก๊าซชีวภาพมีคาร์บอนไดออกไซด์เป็นส่วนประกอบในระดับสูงทำให้คุณภาพในการเผาไหม้ลดลงหรือไม่สามารถเผาไหม้ได้ ส่งผลให้การประยุกต์ใช้ถูกจำกัด ถ้าสามารถยกระดับคุณภาพของก๊าซชีวภาพด้วยการแยกก๊าซที่ทำให้ก๊าซชีวภาพเผาไหม้ได้ไม่ดีออกไป จะทำให้สามารถใช้งานได้อย่างหลากหลายรวมทั้งการใช้ในยานยนต์ชนิดต่าง ๆ ในกรณีของไบโอเอทานอลก็เช่นเดียวกัน เอทานอลที่ได้จากการหมักจะมีน้ำปนอยู่มาก การนำไปใช้งานจำเป็นต้องแยกน้ำออกจากเอทานอลให้เอทานอลมีความบริสุทธิ์ราว 98.0% หรือสูงกว่าหรือจนได้เป็นเอทานอลแห้ง (dried ethanol) หรือเอทานอลปราศจากน้ำนั่นเอง ก็จะทำให้สามารถนำเอทานอลไปใช้งานได้อย่างหลากหลายทั้งเป็นวัตถุดิบในการผลิตสารเคมี เป็นส่วนผสมในการผลิตก๊าซโซฮอลล์ แม้จะมีงานวิจัยมากมายที่ศึกษาเกี่ยวกับการปรับปรุงคุณภาพก๊าซชีวภาพและการทำบริสุทธิ์เอทานอล อย่างไรก็ตาม ในส่วนของการปรับปรุงคุณภาพเชื้อเพลิงชีวภาพด้วยเทคโนโลยีเมมเบรนนั้น ยังจำเป็นต้องมีการวิจัยและพัฒนาเมมเบรนที่มีสมรรถนะการแยกสูงเพื่อให้สามารถแยกเชื้อเพลิงชีวภาพได้มากในเวลาอันสั้นและสามารถทำบริสุทธิ์เชื้อเพลิงชีวภาพได้ในไม่กี่ขั้นตอน ซึ่งเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เตรียมโดยการเติมด้วยวัสดุนาโนหรือวัสดุคอมโพสิตนาโน ถือเป็นทางเลือกที่มีศักยภาพและมีความเป็นไปได้ที่จะเพิ่มสมรรถนะการแยก เพิ่มความแข็งแรงเชิงกล เพิ่มความต้านทานต่อการเกิด plasticization เพิ่มความเสถียรต่ออุณหภูมิและสิ่งแวดล้อม ให้กับเมมเบรนได้ อย่างมีประสิทธิภาพ ทีมวิจัยได้พิจารณาและเห็นความสำคัญและความเป็นไปได้จึงได้ริเริ่มโครงการวิจัยนี้ โดยคาดหวังจะพัฒนาสมรรถนะการแยก

เชื้อเพลิงชีวภาพ (ไบโอมีเทนและไบโอเอทานอล) ของเมมเบรนพอลิเมอร์ โดยอาศัยการแต่งเติมด้วย วัสดุนาโนหรือวัสดุคอมโพสิตนาโนคุณภาพสูง (พื้นที่ผิวสูงมาก ปริมาตรและขนาดรูพรุนเหมาะสมกับการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพ ความเสถียรสูง ขนาดอนุภาคสม่ำเสมอและเหมาะสำหรับการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพ) ในส่วนของสิ่งแวดล้อม เราพบว่า เพชรบูรณ์เป็นจังหวัดที่มีการทำการเกษตรเป็นจำนวนมาก โดยเฉพาะการปลูกข้าว อ้อย ข้าวโพด มะคาเดเมีย และมะขาม รวมทั้งพืชไร่และพืชสวนชนิดอื่น ๆ อีกหลายชนิด นอกจากนี้ยังมีเศรษฐกิจพืชทั้งที่เจริญบนดินและบนผิวน้ำ ในแต่ละปีมีเศษวัสดุชีวมวลเหลือทิ้งจากการทำกิจกรรมเป็นจำนวนมาก ซึ่งมีเกษตรกรหลายรายที่เลือกกำจัดทิ้งด้วยการเผา ก่อให้เกิดมลพิษทางอากาศและทำให้ดินเสื่อมสภาพ ทีมวิจัยจึงได้พิจารณาที่จะนำชีวมวลบางชนิดมา ใช้เป็นวัตถุดิบเริ่มต้นในการสังเคราะห์วัสดุนาโน โดยหวังว่าจะสามารถเพิ่มทางเลือกในการจัดการ ปัญหาวัสดุเศษเหลือทางการเกษตร ช่วยเพิ่มมูลค่า ลดการเผาทิ้งและช่วยลดมลพิษทางอากาศอีกทาง

การพัฒนาสมรรถนะของเมมเบรนโดยการเติมแต่งด้วยอนุภาคนาโนแบบมีรูพรุน จำเป็นต้องมีการศึกษาวิจัยและพัฒนาคุณภาพของอนุภาคนาโนและความเข้ากันได้ระหว่างวัสดุนาโน เช่น ซิลิกา ไททาเนียม คาร์บอน ซิงค์ อนุพันธ์ของซีโอไลต์ในรูปของ MOF (Metal organic framework) และกราฟีน (Graphene) ซึ่งเป็นสารอนินทรีย์กับวัสดุเมมเบรนพอลิเมอร์ซึ่งเป็น สารอินทรีย์ ความเข้ากันได้ (Compatibility) ระหว่างวัสดุสองกลุ่มนี้จะช่วยเพิ่มสมรรถนะการแยก ของเมมเบรนคอมโพสิต โดยทั่วไป การพัฒนาเมมเบรนพอลิเมอร์บริสุทธิ์สำหรับการแยกสารจะ ประสบปัญหาที่สำคัญคือ การเพิ่มอัตราการหรือความสามารถในการซึมผ่านได้ (Permeability) ด้วยการลดความหนาของเมมเบรนลง จะทำให้เมมเบรนสูญเสียความสามารถในการเลือกให้ผ่าน (Selectivity) ในทางกลับกันถ้าต้องการเพิ่มสมรรถนะการแยก ด้วยการเพิ่มความหนาของเมมเบรน จะทำให้ความสามารถในการซึมผ่านได้ลดลง ในทางเมมเบรนจะเรียกความสัมพันธ์ลักษณะนี้ว่า “Trade-off relationship” นอกจากนี้ การเตรียมเมมเบรนที่บางมาก ๆ จะมีโอกาสเกิดตำหนิบน เมมเบรน ซึ่งส่งผลโดยตรงต่อสมรรถนะการแยก ดังนั้น เป้าหมายสูงสุดของนักพัฒนาเมมเบรนจึงอยู่ที่ การเตรียมเมมเบรนที่ความสามารถในการซึมผ่านและความสามารถในการแยกเพิ่มขึ้นพร้อม ๆ กัน โดยที่เมมเบรนไม่ต้องบางมาก การเติมแต่งเมมเบรนด้วยวัสดุนาโนคุณภาพสูงที่เข้ากันได้ดีกับเมตริกซ์ ของเมมเบรนเป็นหนึ่งในทางเลือกนั้น เพื่อศึกษาถึงกรรมวิธีในการสังเคราะห์วัสดุนาโนและการ เตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่วัสดุนาโนกับเมตริกซ์ของเมมเบรนสามารถเข้ากันได้ดี ทีมวิจัยจึงได้ ทำโครงการวิจัยนี้

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อสังเคราะห์วัสดุนาโนหรือวัสดุคอมโพสิตนาโนคุณภาพสูงที่เหมาะสมสำหรับการประยุกต์ใช้ ในเมตริกซ์ของเมมเบรนสำหรับการปรับปรุงคุณภาพเชื้อเพลิงชีวภาพ

2. เพื่อพัฒนาสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพของเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมแต่งด้วยวัสดุนาโน
3. เพื่อออกแบบ สร้าง ระบบทดสอบสมรรถนะเมมเบรนที่เตรียมได้ในห้องปฏิบัติการรวมทั้งการออกแบบและหาแนวทางในการสร้างเป็นระบบต้นแบบเพื่อนำไปสู่การพัฒนาต่อยอดเป็นชุดหรือระบบปรับปรุงคุณภาพเชื้อเพลิงคุณภาพ

1.3 ขอบเขตโครงการวิจัย

ศึกษาวิธีการสังเคราะห์และสังเคราะห์วัสดุนาโนและวัสดุคอมโพสิตนาโน รวมทั้งดำเนินการปรับปรุงคุณสมบัติ(Functionalization) ของวัสดุนาโนที่สังเคราะห์ได้ในห้องปฏิบัติการสำหรับการดูดซับและแยกเชื้อเพลิงชีวภาพ โดยจะเลือกใช้เศษวัสดุชีวมวล เช่น เปลือกมะคาเดเมีย ฟางข้าว เศษอ้อย ต้นและใบข้าวโพด และอื่น ๆ เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์วัสดุนาโนด้วย หลังจากสามารถสังเคราะห์วัสดุนาโนแล้ว จะนำวัสดุนาโนทั้งที่สังเคราะห์ได้เองและที่มีจำหน่ายเชิงพาณิชย์มาใช้ในการพัฒนาสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพของเมมเบรนพอลิเมอร์ให้เป็นเมมเบรน คอมโพสิตนาโนสมรรถนะสูง มีความทนทาน อดทนยาก มีความต้านทานต่อสภาพแวดล้อมได้ดี ที่สำคัญกระบวนการสังเคราะห์ต้องไม่ซับซ้อน และต้นทุนในการสังเคราะห์ต้องไม่สูงจนเกินไป เป้าหมายหลักในการพัฒนาเมมเบรนนี้จะมุ่งเพิ่มสมรรถนะการแยกและเพิ่มความเข้ากันได้ระหว่างวัสดุนาโนและเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ โดยจะได้ทดสอบสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพด้วยระบบทดสอบที่สร้างขึ้นในงานวิจัยนี้ หลังจากได้เมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่มีสมรรถนะตามที่ต้องการแล้ว จะได้ทดลองออกแบบระบบเมมเบรนโดยจะเป็นระบบจำลองที่จะนำไปสู่การสร้างเป็นระบบต้นแบบต่อไป จากที่กล่าวข้างต้นนี้ สามารถสรุปขอบเขตการวิจัยได้ว่า งานวิจัยนี้จะศึกษาหาวิธีการสังเคราะห์วัสดุนาโนหรือวัสดุคอมโพสิตนาโนคุณภาพสูงเพื่อนำไปใช้ในการพัฒนาเมมเบรนคอมโพสิตนาโนสมรรถนะสูงที่ใช้ เมมเบรนพอลิเมอร์เป็นวัสดุฐาน และในท้ายสุดจะเป็นการทดสอบคุณสมบัติและสมรรถนะของเมมเบรนด้วยระบบทดสอบการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพที่จะออกแบบ สร้างขึ้นในงานวิจัยนี้

เพื่อให้บรรลุวัตถุประสงค์ของการวิจัย ในการวิจัยนี้ได้กำหนดตัวแปรต้นและตัวแปรตามที่ต้องการศึกษาไว้ดังนี้

การสังเคราะห์วัสดุนาโน

ตัวแปรต้น

ชนิดสารตั้งต้น

พรุณ

อัตราส่วนระหว่างสารตั้งต้นกับสารแม่แบบ

ตัวแปรตาม

พื้นที่ผิวจำเพาะ ขนาดอนุภาค และปริมาตรรู

สมบัติความชอบ-ไม่ชอบน้ำของอนุภาค

ชนิดสารตัวเร่ง/ตัวยับยั้งปฏิกิริยา กับสารปนเปื้อน	สมบัติการเลือกดูดซับระหว่างเชื้อเพลิงชีวภาพ
เงื่อนไขในการสังเคราะห์ นาพอลิเมอร์ (อุณหภูมิ ระยะเวลา)	การกระจายของอนุภาคในเมตริกซ์ของเมมเบรน
ชนิดของสารเติมแต่ง ของอนุภาค	รูปร่างและลักษณะโครงสร้างทางกายภาพ ของอนุภาค

ศึกษาวิธีการสังเคราะห์และสังเคราะห์วัสดุนาโนและวัสดุคอมโพสิตนาโน รวมทั้งดำเนินการปรับปรุงคุณสมบัติ(Functionalization) ของวัสดุนาโนที่สังเคราะห์ได้ในห้องปฏิบัติการสำหรับการดูดซับและแยกเชื้อเพลิงชีวภาพ โดยจะเลือกใช้เศษวัสดุชีวมวล เช่น เปลือกมะคาเดเมีย ฟางข้าว เศษอ้อย ต้นและใบข้าวโพด และอื่น ๆ เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์วัสดุนาโนด้วย หลังจากสามารถสังเคราะห์วัสดุนาโนแล้ว จะนำวัสดุนาโนทั้งที่สังเคราะห์ได้เองและที่มีจำหน่ายเชิงพาณิชย์มาใช้ในการพัฒนาสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพของเมมเบรนพอลิเมอร์ให้เป็นเมมเบรน คอมโพสิตนาโนสมรรถนะสูง มีความทนทาน อดทนยาก มีความต้านทานต่อสภาพแวดล้อมได้ดี ที่สำคัญ กระบวนการสังเคราะห์ต้องไม่ซับซ้อน และต้นทุนในการสังเคราะห์ต้องไม่สูงจนเกินไป เป้าหมายหลักในการพัฒนาเมมเบรนนี้จะมุ่งเพิ่มสมรรถนะการแยกและเพิ่มความเข้ากันได้ระหว่างวัสดุนาโนและเมตริกซ์ของพอลิเมอร์ โดยจะได้ทดสอบสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพด้วยระบบทดสอบที่สร้างขึ้นในงานวิจัยนี้ หลังจากได้เมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่มีสมรรถนะตามที่ต้องการแล้ว จะได้ทดลองออกแบบระบบเมมเบรนโดยจะเป็นระบบจำลองที่จะนำไปสู่การสร้างเป็นระบบต้นแบบต่อไป จากที่กล่าวข้างต้นนี้สามารถสรุปขอบเขตการวิจัยได้ว่า งานวิจัยนี้จะศึกษาหาวิธีการสังเคราะห์วัสดุนาโนหรือวัสดุคอมโพสิตนาโนคุณภาพสูงเพื่อนำไปใช้ในการพัฒนาเมมเบรนคอมโพสิตนาโนสมรรถนะสูงที่ใช้ เมมเบรนพอลิเมอร์เป็นวัสดุฐาน และในท้ายสุดจะเป็นการทดสอบคุณสมบัติและสมรรถนะของเมมเบรนด้วยระบบทดสอบการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพที่จะออกแบบ สร้างขึ้นในงานวิจัยนี้

เพื่อให้บรรลุวัตถุประสงค์ของการวิจัย ในการวิจัยนี้ได้กำหนดตัวแปรต้นและตัวแปรตามที่ต้องการศึกษาไว้ดังนี้

การสังเคราะห์วัสดุนาโน

ตัวแปรต้น

ชนิดสารตั้งต้น

พารามิเตอร์

อัตราส่วนระหว่างสารตั้งต้นกับสารแม่แบบ

ตัวแปรตาม

พื้นที่ผิวจำเพาะ ขนาดอนุภาค และปริมาตรรูพรุน

สมบัติความชอบ-ไม่ชอบน้ำของอนุภาค

ชนิดสารตัวเร่ง/ตัวยับยั้งปฏิกิริยา กับสารปนเปื้อน	สมบัติการเลือกดูดซับระหว่างเชื้อเพลิงชีวภาพ
เงื่อนไขในการสังเคราะห์ พอลิเมอร์ (อุณหภูมิ ระยะเวลา)	การกระจายของอนุภาคในเมทริกซ์ของเมมเบรน
ชนิดของสารเติมแต่ง ของอนุภาค	รูปร่างและลักษณะโครงสร้างทางกายภาพ

การพัฒนาสมรรถนะของเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เติมแต่งด้วยวัสดุนาโน

ตัวแปรต้น

ตัวแปรตาม

ชนิดเมมเบรนพอลิเมอร์ อมโฟลิต	โครงสร้างและลักษณะความพรุนของเมมเบรนค
ชนิดวัสดุนาโน	ความสามารถในการเลือกแยก
เงื่อนไขในการเตรียม	ความสามารถในการแพร่ซึมผ่าน
เงื่อนไขในการปรับปรุงผิวเมมเบรน	ความชอบ-ไม่ชอบน้ำของเมมเบรนคอมโพสิต
	ความแข็งแรงเชิงกลในเทอมของมอดูลัส
	การอุดตัน

จากขอบเขตและตัวแปรที่จะศึกษาในการวิจัยนี้ ความสำเร็จของโครงการจึงพิจารณาจากสมบัติของวัสดุนาโนและสมรรถนะของเมมเบรนคอมโพสิตนาโน ในส่วนของวัสดุนาโน มีตัวชี้วัดความสำเร็จหลักอยู่ 3 ประเด็น คือ ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรรูพรุน สมบัติความชอบ-ไม่ชอบน้ำ ขณะที่เมมเบรนคอมโพสิตจะมีตัวชี้วัดหลักคือ สมรรถนะในการเลือกให้ผ่าน (ค่าการแยก) และความสามารถในการซึมผ่านได้ (หรือฟลักซ์ของการซึมผ่าน) การวิจัยในโครงการจะมุ่งศึกษาความสัมพันธ์ของตัวแปรต้นและตัวแปรตามที่กำหนดไว้ข้างต้น

1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

ผลที่คาดว่าจะได้รับจากความสำเร็จของโครงการวิจัยนี้คือ (1) ต้นแบบเทคโนโลยีระดับห้องปฏิบัติการ นั่นคือ ได้อนุภาคนาโน เมมเบรนคอมโพสิตนาโน และระบบสำหรับทดสอบสมรรถนะการปรับปรุงคุณภาพเชื้อเพลิงชีวภาพในระดับห้องปฏิบัติการของเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่เตรียมได้ และ (2) บทความทางวิชาการตีพิมพ์ในวารสารระดับชาติหรือนานาชาติในฐานะข้อมูลที่ สกอ. รับรอง นั่นคือ คาดหวังว่าจะสามารถตีพิมพ์ผลงานวิจัยในวารสารวิชาการระดับชาติหรือนานาชาติที่อยู่ในฐานข้อมูลที่ สกอ.รับรอง ได้ไม่น้อยกว่า 1 เรื่อง ในการดำเนินการวิจัยนี้ ผลที่จะได้รับภายในกรอบ

เวลานั่นเองคือ ต้นแบบอนุภาคนาโน ต้นแบบเมมเบรนคอมโพสิตนาโน และระบบสำหรับการทดสอบสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพด้วยเมมเบรน

หน่วยงานที่สามารถใช้ประโยชน์จากผลการวิจัย นอกจากประโยชน์ในการต่อยอดการวิจัยทางด้านพลังงานทดแทนของคณะจารย์ในสาขาฟิสิกส์แล้ว ผลการวิจัยยังสามารถนำไปใช้ในการเรียนการสอนทั้งระดับมัธยมศึกษาและอุดมศึกษา ในโรงเรียนรัฐและเอกชนและในสถาบันอุดมศึกษาต่าง ๆ ได้

1.5 คำสำคัญ

วัสดุนาโน, เมมเบรนคอมโพสิตนาโน, เอทานอล, เชื้อเพลิงชีวภาพ, การแยก
Nanomaterials, nanocomposite membrane, bioethanol, biofuel,
separation

บทที่ 2

การศึกษาเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ปัญหาสำคัญของการแยกสารด้วยเมมเบรนพอลิเมอร์คือ ปัญหาความสัมพันธ์แบบตรงข้าม (Trade-off relationship) ระหว่างความสามารถในการซึมผ่าน (Permeability) หรือฟลักซ์ในการซึมผ่าน (Permeation flux) กับค่าความสามารถในการเลือกให้ผ่านหรือค่าการแยก (Selectivity) นอกจากนี้ยังมีปัญหาเกี่ยวกับความเสถียร การเสียสภาพ (Plasticization) ความแข็งแรงเชิงกล การอุดตัน และความต้านทานต่อสภาพแวดล้อมที่รุนแรง การวิจัยและพัฒนาจากทั่วโลกมุ่งที่จะปรับปรุงแก้ไขปัญหาดังกล่าวโดยเฉพาะปัญหาความสัมพันธ์แบบตรงข้าม และเมื่อพิจารณาในรายละเอียดก็พบว่า ทางออกของปัญหานี้ที่สำคัญคือ การพัฒนาเมมเบรนคอมโพสิตนาโนด้วยการแต่งเติมด้วยวัสดุนาโนคุณภาพสูงและเหมาะสม เป็นที่ทราบดีว่า การปรับปรุงคุณภาพเชื้อเพลิงชีวภาพ โดยเฉพาะการแยกคาร์บอนไดออกไซด์ออกจากมีเทน เป็นกระบวนการที่สำคัญในอุตสาหกรรมเคมีและการทำปฏิกิริยาก๊าซ ทั้งในมุมมองของเศรษฐกิจและสิ่งแวดล้อม วิธีการดั้งเดิมในการปรับปรุงคุณภาพ (Sweetening) ก๊าซธรรมชาติคือ การดูดซับทางกายภาพด้วยเอมีน (Amines) แต่เป็นวิธีการที่ต้นทุนดำเนินการค่อนข้างสูง และใช้น้ำค่อนข้างมาก งานวิจัยนี้มีสมมติฐานว่า **เมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่แต่งเติมด้วยวัสดุนาโนคุณภาพสูงที่ผ่านการปรับปรุงสมบัติความเข้ากันได้กับเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ จนทำให้วัสดุนาโนกระจายตัวในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์อย่างดีแล้ว จะมีสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพสูงขึ้นและมีความแข็งแรงเชิงกลดีขึ้นด้วย** เพราะฉะนั้น หัวใจสำคัญของความสำเร็จของโครงการวิจัยจึงขึ้นอยู่กับ 3 ประเด็นหลัก คือ (1) คุณสมบัติของวัสดุนาโนที่สังเคราะห์ได้ (2) ความเข้ากันได้ระหว่างวัสดุนาโนกับเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ และ (3) อันตรกิริยาระหว่างเมมเบรนกับเชื้อเพลิงชีวภาพ สำหรับการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพ เมมเบรนต้องมียันตรกิริยากับองค์ประกอบที่ต้องการแยกออกมากกว่าองค์ประกอบที่ต้องการให้ถูกกักไว้ ในกรณีของคาร์บอนไดออกไซด์กับมีเทน ถ้าสามารถสังเคราะห์เมมเบรนที่เลือกให้มีเทนผ่านไปได้โดยไม่ให้คาร์บอนไดออกไซด์ผ่านไปได้จะเป็นแนวทางใหม่ เช่นเดียวกันกับการแยกเอทานอลจากน้ำโดยให้เอทานอลผ่านเมมเบรนไปได้ขณะที่น้ำจะถูกกักไว้ อย่างไรก็ตาม วิธีการดังกล่าวนี้แม้จะเป็นวิธีการที่มีประโยชน์ต่ออุตสาหกรรมเชื้อเพลิงชีวภาพแต่เป็นวิธีการที่ค่อนข้างยากเมื่อเทียบกับวิธีตรงข้าม คือให้น้ำหรือคาร์บอนไดออกไซด์ผ่านไปได้ขณะที่เอทานอลหรือมีเทนถูกเมมเบรนกักไว้ เพราะฉะนั้นแนวทางหลักของการพัฒนาเมมเบรนคอมโพสิตนาโนในงานวิจัยนี้คือ การให้องค์ประกอบของเชื้อเพลิงชีวภาพที่มีความชอบน้ำหรือน้ำผ่านได้ดี สำหรับเทคนิคหลักที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคหรือวัสดุนาโนที่ใช้แม่แบบที่เหมาะสมสำหรับการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพ คือ เทคนิคร่วมระหว่างไฮโดรไลซิส (Hydrolysis)

ของสารตั้งต้นกับการควบแน่นร่วม (Co-condensation) ซึ่งในขั้นเริ่มต้นจะเป็นการทำปฏิกิริยาระหว่างตัวทำละลาย โดยมีน้ำเป็นตัวทำละลายร่วมในปฏิกิริยาด้วย ตัวเร่งและแม่แบบ ซึ่งเป็นขั้นของการก่อไมเซลล์ (Micellar formation) ในขั้นตอนนี้อาจแทรกด้วยเทคนิคทางฟิสิกส์เช่น คลื่นเสียงความถี่สูง (Ultrasonic) ซึ่งโดยทฤษฎีแล้ว คลื่นเสียงความถี่สูงจะช่วยเร่งปฏิกิริยาและทำให้ไมเซลล์พองตัว (Swelling) เป็นผลให้อนุภาคที่ได้มีพื้นที่ผิวจำเพาะเพิ่มขึ้น นอกจากนี้อาจเติมสารแม่แบบร่วมหรือสารในกลุ่มของอะมิโนไซเลนที่เหมาะสมเพื่อทำ Functionalization ไปพร้อมกับการสังเคราะห์เมื่อไมเซลล์ก่อตัวดีแล้วจึงเติมด้วยสารตั้งต้นของวัสดุนาโน (Precursor) บวกกับการควบคุมเงื่อนไข เช่น อัตราส่วนระหว่างสารที่ใช้ ซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นอัตราส่วนระหว่างสารตั้งต้นกับตัวทำละลายและแม่แบบ อุณหภูมิ ความเป็นกรด-ด่าง (pH) และระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาจะทำให้ได้วัสดุนาโนที่มีสมบัติตามต้องการ

2.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนคุณภาพสูง

สำหรับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ หรือ SiO_2 นั้น ในปี 2011 Adam และคณะ ได้สังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาจากแกลบ (Rice husk) ซึ่งเป็นวัสดุชีวมวลทางการเกษตรด้วยวิธีโซล-เจล (Sol-gel method) ที่อุณหภูมิห้อง (30°C) ซึ่งเป็นวิธีการที่ไม่จำเป็นต้องสกัดแม่พิมพ์ด้วยการเผาที่อุณหภูมิสูง เขาและทีมพบว่า อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงสุด $245\text{ m}^2/\text{g}$ และมีปริมาตรรูพรุนเท่ากับ $0.78\text{ cm}^3/\text{g}$ มีทีมวิจัยอีกหลายกลุ่มที่ได้สังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาขึ้น และเรียกซิลิกาที่สังเคราะห์จากชีวมวลว่า “ซิลิกาชีวภาพ” (Biosilica) (Lee et. al., 2017; Fu et. al., 2016; Le et. al., 2013) ปี 2013 Zhang และคณะรายงานผลการวิจัยเกี่ยวกับการสังเคราะห์นาโนซิลิกาที่มีลักษณะเป็นทรงกลมที่มีรูพรุนสม่ำเสมอในระดับมิโครด้วยวิธีอย่างง่าย ซึ่งเขาและคณะเลือกสังเคราะห์อนุภาคในปริมาณมากต่อครั้ง (Large scale synthesis) โดยใช้เทคนิคโซล-เจล และสังเคราะห์ที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้ TEOS (Tetraethylorthosilicate) เป็นสารตั้งต้นและใช้แม่พิมพ์หลายชนิด เช่น CTATos (Cetyltrimethylammonium tosylate) และ CTAB (Cetyltrimethylammonium bromide) การวิจัยนี้ Zhang และคณะได้เติม TEA (Triethanolamine) ลงในระบบด้วย ผลการวิจัยพบว่า สามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนที่มีรูพรุนต่าง ๆ ได้ และได้อนุภาคปริมาณค่อนข้างมากในครั้งเดียว โครงสร้างนาโนของอนุภาคที่ได้ถูกกำหนดด้วยชนิดแม่พิมพ์ เขาและคณะพบอีกว่า เมื่ออัตราส่วนโดยมวลของ TEAH/TEOS มีค่าสูง อนุภาคที่สังเคราะห์ได้จะมีพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific surface area, SSA) สูงสุดอยู่ที่ $1,154\text{ m}^2/\text{g}$ และปริมาตรรูพรุน (Pore volume) $1.58\text{ cm}^3/\text{g}$ เทคนิคการสังเคราะห์ด้วยแม่พิมพ์อ่อน (Soft template) เป็นเทคนิควิธีที่ง่ายที่สุดสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์แบบมีรูพรุนระดับมิโคร (Mesoporous) นอกจากนี้ Chen และคณะ (2015) ได้สังเคราะห์อนุภาค SiO_2 ที่มีรู

พูนระดับมีโซรูปทรงต่าง ๆ และพบว่า ชั้นผิวนอกของซิลิกาสามารถควบคุมได้ด้วยการปรับอัตราส่วนโดยโมลระหว่างไซเลนและสารตั้งต้น (Precursor) ซึ่ง Chen และคณะได้ปรับอัตราส่วนโดยโมลของ VTES (Triethoxyvinylsilane) ต่อ TEOS ทำให้อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มี SSA สูงสุด $468.6 \text{ m}^2/\text{g}$ ปริมาตรรูพูน $1.29 \text{ cm}^3/\text{g}$ และขนาดรูพูน 18.3 nm ปี 2015 Egger และคณะ ได้พิมพ์ผลการสังเคราะห์อนุภาค SiO_2 ที่มีรูพูนระดับมีโซด้วยวิธีการใช้แม่พิมพ์ร่วมกันสองชนิด เทคนิคที่ใช้คือการทำให้แม่พิมพ์บวมน้ำ (Swelling) โดยการกระตุ้นด้วยคลื่นเสียงความถี่สูง (Sonochemical synthesis) และการควบแน่นร่วม (Co-condensation) ในการวิจัยนี้ Egger และคณะใช้ CTAB (Cetyltrimethylammonium bromide) เป็นแม่พิมพ์ และใช้ DMHA (Dimethylhexadecylamine) เป็นแม่พิมพ์ร่วม และได้ใช้ Decane เป็นตัวควบคุมอัตราการตกตะกอนของสารตั้งต้น (TEOS) ผลการวิจัยพบว่า สามารถสังเคราะห์ SiO_2 ที่มีรูพูนระดับมีโซ มี SSA และปริมาตรรูพูนสูงสุดถึง $1,235 \text{ m}^2/\text{g}$ และ $4.5 \text{ cm}^3/\text{g}$ (Egger et. al., 2015) นอกจากนี้ทีมวิจัยของ Zhu ได้เตรียม SiO_2 ที่มีรูพูนระดับมีโซแบบเร็ว (Rapidly synthesis) พบว่าคลื่นไมโครเวฟช่วยลดระยะเวลาในการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกา MCM-41 ลงได้มาก กล่าวคือ ใช้เวลาเพียง 40 นาทีเท่านั้น นอกจากนี้ยังได้ศึกษาผลของกรดที่มีต่อโครงสร้างของ MCM-41 ซึ่งพบว่า กรดซัลฟริก ทำให้โครงสร้างระดับมีโซของอนุภาคที่ได้มีความเป็นระเบียบแบบเฮกซะโกนอล (More order hexagonal) และทำให้ปริมาตรรูพูน เส้นผ่านศูนย์กลางรูพูนเพิ่มขึ้นอีกด้วย MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้ยังแสดงสมบัติในการเป็นตัวดูดซับโลหะหนักได้ดี (Zhu et. al., 2017) อีกด้วย สำหรับกรณีของอนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) แบบมีรูพูนและพื้นที่ผิวมากนั้น Yuan และคณะได้สังเคราะห์แท่งนาโนไททาเนียมที่มีรูพูน และพบว่า สามารถสังเคราะห์แท่งนาโนไททาเนียมที่มีพื้นที่ผิวสูงถึง $109.81 \text{ m}^2/\text{g}$ ความยาวและความกว้างของแท่งนาโนไททาเนียมประมาณ $1 \mu\text{m}$ และ $<10 \text{ nm}$ ขนาดพื้นที่ผิวของแท่งนาโนสามารถปรับเปลี่ยนได้ด้วยการปรับเปลี่ยนอัตราการหมุนวน (Stirring rate) ระหว่างที่เกิดกระบวนการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิสูง Konishi และคณะเตรียมโมโนลิทของ TiO_2 ที่อุณหภูมิห้องที่สามารถควบคุมความพูนหรือขนาดรูพูนได้ด้วยเทคนิคโซล-เจล และการแยกเฟสภายใต้สภาวะที่ไม่มีแม่พิมพ์ ผลการวิจัยพบว่า สามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนไททาเนียมโมโนลิทที่มีรูพูนระดับแมโครและมีโซได้ ด้วยการควบคุม pH ของระบบระหว่างที่สารตั้งต้นกำลังเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและการควบแน่นร่วม พื้นที่ผิวของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้สูงถึงประมาณ $150 \text{ m}^2/\text{g}$ ข้อดีของอนุภาคที่มีรูพูนในระดับแมโครและมีโซคือ รูพูนระดับแมโครจะช่วยให้การไหลของของไหลสูงขึ้น ขณะที่รูพูนระดับมีโซจะสนับสนุนให้เกิดการแยกของโมเลกุล เพราะฉะนั้นวัสดุโมโนลิทที่มีโครงสร้างรูพูนหลายขนาดจึงสามารถประยุกต์ใช้เป็นตัวกลางที่ทำให้เกิดการแยก เช่น ใช้ HPLC (High performance liquid chromatography) (Konishi et. al., 2006) นอกจากนี้ไททาเนียมโมโนลิทไฮบริดที่มีรูพูนแบบเป็นลำดับขั้นและเป็นไททาเนียมที่ถูกปรับแต่ง (Functionalized)

ด้วยฟอสเฟตไปพร้อม ๆ กับการสังเคราะห์ ได้ถูกสังเคราะห์ขึ้นด้วยวิธีการอย่างง่าย อนุภาคที่ได้มีรูพรุนทั้งระดับแมโครและมิโซ ในการสังเคราะห์ดังกล่าวนี้จะใช้โพลีคาโพรแลคโตน (Polycaprolactone; PCL) เป็นสารตัวเติมในปฏิกิริยา โดยให้สารตั้งต้น (Vinylsilsesquioxanes, VinylPOSS และ Vinylphosphonic acid, VPA) เกิดปฏิกิริยาก่อพอลิเมอร์ร่วม ผลจากการเสื่อมสลายไปของ PCL ที่เติมลงไปทำให้พื้นที่ผิวของโมโนลิท ไฮบริดมีค่าสูงที่สุดถึง $502 \text{ m}^2/\text{g}$ แสดงว่าขนาดรูพรุนระดับแมโครสามารถควบคุมได้จากปริมาณ PCL ที่เติมลงไป (Zhang et. al., 2017)

นอกจากอนุภาคทั้งสองชนิดข้างต้น ยังมีอนุภาคนาโนอนุพันธ์ของซีโอไลต์ นั่นคือ ZIF-8 ซึ่งถือเป็น Metal-organic frameworks (MOFs) ชนิดหนึ่งที่มีศักยภาพสูงในการนำมาประยุกต์ใช้ทางด้านการแยกก๊าซ เราสามารถสังเคราะห์อนุภาคชนิดนี้ได้หลายวิธีแต่วิธีที่ผู้วิจัยสนใจคือ การสังเคราะห์ ZIF-8 ที่มีน้ำเป็นวัสดุฐานและสังเคราะห์ที่อุณหภูมิห้อง เมื่อเร็ว ๆ นี้ Jian และคณะได้ทดลองสังเคราะห์อนุภาค ZIF-8 ที่อุณหภูมิห้องโดยไม่มีการเติมสารเติมแต่งใด ๆ จากสารตั้งต้น 6 ชนิด ได้แก่ $\text{Zn}(\text{OAc})_2$, ZnSO_4 , $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$, ZnCl_2 , ZnBr_2 และ ZnI_2 และพบว่า อัตราส่วนโดยโมลของ Hmin/Zn มีผลต่อขนาดพื้นที่ผิวของอนุภาค ZIF-8 ที่สังเคราะห์ได้ กล่าวคือ พื้นที่ผิวจะลดลงเมื่ออัตราส่วนโดยโมลของ Hmin/Zn ลดลง ซึ่งสอดคล้องกับการเพิ่มขึ้นของขนาดอนุภาคเมื่ออัตราส่วนโดยโมลลดลง นอกจากนี้การเพิ่มขึ้นของปริมาณการดูดซับก๊าซ N_2 ที่ตำแหน่งใกล้ $P/P_0 = 1$ ชี้ให้เห็นว่าความพรุนระหว่างอนุภาค (Interparticle porosity) ที่อยู่ระหว่างอนุภาค ZIF-8 มีค่าสูง อย่างไรก็ตามเมื่ออัตราส่วนโดยโมลเพิ่มขึ้นจนถึง 10 พบว่า ปริมาณการดูดซับ N_2 กลับลดลงและทำให้พื้นที่ผิวที่คำนวณตามวิธี BET และปริมาตรรูพรุน ต่ำสุดที่ $31.9 \text{ m}^2/\text{g}$ และ $0.15 \text{ cm}^3/\text{g}$ ตามลำดับ จะเห็นว่าสามารถควบคุมขนาดของอนุภาค ZIF-8 ได้ด้วยปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของตัวเติมที่เป็นเบส (base-type additive) เช่น ไตรเอทิลเอมีน (Triethylamine; TEA) ร่วมกับการให้ความร้อนที่ 100°C เป็นเวลา 12 h ซึ่งจะทำให้ได้อนุภาคที่มีความเป็นผลึกและพื้นที่ผิวเพิ่มขึ้นถึง $981.1 \text{ m}^2/\text{g}$ ความต้านทานต่ออุณหภูมิและความแข็งแรงเชิงกลของเมมเบรน PSF ก็ได้รับการแก้ไขโดยการเติม ZIF-8 ที่ผ่านการปรับปรุงสมบัติด้วยความร้อนดังกล่าวนี้ด้วย (Nordin et. al., 2014) นอกจากนี้ยังมีการวิจัยที่ยืนยันว่าสามารถเตรียม ZIF-8 ได้ที่อุณหภูมิห้องโดยใช้น้ำเป็นตัวกลางร่วมกับการเติมด้วยตัวเติม (additive) ที่มีสมบัติเป็นเบส เช่น TEA อนุภาค ZIF-8 ที่ได้มีความเป็นผลึกสูงและมีพื้นที่ผิวประมาณ $1,032 \text{ m}^2/\text{g}$ และเมื่อเติมอนุภาคนี้นในเมทริกซ์ของ PSF ในอัตรา 0.5 wt% ค่าซึมผ่านได้ของ CO_2 เพิ่มขึ้น 37% และการเลือกผ่านระหว่าง CO_2/CH_4 เพิ่มขึ้น 19% เมื่อเทียบกับกรณีไม่เติม ZIF-8 ในเมทริกซ์ของ PSF (Nordin et. al., 2015) อนุภาค ZIF-8 สามารถเตรียมได้ด้วยวิธีการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิสูง (Hydrothermal method) โดยใช้ TEA เป็นแม่พิมพ์ (structure directing agent) ซึ่งพบว่าสามารถสังเคราะห์ ZIF-8 ที่มีพื้นที่ผิวสูงถึง $1,340 \text{ m}^2/\text{g}$ ได้ (Butova et. al., 2017) เป็นที่ทราบดีว่าอนุภาคนาโนที่ทำหน้าที่เป็นสารตัวเติมนั้นเป็นจำพวกสารอนินทรีย์ ขณะที่เมทริกซ์ที่

อนุภาคเหล่านี้จะเข้าไปฝังตัวจะเป็นพอลิเมอร์ซึ่งเป็นจำพวกสารอินทรีย์ ปัญหาที่พบคือ ความเข้ากันได้ระหว่างสารทั้งสองกลุ่มที่แตกต่างกันนี้ เพราะฉะนั้นจึงมีการศึกษาวิจัยเพื่อแก้ปัญหาวิธีทางหนึ่งที่มีประสิทธิภาพคือการสังเคราะห์อนุภาคตัวเดิมให้มีแขนหรือหมู่ฟังก์ชันที่พร้อมจะทำอันตรกิริยากับพอลิเมอร์ ตัวอย่างการสังเคราะห์ในแนวทางนี้คือ การสังเคราะห์และกราฟต์อนุภาค ZIFs ไปพร้อมกันเพื่อนำอนุภาคที่ได้ไปเตรียมเมมเบรนแบบ Mixed matrix สำหรับการแยกก๊าซ CO₂ ซึ่งดำเนินการโดย Gao และคณะ กล่าวคือพวกเขาได้เตรียมทั้ง ZIF-8 และ PEI-g-ZIF-8 ที่ระดับความเข้มข้นของ PEI ต่าง ๆ กัน สูตรการเตรียมที่ใช้คือ การผสม Zn(NO₃)₂·6H₂O, Hmin และ PEI ลงในเอทานอล (Ethanol; EtOH) แล้วกวนผสมกันที่อุณหภูมิห้องจนได้สารแขวนลอยของ ZIF-8 จากนั้นจึงนำไปหมุนเหวี่ยงแยกเอาเฉพาะอนุภาคนาโน ZIF-8 ในงานวิจัยนี้ Gao และคณะใช้อัตราส่วนโดยโมล (Molar ratio) ระหว่าง Zn(NO₃)₂·6H₂O : Hmin : PEI เท่ากับ 5 : 40 : 1 ผลการสังเคราะห์พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาค ZIF-8 และ PEI-g-ZIF-8 อยู่ที่ประมาณ 50-60 และ 40-50 nm ตามลำดับ คำอธิบายว่าทำไมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางจึงลดลงคือ สายโซ่ประจุบวกของ PEI ไปล้อมรอบอนุภาคทรงกลมไว้ ซึ่งสายโซ่นี้ไปขัดขวางการเกิดพันธะ Zn-min-Zn ผลจากการวิจัยของ Gao และทีม พบอีกว่า พื้นที่ผิวของอนุภาค ZIFs ที่สังเคราะห์ได้ค่อนข้างสูง ดังแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุนรวม และเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนระดับไมโครของอนุภาค ZIFs (ที่มา: Gao et al. 2018)

Sample	BET surface area (m ² ·g ⁻¹)	Langmuir surface area (m ² ·g ⁻¹)	Total pore volume (cm ³ ·g ⁻¹)	Micropore diameter (nm)
ZIF-8	1503	1707	0.716	0.730
PEI-g-ZIF-8	1666	1856	1.676	0.753

และพบว่าค่าสมรรถนะการดูดซับ/แยก CO₂ เพิ่มขึ้นอย่างชัดเจน ค่าการซึมผ่านของ CO₂ ก็เพิ่มขึ้นอย่างชัดเจนด้วย โดยเฉพาะที่ความดันต่ำหรือที่ 0.3 MPa ค่า CO₂ permeance ของก๊าซผสมระหว่าง CO₂/CH₄ ที่อัตราส่วน 10/90 Vol.% ของเมมเบรน PVAm/mPSF, PVAm/ZIF-8/mPSF และ PVAm/PEI-g-ZIF-8/mPSF เท่ากับ 629, 1,186 และ 1,990 ตามลำดับ จะเห็นว่า CO₂ permeance เพิ่มขึ้นถึง 88.6% สำหรับ PVAm/ZIF-8/mPSF และ 216% สำหรับ PVAm/PEI-g-ZIF-8/mPSF เมื่อเทียบกับเมมเบรน PVAm/mPSF (Gao et. al., 2018)

ในส่วนของอนุภาคนาโนคาร์บอนแบบมีรูพรุนเป็นลำดับชั้น ปี 2016 โมนolithicคอมโพสิต (Composite monoliths) ของคาร์บอน/ซิลิกา ที่มีรูพรุนเป็นลำดับชั้น (Hierarchically pore) และเป็นรูพรุนที่เชื่อมต่อกันสามารถไหลลอดผ่านไปได้ตลอดได้ถูกสังเคราะห์ขึ้นมาด้วยวิธีโซล-เจล (Sol-gel method) ในขั้นตอนเดียว โดยพบว่า พื้นที่ผิวซึ่งถูกคำนวณด้วยวิธี BET มีค่าสูงมาก และโครงสร้างความพรุนของมันสามารถปรับเปลี่ยนระหว่างรูพรุนระดับไมโคร มีโซ และแมโคร (micro/meso/macro) ได้ การสังเคราะห์ดังกล่าวนี้อาศัยการทำงานร่วมกันของสารตั้งต้น (Precursors) สองประเภทคือ สารตั้งต้นจำพวกสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ ไม่มีการกระตุ้นด้วยสารกระตุ้น คอมโพสิตที่ได้มาจะถูกนำไปเข้าสู่กระบวนการ pyrolysis และการกำจัดซิลิกาออกเพื่อให้ได้โมนolithic ของคาร์บอนแบบที่มีรูพรุนเป็นลำดับชั้นและปราศจากการรอยแตกใดๆ (crack-free) ค่าพื้นที่ผิวของโมนolithic ของคาร์บอนที่ได้สูงสุดประมาณ $2,600 \text{ m}^2/\text{g}$ ในทางตรงข้ามถ้ากำจัดส่วนที่เป็นคาร์บอนออกจะได้อนุภาคซิลิกาที่มีรูพรุนระดับไมโครและมีพื้นที่ผิวสูงสุดประมาณ $600 \text{ m}^2/\text{g}$ ผลการทดลองใช้งานโมนolithicของคาร์บอน พบว่าค่าความสามารถในการซึมผ่านได้ของน้ำค่อนข้างสูงและความแข็งแรงเชิงกลในเทอมของมอดูลัสของยังอยู่ที่ประมาณ 0.42 MPa (Katiyar et al., 2016) ในปีเดียวกันนี้ Ren และคณะ ได้สังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนที่มีโครงสร้างเป็นลำดับชั้นโดยใช้ Soybean (ถั่วเหลือง) เป็นวัตถุดิบ และพบว่าพื้นที่ผิวของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้สูงถึง $1,500 \text{ m}^2/\text{g}$ อนุภาคที่มีพื้นที่ผิวมากมีศักยภาพในการประยุกต์ใช้งานด้านต่างๆ รวมทั้งการดูดซับ/แยกก๊าซด้วย (Ren et al., 2016) สำหรับอนุภาคนาโนคาร์บอนแบบทรงกลมกลวงที่มีรูพรุนรอบทิศทาง (Hollow carbon nanospheres, HCNs) มีนักวิจัยหลายกลุ่มทำการสังเคราะห์ขึ้น โดยมุ่งเพิ่มพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และควบคุมความหนาของผนังอนุภาค Xu และคณะ (2015) ได้สังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนที่มีท่อกลวงและมีพื้นที่ผิวสูงมาก ได้ด้วยวิธีอย่างง่ายและไม่ใช้แม่พิมพ์ (Template) อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีขนาดพื้นที่ผิวสูงสุดถึง $3,022 \text{ m}^2/\text{g}$ และมีเส้นผ่านศูนย์กลางภายในและภายนอกอนุภาคประมาณ 26 และ 69 nm ตามลำดับ ในทำนองเดียวกัน Yao และคณะ (2017) ได้สังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนชนิดเดียวกันนี้ โดยได้ย่นร่อยการทดลองของ Xu และคณะ แต่ไม่สามารถสังเคราะห์ HCNs ได้ จึงได้วิเคราะห์และพบว่าถ้าต้องการให้ได้ HCNs ที่มีพื้นที่ผิวมากตามที่ Xu และคณะรายงานนั้น การเผาโดยตรงไม่สามารถทำได้ Yao และคณะได้ปรับเงื่อนไขการเผา (Carbonization) ไปเป็นการเผาภายใต้การกระตุ้นด้วยก๊าซ CO_2 ผลคือ สามารถสังเคราะห์ HCNs ที่มีขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific surface area) สูงถึง $2,949 \text{ m}^2/\text{g}$ และปริมาตรรูพรุนสูงถึง $2.9 \text{ cm}^3/\text{g}$ ขนาดรูและขนาดความหนาของผิวสามารถควบคุมได้จากการปรับระยะเวลาในการกระตุ้นด้วย CO_2 (Yao et al., 2017)

2.2 การพัฒนาและการประยุกต์ใช้เมมเบรนคอมโพสิตนาโน

มีการนำเทคโนโลยีเมมเบรนมาประยุกต์ใช้ในการจัดการปัญหาทางด้านสิ่งแวดล้อม ด้านพลังงาน ด้านการบำบัดน้ำ การทำบริสุทธิ์น้ำดื่ม ด้านการแพทย์ (ปอดเทียมและไตเทียม) และอื่น ๆ แต่ด้วยข้อจำกัดของเมมเบรนพอลิเมอร์จึงนำไปสู่การเติมแต่งเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ด้วยสารเติมแต่งจำพวกสารอนินทรีย์เพื่อเพิ่มสมรรถนะของเมมเบรน เมื่อเร็วๆ นี้ เมมเบรนคอมโพสิตนาโนได้รับความสนใจเป็นอย่างมากจากนักวิทยาศาสตร์ทั่วทุกมุมโลกในการนำมาประยุกต์ใช้ปรับปรุงคุณภาพหรือทำบริสุทธิ์เชื้อเพลิงชีวภาพโดยการแยกสารที่ปนเปื้อนในเชื้อเพลิงชีวภาพ เช่น การแยกคาร์บอนไดออกไซด์ออกจากมีเทน (Kalantari et. al., 2018; Nasab and Zahmatkesh, 2016; Vinoba et. al., 2017; Favvas et. al., 2017) การแยกไนโตรเจนออกจากออกซิเจน (Sadeghi et. al., 2014) การแยกไฮโดรเจนซัลไฟด์จากก๊าซชีวภาพ (Nour et. al., 2014) การแยกน้ำออกจากเอทานอล (Cheng et. al., 2018; Kononova et. al., 2018; Mali et. al., 2018) การเติมแต่งด้วยสารเติมแต่งระดับนาโน เช่น ท่อนาโนคาร์บอน นาโนซิงค์ออกไซด์ ออกไซด์ของกราฟีน อนุภาคนาโนเงินและทองแดง อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ ซิลิกาและวัสดุนาโนอื่น ๆ ลงในเมมเบรนพอลิเมอร์มีข้อดีหลายอย่าง อาทิ ช่วยเพิ่มสมบัติความชอบน้ำ ลดการสะสมของสารหรืออนุภาคที่จะทำให้เมมเบรนอุดตัน เพิ่มประสิทธิภาพในการเลือกแยก รวมทั้งช่วยแก้ปัญหาความแข็งแรงเชิงกลและความเสถียรภายใต้สภาพแวดล้อมที่อุณหภูมิต่าง ๆ

เป็นที่ยอมรับแล้วว่า การผนวกหรือเติมแต่งอนุภาคนาโนเข้ากับเมมเบรนคอมโพสิตแบบฟิล์มบาง (Thin film composite membranes; TFC) สามารถปรับปรุงสมบัติทางเคมีฟิสิกส์ของเมมเบรน เช่น สมบัติความชอบน้ำ, ความเสถียรเชิงกล และความต้านทานต่ออุณหภูมิหรือความร้อน รวมทั้งสมบัติการเลือกให้ผ่านให้ดีขึ้นได้ (Kang and Cao, 2012; Kim et. al., 2013; Zhao et. al., 2014) อนุภาคนาโนที่ถูกใช้เป็นสารเติมแต่ง (nanofillers) ในนาโนคอมโพสิตเมมเบรนถูกแบ่งออกเป็น 3 กลุ่ม ประกอบด้วย ออกไซด์ของโลหะแบบไม่มีขนาดและออกไซด์ของโลหะ (Non-dimensional metal and Metal oxides) ท่อนาโนแบบหนึ่งมิติ (One-dimensional nanotubes) และอนุภาคนาโนแบบมีรูพรุนสองมิติ (2-D porous NPs) Gholami และคณะ (2017) ได้เตรียม MMMs (Mixed matrix membranes) โดยใช้โพลียูรีเทน (Polyurethane; PU) เป็นพอลิเมอร์ฐานและเติมด้วยอนุภาคนาโน ZIF-8 ที่มีรูพรุน ในที่นี้ 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

สำหรับการแยกระหว่าง CO_2/CH_4 โดย Nordin และคณะได้สังเคราะห์อนุภาค ZIF-8 และปรับแต่งด้วยแอมโมเนียที่อุณหภูมิและปริมาณสารละลายแอมโมเนียค่าต่าง ๆ ผลการปรับแต่งทำให้หมู่ N-H ติดบนอนุภาค และทำให้ความเป็นผลึกดีขึ้น พื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนก็เพิ่มขึ้นด้วย ในการวิจัยนี้ MMMs ที่ใช้พอลิซัลฟอน (Polysulfone; PSF) เป็นพอลิเมอร์ฐานสามารถเตรียมได้ด้วยวิธีการเปลี่ยนเฟสแบบแห้ง/เปียก (Dry/wet phase inversion method) ผลการทดสอบการซึมผ่าน CO_2 และ CH_4 พบว่าค่าการซึมผ่านของ CO_2 ลดลง ขณะที่การเลือกให้ผ่านระหว่าง CO_2/CH_4 เพิ่มขึ้น ผลการปรับแต่งสมบัติของ ZIF-8 ด้วยแอมโมเนียซึ่งทำให้หมู่ 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 ถูกเติมในเมทริกซ์ของ PSF ทำให้การเลือกผ่าน CO_2/CH_4 เพิ่มขึ้นถึง 72% และค่าความสามารถในการซึมผ่าน CO_2 เพิ่มขึ้นถึง 43 % เมื่อเทียบกับเมมเบรน PSF ที่ไม่ได้เติม ZIF-8 ในงานของ Nordin และคณะ ZIF-8 ที่ใช้มีขนาดพื้นที่ผิวสูงสุด 1,250.5 m^2/g และปริมาตรรูพรุน 2 ขนาดคือขนาดระดับมีโซ 0.195 cm^3/g และระดับไมโคร 0.385 cm^3/g ทำให้ปริมาตรรูพรุนรวมเท่ากับ 0.580 cm^3/g

เมมเบรนคอมโพสิตนาโนได้ถูกเตรียมจากพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และเคลย์ (PVA/Clay) และพบว่า ความเสถียรต่ออุณหภูมิของเมมเบรนดีขึ้น อัตราความสามารถในการซึมผ่านไอน้ำลดลงเมื่อปริมาณเคลย์ในระบบเพิ่มขึ้นตั้งแต่ 1-3 wt% นอกจากนี้ยังพบการเปลี่ยนแปลงเชิงบวกของความสามารถในการซึมผ่านของไอของแอลกอฮอล์ (Yeh et. al., 2003) นอกจากนี้ยังมีการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตระหว่างท่อนาโนคาร์บอน (CNTs) กับ PVA โดยพบว่าสามารถเพิ่มความสามารถในการเลือกผ่านระหว่างแอลกอฮอล์กับน้ำได้เป็นอย่างดี กล่าวคือ ค่าเลือกผ่านน้ำ (Water selectivity) ของเมมเบรนคอมโพสิต CNTs/PVA เพิ่มขึ้นเป็น 1,794 ขณะที่ค่าเลือกผ่านน้ำของเมมเบรน PVA ที่ไม่ได้เติม CNTs เท่ากับ 119 นั่นคือ สามารถเพิ่มค่าเลือกผ่านได้มากกว่า 10 เท่า (Shirazi et. al., 2011) และเมื่อเร็ว ๆ นี้ มีรายงานการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนโดยการเติมแต่งด้วยวัสดุนาโน phosphotungstic acid (PWA) ที่ความเข้มข้น 2, 4 และ 6 wt% ลงในเมมเบรนผสมระหว่างไคโตซาน (Chitosan, CS) และไฮดรอกซีเอทิลเซลลูโลส (Hydroxyethylcellulose, HEC) ซึ่งพบว่าที่ความเข้มข้นของ PWA 2 wt% สามารถทำให้ค่าปัจจัยเลือกผ่านของน้ำสูงขึ้นเป็น 39,976 ขณะที่ค่าปัจจัยเลือกผ่านของเมมเบรนฐาน (CS/HEC) เท่ากับ 203 (Malia and Gokavib, 2018)

สำหรับ PVA นั้น มีรายงานว่า การเติม TiO_2 ลงในเมทริกซ์ของ PVA ทำให้สมบัติเชิงกลของ PVA ดีขึ้น และที่ความเข้มข้นของ TiO_2 P25 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 TiO_2 P25 อยู่ในช่วง 20-30 wt% ค่าซึมผ่านได้จะค่อนข้างคงที่ ขณะที่ค่าเลือกผ่านลดลง และที่

ความเข้มข้นในช่วง 30-40 wt% พบว่า ค่าซึมผ่านก๊าซทุกชนิดดังกล่าวข้างต้นนี้มีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้น ขณะที่ค่าเลือกผ่านลดลง (Ahmad et. al., 2013)

ปี 2017 Nakkun และคณะ รายงานผลการวิจัยเกี่ยวกับสมรรถนะการแยกน้ำออกจากสารละลายเอทานอลของเมมเบรนคอมโพสิตนาโนแบบโครงข่ายซ้อนที่เตรียมจากพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ขนาดโมเลกุลต่ำ (LPVA) และสูง (HPVA) หรือเมมเบรน PVAs-DN และเติมด้วยอนุภาคนาโนซิลิกา (ไม่มีรูพรุน) ในอัตรา 1 และ 3.5 wt% การเตรียม PVAs-DN นี้เขาและคณะได้ดำเนินการเชื่อมขวางโครงข่ายของ PVA ด้วยความร้อนที่ระดับ 130 °C (Thermal crosslinking) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยเชื่อมขวาง 2 ครั้ง ตามลำดับ ในการเตรียมเมมเบรนนั้น จะเริ่มด้วยการเติมอนุภาคนาโนซิลิกา (SNSs) ในสารละลายของ HPVA การเคลือบสารที่ได้บนพอลิเมอร์ฐาน ซึ่งได้เลือกใช้เมมเบรนไนลอน และหลังจากการเชื่อมขวางด้วยความร้อนแล้ว จึงนำมาเคลือบซ้ำด้วย LPVA และเข้าสู่กระบวนการทำให้แห้งและการเชื่อมขวางรอบที่ 2 ได้เป็น PVAs-DN เมมเบรนที่เตรียมได้ถูกนำไปทดสอบสมรรถนะการแยกเอทานอลด้วยระบบทดสอบเพอร์แวปพอเรชัน (Pervaporation system unit) ที่สร้างขึ้นเองในห้องปฏิบัติการ ในการทดสอบนี้ ได้เตรียมสารละลายเอทานอลที่มีความเข้มข้น 90 wt% (หรือเป็นสารละลายที่มีน้ำปราศจากไอออนอยู่ในสารละลายเท่ากับ 10 wt%) และป้อนเข้าสู่ระบบผ่าน peristaltic pump โดยควบคุมอุณหภูมิของสารละลายที่ 30, 40, 50 และ 60 °C ขณะที่ความดันฝั่ง permeate จะถูกควบคุมให้อยู่ในระดับประมาณ 1 mbar ก่อนการทดสอบ การซึมผ่านและการแยก ได้ปล่อยให้สารละลายไหลผ่านโมดูลเมมเบรนเป็นเวลา 2 ชั่วโมงเพื่อให้ระบบอยู่ในสภาวะสมดุลเชิงความร้อน สารละลายที่ผ่านเมมเบรนออกมาจะอยู่ในสถานะไอและจะถูกควบแน่นกลับเป็นของเหลวใน vacuum cool traps และนำไปทดสอบเปอร์เซ็นต์ของเอทานอลด้วยเครื่องวิเคราะห์รีแฟรคโตมิเตอร์ (Refractometer) ผลวิจัยพบว่า สารที่ผ่านเมมเบรนออกมาเป็นสารละลายที่มีความเข้มข้นของเอทานอลต่ำมาก ระดับการซึมผ่านได้ของน้ำและระดับการเลือกให้น้ำผ่านได้ อยู่ในระดับสูง โดยฟลักซ์การซึมผ่านได้เท่ากับ 6 และ 7 g/m²h และค่าการเลือกให้น้ำผ่านได้ หรือค่าความสามารถในการแยกเท่ากับ 17,800 และ 4,540 สำหรับเมมเบรนที่เติมด้วย SNSs เท่ากับ 1.0 และ 3.5 wt% ตามลำดับ (Nakkun et. al., 2017)

ในการศึกษาวิจัยในครั้งนี้ เพื่อให้การวิจัยสำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์ ทีมวิจัยได้ศึกษาค้นคว้าเอกสารที่เกี่ยวข้องและดำเนินการสังเคราะห์อนุภาคนาโนและการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนโดยใช้อนุภาคนาโนที่สังเคราะห์ได้และวัสดุเมมเบรนพอลิเมอร์ ซึ่งในการวิจัยนี้ได้เลือกใช้เมมเบรนไนลอน (Nylon membrane) เป็นเมมเบรนฐาน ในการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิต จะเติมด้วยอนุภาคนาโน SiO₂ แบบมีรูพรุนระดับมีโซในพอลิไวนิลแอลกอฮอล์แบบเป็นลำดับคือ ผสม SiO₂ ใน HPVA ก่อน แล้วจึงนำไปรวมกับ LPVA และจะเทียบสมรรถนะการแยกกับงานวิจัยของ Nakkun และคณะซึ่งได้ทดสอบสมรรถนะของเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมด้วย SiO₂ แบบทรงกลมที่ไม่มีรูพรุน ใน

ประเด็นของความเข้ากันได้ระหว่างอนุภาคนาโนกับเมตริกซ์ของ PVA นั้น เชื่อว่าจะสามารถเข้ากันได้ดีเนื่องจากอนุภาค SiO_2 ที่สังเคราะห์ได้ เป็นอนุภาคที่มีความชอบน้ำเนื่องจากมีหมู่ไฮดรอกซิล (Silanol) อยู่ด้วย ส่วนการแยกชั้นระหว่างเมมเบรนฐานกับ PVA เชื่อว่าจะไม่เกิดขึ้นเนื่องจากไนลอน และ PVA อยู่ในกลุ่มพอลิเมอร์ที่ชอบน้ำเหมือนกัน เพราะฉะนั้น ผู้วิจัยเชื่อว่าการเลือกเตรียมเมมเบรนชนิดนี้จะทำให้สามารถบรรลุวัตถุประสงค์ของโครงการวิจัยได้ โดยคาดหวังว่า ฟลักซ์ในการซึมผ่านได้และค่าการเลือกให้ผ่านหรือสมรรถนะการแยกของเมมเบรนคอมโพสิตแบบเครือข่ายซ้อนที่เตรียมในโครงการนี้จะดีกว่าการเติมด้วย SiO_2 ที่ไม่มีรูพรุน

2.3 อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์แบบมีรูพรุนระดับมีโซ (MSNs)

อนุภาคนาโนซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์เป็นสารประกอบเคมีอนินทรีย์ที่ประกอบด้วยซิลิกอนและออกซิเจน มีสูตรเคมีเป็น SiO_2 ซิลิกาเป็นแร่ที่ปรากฏในธรรมชาติในชั้นเปลือกโลก และปรากฏในธรรมชาติเป็นส่วนประกอบของทรายหรือควอตซ์ รวมทั้งปรากฏตามผนังเซลล์ของพืชเซลล์เดียว ซิลิกาถูกแบ่งออกเป็นหลายชนิดตามคุณสมบัติทางฟิสิกส์และเคมี เช่น ความเป็นผลึก การมีหรือไม่มีรูพรุนบนอนุภาค ขนาดของรูพรุนบนอนุภาค คุณสมบัติความชอบน้ำ รูปร่างอนุภาค และขนาดพื้นที่ผิวของอนุภาค รวมทั้งประเภทการประยุกต์ใช้ การแบ่งอนุภาคนาโนซิลิกาตามโครงสร้างผลึกและความเป็นผลึกจะแบ่งได้เป็น 2 กลุ่ม คือ แบบผลึก (Crystalline silica) และแบบอะมอร์ฟัส (Amorphous silica) หรือแบบที่มีทั้งที่เป็นและไม่เป็นผลึกอยู่ร่วมกัน (Qian, 2018)

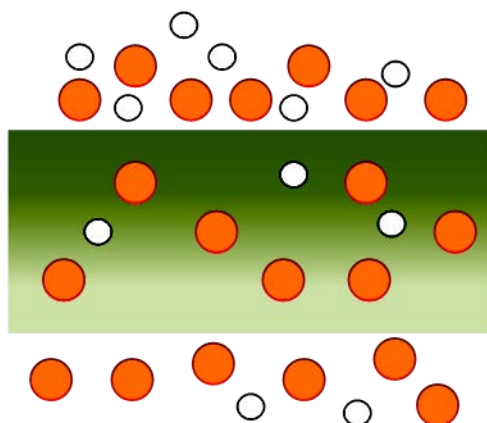
ในกรณีของอนุภาคนาโนซิลิกาที่จัดแบ่งประเภทตามขนาดรูพรุนตามมาตรฐาน IUPAC จะถูกแบ่งออกเป็น 3 กลุ่ม คือ อนุภาคที่มีขนาดรูพรุนน้อยกว่า 2 นาโนเมตร จะถูกเรียกว่า “อนุภาคซิลิกาที่มีรูพรุนระดับไมโคร” (Microporous silica) อนุภาคที่มีขนาดรูพรุนอยู่ในช่วง 2-50 นาโนเมตร จะถูกเรียกว่า “อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนระดับมีโซ” (Mesoporous silica) และที่มีขนาดรูพรุนมากกว่า 50 นาโนเมตร จะถูกเรียกว่า “อนุภาคนาโนซิลิการะดับแมโคร” (Macroporous silica) สำหรับอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนระดับมีโซ (Mesoporous silica nanoparticles, MSNs) ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากในช่วงสิบปีที่ผ่านมาเนื่องจากเป็นอนุภาคที่มีคุณสมบัติทางเคมีและฟิสิกส์เหมาะสมที่สามารถประยุกต์ใช้งานได้หลากหลาย เช่น มีโครงสร้างแบบแข็งแรง มีความเสถียรต่อความร้อน สารเคมีและเชิงกลที่ดี รวมทั้งยังสามารถปรับปรุงสมบัติเพิ่มเติมได้ไม่ยาก MSNs ถูกสังเคราะห์ขึ้นครั้งแรกในปี 1992 โดยนักวิจัยของบริษัทโมบิล และถูกเรียกว่า “วัสดุผลึกของโมบิล” (Mobil crystalline materials, MCM) การสังเคราะห์ MSNs สามารถทำได้หลายวิธีทั้งแบบที่ใช้และไม่ใช้แม่แบบ (Template) MSNs เป็นวัสดุแข็งที่ประกอบด้วยช่องว่างที่มีขนาดในระดับมีโซประกอบกันเป็นผลึกหรือโครงสร้างที่มีรูปร่างต่าง ๆ กัน เช่น รูปร่างกลม (Rouet et. al., 2018) รูปร่างคล้ายรังผึ้ง (Vivero-Escoto et. al., 2010) รูปร่างคล้ายดอกไม้ (Das et. al., 2019) รูปร่างดาวกระจาย

หรือเดนไดรเมอร์ (Liu et. al., 2019) และรูปทรงคล้ายไวรัส (Wang et. al., 2017) การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาสามารถทำได้ทั้งแบบที่ใช้และไม่ใช้แม่พิมพ์ (Template) ในกรณีของการใช้แม่แบบในการสังเคราะห์จะมีข้อดีที่สามารถควบคุมลักษณะโครงสร้าง ขนาดรูพรุน ขนาดอนุภาค และการกระจายขนาดอนุภาคได้ แต่มีข้อเสียคือ ต้องใช้สารเคมีเพิ่มขึ้นและรูปทรงของอนุภาคถูกจำกัดด้วยแม่แบบ ในกรณีของการสังเคราะห์โดยใช้แม่แบบสามารถใช้แม่แบบเพียงหนึ่งชนิดหรือมากกว่าได้ การควบคุมขนาดของอนุภาค สามารถควบคุมได้จากอัตราส่วนของสารตั้งต้นต่อแม่แบบ หรืออัตราส่วนของตัวทำละลาย สารเร่งปฏิกิริยาและสารยับยั้งปฏิกิริยา รวมทั้งเงื่อนไขอื่น ๆ เช่น อุณหภูมิ ระยะเวลาในการสังเคราะห์ และความเร็วในการกวนผสมขณะทำการสังเคราะห์ รายละเอียดเพิ่มเติมเกี่ยวกับการวิจัยและพัฒนาเกี่ยวกับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนแบบมีรูพรุนชนิดต่าง ๆ ได้รวบรวมไว้ในหัวข้อ 2.5 (งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง)

2.4 กระบวนการเพอร์แวกพอเรชัน (Pervaporation process)

หลักการพื้นฐานของกระบวนการเพอร์แวกพอเรชัน คือ การแยกสารผสมที่อยู่ในสถานะของเหลว เช่น อะซีโอโทรป (Azeotropic mixtures), สารผสมระหว่างสารอินทรีย์และน้ำ และสารผสมระหว่างสารอินทรีย์กับสารอินทรีย์ โดยควบคุมผลต่างความดันไอที่ตกคร่อมเมมเบรน กลไกการละลาย-แพร่ (Solution-diffusion mechanism) ดังรูปที่ 2.1 ได้รับการยอมรับอย่างกว้างขวางจากนักวิจัยหลายกลุ่มในการใช้อธิบายหรือทำความเข้าใจการขนส่งมวลสาร (mass transfer) ในระบบของเพอร์แวกพอเรชัน (PV) เป็นกลไกที่ค่อนข้างง่าย โดยในกลไกการละลาย-แพร่มีขั้นตอนที่เกี่ยวข้องที่สำคัญ 3 ขั้นตอนคือ

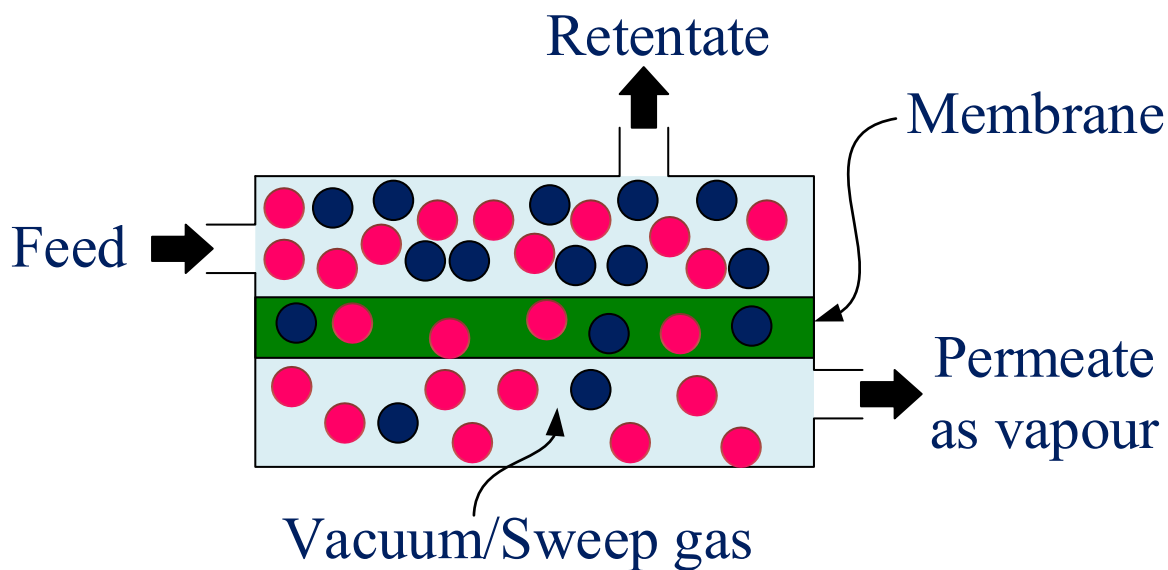
- ก) การดูดซับและละลายของสารประกอบบนผิวด้านที่มีความดันสูง
- ข) การแพร่ของสารที่แพร่ผ่านได้ดีหรือที่ถูกดูดซับผ่านความหนาของเมมเบรน และ
- ค) การคายซับสารแพร่ผ่าน (Permeate) จากผิวเมมเบรนด้านความดันต่ำ



Solution-diffusion mechanism

รูปที่ 2.1 แผนภาพแสดงกลไกการละลาย-แพร่ ผ่านเมมเบรนที่มีความสม่ำเสมอ

กลไกการละลาย-แพร่ มีข้อสมมติฐานว่า ระบบกำลังอยู่ในสภาวะสมดุลความร้อน (isothermal) และอยู่ในสภาวะคงตัว (steady-state conditions) ไม่มีการพาเกิดขึ้น (มีเฉพาะการแพร่เท่านั้น) และเมมเบรนที่ใช้เป็นเมมเบรนที่มีความสม่ำเสมอทั่วทั้งภาคตัด รูปที่ 2.2 แสดงหลักการของ PV ซึ่งจะเห็นว่าการควบแน่นของไอที่แพร่ผ่านเมมเบรนไปได้ การขนส่งสารผสมในสถานะของเหลวจากด้าน Feed สู่ด้าน Permeate เกิดขึ้นจากเกรเดียนต์ของศักย์ทางเคมี ซึ่งเกิดขึ้นจากความแตกต่างของความดันย่อยระหว่างเมมเบรนทั้งสองด้าน และความต่างหรือเกรเดียนต์ของความดันย่อยนี้สามารถทำให้เกิดขึ้นได้ด้วยการลดความดันรวมทางด้าน Permeate ของเมมเบรนด้วยปั๊มสุญญากาศ หรือการใช้ก๊าซเฉื่อยในการสวீปแก๊สทางด้าน permeate ของเมมเบรน หลักการทำงานของ PV แสดงไว้ในรูปที่ 2.2 ความท้าทายอันหนึ่งที่สำคัญของการทำเพอร์แวกพอเรชันคือการเพิ่มขนาด (Scale up) เมมเบรนชนิดต่าง ๆ ทั้งเมมเบรนพอลิเมอร์ สารอนินทรีย์ และเมมเบรนผสมโครงสร้าง (Mixed matrix membranes, MMMs) เมมเบรนให้เข้ากับโมดูลขนาดต่าง ๆ ระยะเวลาในการใช้งานเมมเบรน (membrane life) และความเสถียรของเมมเบรน ซึ่งจำเป็นต้องมีการวิเคราะห์หรือประเมินด้วยการศึกษาสถานะของเมมเบรนเมื่อเวลาผ่านไป (membrane aging) หรือการทดสอบกับสารละลายจริง ๆ อย่างต่อเนื่องและเป็นเวลานาน การลดต้นทุนด้วยการออกแบบระบบและโมดูลเมมเบรน การบูรณาการการหมัก การเอสเทอริฟิเคชัน และอื่น ๆ เพื่อให้ PV มีประสิทธิภาพสูงสุด



รูปที่ 2.2 แผนภาพแสดงกระบวนการเพอร์แวกพอเรชัน (Pervaporation process)

เพอร์แวกพอเรชันเป็นกระบวนการแยกโดยใช้เมมเบรน ซึ่งของผสมในสถานะของเหลวถูกป้อนให้เข้าไปสัมผัสกับเมมเบรนทางด้านที่มีความดันสูงกว่า (Upstream side) และสารที่ซึมผ่านเมมเบรนทางด้านที่มีความดันต่ำ (Permeate side) อยู่ในสถานะไอ นั่นคือ การแยกด้วยกระบวนการเพอร์แวกพอเรชันเป็นการแยกสารแบบมีการเปลี่ยนเฟส ความต่างของความดันระหว่างด้านเข้าและด้านออกจากเมมเบรน จะทำหน้าที่ขับเคลื่อนกระบวนการเพอร์แวกพอเรชันให้เกิดขึ้น ความต่างของความดันนี้สามารถทำให้เกิดขึ้นได้ด้วยการป้อนก๊าซตัวพา (Carrier gas) หรือการดูดอากาศหรือก๊าซภายในโมดูลเมมเบรนออกด้วยปั๊มสุญญากาศ การแยกน้ำ (Dehydration) ออกจากตัวทำละลายอินทรีย์ (Organic solvents) กระบวนการเพอร์แวกพอเรชันเป็นกระบวนการที่ได้รับการพัฒนาจนสามารถประยุกต์ใช้ในระดับอุตสาหกรรม การแยกน้ำออกจากตัวทำละลายอินทรีย์เป็นหนึ่งในการประยุกต์ใช้เพอร์แวกพอเรชันในระดับอุตสาหกรรม และส่วนใหญ่จะใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol, PVA) เป็นพอลิเมอร์ฐาน

การผสมผสานการกลั่นกับเพอร์แวกพอเรชันถือว่าเป็นวิธีการที่น่าสนใจเนื่องจากสามารถแยกสารได้บริสุทธิ์เกือบ 100% ด้วยขนาดระบบที่ไม่ใหญ่เกินไป โดยใช้ PVA เป็นวัสดุเมมเบรน ในการแยกสารผสมด้วยกระบวนการเพอร์แวกพอเรชันนั้น มีแบบจำลองหลายแบบที่ถูกเสนอขึ้นเพื่อทำนายหรืออธิบายกระบวนการขนถ่ายมวลสาร เช่น แบบจำลองการละลาย-แพร่, แบบจำลองการไหลผ่านรูพรุน (Pore flow model) และแบบจำลองการละลาย-แพร่แบบกึ่งเปลี่ยนเฟส (Pseudo phase change solution-diffusion model) ระหว่างแบบจำลองที่ถูกเสนอนี้ แบบจำลองการละลาย-แพร่ ได้รับการยอมรับและมีการนำไปใช้ในการอธิบายกลไกการขนส่งมวลสารในกระบวนการ

เพอร์แวกพอเรชัน แบบจำลองการละลาย-แพร่ในกระบวนการเพอร์แวกพอเรชันมีความสำคัญไม่เฉพาะกับการทำความเข้าใจในเชิงปริมาณของความสัมพันธ์ระหว่างฟลักซ์การซึมผ่านกับพารามิเตอร์อื่น ๆ เท่านั้น แต่ยังมีความสำคัญต่อการคำนวณเพื่อการออกแบบโมดูลเมมเบรนในเพอร์แวกพอเรชัน และการปรับปรุงให้ระบบมีประสิทธิภาพสูงขึ้นด้วย

การแยกด้วยกระบวนการเพอร์แวกพอเรชันสามารถใช้แยกของผสมอะซีโโทรปได้ โดยอาศัยการเปลี่ยนเฟสจากของเหลวเป็นก๊าซและเกรเดียนต์ของความดัน ของผสมอะซีโโทรปเป็นของผสมที่มีสารผสมกันอยู่อย่างน้อย 2 ชนิด เช่น น้ำกับเอทานอล โดยหลังจากผสมกันในอัตราส่วนที่เหมาะสมแล้ว นั่นคือ น้ำ 5 wt% และเอทานอล 95 wt% จะทำให้ได้สารละลายระหว่างน้ำกับเอทานอลที่ใช้จุดเดือดร่วมกันที่ประมาณ 78.2 °C ซึ่งต่ำกว่าจุดเดือดของน้ำบริสุทธิ์ (100 °C) และของเอทานอล (78.4 °C) โดยทั่วไปจะไม่สามารถแยกส่วนประกอบของอะซีโโทรปได้ด้วยการกลั่นแบบธรรมดา กระบวนการเพอร์แวกพอเรชันจึงเป็นทางเลือกที่ดีในการแยกอะซีโโทรปดังกล่าวข้างต้น

การตรวจวัดสมรรถนะของเมมเบรนด้วยกระบวนการเพอร์แวกพอเรชัน สามารถทำได้ด้วยการให้สารละลายระหว่างน้ำกับเอทานอลแพร่ซึมผ่านเมมเบรนโดยมีการเปลี่ยนเฟสของสารละลายจากของเหลว (ด้าน Feed) ของเมมเบรนไปเป็นก๊าซ (ด้าน Permeate) พารามิเตอร์สำคัญที่ใช้ในการบ่งชี้คือ ฟลักซ์การซึมผ่านได้ (Permeation flux, J) และความสามารถแยกหรือเลือกให้ผ่านได้ (Separation factor,

การถ่ายโอนมวลสาร (Mass transfer) ในปี 1961 Binning และคณะได้อธิบายถึงแบบจำลองการละลาย-แพร่ สำหรับเมมเบรนแบบแน่น (Dense membrane) ซึ่งแรงขับที่ทำให้เกิดการถ่ายโอนคือ ความต่างของความดันไอที่ตกคร่อมเมมเบรน การซึมผ่านหรือการแพร่ของของเหลวที่ป้อน (Feed liquid) เข้าสู่เมมเบรนจะเป็นไปตามกฎของฟิค (Fick's law) นั่นคือ

$$J_i = -D_i \frac{dc_i}{dt} \quad (2.1)$$

เมื่อ J_i คือ ฟลักซ์ในการซึมผ่าน (Permeation flux)

D_i คือ ค่าสภาพการแพร่ (Diffusivity)

c_i คือ ค่าความเข้มข้นขององค์ประกอบ i

t คือ ค่าความหนาของเมมเบรน (Transmembrane distance)

ในกรณีของการใช้แบบจำลองการละลาย-แพร่ ในการพิจารณาเพอร์แวกพอเรชันของของผสมที่มี 2 องค์ประกอบ ฟลักซ์การซึมผ่านสามารถคำนวณได้จาก

$$J = \frac{J_o}{z} (P_o - P_i) \quad (2.2)$$

เมื่อ P_o และ P_i คือ ความดันไอของ Feed และ Permeate ตามลำดับ และ z คือ ความหนาของเมมเบรน และสามารถนิยามความสามารถในการซึมผ่านได้ (Permeability) ของเมมเบรน หรือ P ได้ว่า เป็นผลคูณของสัมประสิทธิ์การแพร่ (D) และสัมประสิทธิ์การละลาย (S) โดยขึ้นกับอุณหภูมิ ดังสมการ

$$P = D \times S \quad (2.3)$$

เมื่อ D ได้จากสมการความน่าจะเป็นในการเกิดปริมาตรอิสระ (Free volume) ที่ทำให้เกิดการเคลื่อนที่ในเมมเบรนได้ นั่นคือ

$$D = RTA_d \exp\left(\frac{B_d}{V_f}\right) \quad (2.4)$$

เมื่อ R คือ ค่าคงที่สากลของก๊าซ, T คือ อุณหภูมิ, A_d คือ ค่าปัจจัยที่มีความสัมพันธ์กับขนาดและรูปทรงของสารแพร่ผ่าน (Permeant), B_d คือ ปริมาตรอิสระรวม (Total free volume) และ V_f คือ ปริมาตรอิสระย่อย (Fractional free volume)

การพิจารณาแบบจำลองการละลาย-แพร่ สำหรับการขนถ่ายมวลสารในกระบวนการเพอแวนพอเรชัน (PV) ที่สารเป็นของผสมระหว่างของเหลว/ก๊าซ จะสามารถคำนวณฟลักซ์ได้ดังสมการ

$$J_x = \frac{D(C_F - C_P)}{z} \quad (2.5)$$

เมื่อ J_x คือ ฟลักซ์ขององค์ประกอบที่กำลังซึมผ่าน, D คือ สัมประสิทธิ์การแพร่, $C_F - C_P$ คือ ผลต่างความเข้มข้นระหว่างด้าน Feed และด้าน permeate และ z คือ ความหนาของเมมเบรน

โปรไฟล์ของความเข้มข้นของตัวถูกละลายจำพวกสารอินทรีย์ บนพื้นฐานของทฤษฎีฟิล์มบางบอกว่า ฟลักซ์จะขึ้นกับผลต่างความดันระหว่าง bulk phases ซึ่งก็คือ สัมประสิทธิ์การขนถ่ายมวลสารทั้งหมด และใช้เป็นตัวกำหนดฟลักซ์ของทั้งของเหลวและไอ

$$J_i = kV(x_f - x^*) \quad (2.6)$$

$$J_i = K_v(p^* - p_b) \quad (2.7)$$

เมื่อ J_i คือ ฟลักซ์ขององค์ประกอบ i , k คือ สัมประสิทธิ์การขนส่งมวลสารผ่านขอบเขตของเหลว (liquid boundary layer mass transfer coefficient), V คือ ปริมาตรของ Feed, x_f และ x^* คือ สัดส่วนโมลขององค์ประกอบใน Feed และที่รอยต่อระหว่างเมมเบรนและของเหลว, K_v คือ สัมประสิทธิ์การขนส่งมวลสารที่ชั้นรอยต่อไอ (Vapor boundary layer mass transfer coefficient) ขณะที่ p^* และ p_b คือ ความดันไอย่อยของสารองค์ประกอบที่ตกคร่อมเมมเบรน ฟลักซ์ (J_i) มีความสัมพันธ์กับเงื่อนไขในการทดสอบและเขียนได้ว่า

$$J_i = \frac{Q_i(p_i^{sat}\gamma_i x_b - p_b)}{z} \quad (2.8)$$

เมื่อ Q_i คือ ความสามารถในการซึมผ่านรวม, z คือ ความหนาของเมมเบรน, γ_i คือ สัมประสิทธิ์ความว่องไว (Activity coefficient) และ p_i^{sat} คือ ความดันไออิ่มตัวขององค์ประกอบ i ทำนองเดียวกันจะได้ว่า

$$J_i = \frac{Q_i^m(p_i^{sat}\gamma_i x_b - p^*)}{z} \quad (2.9)$$

เมื่อ Q_i^m คือ สัมประสิทธิ์ความสามารถในการซึมผ่านของสารในสถานะไอผ่านเมมเบรน และจากทั้ง 2 สมการ เราสามารถเขียนได้ว่า

$$\frac{z}{Q_i} = \frac{p_i^{sat}}{k_i \rho_i} + \frac{z}{Q_i^m} + \frac{1}{k_v} \quad (2.10)$$

จัดสมการใหม่จะได้ว่า

$$\frac{z}{Q_i H_i' / z} = \frac{1}{k_l} + \frac{z}{Q_i^m H_i'} + \frac{1}{k_v H_i'} \quad (2.11)$$

เมื่อ

$H_i = p_i^{sat} \gamma_i^\infty$, $H_i' = p_i^{sat} \gamma_i^\infty / \rho_l$ คือ ค่าคงที่ตามกฎของเฮนรี (Henry's law constants) และ γ_i^∞ และ p_i^* คือ infinite dilution activity coefficient และความดันย่อยที่จุดสมดุล ตามลำดับ สมการข้างต้นสามารถจัดรูปให้ง่ายขึ้นได้คือ

$$\frac{1}{k_i} = \frac{1}{k_l} + \frac{z}{Q_i^m} + \frac{1}{k_v H_i'} \quad (2.12)$$

เมื่อ

$$k_i = \frac{Q_i H_i'}{z} \text{ แทน สัมประสิทธิ์การขนถ่ายมวลสารรวม}$$

ปัจจัยที่ชี้วัดสมรรถนะของเมมเบรนในกระบวนการเพอร์แวกพอเรชัน (Factors affecting membrane performance) สมรรถนะของเมมเบรนในกระบวนการเพอร์แวกพอเรชันสามารถคำนวณได้จากพารามิเตอร์ที่เกี่ยวข้อง เช่น ฟลักซ์และการเลือกให้ผ่านของเมมเบรน ซึ่งสามารถหาได้ด้วยสมการอย่างง่าย คำว่า “ฟลักซ์” ถูกนิยามว่า เป็นปริมาณของสารองค์ประกอบที่ซึมผ่านเมมเบรนในช่วงเวลาหนึ่งต่อหน่วยพื้นที่เมมเบรน

จากกฎการแพร่ของฟิค (Fick's law) จะสามารถเขียนฟลักซ์ในเทอมของมวล พื้นที่และความหนาของเมมเบรนได้ว่า

$$J = \frac{Q}{At} \quad (2.13)$$

เมื่อ J คือ ฟลักซ์การซึมผ่าน หน่วย $\text{kg/m}^2\text{h}$

Q คือ มวลของสารองค์ประกอบที่ซึมผ่านได้ (Permeated component) หน่วย kg

A คือ พื้นที่ยังผล (Effective area) หน่วย m^2

t คือ เวลา หน่วย h

ค่า Permselectivity ของเมมเบรนสามารถหาได้จากสมการ

$$\alpha = \frac{X_i \times Y_j}{X_j \times Y_i} \quad (2.14)$$

เมื่อ X คือ *Feed*

Y คือ *Permeate*

i และ j คือ สัดส่วนโดยโมลของสารองค์ประกอบที่กำลังซึมผ่าน
ในกรณีของการแยกระหว่างเอทานอล (Ethanol) และน้ำ

ค่าปัจจัยการเพิ่มความเข้มข้น (Enrichment factor) คืออัตราส่วนความเข้มข้นของสาร
องค์ประกอบ i ด้าน permeate (C_{iP}) และด้าน Feed (C_{iF}) ซึ่งสามารถเขียนเป็นความสัมพันธ์ได้
ดังสมการ

$$\beta_i = \frac{C_{iP}}{C_{iF}} \quad (2.15)$$

ความสามารถในการซึมผ่านได้ (Permeability) ของเมมเบรนสามารถหาได้จากสมการ

$$P_E = \frac{J}{M_w \times P} \quad (2.16)$$

เมื่อ P_E คือ ค่าความสามารถในการซึมผ่าน
 J คือ โมลฟลักซ์ (Molar flux)
 M_w คือ น้ำหนักโมเลกุลของสารที่ซึมผ่าน
 P คือ ความดันไอของสารองค์ประกอบ

นอกจากนี้ อันตรกิริยาในระดับโมเลกุลและการแพร่ของสารผ่านเมมเบรนสามารถคำนวณได้
โดยใช้สมการอาร์เรเนียส (Arrhenius equation) นั่นคือ

$$P = P_0 e^{-\frac{E_p}{RT}} \quad (2.17)$$

เมื่อ P คือ ความสามารถในการซึมผ่านได้ของเมมเบรน
 P_0 คือ ค่าคงที่การซึมผ่านได้ (Permeability constant)
 R คือ ค่าคงที่สากลของก๊าซ
 T คือ อุณหภูมิของสาร
 E_p คือ ค่าพลังงานกระตุ้น (Activation energy)

ในงานวิจัยนี้ได้ทดลองปรับปรุงคุณภาพหรือแยกน้ำออกจากเชื้อเพลิงชีวภาพ (ไบโอเอทานอล) เพื่อศึกษาปัจจัยการแยก (Separation factor) และฟลักซ์ในการขนถ่ายมวลสาร (Mass transport flux) ของระบบภายใต้การปรับเปลี่ยนเงื่อนไขการซึมผ่าน เช่น ความดัน, ความเข้มข้น และอุณหภูมิของสารป้อน (Feed) บนพื้นฐานของทฤษฎีการละลาย-แพร่ ในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยเลือก

ทดสอบระบบต้นแบบและเมมเบรนกับเชื้อเพลิงชีวภาพที่ได้จำลองขึ้นโดยการผสมเอทานอลกับน้ำในอัตราส่วน 90 ต่อ 10 โดยมีมวล แล้วป้อนเชื้อเพลิงจำลองนี้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ผ่านเมมเบรนที่ติดตั้งในระบบต้นแบบที่ได้สร้างขึ้น สารที่ผ่านโมดูลเมมเบรนได้ถูกนำไปทดสอบเปอร์เซ็นต์ของเอทานอลที่เหลืออยู่ในสารนั้น และค่าปัจจัยการแยกและฟลักซ์การขนถ่ายมวลสารโดยเฉลี่ยจะถูกรายงาน

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้ดำเนินการกิจกรรมวิจัยใน 3 ส่วน คือ (1) การสังเคราะห์และวิเคราะห์คุณลักษณะของอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีรูพรุนระดับมีโซ (Mesoporous silica nanoparticles, MSNs) โดยการประยุกต์วิธีการและเทคนิคที่ได้ศึกษาค้นคว้าในเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง (2) การเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนแบบโครงข่ายซ้อน (Double-network nanocomposite membranes) รวมทั้งการทดสอบคุณลักษณะทางเคมีฟิสิกส์ของเมมเบรนที่เตรียมได้ และ (3) การทดสอบสมรรถนะในการแยกตัวอย่างเชื้อเพลิงชีวภาพ ซึ่งได้จำลองขึ้นด้วยการเตรียมสารละลายที่มีน้ำละลายในเอทานอลที่ความเข้มข้นเอทานอล 90 wt% พารามิเตอร์หลักที่เป็นตัวชี้วัดสมรรถนะของเมมเบรน ที่จะได้ดำเนินการเปรียบเทียบประกอบด้วย ฟลักซ์การซึมผ่าน (Permeation flux) และค่าความสามารถในการเลือกให้ผ่านหรือค่าการแยก (Separation factor)

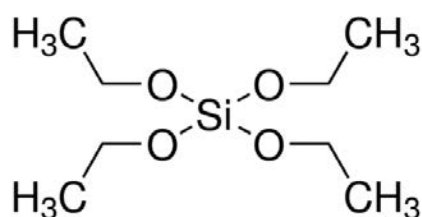
ในงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยได้ดำเนินการสังเคราะห์อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ด้วยวิธีการใดก็ตาม จากผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคที่ได้ (ซึ่งได้รายงานไว้ในรายงานความก้าวหน้า, ภาคผนวก ก) มีค่าน้อย ต่างจากอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะค่อนข้างสูง ผู้วิจัยจึงได้พิจารณาหยุดการสังเคราะห์ TiO_2 แล้วมาสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ และทำให้ในรายงานการวิจัยนี้ไม่มีการแสดงวิธีการสังเคราะห์และผลของการสังเคราะห์ TiO_2 อนุภาคนาโน TiO_2 ที่เราสังเคราะห์ได้ได้นำไปใช้ในการทดสอบควบคุมเชื้อราในแปลงมะขามหวานของเกษตรกรด้วย

3.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีรูพรุนระดับมีโซ

การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาแบบมีรูพรุนในการวิจัยนี้ ใช้เตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (Tetraethyl orthosilicate; TEOS) ที่มีสูตรโมเลกุลเป็น $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ (ดังรูปที่ 3.1) เป็นสารตั้งต้น (Precursor) ปกติ TEOS จะมีลักษณะเป็นของเหลวใสไม่มีสี มีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 208.33 g/mol โดยทั่วไป TEOS จะถูกใช้เป็นตัวเชื่อมในโครงสร้างของโพลิเมอร์และเป็นสารตั้งต้นของซิลิกาในอุตสาหกรรมสารกึ่งตัวนำ และยังถูกนำมาใช้เป็นเชื้อเพลิงเสริมในเชื้อเพลิงจรวดเพื่อลดการไหลของความร้อนลงสู่ผนังห้องของเครื่องยนต์ รวมทั้ง สามารถนำมาผลิตเป็นซิลิกาแอโรเจล (Silica aerogel) สำหรับดูดความชื้นได้อีกด้วย (Chen et. al., 2017)

ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ ในงานวิจัยนี้เราทำการสังเคราะห์โดยใช้ Myristyltrimethylammonium bromide (MTAB, $\geq 98\%$ purity) เป็นแม่แบบ (Template) ซึ่ง

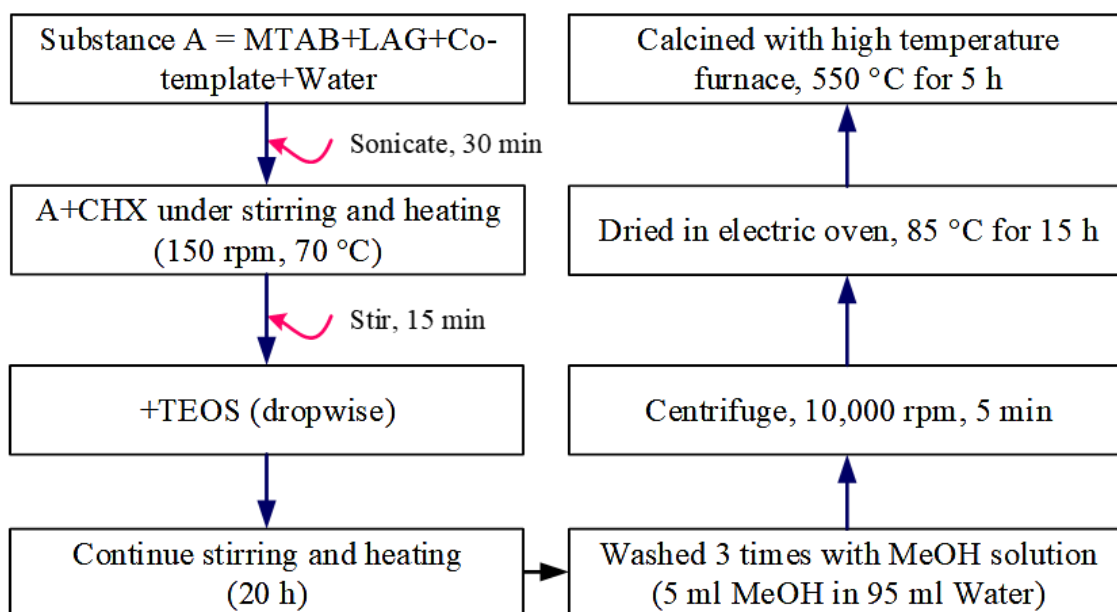
จะมีหน้าที่ควบคุมหรือกำหนดขนาดและการมีรูพรุนของอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ ร่วมกับการควบคุมอัตราส่วนของสารองค์ประกอบที่ใช้ในการสังเคราะห์ โดยเฉพาะอัตราส่วนระหว่างสารตั้งต้นและสารแม่แบบ รวมทั้งตัวทำละลายและสารเร่งปฏิกิริยาด้วย ตารางที่ 3.1 แสดงส่วนประกอบเบื้องต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ และรูปที่ 3.2 แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาค MSNs ด้วยวิธีควบแน่นร่วมภายใต้สภาวะสองเฟส ที่อุณหภูมิ 70 °C โดยใช้ L-Arginine (LAG) เป็นสารตัวเร่ง และใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์หลัก



รูปที่ 3.1 โครงสร้างโมเลกุลของเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (Tetraethyl orthosilicate; TEOS)
(ที่มา: www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/131903?lang=en®ion=TH)

ตารางที่ 3.1 ส่วนประกอบที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ (MSNs)

Constituents	Quantity (mol)	Mass (g)
MTAB	0.007	2.50
LAG (L-Arginine)	0.008	1.50
RO-Water (H ₂ O)	55.56	1000.00
Cyclohexane	0.139	11.68
TEOS	0.18	37.60
Co-template	-	3.00 g



รูปที่ 3.2 การสังเคราะห์อนุภาค MSNs โดยใช้ TEOS เป็นสารตั้งต้นและใช้แม่แบบร่วม

การสังเคราะห์ MSNs ในการวิจัยนี้ เราได้กระตุ้นแม่แบบด้วยคลื่นเสียงความถี่สูง (Ultrasonic) โดยกระตุ้นในขั้นตอนการเตรียมแม่แบบ เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง ก่อนจะเติม CHX เพื่อให้เกิดสภาวะ 2 เฟส คือ CHX กับน้ำ โดยชั้น CHX ซึ่งเบากว่าจะลอยอยู่บนน้ำ หลังจากเติม CHX จะเว้นช่วงเวลา 15 นาที ให้สภาวะ 2 เฟสก่อตัวและอยู่ในสภาวะสมดุล ก่อนจะเติมสารตั้งต้น และกวน (Stir) ด้วยอัตราเร็วรอบต่ำที่ 150 rpm อย่างต่อเนื่องต่อไปอีกเป็นเวลา 20 ชั่วโมง หลังจากนั้นจึงนำสารที่ได้มากรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 41 สลับกับการล้างด้วยน้ำและเมทานอล (MeOH) จำนวน 3 ครั้ง ก่อนจะนำไปอบแห้งในตู้อบไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 85 °C เป็นเวลา 15 ชั่วโมง แล้วจึงนำไปเผาแคลไซด์ในเตาเผาอุณหภูมิสูงเพื่อกำจัดสารแม่แบบหรือทำให้อนุภาคที่ได้มีความบริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 550 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง การเผาเพื่อกำจัดสารแม่แบบที่อุณหภูมิสูง จะเริ่มจับเวลาในการเผาหลังจากอุณหภูมิในเตาเพิ่มขึ้นจนถึง 550 °C แล้ว และการเพิ่มอุณหภูมิจะเพิ่มในอัตรา 8 °C ต่อนาที รายละเอียดการสังเคราะห์อนุภาคจะอธิบายเพิ่มเติมไว้ในบทที่ 4 หัวข้อที่ 4.1

3.2 วิธีการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนแบบโครงข่ายซ้อน

เมมเบรนไนลอน (Nylon membrane) แผ่นกลมเส้นผ่านศูนย์กลาง 47 mm. ยี่ห้อ FILTREX ที่มีขนาดรูพรุนเฉลี่ยเท่ากับ 0.2 micron ถูกนำมาใช้เป็นเมมเบรนซัพพอร์ต สารละลายที่มีความเข้มข้น 10 wt% ของ PVA น้ำหนักโมเลกุลสูง (HPVA) และน้ำหนักโมเลกุลต่ำ (LPVA) ถูกเตรียมโดย

การแยกละลายผง PVA โมเลกุลสูงและดำในน้ำปราศจากไอออน (DI-Water) ที่อุณหภูมิ 90 และ 80 °C ตามลำดับ

การเตรียมเมมเบรนคอมโพสิตนาโนแบบโครงข่ายซ้อนจะเตรียมตามวิธีที่ Nakkun และคณะ รายงานไว้เมื่อปี 2017 เริ่มจากการแบ่งสารละลายของ HPVA จำนวน 40 ml มาอุ่นที่อุณหภูมิ 70 °C แล้วเติมด้วยอนุภาคนาโน MSNs ในอัตราส่วน 5 wt% และ 10 wt% ของปริมาณ HPVA ในสารละลาย ซึ่งในการเตรียมสารละลายที่มี MSNs เราใช้สารละลาย HPVA ความเข้มข้น 10 wt% จำนวน 30 mL แสดงว่ามีปริมาณ HPVA อยู่เท่ากับ 5 g ดังนั้น ในการเตรียมสารละลาย HPVA ที่มี MSNs เป็นสารเติมแต่งที่ระดับความเข้มข้น 5 wt% และ 10wt% เราจึงชั่ง MSNs เท่ากับ 0.15 และ 0.30 g ตามลำดับ และเติมลงในสารละลาย HPVA กวนผสมสลับกับการสั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิก ครั้งละ 30 นาที จำนวน 3 ครั้ง เพื่อให้อนุภาค MSNs กระจายตัวอย่างสม่ำเสมอในเนื้อของ HPVA ในการเคลือบสารที่ได้บนแผ่นเมมเบรนไนลอน จะรีบดำเนินการเนื่องจากการปล่อยทิ้งไว้นาน MSNs จะตกตะกอน ทำให้การกระจายของ MSNs ไม่สม่ำเสมอ โดยเฉพาะที่ความเข้มข้นสูง หลังจากเทสารละลาย HPVA ที่เติมด้วย MSNs แล้ว เมมเบรนไนลอนจะหมุนเหวี่ยงให้สารละลาย HPVA กระจายตัวอย่างสม่ำเสมอบนผิวหน้า (Top surface) ของเมมเบรนไนลอน ก่อนจะวางเมมเบรนที่เคลือบแล้วบนถาดที่มีตาข่ายปิด ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 คืน หลังจากนั้นจึงนำเข้าตู้อบไฟฟ้า อบที่อุณหภูมิ 45 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง แล้วจึงเพิ่มอุณหภูมิเป็น 60 °C เป็นเวลา 6 และ 80 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ตามลำดับ เมื่อเมมเบรนแห้งสนิทแล้ว จึงนำเข้าสู่กระบวนการเชื่อมขวางด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 130 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นจึงวางทิ้งไว้ให้เย็นลงจนถึงอุณหภูมิห้อง ซึ่งถึงขั้นตอนนี้เราจะได้เมมเบรนคอมโพสิตนาโนแบบโครงข่ายเดี่ยว (HPVA-MSNs) ขณะที่รอให้เมมเบรนเย็นตัวนั้น ได้ดำเนินการเตรียมสารละลาย LPVA โดยอุ่นสารละลายที่ 70 °C แล้วจุ่มเมมเบรน HPVA-MSNs ที่เชื่อมขวางแล้ว ในสารละลาย LPVA เป็นเวลา 30 นาที แล้วยกออกและวางทิ้งไว้ 12 ชม. ก่อนจะอบแห้งด้วยขั้นตอนเหมือนกันกับการอบแห้ง HPVA-MSNs และเชื่อมขวางอีกครั้งที่อุณหภูมิเดียวกัน จะได้เมมเบรนคอมโพสิตนาโนแบบโครงข่ายซ้อน (HPVA-MSNs-LPVA) โดยสมบูรณ์ พร้อมสำหรับการทดสอบคุณลักษณะและสมรรถนะด้วยเทคนิควิเคราะห์ต่าง ๆ

3.3 การวิเคราะห์คุณลักษณะของอนุภาคนาโนซิลิคอนไดออกไซด์

ตัวอย่างอนุภาคที่ได้จากการสังเคราะห์ในห้องปฏิบัติการจะถูกนำไปทดสอบคุณลักษณะด้วยเทคนิควิเคราะห์ต่าง ๆ เช่น การถ่ายภาพโครงสร้างพื้นฐานวิทยายานนอกอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ถ่ายภาพโครงสร้างภายในอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านร่วมกับการวิเคราะห์ธาตุ (Transmission Electron Microscope with Energy Dispersive X-Ray Analysis, TEM-EDX) และทดสอบสมดุล

การดูดซับก๊าซไนโตรเจน (N_2 gas adsorption isotherm) ร่วมกับเทคนิควิเคราะห์พื้นผิว BET และเทคนิควิเคราะห์ปริมาตรรูพรุน BJH การวิเคราะห์คุณลักษณะดังกล่าวนี้จะช่วยยืนยันคุณสมบัติของอนุภาคนาโนที่ได้ ยืนยันว่า เป็นอนุภาคนาโนที่มีรูพรุนระดับมีโซและเป็นอนุภาคนาโนซิลิกา การเตรียมอนุภาคสำหรับทดสอบ SEM เลือกใช้ 2 วิธีคือ (1) กระจายและแขวนลอยอนุภาคในเอทานอล แล้วจึงหยดบนแผ่นเทปคาร์บอน (Carbon tape) และ (2) การนำแผ่นเทปคาร์บอนมาแตะกับอนุภาค แล้วเป่าด้วยลม วิธีที่ 1 มีข้อดีคือ อนุภาคกระจายตัวดีแต่มีข้อด้อยคือต้องใช้เวลานานและใช้สารเคมี ขณะที่วิธีที่ 2 เป็นวิธีที่สะดวก ง่ายและเร็ว แต่มีข้อด้อยคือ โอกาสที่อนุภาคจะกระจายตัวได้ไม่ดีมีสูง ยกเว้นผู้ที่มีประสบการณ์ในการเตรียมเท่านั้นที่จะสามารถเตรียมอนุภาคให้กระจายตัวได้ดี สำหรับ การทดสอบ TEM จะกระจายอนุภาคในเอทานอลแล้วหยดบนกริดทองแดง (Copper-grid) และอบให้แห้งที่อุณหภูมิ $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 6 ชั่วโมง สำหรับการทดสอบการดูดซับก๊าซไนโตรเจน อนุภาคนาโนจะถูกบรรจุในกระเปาะของเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิว ก่อนจะทดสอบจะดำเนินการไล่ก๊าซอื่นออก (Degas) ที่อุณหภูมิ $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นจึงลดอุณหภูมิลงจนถึงอุณหภูมิวิกฤตของก๊าซที่ใช้ในการทดสอบ ในกรณีของก๊าซไนโตรเจน จะใช้อุณหภูมิ 77 เคลวิน และปรับความดันก๊าซที่ถูกดูดซับค่าต่าง ๆ จนได้ข้อมูลสำหรับพล็อตกราฟไอโซเทอมของการดูดซับ ซึ่งไอโซเทอมที่ได้จะช่วยบอกว่่าอนุภาคที่ถูกทดสอบมีรูพรุนเป็นอย่างไร

3.4 การวิเคราะห์คุณสมบัติของเมมเบรน

งานวิจัยนี้ได้ดำเนินการทดสอบและวิเคราะห์คุณลักษณะ (Characteristics) ของเมมเบรนทั้งเมม เมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่ไม่เติมและที่เติมด้วยอนุภาคนาโนในเมตริกซ์ของ PVA เทคนิควิเคราะห์หลายชนิดได้ถูกประยุกต์ใช้ เทคนิค Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) ถูกใช้เพื่อวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงหมู่ฟังก์ชันที่ผิวของเมมเบรน ขณะที่โครงสร้างฐานวิทยาศาสตร์ที่ผิวด้านบน ด้านล่างและภาคตัดขวางของเมมเบรนถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM คุณสมบัติความแข็งแรงเชิงกล ความยืดหยุ่น (Elasticity) และความหนืด (Viscosity) ในเทอมของมอดูลัส รวมทั้งการเกิดขึ้นของโครงข่ายเชิงซ้อนของเมมเบรนถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Dynamic mechanical thermal analysis (DMTA) สำหรับการทดสอบภาคตัดขวางด้วย SEM เมมเบรนจะถูกอบให้แห้งแล้วหัก และติดบนเทปคาร์บอนและฉีกไว้บนสตัป (Stub) ก่อนนำไปเคลือบด้วยทอง และนำเข้าห้องบรรจุตัวอย่างของเครื่อง SEM และดำเนินการทดสอบ การทดสอบด้วย SEM จะช่วยให้สามารถวิเคราะห์โครงสร้างภายในแผ่นเมมเบรน ช่วยสังเกตการแบ่งชั้นของ LPVA และ HPVA ความสม่ำเสมอของการกระจายตัวของอนุภาคนาโนในเมตริกซ์ของเมมเบรน PVA รวมทั้งความเข้ากันได้ระหว่างอนุภาคกับโครงข่ายของเมมเบรน

3.5 การทดสอบสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพของเมมเบรน

เพื่อยืนยันความสำเร็จของการพัฒนาเมมเบรนคอมโพสิตนาโนสำหรับการแยกหรือปรับปรุงคุณภาพเชื้อเพลิงชีวภาพ ผู้วิจัยได้ดำเนินการทดสอบความสามารถในการซึมผ่านหรือฟลักซ์ของการซึมผ่านและความสามารถในการเลือกให้ผ่านหรือความสามารถในการแยกน้ำออกจากเอทานอล ซึ่งในการทดสอบนี้ผู้วิจัยแบ่งการดำเนินการเป็น 2 ส่วนคือ (1) ออกแบบ สร้าง และทดสอบระบบต้นแบบสำหรับการทดสอบสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพของเมมเบรนคอมโพสิตนาโน เป็นระบบที่สามารถทดสอบสมรรถนะของเมมเบรนแบบแผ่นบาง (Flat sheet) ที่เตรียมขึ้นในงานวิจัยนี้ได้ กระบวนการแยกระหว่างสารสองชนิดที่มีอุณหภูมิจุดเดือดใกล้เคียงกัน ในที่นี้คือ น้ำกับเอทานอล เราจะใช้หลักการแยกด้วยการเปลี่ยนสถานะของสารก่อนและหลังแยก ที่เรียกว่า กระบวนการเพอร์เวปอเรชัน (Pervaporation process) ซึ่งรายละเอียดของกระบวนการได้อธิบายไว้หัวข้อที่ 2.4 และ (2) การเตรียมสารตัวอย่างและการดำเนินการทดสอบ

เพอร์เวปอเรชันที่ดำเนินการในการวิจัยนี้เป็นเพอร์เวปอเรชันที่ดำเนินการบนระบบเพอร์เวปอเรชันที่สร้างขึ้นในห้องปฏิบัติการ ซึ่งสามารถใช้ตรวจวัดสมรรถนะการแยกของเมมเบรนที่มีพื้นที่ยังผล (Effective area) ประมาณ 10.9 cm^2 ด้าน permeate side จะต่ออยู่กับชุดควบแน่นด้วยไนโตรเจนเหลวหรือชุดดักจับไอของสารด้วยความเย็น (Cold trap) ซึ่งชุดควบแน่นนี้จะถูกต่อไว้กับปั๊มสุญญากาศสำหรับทำให้ความดันด้าน permeate ต่ำกว่าความดันบรรยากาศที่ประมาณ 1 mbar ขณะที่ทางด้าน Feed side จะเป็นด้านที่สารละลาย 90 wt% เอทานอล ถูกป้อนเข้าระบบที่ความดันบรรยากาศผ่านทางปั๊มเพริสทอลติก (Peristaltic pump) โดยภาชนะบรรจุสารละลายเอทานอลจะเชื่อมต่อในอ่างน้ำหรือซิลิโคนเหลวซึ่งอยู่ด้านบนเครื่องกวนสารและให้ความร้อน และควบคุมอุณหภูมิตามที่กำหนด ในการทดลองแต่ละครั้งจะปล่อยให้สารละลายถูกป้อนผ่านระบบเป็นเวลา 2 h โดยไม่เปิดการทำงานของปั๊มสุญญากาศ เพื่อให้ระบบเข้าสู่สมดุลความร้อนระหว่างภาชนะสารละลายและเมมเบรน เมื่อใกล้ครบเวลา 2 h แล้วจึงเริ่มสตาร์ทปั๊มสุญญากาศและเริ่มทดสอบเพอร์เวปอเรชัน ในการทดลองนี้ ไอของสารที่ผ่านออกมาทางด้าน permeate side จะถูกบังคับให้ไหลไปรวมกันในชุดควบแน่นหรือ cold trap ส่วนสารละลายที่ไม่สามารถผ่านเมมเบรนไปได้จะไหลวนกลับมาที่แหล่งจ่ายสารละลายและถูกป้อนเข้าสู่โมดูลเมมเบรนอีกครั้ง ของเหลวที่ได้จากการควบแน่นไอของสารในชุดควบแน่นจะถูกนำไปชั่งและตรวจสอบความเข้มข้นของเอทานอลด้วยเครื่องตรวจวัดการหักเหแสง (Refractometer) โดยแต่ละเงื่อนไขจะถูกดำเนินการซ้ำ 3 ครั้ง ค่าเฉลี่ยของฟลักซ์การซึมผ่านรวม (Normalized total permeation flux, J) จะถูกรายงาน พร้อมกับค่าปัจจัยการแยกให้น้ำผ่านหรือเลือกผ่าน (Separation factor, β_p) การคำนวณหาฟลักซ์การซึมผ่านและค่าปัจจัยการแยกสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3.1 และ 3.2 (Nakkun et. al., 2017; Basile et. al., 2015) ตามลำดับ

$$J = \frac{W \times l}{A \times t} \quad (3.1)$$

$$\beta_p = \frac{Y_w/Y_E}{X_w/X_E} \quad (3.2)$$

เมื่อ	W	คือ มวลของสารที่ซึมผ่าน (Permeate) หน่วยเป็น g
	l	คือ ความหนาของเมมเบรน หน่วยเป็น μm
	A	คือ พื้นที่สัมผัสของเมมเบรน (Effective membrane area) หน่วยเป็น m^2
	t	คือ เวลาในการให้สารแพร่ผ่าน มีหน่วยเป็น h
	Y_w	คือ สัดส่วนโดยมวลของน้ำในสารที่ซึมผ่าน (Permeate)
	Y_E	คือ สัดส่วนโดยมวลของเอทานอลในสารที่ซึมผ่าน (Permeate)
	X_w	คือ สัดส่วนโดยมวลของน้ำในสารที่ป้อนเข้าสู่เมมเบรน (Feed)
	X_E	คือ สัดส่วนโดยมวลของเอทานอลในสารที่ป้อนเข้าสู่เมมเบรน (Feed)

ในการวิจัยนี้ ได้พิจารณาสัมประสิทธิ์การแพร่ (Diffusion coefficient) ด้วย โดยประมาณจากฟลักซ์ บนพื้นฐานของข้อสมมติที่ว่า ระบบอยู่ในสภาวะสมดุลระหว่างสารป้อนกับผิวเมมเบรน ด้านที่สัมผัสกับสารป้อน และความแปรปรวนของความเข้มข้น (Concentration gradient) ตามความยาวของเส้นทางการแพร่เป็นแบบเชิงเส้น ซึ่งจะทำให้สามารถประมาณค่า สัมประสิทธิ์การแพร่ปรากฏ (Apparent diffusion coefficient, $\bar{D}_i$) ได้จากกฎของฟิกค์ ดังสมการที่ 3.3

$$\bar{D}_i = \frac{J_i \times l}{C_i} \quad (3.3)$$

เมื่อ J_i คือ ฟลักซ์ขององค์ประกอบ i ซึ่งเท่ากับผลคูณของสัดส่วนโดยมวลของ i ในสารแพร่ผ่าน และฟลักซ์รวม ขณะที่ C_i คือ ความเข้มข้นของ i ในสารป้อน (g/m^3)

เพื่อพิจารณาความแตกต่างของเงื่อนไขในการดำเนินการทดสอบที่มีผลต่อพารามิเตอร์ที่ชี้วัดสมรรถนะของเมมเบรนหรือของการเพอร์เมปอร์เรชัน ผู้วิจัยจึงได้รายงานค่าอุณหภูมิของสารป้อนและสมรรถนะการแยกสารด้วย โดยจะแสดงในเทอมของความสามารถในการซึมผ่านได้ (Permeability, P_i) และความสามารถในการเลือกให้ผ่าน (Selectivity, α_p) ดังสมการที่ 3.4 และ 3.5 ตามลำดับ

$$P_i = \frac{J_i \times l}{(x_i \gamma_i P_i^s - y_i P^p)} \quad (3.4)$$

$$\alpha_p = \frac{P_w}{P_E} \quad (3.5)$$

เมื่อ P_w และ P_E คือ ความสามารถในการซึมผ่านได้ของน้ำและเอทานอล ตามลำดับ P^s คือ ความดันไออิ่มตัว ซึ่งประมาณค่าได้จากสมการ Antoine (Antoine's equation) (Foust et. al., 1980) และ P^p คือ ความดันด้าน Permeate side ส่วน x และ y คือ สัดส่วนโดยโมลของสาร i ในสารป้อน (Feed) และในสารแพร่ผ่าน (Permeate) ตามลำดับ สำหรับ γ คือ Activity coefficient ของสารผสมที่ป้อน (Feed mixture) ซึ่งคำนวณได้จากแบบจำลอง Non-random two liquid (NRTL)

บทที่ 4

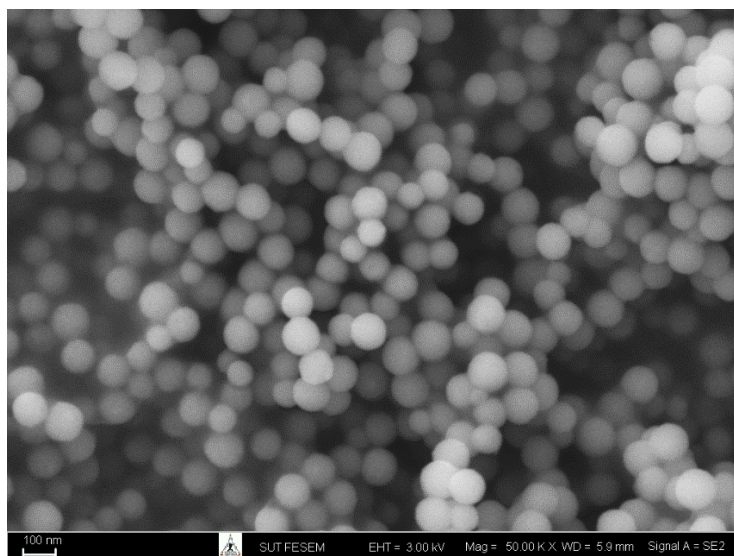
ผลการทดลอง

ในการวิจัยนี้ได้ดำเนินการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีรูพรุนระดับมีโซ และได้นำตัวอย่างอนุภาคนาโนที่สังเคราะห์ได้ในห้องปฏิบัติการไปทดสอบคุณลักษณะด้วยเทคนิควิเคราะห์ต่าง ๆ เพื่อยืนยันว่าอนุภาคที่ได้เป็นอนุภาคนาโนที่มีรูพรุนระดับมีโซที่มีพื้นที่ผิวมาก และได้ดำเนินการเติมอนุภาคนาโนที่สังเคราะห์ได้ในโครงการในเมตริกซ์ของเมมเบรนพอลิเมอร์ นอกจากนี้ยังได้ทดสอบสมรรถนะของเมมเบรนด้วยระบบต้นแบบสำหรับทดสอบสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพ (ไบโอเอทานอล) ของเมมเบรนคอมโพสิตนาโน รายละเอียดผลการวิจัยมีดังนี้

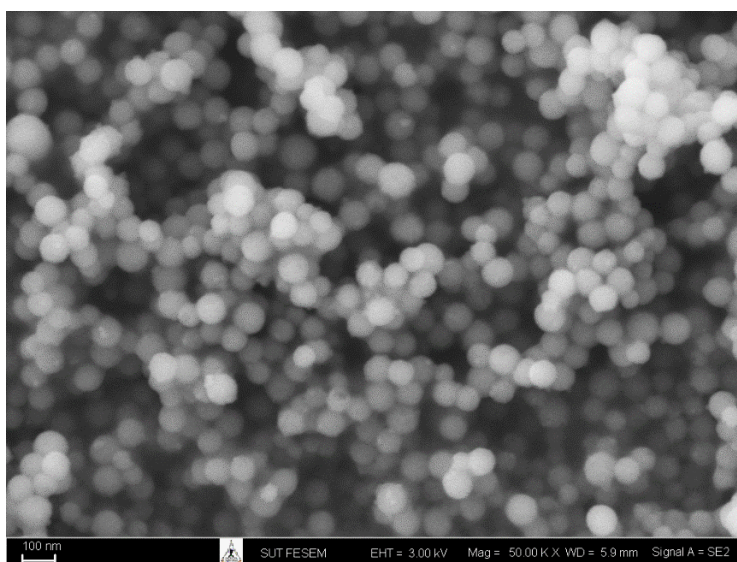
4.1 ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีรูพรุนระดับมีโซ

โครงการวิจัยประสบผลสำเร็จในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ (Mesoporous silica nanoparticles, MSNs) โดยใช้วิธีการควบแน่นร่วมในสภาวะ 2 เฟส แบบใช้แม่พิมพ์ (Template) อนุภาคที่ได้ถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิควิเคราะห์ทางเคมีและฟิสิกส์เพื่อประเมินค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาค ขนาดปริมาตรรูพรุน และสัญญาณวิทยาเชิงโครงสร้าง สำหรับอนุภาคนาโนที่สังเคราะห์โดยใช้แม่พิมพ์เดี่ยว (MTAB) และใช้ L-Arginine (LAG) เป็นสารตัวเร่ง ภายใต้สภาวะ 2 เฟส คือระหว่างน้ำรีเวิร์สออสโมซิส (RO-Water) และไซโคลเฮกเซน (Cyclohexane, CHX) โดยขั้นตอนในการสังเคราะห์เริ่มจากการกวนผสมแม่พิมพ์ สารตัวเร่งและน้ำ ในปิกเกอร์ขนาด 2000 ml ที่อุณหภูมิ 60 °C จนกระทั่งสารตัวเร่งและแม่พิมพ์ละลายในน้ำหมดแล้ว (สารละลายใส) จึงยกปิกเกอร์วางในเครื่องสั่นด้วยคลื่นเสียงความถี่สูง (Ultrasonic cleaner) ที่ระดับ 40 kHz เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้น ยกปิกเกอร์วางบนเครื่องกวนพร้อมให้ความร้อน และเติม CHX เพื่อสร้างสภาวะสองเฟส โดยควบคุมอัตราเร็วในการกวนที่ระดับ 150 rpm ซึ่ง CHX จะลอยอยู่ที่ผิวน้ำ รอประมาณ 15 นาที จึงเริ่มหยด Tetraethyl orthosilicate (TEOS) ซึ่งเป็นสารตั้งต้นของอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ลงในสารละลายที่ละน้อยจนหมด แล้วกวนต่อเนื่องไปอีก 20 h เมื่อครบ 20 h แล้ว จึงหยุดกวนและหยุดให้ความร้อน ซึ่งจะสังเกตเห็นการเปลี่ยนสีของสารจากสีใสเป็นสีขาวขุ่น รอให้สารตกตะกอนแล้วเทสารละลายออกจากอนุภาคนาโนซึ่งตกตะกอนลงสู่ด้านล่าง และล้างด้วยน้ำผสมเมทานอล (ในอัตราส่วน เมทานอล 5 ml ต่อ น้ำ 95 ml) จำนวน 3 ครั้ง ก่อนจะนำไปปั่นแยกที่ความเร็วรอบ 10,000 rpm และอบแห้งที่อุณหภูมิ 85 °C เป็นเวลา 15 h หลังจากนั้นจึงนำอนุภาคที่ได้ไปเผาแคลไซด์ที่ 550 °C เป็นเวลา 5 h เพื่อให้อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์ ผลการวิเคราะห์ โครงสร้างสัญญาณวิทยา พื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดปริมาตรรูพรุน รวมทั้งการ

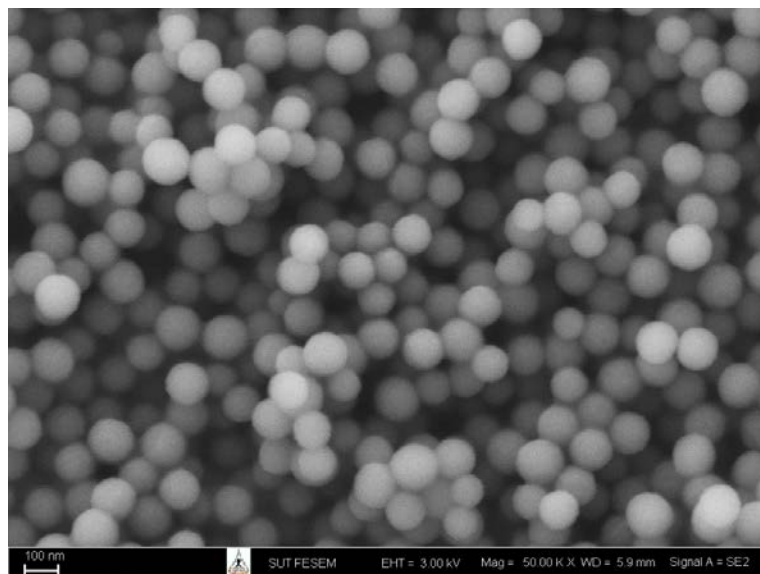
กระจายขนาดของรูพรุนและขนาดอนุภาคด้วยเทคนิคการดูดซับก๊าซไนโตรเจนในสภาวะสมดุลร่วมกับ
การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM BET และ BJH ตามลำดับ ปรากฏผลดังรูปที่ 4.1 ถึง 4.6



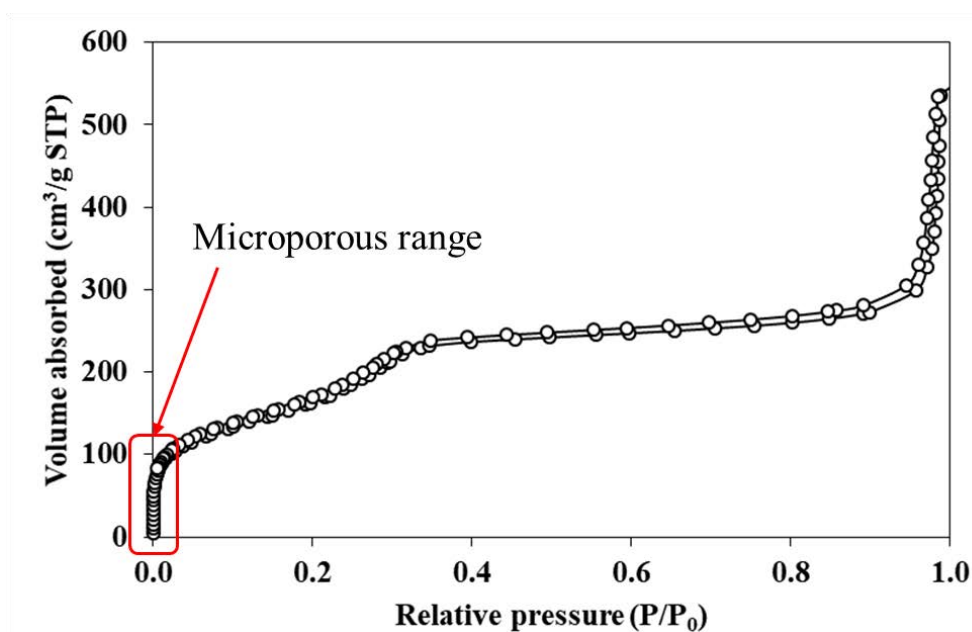
รูปที่ 4.1 ภาพ SEM แสดงสัณฐานวิทยาของอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้แม่พิมพ์เดี่ยว (MTAB)



รูปที่ 4.2 ภาพ SEM แสดงสัณฐานวิทยาของอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ TEA ร่วมกับ MTAB



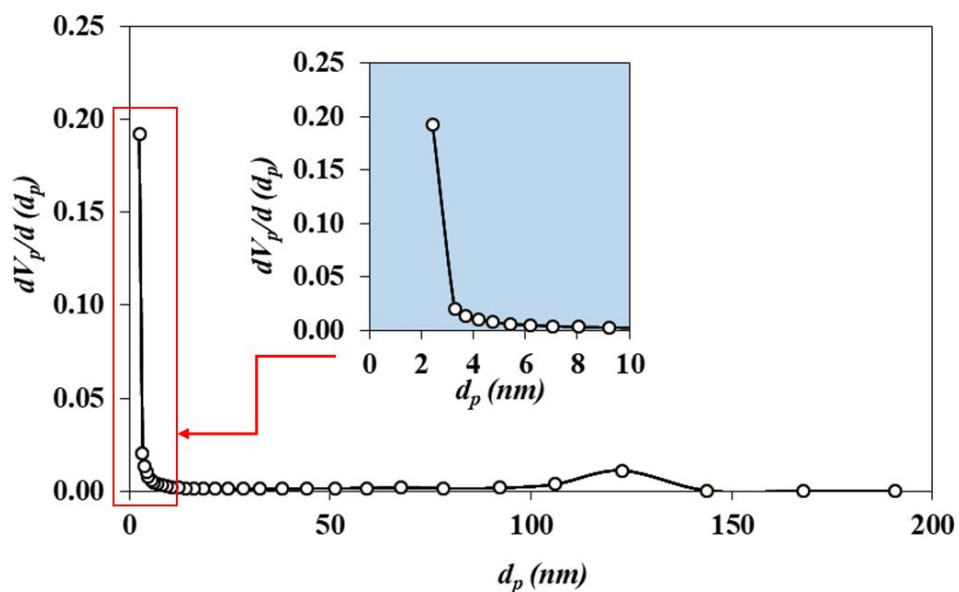
รูปที่ 4.3 ภาพ SEM แสดงสัณฐานวิทยาของอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ X-100 ร่วมกับ MTAB



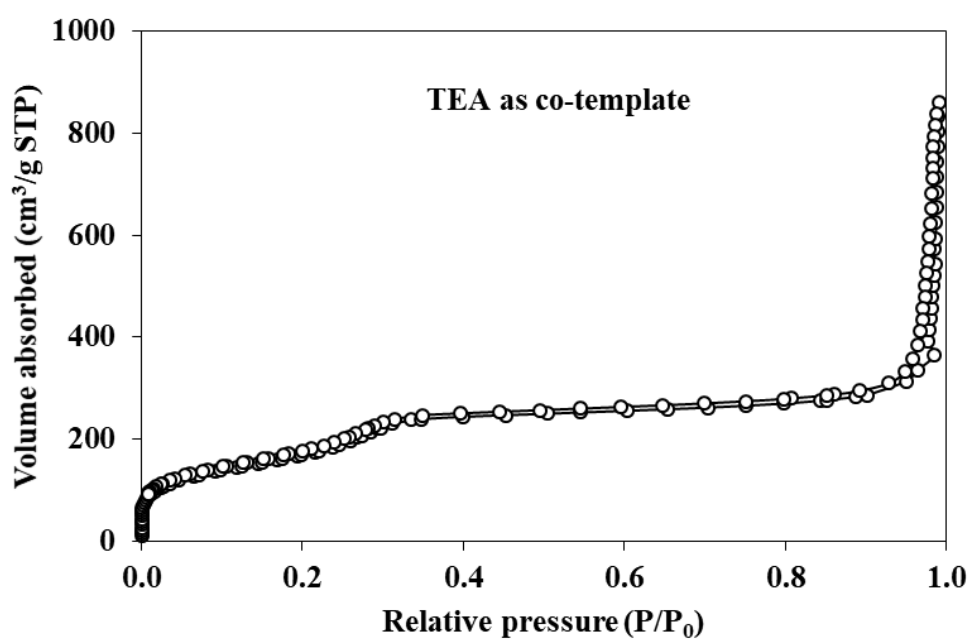
รูปที่ 4.4 N_2 adsorption isotherm ของอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้แม่พิมพ์เดี่ยว (MTAB)

ผลการตรวจสอบสัณฐานวิทยาโดยการถ่ายภาพอนุภาคด้วยเทคนิค SEM ดังรูปที่ 4.1 ถึง 4.3 พบว่า อนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้ MTAB, MTAB+TEA และ MTAB+X-100 มีลักษณะรูปทรงเป็นทรงกลมอย่างชัดเจน ขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้ MTAB+TEA เป็นแม่แบบรวม มีขนาดค่อนข้าง

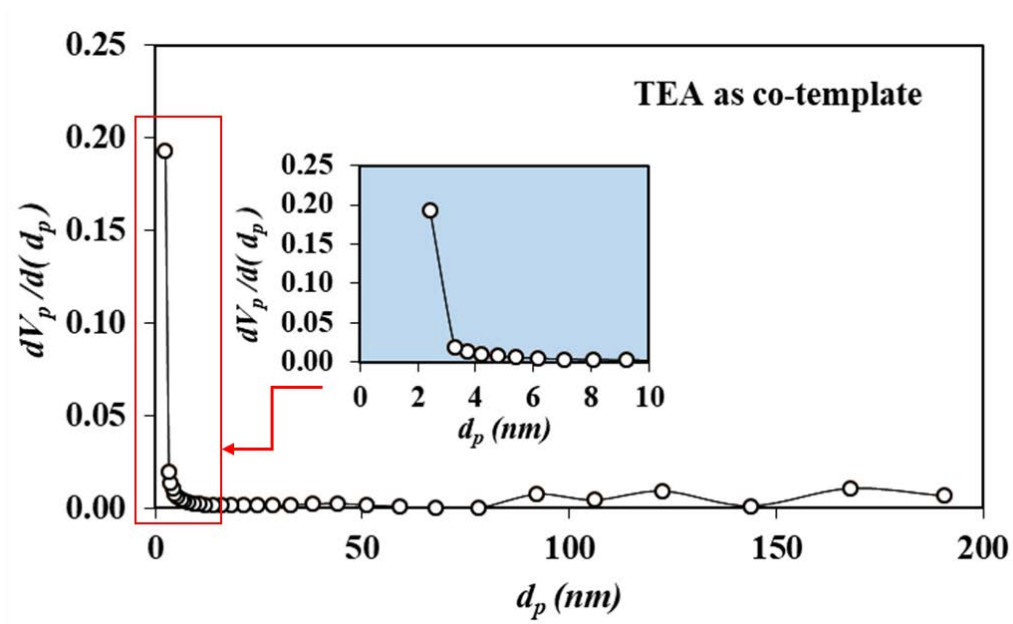
เล็กกว่า ที่ใช้ MTAB หรือ MTAB+X-100 เป็นแม่พิมพ์ การกระจายขนาดอนุภาคเมื่อสังเคราะห์โดยใช้แม่พิมพ์ร่วมจะค่อนข้างสม่ำเสมอกว่าเมื่อใช้แม่พิมพ์เดี่ยว อนุภาคที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้แม่พิมพ์ทั้ง 3 แบบ มีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตร จากรูปที่ 4.5, 4.7 และ 4.9 ซึ่งแสดงการกระจายขนาดรูพรุน (Pore size distribution) ซึ่งวิเคราะห์ด้วยเทคนิค BJH พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ยสูงสุด ($d_{p,peak}$) อยู่ที่ประมาณ 2.43 nm ขณะที่ผลการวิเคราะห์ด้วย BET พบว่าค่า เส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ยเท่ากับ 4.94, 7.49 และ 3.88 สำหรับ MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ MTAB, MTAB+TEA และ MTAB+X-100 ตามลำดับ ซึ่งตามมาตรฐาน IUPAC กำหนดว่า อนุภาคที่มีรูพรุนในช่วง 2-50 nm เป็นอนุภาคนาโนที่มีรูพรุนระดับมีโซ (Mesoporous) และอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่เราสังเคราะห์ได้ในโครงการวิจัยนี้จึงเป็นอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีรูพรุนระดับมีโซ (MSNs) สำหรับผลการตรวจวิเคราะห์การดูดซับก๊าซไนโตรเจนที่สภาวะสมดุลของความดัน (N_2 adsorption isotherm) ปรากฏชัดเจนจากโปรไฟล์ของเส้นกราฟการดูดซับและคายซับก๊าซไนโตรเจน และกราฟการกระจายขนาดรูพรุนว่า อนุภาค MSNs ที่ได้มีรูพรุนทั้งในช่วงระดับไมโคร (Microporous range, <2 nm) และระดับมีโซ ผลการวิเคราะห์การดูดซับและคายซับก๊าซไนโตรเจนด้วยเทคนิค BET ดังแสดงในรูปที่ 4.4, 4.6 และ 4.8 พบว่าพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific surface area, SSA) ของอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการควบแน่นร่วมภายใต้สภาวะ 2 เฟส ทั้งที่ใช้แม่พิมพ์เดี่ยว และแม่พิมพ์ร่วม มีค่าเท่ากับ 672.30, 691.45 และ 651.93 m^2/g ตามลำดับ จะเห็นว่า อนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้ TEA เป็นแม่พิมพ์ร่วมกับ MTAB มีค่า SSA สูงสุด และเมื่อพิจารณาพารามิเตอร์ต่าง ๆ ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย BET ของอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ MTAB, MTAB+TEA และ MTAB+X-100 เป็นแม่พิมพ์ ค่า Total pore volume ที่ความดันสัมพันธ์ (P/P_0) 0.99 เท่ากับ 0.8301, 1.2945 และ 0.6321 cm^3/g อนุภาคที่สังเคราะห์จัดอยู่ในกลุ่มอนุภาคทรงกลมนาโนแบบมีรูพรุนระดับมีโซ (Mesoporous silica nanospheres) ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะมากเหมาะสมที่จะนำไปใช้ในการพัฒนาสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพได้



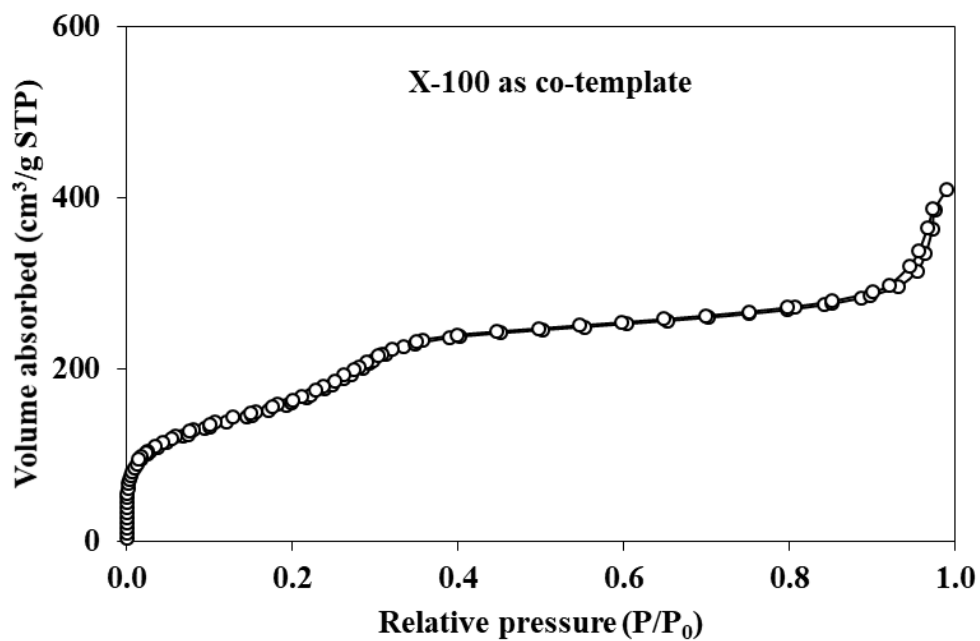
รูปที่ 4.5 ผลการวิเคราะห์ขนาดปริมาตรรูพรุนของอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้แม่พิมพ์เดี่ยว ด้วยเทคนิค BJH



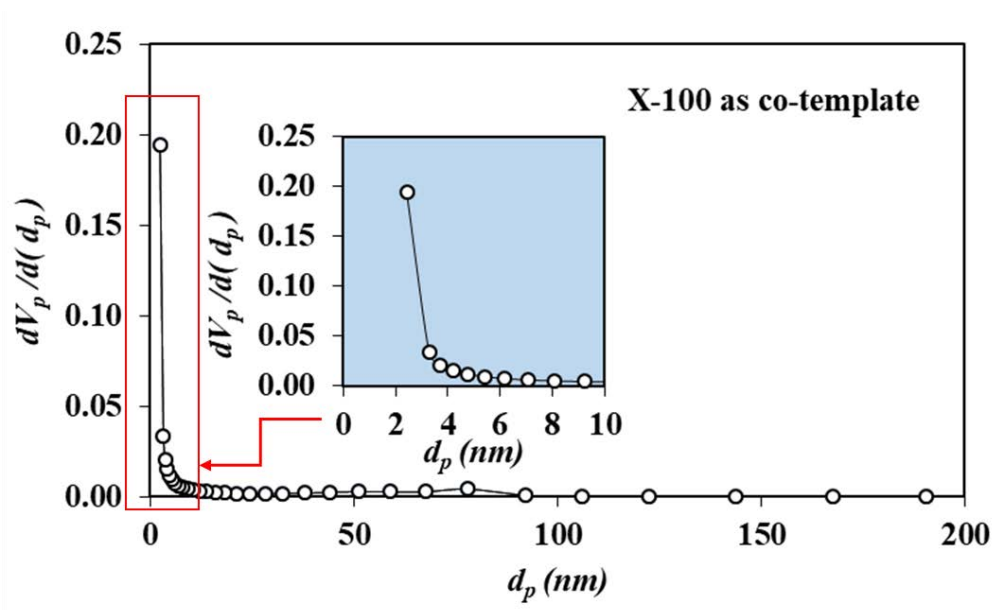
รูปที่ 4.6 N_2 adsorption isotherm ของอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ TEA เป็นแม่พิมพ์ ร่วมกับ MTAB



รูปที่ 4.7 ขนาดปริมาตรรูพรุนของอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ TEA เป็นแม่พิมพ์ร่วมกับ MTAB



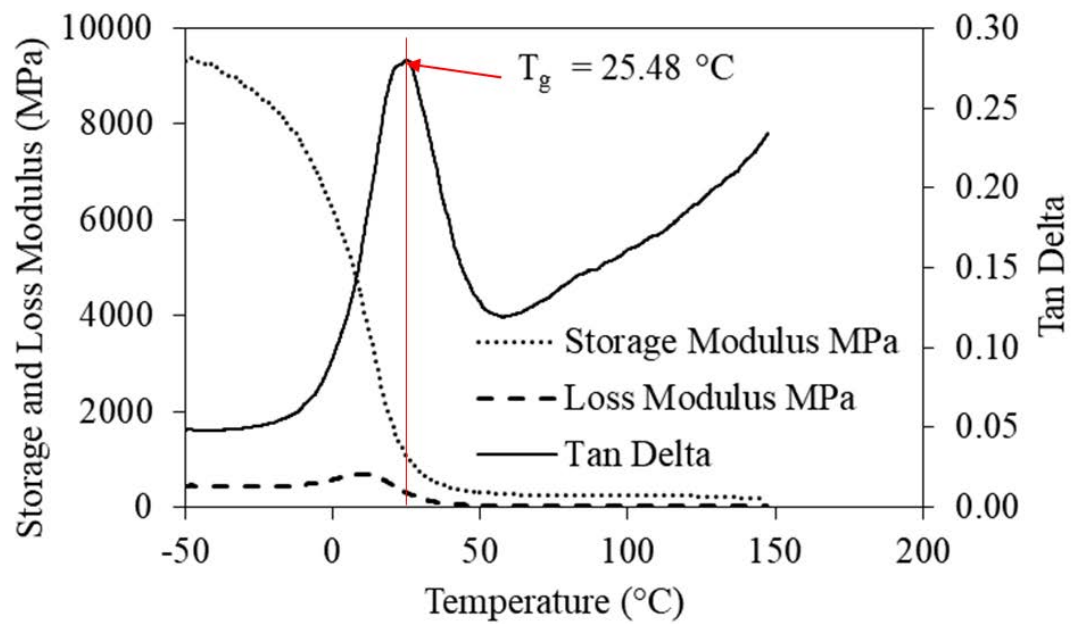
รูปที่ 4.8 N_2 adsorption isotherm ของอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ X-100 เป็นแม่พิมพ์ร่วมกับ MTAB



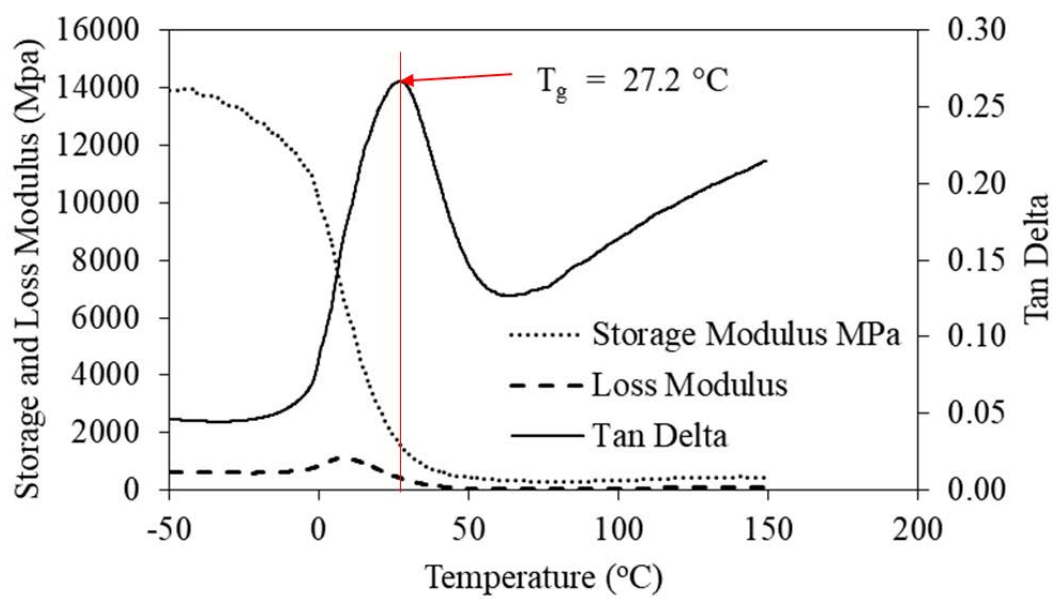
รูปที่ 4.9 ขนาดปริมาตรรูพรุนของอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ X-100 เป็นแม่พิมพ์ร่วมกับ MTAB

4.2 ผลการเตรียมเมมเบรนที่เติมและไม่เติมแต่งด้วยอนุภาคนาโน

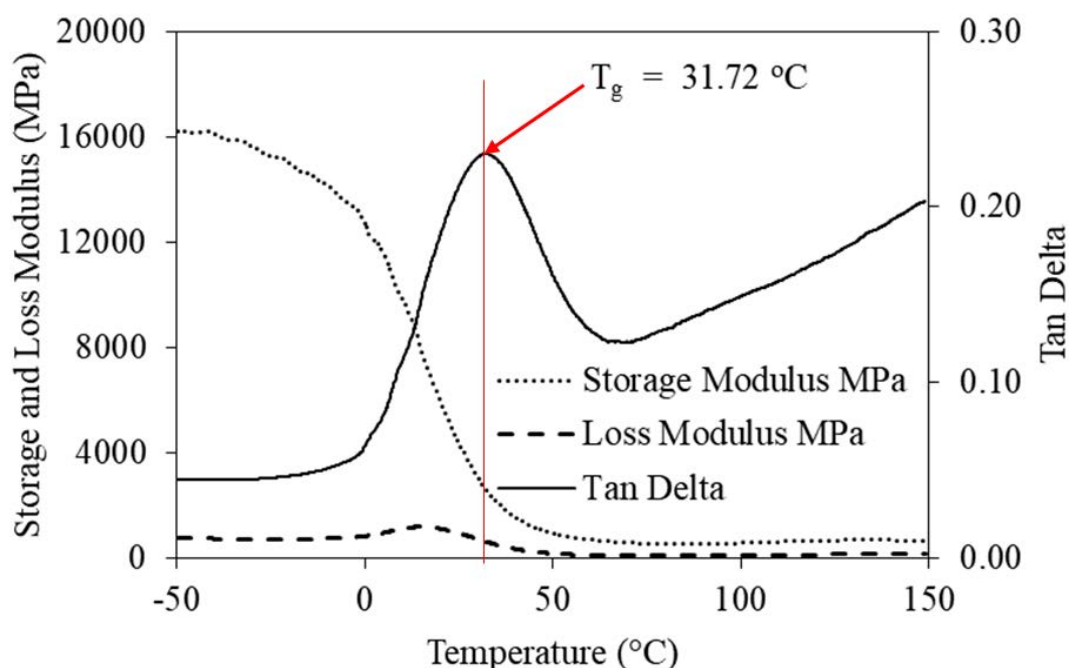
เมมเบรนโครงข่ายซ้อนได้ถูกเตรียมในการวิจัยนี้ โดยที่ HPVA ถูกกำหนดให้เป็นโครงข่ายที่ 1 และ LPVA เป็นโครงข่ายที่ 2 โดยทั้งสองโครงข่ายถูกเชื่อมขวางด้วยวิธีทางฟิสิกส์ กล่าวคือ ได้ดำเนินการเชื่อมขวางโครงข่ายพอลิเมอร์เพื่อเพิ่มความแข็งแรงเชิงกลและลดการบวมในการใช้งาน ด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 130 °C การเชื่อมขวางเกิดขึ้นในสภาวะที่มีการเติมอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีรูพรุนระดับไมโครและมีโซ ผลจากการเชื่อมขวางและการเติมด้วยอนุภาคนาโนได้ถูกวิเคราะห์ผ่านการทดสอบความแข็งแรงเชิงกลภายใต้สภาวะที่มีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของเมมเบรนคอมโพสิต ด้วยเทคนิค DMA ผลการวิเคราะห์ปรากฏดังรูปที่ 4.10 ถึง 4.12



รูปที่ 4.10 ผล DMTA แสดงค่า Modulus และ Tan delta ของเมมเบรนที่เติมด้วย MSNs 1.0 wt%



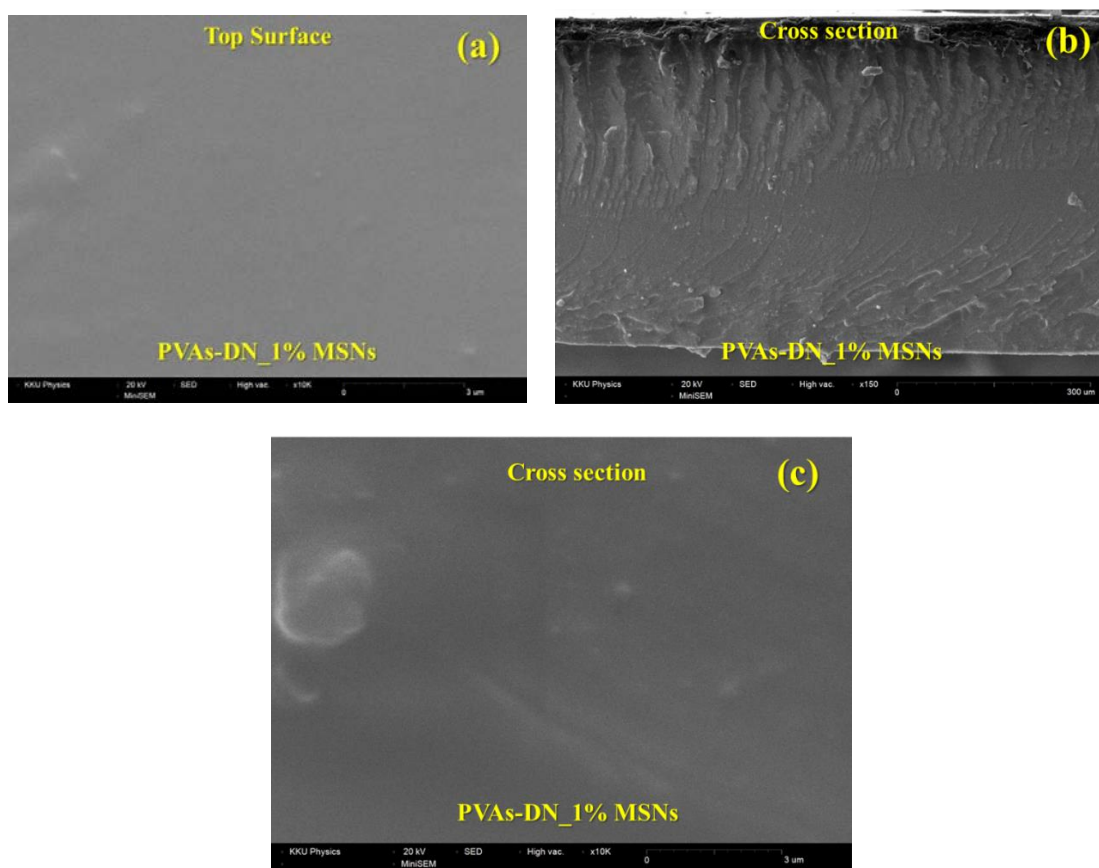
รูปที่ 4.11 ผล DMTA แสดงค่า Modulus และ Tan delta ของเมมเบรนที่เติมด้วย MSNs 5.0 wt%



รูปที่ 4.12 ผล DMTA แสดงค่า Modulus และ Tan delta ของเมมเบรนที่เติมด้วย MSNs 10.0 wt%

โดยทั่วไป วัสดุในกลุ่มพอลิเมอร์จะมีคุณสมบัติเชิงกลเป็นแบบยืดหยุ่นและหนืด (Visco-elasticity) ผลการทดสอบสมบัติเชิงกลของเมมเบรนคอมโพสิตที่เตรียมด้วยการเติมอนุภาคนาโนที่สังเคราะห์โดยใช้ MTAB ร่วมกับ TEA ในเมตริกซ์ของ HPVA ปรากฏผลดังรูปที่ 4.10 ถึง 4.12 จะเห็นว่าการเติมอนุภาคนาโน MSNs ในเมตริกซ์ของ PVA มากขึ้นจะทำให้ค่าอุณหภูมิ T_g (Glass transition temperature) เปลี่ยนแปลงจาก 25.48 เป็น 27.20 และ 31.72 °C สำหรับ PVA ที่เติมด้วย MSNs เท่ากับ 1.0, 5.0 และ 10.0 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบอีกว่า ความแข็งแรงเชิงกลในเทอมของค่ามอดูลัสที่แสดงถึงความยืดหยุ่น (Elasticity) และความหนืด (Viscosity) หรือความสามารถในการกระจายแรงไปยังส่วนต่าง ๆ มอดูลัสความยืดหยุ่นของเมมเบรนที่เตรียมในโครงการวิจัยนี้เปลี่ยนแปลงตามปริมาณหรือความเข้มข้นของอนุภาค MSNs กล่าวคือ ค่ามอดูลัสความยืดหยุ่นสูงสุดของเมมเบรน คอมโพสิตที่เติมด้วย MSNs ในปริมาณ 1.0 5.0 และ 10.0 wt% มีค่าประมาณ 9,000 14,000 และ 16,000 MPa (ที่อุณหภูมิ -50 °C) ตามลำดับ ขณะที่ค่ามอดูลัสความหนืดหรือ Loss มอดูลัสสูงสุดของเมมเบรนที่เติม MSNs ในปริมาณ 1.0 5.0 และ 10.0 wt% อยู่ที่ประมาณ 700 1,100 และ 1,65 MPa (ที่อุณหภูมิประมาณ 12, 8 และ 16 °C) ตามลำดับ การเพิ่มขึ้นของความสามารถในการกระจายพลังงานนี้อาจเป็นผลจากการที่อนุภาคนาโนเข้าไปทำให้การก่อเกิดโครงข่ายของเมมเบรนระหว่าง HPVA และ LPVA ไม่สมบูรณ์ ทำให้มีสายโซ่ที่ไม่ได้จับกันเป็น

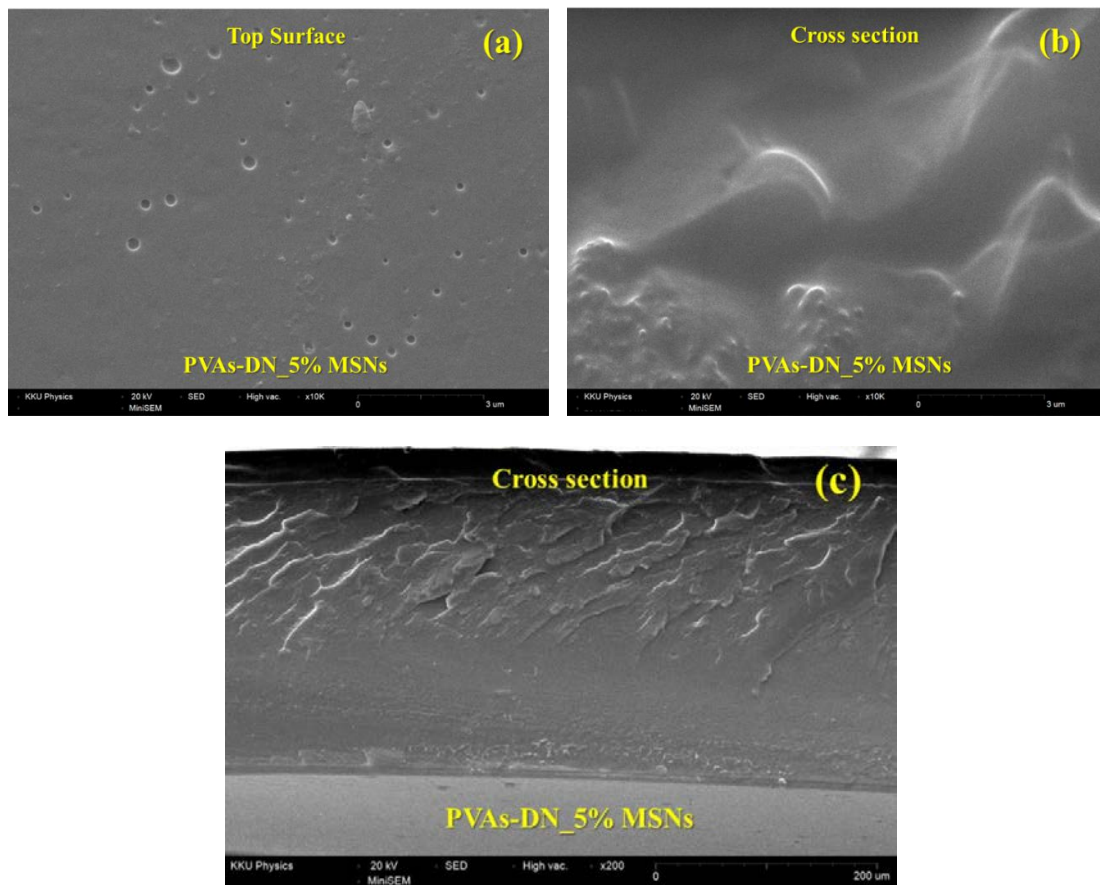
โครงข่ายและส่งผลให้สายโซ่เคลื่อนที่ได้ง่ายและทำให้กระบวนการกระจายพลังงาน (Energy dissipation process) เกิดขึ้นได้ดี (Bibbo et. al., 1984) สำหรับการเพิ่มขึ้นของมอดูลัสความยืดหยุ่น (Storage modulus) เป็นผลจากการเติมด้วยอนุภาคนาโน MSNs ทำให้ความเป็นผลึก (Crystallinity) ของเมมเบรนเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ยังอาจเป็นผลจากอนุภาคที่เติมยึดเกาะได้ดีกับโครงข่ายของ PVA ซึ่งทำให้สามารถส่งผ่านความเค้นในโครงข่ายได้อย่างมีประสิทธิภาพ (Ramanathan et. al., 2005) นอกจากนี้ การเพิ่มขึ้นของความแข็งแรงเชิงกลดังกล่าวข้างต้น ยังเป็นผลจากการเชื่อมขวางด้วยความร้อนและอาจเป็นผลมาจากการเกิดโครงข่ายซ้อนระหว่าง HPVA และ LPVA



รูปที่ 4.13 ภาพถ่าย SEM สัณฐานวิทยาที่ผิวบน (a), ภาคตัดขวาง (b) ภาคตัดขวางกำลังขยายสูง (c) ของเมมเบรนที่เติมด้วย MSNs 1.0 wt%

รูปที่ 4.13 และ 4.15 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างสัณฐานวิทยาที่ผิวบนและภาคตัดขวางของตัวอย่างเมมเบรนที่เติมด้วยอนุภาคนาโน MSNs ในอัตราส่วน 1.0, 5.0 และ 10.0 wt% ของมวล HPVA จะเห็นว่า ผิวหน้า (Top surface) ของเมมเบรนไม่ปรากฏรูพรุน เช่นเดียวกับภาพภาคตัดที่ไม่

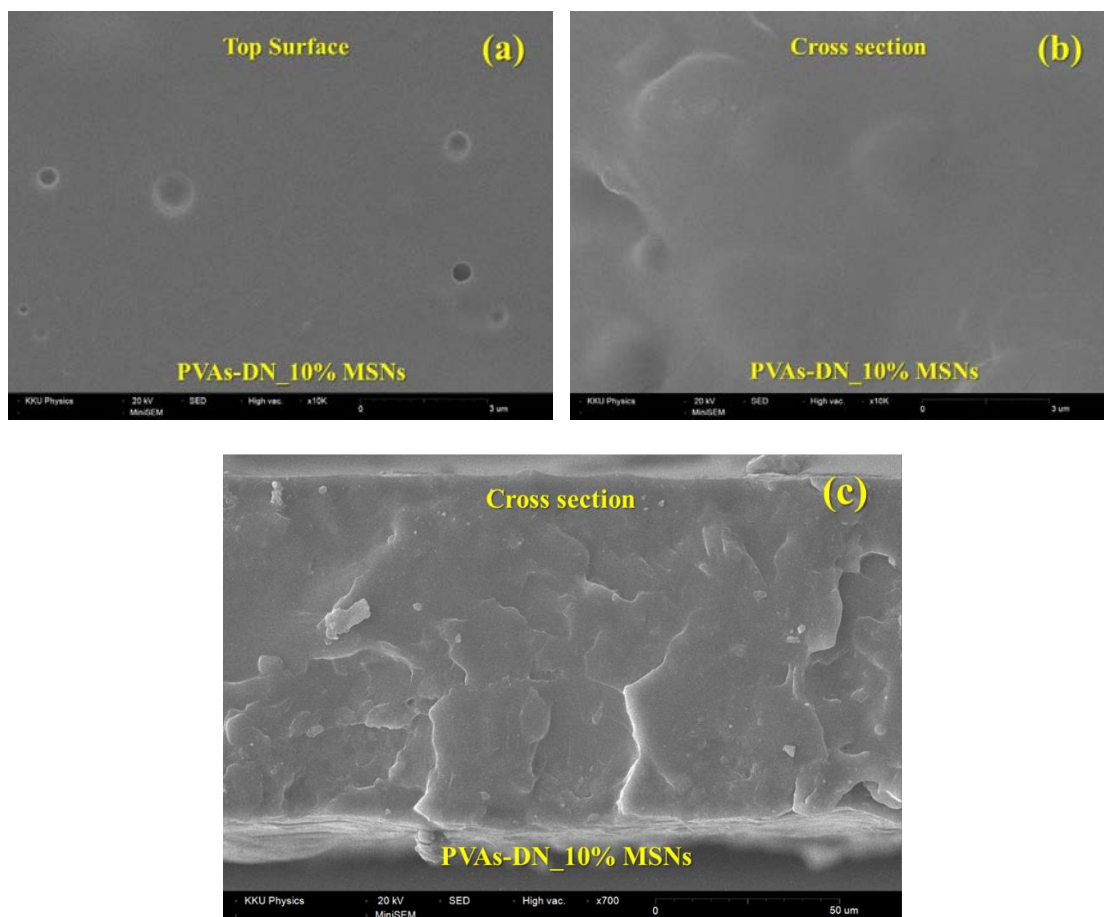
พบรูพรุนในโครงสร้างของเมมเบรนเมื่อถ่ายภาพด้วย SEM ที่กำลังขยาย 10kX และ 15 kX และเนื่องจากเมมเบรนคอมโพสิตที่เตรียมขึ้นมีโครงสร้างเป็นแบบอัดแน่นหรือไม่มีรูพรุน กลไกที่สารซึมผ่านเมมเบรนจึงเป็นกลไกแบบการละลาย-แพร่ (Solution-diffusion mechanism) ซึ่งได้อธิบายไว้ในบทที่ 2



รูปที่ 4.14 ภาพถ่าย SEM สัณฐานวิทยาที่ผิวบน (a), ภาคตัดขวาง (b) ภาคตัดขวางกำลังขยายสูง (c) ของเมมเบรนที่เติมด้วย MSNs 5.0 wt%

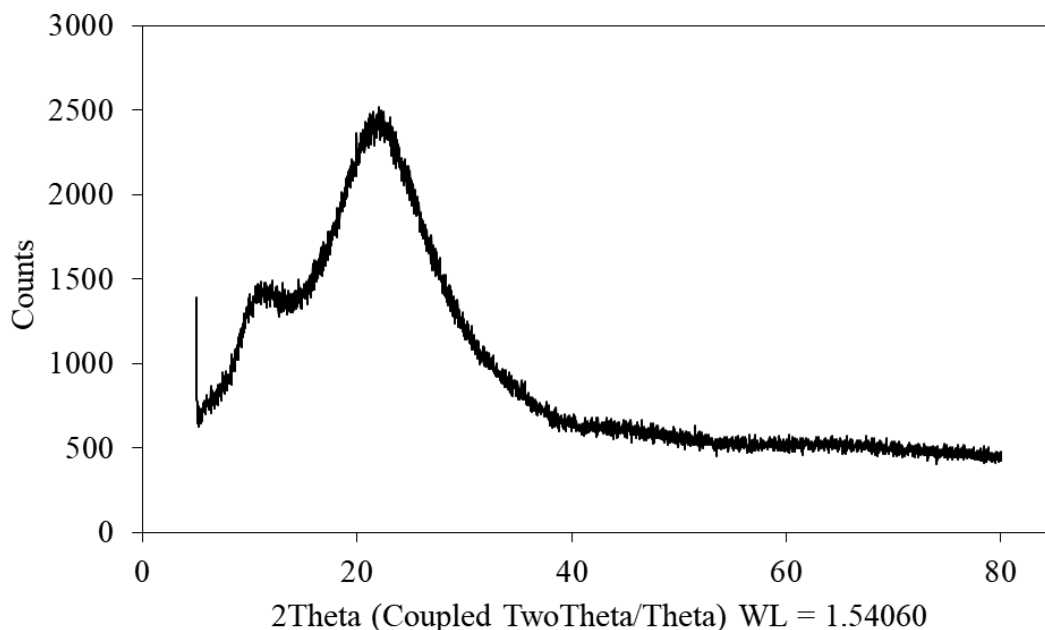
จากภาพภาคตัดขวางทั้งที่กำลังขยายต่ำในระดับ 150X และ 200X และที่กำลังขยายสูงในระดับ 10kX ไม่พบการจับกลุ่มของอนุภาค และเนื่องจากอนุภาค MSNs ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการควบแน่นร่วมนี้เป็นอนุภาคที่ไม่เป็นผลึกแต่จะเป็นแบบอะมอร์ฟัส และมีหมู่ไฮดรอกซิล (Si-OH) ที่สามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนกับน้ำได้ดี ทำให้สามารถเกิดพันธะได้ดีกับพอลิเมอร์ที่ชอบน้ำ และเป็นเหตุผลที่ทำให้อนุภาคสามารถเข้ากันได้ดีกับเมทริกซ์ของ PVA ในกรณีของเมมเบรนที่เติมอนุภาคนาโน 5.0 wt% จะเห็นการเกาะกลุ่มของอนุภาคเล็กน้อย ดังรูปที่ 4.14 (b) อย่างไรก็ตามเนื่องจาก

อนุภาคที่เติมในเมตริกซ์ของ PVA เป็นอนุภาคที่มีขนาดระดับนาโน (ประมาณ 100 nm) จึงเป็นไปได้ว่า กำลังขยายในระดับนี้อาจไม่เพียงพอที่จะทำให้มองเห็นอนุภาคได้



รูปที่ 4.15 ภาพถ่าย SEM สัณฐานวิทยาที่ผิวบน (a), ภาคตัดขวาง (b) ภาคตัดขวางกำลังขยายสูง (c) ของเมมเบรนที่เติมด้วย MSNs 10.0 wt%

นอกจากนี้ ผู้วิจัยได้ส่งตัวอย่างอนุภาค MSNs ทดสอบด้วยเทคนิค XRD ผลการทดสอบปรากฏดังรูปที่ 4.16 จะเห็นว่า อนุภาคที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยนี้คือ อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ ที่มีพีคสูงสุดที่ตำแหน่ง $2\theta = 23^\circ$ และเส้นสเปกตรัมมีความต่อเนื่อง ไม่ปรากฏกลุ่มของพีคที่แสดงถึงความเป็นผลึก แสดงให้เห็นว่าอนุภาคที่ได้เป็นแบบอะมอร์ฟัส (Amorphous)



รูปที่ 4.16 ผลวิเคราะห์ด้วย XRD, อนุภาคนาโน MSNs ที่สังเคราะห์โดยใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์

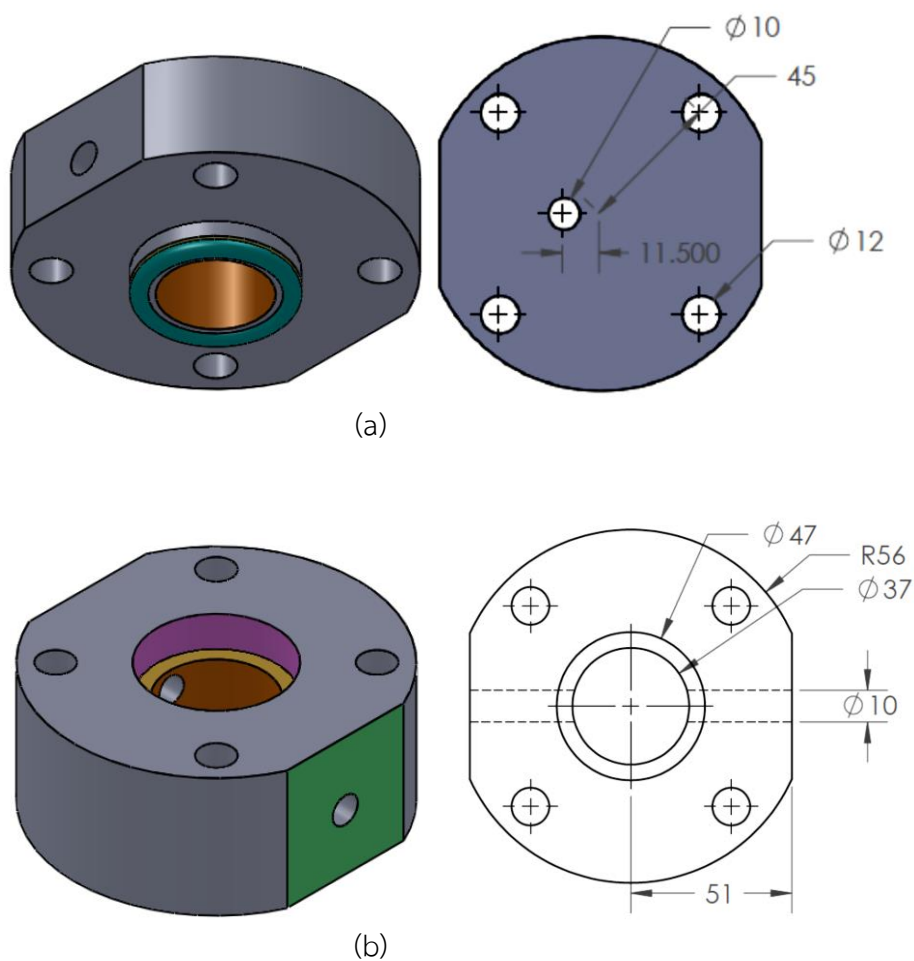
4.3 ผลการออกแบบและสร้างระบบต้นแบบสำหรับทดสอบสมรรถนะของเมมเบรน

4.3.1 การออกแบบและสร้างโมดูลเมมเบรน

เพื่อสร้างระบบต้นแบบสำหรับการทดสอบสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพของเมมเบรนคอมโพสิต ผู้วิจัยได้ออกแบบโมดูล (รูปที่ 4.17) สำหรับใช้เป็นส่วนประกอบหลักที่สำคัญของระบบต้นแบบสำหรับทดสอบสมรรถนะของเมมเบรน โมดูลที่ได้ออกแบบในการวิจัยนี้ทำจากสแตนเลสเกรด 316 ซึ่งเป็นสแตนเลสที่มีความสามารถในการต้านทานการกัดกร่อนในสภาวะกรด-เบส ได้ดี รวมทั้งสามารถต้านทานต่อการใช้งานที่อุณหภูมิสูงได้เป็นอย่างดี เป็นโมดูลรูปทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 112 mm สามารถใช้ทดสอบเมมเบรนแบบแผ่นบางที่มีลักษณะเป็นเหรียญกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 47 mm โมดูลที่ออกแบบ ประกอบด้วยชิ้นส่วนหลักสำคัญ 2 ส่วน คือ ส่วนบน และล่าง ทั้งสองส่วนจะมีช่องเปิดสำหรับการเชื่อมต่อกับวัสดุอุปกรณ์ภายนอกจำนวน 4 ช่อง ที่ส่วนบน 2 ช่อง และที่ส่วนล่างอีก 2 ช่อง

ช่องเปิดทั้ง 4 ช่องจะถูกใช้ในการขนส่งหรือป้อนสารละลายที่ต้องการทดสอบ (Feed) เข้าสู่เมมเบรน ใช้ในการให้สารที่ยังไม่ไหลผ่านเมมเบรนวนกลับไปยังภาชนะบรรจุสารตั้งต้น (Retentate) ใช้ในการขนส่งสารที่ซึมผ่านเมมเบรน (Permeate) ได้ไปยังภาชนะควบแน่น (Cold trap) และช่องเปิดสำหรับป้อนสารตัวพา (Carrier) ในกรณีที่กำลังประยุกต์ใช้โมดูลสำหรับการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพที่อยู่ในสถานะก๊าซ สำหรับโมดูลที่ได้ออกแบบนี้ เมมเบรนที่จะทำการทดสอบจะถูก

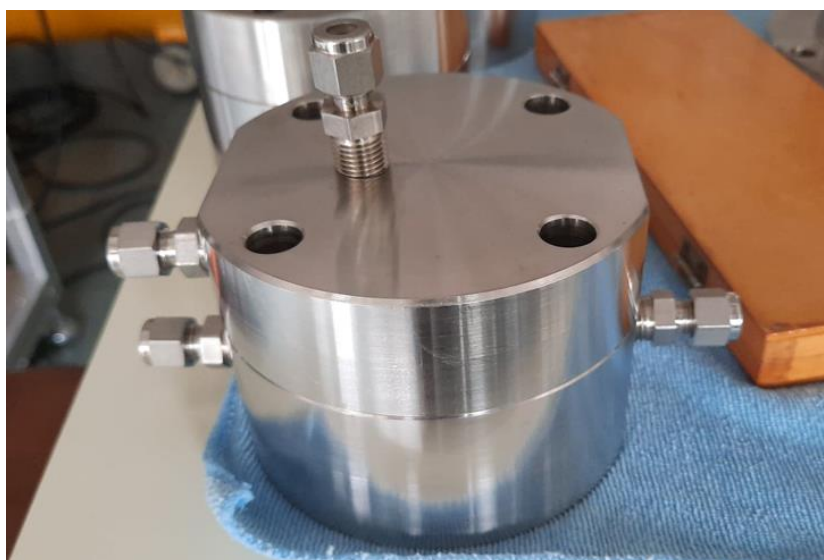
วางบนแผ่นโลหะพูนที่มีรูปพูนขนาด $0.45\ \mu\text{m}$ และทำจากสแตนเลสเกรดเดียวกับที่ใช้ทำโมดูล (รูปที่ 4.18) ขณะใช้งาน โมดูลนี้จะถูกล็อคด้วยน็อตจำนวน 4 ตัว และมีโอริงที่สามารถทนต่อสภาวะความเป็นกรด-เบสและความร้อนได้ดี จึงมั่นใจได้ว่าโมดูลที่ได้ออกแบบนี้สามารถใช้งานได้โดยไม่มีการรั่วไหลของสารที่กำลังทดสอบ ทั้งสารที่อยู่ในสถานะของเหลวและสถานะก๊าซ โมดูลเมมเบรนที่สร้างเสร็จแล้วแสดงดังรูปที่ 4.19



รูปที่ 4.17 ภาพเขียนแบบโมดูลเมมเบรนพร้อมแสดงขนาด ส่วนบน (a) และส่วนล่าง (b)



รูปที่ 4.18 สแตนเลสพูนแผ่นกลมเส้นผ่านศูนย์กลาง 47.0 mm สำหรับใช้เป็นแผ่นรองเมมเบรนขณะทดสอบ



รูปที่ 4.19 โมดูลเมมเบรนที่สร้างขึ้นในโครงการวิจัย

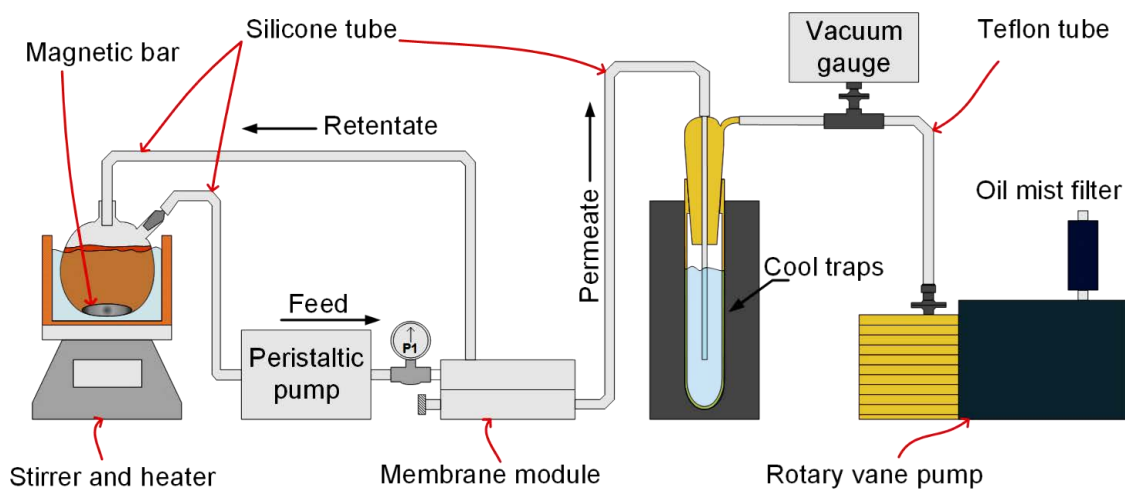
4.3.2 ผลการออกแบบและสร้างระบบต้นแบบสำหรับทดสอบสมรรถนะของเมมเบรน

ระบบต้นแบบสำหรับทดสอบสมรรถนะของเมมเบรน ที่ได้ออกแบบในการวิจัยนี้ ประกอบด้วยส่วนประกอบระบบที่สำคัญหลายส่วนดังแสดงในรูปที่ 4.20 ซึ่งประกอบด้วย

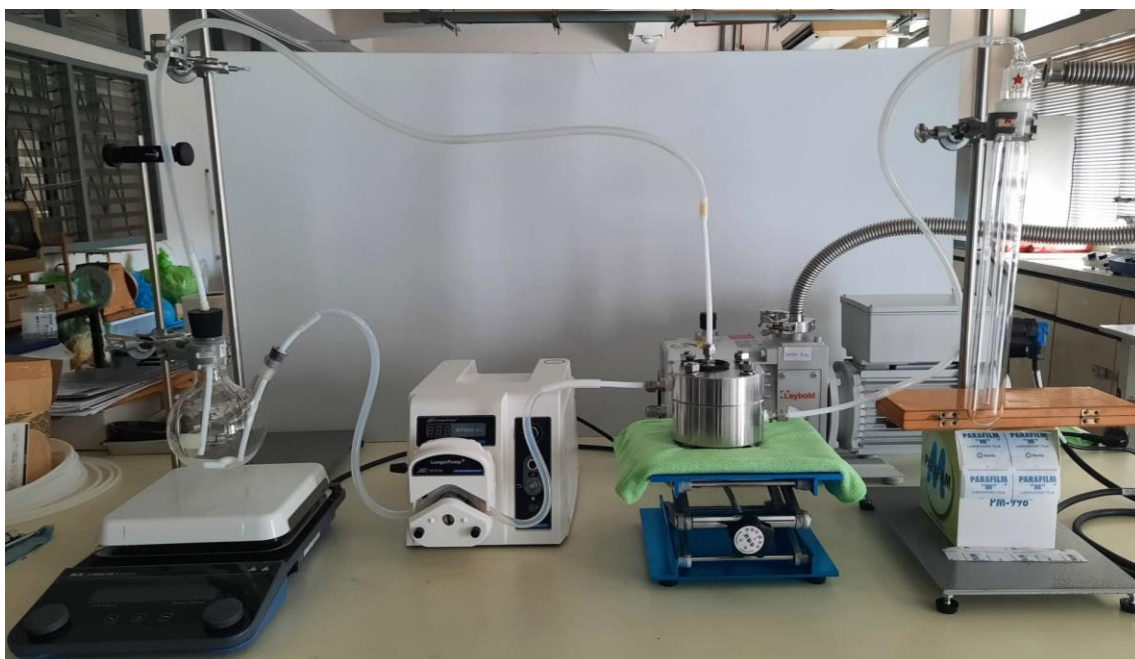
- (1) ชุดอุปกรณ์กวนและให้ความร้อนสาร (Stirrer and heater set) เป็นชุดกวนสารที่สามารถหมุนกวนสารได้สูงสุด 1,500 rpm สามารถกวนสารที่มีความหนืดเทียบเท่ากับน้ำได้มากที่สุดได้ถึง 20L และสามารถให้ความร้อนหรือปรับระดับความร้อนได้สูงสุดถึง 550 °C เป็นชุดกวนและให้ความร้อนที่สามารถตั้งเวลาในการทำงานได้ โดยมีอุปกรณ์ช่วยควบคุมอุณหภูมิที่มีความละเอียดระดับ 0.1 °C

ได้ (ชุด Pt-100) นอกจากนี้ยังเป็นชุดอุปกรณ์ที่สามารถเชื่อมต่อกับคอมพิวเตอร์ได้ด้วย

- (2) ชุดท่อส่ง ซึ่งใช้วัสดุ 2 ชนิดคือ สายซิลิโคนและท่อเทฟลอน เป็นท่อขนาด 1/4 นิ้ว ท่อซิลิโคนที่ใช้ เป็นท่อซิลิโคนที่สามารถทนอุณหภูมิได้สูงสุด 260 °C พร้อมด้วยอุปกรณ์เชื่อมต่อท่อ
- (3) ชุดวาล์วควบคุมการไหลทั้งฝั่ง Feed, Retentate และ Permeate ซึ่งงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้บอลวาล์ว (Ball valves) ที่ทำจากสแตนเลสเกรด 316 และเป็นวาล์วที่เชื่อมต่อแบบ NPT
- (4) ชุดอุปกรณ์ปั๊มและควบคุมอัตราการไหลของสารเข้าสู่โมดูลเมมเบรน (Feed and control pump) ซึ่งออกแบบให้ใช้ปั๊มเพริสทอลติก (Peristaltic pump) ซึ่งสามารถปรับอัตราการไหลได้หลายระดับ สามารถปั๊มสารได้ในอัตราสูงสุด 2,200 mL/min (ขึ้นกับขนาดหัวปั๊มที่เลือกใช้) ปั๊มที่เลือกใช้สามารถเชื่อมต่อข้อมูลกับคอมพิวเตอร์ผ่านระบบเชื่อมต่อ RS-232 ได้
- (5) ชุดอุปกรณ์วัดความดันทั้งที่สูงกว่าและต่ำกว่าความดันบรรยากาศ (สุญญากาศ)
- (6) ชุดดักจับและควบแน่นไอของสาร (Cold trap) เป็นส่วนประกอบที่ทำหน้าที่ดักจับไอของสารแพร่ผ่านโดยการทำให้ไอของสารแพร่ผ่านเกิดการควบแน่นที่อุณหภูมิต่ำ โดยทั่วไปจะใช้ไนโตรเจนเหลวในการลดอุณหภูมิของ cold trap ให้มีความสามารถในการควบแน่นมากขึ้น
- (7) ชุดปั๊มสุญญากาศและท่อไฮส (ท่อสแตนเลสที่สามารถโค้งงอได้) พร้อมด้วยชุดกรองน้ำมัน ในการวิจัยนี้ได้ออกแบบและเลือกใช้ปั๊มโรตารีแบบ 2 สเตจ (Two stage rotary vane pump) ที่สามารถใช้กับไฟฟ้า 2 เฟส และลดความดันลงได้มากที่สุดถึงระดับ 10^{-3} mbar
- (8) โมดูลสำหรับติดตั้งเมมเบรน (Membrane module)
- (9) ชุดขวดแก้วบรรจุสารตั้งต้น เป็นขวดแก้วกันกลมแบบหลายหัวความจุ 500 ml ใช้บรรจุสารตั้งต้นที่จะทำการทดสอบ
- (10) ชุดขาตั้งปรับระดับได้และโต๊ะสำหรับติดตั้งระบบ



รูปที่ 4.20 แผนภาพระบบต้นแบบสำหรับทดสอบสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพของเมมเบรนคอมโพสิตนาโน



รูปที่ 4.21 ภาพถ่ายระบบต้นแบบสำหรับทดสอบสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพของเมมเบรนคอมโพสิตนาโน

ขั้นตอนการทำงานของระบบต้นแบบสำหรับการทดสอบสมรรถนะของเมมเบรนคอมโพสิตในแยกน้ำออกจากเชื้อเพลิงชีวภาพจำลอง เริ่มจากการอุ่นเชื้อเพลิงชีวภาพจำลองด้วยเครื่องกวนสารและให้ความร้อน (Stirrer and heater) ในการทดลองแยกน้ำออกจากสารละลายที่มีเอทา

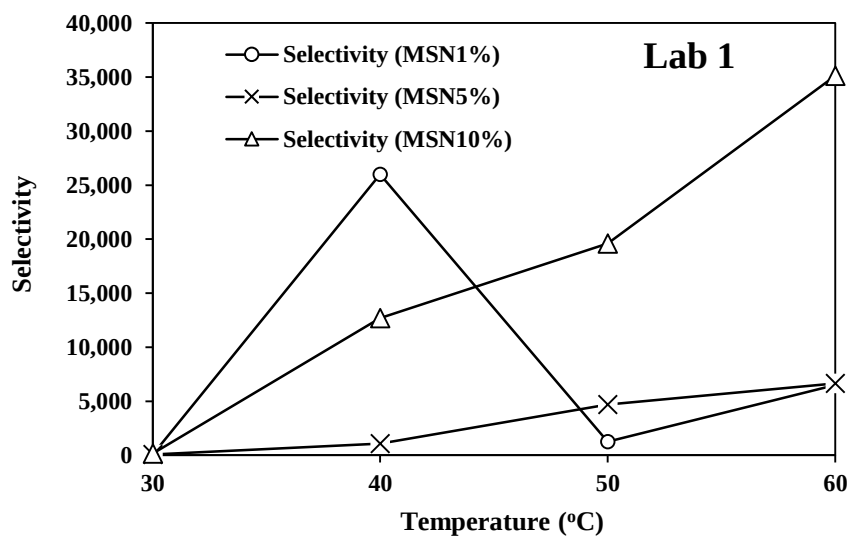
นอลผสมอยู่ในอัตรา 90 wt% (น้ำ 10 wt%) ในโครงการวิจัยนี้ ได้อุ่นเชื้อเพลิงชีวภาพจำลองที่ 30, 40, 50 และ 60 °C พร้อมกับติดตั้งเมมเบรนที่จะทำการทดสอบในโมดูล เมื่ออุณหภูมิของสารเท่ากับที่กำหนดแล้วจึงเริ่มเปิดการทำงานของปั๊มป้อนสาร (Peristaltic pump) และปล่อยให้สารละลายไหลวนผ่านวนในระบบผ่านปั๊ม เมมเบรนด้าน Feed และวนกลับผ่านทางด้าน retentate กลับสู่ภาชนะบรรจุสารตั้งต้น และเริ่มไหลวนรอบในรอบต่อไป ในการทดลองแต่ละครั้งจะปล่อยให้สารไหลวนรอบในระบบเป็นเวลา 2 h ให้อุณหภูมิของสารและของระบบเข้าสู่สมดุล หลังจากนั้นจึงเปิดให้ปั๊มสุญญากาศทำงาน ซึ่งปั๊มสุญญากาศจะดูดอากาศออกจาก cold trap และจากด้าน permeate ทำให้เกิดความแตกต่างของความดันระหว่างด้าน Feed และด้าน Permeate และความแตกต่างของความดันนี้จะทำให้เกิดแรงขับหรือแรงดันให้สารละลายซึมผ่านเมมเบรน เมื่อสารซึมผ่านเมมเบรนมาอยู่ในบริเวณที่มีความดันต่ำกว่าความดันบรรยากาศ สารจะเปลี่ยนเฟสจากของเหลวเป็นไอไหลเข้าสู่ Cold trap และเกิดการควบแน่นใน Cold trap กลายเป็นของเหลวที่มีความบริสุทธิ์สูงกว่าสารที่อยู่ทางด้าน Feed หลังจากปล่อยให้สารละลายซึมผ่านเมมเบรนจนครบ 2 h แล้ว (ระยะเวลาในการทดลองแต่ละครั้งอาจมากกว่าหรือน้อยกว่า 2 h ขึ้นกับพลั๊กซ์การซึมผ่านเมมเบรนของสาร) จึงหยุดการทำงานของปั๊มป้อนสารและปั๊มสุญญากาศ และทำการเก็บตัวอย่างที่ได้นำไปทดสอบหาปริมาณเอทานอลด้วยเครื่อง Refractometer เนื่องจากเป้าหมายของการวิจัยนี้คือ การแยกน้ำออกจากเชื้อเพลิงชีวภาพ เพราะฉะนั้นปริมาณความเข้มข้นของเอทานอลในสารละลายที่ซึมผ่านเมมเบรนจึงเป็นตัวชี้วัดประสิทธิภาพของระบบต้นแบบและเป็นตัวชี้วัดสมรรถนะการแยกน้ำออกจากเอทานอลของเมมเบรนด้วย ระบบต้นแบบที่แสดงในรูปที่ 4.21 เป็นระบบที่ยังไม่ได้ประกอบวาล์วควบคุม เกจวัดความดัน (Pressure gauge) และเกจวัดระดับสุญญากาศ (Vacuum gauge) และอ่างควบคุมอุณหภูมิของสารตั้งต้น และชุดกรองน้ำมันของปั๊มสุญญากาศ (Oil mist filter) นอกจากนี้ยังมีท่อก๊าซพร้อมด้วยอุปกรณ์ควบคุม และ Soap bubble flow meter สำหรับกรณีที่ต้องการใช้ในการทดสอบการแยกก๊าซชีวภาพ

4.3.3 ผลการทดสอบสมรรถนะของเมมเบรนคอมโพสิตด้วยระบบต้นแบบ

เมมเบรนคอมโพสิตแบบโครงข่ายซ้อนที่มีเมมเบรน Nylon เป็นวัสดุรองรับ HPVA + MSNs เป็นโครงข่ายที่ 1 และ LPVA เป็นโครงข่ายที่ 2 ได้ถูกเตรียมขึ้นในการวิจัยนี้ และตัวอย่างของเมมเบรนคอมโพสิตได้ถูกนำไปทดสอบการซึมผ่านเชื้อเพลิงชีวภาพที่จำลองขึ้นจากการผสมน้ำกับเอทานอลในอัตราส่วน 10/90 โดยน้ำหนัก (wt%) ผลการทดลองพบว่า เมื่อปริมาณ MSNs ที่เติมในเมตริกซ์ของ PVA เพิ่มขึ้นจาก 1.0, 5.0 และ 10.0 wt% พลั๊กซ์ในการซึมผ่านได้ของน้ำและเอทานอลที่อุณหภูมิเดียวกันมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เช่น ที่อุณหภูมิ 30 °C ความสามารถในการซึมผ่านได้ (Permeability) ของน้ำ ($P(H_2O)$) และเอทานอล ($P(EtOH)$) ของเมมเบรนที่เติมด้วย MSNs ในปริมาณ

1.0, 5.0 และ 10.0 wt% เท่ากับ 10,637.95, 11,608.85, 18,396.06 และ 172.74, 193.61, 111.48 ($\text{g}\cdot\mu\text{m}/(\text{m}\cdot\text{h}\cdot\text{kPa})$) ตามลำดับ มีข้อสังเกตเล็กน้อยในกรณีที่มีปริมาณ MSNs สูงถึง 10.0% กล่าวคือ MSNs ที่สังเคราะห์ได้เป็นอนุภาคที่มีความชอบน้ำเนื่องจากมีหมู่ไฮลันอล (Silanol) เมื่อปริมาณ MSNs เพิ่มขึ้นจึงทำให้ความสามารถในการซึมผ่านเมมเบรนของน้ำสูงขึ้น ขณะที่ EtOH จะซึมผ่านได้น้อยลง อย่างไรก็ตาม การเติม MSNs ในปริมาณมากเกินไปส่งผลทำให้ค่าการแยกหรือความสามารถในการเลือกให้ผ่านของเมมเบรนลดลง

ผลการทดลองซึมผ่านเชื้อเพลิงชีวภาพจำลองผ่านเมมเบรนที่อุณหภูมิ 30 40 50 และ 60 °C ผู้วิจัยพบความแตกต่างของผลการวิจัยเมื่อเทียบกับผลการวิจัยของ Nakkun และคณะ (2017) ซึ่งผลการศึกษาของ Nakkun และคณะพบว่า เมื่ออุณหภูมิของสารตั้งต้นสูงขึ้นจะทำให้พลักซ์การซึมผ่านได้ของสารเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตาม ในโครงการวิจัยนี้เราพบว่า ความสามารถในการซึมผ่านได้ของน้ำและเอทานอลลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มจาก 30 เป็น 40 50 และ 60 องศา ดังตารางที่ 4.1 ถึง 4.3 ผลจากการคำนวณค่า Permeability และนำไปใช้ในการคำนวณ Selectivity พบว่า Selectivity มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น (เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น การเพิ่มของ permeability ของน้ำมากกว่า และของเอทานอล) ดังรูปที่ 4.22 จะเห็นจากรูปที่ 4.22 ว่า ค่าเลือกผ่าน (Selectivity) มีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิของสารตั้งต้นเพิ่มจาก 30 เป็น 40 50 และ 60 °C มีเพียงบางค่าเท่านั้นที่ค่าเลือกผ่านกระโดดออกจากแนวโน้ม เช่น ค่าเลือกผ่านของเมมเบรนที่เติมด้วย MSNs 1.0 wt% ที่อุณหภูมิ 40 °C ข้อสังเกตจากการทดลองเติม MSNs ในเมตริกซ์ของ PVA ในปริมาณ 1.0 5.0 และ 10.0 wt% แนวโน้มที่ปรากฏคือ ค่าเลือกผ่านของเมมเบรนที่เติมด้วย MSNs 10.0 wt% จะมีค่าเลือกผ่านและความสามารถในการซึมผ่านได้สูงที่สุด อย่างไรก็ตามค่าที่ได้จากการทดลองทั้งหมดยังค่อนข้างกระจาย จึงจำเป็นต้องมีการวิจัยเพิ่มเติมอีก เพื่อยืนยันผลการทดลองนี้ อย่างไรก็ตาม แนวโน้มที่ได้จากการวิจัยคือ เมื่อปริมาณ MSNs เพิ่มขึ้นความสามารถในการซึมผ่านได้ของน้ำดีขึ้น แต่ความสามารถในการซึมผ่านเมมเบรนคอมโพสิตแบบโครงข่ายซ้อนที่เตรียมในการโครงการวิจัยนี้กลับลดลงเมื่ออุณหภูมิของสารแพร่ผ่านเพิ่มขึ้น และข้อสรุปเบื้องต้นที่ได้จากการวิจัยคือ การเติมด้วย MSNs ในเมตริกซ์ของ PVA สามารถแก้ไขความสามารถในการซึมผ่านของน้ำผ่านเมมเบรนได้ เมื่อเปรียบเทียบกับที่ Nakkun และคณะรายงานไว้ จะเห็นว่า ค่าความสามารถในการซึมผ่านหรือค่าพลักซ์การซึมผ่านได้ของเมมเบรนที่เตรียมในโครงการวิจัยนี้สูงกว่า ขณะที่ค่าเลือกผ่านใกล้เคียงกัน



รูปที่ 4.22 ค่าเลือกผ่าน (Selectivity) ของเมมเบรน PVAs-DN ที่เติม MSNs 1.0 5.0 และ 10.0 wt%

ตารางที่ 4.1 ค่าสมรรถนะของเมมเบรนที่เติม MSN 1.0 wt% ในเทอมของ Permeability และ Selectivity ระหว่างน้ำและเอทานอล

Temperature (°C)	MSN 1 wt% of PVA content		
	P(H ₂ O: MSN1%)	P(EtOH: MSN1%)	P _W /P _E
30	10,637.9524	172.7455	61.5816
40	10,777.8561	0.4148	25,985.8402
50	4,194.3245	3.3426	1,254.8106
60	3,761.2764	0.5793	6,492.5769

ตารางที่ 4.2 ค่าสมรรถนะของเมมเบรนที่เติม MSN 5.0 wt% ในเทอมของ Permeability และ Selectivity ระหว่างน้ำและเอทานอล

Temperature (°C)	MSN 5 wt% of PVA content		
	P(H ₂ O: MSN5%)	P(EtOH: MSN5%)	P _W /P _E
30	11,608.8511	193.6096	59.9601
40	12,432.4950	11.5817	1,073.4565
50	3,777.5571	0.8074	4,678.9215
60	3,684.4188	0.5538	6,652.5605

ตารางที่ 4.3 ค่าสมรรถนะของเมมเบรนที่เติม MSN 10.0 wt% ในเทอมของ Permeability และ Selectivity ระหว่างน้ำและเอทานอล

Temperature (°C)	MSN 10 wt% of PVA content		
	P(H ₂ O: MSN10%)	P(EtOH: MSN10%)	P _W /P _E
30	18,396.0551	111.4823	165.0132
40	13,632.0926	1.0728	12,706.6957
50	8,385.6266	0.4278	19,603.0342
60	6,330.5463	0.1803	35,117.1636

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง วิจารณ์และข้อเสนอแนะ

ผลจากการวิจัยในครั้งนี้สามารถสรุปโดยอ้างอิงตามวัตถุประสงค์ของโครงการซึ่งประกอบด้วย (1) เพื่อสังเคราะห์วัสดุนาโนหรือวัสดุคอมโพสิตนาโนคุณภาพสูงที่เหมาะสมสำหรับการประยุกต์ใช้ในเมตริกซ์ของเมมเบรนสำหรับการปรับปรุงคุณภาพเชื้อเพลิงชีวภาพ (2) เพื่อพัฒนาสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพของเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมแต่งด้วยวัสดุนาโน และ (3) เพื่อออกแบบ สร้าง ระบบต้นแบบสำหรับการทดสอบสมรรถนะเมมเบรนที่เตรียมได้ในห้องปฏิบัติการ รวมทั้งการออกแบบและหาแนวทางในการสร้างเป็นระบบต้นแบบเพื่อนำไปสู่การพัฒนาต่อยอดเป็นชุดหรือระบบปรับปรุงคุณภาพเชื้อเพลิงคุณภาพที่มีขนาดใหญ่ขึ้น โดยมีขอบเขตโครงการวิจัย ตั้งแต่การศึกษาวิธีการสังเคราะห์และสังเคราะห์อนุภาคนาโน รวมทั้งดำเนินการปรับปรุงคุณสมบัติ (Functionalization) ของอนุภาคนาโนที่สังเคราะห์ได้ในห้องปฏิบัติการสำหรับการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพ หลังจากสามารถสังเคราะห์วัสดุนาโนแล้ว จึงนำวัสดุนาโนทั้งที่สังเคราะห์ได้มาใช้ในการพัฒนาสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพของเมมเบรนพอลิเมอร์ให้เป็นเมมเบรน คอมโพสิตนาโนสมรรถนะสูง เป้าหมายหลักในการพัฒนาเมมเบรนนี้คือ เพิ่มสมรรถนะการแยกและเพิ่มความเข้ากันได้ระหว่างวัสดุนาโนและเมตริกซ์ของพอลิเมอร์ โดยได้ทดสอบสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพด้วยระบบทดสอบที่สร้างขึ้นในงานวิจัยนี้ โดยสรุป งานวิจัยนี้ศึกษาหาวิธีการสังเคราะห์วัสดุนาโนหรือวัสดุคอมโพสิตนาโนคุณภาพสูงเพื่อนำไปใช้ในการพัฒนาเมมเบรนคอมโพสิตนาโนสมรรถนะสูงที่ใช้เมมเบรนพอลิเมอร์เป็นวัสดุฐาน และในท้ายสุดเป็นการทดสอบคุณสมบัติและสมรรถนะของเมมเบรนด้วยระบบต้นแบบที่สร้างขึ้น ผลการวิจัยตามวัตถุประสงค์และขอบเขตดังกล่าว สามารถสรุปได้ดังนี้

5.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาและไททาเนียมแบบมีรูพรุน

การวิจัยในครั้งนี้ประสบผลสำเร็จในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีรูพรุนระดับมีโซ (Mesoporous silica nanospheres, MSNs) ที่มีการกระจายขนาดอนุภาคค่อนข้างสม่ำเสมอ (Monodispersed) และมีพื้นที่ผิวจำเพาะค่อนข้างสูง ด้วยวิธีการควบแน่นร่วมในสถานะสองเฟส ที่อุณหภูมิ 60 °C นอกจากนี้ อนุภาค MSNs ที่ได้เป็นแบบอะมอร์ฟัส ที่มีหมู่ซิลานอล (Si-OH) ซึ่งทำให้อนุภาคมีความชอบน้ำค่อนข้างมาก พร้อมกันนี้ผู้วิจัยได้สังเคราะห์อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO₂) ด้วย อย่่างไรก็ตาม อนุภาคนาโน TiO₂ ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการควบแน่นร่วมเช่นเดียวกับอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ (ดูภาคผนวก ก) มีพื้นที่ผิวจำเพาะค่อนข้างน้อย คือ 25.80 m²/g เท่านั้น ผู้วิจัยได้พิจารณาแล้วเห็นว่าเป็นพื้นที่ผิวที่ไม่เหมาะสมที่จะนำไปเติมใน

เมตริกซ์ของเมมเบรนที่เป็นเป้าหมายของการพัฒนาในโครงการวิจัยนี้ จึงได้ให้นำหนักในการพิจารณาเติมอนุภาคนาโนในเมตริกซ์ของ PVA มาที่อนุภาคนาโน MSNs ซึ่งมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงกว่ามาก เช่น อนุภาคนาโน MSNs ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการควบแน่นร่วมโดยใช้ MTAB เป็นแม่พิมพ์เดี่ยว และ MTAB+TEA เป็นแม่พิมพ์ร่วม มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงถึง 672.30 และ 691.45 m^2/g ตามลำดับ เพราะฉะนั้น โครงการวิจัยนี้จึงประสบผลสำเร็จตามวัตถุประสงค์ในข้อที่ 1 ที่เกี่ยวกับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคุณภาพสูง

5.2 การเตรียมเมมเบรนโครงข่ายซ้อนที่เติมและไม่เติมแต่งด้วยอนุภาคนาโน

โดยสรุป โครงการวิจัยนี้สามารถเตรียมเมมเบรนโครงข่ายซ้อน (Double-network membranes) ได้สำเร็จ สำหรับเมมเบรนโครงข่ายซ้อนที่ไม่เติมอนุภาคนาโนผู้วิจัยใช้วิธีอ้างอิงผลกับงานของ Nakkun และคณะ เนื่องจากได้เตรียมเมมเบรนโดยอ้างอิงวิธีการเตรียมของ Nakkun และคณะ เพราะฉะนั้นสมบัติทางเคมีฟิสิกส์ของเมมเบรนที่ไม่ได้เติมอนุภาค MSNs จึงสามารถอ้างอิงได้สำหรับเมมเบรนที่เติมอนุภาคนาโน MSNs ซึ่งเป็นอนุภาคที่มีรูพรุนระดับมีโซที่มีการกระจายขนาดอนุภาคค่อนข้างสม่ำเสมอ ผู้วิจัยมุ่งจะเปรียบเทียบให้เห็นความแตกต่างระหว่างเมมเบรนที่เติม MSNs ซึ่งสังเคราะห์โดยใช้แม่พิมพ์กับเมมเบรนที่เติมอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ทรงกลม (Silica nanospheres, SNSs) ที่สังเคราะห์โดยไม่ใช้แม่พิมพ์หรือเป็นอนุภาคที่ไม่มีรูพรุนในระดับมีโซ ผลการวิจัยชี้ว่า การเติม MSNs ในเมตริกซ์ของ PVA สามารถเพิ่มค่าความสามารถในการซึมผ่านเมมเบรนของน้ำและค่าในการเลือกให้น้ำผ่านได้ (Selectivity) โดยค่าความสามารถในการให้น้ำซึมผ่านเมมเบรนได้สูงกว่าเมมเบรนโครงข่ายซ้อนที่เติมด้วย SNSs ในปริมาณเท่ากัน และทดสอบที่อุณหภูมิเดียวกัน ดังนั้นโครงการวิจัยนี้จะสามารถบรรลุวัตถุประสงค์ในข้อที่ 2 ที่ว่าด้วยการพัฒนาสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพของเมมเบรนคอมโพสิตที่เติมแต่งด้วยวัสดุนาโนที่มีรูพรุนระดับมีโซ

5.3 การออกแบบและสร้างระบบต้นแบบสำหรับทดสอบสมรรถนะของเมมเบรน

โมดูลที่ทำจากสแตนเลสได้ถูกออกแบบและสร้างขึ้น รวมทั้งได้ออกแบบและสร้างระบบต้นแบบสำหรับใช้ในการทดสอบสมรรถนะการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพของเมมเบรนโครงข่ายซ้อน โดยได้ใช้ระบบต้นแบบที่สร้างขึ้นในการทดสอบสมรรถนะของเมมเบรนที่สังเคราะห์ขึ้นในโครงการวิจัยนี้ ผลสรุปที่ชัดเจนคือ ได้ระบบสำหรับทดสอบสมรรถนะของเมมเบรน โดยเป็นระบบที่สามารถทำงานได้ทั้งในสภาวะอุณหภูมิห้องและสูงกว่าอุณหภูมิห้อง รวมทั้งในสภาวะกรด-เบส ได้อย่างต่อเนื่องโดยไม่มีการรั่วไหลของสาร ระบบที่สร้างขึ้นสามารถให้ทดสอบเมมเบรน แบบแผ่นกลมที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 47 และ 55 mm ได้ ระบบต้นแบบที่สร้างขึ้นสามารถควบคุมความดันในฝั่ง Permeate ได้ด้วยปั๊มสุญญากาศ และมีเกจวัดสุญญากาศแบบดิจิตอล ที่สามารถวัดระดับ

สูญญากาศได้ละเอียดระดับ 0.01 mbar และทนความดันสูงสุดได้ถึง 10 bar ไอของสารที่ซึมผ่านเมมเบรนออกมาจะไหลเข้าสู่ Cold trap ที่อยู่ในภาชนะที่ควบคุมอุณหภูมิในระดับต่ำกว่า 0 องศาเซลเซียส ด้วยไนโตรเจนเหลว ทำให้ไอของสารเกิดการควบแน่นเป็นของเหลวได้อย่างรวดเร็วและมั่นใจได้ว่าไอของสารไม่รั่วไหลออกสู่ภายนอก ซึ่งจะทำให้ผลการทดลองคลาดเคลื่อนได้ สำหรับในฝั่ง Feed และ Retentate ของระบบต้นแบบที่สร้างขึ้นได้ติดตั้งวาล์วสแตนเลสควบคุมการไหลของสารป้อน โดยติดตั้งปั๊มเพอริสทอลติก (Peristaltic) สำหรับควบคุมอัตราการไหล นอกจากนี้ระบบที่สร้างขึ้นยังสามารถควบคุมอุณหภูมิของสารป้อนหรือสารตั้งต้นที่กำลังทำการทดสอบได้ โดยได้ติดตั้งเครื่องกวนและให้ความร้อนคุณภาพสูงที่สามารถควบคุมอุณหภูมิได้ละเอียดสูงสุดถึง 0.1 °C รวมทั้งสามารถตั้งเวลาในการกวนและให้ความร้อนผ่านคอมพิวเตอร์ได้ด้วย เพราะฉะนั้น ระบบต้นแบบที่สร้างขึ้นจึงเป็นระบบที่มีมาตรฐาน สามารถใช้งานในการวิจัยทางด้านการแยกเชื้อเพลิงชีวภาพ (ไบโอเอทานอล) ได้เป็นอย่างดี จึงถือว่างานวิจัยในส่วนนี้บรรลุตามวัตถุประสงค์ของโครงการ

5.4 วิจัยและข้อเสนอแนะ

แม้การวิจัยจะสำเร็จและบรรลุตามวัตถุประสงค์ทุกข้อ แต่เนื่องจากงานวิจัยยังไม่ได้ตีพิมพ์จึงทำให้ผู้วิจัยยังไม่ได้เผยแพร่ความรู้จากการวิจัยสู่ชุมชน หลังจากได้รับการตีพิมพ์แล้ว ผู้วิจัยจึงจะดำเนินการถ่ายทอดความรู้และผลจากการวิจัยสู่ชุมชนต่อไป ในการวิจัยนี้ผู้วิจัยเชื่อว่า ยังสามารถปรับปรุงคุณภาพของอนุภาคนาโนให้มีคุณสมบัติที่ดีขึ้นได้อีก แต่ด้วยข้อจำกัดในเรื่องระยะเวลาของโครงการจึงทำให้ไม่สามารถทดลองซ้ำได้มากนัก ซึ่งผู้วิจัยคาดหวังว่าจะได้รับการสนับสนุนงบประมาณจนทำให้สามารถดำเนินการวิจัยอย่างต่อเนื่องในเรื่องนี้ได้ เป้าหมายที่ผู้วิจัยต้องการไปให้ถึงในส่วนของการสังเคราะห์อนุภาคนาโนแบบมีรูพรุนคือ สามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนชนิดต่าง ๆ ได้ และที่สำคัญคือ สามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนที่มีรูพรุนตามต้องการ มีการกระจายขนาดอนุภาคสม่ำเสมอ มีปริมาตรรูพรุนตามวัตถุประสงค์การใช้ และพื้นที่ผิวมากในระดับมากกว่า 1,200 m²/g ได้ ซึ่งถ้าสามารถวิจัยได้จริง จะสามารถยกระดับไปสู่การจัดตั้งศูนย์บ่มเพาะธุรกิจ โดยการผลิตอนุภาคนาโนคุณภาพสูงจำหน่ายได้ และทำให้มหาวิทยาลัยมีรายได้ ในส่วนของเมมเบรนคอมโพสิตนาโนที่มีพื้นฐานจากวัสดุพอลิเมอร์ผู้วิจัยมีเป้าหมายที่จะผลิตเมมเบรนที่มีสมรรถนะในการแยกได้สูง คือมีความสามารถในการซึมผ่านหรือมีฟลักซ์ในการซึมผ่านสูงพร้อม ๆ กับความสามารถในการเลือกผ่านสูงด้วย โดยคาดหวังว่าจะสามารถใช้เมมเบรนดังกล่าวนี้ในการสร้างระบบเมมเบรนต้นแบบระดับ Pilot plant ได้ในที่สุด ซึ่งเมื่อถึงจุดนั้น จะทำให้มีความพร้อมในการไปเชื่อมโยงการทำงานกับเอกชน ทำให้เอกชนที่เราจะไปร่วมทำงานด้วยมีความมั่นใจ ที่จะร่วมลงทุนพัฒนาต่อยอดจนเกิดประโยชน์ และมีการใช้งานจริง ซึ่งจะส่งผลดีต่อมหาวิทยาลัย การจะไปถึงเป้าหมายดังกล่าวได้ จำเป็นต้องได้รับการสนับสนุนทั้งในด้านเงินทุนจากแหล่งทุนต่าง ๆ และการอำนวยความสะดวก การสนับสนุน

ส่งเสริมและการสร้างบรรยากาศที่ดีต่อการวิจัยพัฒนาจากมหาวิทยาลัยอย่างจริงจังและต่อเนื่อง
เพราะแน่นอนว่าลำพังนักวิจัยเพียงผู้เดียวคงไม่สามารถไปถึงเป้าหมายดังกล่าวได้

บรรณานุกรม

- Adam F., Chew T.S. and Andas J. 2011. A simple template-free sol-gel synthesis of spherical nanosilica from agricultural biomass. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. 59. 580-583.
- Thanh N.T.K, Maclean N. and Mahiddine S. 2014. Mechanisms of nucleation and growth of nanoparticles in solution. *Chemical Reviews*. 114. 7610-7630.
- 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.
- 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.
- 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.
- Katiyar S., Mondal K. and Sharma A. 2016. One-step sol-gel synthesis of hierarchically porous, flow-through carbon/silica monoliths. *RSC Advances*. DOI: 10.1039/c5ra26503G.
- Yuan S., Chen S., Zhu X., Xiong P., Yang Y., Hu Z. and Xiong J. 2018. Obtaining ultra-high surface area TiO_2 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 TiO_2 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.
- Xu F., Tang Z., Huang S., Chen L., Liang Y., Mai W., Zhong H., Fu R. and Wu D. 2015. Facile synthesis of ultrahigh-surface-area hollow carbon nanospheres for enhanced adsorption and energy storage. *Nature Communications*. 6:7221. DOI: 10.1038/ncomms8221.
- Yao Y., Zeng S., Huang L., Wu H., Peng B., Zhang Q., Li X., Yu L., Liu S., Tu W., Lan T., Zeng X. and Zou J. 2017. Facile synthesis of ultrahigh surface-area hollow carbon nanospheres and their application in lithium-sulfur batteries. *Chemistry-A European Journal*. DOI: 10.1002/chem.201705211.
- 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.
- Jian M., Liu Bao., Liu R., Qu J., Wang H. and Zhang X. 2015. Water-based synthesis of zeolitic imidazolate framework-8 with high morphology level at room temperature. *RSC Advances*. 5, 48433-48441.
- Nordin N. A. H. Md., Racha S. M., Matsuura N., Misdan N., Sani N. A. A., Ismail A. F. and Mustafa A. 2015. Facile modification of ZIF-8 mixed matrix membrane for CO₂/CH₄ separation: synthesis and preparation. *RSC Advances*. 5, 43110-43120.
- Nordin N. A. H. Md., Ismail A. F., Mustafa A., Racha S. M. and Matsuura T. 2014. The impact of ZIF-8 particle size and heat treatment on CO₂/CH₄ separation using asymmetric mixed matrix membrane. *RSC Advances*. DOI:10.1039/C4RA08460H.
- Nordin N. A. H. Md., Ismail A. F., Mustafa A., Murali R. S. and Matsuura T. 2015. Utilizing low ZIF-8 loading for an asymmetric PSF/ZIF-8 mixed matrix membrane for CO₂/CH₄ separation. *RSC Advances*. 5, 30206-30215.
- Butova V. V., Budnyk A. P., Bulanova E. A., Lamberti C. and Soldatov A. V. 2017. Hydrothermal synthesis of high surface area ZIF-8 with minimal use of TEA. *Solid State Sciences*. S1293-2558 (16) 31002-0. DOI: 10.1016/j.solidstatesciences.2017.05.002.

- Gao Y., Qiao Z., Zhao S., Wang Z. and Wang J. 2018. In situ synthesis of polymer grafted ZIFs and application in mixed matrix membrane for CO₂ separation. *Journal of Materials Chemistry A*. DOI: 10.1039/C7TA10322K.
- Chen Q., Wang H. and Sun L. 2017. Preparation and characterization of silica aerogel microspheres. *Materials*. 10. 435. DOI:10.3390/ma10040435.
- Narkkun T., Jenwiriyaikul W. and Amnuaypanich S. 2017. Dehydration performance of double-network poly(vinyl alcohol) nanocomposite membranes (PVAs-DN). *Journal of Membrane Science*. 528. 284-295.
- Binning R.C. 1961. Separation of mixtures, U.S. Paten 2,981,680. Assigned to Standard Oil Company.
- Basile A., Figoli A. and Khayet M. 2015. Pervaporation, Vapour Permeation and Membrane Distillation: Principles and Applications. Woodhead Publishing. Sawton, UK.
- Foust A.S., Wenzel L.A., Clump C.W., Maus L. and Andersen L.B. 1980. Principles of Unit Operations, 2nd Ed. John Wiley & Sons. New York, USA.
- Bibbo M.A. and Valles E.M. 1984. Influence of pendant chains on the loss modulus of model networks. *Macromolecules*. 17(3). 360-365.
- Ramanathan T., Liu H. and Brinson L. C. 2005. Functionalized SWNT/polymer nanocomposites for dramatic property improvement. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*. 43(17). 2269–2279. doi:10.1002/polb.20510.
- Zhang K., Xu L.L., Jiang J.G., Calin N., Lam K.F., Zhang S.J., Wu H.H., Wu G.D., Albela B., Bonneviot L. and Wu P. 2013. Facile large-scale synthesis of monodisperse mesoporous silica nanospheres with tunable pore structure. *Journal of the American Chemical Society*. 135(7). 2427-2430.
- Ren G., Li S., Fan Z.-X., Warzywoda J. and Fan Z. 2016. Soybean-derived hierarchical porous carbon with large sulfur loading and sulfur content for high-performance lithium–sulfur batteries. *Journal of Materials Chemistry A*. 4(42). 16507–16515. doi:10.1039/c6ta07446d.
- Kalantari K., Moradihamedani P., Ibrahim N.A., Abdullah A.H.B. and Afifi A.B.M. 2018. Polysulfone mixed-matrix membrane incorporating talc clay particles for gas separation. *Polymer Bulletin*. 75. 3723-3738.

- Nasab S.S, and Zahmatkesh S. 2016. Preparation, structural characterization, and gas separation properties of functionalized zinc oxide particle filled poly(ether-amide) nanocomposite films. *Journal of Plastic Film & Sheeting*. 33(1). 92–113. doi:10.1177/8756087916638120.
- Vinoba M., Bhagiyalakshmi M., Alqaheem Y., Alomair A. A., Pérez A. and Rana M. S. 2017. Recent progress of fillers in mixed matrix membranes for CO₂ separation: A review. *Separation and Purification Technology*. 188. 431–450. Doi:10.1016/j.seppur.2017.07.051.
- Favvas E. P., Katsaros F. K., Papageorgiou S. K., Sapalidis A. A. and Mitropoulos A. C. 2017. A review of the latest development of polyimide based membranes for CO₂ separations. *Reactive and Functional Polymers*. 120. 104–130.
- Sadeghi M., Afarani H. T. and Tarashi Z. 2014. Preparation and investigation of the gas separation properties of polyurethane-TiO₂ nanocomposite membranes. *Korean Journal of Chemical Engineering*. 32(1). 97–103.
- Nour M., Berean K., Chrimes A., Zoolfakar A. S., Latham K., McSweeney C., ... and Ou J. Z. 2014. Silver nanoparticle/PDMS nanocomposite catalytic membranes for H₂S gas removal. *Journal of Membrane Science*. 470. 346–355.
- Cheng X., Jiang Z., Cheng X., Yang H., Tang L., Liu G., ... and Cao X. 2018. Water-selective permeation in hybrid membrane incorporating multi-functional hollow ZIF-8 nanospheres. *Journal of Membrane Science*. 555. 146–156.
- Mali M. G., and Gokavi G. S. 2018. High performance organic/inorganic hybrid mixed matrix blend membranes of chitosan and hydroxyethyl cellulose for pervaporation separation of ethanol–water mixtures. doi:10.1063/1.5047703.
- Kang G., and Cao Y. 2012. Development of antifouling reverse osmosis membranes for water treatment: A review. *Water Research*. 46(3). 584–600.
- Kim T.-J., Vrålstad H., Sandru M., and Hägg M.-B. 2013. Separation performance of PVAm composite membrane for CO₂ capture at various pH levels. *Journal of Membrane Science*. 428. 218–224.
- Zhao J., Su Y., He X., Zhao X., Li Y., Zhang R. and Jiang Z. 2014. Dopamine composite nanofiltration membranes prepared by self-polymerization and interfacial polymerization. *Journal of Membrane Science*. 465. 41–48.

- Yeh J.-M., Yu M.-Y. and Liou S.-J. 2003. Dehydration of water-alcohol mixtures by vapor permeation through PVA/clay nanocomposite membrane. *Journal of Applied Polymer Science*. 89(13). 3632–3638.
- Shirazi Y., Tofighy M. A. and Mohammadi T. 2011. Synthesis and characterization of carbon nanotubes/poly vinyl alcohol nanocomposite membranes for dehydration of isopropanol. *Journal of Membrane Science*. 378(1-2). 551–561.

ภาคผนวก

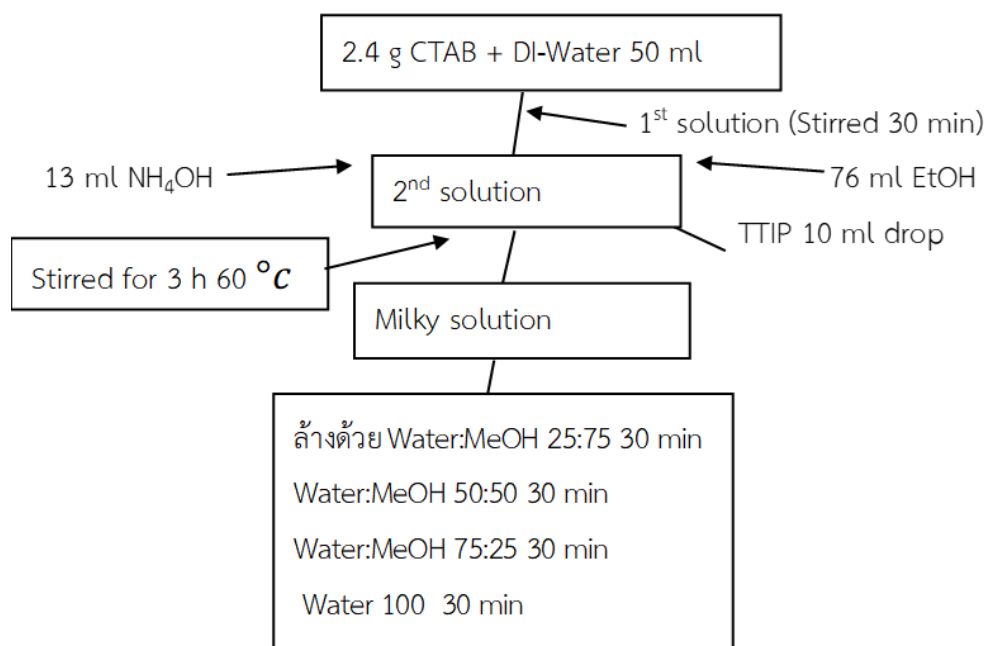
ภาคผนวก ก

ข้อมูลผลการทดลองสังเคราะห์อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์

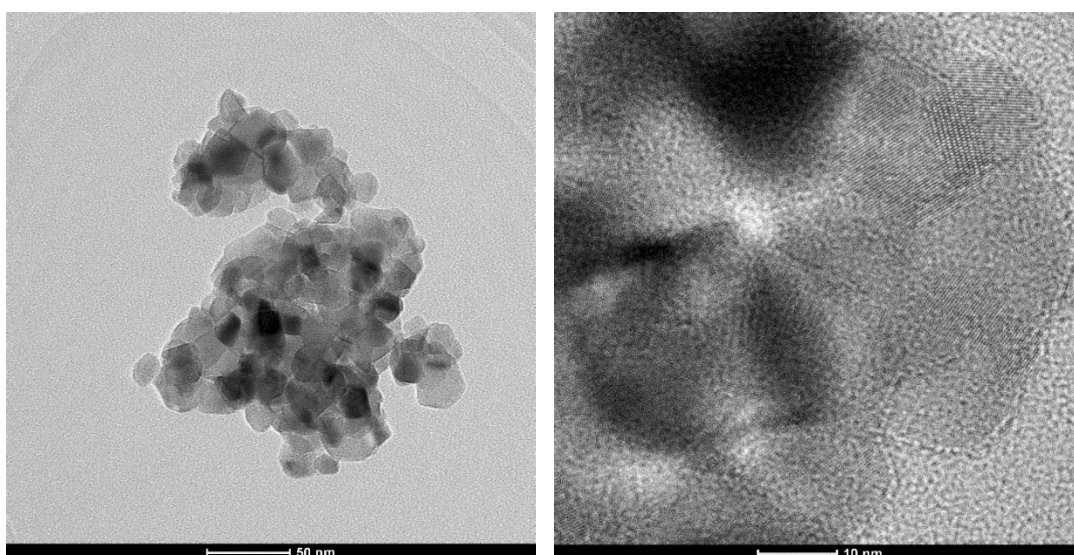
ทีมวิจัย ได้ทดลองสังเคราะห์อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ไปพร้อมกับการปรับปรุงสมบัติของอนุภาค กรรมวิธีในการสังเคราะห์ได้เลือกใช้วิธีการสังเคราะห์แบบใช้แม่พิมพ์ (Template) โดยใช้สารลดแรงตึงผิว (Surfactant) เป็นแม่พิมพ์ สารลดแรงตึงผิวที่ใช้คือ Cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) ขณะที่สารตัวเร่งคือ สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH , 28 wt%) สารตั้งต้นของไททาเนียมคือ Titanium (IV) isopropoxide (TTIP) ขั้นตอนการสังเคราะห์และวัสดุเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์ ปรากฏดังรูปที่ ก-1 ขั้นตอนการสังเคราะห์จะเริ่มจาก การเตรียมสารละลายที่ 1 ด้วยการกวนผสมสารแม่แบบจำนวน 2.4 g ในน้ำปราศจากไอออน (DI-water) ปริมาตร 50 ml เป็นเวลา 30 นาที ไปพร้อมกับการเตรียมสารละลายอื่นที่ 2 ด้วยการผสมสารตั้งต้น (TTIP) 10 ml, สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 13 ml และเอทานอล 76 ml หลังจากนั้นจึงผสมสารละลายที่ 1 และ 2 เข้าด้วยกันและกวนให้เกิดปฏิกิริยาต่อเนื่องไปเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60 °C กระทั่งสารละลายเกิดการควบแน่นเป็นอนุภาค โดยสังเกตจากสารละลายจะเปลี่ยนไปจนมีลักษณะขาวขุ่น ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 คืน ก่อนจะล้างด้วยสารละลายระหว่างน้ำกับเมทานอลในอัตราส่วนต่าง ๆ จำนวน 3 ครั้ง และสุดท้ายจึงล้างด้วยน้ำรีเวิร์สออสโมซิส (RO-water) อีก 1 ครั้ง ก่อนจะนำไปปั่นแยกและอบแห้งที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 1 คืน และดำเนินการเผาแคลไซน์ที่ 550 °C อีก 5 ชั่วโมง จะได้อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นผง (Powder)

อนุภาคที่ได้จากการสังเคราะห์ได้ถูกส่งไปตรวจสอบการมีรูพรุนและสัณฐานวิทยาภายในด้วยเทคนิคการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) สัณฐานวิทยาภายนอกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (SEM) รวมทั้งการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบเบื้องต้นด้วยเทคนิคการกระจายพลังงาน (EDX) ผลการทดสอบด้วยเทคนิคทั้ง 3 ปรากฏดังรูปที่ ก-2, ก-3 และ ก-4 ตามลำดับ ผลการทดสอบด้วยเทคนิค TEM พบว่าอนุภาคที่ได้เป็นชนิดอนุภาคที่มีรูพรุนและมีความเป็นผลึกอย่างชัดเจน สังเกตได้จากระนาบผลึกปรากฏอย่างชัดเจน สำหรับการทดสอบด้วย SEM เพื่อตรวจสอบสัณฐานวิทยาภายนอกพบว่าขนาดอนุภาคน้อยกว่า 50 nm โดยเป็นอนุภาคที่มีขนาดค่อนข้างสม่ำเสมอ อย่างไรก็ตาม การทดสอบในครั้งนี้อาจยังไม่สอดคล้องกับความต้องการของโครงการเนื่องจากอนุภาคยังเกาะกลุ่มกัน ทำให้เห็นสัณฐานวิทยาได้ไม่ชัดเจน จะได้ดำเนินการประสานทางผู้ทดสอบให้ดำเนินการทดสอบให้อีกครั้ง โดยให้ดำเนินการเตรียมตัวอย่างในการทดสอบแบบใหม่ซึ่งคาดว่าจะทำให้ได้ภาพถ่ายอนุภาคซึ่งแต่ละอนุภาคแยกกันชัดเจนมากขึ้น ในส่วนของการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุนั้น จากการสุ่มวิเคราะห์ตัวอย่างจำนวน 3 บริเวณ พบว่า อนุภาคตัวอย่าง

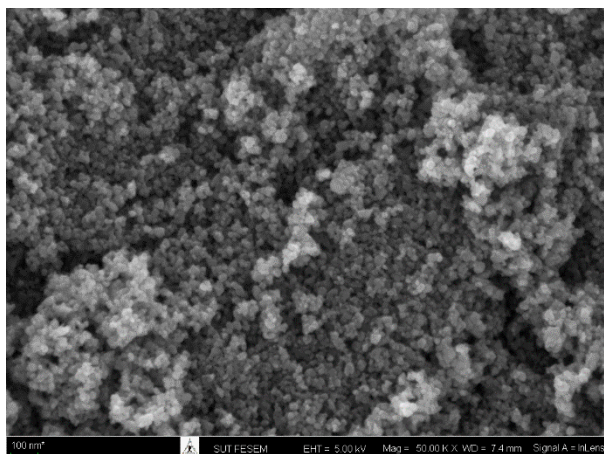
ประกอบด้วยไททาเนียม (Ti) และออกซิเจน (O) ในอัตราส่วนโดยน้ำหนักเฉลี่ย 85.79 และ 14.21 ตามลำดับ จะเห็นว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้เป็นอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูง กล่าวคือไม่พบอะตอมของธาตุอื่นในระบบ



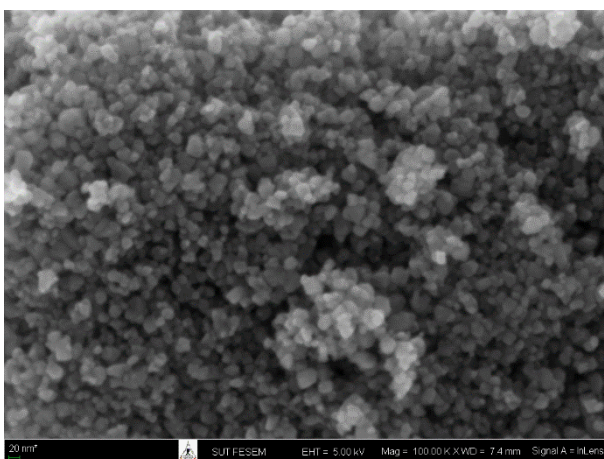
รูปที่ ก-1 แผนภาพขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาค TiO₂ โดยใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์



รูปที่ ก-2 ภาพถ่าย TEM แสดงการมีรูพรุนบนอนุภาค (ซ้าย) และแสดงระนาบผลึก (ขวา) ของ TiO₂

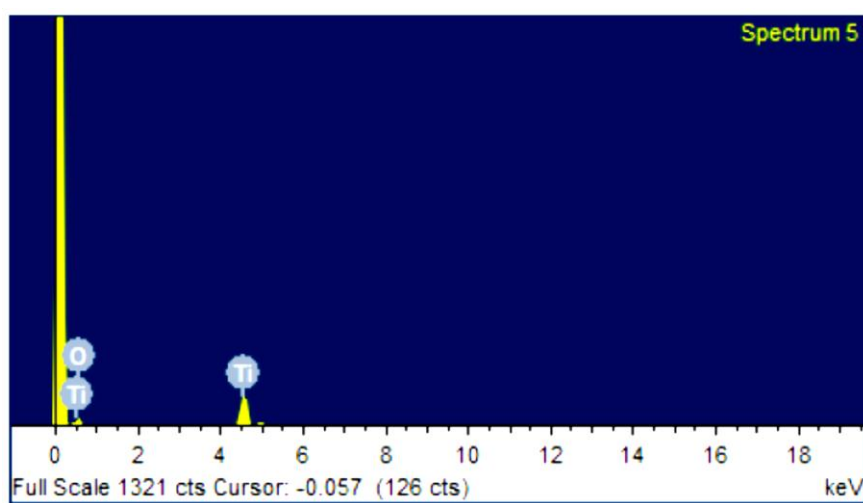


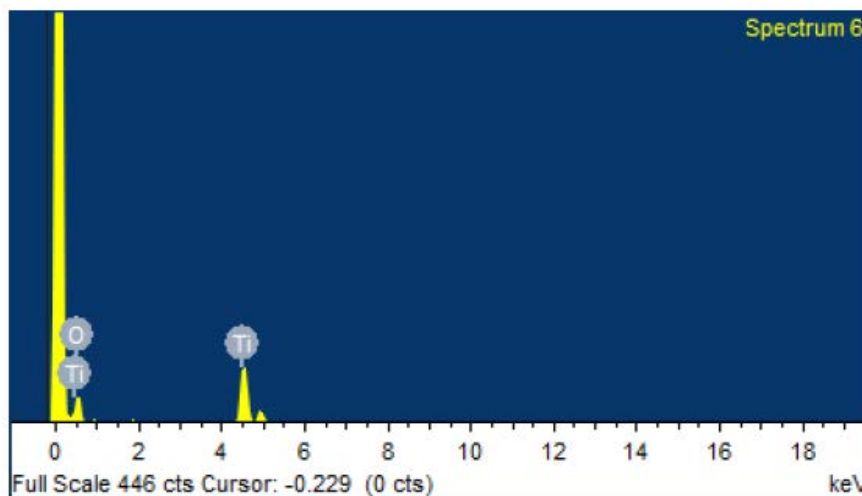
(a)



(b)

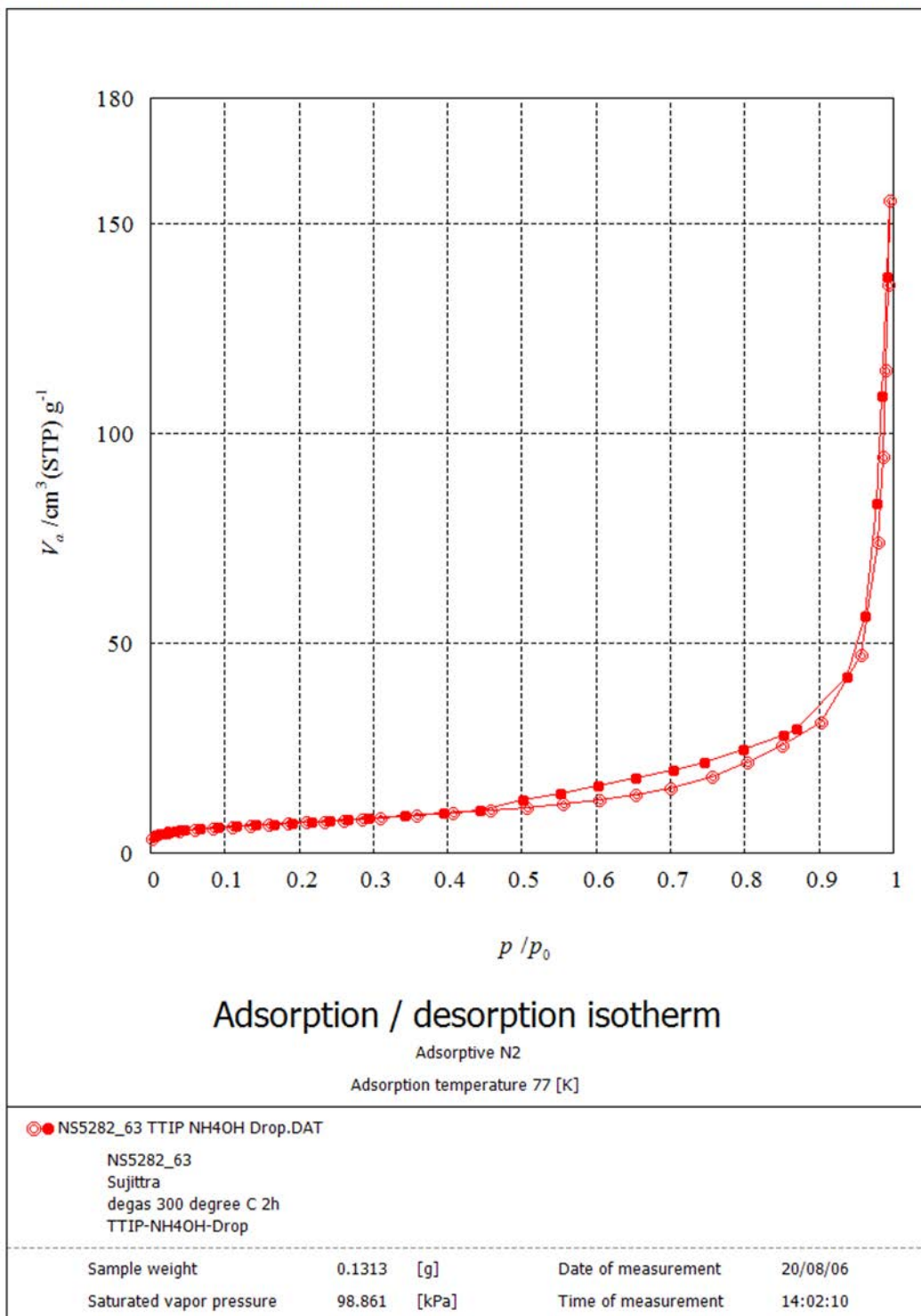
รูปที่ ก-3 ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาภายนอก (a) กำลังขยาย 50 kX และ (b) กำลังขยาย 100 kX



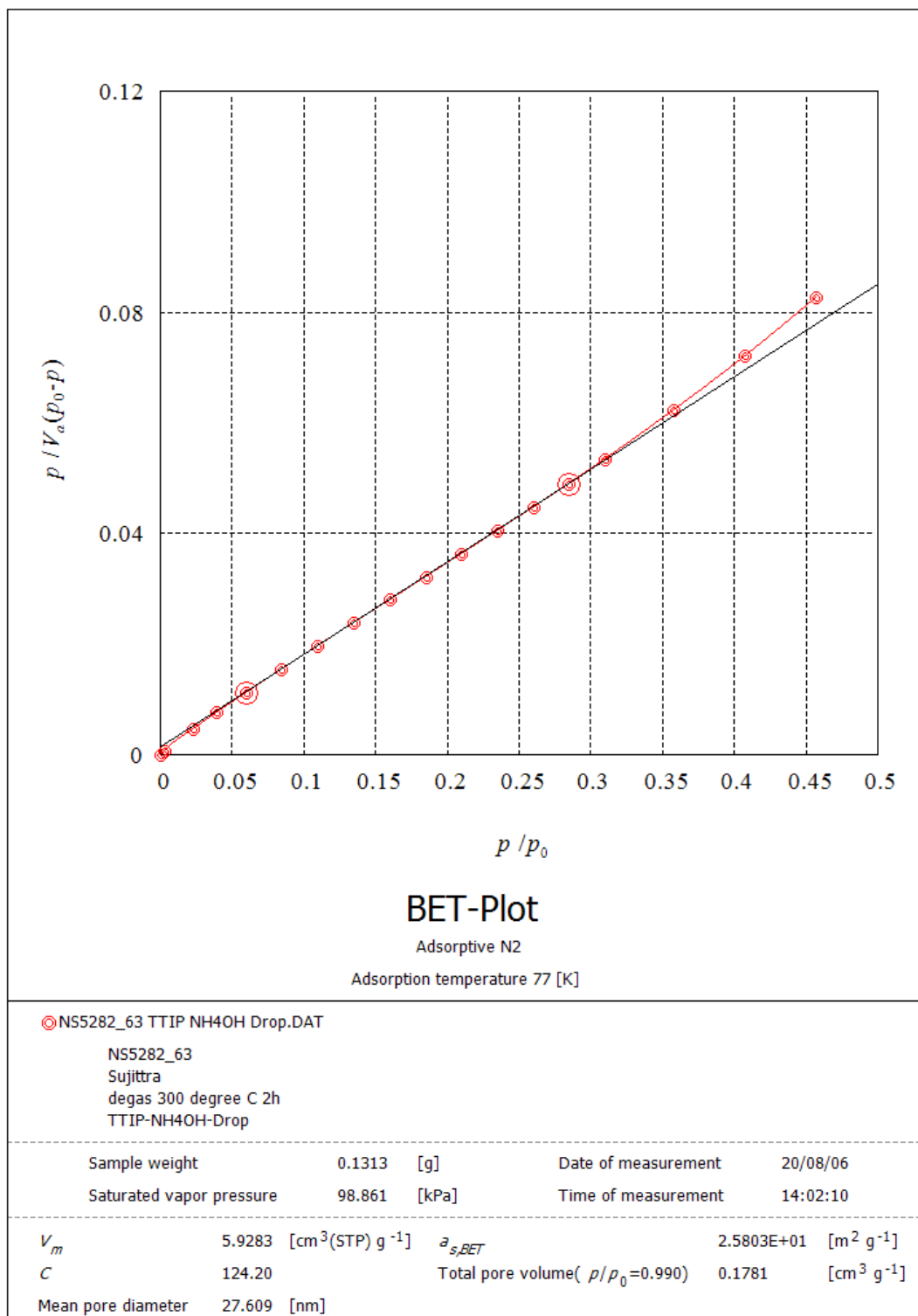


รูปที่ ก-4 สเปกตรัมของรังสีเอกซ์ แสดงองค์ประกอบของอนุภาค TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์

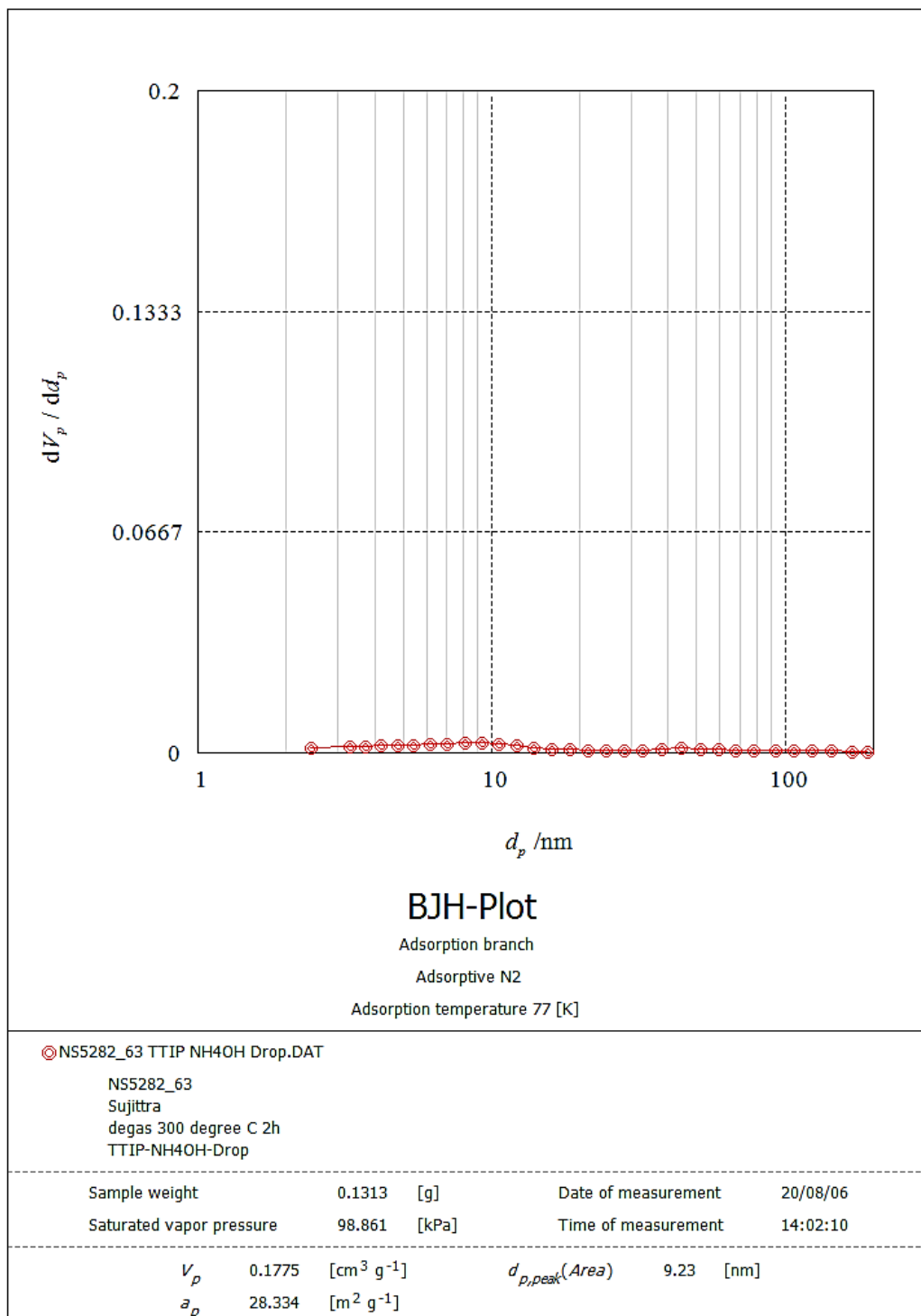
นอกจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM, TEM และ EDX เรายังได้ส่งตัวอย่างทดสอบขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดรูพรุน ด้วยเทคนิคการดูดซับก๊าซไนโตรเจน (N_2) ที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ร่วมกับการคำนวณด้วยเทคนิค BET และ BJH ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ ก-5 ถึง ก-7 พบว่าขนาดพื้นที่ผิวของอนุภาค TiO_2 ที่สังเคราะห์ได้ยังอยู่ในระดับต่ำ คืออยู่ที่ประมาณ $25.80 \text{ m}^2/\text{g}$ ขณะที่ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนโดยเฉลี่ย (Mean pore diameter) เท่ากับ 27.61 nm และปริมาตรรูพรุนที่ความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) 0.99 เท่ากับ $0.1781 \text{ cm}^3/\text{g}$ จำเป็นต้องปรับเงื่อนไขหรือหาวิธีการสังเคราะห์เพิ่มเติมเพื่อให้ได้อนุภาค TiO_2 ที่มีขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะมากขึ้น โดยเป้าหมายที่วางไว้คือ ต้องการสังเคราะห์ TiO_2 ให้ได้ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะมากกว่า $250 \text{ m}^2/\text{g}$ จากผลการวิเคราะห์ปริมาตรรูพรุนดังกล่าว พบว่า ขนาดรูพรุนค่อนข้างน้อย จึงไม่เหมาะสมที่จะเติมในเมตริกซ์ของเมมเบรนสำหรับการแยกหรือปรับปรุงคุณภาพเชื้อเพลิงชีวภาพ



รูปที่ ก-5 N₂ adsorption/desorption isotherm ของอนุภาคนาโน TiO₂ ที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์และใช้ NH₄OH เป็นสารตัวเร่งปฏิกิริยา



รูปที่ ก-6 ผลวิเคราะห์ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคนาโน TiO₂ ที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์และใช้ NH₄OH เป็นสารตัวเร่งปฏิกิริยา ด้วยเทคนิค BET



รูปที่ ก-7 ผลวิเคราะห์อนุภาคนาโน TiO_2 ที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB เป็นแม่พิมพ์และใช้ NH_4OH เป็นสารตัวเร่งปฏิกิริยา ด้วยเทคนิค BJH

ประวัติคณะผู้วิจัย

1. ชื่อ-นามสกุล นายอาทิตย์ หู้เต็ม หัวหน้าโครงการ
2. หมายเลขบัตรประจำตัวประชาชน 3-6204-00302-04-6
3. ตำแหน่งปัจจุบัน อาจารย์
4. ตำแหน่งทางวิชาการ -
5. หน่วยงานและสถานที่อยู่ติดต่อได้สะดวก



บ้านเลขที่ 201 หมู่ 1 ตำบลนาजू อำเภอเมืองเพชรบูรณ์ จังหวัดเพชรบูรณ์ 67000

หลักสูตรสาขาวิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์

เลขที่ 83 ตำบลสะเตียง อำเภอเมือง จังหวัดเพชรบูรณ์ 67000

โทร. 056-717-100 ต่อ 2702 โทรศัพท์ (มือถือ) 086-990-9536 โทรสาร. 056-717-123

อีเมล artithutem@pcru.ac.th

6. ประวัติการศึกษา

ปีที่จบ	คุณวุฒิ	สถานศึกษา	สาขาวิชา
2548	วิทยาศาสตรบัณฑิต (วท.บ.(ฟิสิกส์))	มหาวิทยาลัยนเรศวร	ฟิสิกส์
2551	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (วท.บ.(ฟิสิกส์))	มหาวิทยาลัยนเรศวร	ฟิสิกส์
2563	ปรัชญาดุษฎีบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์	มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์	ฟิสิกส์

7. สาขาวิชาที่มีความชำนาญพิเศษ ฟิสิกส์ทฤษฎี กลศาสตร์ควอนตัม

8. ประสบการณ์ที่เกี่ยวข้องกับการบริหารงานวิจัย

1. Artit Hutem, Evaluation of theory mathematics and mechanics modeling of velocity function of time via the applied force time-dependent cosine oscillation of Usain Bolt in 100 meter sprint, Journal of Physical Education and Sport, Pages 369-375, Volume 19, 2019

2. Artit Hutem Sutee Boonchui, Transmission of charge ion in Single-walled Carbon Nanotube, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 773 012030, 2020

9. รางวัลที่ได้รับ

- ข้าพเจ้าได้รับประกาศเกียรติบัตร ด้าน นักวิจัยตีพิมพ์เผยแพร่ผลงานวิจัยระดับนานาชาติ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์ ในงานราชภัฏวิชาการ ๒๕๕๖ ในวันที่ ๑๔ กุมภาพันธ์ ๒๕๕๗

- ข้าพเจ้าได้รับประกาศเกียรติบัตร ได้เข้าร่วมนำเสนอผลงานวิจัยแบบบรรยาย ในการประชุมวิชาการและการนำเสนอผลงานวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีระดับชาติ ครั้งที่ ๑ เรื่อง “การคำนวณหาฟังก์ชันสหพันธ์ของอนุภาคที่ถูกกักขังในบ่อศักย์แบบฮาร์มอนิกออสซิลเลเตอร์ไฮเปอร์โบลิก-ซีแคนต์-โคไซน์ สมมาตรโดยวิธีการยิงคำตอบเชิงตัวเลข” วันที่ ๓ กรกฎาคม ๒๕๕๘ ณ มหาวิทยาลัยราชภัฏอุตรดิตถ์
- ข้าพเจ้าได้รับประกาศเกียรติบัตร ได้เข้าร่วมนำเสนอผลงานวิจัยแบบโปสเตอร์ ในการประชุมวิชาการและการนำเสนอผลงานวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีระดับชาติ ครั้งที่ ๑ เรื่อง “Numerical results of energy in LC circuit with damped alternating emf” วันที่ ๓ กรกฎาคม ๒๕๕๘ ณ มหาวิทยาลัยราชภัฏอุตรดิตถ์
- ข้าพเจ้าได้รับประกาศเกียรติบัตร ได้เข้าร่วมนำเสนอผลงานวิจัยแบบโปสเตอร์ (ได้รับรางวัลการนำเสนอผลงานวิจัยในระดับ ดี) ในการประชุมวิชาการและการนำเสนอผลงานวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีระดับชาติ ครั้งที่ ๑ เรื่อง “Numerical results of energy in LC circuit with damped alternating emf” วันที่ ๓ กรกฎาคม ๒๕๕๘ ณ มหาวิทยาลัยราชภัฏอุตรดิตถ์

1. ชื่อ-นามสกุล นายฉลาด ยืนยาว ผู้ร่วมวิจัย
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)

1. ชื่อ-นามสกุล นางสาวศศิกานต์ ปานปรานีเจริญ ผู้ร่วมวิจัย
2. หมายเลขบัตรประจำตัวประชาชน 1-6699-00003-16-3
3. ตำแหน่งปัจจุบัน อาจารย์
4. ตำแหน่งทางวิชาการ -
5. หน่วยงานและสถานที่อยู่ติดต่อได้สะดวก อาคารสิรินธร คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์ ตำบลสะเดียง อำเภอเมือง จังหวัดเพชรบูรณ์ 67000
6. ประวัติการศึกษา



ปริญญา	ชื่อสถาบัน	ปีที่สำเร็จ
วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมี)	มหาวิทยาลัยนเรศวร	2549
วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต (เคมี)	มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์	2552
ปรัชญาดุษฎีบัณฑิต (เคมี)	มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์	2559

7. สาขาที่มีความชำนาญพิเศษ

เคมีอุตสาหกรรม

8. ประสบการณ์ที่เกี่ยวข้องกับการบริหารงานวิจัย

- ปีงบประมาณ 2559 โครงการ ชุมผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันใช้แล้วโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาจากธรรมชาติ ทุนงบประมาณแผ่นดิน (หัวหน้าโครงการ)
- ปีงบประมาณ 2562 โครงการ การศึกษาการสกัดน้ำมัน ปริมาณคาเฟอีน สารประกอบฟีนอลิก และฤทธิ์ต้านอนุมูลอิสระจากกากกาแฟในอำเภอเขาค้อ จังหวัดเพชรบูรณ์ ทุนงบประมาณแผ่นดิน (หัวหน้าโครงการ)

9. ทุนการศึกษาที่ได้รับ

- ทุนการศึกษาระดับปริญญาเอก มหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์ ปีการศึกษา 2555-2558
- ทุนโครงการการสร้างภาคีในการผลิตบัณฑิตระดับปริญญาโท-เอก ระหว่างสถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย (วว.) กับสถาบันการศึกษา ปี 2556
- ทุนส่งเสริมการวิจัยร่วมแบบทวิภาคี มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ปี 2557

10. รางวัลที่ได้รับ

รางวัลการนำเสนอผลงานดีเด่น ในการนำเสนอผลงานวิทยานิพนธ์ของนักศึกษาภายใต้โครงการสร้างภาคีในการผลิตบัณฑิตระดับปริญญาโท-เอก ประจำปี 2556 เรื่อง การผลิตไบโอดีเซลจากหยีนน้ำโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งเพื่อให้เกิดกระบวนการผลิตที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม