

การเตรียมไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และโฟโตคะตะลิสต์ซีลีนา/
กราฟิติกคาร์บอนไนโตรด



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2564
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PREPARATION OF CARBON WATER FILTERS FROM BAMBOO CHARCOAL COATED BY SiC
AND SiO₂/g-C₃N₄ PHOTOCATALYST



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Ceramic Technology

Department of Materials Science

FACULTY OF SCIENCE

Chulalongkorn University

Academic Year 2021

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วย ซิลิคอนคาร์ไบด์และโฟโตคะตะลิสต์ซีลีนา/กราฟีนิก คาร์บอนไนไตรด์
โดย	น.ส.อติตา ตะโพธิ์
สาขาวิชา	เทคโนโลยีเซรามิก
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	รองศาสตราจารย์ ดร.พรนภา สุจริตวรกุล
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	ดร.ชุมพล บุชบก

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.พลกฤษณ์ แสงวณิช)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(รองศาสตราจารย์ ดร.พรนภา สุจริตวรกุล)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(ดร.ชุมพล บุชบก)

..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ดร.วาสนา ช้องวงศ์)

อทิตา ตะโพธิ์ : การเตรียมไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ และโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนโตรด. (PREPARATION OF CARBON WATER FILTERS FROM BAMBOO CHARCOAL COATED BY SiC AND SiO₂/g-C₃N₄ PHOTOCATALYST) อ.ที่ปรึกษาหลัก : รศ. ดร.พรนภา สุจริตวรกุล, อ.ที่ปรึกษา ร่วม : ดร.ชุมพล บุชบก

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการเตรียมไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และโฟโตคะตะลิสต์ SiO₂/g-C₃N₄ ซึ่งประกอบด้วย 4 ส่วน ดังต่อไปนี้ 1) การเตรียมไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟโดยการเผาคาร์บอนในเซชัน หลังจากนั้นเคลือบด้วยซิลิกาจากแอลบข้าว โดยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก (EPD) 2) การสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์บนผิวของไส้กรองคาร์บอน ถูกเตรียมโดยนำไส้กรองคาร์บอนที่เคลือบด้วยซิลิกาแล้วมาเผาที่อุณหภูมิ 1400 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศอาร์กอน คงที่ 1 2 และ 3 ชั่วโมง 3) การสังเคราะห์สารโฟโตคะตะลิสต์ชนิด SiO₂/g-C₃N₄ ถูกเตรียมด้วย 2 วิธี คือ (1) บดผสมเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ระหว่าง g-C₃N₄ ที่สังเคราะห์จากยูเรีย กับผงซิลิกา และ (2) บดผสมยูเรียกับซิลิกาแล้วเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส คงที่ 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน ส่วนสุดท้าย 4) การเคลือบสารโฟโตคะตะลิสต์ SiO₂/g-C₃N₄ ด้วยวิธี EPD จากการทดลองพบว่า เมื่อนำไส้กรองคาร์บอนที่เคลือบด้วยซิลิกาไปสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ มีการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์ขึ้นตั้งแต่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส คงที่ 1 ชั่วโมง และมีซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์เกิดขึ้นที่ผิวของถ่านไม้ไฟร่วมด้วย โดยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้เป็นชนิดปีตาและที่ 1400 องศาเซลเซียส คงที่ 2 ชั่วโมง มีค่าความแข็งแรงสูงที่สุดเท่ากับ 14.10 เมกะพาสคัล การสังเคราะห์สารโฟโตคะตะลิสต์ SiO₂/g-C₃N₄ พบว่าวิธีที่ 1 ปริมาณซิลิกาที่เหมาะสมในการเติมเพื่อผสมกับ g-C₃N₄ คือ ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ซึ่งการเติมซิลิกาด้วยวิธีที่ 1 ทำให้ g-C₃N₄ มีความเป็นผลึกที่สูงขึ้น และวิธีที่ 2 การโฟโตไลซิสพบว่าปริมาณการเติมซิลิกาที่เหมาะสมคือร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก สามารถลดพลังงานแถบช่องว่าง และจากผลการทดสอบความสามารถการย่อยสลายเมทิลีนบลูในเวลา 7 ชั่วโมง พบว่าวิธีที่ 1 และ 2 สามารถสลายได้ ร้อยละ 97.91 และ 95.72 ตามลำดับ และไส้กรองน้ำสามารถกรองน้ำได้โดยใช้แรงดัน 0.33 เมกะพาสคัล ด้วยอัตราการกรอง 53 มล./นาที

สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก

ลายมือชื่อนิสิต

ปีการศึกษา 2564

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาร่วม

6272026123 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORD: BAMBOO CHARCOAL, $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ PHOTOCATALYST, SILICON
CARBIDE, WATER FILTER, RICE HUSK

Atita Tapo : PREPARATION OF CARBON WATER FILTERS FROM BAMBOO CHARCOAL COATED BY SiC AND $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ PHOTOCATALYST. Advisor: Assoc. Prof. PORNAPA SUJARIDWORAKUN, Ph.D. Co-advisor: Chumphol Busabok, Ph.D.

This research aimed to study the preparation of carbon water filters from bamboo charcoal coated by SiC and $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ photocatalyst. It consists of 4 parts as follows, 1) bamboo charcoal was prepared by carbonization. After that, coated with silica from rice husk by Electrophoretic deposition method (EPD). 2) Synthesis of SiC by carbothermic reactions of bamboo charcoal coated with silica were studied at 1400, 1500 and 1600 °C for 1, 2 and 3 hr in argon atmosphere. 3) $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ photocatalyst was prepared by two methods: (1) mixing of $\text{g-C}_3\text{N}_4$ and SiO_2 by ball milling for 24 hr and (2) pyrolysis of urea and SiO_2 at 600 °C for 2 hr in nitrogen atmosphere were performed. And the last part, 4) coating bamboo charcoal coated by SiC with $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ photocatalyst by EPD method. The results showed coated SiC on charcoal and beta-SiC nanowire was generated at 1400 °C for 1 hr. However, at 1400 °C for 2 hr showed the highest strength about 14.10 MPa. For photocatalytic activity of $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$, it was shown that at 5 wt% of silica prepared from method 1 enhanced the photocatalytic reaction by promoting higher crystallinity of $\text{g-C}_3\text{N}_4$. While at 10 wt% silica prepared from method 2 had resulted in lower band gap. The result of the methylene blue dye degradation efficiencies of the two synthesized method was 97.91% and 95.75%, respectively. The capability of filtering water at 0.33 MPa with a filtration rate of 53 mL/min.

Field of Study: Ceramic Technology

Student's Signature

Academic Year: 2021

Advisor's Signature

Co-advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จได้ด้วยความช่วยเหลืออย่างดียิ่งของรองศาสตราจารย์ ดร. พรนภา สุจริตวรกุล และ ดร. ชุมพล บุชบก ซึ่งได้กรุณาให้คำปรึกษา คอยให้คำแนะนำความรู้ในเรื่องต่างๆ ในการทำงานวิจัยและข้อคิดเห็นอย่างสม่ำเสมอ ตลอดจนแนวทางในการดำเนินงานวิจัย รวมทั้งยังคอยเป็นกำลังใจ และให้การดูแลทุกอย่างมาโดยตลอด

ขอขอบคุณ ดร. วาสนา ฮ่องวงศ์ และ ดร.ปิยาลักษณ์ เงินชุกกลิ่น ที่ให้ความช่วยเหลือในเรื่องต่างๆระหว่างการทำงานวิจัย รวมทั้งคำแนะนำในการแก้ไขวิทยานิพนธ์เล่มนี้ให้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณพี่ๆเจ้าหน้าที่และพนักงานในศูนย์เชี่ยวชาญนวัตกรรมวัสดุที่คอยให้ความช่วยเหลือในการวิเคราะห์ผลการทดลอง คอยถามไถ่และให้กำลังใจเสมอมา

ขอขอบคุณศูนย์เชี่ยวชาญนวัตกรรมวัสดุ สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ที่ให้การสนับสนุนในการใช้เครื่องมือทดลองและวิเคราะห์ทดสอบ

ขอขอบคุณเพื่อนๆ ที่คอยช่วยให้ข้อมูลและคำปรึกษาต่างๆ

และสุดท้ายนี้ขอขอบคุณครอบครัวที่ให้กำลังใจ คอยให้คำปรึกษาและให้ความช่วยเหลือการทำงานวิจัยในครั้งนี้อย่างมาก จึงทำให้สามารถทำงานวิจัยนี้ได้อย่างสำเร็จลุล่วง

อทิตา ตะโพธิ์

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....ค	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....ง	ง
กิตติกรรมประกาศ.....จ	จ
สารบัญ.....ฉ	ฉ
สารบัญตาราง.....ญ	ญ
สารบัญรูป.....ฉ	ฉ
บทที่ 1.....1	1
บทนำ.....1	1
1.1. ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย.....1	1
1.2. วัตถุประสงค์การวิจัย.....3	3
1.3. ขอบเขตของการวิจัย.....3	3
บทที่ 2.....5	5
ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....5	5
2.1. ไม้ไผ่และกระบวนการคาร์บอนไนเซชันไม้ไผ่.....5	5
2.2. ซิลิกา (Silica, SiO ₂)6	6
2.3. ซิลิคอนคาร์ไบด์ (SiC).....7	7
2.3.1. โครงสร้างและคุณสมบัติของซิลิคอนคาร์ไบด์.....8	8
2.3.2. วิธีการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พรุนตัว (Porous silicon carbide)จากโครงสร้าง เซลล์โลสของพืช.....10	10
2.4. กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ (g-C ₃ N ₄).....12	12
2.4.1. การสังเคราะห์กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์13	13
2.4.2. หลักการการทำงานของสารโฟโตคะตะลิสต์16	16

2.4.3. การปรับปรุงคุณสมบัติสารโฟโตคะตะลิสต์ชนิดกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์	17
2.4.4. เอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมสารโฟโตคะตะลิสต์ SiO ₂ /g-C ₃ N ₄	18
2.5. การเคลือบด้วยวิธีการตกสะสมอิเล็กโทรโฟรีติก (Electrophoretic deposition, EPD)[35]	21
2.6. ประเภทของไส้กรองน้ำ.....	23
2.7 กรอบแนวคิดการวิจัย.....	24
บทที่ 3.....	26
วิธีดำเนินการวิจัย.....	26
3.1. รายละเอียดของวัสดุที่ใช้ในการทดลอง	26
3.2. วิธีการทดลอง	26
3.2.1. การเตรียมไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟ ด้วยกระบวนการคาร์บอนเซชัน	27
3.2.2. การเตรียมซิลิกาจากการเผาแคลไซน์แกลบ	28
3.2.3. การสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน	29
3.2.4. การเตรียมสารโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์.....	32
3.2.5. การเคลือบไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์แล้วด้วย สารโฟโตคะตะลิสต์ SiO ₂ /g-C ₃ N ₄ ด้วยกระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโฟรีติก (EPD).35	
3.2.6. วิเคราะห์สมบัติเฉพาะของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ และโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์	35
3.3. การทดสอบวิเคราะห์คุณสมบัติ	36
3.3.1. การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค	36
3.3.2. การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี	37
3.3.3. การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและเฟส.....	38
3.3.4. การวิเคราะห์ขนาดของรูพรุน.....	38
3.3.5. การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ	39
3.3.6. การวิเคราะห์ชนิดของประจุที่ผิวของอนุภาค	39
3.3.7. การวิเคราะห์วัดการดูดกลืนแสง (absorbance).....	41

3.3.8. การทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงด้วยการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู	41
3.3.9. การทดสอบความแข็งแรง.....	42
บทที่ 4	44
ผลการทดลอง.....	44
4.1. การเตรียมไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ ด้วยกระบวนการคาร์บอนเซชัน.....	44
4.2. การเตรียมซิลิกาจากการเผาแคลไซต์.....	49
4.3. การสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน.....	54
4.3.1. ผลของอุณหภูมิต่อการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์	54
4.3.2. ผลของเวลาต่อการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์	68
4.4. การเตรียมสารโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์.....	74
4.4.1. ผลของบรรยากาศและอุณหภูมิต่อการสังเคราะห์ $g-C_3N_4$	74
4.4.2. ผลของเวลาที่ต่อการสังเคราะห์ $g-C_3N_4$	85
4.4.3. ผลของวิธีการเติมซิลิกาเพื่อเตรียม $SiO_2/g-C_3N_4$	92
วิธีที่ 1 การบดผสม (Ball Mill).....	92
วิธีที่ 2 การไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส คงที่ 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน	98
4.5. การเคลือบไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์แล้วด้วยสารโฟโตคะตะลิสต์ $SiO_2/g-C_3N_4$ ด้วยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟรติก (EPD).....	105
4.6. สมบัติเฉพาะของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์	107
บทที่ 5.....	112
สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ	112
สรุปผลการวิจัย	112
ข้อเสนอแนะ	114
บรรณานุกรม	116

ภาคผนวก	120
ภาคผนวก ก.....	121
ภาคผนวก ข.....	123
ภาคผนวก ค.....	125
ภาคผนวก ง	127
ประวัติผู้เขียน	131



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1 กระบวนการคาร์บอนไนเซชันไม้ไผ่ที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	6
ตารางที่ 2.2 สมบัติของปีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ (3C-SiC) และแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์ (4H-SiC และ 6H-SiC)	9
ตารางที่ 3.1 แสดงรายละเอียดข้อมูลและบริษัทผลิตของวัสดุที่ใช้	26
ตารางที่ 4.1 สมบัติทางกายภาพของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่.....	45
ตารางที่ 4.2 สมบัติทางกลของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่ทำการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ ต่างกัน.....	48
ตารางที่ 4.3 ปริมาณธาตุองค์ประกอบทางเคมีของซิลิกาจากการเผาแคลไซน์แกลบ	52
ตารางที่ 4.4 ศักย์ซีต้า (Zeta potential) ที่ pH ต่างๆ ของสารแขวนลอยซิลิกาจากการเผาแคลไซน์ แกลบ	53
ตารางที่ 4.5 สมบัติทางกายภาพของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่ถูกเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์- ไบด์หลังกระบวนการคาร์โบเทอร์มอลที่อุณหภูมิต่างๆ	55
ตารางที่ 4.6 องค์ประกอบทางเคมีของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์	65
ตารางที่ 4.7 สมบัติทางกลของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ อุณหภูมิต่างๆ คงที่ 1 ชั่วโมง.....	66
ตารางที่ 4.8 สมบัติทางกายภาพของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่ถูกเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส คงที่ที่เวลาต่างๆ.....	69
ตารางที่ 4.9 สมบัติทางกลของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ อุณหภูมิต่างๆ คงที่ที่เวลาต่างๆ.....	73
ตารางที่ 4.10 ร้อยละการสูญเสียน้ำหนักของยูเรียภายใต้การสังเคราะห์ที่บรรยากาศอับอากาศและ ไนโตรเจนที่อุณหภูมิต่างกัน.....	75
ตารางที่ 4.11 แสดงค่าระยะห่างระหว่างระนาบ(002) ขนาดของผลึก และจำนวนชั้นของ $g-C_3N_4$...	78
ตารางที่ 4.12 แสดงข้อมูลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะภายใต้การสังเคราะห์ที่บรรยากาศอับอากาศ และไนโตรเจนที่อุณหภูมิต่างกัน.....	78
ตารางที่ 4.13 ค่าพลังงานแถบช่องว่างที่พลอตโดยใช้สมการ Tauc's ของการสังเคราะห์ $g-C_3N_4$ ภายใต้การสังเคราะห์ที่บรรยากาศอับอากาศและไนโตรเจนที่อุณหภูมิต่างกัน	81
ตารางที่ 4.14 ร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูภายใต้แสงที่ตามองเห็นของ $g-C_3N_4$ ที่สังเคราะห์ ที่บรรยากาศและอุณหภูมิต่างกัน เป็นเวลา 7 ชั่วโมง	85

ตารางที่ 4.15 ร้อยละการสูญเสียน้ำหนักของยูเรียในการสังเคราะห์ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิที่ 600 องศาเซลเซียส ที่เวลา 30 นาที 1 2 3 และ 4 ชั่วโมง	86
ตารางที่ 4.16 แสดงค่าระยะห่างระหว่างระนาบ(002) ขนาดของผลึก และจำนวนชั้นของ $g-C_3N_4$...	87
ตารางที่ 4.17 องค์ประกอบทางเคมีของ $g-C_3N_4$ ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส คงที่ 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน	89
ตารางที่ 4.18 พื้นที่ผิวจำเพาะภายใต้การสังเคราะห์ที่บรรยากาศไนโตรเจนที่เวลาคงที่ต่างๆ.....	89
ตารางที่ 4.19 ร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูภายใต้แสงที่ตามองเห็นของ ของ $g-C_3N_4$ ที่สังเคราะห์ที่เวลาคงที่ต่างกัน เป็นเวลา 7 ชั่วโมง	92
ตารางที่ 4.20 แสดงค่าระยะห่างระหว่างระนาบ(002) ขนาดของผลึก และจำนวนชั้นของ $g-C_3N_4$...	93
ตารางที่ 4.21 องค์ประกอบทางเคมีของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 1	95
ตารางที่ 4.22 ค่าพลังงานแถบช่องว่างที่พลอตโดยใช้สมการ Tauc's ของการสังเคราะห์ $SiO_2/g-C_3N_4$ ด้วยวิธีที่ 1	96
ตารางที่ 4.23 ค่าร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูในเวลา 7 ชั่วโมงของ $SiO_2/g-C_3N_4$	98
ตารางที่ 4.24 แสดงค่าระยะห่างระหว่างระนาบ(002) ขนาดของผลึก และจำนวนชั้นของ $g-C_3N_4$...	99
ตารางที่ 4.25 องค์ประกอบทางเคมีของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 2.....	101
ตารางที่ 4.26 ค่าพลังงานแถบช่องว่างที่พลอตโดยใช้สมการ Tauc's ของการสังเคราะห์ $SiO_2/g-C_3N_4$ ด้วยวิธีที่ 2	102
ตารางที่ 4.27 ค่าร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูในเวลา 7 ชั่วโมงของ $SiO_2/g-C_3N_4$ (วิธีที่ 2)	104
ตารางที่ 4.28 ศักย์ซีต้า (Zeta potential) ที่ pH ต่างๆ ของสารแขวนลอยซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์.....	106
ตารางที่ 4.29 ผลทดสอบอัตราการไหลของน้ำผ่านไส้กรอง	109

สารบัญรูป

หน้า

รูปที่ 2.1	แผนผังเฟสไดอะแกรมของซิลิกาที่สภาวะความดันและอุณหภูมิต่างๆ	7
รูปที่ 2.2	โครงสร้างผลึกของซิลิคอนคาร์ไบด์.....	8
รูปที่ 2.3	โครงสร้างของกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ 2 รูปแบบ	13
รูปที่ 2.4	ฟังก์ชันพื้นที่ผิวต่างๆ ที่พบในกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์.....	13
รูปที่ 2.5	กระบวนการก่อตัวของกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์.....	15
รูปที่ 2.6	แผนผังแสดงโฟโตคะตะไลติก(Photocatalytic).....	17
รูปที่ 2.7	กลไกการทำงานของสารโฟโตคะตะลิสต์	17
รูปที่ 2.8	แสดงลักษณะการแทรกเข้าไปของ $g-C_3N_4$ ในโครงสร้างของ SiO_2 จากงานวิจัยของ Li Peng และคณะ[30]	19
รูปที่ 2.9	แสดงลักษณะการแทรกเข้าไปของ $g-C_3N_4$ ในโครงสร้างของ SiO_2 จากงานวิจัยของ Wei Wang และคณะ[31].....	20
รูปที่ 2.10	การเคลือบด้วยวิธี EPD ประกอบไปด้วย 4 ขั้นตอน[35].....	22
รูปที่ 2.11	แผนผังแสดงกรอบแนวคิดวิจัย.....	25
รูปที่ 3.1	แผนผังแสดงกระบวนการเตรียมไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟ.....	28
รูปที่ 3.2	แสดงวิธีการคัดอนุภาคให้มีขนาดประมาณ 10 ไมโครเมตร ด้วยวิธีอาศัยการตกตะกอนเนื่องจากแรงโน้มถ่วงของโลก.....	29
รูปที่ 3.3	การเคลือบไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟด้วยซิลิกาจากถ้ำแคลบด้วยกระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโฟเรติก	30
รูปที่ 3.4	ลักษณะของถ่านก่อนเคลือบและหลังเคลือบด้วยวิธี EPD.....	30
รูปที่ 3.5	แผนผังการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยกระบวนการคาร์โบเทอร์มอลรีดักชัน	31
รูปที่ 3.6	เตาควบคุมบรรยากาศรุ่น High-Multi 5000 FV PHP-R-5FRET-25.....	32
รูปที่ 3.7	แผนผังการสังเคราะห์สารโฟโตคะตะลิสต์กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์.....	33
รูปที่ 3.8	แผนผังการดำเนินงานในการสังเคราะห์การเตรียมสารโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์.....	34
รูปที่ 3.9	ลักษณะของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์แล้วก่อนเคลือบและหลังเคลือบสารโฟโตคะตะลิสต์ด้วยวิธี EPD	35
รูปที่ 3.10	แบบจำลองของ Huckel และ Smoluchowski [36]	40
รูปที่ 3.11	เครื่องมือ UV-Vis-NIR spectrometer	41
รูปที่ 3.12	การเตรียมการทดสอบปฏิบัติการกระตุ้นด้วยแสงด้วยการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู...42	
รูปที่ 3.13	การเตรียมตัวอย่างชิ้นงานของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟในการวิเคราะห์ความแข็งแรงของชิ้นงาน.....	43

รูปที่ 3.14 เครื่อง universal testing machine รุ่น 2100 ยี่ห้อ Instron.....	43
รูปที่ 4.1 ไม้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟเผาคาร์บอนเซชันที่อุณหภูมิ (ก.) 400-600 องศาเซลเซียส และ(ข.) 800 องศาเซลเซียส	44
รูปที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์ SEM ของการเผาคาร์บอนเซชันไม้ไฟที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส	46
รูปที่ 4.3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการสะสมของปริมาตรพรอทในรูพรุน (Cumulative pore volume) กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนของไม้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟ.....	47
รูปที่ 4.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการเพิ่มขึ้นของปริมาตรรูพรุน (Incremental pore volume) กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนของไม้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟ.....	48
รูปที่ 4.5 แกลบ (ก.) ก่อน (ข.) หลัง เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	49
รูปที่ 4.6 ผลวิเคราะห์ XRD ของซิลิกาเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส คงที่ 5 ชั่วโมง.....	50
รูปที่ 4.7 ผลวิเคราะห์ SEM ของซิลิกาจากการเผาแคลไซน์แกลบหลังบดเพิ่มและคัดอนุภาคให้มีขนาด 10 ไมโครเมตร (ก.) ที่กำลังขยาย 100 เท่า และ (ข.) 20000 เท่า.....	51
รูปที่ 4.8 กราฟฮิสโตแกรมแสดงขนาดของอนุภาคซิลิกาจากการเผาแคลไซน์แกลบหลังบดเพิ่มและคัดอนุภาคให้มีขนาด 10 ไมโครเมตร	52
รูปที่ 4.9 ศักย์ซีต้า (Zeta potential) ที่ pH ต่างๆ ของสารแขวนลอยซิลิกาจากการเผาแคลไซน์แกลบ	54
รูปที่ 4.10 ไม้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟที่ถูกเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์หลังกระบวนการไบเทอรัลรีดักชันที่อุณหภูมิ (ก.) 1400 องศาเซลเซียส (ข.) 1500 องศาเซลเซียส และ (ค.) 1600 องศาเซลเซียส	55
รูปที่ 4.11 ผลการวิเคราะห์ XRD ของไม้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟที่ถูกเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์หลังกระบวนการคาร์ไบเทอรัลรีดักชันที่อุณหภูมิ 1400, 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส	56
รูปที่ 4.12 ผลการวิเคราะห์ SEM ของไม้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟที่ถูกเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์หลังกระบวนการคาร์ไบเทอรัลรีดักชันที่อุณหภูมิที่ (ก.) 1400 (ข.) 1500 องศาเซลเซียส และ (ค.) 1600 องศาเซลเซียสในแนวยาว.....	58
รูปที่ 4.13 ผล SEM ของการเกิดของซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ที่อุณหภูมิ (ก.) และ (ข.) 1400 (ค.) 1500 และ (ง.) 1600 องศาเซลเซียส	59
รูปที่ 4.14 กราฟฮิสโตแกรมแสดงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ที่อุณหภูมิ (ก.) 1400 (ข.) 1500 และ(ค.) 1600 องศาเซลเซียส คงที่ 1 ชั่วโมง.....	60
รูปที่ 4.15 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการสะสมของปริมาตรพรอทในรูพรุน (Cumulative pore volume) กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนของไม้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิ (ก.) 1400 (ข.) 1500 และ (ค.) 1600 องศาเซลเซียส	63

รูปที่ 4. 16 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการเพิ่มขึ้นของปริมาตรรูพรุน (Incremental pore volume) กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิ (ก.) 1400 (ข.) 1500 และ (ค.) 1600 องศาเซลเซียส.....	64
รูปที่ 4.17 ไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่ถูกเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์หลังกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส คงที่ (ก.) 1 ชั่วโมง (ข.) 2 ชั่วโมง และ (ค.) 3 ชั่วโมง.....	68
รูปที่ 4.18 ผลวิเคราะห์ XRD ของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่ถูกเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์หลังกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส คงที่ 1 2 และ 3 ชั่วโมง.....	70
รูปที่ 4.19 ผลวิเคราะห์ SEM ของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่ถูกเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์หลังกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสที่เวลาคงที่ (ก.) 1 ชั่วโมง (ข.) 2 ชั่วโมง และ (ค.) 3 ชั่วโมง.....	71
รูปที่ 4. 20 กราฟฮิสโตแกรมแสดงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส คงที่ (ก.) 1 และ (ข.) 3 ชั่วโมง.....	72
รูปที่ 4.21 ผลวิเคราะห์ XRD ของการสังเคราะห์ $g-C_3N_4$ ที่อุณหภูมิ 450-600°C คงที่ 30 นาที.....	77
รูปที่ 4.22 ผลการวิเคราะห์ SEM ของการสังเคราะห์ $g-C_3N_4$ ที่อุณหภูมิ (ก.) 450 (ข.) 500 (ค.) 550 และ (ง.) 600 องศาเซลเซียส คงที่ 30 นาที ภายใต้บรรยากาศอับอากาศ.....	79
รูปที่ 4.23 ผลการวิเคราะห์ SEM ของการสังเคราะห์ $g-C_3N_4$ ที่อุณหภูมิ (ก.) 450 (ข.) 500 (ค.) 550 และ (ง.) 600 องศาเซลเซียส คงที่ 30 นาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน.....	80
รูปที่ 4.24 ผลการวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงของการสังเคราะห์ $g-C_3N_4$ ที่แตกต่างกันภายใต้บรรยากาศ (ก.) อับอากาศ (ข.) ไนโตรเจน และ (ค.) กราฟแสดงค่าพลังงานแถบช่องว่างที่พลอตโดยใช้สมการ Tauc's.....	83
รูปที่ 4. 25 ผลการทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงโดยการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูที่เตรียมที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส คงที่ 30 นาทีภายใต้บรรยากาศ (ก.) อับอากาศ (ข.) ไนโตรเจน.....	84
รูปที่ 4. 26 กราฟแสดงร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูของ $g-C_3N_4$ ที่เตรียมที่อุณหภูมิ 450 - 600 °C คงที่ 30 นาที ภายใต้บรรยากาศอับอากาศและไนโตรเจน ในเวลา 7 ชั่วโมง.....	85
รูปที่ 4.27 ผลวิเคราะห์ XRD ของการสังเคราะห์ $g-C_3N_4$ ที่อุณหภูมิ 600°C คงที่ 30 นาที 1 2 และ 3 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน.....	87
รูปที่ 4.28 ผลวิเคราะห์ SEM ของการสังเคราะห์ $g-C_3N_4$ ที่อุณหภูมิ 600°C คงที่ 30 นาที 1 2 และ 3 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน.....	88

รูปที่ 4.29 (ก.) ผลวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงของการสังเคราะห์ $g-C_3N_4$ ที่เตรียมที่อุณหภูมิ $600^{\circ}C$ คงที่ 30 นาที 1 2 และ 3 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน (ข.) กราฟแสดงค่าพลังงานแถบช่องว่างที่พลอตโดยใช้สมการ $Tauc's$	90
รูปที่ 4.30 ทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงโดยการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูของ $g-C_3N_4$ ที่เตรียมที่อุณหภูมิ $600^{\circ}C$ คงที่ 2 ชั่วโมง.....	91
รูปที่ 4.31 กราฟแสดงร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูของ $g-C_3N_4$ ที่เตรียมที่อุณหภูมิ $600^{\circ}C$ คงที่ 30 นาที 1 2 และ 3 ชั่วโมง บรรยากาศไนโตรเจน.....	91
รูปที่ 4.32 ผลการวิเคราะห์ XRD ของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ร้อยละ 1, 5, 10 และ 15 โดยน้ำหนักซิลิกา.....	93
รูปที่ 4.33 ผลการวิเคราะห์ SEM ของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ร้อยละ (ก.) 1 (ข.) 5 (ค.) 10 และ (ง.) 15 โดยน้ำหนักซิลิกาบดผสม (Ball Mill) แบบเปียกโดยใช้น้ำ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง.....	94
รูปที่ 4.34 ผลการวิเคราะห์ SEM ของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ร้อยละ (ก.) 1 (ข.) 5 (ค.) 10 และ (ง.) 15 โดยน้ำหนักซิลิกาบดผสม แบบเปียกโดยใช้น้ำ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง	94
รูปที่ 4.35 (ก.) ผลวิเคราะห์ค่าการสะท้อนและดูดกลืนแสงของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ร้อยละ 1, 5, 10 และ 15 โดยน้ำหนักซิลิกาบดผสม(Ball Mill) แบบเปียกโดยใช้น้ำ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง (ข.) กราฟแสดงค่าพลังงานแถบช่องว่างที่พลอตโดยใช้สมการ $Tauc's$	96
รูปที่ 4.36 ผลการทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงโดยการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ร้อยละ 5 โดยน้ำหนักซิลิกาบดผสม (Ball Mill) แบบเปียกโดยใช้น้ำ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง	97
รูปที่ 4.37 กราฟแสดงร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ร้อยละ 1, 5, 10 และ 15 โดยน้ำหนักซิลิกาบดผสม(Ball Mill) แบบเปียกโดยใช้น้ำ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง.....	97
รูปที่ 4.38 ผลวิเคราะห์ XRD ของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ร้อยละของ SiO_2 เท่ากับ 1, 5, 10 และ 15 สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง.....	99
รูปที่ 4.39 ผลวิเคราะห์ SEM ที่กำลังขยาย 2000 เท่า ของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ร้อยละของ SiO_2 เท่ากับ (ก.) 1 (ข.) 5 (ค.) 10 และ (ง.) 15 โดยน้ำหนักซิลิกาสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	100
รูปที่ 4.40 ผลวิเคราะห์ SEM ที่กำลังขยาย 500 เท่า ของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ร้อยละของ SiO_2 เท่ากับ (ก.) 1 (ข.) 5 (ค.) 10 และ (ง.) 15 โดยน้ำหนักซิลิกาสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	100
รูปที่ 4.41 (ก.) ผลวิเคราะห์ค่าดูดกลืนแสงของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ร้อยละของ SiO_2 เท่ากับ 1, 5, 10 และ 15 สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (ข.) กราฟแสดงค่าพลังงานแถบช่องว่างที่พลอตโดยใช้สมการ $Tauc's$	102
รูปที่ 4.42 ผลการทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงโดยการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ร้อยละของ SiO_2 เท่ากับ 10 สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง.....	103

รูปที่ 4.43 กราฟแสดงร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูของ SiO₂/ g-C₃N₄ ร้อยละของ SiO₂ เท่ากับ 1, 5, 10 และ 15 สัปดาห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง..... 104

รูปที่ 4.44 กราฟแสดงการเปรียบเทียบร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูของสารโฟโตคะตะลิสต์ที่เตรียมจากการทดลองภายใต้การฉายแสงเป็นเวลา 7 ชั่วโมง..... 105

รูปที่ 4.45 ศักย์ซีต้า (Zeta potential) ที่ pH ต่างๆของซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์..... 106

รูปที่ 4.46 ใ้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์..... 107

รูปที่ 4.47 ใ้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ (ก.) กำลังขยาย 100 เท่า (ข.) กำลังขยาย 500 เท่า และ (ค.) กำลังขยาย 2000 เท่า..... 108

รูปที่ 4.48 ผลการทดสอบการเกิดรัศมีการต้านแบคทีเรีย (Halo test) ของสารโฟโตคะตะลิสต์ SiO₂/g-C₃N₄ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 1 โดยเติมปริมาณซิลิการ้อยละ 5 โดยน้ำหนัก 109

รูปที่ 4.49 การทดสอบอัตราการไหลของน้ำที่ผ่านใ้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ 110

รูปที่ 4.50 การทดสอบสมบัติการดูดซับและการย่อยสลายสีย้อมเมทิลีนบลูของใ้กรองจากร้อยละการลดลงของความเข้มของสีเมทิลีนบลูภายใต้การฉายและไม่ฉายแสง 111

บทที่ 1

บทนำ

1.1. ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย

ปัญหาใหญ่ที่สำคัญปัญหาหนึ่งของโลก ที่ยังคงเป็นปัญหาทั้งสังคมเมืองและสังคมชนบทคือ ปัญหาการขาดแคลนน้ำสะอาดในการอุปโภคและบริโภค ซึ่งแหล่งน้ำส่วนใหญ่มาจาก 2 แหล่งคือ แหล่งน้ำลึกใต้ดินหรือที่เรียกว่าน้ำบาดาลซึ่งอาจจะพบปัญหาเกี่ยวกับการปนเปื้อนของโลหะหนัก โดยอาจจะมาจากสาเหตุจากการฝังกลบขยะมูลฝอยโดยไม่ถูกหลักวิชาการ การลักลอบทิ้งกากของเสีย และจากการทำเหมืองแร่ และอีกแหล่งคือแหล่งน้ำผิวดิน เช่น แม่น้ำ ลำคลอง ซึ่งเป็นแหล่งน้ำที่ปนเปื้อนได้ง่ายทั้งจากขยะหรือจากสารเคมีทางการเกษตร รวมทั้งอาจจะมีการปนเปื้อนของแบคทีเรีย ซึ่งอาจก่อให้เกิดโรคได้

น้ำที่ใชในปัจจุบันนั้นได้ผ่านการผลิตเป็นน้ำประปาซึ่งได้ทำการปรับปรุงคุณภาพน้ำดิบให้มีความเหมาะสมสำหรับใช้งานได้และมีการฆ่าเชื้อโดยใช้คลอรีน เพื่อกำจัดสิ่งปนเปื้อนหรือสิ่งไม่พึงประสงค์ในน้ำดื่ม เช่น ความขุ่น สี กลิ่น แบคทีเรียบางชนิด ที่อาจปนเปื้อนมาจากระบบส่งน้ำ ถึงพักน้ำ หรือระบบท่อจ่ายส่งน้ำประปา ดังนั้นเพื่อให้ได้รับน้ำที่สะอาดจึงต้องมีการกรองน้ำอีกครั้งเพื่อกำจัดสิ่งปนเปื้อน ด้วยเครื่องกรองน้ำซึ่งระบบเครื่องกรองน้ำจะเป็นการกรองน้ำผ่านไส้กรองน้ำที่มีรูพรุนขนาดเล็ก โดยไส้กรองน้ำที่มีในปัจจุบันนั้นมีหลายประเภทและไส้กรองน้ำที่สามารถกรองแบคทีเรีย จุลินทรีย์ได้นั้น ได้แก่ ไส้กรองเซรามิก ไส้กรองเมมเบรนไมโครฟิลเตรชัน ไส้กรองเมมเบรนอัลตราฟิลเตรชันและไส้กรองออสโมซิสผันกลับ เป็นต้น

เนื่องจากผู้วิจัยได้ศึกษาลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของไม้ไผ่ พบว่ามีรูพรุนขนาดเล็กจำนวนมากที่เกิดขึ้นโดยธรรมชาติ และไม้ไผ่มีลักษณะทรงกระบอกกลวงคล้ายไส้กรองน้ำ จึงมีแนวคิดที่จะทำการเตรียมไส้กรองน้ำที่ทำมาจากวัสดุธรรมชาติ โดยไม่ต้องขึ้นรูปใหม่ และการอาศัยการกรองน้ำผ่านรูพรุนของโครงสร้างเซลล์ และไม้ไผ่ยังเป็นพืชใบเลี้ยงเดี่ยวที่มีการเติบโตที่รวดเร็วโดยใช้เวลาในการเติบโตเต็มที่ประมาณ 3-5 ปี และการปลูกไม้ไผ่จำนวนมากไม่ได้ส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม พร้อมทั้งสามารถดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ แล้วเปลี่ยนเป็นก๊าซออกซิเจน แล้วกักเก็บคาร์บอนไว้ในรูปของเนื้อไม้ในอัตราที่สูงกว่าป่าธรรมชาติถึง 33, 35 และ 70 เปอร์เซ็นต์ [1] ตามลำดับเพื่อให้สามารถใช้งานได้ยาวนานและดูดซับได้ดีขึ้น จึงนำไม้ไผ่มาผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันเพื่อให้ได้ไส้กรองน้ำคาร์บอน โดยเพิ่มความแข็งแรงและสมบัติโพโตคะตะลิสต์ให้กับไส้กรองน้ำคาร์บอนด้วยการเคลือบซิลิคอนคาร์ไบด์และซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ (nanowire) เนื่องจากซิลิคอนคาร์ไบด์มีคุณสมบัติเด่นหลายประการ เช่น ความแข็งแรงสูง มีเสถียรภาพสูงที่อุณหภูมิสูง มีเสถียรภาพทางเคมี

ที่ดีเยี่ยม และมีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำและโฟโตคะตะลิสต์ โดยซิลิคอนคาร์ไบด์ชนิดปีตาสามารถสังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1700 องศาเซลเซียส และมีช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน 2.36 อิเล็กตรอนโวลต์[2] โดยการเตรียมด้วยกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันระหว่างไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟกับซิลิกาจากถ่านแกลบ

เพื่อพัฒนาให้สามารถกำจัดแบคทีเรียและย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์อื่น ๆ ที่อยู่ในน้ำได้ จึงได้นำสารโฟโตคะตะลิสต์มาใช้เคลือบที่ผิวของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟชั้นนอกสุดด้วยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก เนื่องจากกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติกนี้สามารถควบคุมความหนาของการเคลือบของสารโฟโตคะตะลิสต์ได้ มีอัตราการเคลือบสูง เหมาะสำหรับวิธีการเคลือบอนุภาคคอลลอยด์ อุปกรณ์ไม่ซับซ้อน และเป็นวิธีเคลือบที่ไม่ทำให้ไปอุดตันที่รูพรุนของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟ สารโฟโตคะตะลิสต์ที่นำมาใช้คือ ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนโตรด เนื่องจากสารโฟโตคะตะลิสต์มีการนำมาใช้งานในด้านกำจัดเชื้อแบคทีเรีย และย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์อื่น ๆ ที่อยู่ในน้ำได้จากการถูกกระตุ้นและดูดซับแสงที่มีพลังงานมากกว่าช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของสารโฟโตคะตะลิสต์นั้น

การเตรียมสารโฟโตคะตะลิสต์ชนิดกราฟิติกคาร์บอนไนโตรดเป็นตัวเลือกที่น่าสนใจเนื่องจากสามารถเตรียมได้โดยใช้ต้นทุนการผลิตต่ำและสารตั้งต้นหาได้ง่าย เช่น เมลามีน หรือ ยูเรีย นอกจากนี้กราฟิติกคาร์บอนไนโตรดยังมีความเป็นพิษน้อย ทนต่อการกัดกร่อน ออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงถึง 600 องศาเซลเซียส และมีความเสถียรทางเคมีในตัวทำละลายส่วนใหญ่และกรด ทั้งยังมีช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน 2.7 อิเล็กตรอนโวลต์ ทำให้สามารถเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก (Photocatalytic reaction) ได้ภายใต้แสงที่ตามองเห็น (Visible light)[2] แต่ด้วยช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่แคบนี้ทำให้เกิดการรวมตัวกัน (Recombination) ของอิเล็กตรอนและโฮลได้ง่าย รวมทั้งการเกาะรวมกลุ่มกันของกราฟิติกคาร์บอนไนโตรดทำให้พื้นที่ผิวลดลงส่งผลให้ประสิทธิภาพในการย่อยสลายสารอินทรีย์ลดลงได้ ซึ่งที่ผ่านมาได้มีงานวิจัยศึกษาเกี่ยวกับการแก้ไขปัญหานี้ได้หลายแนวทาง โดยหนึ่งในนั้นมีการนำซิลิกามาเตรียมเป็นวัสดุเชิงประกอบร่วมกับกราฟิติกคาร์บอนไนโตรดพบว่าซิลิกาช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการย่อยสลายสารอินทรีย์ของกราฟิติกคาร์บอนไนโตรดให้ดีขึ้นได้ เนื่องจากซิลิกาช่วยในการเพิ่มพื้นที่ผิวและยังช่วยลดการรวมตัวกันของอิเล็กตรอนและโฮล

ในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยสนใจศึกษาการนำซิลิกาจากถ่านแกลบมาเตรียมสารโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนโตรดมาใช้เคลือบที่ผิวของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟชั้นนอกสุดด้วยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟเรติก และสุดท้ายได้ไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนโตรดที่สามารถกรองน้ำ กำจัดแบคทีเรีย สารอินทรีย์ได้ และไม่เกิดขยะที่เป็นอันตรายหรือกำจัดได้ยากหลังจากไส้กรองหมดอายุการใช้งาน

1.2. วัตถุประสงค์การวิจัย

- 1.2.1. เพื่อศึกษาการเตรียมไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์
- 1.2.2. เพื่อศึกษาวิธีการสังเคราะห์สารโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนโตรด
- 1.2.3. เพื่อศึกษาวิธีการเคลือบไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ด้วยสารโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนโตรดด้วยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโพริติก (EPD)
- 1.2.4. เพื่อศึกษาสมบัติเฉพาะของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนโตรด

1.3. ขอบเขตของการวิจัย

- 1.3.1. การวิเคราะห์คุณสมบัติของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่
 - โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM)
 - วิเคราะห์รูพรุนด้วยเครื่อง Mercury intrusion porosimeter (MIP)
 - ทดสอบสมบัติทางกล เช่น การทดสอบความแข็งแรง (flexural strength) ด้วยเครื่อง Universal Testing Machine (UTM) โดยทดสอบแบบ Three-point flexural
- 1.3.2. การวิเคราะห์คุณสมบัติของซิลิกาจากการเผาแคลไซน์แกลบ
 - โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD)
 - โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM
 - หาปริมาณธาตุองค์ประกอบด้วยเครื่อง X-ray fluorescence (XRF)
- 1.3.3. การเตรียมและวิเคราะห์ไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์โดยศึกษาผลของตัวแปรต่าง ๆ ดังนี้
 - ผลของอุณหภูมิ
 - ผลของเวลาในการรักษาอุณหภูมิ
- 1.3.4. การเตรียมและวิเคราะห์สารโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนโตรด
 - ผลของอุณหภูมิ
 - ผลของเวลาในการรักษาอุณหภูมิ
 - ผลของเติมซิลิกาด้วยวิธีที่แตกต่างกัน 2 วิธี คือบดผสม (Ball Mill) กับ ไพโรไลซิส (Pyrolysis)
- 1.3.5. การเคลือบไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์แล้ว ด้วยสารโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนโตรด ด้วยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโพริติก (EPD)

- 1.3.6. การวิเคราะห์สมบัติเฉพาะของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติการ์บอนไนไตรด์ ดังนี้
- วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM
 - ทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียของไส้กรองน้ำ
 - การทดสอบอัตราการไหลของน้ำที่ผ่านการกรอง (mL/min)ต่อแรงดันน้ำ (psi)
 - ทดสอบความดันตกคร่อม (Pressure Drop)
 - ทดสอบสมบัติการดูดซับ และการย่อยสลายสีย้อมเมทิลีนบลู



บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

การศึกษารวบรวมทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้องของงานวิจัยเรื่อง การเตรียมไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ ประกอบด้วยการศึกษารวบรวมดังต่อไปนี้

- 2.1. ไม้ไผ่และกระบวนการคาร์บอนในเซชันไม้ไผ่
- 2.2. ซิลิกา (Silica, SiO_2)
- 2.3. ซิลิคอนคาร์ไบด์ (SiC)
 - 2.3.1. โครงสร้างและคุณสมบัติของซิลิคอนคาร์ไบด์
 - 2.3.2. วิธีการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พurunตัวจากโครงสร้างเซลล์ลูโลสของพืช
- 2.4. กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ ($\text{g-C}_3\text{N}_4$)
 - 2.4.1. การสังเคราะห์กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์
 - 2.4.2. หลักการทำงานของสารโฟโตคะตะลิสต์
 - 2.4.3. การปรับปรุงคุณสมบัติสารโฟโตคะตะลิสต์ชนิดกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์
 - 2.4.4. เอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมสารโฟโตคะตะลิสต์ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$
- 2.5. การเคลือบด้วยวิธีการตกสะสมอิเล็กโทรโฟเรติก (Electrophoretic deposition, EPD)
- 2.6. คุณสมบัติของไส้กรองน้ำชนิดต่างๆ
- 2.7. กรอบแนวคิดการวิจัย

โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

2.1. ไม้ไผ่และกระบวนการคาร์บอนในเซชันไม้ไผ่

ไม้ไผ่

ไม้ไผ่เป็นพืชใบเลี้ยงเดี่ยว สามารถปลูกได้ง่าย ด้วยอัตราการเติบโตที่เร็วเมื่อเทียบกับไม้ยืนต้น ชนิดอื่น โดยเวลาที่ไม้ไผ่ใช้ในการเติบโตให้เต็มที่อยู่ประมาณ 3-5 ปี โดยการปลูกไม้ไผ่มีข้อดีที่หลายอย่าง เช่น การปลูกไม้ไผ่เป็นจำนวนมากไม่ได้ส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม และยังสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้หลากหลาย เช่น การนำไปใช้ทำเครื่องจักรสาน การนำหน่อมาใช้ทำอาหาร ใช้ในการสร้างบ้านเรือน และอื่น ๆ ในประเทศไทยสามารถปลูกไม้ไผ่ได้ง่ายและมีให้พบได้ในทุกภาค จึงทำให้พบเห็นไม้ไผ่ที่หลากหลายชนิด ในงานวิจัยนี้ใช้ไม้ไผ่ชนิดไผ่สร้างไพร จากอำเภอเรณูนคร จังหวัดนครพนม เนื่องจากหาได้ง่าย โดยมีปลูกไว้แทบจะทุกครัวเรือนในหมู่บ้าน ซึ่งลักษณะของไม้ไผ่ชนิดนี้คือ จะมีลักษณะลำขนาดเล็ก เส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 2-6 เซนติเมตร

กระบวนการคาร์บอนในเซชันไม้ไผ่

การเตรียมถ่านไม้ไผ่ เตรียมโดยผ่านกระบวนการคาร์บอนในเซชันไม้ไผ่ที่อุณหภูมิสูงกว่า 700 องศาเซลเซียสภายใต้บรรยากาศแก๊สเฉื่อย ซึ่งในระหว่างกระบวนการคาร์บอนในเซชันที่อุณหภูมิต่าง ๆ จะเกิดการเปลี่ยนแปลงของไม้ไผ่ดังตารางที่ 2.1 [3]

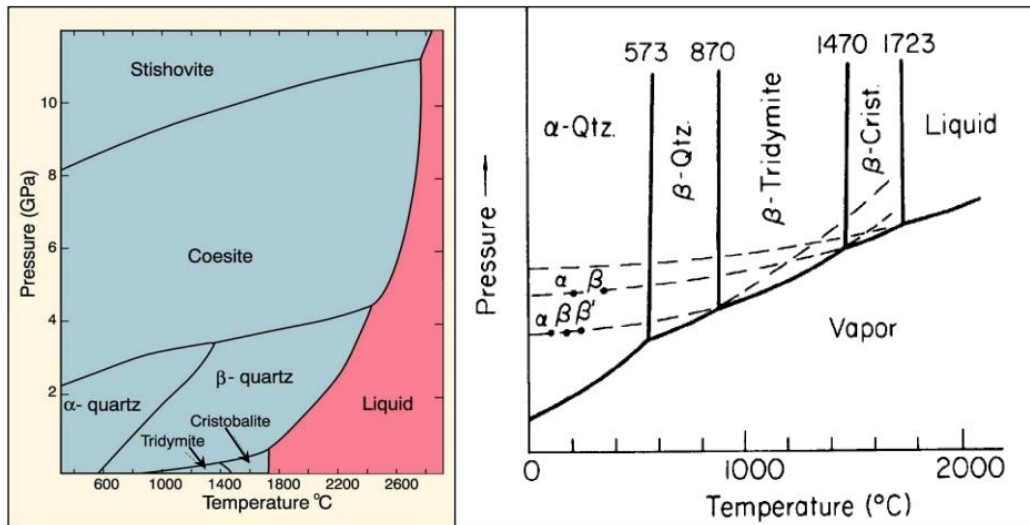
ตารางที่ 2.1 กระบวนการคาร์บอนในเซชันไม้ฝืนที่อุณหภูมิต่าง ๆ

อุณหภูมิ	ลักษณะการเปลี่ยนแปลง
ช่วงอุณหภูมิ 80 ถึง 250 องศาเซลเซียส	เกิดการระเหยออกของน้ำอย่างต่อเนื่องในโครงสร้างไม้ฝืน
ช่วงอุณหภูมิ 250 ถึง 400 องศาเซลเซียส	เกิดการสลายตัวของเซลลูโลส ลิกนิน และเฮมิเซลลูโลส (hemicellulose) และเกิดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO ₂) และคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) ขึ้น
ช่วงอุณหภูมิ 400 ถึง 900 องศาเซลเซียส	เกิดการสร้างชิ้นใหม่ของโครงสร้างคาร์บอน

ไม้ฝืนหลังกระบวนการคาร์บอนในเซชันกลายเป็นถ่านที่คงโครงสร้างเดิมของไม้ฝืนที่มีขนาดรูพรุนที่เล็กลงจากการหดตัวเนื่องจากการเผาที่อุณหภูมิสูง โดยอัตราการหดตัวของไม้ฝืนคือร้อยละ 12, 38 และ 40 ที่อุณหภูมิ 500, 750 และ 1000 องศาเซลเซียสตามลำดับ[4] ขนาดของรูพรุนจะมีขนาดอยู่ในช่วง น้อยกว่า 1 นาโนเมตร ถึง 1 ไมโครเมตร และองค์ประกอบทางเคมีของถ่านไม้ฝืนจะประกอบไปด้วย คาร์บอนเป็นส่วนใหญ่และธาตุอื่นเจือปนประมาณ 8-9 เปอร์เซ็นต์[3]

2.2. ซิลิกา (Silica, SiO₂)

ซิลิกาหรือซิลิคอนไดออกไซด์ (SiO₂) เป็นสารประกอบเคมีที่มีองค์ประกอบคือ ซิลิคอน (Si) กับ ออกซิเจน (O) โดยโครงสร้างผลึกของซิลิกาจะมีหลากหลายรูปแบบขึ้นกับอุณหภูมิและความดันบรรยากาศที่ทำการสังเคราะห์ โดยแบ่งโครงสร้างผลึกของซิลิกาที่พบส่วนใหญ่เป็น 3 รูปแบบ คือ รูปแบบที่ 1 ควอตซ์ (Quartz) เกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่ำกว่า 870 องศาเซลเซียส ซึ่งจะแบ่งเป็น เฟสแอลฟาที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่ำจนถึง 573 องศาเซลเซียส และเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นจะเปลี่ยนจากเฟสแอลฟาเป็นเฟสบีตา คงอยู่ที่เฟสบีตาจนกระทั่งเมื่อเพิ่มอุณหภูมิถึง 870 องศาเซลเซียส ควอตซ์ ที่อยู่เฟสบีตาจะกลายเป็นซิลิกาในรูปแบบที่ 2 คือทริไดไมต์ (Tridymite) เฟสบีตา และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิจนถึง 1470 องศาเซลเซียส ไตรไดไมต์เฟสบีตาจะกลายเป็นซิลิการูปแบบที่ 3 คือ คริสโทบาลไลท์ (Cristobalite) เฟสบีตา ซึ่งเฟสบีตาคือเฟสที่เสถียรของแต่ละรูปแบบโครงสร้างผลึก โดยสามารถอธิบายการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของซิลิกาได้ด้วยแผนภาพเฟสไดอะแกรมดังในรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 แผนผังเฟสไดอะแกรมของซิลิกาที่สภาวะความดันและอุณหภูมิต่างๆ

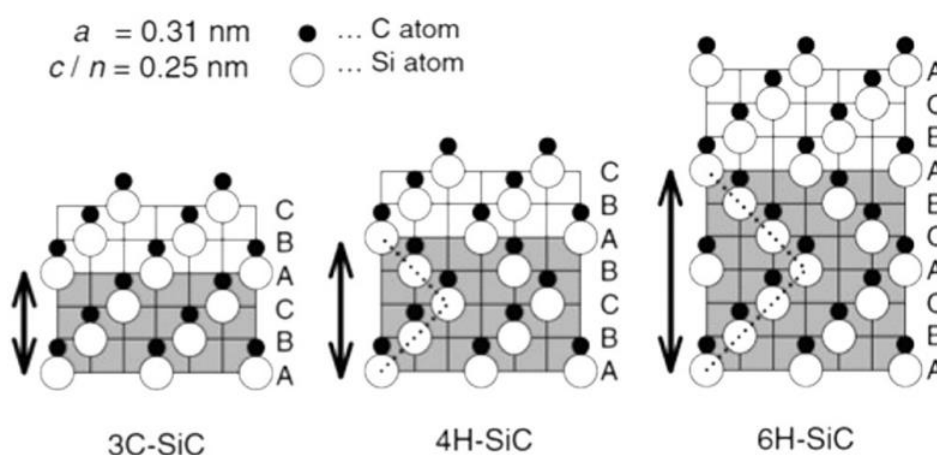
ซิลิกาเป็นสารประกอบที่พบได้มากและหาได้ง่าย สามารถพบได้ในธรรมชาติ เช่น แร่ควอตซ์ นำมาผ่านขั้นตอนเพื่อกำจัดสารเจือปนออก และสามารถสังเคราะห์ขึ้นมาได้โดยใช้สารตั้งต้นเช่น โซเดียมซิลิเกต และนอกจากนี้แล้วยังสามารถสังเคราะห์ซิลิกาได้จากการใช้วัตถุดิบราคาถูก หาได้ง่าย เช่น วัตถุดิบเหลือใช้ทางการเกษตร ได้แก่ แกลบข้าว ชังข้าวโพด และชานอ้อย เป็นต้น ซึ่งในงานวิจัยนี้ ใช้แกลบข้าวมาสังเคราะห์ซิลิกาเพื่อนำมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ และนำมาใช้เตรียมสารโพโตคะตะลิสต์ชนิดซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ ($\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$)

2.3. ซิลิคอนคาร์ไบด์ (SiC)

ซิลิคอนคาร์ไบด์คือสารประกอบเคมีที่มีองค์ประกอบคือ คาร์บอน (C) และซิลิคอน (Si) ที่เชื่อมกันด้วยพันธะโคเวเลนต์ โดยซิลิคอนคาร์ไบด์ถูกค้นพบในธรรมชาติครั้งแรกในปีค.ศ. 1905 โดย Henri Moissan นักเคมีชาวฝรั่งเศส ซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นที่รู้จักในทางแร่วิทยาชื่อ moissanite ซึ่งหายากมากในธรรมชาติ ส่วนใหญ่พบในอุกกาบาตบางชนิดเท่านั้น ดังนั้นซิลิคอนคาร์ไบด์ส่วนใหญ่จึงได้มาจากการสังเคราะห์ ซึ่งการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์นั้นเกิดขึ้นก่อนที่จะพบว่ามียูอยู่ในธรรมชาติ เมื่อปีค.ศ. 1890 โดย Edward G. Acheson ถูกค้นพบโดยบังเอิญจากกระบวนการสังเคราะห์เพชรจากการนำอลูมิเนียมซิลิเกต และผงโค้ก (C) มาใช้ในการสังเคราะห์เพชร แต่ในกระบวนการเกิดการทำปฏิกิริยากันระหว่างซิลิกากับคาร์บอนจึงทำให้เกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ ซึ่งในปัจจุบันได้มีการนำซิลิคอนคาร์ไบด์มาใช้งานอย่างหลากหลาย เช่น นำมาใช้เป็นวัสดุขัดและตัด ชิ้นส่วนรถยนต์ เบ้าหลอม และอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ เป็นต้น เนื่องจากคุณสมบัติที่โดดเด่นหลายอย่างของซิลิคอนคาร์ไบด์ เช่น มีเสถียรภาพทางความร้อนสูง ความแข็งและความแข็งแรงสูง, ทนต่อการเกิดออกซิเดชัน, ทนการกัดกร่อนทางเคมี ,ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนต่ำ[2] และมีสมบัติทางโพโตคะตะลิสต์[5]

2.3.1. โครงสร้างและคุณสมบัติของซิลิคอนคาร์ไบด์

โครงสร้างผลึกของซิลิคอนคาร์ไบด์ที่แตกต่างกันมีรูปแบบผลึกประมาณ 250 รูปแบบ สามารถแบ่งเป็น 2 ประเภทรูปแบบหลักที่พบบ่อย ๆ ดังรูปที่ 2.2 โครงสร้างผลึกของซิลิคอนคาร์ไบด์ [6] คือ โครงสร้างผลึกแบบระบบคิวบิก (Cubic ,3C-SiC) เรียกว่า ปีตา-ซิลิคอนคาร์ไบด์ สามารถสังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1700 องศาเซลเซียส และโครงสร้างผลึกแบบระบบเฮกซะโกนอล (hexagonal ,4H-SiC ,6H-SiC) เรียกว่า แอลฟา-ซิลิคอนคาร์ไบด์ สามารถสังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิสูงกว่า 1700 องศาเซลเซียสขึ้นไป[7]



รูปที่ 2.2 โครงสร้างผลึกของซิลิคอนคาร์ไบด์

คุณสมบัติซิลิคอนคาร์ไบด์คือ ซิลิคอนคาร์ไบด์มีน้ำหนักโมเลกุล 40.07 กรัมต่อโมล ทำให้ซิลิคอนคาร์ไบด์มีน้ำหนักที่เบาเมื่อเทียบกับโลหะ มีความแข็ง 9.3 โมส (mohs)[8] ซึ่งรองลงมาจากเพชรหรือเทียบเท่ากับคาร์บอนดัม ซิลิคอนคาร์ไบด์จึงเป็นที่รู้จักอีกชื่อหนึ่งคือ คาร์บอนดัม และมีความแข็งแรงต่อแรงดัด (Bending Strength) ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียสเท่ากับ 250 เมกะพาสคัล และที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียสมีค่าเท่ากับ 280 เมกะพาสคัล[9] ซิลิคอนคาร์ไบด์มีข้อเสียคือถูกเผาไหม้ได้ในบรรยากาศออกซิเดชัน ทำให้ในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ไม่สามารถสังเคราะห์ได้ในบรรยากาศที่มีออกซิเจน และมีข้อจำกัดอีกอย่างคือซิลิคอนคาร์ไบด์ถูกทำให้หลอมละลายได้ด้วยโซดาไฟและหมู่ธาตุฮาโลเจนที่อุณหภูมิสูง สามารถแบ่งซิลิคอนคาร์ไบด์ได้เป็น 3 ชนิดตามสีคือ ชนิดที่ 1 สีเขียว มีความบริสุทธิ์ประมาณ 99.8% ในสีเขียวอ่อน และ 99.5 % ในสีเขียวเข้ม ชนิดที่ 2 สีดำ มีความบริสุทธิ์ 99.0 % และชนิดที่ 3 สีเทา มีความบริสุทธิ์ 90.0 %[10]

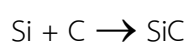
ซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุเซรามิกประเภทไม่เป็นออกไซด์และมีคุณสมบัติเป็นสารกึ่งตัว ซึ่งนำมาใช้ทำอุปกรณ์วัสดุกึ่งตัวนำ เนื่องจากซิลิคอนคาร์ไบด์อยู่ในรูปแบบผงทำให้ง่ายต่อการขึ้นรูปในรูปแบบที่ซับซ้อนและหลากหลายรูปแบบให้เหมาะกับการนำไปใช้งานได้ นอกจากนี้ยังมีการนำมาใช้งานในด้านการเคลือบเนื่องจากคุณสมบัติที่มีความแข็ง ทำให้ทนทานต่อรอยขีดข่วน และมีความเฉื่อยต่อสารเคมีทำให้ถูกนำมาพัฒนามาใช้เป็นสารเคลือบผิวบนอกของรถยนต์ได้ สามารถสรุปสมบัติของซิลิคอนคาร์ไบด์แสดงดังตารางที่ 2.2 [8, 11]

ตารางที่ 2.2 สมบัติของปีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ (3C-SiC) และแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์ (4H-SiC และ 6H-SiC)

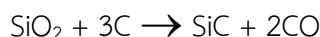
คุณสมบัติ	3C-SiC	4H-SiC	6H-SiC
ความหนาแน่น (g cm^{-3})	3.210	-	3.211
Bulk Modulus (K) (GPa)	225	215	215
Shear Modulus (G) (GPa)	124	131.4	131.4
ความแข็ง (H) บนระนาบ(100) (GPa)	25-30	26	20-26
ความต้านทานการแตกหัก (Kc) ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	2.02, 3.23 สำหรับ CVD	1.9	1.9
แถบช่องว่างพลังงาน 300 เคลวิน (eV)	2.29	3.20	3.00
Intrinsic carrier concentration at 300 K (cm^{-3})	1.5×10^{-1}	5×10^{-9}	1.6×10^{-6}
Critical breakdown electric field (MV cm^{-1})	2.12	2.2	2.5
Saturated electron drift velocity ($\times 10^7 \text{ cm s}^{-1}$)	2.5	2	2
Electron mobility ($\text{cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$)	800	1000	600
การนำความร้อน ที่ 300 เคลวิน ($\text{W cm}^{-1} \text{ K}^{-1}$)	3.6	3.7	3.6
สัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจาก ความร้อน ที่ 300เคลวิน (10^{-6} K^{-1})	3.2	4.3 4.7	4.3 4.7
Lattice coefficient (a, c in Å°)	a=4.360	a=3.073 c=10.053	a=3.081 c=15.117

การสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์สามารถเตรียมได้จากหลายวิธี[12] ดังต่อไปนี้

1. การเตรียมได้โดยใช้สารตั้งต้นซิลิกอนและคาร์บอนทำปฏิกิริยากันโดยตรง ดังสมการเคมีต่อไปนี้



2. การเตรียมได้จากการใช้สารตั้งต้นซิลิกาและคาร์บอนทำปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มอลรีดักชัน (Carbothermal reduction) ดังสมการเคมีต่อไปนี้



3. การเตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาในสถานะไอ (Vapor phase reaction หรือ Chemical vapor deposition) เป็นวิธีการเตรียมโดยทำให้สารตั้งต้นอยู่ในสถานะไอและทำปฏิกิริยากันในสถานะไอ
4. การเตรียมโดยวิธี gas evaporation
5. การเตรียมได้จากการสลายตัวของพอลิเมอร์ที่เป็น organosilicon polymers โดยใช้ความร้อน

2.3.2. วิธีการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พรุนตัว (Porous silicon carbide) จากโครงสร้างเซลล์โลสของพีซ

ปัจจุบันได้มีการนำซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พรุนตัวที่มีพื้นที่ผิวสูงมาใช้งานได้หลากหลาย ตัวอย่างเช่น ใช้เป็นวัสดุรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีเยี่ยมในการเปลี่ยนสภาพเชื้อเพลิงไฮโดรคาร์บอน, การบำบัดไอเสียรถยนต์, ใช้เป็นส่วนประกอบของเมมเบรนสำหรับการกรอง และยังมีนำไปใช้ในการผลิตเซนเซอร์

การเตรียมวัสดุซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พรุนตัวนั้นสามารถทำได้หลายวิธีแต่ที่น่าสนใจคือวิธีการใช้โครงสร้างพีซ เนื่องจากลักษณะโครงสร้างทางชีววิทยาของพีซ มีคุณลักษณะของโครงสร้างเซลล์ตามลำดับขั้นที่ซับซ้อนตั้งแต่ระดับไมโครไปจนถึงระดับมหภาค และยังเป็นแหล่งคาร์บอนที่สามารถหาได้ง่ายและราคาไม่แพง จากการศึกษาค้นคว้าในงานวิจัยต่าง ๆ พบว่าการเตรียมวัสดุซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พรุนตัวโดยใช้โครงสร้างของพีซ สามารถเตรียมได้หลายวิธี ดังต่อไปนี้

Junmin Qian และคณะ[13] การเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พรุนตัว จากการเกิดปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มอลรีดักชันของวัสดุผสมซิลิกากับถ่านไม้โอ๊ค ซึ่งกระบวนการเตรียมแบ่งเป็น 2 ขั้นตอนคือ ขั้นตอนแรกเป็นการเตรียมวัสดุผสมโดยทำการเตรียมซิลิกาโซลโดยใช้ tetraethoxysilane, น้ำ, HCl ด้วยอัตราส่วนที่เหมาะสม ให้ซิลิกามีความเข้มข้นร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก และใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลาย หลังจากนั้นนำซิลิกาโซลที่ได้จากการเตรียมให้แทรกซึมเข้าไปในถ่านไม้โอ๊คผ่านกระบวนการแทรกซึมโดยใช้ความดันสุญญากาศ และขั้นตอนที่ 2 เป็นการนำวัสดุผสมมาทำการเผาที่อุณหภูมิสูงเพื่อให้เกิดกระบวนการคาร์โบเทอร์มอลรีดักชันระหว่างซิลิกากับถ่านไม้โอ๊ค ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 6 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน ซึ่งงานวิจัยจะได้ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีรูพรุนตามลักษณะโครงสร้างถ่านไม้โอ๊ค

Junmin Qian และคณะ[14] การเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พรุนตัวและทำให้มีความแข็งแรงสูงขึ้นเนื่องจากซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พรุนตัวที่ทำการเตรียมมาจากโครงสร้างพีซจะมีความแข็งแรงที่ลดลง ดังนั้นงานนี้จึงทำการศึกษาหาวิธีเพิ่มความแข็งแรงให้กับซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พรุนตัวด้วยการเพิ่ม phenolic resin โดยในการเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พรุนตัวจะใช้วัตถุดิบคือไม้สน และ ซิลิกา ในขั้นตอนแรกนำไม้สนมาผ่านกระบวนการคาร์โบไนเซชันในสุญญากาศที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิน้อยกว่า 5 องศาเซลเซียสต่อนาที จะได้เป็นคาร์บอนที่มีโครงสร้างพรุนตัว แล้วทำการเตรียมสารละลายซิลิกา เพื่อใช้ในกระบวนการโซล-เจล โดยใช้สารละลาย tetraethoxysilane : เอทานอล : น้ำ : HCl ผสมเป็นสารละลายแล้วผสมกับ phenolic

resin แล้วนำสารละลายอัดเข้าสู่รูปทรงโครงสร้างคาร์บอนโดยใช้เครื่องอัดสูญญากาศนาน 6 ชั่วโมง แล้วทำให้แห้ง และจะได้เป็นวัสดุผสม C/SiO₂ ซึ่งผู้วิจัยได้ทำการศึกษาจำนวนครั้งในกระบวนการโซล-เจล เพื่อศึกษาความเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้น และหลังจากกระบวนการนี้ทำการนำไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง เพื่อสลายสารจากกระบวนการโซล-เจล และนำวัสดุผสม C/SiO₂ เข้าสู่กระบวนการคาร์โบเทอร์มอลรีดักชันที่อุณหภูมิ 1200-1600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1-4 ชั่วโมง จะได้ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พรมตัวชนิดบิตาและแอลฟาแต่แอลฟาที่เกิดขึ้นมีปริมาณน้อยกว่าบิตา และโครงสร้างรูปพรมมีความแข็งแรงจากการตัดเพิ่มขึ้นสัมพันธ์กับจำนวนครั้งในกระบวนการโซล-เจล เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงจากรูปพรมเปิดเป็นรูปพรมแบบไฮบริด ทำให้ค่าความแข็งแรงจากการตัดเพิ่มขึ้นจาก 16.4 เป็น 42.2 เมกะพาสคัลแต่ปริมาณของรูปพรมจะลดลง.

Kateryna Vyshnyakova และคณะ[15] ทำการเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พรมตัว โดยวิธีที่ไม่ซับซ้อน และยังเป็นการนำเศษไม้สนที่เหลือใช้มาใช้ประโยชน์ โดยในการเตรียมจะเป็นวิธีการชุบโครงสร้างไม้สนลงในสารละลายซิลิกาแล้วทำการไพโรไลซิสที่ความร้อน 800 องศาเซลเซียส และเข้าสู่กระบวนการคาร์โบเทอร์มอลรีดักชันที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงที่บรรยากาศอาร์กอน ผลจากการเตรียมทำให้ได้พื้นที่ผิวจำเพาะ 14 m²/g และมีรูปพรมเป็นชนิดไฮบริดที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 ถึง 20 ไมโครเมตร มีการเกิดของส่วนวิสเกอร์ขึ้นที่มีขนาด 20-400 นาโนเมตร ภายในรูปพรม

E. Vogli และคณะ[16] ทำการเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พรมตัวจากวัตถุดิบคือไม้สนที่เป็นแหล่งคาร์บอน และซิลิกาที่เป็นแหล่งของซิลิกอน โดยการชุบไม้สนที่ได้จากการทำให้แห้งโดยการอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ลงในสารละลายโซเดียมซิลิเกต (Na₂O · nSiO₂) โดยตัวทำละลายเป็นน้ำ ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วใช้ HCl เพื่อทำให้ได้ NaCl กับ nSiO₂ แล้วล้างน้ำและถูกทำให้แห้งโดยการอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วจะได้เป็น วัสดุผสมไม้สน/SiO₂ แล้วทำการไพโรไลซิสโดยนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ 3-20 องศาเซลเซียสต่อนาทีจะได้เป็นวัสดุผสม C/SiO₂ แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที และคงที่ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน ซึ่งผลการทดลองจะได้ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พรมตัวแบบโครงสร้างไม้สน โดยมีพื้นที่ผิวเป็น 14 m²/g และมีขนาดของรูปพรม 5-20 ไมโครเมตร และซิลิคอนคาร์ไบด์ชนิดผงที่มีขนาด 30 นาโนเมตร.

Qing Wang และคณะ[17] การเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พรมตัวด้วยวิธีการการแทรกซึมของของเหลวซิลิกอนที่หลอมละลายลงในโครงสร้างแม่แบบคาร์บอน โดยใช้วัตถุดิบคือเมล็ดข้าวฟ่าง กับผงซิลิกอน มีขั้นตอนในการเตรียม 2 ขั้นตอน โดยขั้นตอนแรก คือการทำเมล็ดข้าวฟ่างให้แห้งโดยการอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมงแล้วทำการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมงในเตาเผาที่อะลูมินาแบบแนวนอน ในบรรยากาศอาร์กอน เพื่อป้องกันไม่ให้โครงสร้างภายในของโครงสร้างข้าวฟ่างสลายไปจึงเผาอย่างช้า ๆ ด้วยอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ ที่ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที และคงที่ที่ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และเพิ่มขึ้นเป็น 1000 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ

2 องศาเซลเซียสต่อนาที จะได้แม่แบบโครงสร้างรูพรุนคาร์บอน ขั้นตอนที่สอง คือนำผงซิลิกอนโรยให้ทั่วแม่แบบโครงสร้างรูพรุนคาร์บอน แล้วทำการให้ความร้อนที่ 1600 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมงในบรรยากาศอาร์กอนทำให้ได้ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พูนตัวตามโครงสร้างเมล็ดข้าวฟ่างโดยมีพื้นที่ผิวจำเพาะ $30.17 \text{ m}^2/\text{g}$ และรูพรุนมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 87-93 ไมโครเมตร

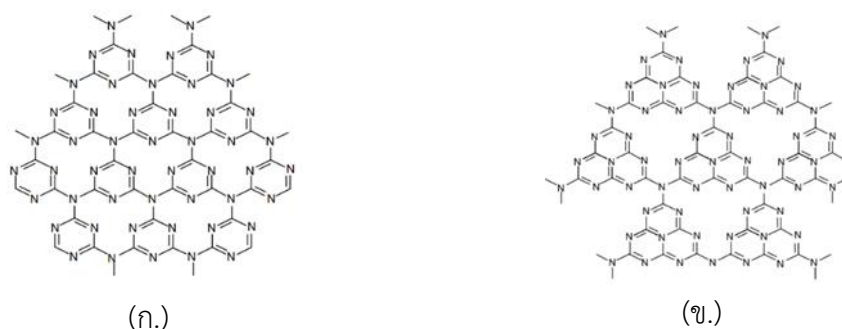
Tongtong Wang และคณะ[18] ทำการเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีรูพรุนระดับนาโนจากซังข้าวโพดที่เป็นแหล่งคาร์บอนกับทรายที่เป็นแหล่งซิลิกอน ด้วยวิธีการนำทรายที่ระเหยกลายเป็นไอแทรกซึมเข้า ไปในโครงสร้างคาร์บอนของซังข้าวโพด ทำให้ได้พื้นที่ผิวจำเพาะ $397 \text{ m}^2/\text{g}$ และรูพรุนมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 3-6 นาโนเมตร

ในวิธีการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พูนตัวจากโครงสร้างเซลลูโลสของพืชแต่ละวิธีของผู้วิจัยก่อนหน้าจะเห็นว่าสามารถเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พูนตัวได้ โดยโครงสร้างที่พูนตัวจะขึ้นอยู่กับแม่แบบที่นำมาใช้ และการใช้วัตถุดิบในการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน วัตถุดิบบางชนิดของแหล่งซิลิกาอาจมีราคาแพง หรือบางชนิดอาจเตรียมได้ยาก และการสังเคราะห์ที่ใช้อุณหภูมิสูงและเวลาที่มาก แต่ทุกวิธีก็แสดงให้เห็นว่าการที่จะเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พูนตัวสามารถใช้โครงสร้างคาร์บอนจากธรรมชาติได้ซึ่งเป็นแหล่งที่หาได้ง่ายและยังเป็นการนำวัตถุดิบบางชนิดเหลือใช้นำมาใช้ให้เกิดประโยชน์ได้

2.4. กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ ($g\text{-C}_3\text{N}_4$)

กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์เป็นวัสดุที่จัดอยู่ในกลุ่มของวัสดุพอลิเมอร์ที่ประกอบไปด้วยคาร์บอนและไนโตรเจนด้วยอัตราส่วน C/N เท่ากับ 0.75 ซึ่งกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ยังเป็นวัสดุที่เป็นตัวเลือกในการนำมาใช้เป็นสารโฟโตคะตะลิสต์ โดยมีการศึกษาในการเตรียมกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ครั้งแรกเมื่อปีค.ศ. 1830 โดย Berzelius and Liebig จากการเตรียมอนุพันธ์พอลิเมอร์ของคาร์บอนและไนโตรเจน โดยโครงสร้างของกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์มีทั้งหมด 7 รูปแบบแต่ที่เหมาะสมสำหรับนำมาใช้เป็นสารโฟโตคะตะลิสต์ จะมีอยู่ 2 รูปแบบ ดังนี้ โดยรูปแบบแรกคือ s-triazine มีค่าพลังงานแถบช่องว่าง (E_g) เท่ากับ 2.97 eV[19] จะมีลักษณะโครงสร้างดังรูปที่ 2.3 (ก.) ซึ่งถูกบ่งชี้ให้เป็นการสร้างหน่วยโครงสร้างเริ่มต้นของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ และรูปแบบที่สองคือโครงสร้างรูปแบบวงแหวน tri-s-triazine (heptazine) มีค่าพลังงานแถบช่องว่าง(E_g) เท่ากับ 2.88 eV[19] ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างดังรูปที่ 2.3 (ข.)

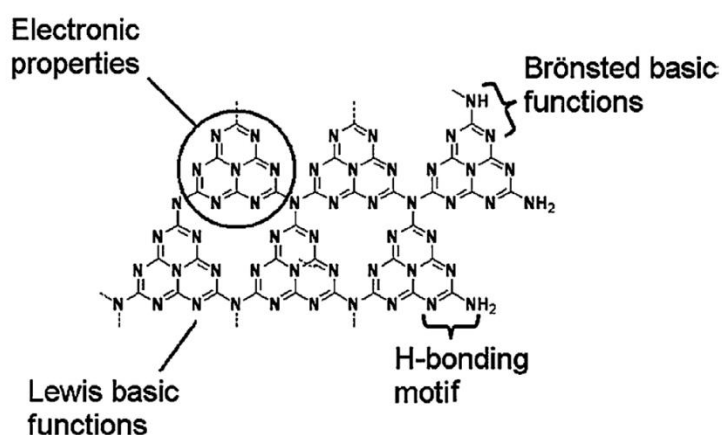
ซึ่งโครงสร้างทั้ง 2 รูปแบบของกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์สามารถแยกได้ด้วยการวิเคราะห์โครงสร้างเฟสโดยใช้ XRD โดยทั้ง 2 รูปแบบมีความแตกต่างของมุม 2θ ของพีคหลักคือ s-triazine จะมี 2 พีคหลักที่มุม 17.4 องศา และ 27.40 องศา[20] ส่วน tri-s-triazine (heptazine) จะมี 2 พีคหลักที่มุม 13.0 องศา และ 27.40 องศาที่ระนาบ (100) และ (002) ตามลำดับ[21]



รูปที่ 2.3 โครงสร้างของกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ 2 รูปแบบ

(ก.) triazine (ข.) tri-s-triazine (heptazine)

เนื่องจากลักษณะการมีอยู่ของไฮโดรเจนและอิเล็กตรอนคู่โดดเดี่ยวที่วงชั้นนอกของไนโตรเจน ซึ่งเกิดขึ้นเนื่องจากการควมแน่นที่ไม่สมบูรณ์ ทำให้ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ มีคุณสมบัติพื้นผิวที่หลากหลาย เช่น electronic properties, H-bonding motif, Bronsted surface functions และ Lewis basic functions เป็นต้นดังรูปที่ 2.4[22] ซึ่งสามารถนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้เนื่องจากมีประโยชน์สำหรับการกำจัดโมเลกุลที่เป็นพิษผ่านการดูดซับทางเคมีตามปฏิกิริยาของไฟฟ้าสถิต[23] นอกจากนี้ยังมีคุณสมบัติมีความเสถียรในตัวทำละลายที่เป็นกรด เบสและกลาง ตัวทำละลาย protic และ aprotic (น้ำ แอลกอฮอล์ ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ tetrahydrofuran, diethyl ether และ toluene) รวมทั้งยังมีความเสถียรทางความร้อน (สูงถึง 600 องศาเซลเซียสในอากาศ) ทำให้สามารถนำวัสดุใช้งานได้ในของเหลวหรือ gaseous mixtures และที่อุณหภูมิสูง[2] และไม่เป็นพิษ



รูปที่ 2.4 ฟังก์ชันพื้นผิวต่างๆ ที่พบในกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์

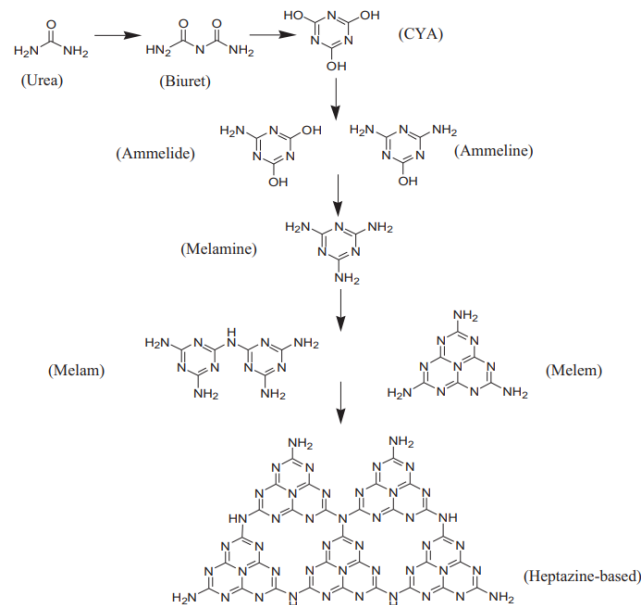
2.4.1. การสังเคราะห์กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์

โดยทั่วไปสามารถสังเคราะห์ได้โดยใช้สารตั้งต้นได้หลายชนิดที่เป็นสารอินทรีย์ที่ประกอบไปด้วยไนโตรเจน และมีต้นทุนต่ำ เช่น ไซยานาไมด์ (Cyanamide), Dicyandiamide, ไธโอยูเรีย (Thiourea), เมลามีน (Melamine) และยูเรีย (Urea) โดยในการสังเคราะห์สามารถเตรียมได้ด้วยการ

สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500-600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอากาศหรือบรรยากาศแก๊สเฉื่อย [21] โดยในการเตรียมด้วยสภาวะและสารตั้งต้นที่แตกต่างกันจะทำให้ได้กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ที่มีคุณสมบัติแตกต่างกัน ซึ่งในการสังเคราะห์จะพบความผิดปกติของโครงสร้างของกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ เช่นการเกิดข้อบกพร่อง (defect) โดยมักเกิดขึ้นเนื่องจากการกำจัดสารตัวกลางหรือสารที่มาพร้อมกับสารตั้งต้นไม่สมบูรณ์ จึงมีการเสนอแนวทางของวิธีในการสังเคราะห์เพื่อให้ได้กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ที่มีคุณสมบัติเหมาะสมกับการนำไปใช้งาน เช่น molecular self-assembly, การฉายรังสีไมโครเวฟ (microwave irradiation) และวิธีการ ionic liquid strategy เป็นต้น[24]

กระบวนการก่อตัวของกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ที่ใช้สารตั้งต้นในการเตรียม คือ ยูเรีย โดยแสดงแผนผังการก่อตัวดังรูปที่ 2.5[25] ที่อุณหภูมิต่างๆ โดยแบ่งตามช่วงอุณหภูมิที่ก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของยูเรีย ดังต่อไปนี้

- | | |
|--------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| ช่วงอุณหภูมิห้องถึง 190 องศาเซลเซียส | : เกิดการสลายตัวของยูเรียกลายเป็นไอ มีการเกิด CYA และแอมมีไลด์ (ammelide) เล็กน้อย |
| ช่วงอุณหภูมิ 190 - 250 องศาเซลเซียส | : เกิดการสลายตัวของบิวเรต (biuret) โดยจุดหลอมเหลวของบิวเรตเท่ากับ 193 องศาเซลเซียส ส่วน CYA และแอมมีไลด์ยังคงเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง |
| ที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส | : มีการเกิดของ CYA, แอมมีไลด์ และแอมมีลีน (ammeline) สูงสุด |
| ช่วงอุณหภูมิ 250 - 360 องศาเซลเซียส | : ที่อุณหภูมิ 320 องศาเซลเซียส CYA เริ่มเกิดการสลายตัว และที่อุณหภูมินี้ยูเรีย บิวเรต จะสลายตัวจนหมด |
| | ที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส CYA สลายตัวจนหมด ส่วนแอมมีไลด์ และแอมมีลีนยังคงอยู่ยังไม่เกิดการสลายตัว เริ่มมีการเกิดขึ้นของเมลามีนขึ้นเล็กน้อย |
| ที่อุณหภูมิสูงกว่า 360 องศาเซลเซียส | : เกิดการก่อตัวของสารใหม่ขึ้นเนื่องจากการควบแน่นของเมลามีนกับแอมโมเนียกลายเป็นสารใหม่คือ melam แล้วเกิดปฏิกิริยาต่อเนื่องกันจนเกิดเป็น melem ซึ่งมีรูปแบบโครงสร้างเป็น heptazine (tri-s triazine) |
| ช่วงอุณหภูมิ 450 - 600 องศาเซลเซียส | : เกิดการควบแน่นของ melem และการก่อตัวของสารประกอบพอลิเมอร์เฮปทาซีน (Polyheptazine) |



รูปที่ 2.5 กระบวนการก่อตัวของกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์

งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ มีดังต่อไปนี้

Yu Zheng และคณะ[25] การศึกษาการเตรียมกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์จากสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน 2 ชนิดคือ ยูเรียกับเมลามีน โดยทำการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิที่แตกต่างกันที่ 500, 550, 600 และ 650 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 2 องศาเซลเซียสต่อนาทีภายใต้บรรยากาศอากาศ ซึ่งผลการทดลองพบว่าการสังเคราะห์กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์จากทั้ง 2 สารตั้งต้นมีคุณสมบัติทั้งทางกายภาพและทางเคมีที่ต่างกัน ซึ่งในการใช้สารตั้งต้นยูเรีย เมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นส่งผลให้มีขนาดผลึกเล็กลงแต่มีพื้นที่ผิวจำเพาะที่สูงขึ้น ส่งผลให้มีความสามารถในการดูดซับและการทำปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกดีกว่าการสังเคราะห์จากสารตั้งต้นเมลามีน แต่ข้อเสียของยูเรียคือเนื่องจากมีสารตัวกลางอยู่มาก (intermediates) ส่งผลให้เกิดการสร้างรูปแบบโครงสร้างที่สม่ำเสมอยาก และการมีอยู่ของออกซิเจนที่จะส่งผลให้เกิดข้อบกพร่องในโครงสร้างเนื่องจากส่วนประกอบของยูเรีย ซึ่งจะส่งผลให้เกิดการโพลีเมอไรเซชันที่ต่ำ

Yuyang Kang และคณะ[26] ทำการศึกษาการเตรียมกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์จากสารตั้งต้นคือ diacyaminde โดยทำการสังเคราะห์ดังต่อไปนี้ ขั้นตอนที่ 1 ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส คงที่ 4 ชั่วโมงภายใต้บรรยากาศอากาศด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 2 องศาเซลเซียสต่อนาที หลังจากนั้นในขั้นตอนที่ 2 จะเป็นการนำผงที่สังเคราะห์ได้ในขั้นตอนที่ 1 มาทำการสังเคราะห์เพิ่มที่อุณหภูมิ 620 องศาเซลเซียส คงที่ 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน ซึ่งผลจากการเพิ่มอุณหภูมิและสังเคราะห์ภายใต้บรรยากาศอาร์กอนทำให้โครงสร้างผลึกของกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ มีลักษณะโครงสร้างเป็นอสัณฐานซึ่งจากโครงสร้างที่เปลี่ยนไปทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของคุณสมบัติทางไฟฟ้าของกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ โดยค่าแถบช่องว่างระหว่างพลังงานแคบลงส่งผลให้ประสิทธิภาพในปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกดีขึ้น โดยเป็นการเพิ่มช่วงดูดกลืนแสงให้ดูดกลืนความยาวคลื่นได้กว้างขึ้นและยังลดการเกิดการรวมตัวกัน (recombination) ของอิเล็กตรอนกับโฮล นอกจากนี้

ความไม่เป็นผลึกแล้วยังมีผลมาจากการเกิดช่องว่างของไนโตรเจน (Nitrogen vacancy) และการเกิดช่องว่างของคาร์บอน (Carbon vacancy) นอกจากบรรยากาศอาร์กอนแล้วยังมีงานวิจัยที่ทำการศึกษาที่บรรยากาศ H_2 และ NH_3 [27, 28]

และล่าสุดมีการศึกษาเปรียบเทียบที่บรรยากาศโดย Pablo Jimenez-Calvo และคณะ [29] ทำการศึกษาผลของการสังเคราะห์กราฟิติกคาร์บอนไนโตรด โดยใช้สารตั้งต้นคือ เมลามีนกับ dicyandiamide ที่อัตราส่วนที่เท่ากัน ภายใต้การศึกษาที่บรรยากาศ อากาศ, H_2 , NH_3 , N_2 และ อาร์กอน ซึ่งจากการศึกษานี้สรุปได้ว่าบรรยากาศในการสังเคราะห์ที่แตกต่างกันส่งผลให้กราฟิติกคาร์บอนไนโตรดมีคุณสมบัติต่อประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกที่แตกต่างกัน

2.4.2. หลักการทำงานของสารโฟโตคะตะลิสต์

หลักการทำงานของสารโฟโตคะตะลิสต์ ในปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก (Photocatalytic) คือการใช้พลังงานแสงมากระตุ้นวัสดุกึ่งตัวนำที่นำมาใช้เป็นสารโฟโตคะตะลิสต์ทำให้วัสดุกึ่งตัวนำที่ถูกกระตุ้น แล้วไปทำปฏิกิริยากับสารตั้งต้นเกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีและผลสุดท้ายของปฏิกิริยาจะต้องยังคงอยู่ของสารโฟโตคะตะลิสต์สามารถอธิบายได้ดังรูปที่ 2.6 และสามารถอธิบายกลไกการทำงานของสารโฟโตคะตะลิสต์ ได้ดังรูปที่ 2.7 ซึ่งจากรูปจะอธิบายได้อย่างละเอียดโดยจะแบ่งขั้นตอนการทำงานหลักๆ เป็น 4 ขั้นตอน ดังต่อไปนี้

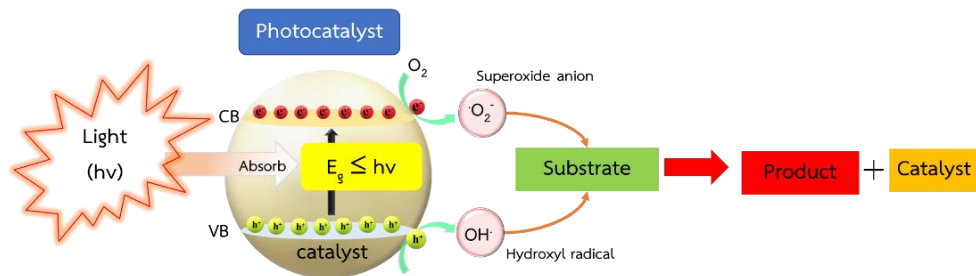
1. การเก็บเกี่ยวแสงหรือการดูดซับแสง (Light harvesting) โดยในขั้นตอนนี้สารโฟโตคะตะลิสต์จะทำการเก็บเกี่ยวแสงหรือดูดซับแสง ที่อยู่ในช่วงความยาวคลื่นตามค่าพลังงานแถบช่องว่างของวัสดุกึ่งตัวนำที่นำมาใช้เป็นสารโฟโตคะตะลิสต์ ซึ่งจะทำการเก็บเกี่ยวแสงหรือดูดซับแสงจนได้ค่าพลังงานแสงมากกว่าหรือเท่ากับค่าของแถบช่องว่างพลังงาน

2. การถูกกระตุ้นของประจุ (Charge excitation) หลังจากที่ผ่านมาขั้นตอนที่ 1 เมื่ออิเล็กตรอนที่อยู่ในแถบวาเลนซ์ได้รับพลังงานแสงที่มากพอจะเกิดการถูกกระตุ้นไปอยู่ที่แถบการนำไฟฟ้าและเกิดโฮลขึ้นที่แถบวาเลนซ์

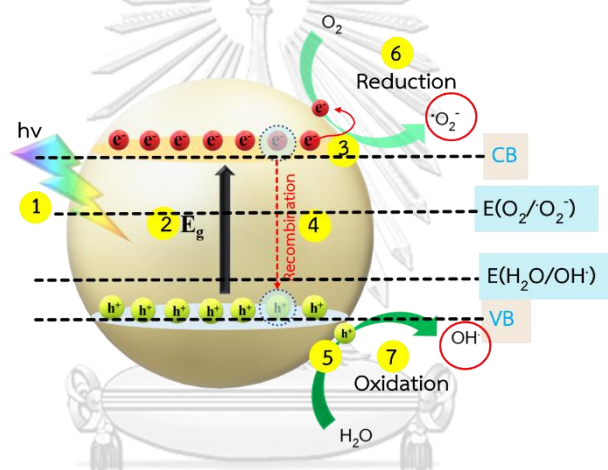
3. การเกิดการแยกออกและโอนย้ายของประจุ (Charge separation and transfer) โดยในขั้นตอนนี้จะมีการแยกออกและโอนย้ายของประจุอยู่ 3 บริเวณดังในรูปที่ 2.7 หมายเลข 3 4 และ 5 โดยที่หมายเลข 3 อิเล็กตรอนที่อยู่แถบการนำไฟฟ้าจะเคลื่อนที่โอนย้ายไปอยู่ที่บริเวณผิวของสารกึ่งตัวนำ หมายเลขที่ 4 คืออิเล็กตรอนบางส่วนเกิดการตกกลับลงมารวมกันกับโฮลหรือเรียกว่าการเกิดการรวมกัน (Recombination) ซึ่งในการนำมาใช้งานเป็นสารโฟโตคะตะลิสต์จะไม่ต้องทำให้เกิดการรวมกันเนื่องจากจะทำให้ประสิทธิภาพของสารโฟโตคะตะลิสต์ลดลงจึงมีการปรับปรุงด้วยวิธีต่าง ๆ เพื่อลดและยับยั้งการรวมกันของอิเล็กตรอนกับโฮล และหมายเลข 5 โฮลอยู่ที่แถบวาเลนซ์จะเคลื่อนที่โอนย้ายไปอยู่ที่บริเวณผิวของสารกึ่งตัวนำ

4. การเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโตรคะตะไลติกที่พื้นผิว (Surface electrocatalytic reactions) ซึ่งในขั้นตอนนี้หลังจากที่อิเล็กตรอนและโฮลเคลื่อนที่โอนย้ายไปอยู่ที่บริเวณผิว ดังในรูปที่ 2.7 แล้วจะทำปฏิกิริยาดังหมายเลข 6 กับ 7 คือที่หมายเลข 6 หลังจากอิเล็กตรอนเคลื่อนที่โอนย้ายมาที่บริเวณผิวโดยที่บริเวณผิวจะมีออกซิเจนซึ่งทำตัวเป็นตัวรับอิเล็กตรอนเข้ามาทำปฏิกิริยารีดักชันได้ผลผลิตสุดท้ายเป็นซูเปอร์ออกไซด์เรดิคัล ซึ่งสามารถย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ในน้ำได้ และที่

หมายเลข 7 เป็นปฏิกิริยาออกซิเดชัน ซึ่งเกิดขึ้นระหว่างโฮลกับน้ำและไฮดรอกไซด์ไอออน เกิดเป็นไฮดรอกซิลเรดิคัล ซึ่งเป็นตัวออกซิเดนต์ที่แรงในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาแสง สามารถย่อยสลายสารอินทรีย์ชนิดต่าง ๆ ได้



รูปที่ 2.6 แผนผังแสดงโฟโตคะตะไลติก(Photocatalytic)



รูปที่ 2.7 กลไกการทำงานของสารโฟโตคะตะไลสต์

2.4.3. การปรับปรุงคุณสมบัติสารโฟโตคะตะไลสต์ชนิดกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์

แม้ว่ากราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์จะเป็นตัวเลือกหนึ่งที่น่าสนใจนำมาใช้พัฒนาเป็นสารโฟโตคะตะไลสต์ ด้วยคุณสมบัติต่าง ๆ ความไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมและยังเป็นสารโฟโตคะตะไลสต์ที่ปราศจากโลหะ รวมทั้งมีแถบช่องว่างพลังงานที่เหมาะสมสามารถดูดกลืนช่วงแสงที่ตามองเห็นได้ แต่กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ยังมีข้อจำกัดที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก (Photocatalytic) ดังต่อไปนี้ 1.) เนื่องจากแถบช่องว่างระหว่างพลังงานที่น้อยส่งผลให้เกิดการรวมกัน (Recombination) ของประจุได้เร็ว 2.) เนื่องจากค่าพลังงานแถบช่องว่างพลังงานประมาณ 2.7 eV ทำให้สามารถดูดกลืนช่วงแสงได้ที่มีความยาวคลื่นน้อยกว่า 460 นาโนเมตร 3.) พื้นที่ผิวในการที่จะทำปฏิกิริยาน้อย 4.) ความสามารถในการเกิดออกซิเดชันปานกลาง และส่วนสุดท้าย 5.) ความสามารถในการเคลื่อนที่ของประจุที่ต่ำและเนื่องจากขอบเกรนส่งผลให้ไปขัดขวางการกระจายตัวของอิเล็กตรอน[24]

ดังนั้นจึงมีการออกแบบแนวทางเพื่อทำการปรับปรุงคุณสมบัติเหล่านี้ โดยจะแบ่งออกเป็นวิธีหลักๆได้ 7 วิธี ดังต่อไปนี้

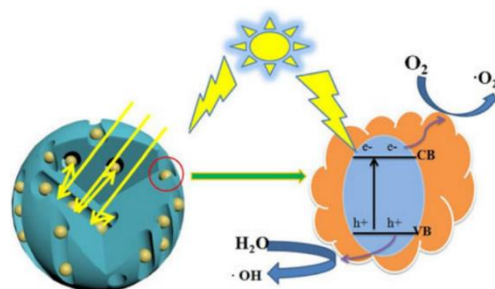
1. วิธีการปรับปรุงแถบช่องว่างระหว่างพลังงาน โดยวิธีนี้เป็นการปรับปรุงคุณสมบัติให้สามารถดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นช่วงแสงที่ตามองเห็นได้กว้างขึ้น ซึ่งเป็นการปรับปรุงโครงสร้างของผลึกโดยการเติมสารตัวเติมเข้าไปเพื่อให้เกิดข้อบกพร่อง (defect) ขึ้น โดยจะแบ่งเป็นสารตัวเติมที่ทำการเติมเข้าไปเป็น 2 ระดับคือ ระดับอะตอมการเติมสารเจือปนจำพวกไอออนบวกหรือไอออนลบ และระดับโมเลกุลเช่น สารประกอบอะโรมาติก
2. วิธีการปรับปรุงโดยการควบคุมการเกิดข้อบกพร่อง (defect) ในโครงสร้าง ซึ่งเป็นที่ยอมรับในวงกว้างว่าการที่โครงสร้างมีลักษณะโครงสร้างที่เป็นผลึกสูงจะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการแยกประจุและเพิ่มประสิทธิภาพในการเคลื่อนที่ของประจุ แต่จากงานวิจัยอื่น ๆ ได้พบว่าการเกิดช่องว่างของไนโตรเจน (Nitrogen vacancy) หรือการอยู่ในรูปของโครงสร้างอสัณฐาน (Amorphous) ก็ช่วยในการปรับปรุงคุณสมบัติทางแสงด้วยเช่นกัน
3. วิธีการปรับปรุงรูพรุน ซึ่งวิธีนี้เป็นการปรับปรุงเพื่อช่วยในการเพิ่มพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยา โดยในการปรับปรุงด้วยวิธีนี้สามารถทำได้หลายวิธีเช่น Hard templating, Soft templating (self-assembly along the structure directing agents), Self-templating (supramolecular self-assembly) และ Template-free
4. การปรับมิติ (Dimensionality tuning) เป็นการปรับปรุงโดยให้อยู่ในรูปแบบมิติต่าง ๆ เช่น Quantum dot, nanowire, nanosheets เป็นต้น โดยวิธีการนี้เป็นการควบคุมจำนวนชั้น โดยไม่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างอะตอม แต่เป็นการปรับโครงสร้างของแถบช่องว่างระหว่างพลังงาน เนื่องจาก Quantum confinement effects ซึ่งจากงานวิจัยที่ศึกษาที่ผ่านมาพบว่ากราฟิติการ์บอนไนไตรด์ที่อยู่ในรูป nanosheets ให้คุณสมบัติทางโฟโตคะตะลิสต์ที่ดีที่สุด
5. การต่อประสานระหว่างวัสดุถึงตัวนำ 2 ชนิด (Heterojunction construction)
6. การเติมสารตัวเติมเข้าไปในโครงสร้างของกราฟิติการ์บอนไนไตรด์ (Co-catalyst loading)
7. การเติมสารตัวเติมคาร์บอนระดับนาโนเข้าไปในโครงสร้างของกราฟิติการ์บอนไนไตรด์ (Nanocarbon loading)

2.4.4. เอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมสารโฟโตคะตะลิสต์ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$

เนื่องกราฟิติการ์บอนไนไตรด์มีข้อจำกัดที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพของกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง จึงได้มีการปรับปรุงคุณสมบัติได้ด้วยหลายวิธีดังที่ได้กล่าวไปในหัวข้อก่อนหน้า โดยก่อนหน้านี้ก็ได้มีงานวิจัยที่ทำการศึกษาที่ใช้ซิลิกาเพื่อปรับปรุงคุณสมบัติ ซึ่งส่วนใหญ่พบว่าการนำซิลิกามาใช้ในการปรับปรุง จะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตคะตะลิสต์ เนื่องจากพื้นที่ผิวขอ

งกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์เพิ่มขึ้นและยังช่วยยับยั้งการกลับมารวมกันของอิเล็กตรอนกับโฮลได้อีกด้วย ซึ่งงานวิจัยที่ทำการเตรียม $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ มีดังต่อไปนี้

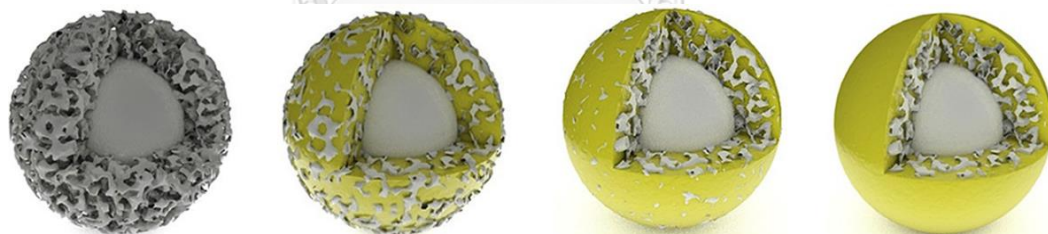
Li Peng และคณะ[30] ทำการเตรียม $\text{g-C}_3\text{N}_4/\text{SiO}_2$ โดยเป็นการศึกษาปริมาณการเติม $\text{g-C}_3\text{N}_4$ เข้าไปให้อยู่ในโครงสร้างนาโน SiO_2 ที่มีลักษณะรูพรุนขนาดกลาง (mesopore) ดังรูปที่ 2.8 ซึ่งใช้วิธีการเตรียมคือ โซล-เจล โดยในลำดับแรกจะทำการเตรียมผง $\text{g-C}_3\text{N}_4$ โดยการแคลไซด์เมลามีนที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที คงที่ 2 ชั่วโมง และลำดับถัดมาทำการนำ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ มาเตรียมเป็นสารละลายด้วยการผสมเข้ากับเอทานอลและน้ำ แล้วทำการเตรียมให้อยู่ในรูปโซลโดยการเติม tetraethyl orthosilicate (TEOS) หลังจากนั้นทำการเติมกรดไฮโดรฟลูออริกเพื่อให้อยู่ในรูปของเจล แล้วทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จะได้ผลิตภัณฑ์เป็น $\text{g-C}_3\text{N}_4/\text{SiO}_2$ ซึ่งผลจากการเตรียมด้วยวิธีการนี้จะทำให้ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ไม่เกิดการเกาะกลุ่มกันเนื่องจากมันจะแทรกเข้าไปอยู่รูพรุนของนาโน SiO_2 ส่งผลให้ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ มีพื้นที่ที่จะทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกดีขึ้น ซึ่งจากการทดลองปริมาณ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่เหมาะสมคือ 50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งการทดสอบการย่อยสลาย Rhodamine B (Rh B) ภายใต้แสงที่ตามองเห็น 550 นาโนเมตร พบว่าสามารถย่อยสลายได้ 96.42 เปอร์เซ็นต์ในเวลา 90 นาที และค่าพลังงานแถบช่องว่างลดลงเหลือ 2.66 อิเล็กตรอนโวลต์



รูปที่ 2.8 แสดงลักษณะการแทรกเข้าไปของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ในโครงสร้างของ SiO_2 จากงานวิจัยของ Li Peng และคณะ[30]

Wei Wang และคณะ[31] ทำการเตรียม $\text{g-C}_3\text{N}_4/\text{SiO}_2$ โดยการกัก $\text{g-C}_3\text{N}_4$ เข้าไปอยู่ในโครงสร้างรูพรุนในส่วนของเปลือก SiO_2 ดังรูปที่ 2.9 ซึ่งเป็นการปรับปรุงคุณสมบัติ Quantum size effect ของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ โดยเป็นการใช้แนวทางวิธีการออกแบบการปรับปรุงแบบใช้ฮาร์ดเทมเพลต ในการเตรียมทำได้โดยแบ่งเป็น 2 ขั้นตอน คือ ขั้นตอนที่ 1 ทำการเตรียมสังเคราะห์เทมเพลตของ SiO_2 ให้มีโครงสร้างที่มีรูพรุนขนาดปานกลาง (mesoporous) โดยลักษณะจะเป็นเทมเพลตที่มีแกนข้างในแต่บริเวณเปลือกรอบนอกเป็นรูพรุน ทำได้โดยการผสมเอทานอลกับน้ำแล้วทำการเตรียมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จากนั้นนำ TEOS เหมผสมเข้าอย่างรวดเร็วและทำการกวนผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ต่อมาหลังครบเวลาจะได้โซลออกมา แล้วทำการเติม TEOS และ trimethoxy (octadecyl) silane (C18TMOS) โดยการเทเข้าอย่างช้าๆ แล้วทำการปั่นกวน 3 ชั่วโมงแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียสด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ภายใต้

บรรยากาศอากาศ ก็จะได้ SiO_2 ที่เป็นผงที่มีลักษณะโครงสร้างที่มีแกนอยู่ด้วยในและบริเวณเปลือกเป็นส่วนของรูพรุน และขั้นตอนที่ 2 เป็นการสังเคราะห์ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ให้แทรกตัวเข้าไปในรูพรุนของ SiO_2 ที่เตรียมมาในขั้นตอนแรก โดยในการศึกษาของงานวิจัยนี้จะเป็นการเตรียมโดยใช้สารตั้งต้นที่เป็น ไฮยานาไมด์แบบผง และแบบที่มีความเข้มข้นที่แตกต่างกัน คือ 5 กรัมและ 10 กรัมละลายในน้ำ 10 มล. และสารตั้งต้นที่ใช้อีกชนิดคือ ยูเรีย ซึ่งในการเตรียมทำได้โดย ขั้นตอนที่ 1 ส่วนของการเตรียมโดยใช้ ไฮยานาไมด์แบบผง จะทำการนำ SiO_2 มา 1 กรัมผสมเข้ากับไฮยานาไมด์ 10 มล. ซึ่งได้มาจากการ หลอมละลาย แล้วทำการอัลตราโซนิกเพื่อให้ไฮยานาไมด์เข้าไปในรูพรุนของ SiO_2 หลังจากนั้นนำไปอบที่ อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ขั้นตอนที่ 2 การเตรียมแทรกไฮยานาไมด์ที่มีความเข้มข้นที่แตกต่างกัน จะทำเช่นเดียวกับขั้นตอนที่ 1 ในการเตรียมไฮยานาไมด์แบบผง ขั้นตอนที่ 3 การเตรียมโดยใช้สารตั้งต้นคือ ยูเรีย ก็จะมีการเตรียมเช่นเดียวกับขั้นตอนที่ 1 แต่ยูเรียที่ใช้ ใช้ในปริมาณ 10 กรัม และอบที่อุณหภูมิ 520 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ซึ่งผลการทดลองจากการเตรียม ด้วยวิธีนี้ของงานวิจัยพบว่าการใช้สารตั้งต้นและความเข้มข้นที่แตกต่างกัน ความเข้มข้นมีผลต่อการ ช่วยปรับปรุงพื้นที่ผิวจำเพาะ ความสามารถในการดูดกลืน และ Quantum size effects โดยความเข้มข้นที่เหมาะสมคือการละลายในน้ำด้วยอัตราส่วน 50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของไฮยานาไมด์ ซึ่ง พบ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ในโครงสร้างของ SiO_2 อยู่ 37.17 % และผลจากการใช้สารตั้งต้นที่ต่างกันระหว่างไฮยานาไมด์กับยูเรีย พบว่ายูเรียสามารถปรับปรุงการทำงานของโฟโตคะตะไลติกได้ดีขึ้นแม้จะพบปริมาณ พบ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ในโครงสร้างของ SiO_2 อยู่ 12.47 % ฉะนั้นในงานนี้การเตรียมด้วยวิธีนี้สามารถเพิ่ม คุณสมบัติการดูดซับ ลดการรวมตัวของประจุ และ Quantum size effects เพิ่มขึ้น รวมทั้งพื้นที่ผิว ในการทำปฏิกิริยาที่มากขึ้น



รูปที่ 2.9 แสดงลักษณะการแทรกเข้าไปของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ในโครงสร้างของ SiO_2 จากงานวิจัยของ Wei Wang และคณะ [31]

Menny Shalom และคณะ [32] ทำการเตรียมวัสดุผสม $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ โดยการนำ dicyandiamide ที่อัตราส่วนการผสมต่างๆ โดยน้ำหนักบดผสมเข้ากับผง SiO_2 เซิงพาณิชย์ที่มีขนาด 15 นาโนเมตรปริมาณ 0.5 กรัม หลังจากทำการบดผสมแล้วก็นำมาทำการแคลไซด์ที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ซึ่งผลการทดลองพบว่าการเติมผง SiO_2 ระดับนาโน เข้าไปซึ่งอยู่ในรูปของวัสดุผสมทำให้เกิดสถานะพลังงานใหม่ขึ้นในการโอนย้ายอนุภาค นอกจากนี้แล้วยังนำไปสู่การเปลี่ยนแปลงของลักษณะรูปร่างโครงสร้างของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ทำให้มีพื้นที่ผิวจำเพาะที่สูงขึ้น ซึ่งการเปลี่ยนแปลงนี้สัมพันธ์กับปริมาณของ SiO_2 โดยปริมาณที่เติม SiO_2 สูงจะส่งผลให้คุณสมบัติของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ในปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกดีขึ้น

Xiaoxing Wang และคณะ[33] การเตรียมวัสดุ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ โดยการใช้ SiO_2 ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะ $289 \text{ m}^2/\text{g}$ ที่ปริมาณต่าง ๆ ผสมกับเมลามีน แล้วทำการบดผสม 20 นาที หลังจากนั้นนำไปทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 520 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าปริมาณ SiO_2 ที่เหมาะสมคือ 14.3% โดยน้ำหนัก SiO_2 โดยการเติม SiO_2 ทำให้มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงขึ้น ลักษณะรูปร่างของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ มีลักษณะบางขึ้นเนื่องจากจำนวนชั้นที่ลดลง และยังมีประสิทธิภาพในการแยกอิเล็กตรอนและโฮลเพิ่มขึ้นซึ่งลดการเกิดการรวมกัน (Recombination) โดยการเพิ่ม SiO_2 ไม่มีอิทธิพลต่อสมบัติการดูดกลืนแสง

Qiang Hao และคณะ[34] การวัสดุกึ่งตัวนำ 2 ชนิดที่ต่อประสานกัน (heterojunction) ของ $\text{g-C}_3\text{N}_4/\text{SiO}_2$ โดยการใช้ SiO_2 กับ เมลามีนเป็นสารตั้งต้น โดยขั้นตอนการเตรียมคือนำสารแขวนลอย SiO_2 ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ผสมกับสารแขวนลอยเมลามีนที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย (0.2 กรัม/มล). ปริมาตร 10 มล. โดยใช้อัลตราโซนิกเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วนำมาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง แล้วนำผงที่ได้มาให้ความร้อน 540 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาในการเพิ่มอุณหภูมิ 135 นาที แล้วคงที่ไว้ 4 ชั่วโมงในบรรยากาศอากาศ โดยปริมาณ SiO_2 ที่เหมาะสมในการเติม คือ 5% โดยน้ำหนัก การนำ SiO_2 มาใช้เป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะให้สูงขึ้นส่งผลให้ประสิทธิภาพของโฟโตคะตะไลติกดีขึ้น นอกจากนี้แล้ว SiO_2 ช่วยในการส่งเสริมการเคลื่อนย้ายประจุเนื่องมาจากสถานะที่พื้นผิวของ SiO_2 ซึ่งจะช่วยในการแก้ปัญหาการกลับมารวมตัวของอิเล็กตรอนกับโฮล

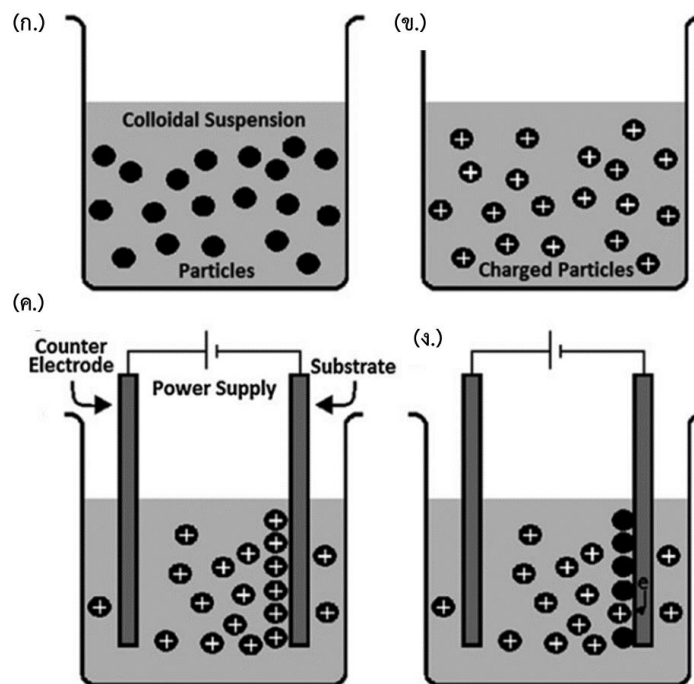
ซึ่งในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยได้มีการเตรียมซิลิกาที่มาจากเถ้าแกลบ เนื่องจากเป็นสารตั้งต้นที่หาได้ง่ายและราคาถูก มาทำการศึกษาเพื่อเตรียม $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ โดยทำการเติม SiO_2 ด้วยวิธีที่แตกต่างกัน 2 วิธีคือ การบดผสม กับ การไพโรไลซิส

2.5. การเคลือบด้วยวิธีการตกสะสมอิเล็กโทรโฟเรติก (Electrophoretic deposition, EPD)[35]

วิธีการตกสะสมอิเล็กโทรโฟเรติก เป็นเทคนิคของการเคลื่อนย้ายอนุภาคที่มีประจุที่อยู่ในสารแขวนลอย ได้โดยการใช้สนามไฟฟ้าและเกิดการตกสะสมลงไปยังพื้นผิวแผ่นรองที่อยู่ฝั่งขั้วไฟฟ้าที่มีประจุตรงข้ามกับอนุภาค โดยมีลักษณะเด่นของวิธีการเคลือบนี้คือ สามารถติดตั้งอุปกรณ์ได้ง่าย ใช้เวลาในการเคลือบที่เร็ว สามารถเคลือบลักษณะชิ้นงานที่มีความซับซ้อนได้ สามารถควบคุมความหนาของชั้นเคลือบได้

การเคลือบด้วยการตกสะสมอิเล็กโทรโฟเรติก เป็นการสะสมของอนุภาคที่มีประจุที่อยู่ในสารแขวนลอยลงบนแผ่นรองที่นำไฟฟ้า โดยแผ่นรองที่นำไฟฟ้าหนึ่งในสองที่อยู่คนละขั้วของอิเล็กโทรดที่มีประจุตรงข้ามกับอนุภาคจะเป็นฝั่งที่ถูกเคลือบ โดยในการเคลือบเป็นการใช้กระแสไฟฟ้าเพื่อสร้างสนามไฟฟ้าขึ้น โดยสามารถใช้ได้ทั้ง 2 แบบคือแหล่งกำเนิดไฟฟ้าแบบกระแสสลับและแหล่งกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรง โดยอุปกรณ์ที่ใช้ประกอบไปด้วย 1.) อิเล็กโทรด 2.) สารแขวนลอย 3.) แหล่งจ่ายไฟ โดยขั้นตอนการเคลือบด้วยวิธีนี้จะแสดงได้ดังรูปที่ 2.10 สามารถอธิบายอย่างละเอียดได้ดังนี้

- (ก.) เป็นการเตรียมอนุภาคแขวนลอยโดยจะต้องมีการกระจายตัวที่ดีและสามารถเคลื่อนที่ได้ อีสาระในตัวทำละลาย โดยของเหลวที่ใช้เป็นตัวละลายส่วนใหญ่จะใช้เป็นสารอินทรีย์ เช่น เมทานอล และมีการศึกษาก่อนหน้านี้ที่ใช้น้ำเป็นตัวกลางก็สามารถใช้ได้ แต่มีปัญหาเกี่ยวกับการเกิดฟองแก๊สขึ้นที่ผิวเคลือบ แต่สามารถแก้ไขได้ด้วยการให้แรงดันพัลส์เพิ่มเข้าไป
- (ข.) สมดุลทางเคมี (electrochemical equilibrium) ของสารละลายจะขึ้นอยู่กับประจุที่พื้นผิวของอนุภาค
- (ค.) อนุภาคที่มีประจุเคลื่อนที่ไปยังอิเล็กโทรดที่มีประจุตรงข้าม โดยอิเล็กโทรดจะมี 2 ขั้ว คือ ขั้วไฟฟ้าทำงานกับขั้วไฟฟ้าช่วย โดยอนุภาคจะไปตกสะสมที่ขั้วไฟฟ้าทำงาน ส่วนขั้วไฟฟ้าช่วยจะทำหน้าที่เป็นขั้วไฟฟ้าที่ใส่เข้าไปเพื่อให้ครบวงจรไฟฟ้า
- (ง.) แผ่นรองที่ต้องการเคลือบที่อยู่ฝั่งขั้วอิเล็กโทรดที่มีประจุตรงข้ามจะถูกปกคลุมหรือถูกเคลือบด้วยอนุภาคที่ตกสะสมอย่างหนาแน่น



รูปที่ 2.10 การเคลือบด้วยวิธี EPD ประกอบไปด้วย 4 ขั้นตอน[35]

ปัจจัยที่ส่งผลต่อการเคลือบด้วยวิธี EPD มีดังต่อไปนี้

1. ขนาดของอนุภาค โดยขนาดของอนุภาคจะต้องมีขนาดเล็ก
2. ค่าคงที่ไดโพลีทริก การนำไฟฟ้าและความหนืดของของเหลวที่นำมาใช้เป็นตัวละลายเพื่อเตรียมสารแขวนลอย จะต้องมีความสัมพันธ์คือ ค่าคงที่ไดโพลีทริกที่สูง การนำไฟฟ้าต่ำ และความหนืดของของเหลวต่ำ ซึ่งที่นิยมใช้จะเป็นเมทานอล เนื่องจากมีค่าคงที่ไดโพลีทริกที่สูง

3. ศักย์ซีต้า (Zeta poteintial) โดยศักย์ซีต้าจะเป็นตัวควบคุมความหนาแน่นในการตกตะกอน และเป็นตัวกำหนดทิศทางของอนุภาค
4. ความเข้มข้นของสารแขวนลอย โดยความเข้มข้นของสารแขวนลอยที่มีความเข้มข้นสูงจะทำให้การตกตะกอนมีความสม่ำเสมอ
5. ผลจากสนามไฟฟ้า ซึ่งปัจจัยนี้ไม่สามารถควบคุมได้เนื่องจากวิธี EPD เป็นการใช้อิทธิพลของประจุไฟฟ้าที่เราไม่สามารถที่จะควบคุมประจุนี้ได้ โดยกระแสไฟฟ้าที่เข้าไปเพื่อสร้างสนามไฟฟ้าจะไม่มีนัยสำคัญ
6. ผลจากเวลาที่ใช้ โดยอัตราการตกตะกอนจะสัมพันธ์กับเวลา โดยเวลานานก็จะมีอัตราการตกตะกอนมากขึ้น แต่เมื่อเวลาผ่านไปมากพอสมควรอัตราการตกตะกอนจะลดลงเนื่องจากการความหนาแน่นที่ไปขัดจังหวะการนำไฟฟ้า
7. ผลจากการนำไฟฟ้าของแผ่นรองหรือวัสดุที่จะนำมาใช้เคลือบ ซึ่งจะต้องนำไฟฟ้าได้ดีเนื่องจากมีผลของการเคลือบ ถ้านำไฟฟ้าต่ำลักษณะการเคลือบที่ได้จะมีความไม่สม่ำเสมอและการตกตะกอนที่ช้า

2.6. ประเภทของไส้กรองน้ำ

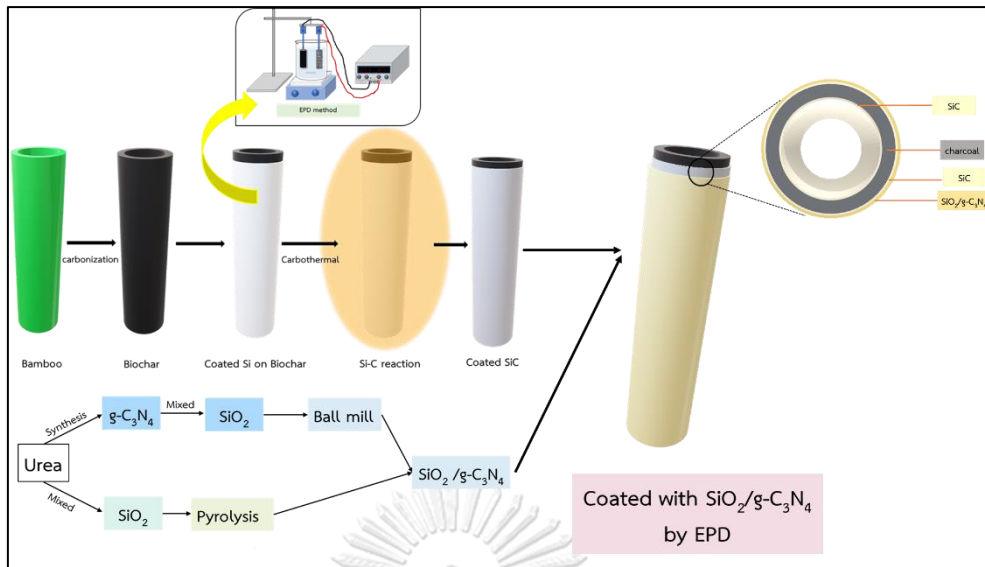
ไส้กรองน้ำในปัจจุบันมีหลายประเภท ซึ่งแต่ละประเภทจะนำไปใช้งานที่แตกต่างกัน โดยจะมีคุณสมบัติเฉพาะตัวดังต่อไปนี้

1. ไส้กรองโพลีพรพิลีน เป็นไส้กรองที่ทำมาจากเส้นใยโพลีพรพิลีน โดยสามารถกรองละเอียดได้ที่ 1-10 ไมโครเมตร ซึ่งใช้ในการกรองตะกอน ฟุ่น สิ่งสกปรก และสารแขวนลอยต่างๆ โดยมีถูกนำไปใช้เป็นไส้กรองเบื้องต้นของการกรอง โดยมีอายุการใช้งานประมาณ 3 เดือน
2. ไส้กรองคาร์บอน เป็นไส้กรองที่ทำมาจากการนำคาร์บอนมาอัดเป็นแท่ง โดยสามารถกรองน้ำได้ โดยมักจะใช้เพื่อกำจัดกลิ่น สี รส คลอรีน สารพิษต่างๆ และสารอินทรีย์ที่เจือปนมา โดยมีอายุการใช้งานประมาณ 3-6 เดือน
3. ไส้กรองเรซิน เป็นไส้กรองที่ทำมาจากเรซิน โดยคุณสมบัติไส้กรองชนิดนี้จะใช้สำหรับกรองหินปูน ลดความกระด้างในน้ำรวมทั้งการดูดซับสี จากหลักการแลกเปลี่ยนประจุ โดยอายุการใช้งานประมาณ 3-6 เดือน
4. ไส้กรองเซรามิก เป็นไส้กรองที่ทำมาจากการนำวัสดุเซรามิกมาอัดเป็นแท่ง ซึ่งทำให้สามารถกรองละเอียดได้ที่ 0.1-0.3 ไมโครเมตร มีคุณสมบัติกรองเชื้อโรคในน้ำได้ เช่น เชื้อจุลินทรีย์ และแบคทีเรียบางชนิด โดยไส้กรองชนิดนี้สามารถนำมาใช้ทำความสะอาดและนำกลับไปใช้ใหม่ได้ โดยมีอายุการใช้งานประมาณ 1 ปี
5. ไส้กรองเมมเบรนไมโครฟิลเตรชัน เป็นไส้กรองที่ทำมาจากวัสดุสังเคราะห์ โดยสามารถกรองละเอียดได้ที่ 0.1-10 ไมโครเมตร โดยมีคุณสมบัติสามารถกรองสิ่งสกปรกและสารแขวนลอยต่างๆ ได้คล้ายไส้กรองเซรามิก โดยมีอายุการใช้งานประมาณ 1 ปี

6. ใ้กรองเมมเบรนอัลตราฟิลเตรชัน เป็นใ้กรองที่ทำมาจากวัสดุสังเคราะห์ โดยสามารถกรองละเอียดได้ที่ 0.01-0.03 ไมโครเมตร โดยมีคุณสมบัติสามารถกรองแบคทีเรียได้ โดยมีอายุการใช้งานประมาณ 1 ปี
7. ใ้กรองออสโมซิสผันกลับ เป็นใ้กรองที่ทำมาจากวัสดุสังเคราะห์ โดยสามารถกรองละเอียดได้ที่ 0.0001 ไมโครเมตร ซึ่งเป็นใ้กรองประเภทที่กรองได้ละเอียดที่สุด โดยมีคุณสมบัติสามารถเชื้อไวรัส แบคทีเรีย และน้ำเค็มให้เป็นน้ำดื่มได้ จึงเป็นใ้กรองที่อุดตันได้ง่ายและจำเป็นต้องมีปั้มน้ำเพิ่มเพื่อใ้อัดน้ำใ้ผ่านใ้กรอง โดยมีอายุการใช้งานประมาณ 1-1.5 ปี

2.7 กรอบแนวคิดการวิจัย

จากการศึกษาทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้องข้างต้น ทำให้ผู้วิจัยเกิดแนวคิดที่จะเตรียมใ้กรองน้ำจากวัสดุธรรมชาติ โดยเริ่มจากการนำไม้ไผ่มาเผาเป็นถ่านและใ้คงรูปร่างของปล้องไม้ไผ่ไว้ด้วยกระบวนการคาร์บอนเซชัน หลังจากนั้นเตรียมผงสัณฐานซิลิกาจากเกล็ดด้วยการเผาในบรรยากาศปกติ นำผงซิลิกามาเคลือบที่ผิวถ่านด้วยวิธี EPD แล้วนำไปสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์และซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์โดยอาศัยคาร์บอนจากถ่านและจากการสลายตัวของสารอินทรีย์ในไม้ไผ่ที่หลงเหลือในถ่าน จากนั้นเตรียมสารโพโตคะตะลิสต์ชนิด $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ สังเคราะห์กราฟิติกคาร์บอนไนโตรดจากสารตั้งต้นคือยูเรีย โดยในการเตรียม $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ทำการเติมซิลิกาที่มีขนาด 10 ไมโครเมตรด้วย 2 วิธี คือ การผสมระหว่างซิลิกากับ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ แล้วนำไปบดผสม เพื่อศึกษาลักษณะการเติมด้วยวิธีแบบเชิงกลส่งผลใ้เกิดการปรับปรุงโครงสร้างคุณสมบัติของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ได้หรือไม่ และวิธีที่ 2 คือการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส คงที่ 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ซึ่งก่อนหน้าใ้ได้มีงานวิจัยใ้ใช้การเติมด้วยวิธีนี้แต่ใ้เป็นการใ้ซิลิกานาโน [32] การเติมผง SiO_2 ระดับนาโนเข้าไปซึ่งอยู่ในรูปของวัสดุผสมทำให้เกิดสถานะพลังงานใหม่ขึ้นในการโอนย้ายอนุภาค นอกจากนี้ใ้ยังนำไปสู่การเปลี่ยนแปลงของลักษณะรูปร่างโครงสร้างของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ทำให้มีพื้นที่ผิวจำเพาะที่สูงขึ้น ซึ่งการเปลี่ยนแปลงนี้สัมพันธ์กับปริมาณของ SiO_2 โดยปริมาณที่เติม SiO_2 สูงจะส่งผลใ้คุณสมบัติของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ในปฏิกิริยาโพโตคะตะลิสต์ดีขึ้น ดังนั้นในงานนี้จึงศึกษาการเติมซิลิกาที่มีขนาด 10 ไมโครเมตรหรือมีขนาดใหญ่ขึ้น หลังจากนั้นทำการเปรียบเทียบผลจากการศึกษาการเติมซิลิกาทั้ง 2 วิธี แล้วเลือกชนิดที่เตรียมแล้วใ้ผลทางปฏิกิริยาโพโตคะตะลิสต์ที่ดีที่สุดนำไปเคลือบผิวใ้กรองด้วยวิธี EPD อีกหนึ่งรอบ แล้วทดสอบการทำงานของใ้กรอง เพื่อใ้งานวิจัยครบทั้งกระบวนการ คือ เตรียมสังเคราะห์วัสดุ ประกอบวัสดุหลายชนิดใ้การใช้งาน จนกระทั่งทดสอบการใช้งานเบื้องต้น สามารถอธิบายใ้ได้ดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 แผนผังแสดงกรอบแนวคิดวิจัย

บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

ในบทนี้จะเป็นการแสดงถึงรายละเอียดของวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง วิธีการทดลองซึ่งจะทำการแบ่งวิธีการทดลองเป็น 6 หัวข้อ และในส่วนสุดท้ายจะเป็นรายละเอียดการเตรียมชิ้นงานในการทดสอบคุณสมบัติด้วยเครื่องมือต่าง ๆ

3.1. รายละเอียดของวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง

วัตถุดิบหลักที่ใช้ในการทดลอง คือ ไม้ไผ่ แกลบ ยูเรีย และ เมทานอล ซึ่งแสดงรายละเอียดข้อมูลตามตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงรายละเอียดข้อมูลและบริษัทผลิตของวัตถุดิบที่ใช้

วัตถุดิบ	รายละเอียดข้อมูล	บริษัทผลิต
ไม้ไผ่	ชื่อวิทยาศาสตร์: <i>Bambusa nana</i> Roxb. ชื่อสามัญ: Hedge bamboo ชื่อทั่วไป: ไผ่เลี้ยงบ้าน ไผ่เลี้ยงหวาน ไผ่ เชียงใหม่ ไผ่สร้างไพร เพ็ก วงศ์: POACEAE	จ. นครพนม
แกลบ	แกลบข้าวเจ้า-ขาว	จุลไหมไทย จำกัด จ.เพชรบูรณ์
ยูเรีย (NH_2CONH_2)	ความบริสุทธิ์ (Assay) 99.0-100.5%, สี ขาว, จุดหลอมเหลว 132-135 °C, น้ำหนัก โมเลกุล 60.06 กรัมต่อโมล	Kemaus
เมทานอล	สูตรเคมี : CH_3OH , ความบริสุทธิ์ (Assay) 99.9%, จุดเดือด 64-65 °C, น้ำหนัก โมเลกุล 32.042 กรัมต่อโมล	Supelco

3.2. วิธีการทดลอง

สำหรับงานวิจัยนี้จะแบ่งวิธีการทดลองออกเป็นหัวข้อหลักได้ทั้งหมด 6 หัวข้อ ดังต่อไปนี้

- 3.2.1. การเตรียมไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ด้วยกระบวนการคาร์บอนไอเซชัน
- 3.2.2. การเตรียมซิลิกาจากการเผาแคลไซน์แกลบ
- 3.2.3. การสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน
- 3.2.4. การเตรียมสารโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์
- 3.2.5. การเคลือบไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์แล้ว ด้วยสารโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ ด้วยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟรีติก (EPD)

3.2.6. วิเคราะห์สมบัติเฉพาะของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ และโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนโตรด์ ซึ่งแต่ละหัวข้อมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.2.1. การเตรียมไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ ด้วยกระบวนการคาร์บอนเซชัน

เตรียมไม้ไผ่ชนิดไผ่เลี้ยง (*Bambusa nana* Roxb.) โดยทำการตัดเป็นท่อนให้มีขนาดความยาวประมาณ 10 เซนติเมตร แล้วนำมาเผาคาร์บอนเซชันด้วยเตาประดิษฐ์ขึ้นโดยใช้เชื้อเพลิงให้ความร้อนจากภายนอกที่อุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียส คงที่ไว้เป็นเวลา 3-4 ชั่วโมง และหลังจากนั้นปล่อยให้อุณหภูมิลดลงจนเป็นอุณหภูมิห้อง แล้วนำมาเผาคาร์บอนเซชันซ้ำโดยใช้เตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส โดยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที คงที่ไว้ 1 ชั่วโมง และหลังจากนั้นปล่อยให้อุณหภูมิลดลงจนเป็นอุณหภูมิห้อง และทำการวิเคราะห์สมบัติโครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM) วิเคราะห์รูพรุนด้วยเครื่อง Mercury intrusion porosimeter (MIP) และทดสอบสมบัติทางกล เช่น การทดสอบความแข็งแรง (flexural strength) ด้วยเครื่อง Universal Testing Machine (UTM) โดยทดสอบแบบ Three-point flexural คำนวณค่าร้อยละของน้ำหนักที่หายไปตั้งสมการที่ 1 และค่าร้อยละการหดตัวตั้งสมการที่ 2 สามารถอธิบายขั้นตอนการเตรียมได้ดังแผนผังการดำเนินงานดังรูปที่ 3.1

$$\% \text{ Weight loss} = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

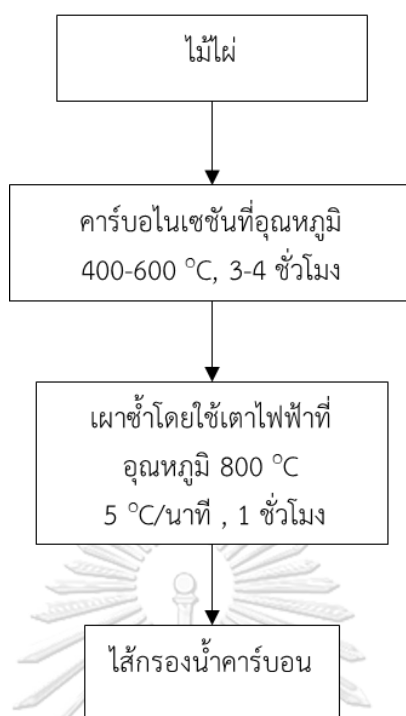
โดย

$$\begin{aligned} \% \text{ Weight loss} &= \text{ร้อยละของน้ำหนักที่หายไป} \\ W_1 &= \text{น้ำหนักก่อน} \\ W_2 &= \text{น้ำหนักหลัง} \end{aligned}$$

$$\% \text{ Shrinkage} = \frac{I_1 - I_2}{I_1} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

โดย

$$\begin{aligned} \% \text{ Shrinkage} &= \text{ร้อยละของการหดตัว} \\ I_1 &= \text{ความยาวก่อน} \\ I_2 &= \text{ความยาวหลัง} \end{aligned}$$



รูปที่ 3.1 แผนผังแสดงกระบวนการเตรียมไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่

3.2.2. การเตรียมซึลิกาจากการเผาแคลไซน์แกลบ

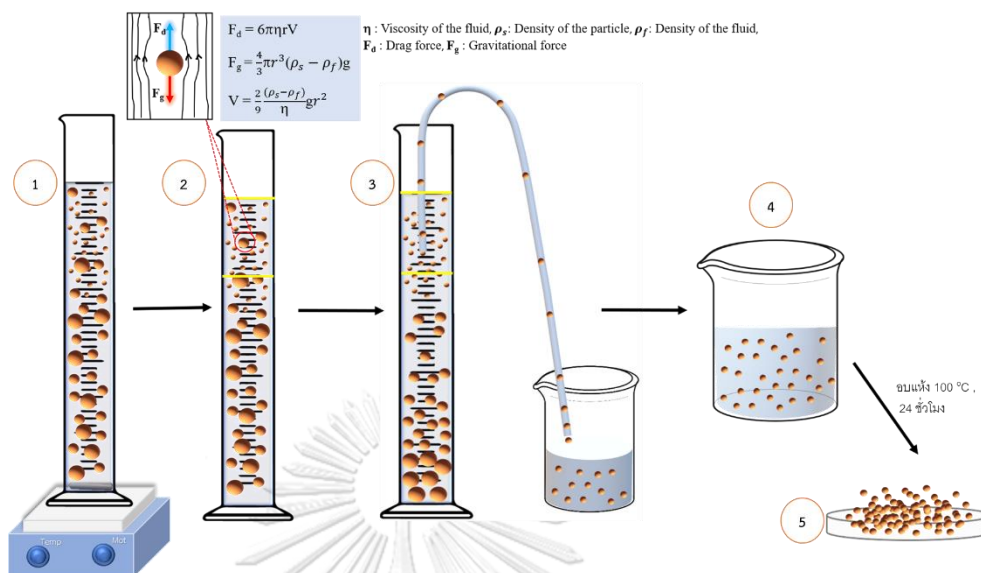
นำแกลบซึ่งเป็นแกลบข้าวเจ้า-ข้าวมาใช้เตรียมเป็นแหล่งซึลิกา โดยเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง แล้วนำมาบดด้วยโกร่งบดสารและผ่านตะแกรงร่อนขนาด 325 mesh แล้วนำแกลบหลังผ่านตะแกรงร่อนขนาด 325 mesh มาบดเพิ่มจากนั้นคัดอนุภาคให้มีขนาดประมาณ 10 ไมโครเมตรด้วยวิธีอาศัยการตกตะกอนเนื่องจากแรงโน้มถ่วงของโลก ดังรูปที่ 3.2 โดยการคำนวณความเร็วที่ใช้ในการตกตะกอนของอนุภาคที่มีขนาด 10 ไมโครเมตร ตามสมการกฎของสโตกส์ (Stoke's Law) ดังสมการที่ 3 แล้วทำการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD) และหาปริมาณธาตุองค์ประกอบด้วยเครื่อง X-ray fluorescence (XRF)

สมการกฎของสโตกส์ (Stoke's Law)

$$V = \frac{2}{9} \frac{(\rho_s - \rho_f)}{\eta} \times gr^2 \dots \dots \dots (3)$$

โดย

- V = ความเร็ว (m/s²)
 ρ_s = ความหนาแน่นของสาร (kg/m³)
 ρ_f = ความหนาแน่นของน้ำ (kg/m³)
 g = ความเร่งโน้มถ่วงของโลก (m/s²)
 η = ความหนืดของของเหลว (kg·m⁻¹·s⁻¹)
 r = รัศมีของอนุภาคของผงตัวอย่าง (m)



รูปที่ 3.2 แสดงวิธีการคัดอนุภาคให้มีขนาดประมาณ 10 ไมโครเมตร ด้วยวิธีอาศัยการตกตะกอน เนื่องจากแรงโน้มถ่วงของโลก

จากรูปที่ 3.2 สามารถอธิบายวิธีการคัดขนาดอนุภาคของแก้วกลบที่ทำการบดเพิ่มหลังผ่านตะแกรงร้อนให้มีขนาดประมาณ 10 ไมโครเมตรด้วยวิธีอาศัยการตกตะกอนเนื่องจากแรงโน้มถ่วงของโลก ซึ่งแบ่งเป็น 5 ขั้นตอนคือ

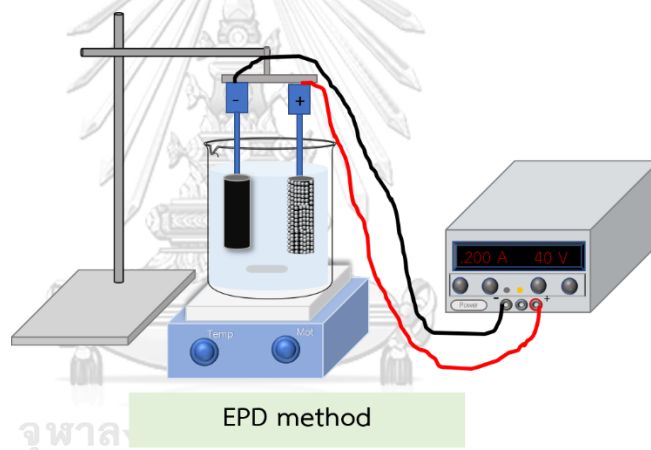
1. นำแก้วกลบที่ทำการบดเพิ่มหลังผ่านตะแกรงร้อนแล้วจำนวน 30 กรัมมาใส่ลงในกระบอกตวงขนาด 1000 มล. และเติมน้ำกลั่นลงไปให้เต็ม แล้วนำไปปั่นจนเป็นเวลา 30 นาที
2. ทำการกำหนดระยะในการเคลื่อนที่ตกของตะกอน โดยกำหนดให้ 10 ซม. แล้วนำไปคำนวณหาเวลาที่ใช้ในการตกตะกอนจากความสัมพันธ์ของความเร็ว เวลา และระยะทาง ซึ่งความเร็วคำนวณได้ดังสมการที่ 3 เมื่อคำนวณแล้วก็ทำการจับเวลาตามที่คำนวณได้
3. หลังครบกำหนดเวลา นำสารแขวนลอยแก้วกลบออกจากกระบอกตวงใส่ลงในปิ๊กเกอร์ขนาด 250 มล.
4. นำสารแขวนลอยแก้วกลบในปิ๊กเกอร์ ไปทำการอบไว้ที่ตู้อบอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
5. ได้แก้วกลบผ่านการอบแห้งแล้วที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 10 ไมครอน แล้วนำมาทำการวิเคราะห์คุณสมบัติ

3.2.3. การสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน

ในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ให้เกิดที่บริเวณผิวของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟโดยใช้สารตั้งต้นคือคาร์บอนที่มีแหล่งมาจากไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟ และซิลิกาจากแก้วกลบ ซึ่งในการทดลองนี้จะแบ่งเป็น 2 ขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. การเคลือบไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟด้วยสารแขวนลอยซิลิกาจากเถ้าแกลบ ด้วยกระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโฟเรติก (Electrophoretic deposition, EPD)

เตรียมสารแขวนลอยซิลิกาที่มีขนาด 10 ไมโครเมตร ให้มีความเข้มข้นร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก โดยใช้เมทานอลเป็นตัวกระจายสาร ปั่นกวนตลอดเวลาขณะทำการเคลือบเพื่อไม่ให้สารแขวนลอยตกตะกอน นำไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟมาเตรียมการเคลือบด้วยกระบวนการ EPD ดังรูปที่ 3.3 โดยสามารถอธิบายขั้นตอนการติดตั้งวัสดุที่จะทำการเคลือบด้วยกระบวนการนี้คือ นำวัสดุที่จะทำการเคลือบชนิดเดียวกันขนาดไม้ที่ขั้วบวกและลบ โดยวัสดุที่ต้องการเคลือบจะติดไว้ที่ฝั่งขั้วบวก และในการติดวัสดุที่จะทำการเคลือบต้องติดให้วัสดุสามารถได้รับกระแสไฟฟ้าอย่างทั่วถึง โดยในการติดวัสดุที่ขั้วนำไฟฟ้าจะต้องติดสูง 3/5 หรือ 1/2 ของความยาววัสดุ แล้วพันเทปที่ปลายด้านบนสุดเพื่อป้องกันวัสดุหลุดออกจากขั้วนำไฟฟ้า ทำการศึกษาความต่างศักย์ไฟฟ้าและเวลาที่ใช้ในการเคลือบที่เหมาะสม แล้วนำไปอบให้แห้งด้วยอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากกระบวนการจะได้ดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.3 การเคลือบไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟด้วยซิลิกาจากเถ้าแกลบด้วยกระบวนการตกสะสมอิเล็กโทรโฟเรติก



ก่อนเคลือบ

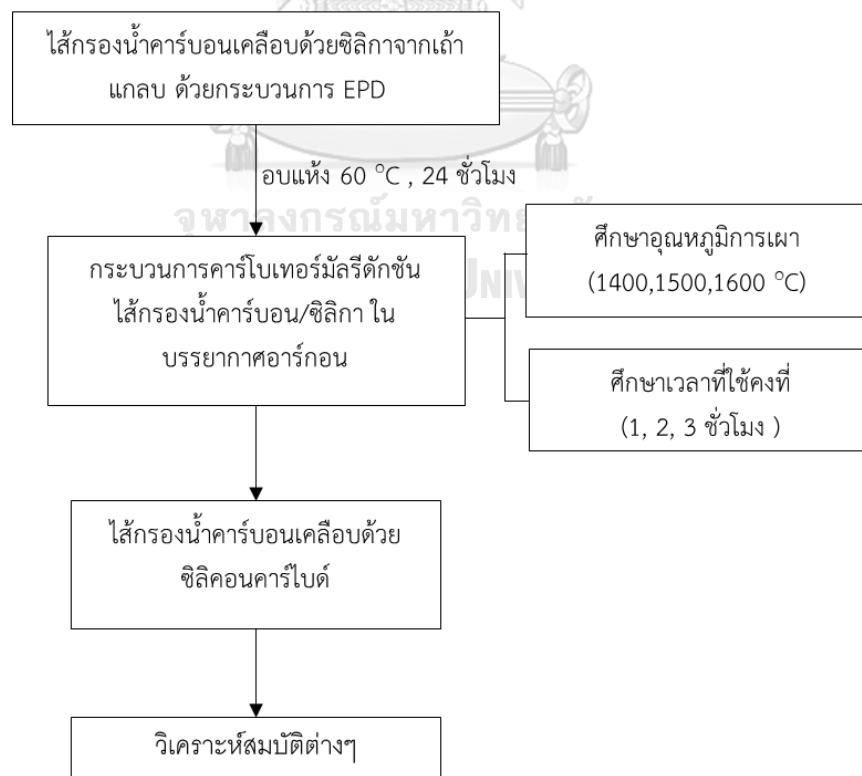


หลังเคลือบ

รูปที่ 3.4 ลักษณะของถ่านก่อนเคลือบและหลังเคลือบด้วยวิธี EPD

2. การสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันของซิลิกาจากถ้ำแกลบ

จากรูปที่ 3.5 แสดงแผนผังกระบวนการศึกษาการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ซึ่งสามารถอธิบายการทดลองอย่างละเอียดดังต่อไปนี้ นำใส่กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟที่เคลือบด้วยซิลิกาจากขั้นตอนที่ 1 มาสังเคราะห์เป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เคลือบบริเวณผิวของใส่กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟโดยผ่านกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน 3 อุณหภูมิ คือ 1400, 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที คงที่ไว้ 1 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน และศึกษาเวลาที่ใช้ในการคงที่ในกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันที่ 1, 2 และ 3 ชั่วโมงที่อุณหภูมิที่สังเคราะห์ที่ดีที่สุด ในบรรยากาศอาร์กอน โดยใช้เตาควบคุมบรรยากาศรุ่น High-Multi 5000 FV PHP-R-5FRET-25 ดังรูปที่ 3.6 แล้วทำการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง XRD วิเคราะห์รูปพรุนด้วยเครื่อง MIP องค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่อง Energy dispersive spectrometer (EDS) และทดสอบสมบัติทางกล เช่น การทดสอบความแข็งแรง (flexural strength) ด้วยเครื่อง Universal Testing Machine (UTM) โดยทดสอบแบบ Three-point flexural



รูปที่ 3.5 แผนผังการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน



รูปที่ 3.6 เตาควบคุมบรรยากาศสุญญากาศ High-Multi 5000 FV PHP-R-5FRET-25

3.2.4. การเตรียมสารโพโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติการ์บอนไนไตรด์

ในการเตรียมสารโพโตคะตะลิสต์ ทำการทดลองโดยแบ่งขั้นตอนการทดลองเป็น 2 ขั้นตอนหลัก ดังต่อไปนี้

ขั้นตอนที่ 1 เป็นการสังเคราะห์สารโพโตคะตะลิสต์กราฟิติการ์บอนไนไตรด์ ซึ่งจะศึกษาอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในไพโรไลซิส

ขั้นตอนที่ 2 เป็นการเตรียมสารโพโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติการ์บอนไนไตรด์ โดยทำการศึกษาวิธีการเติมซิลิกาด้วย 2 วิธี คือ

วิธีที่ 1 บดผสม (Ball Mill) แบบเปียกโดยใช้น้ำระหว่างกราฟิติการ์บอนไนไตรด์ ($g-C_3N_4$) กับซิลิกาจากถ้ำเกลบ

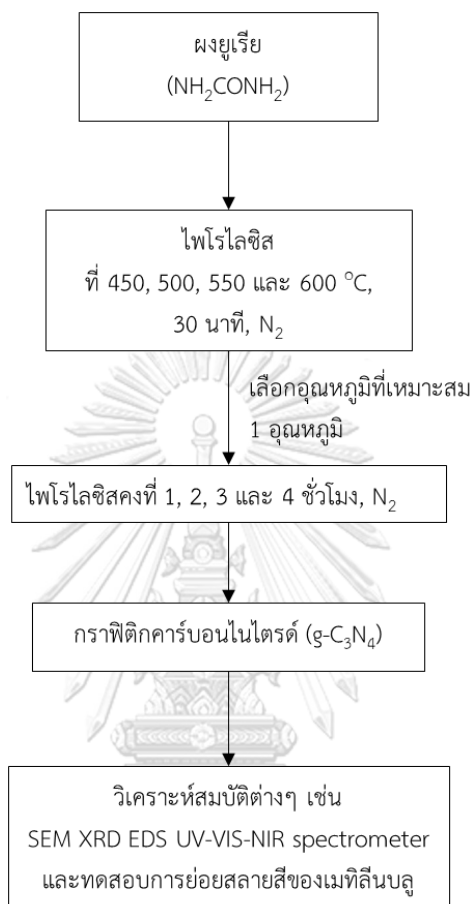
วิธีที่ 2 ผสมยูเรียกับซิลิกาจากถ้ำเกลบแล้วทำการไพโรไลซิส

ดังรายละเอียดต่อไปนี้

1. ขั้นตอนการสังเคราะห์สารโพโตคะตะลิสต์กราฟิติการ์บอนไนไตรด์ ($g-C_3N_4$)

นำผงยูเรียที่เป็นสารตั้งต้นมาชั่งน้ำหนัก 20 กรัม แล้วใส่ลงในบ้ำหลอมอะลูมินาที่มีฝาปิด ทำการไพโรไลซิส โดยศึกษาการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 450, 500, 550 และ 600 องศาเซลเซียส คงที่เป็นเวลา 30 นาที โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนและอับอากาศ โดยใช้เตาไฟฟ้า เลือกอุณหภูมิและบรรยากาศในการไพโรไลซิสที่ดีที่สุด 1 สภาวะ แล้วทำการศึกษาเวลาที่ใช้คงที่ 30 นาที, 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง เลือกการไพโรไลซิสที่เวลาคงที่ที่ดีที่สุด นำมาวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง XRD องค์ประกอบทางเคมี ด้วยเครื่อง EDS วัดค่าการสะท้อนและดูดกลืนแสงด้วย UV-VIS-NIR spectrometer และทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงโดยการทดสอบการย่อยสลายสีของ

เมทิลีนบลู ภายใต้แสงที่ตามองเห็น สามารถอธิบายขั้นตอนการสังเคราะห์สารโฟโตคะตะลิสต์ กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์นี้ได้ตามแผนผังการดำเนินงานดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 แผนผังการสังเคราะห์สารโฟโตคะตะลิสต์กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์

2. ขั้นตอนการเตรียมสารโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ (SiO₂/ g-C₃N₄)

ศึกษาวิธีการเติมซิลิกาด้วย 2 วิธี คือวิธีที่ 1 บดผสม (ball mill) แบบเปียกโดยใช้น้ำระหว่างกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ (g-C₃N₄) กับซิลิกาจากเถ้าแกลบ และวิธีที่ 2 ผสมยูเรียกับ ซิลิกาจากเถ้าแกลบแล้วทำการไพโรไลซิส

วิธีที่ 1 บดผสม (ball mill) แบบเปียกโดยใช้น้ำ

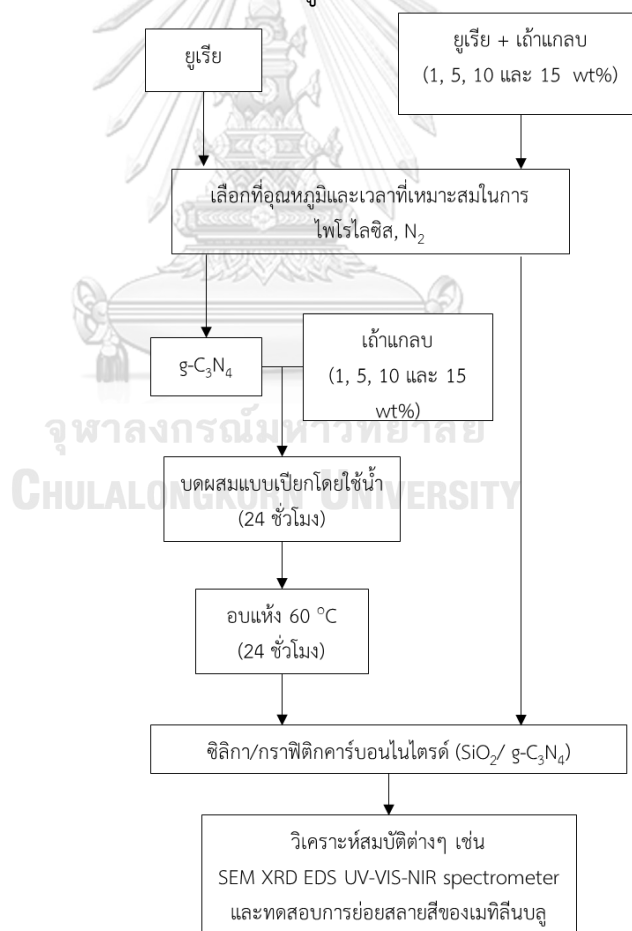
เลือกกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ (g-C₃N₄) ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิและเวลาคงที่มีคุณสมบัติการย่อยสลายสารอินทรีย์ที่ดีที่สุดปริมาณ 1 กรัมผสมกับซิลิกาจากเถ้าแกลบโดยใช้ปริมาณซิลิกาคือร้อยละ 1, 5, 10 และ 15 โดยน้ำหนัก แล้วใส่ลงไปในขวดพลาสติกปริมาตร 20 มล. พร้อมทั้งใส่ลูกบดเซอร์โคเนียขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร

จำนวน 7 ลูก แล้วทำการเติมน้ำกลั่นลงไปจนเต็ม นำไปบดผสมด้วยเครื่องบดผสมเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำมาอบแห้งด้วยอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

วิธีที่ 2 ผสมยูเรียกับซิลิกาจากเถ้าแกลบแล้วทำการไพโรไลซิส

การผสมระหว่างยูเรียและซิลิกาจากเถ้าแกลบโดยใช้ปริมาณยูเรีย 20 กรัมและปริมาณซิลิกาคือร้อยละ 1, 5, 10 และ 15 โดยน้ำหนัก ผสมโดยใช้โกร่งบดสารผสมให้สารทั้ง 2 เข้ากัน แล้วนำไปใส่ในเบ้าหลอมอะลูมินาที่มีฝาปิด ทำการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิและเวลาดังที่เดียวกันกับกราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ ($g-C_3N_4$) ที่เลือกใช้ในวิธีที่ 1

วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง XRD องค์ประกอบทางเคมี ด้วยเครื่อง EDS วัดค่าการสะท้อนและดูดกลืนแสงด้วย UV-VIS-NIR spectrometer และทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงโดยการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู ภายใต้แสงที่ตามองเห็นของสารโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ที่เตรียมได้จาก 2 วิธีนี้ และสามารถอธิบายขั้นตอนเตรียมสารโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์นี้ได้ตามแผนผังการดำเนินงานดังรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.8 แผนผังการดำเนินงานในการสังเคราะห์การเตรียมสารโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์

3.2.5. การเคลือบไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์แล้วด้วยสารโพโตคะตะลิสต์ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ด้วยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟริติก (EPD) เลือกสารโพโตคะตะลิสต์ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่มีคุณสมบัติการย่อยสลายสารอินทรีย์ที่ดีที่สุด(ผลจากการทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงโดยการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู) มาทำการเตรียมเป็นสารแขวนลอย ด้วยการนำมากระจายสารโดยใช้เมทานอล ให้มีความเข้มข้นของสารโพโตคะตะลิสต์ที่ทำการเลือกเข้มข้นร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก แล้วปั่นจนตลอดเวลาเพื่อไม่ให้ตกตะกอน นำสารแขวนลอยที่เตรียมมาเคลือบที่ผิวของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ชั้นนอกสุดด้วยกระบวนการ EPD ดังรูปที่ 3.3 ทำการศึกษาความต่างศักย์ไฟฟ้าและเวลาที่ใช้ในการเคลือบที่เหมาะสม เมื่อทำการเคลือบชิ้นงานเสร็จนำไปอบให้แห้งด้วยอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ซึ่งจะได้ชิ้นงานดังในรูปที่ 3.9



ก่อนเคลือบ

หลังเคลือบ

รูปที่ 3.9 ลักษณะของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์แล้วก่อนเคลือบและหลังเคลือบสารโพโตคะตะลิสต์ด้วยวิธี EPD

3.2.6. วิเคราะห์สมบัติเฉพาะของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และโพโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรต์

- วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM
- ทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียของไส้กรองน้ำ
- การทดสอบอัตราการไหลของน้ำที่ผ่านการกรอง (mL/min) ต่อแรงดันน้ำ (psi)
- การทดสอบความดันตกคร่อม (Pressure Drop)
- การทดสอบสมบัติการดูดซับ และการย่อยสลายสีย้อมเมทิลีนบลู

ในการทดสอบการกรองน้ำเบื้องต้นของไส้กรองที่ทำการเตรียมขึ้น โดยทำการทดสอบวัดอัตราการไหลของน้ำที่ผ่านการกรอง (mL/min) ต่อแรงดันน้ำ (psi) และการทดสอบความดันตกคร่อม (Pressure Drop) โดยขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. นำไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และโพโตคะตะลิสต์ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ มาประกอบเข้ากับอุปกรณ์โดยปิดส่วนปลาย 1 ฝั่งและอีกฝั่งสำหรับต่ออุปกรณ์กับเครื่องกรองน้ำที่ประกอบขึ้น
2. นำอุปกรณ์สำหรับประกอบเครื่องกรองน้ำเพื่อทดสอบไส้กรองน้ำที่เตรียมขึ้นมาประกอบเข้ากับไส้กรองน้ำจากขั้นตอนที่ 1
3. ทำการทดสอบวัดอัตราการไหลของน้ำที่ผ่านการกรอง (mL/min) ต่อแรงดันน้ำ (psi) และการทดสอบความดันตกคร่อม (Pressure Drop) โดยปล่อยน้ำให้ไหลผ่านไส้กรองด้วยความดัน 48 psi หรือ 0.33 เมกะพาสคัล(แรงดันน้ำประปา) แล้วทำการบันทึกข้อมูลปริมาณน้ำที่ถูกกรองออกมาต่อเวลาและวัดแรงดันตกคร่อมขณะน้ำไหลผ่านไส้กรองน้ำ

3.3. การทดสอบวิเคราะห์คุณสมบัติ

วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง XRD องค์ประกอบทางเคมี ด้วยเครื่อง EDS และ XRF วัดค่าการสะท้อนและดูดกลืนแสงด้วย UV-VIS-NIR spectrometer รูพรุนด้วย MIP พื้นที่ผิวเฉพาะ BET ทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงโดยการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู และทดสอบความแข็งแรงด้วยวิธี Three-point flexural

3.3.1. การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค

ศึกษาลักษณะ รูปร่าง ประมาณขนาดของรูพรุนของตัวอย่างที่ทำการทดลอง โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) รุ่น JSM-6304F ผลิตโดย JEOL ประเทศ ญี่ปุ่น ซึ่งการเตรียมตัวอย่างแต่ละรูปแบบเพื่อนำไปวิเคราะห์จะทำการเตรียมที่แตกต่างกันตามรูปแบบของตัวอย่างดังต่อไปนี้

1. ตัวอย่างที่เป็นรูปแบบของชิ้นงาน ซึ่งในงานวิจัยจะทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง คือ

- 1.1. ไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ เพื่อศึกษาดูลักษณะรูปร่าง และขนาดของรูพรุนตามยาวของไส้กรอง
 - 1.2. ไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ เพื่อศึกษาลักษณะรูปร่างขนาดของรูพรุนตามยาว และลักษณะการเคลือบของซิลิคอนคาร์ไบด์
 - 1.3. ไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และโพโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติคาร์บอนไนไตรด์ เพื่อศึกษาลักษณะการเคลือบของกราฟิติคาร์บอนไนไตรด์
- โดยในการทำการเตรียมตัวอย่างในรูปแบบชิ้นงาน ที่มีลักษณะขนาดใหญ่และเป็นทรงกระบอกแบบไส้กรองที่วิจัย จะทำได้โดย นำไส้กรองไปตัดผ่าซีกในแนวตามยาวให้มีความบางประมาณ 2 มม. แล้วนำไปตัดให้สั้นลงให้มีขนาดประมาณ 5 มม. แล้วนำชิ้นงานมาติดกับ

แท่นติดชิ้นงาน โดยใช้เทปคาร์บอนเป็นตัวติด แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM ซึ่งชิ้นงานในงานวิจัยนี้ นำไฟฟ้าได้จึงไม่จำเป็นต้องทำการเคลือบผิวด้วยทอง

2. ตัวอย่างที่เป็นรูปแบบผง ซึ่งในงานวิจัยจะทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง คือ

- 2.1. ซิลิกาจากถ้ำกลบ เพื่อศึกษาคุณลักษณะรูปร่างและขนาดอนุภาคของผง
- 2.2. กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ เพื่อศึกษาคุณลักษณะ รูปร่างของผงที่ผ่านการสังเคราะห์ที่สภาวะต่างๆ

โดยในการทำการเตรียมตัวอย่างในรูปแบบผง จะทำได้โดยทำการติดเทปคาร์บอนลงบนแท่นรองแล้วโรยผงตัวอย่าง ซึ่งจะต้องทำให้ผงตัวอย่างกระจายตัวและไม่ให้หนาโดยการใช้ลูกยางเป่า แล้วนำไปเคลือบผิวด้วยทองเพื่อให้สามารถนำไฟฟ้าได้ แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วย SEM

3.3.2. การวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมี

ในงานวิจัยนี้ทำการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่าง ได้ดังต่อไปนี้

Energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) ซึ่งเครื่องนี้จะติดตั้งเชื่อมต่อกับเครื่อง SEM โดยตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์คือ ใส์กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ และ กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ ซึ่งทำการเตรียมตัวอย่างในลักษณะเดียวกับการวิเคราะห์ SEM

การวิเคราะห์โดยวิธีเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray Fluorescence, XRF) ซึ่งเป็นเทคนิคการวิเคราะห์ชนิดของธาตุและปริมาณธาตุในสารตัวอย่าง โดยใช้รังสียิงเข้าไปชนกับอิเล็กตรอนในวงโคจร จึงทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกจากวงโคจร ส่งผลให้อิเล็กตรอนที่มีพลังงานอยู่ที่ชั้นสูงกว่าวิ่งกลับเข้ามาแทนที่ ซึ่งการลงมาที่ชั้นพลังงานต่ำกว่าจะคายพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอกซ์ ซึ่งธาตุแต่ละตัวจะมีพลังงานจำเพาะ ทำให้รังสีเอกซ์ที่วัดได้มีค่าพลังงานที่ต่างกันจึงแยกชนิดของธาตุได้ ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้นำเทคนิคนี้มาใช้ในการวิเคราะห์องค์ประกอบของถ้ำกลบและปริมาณซิลิกาที่อยู่ในถ้ำกลบ โดยในการเตรียมตัวอย่างทำได้ 2 รูปแบบ คือ การหลอม (fusion method) ซึ่งรูปแบบนี้เป็นการหลอมให้เป็นแก้วโดยการนำสารตัวอย่างผสมกับฟลักซ์ แล้วนำไปหลอมที่อุณหภูมิสูงแล้วปล่อยให้เย็นตัวจะได้ชิ้นงานตัวอย่างออกมาในรูปของแก้วแล้วนำไปวิเคราะห์ และรูปแบบการอัดให้เป็นเม็ด (pressed powder) ซึ่งเป็นรูปแบบที่เราใช้ในการวิเคราะห์ คือ การอัดให้เป็นเม็ด (pellet) โดยการนำผงถ้ำกลบที่ทำการบดละเอียดแล้วนำไปอัดเป็นเม็ดด้วยเครื่องอัด จากนั้นนำเม็ดชิ้นงานที่ได้มาวางที่ Kapton holder เพื่อนำไปวิเคราะห์

3.3.3. การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและเฟส

ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึก วิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD) รุ่น XRD 6000 ผลิตจากบริษัท Shimadzu Corporation โดยใช้รังสีชนิด $\text{Cu K}\alpha_2$ ที่มีความยาวคลื่น 1.54 นาโนเมตร โดยในการวิเคราะห์นี้เป็นการใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยการยิงรังสีเอกซ์เข้าไปที่ชิ้นงานทำให้เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีและสะท้อนออกมาที่มุมต่างๆ โดยการสะท้อนของรังสีที่ออกมาจะมีวัดวัดสัญญาณเป็นตัวรับข้อมูลซึ่งองค์ประกอบและโครงสร้างของสารแต่ละชนิดจะมีมุมที่แตกต่างกันเฉพาะตัวขึ้นอยู่กับองค์ประกอบรูปร่างและลักษณะผลึก โดยสามารถเตรียมตัวอย่างได้ดังต่อไปนี้

1. ตัวอย่างที่เป็นรูปแบบของชิ้นงาน ซึ่งในงานวิจัยจะทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง คือ

ไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ เพื่อดูลักษณะโครงสร้างผลึกและเฟสของซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เกิดขึ้นบนผิวของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟ โดยในการทำการเตรียมตัวอย่างในรูปแบบชิ้นงาน ที่มีลักษณะขนาดใหญ่และเป็นทรงกระบอกแบบไส้กรองที่วิจัย จะทำได้โดย นำไส้กรองไปตัดผ่าซีกในแนวตามยาว แล้วนำชิ้นงานมาติดกับแผ่นรองโดยให้ผิวของไส้กรองอยู่ในระนาบเดียวกับขอบแผ่นรองแล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD

2. ตัวอย่างที่เป็นรูปแบบผง ซึ่งในงานวิจัยจะทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง คือ

ผงถ่านแกลบ และ กราฟิติกคาร์บอนไนโตรด ซึ่งเตรียมตัวอย่างได้ โดยการนำผงตัวอย่างใส่ลงไปในแผ่นรอง (sample holder) แล้วทำการอัดให้แน่น โดยให้ผงที่ทำการอัดเข้าไปจะต้องอยู่ระนาบเดียวกันกับขอบของแผ่นรอง

3.3.4. การวิเคราะห์ขนาดของรูพรุน

ในการวิเคราะห์ขนาดรูพรุนและการกระจายตัวของขนาดรูพรุน (pore size distribution) ด้วยเครื่อง Mercury intrusion porosimeter (MIP) เป็นการนำหลักการ capillary action โดยใช้ปรอท เนื่องจากปรอทมีแรงตึงผิวที่สูง และคุณสมบัติของปรอทเป็นสารที่มีคุณสมบัติคลุ่มผิว (wet) และไม่สามารถแทรกตัวเข้าไปในรูพรุนได้เอง แต่ต้องใช้แรงดันช่วยอัดเข้าไปให้ปรอทเข้าไปในรูพรุน โดยแรงดันที่ต้องใช้จะขึ้นอยู่กับมุมสัมผัส (contact angle) และแรงตึงผิว ซึ่งความสัมพันธ์ของปรอทกับรูพรุนที่เกิดการสัมผัสกัน จะทำให้เกิดแรงต้านของปรอทที่เข้าไปในรูพรุนและแรงดันจากภายนอกที่ทำการอัดปรอทเข้าไป ซึ่งสามารถอธิบายได้ด้วย สมการของ Washburn ดังสมการที่ 4

แรงต้านของปรอทที่เข้าไปในรูพรุน = แรงดันจากภายนอกที่ทำการอัดปรอทเข้าไป

$$-\pi D \gamma \cos \theta = \frac{\pi D^2 P}{4}$$

$$D = \frac{-4 \gamma \cos \theta}{P} \dots \dots \dots (4)$$

โดย

- D = เส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน
 γ = แรงตึงผิว
 θ = มุมสัมผัส
P = ความดันที่ใช้อัดปรอทเข้าไปในรูพรุน

ตัวอย่างในงานวิจัยนี้ที่ทำการวิเคราะห์รูพรุนด้วยวิธีนี้ คือ ใส่กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ กับ ใส่กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ ซึ่งชิ้นงานที่มีลักษณะขนาดใหญ่และเป็นทรงกระบอกแบบใส่กรองที่วิจัย จะทำได้โดย นำใส่กรองไปตัดผ่าซีกในแนวตามยาวแล้วตัดให้สั้น หลังจากนั้นนำชิ้นงานไปวิเคราะห์ผล

3.3.5. การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ

ในการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะของกราฟิติกคาร์บอนไนไตรต์ สามารถวิเคราะห์ BET ได้ด้วยการใช้เครื่อง Quantachrome instruments รุ่น 3.10 โดยวิเคราะห์ด้วยการใช้แก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ซึ่งวิธีการเตรียมตัวอย่างสามารถเตรียมได้ดังต่อไปนี้

นำตัวอย่างสารที่จะทำการวิเคราะห์ไปชั่งน้ำหนัก แล้วใส่ลงไปในหลอดที่ใช้ใส่ตัวอย่าง (sample tube) แล้วทำการประกอบเข้ากับ Sample port จากนั้นทำการไล่แก๊สและความชื้นออก (degas) ด้วยความร้อน จะทำให้มีสภาพสุญญากาศ หลังอุณหภูมิลดลงจะทำการปล่อยแก๊สไนโตรเจนผ่านเข้าไปในหลอดที่ใช้ใส่ตัวอย่าง เพื่อให้ตัวอย่างดูดซับแก๊สซึ่งทำให้ความดันภายในหลอดจนและรอวัดความดันสุดท้ายที่ไม่ลดลงแล้วหรือคงที่ ทำการบันทึกค่าเพื่อหาค่าความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) โดย P คือความดันคงที่สุดท้าย P_0 ความดันเริ่มต้น หลังจากความดันภายในคงที่จะทำการปล่อยแก๊สไนโตรเจนเข้ามาอีกรอบและทำการบันทึกค่าเริ่มต้นความดันและความดันสุดท้ายคือความดันที่คงที่ แล้วทำการวิเคราะห์ผล BET หาพื้นที่ผิวจำเพาะของกราฟิติกคาร์บอนไนไตรต์ที่การสังเคราะห์สภาวะต่างๆ

3.3.6. การวิเคราะห์ชนิดของประจุที่ผิวของอนุภาค

ในการวิเคราะห์หาชนิดประจุของสารโพลีโตะคะตะลิสต์ชนิดกราฟิติกคาร์บอนไนไตรต์ และเถ้าแกลบเพื่อใช้ในการเคลือบในกระบวนการ EPD โดยใช้ศักย์ซีต้า (Zeta potential) เป็นการวัดค่าศักย์ไฟฟ้าที่พื้นผิวของอนุภาคที่อยู่ในรูปสารแขวนลอยด์ ซึ่งในการหาศักย์ซีต้า จะอาศัยการศึกษาจากอิเล็กโทรโฟรีซิส (Electrophoresis) ซึ่งเป็นการศึกษาการเคลื่อนที่ของอนุภาคที่มีประจุในสนามไฟฟ้า โดยอาศัยการใช้อิเล็กโทรด 2 ขั้ว แล้วทำการให้ศักย์ไฟฟ้าเพื่อให้เกิดสนามไฟฟ้าขึ้น เมื่อสารแขวนลอยด์ที่อยู่ในน้ำมีอนุภาคที่ผิวเป็นลบ ก็จะทำให้อนุภาคของสารเคลื่อนที่ไปที่ฝั่งขั้วบวกของอิเล็กโทรด หรืออนุภาคจะเคลื่อนที่ไปยังขั้วอิเล็กโทรดที่ตรงข้ามกับประจุ โดยในการเคลื่อนที่ของอนุภาคจะประกอบด้วย 3 แรงคือ แรงที่พยายามเคลื่อนที่เข้าหาอิเล็กโทรด แรงจากไฟฟ้าสถิต และแรงตรงข้ามคือแรงเสียดทาน

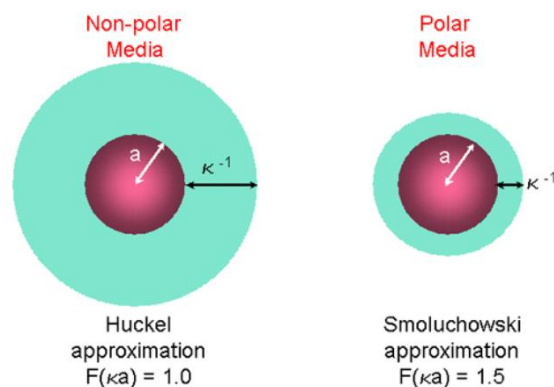
เนื่องจากความหนืดของของเหลว ซึ่งเมื่อแรงทั้งสองฝั่งสมดุลกันจะทำให้อนุภาคเคลื่อนที่ด้วยความเร็วคงที่ ซึ่งปัจจัยที่ส่งผลต่อความเร็วของอนุภาคคือ สนามไฟฟ้า ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของตัวกลาง ความหนืดของของเหลวและศักย์ซีต้า สามารถอธิบายความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ซีต้า กับค่าความสามารถในการเคลื่อนที่ของอิเล็กโทรเฟติก (electrophoretic mobility) ได้โดยใช้สมการของเฮนรี (Henry equation) ดังสมการที่ 5

$$U_E = \frac{2\varepsilon z}{3\eta} \times f(ka) \dots \dots \dots (5)$$

โดย

- U_E = ค่าความสามารถในการเคลื่อนที่ของอิเล็กโทรเฟติก (electrophoretic mobility)
 ε = ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (dielectric constant)
 z = ศักย์ซีต้า (Zeta potential)
 η = ความหนืด (Viscosity)
 $f(ka)$ = Henry's function

จาก $f(ka)$ สามารถอธิบายได้ว่าหน่วยของ k จะใช้เป็นความยาวของ Debye ซึ่งเป็นความยาวส่วนกลับ ดังนั้น k^{-1} จะใช้วัดเป็นความหนาของชั้น electrical double และ a แทนเป็นรัศมีของอนุภาค ดังนั้น ka คืออัตราส่วนของรัศมีของอนุภาคต่อความหนาของชั้น electrical double ซึ่งในค่า $f(ka)$ จะประมาณค่าได้โดยใช้แบบจำลองในการหาค่าได้ 2 รูปแบบดังรูปที่ 3.10 โดยรูปแบบจำลองที่ 1 คือ Smoluchowski ซึ่งเหมาะกับกับอนุภาคขนาดใหญ่กว่า 0.2 ไมโครเมตร และกระจายในอิเล็กโทรไลต์เช่น น้ำ หรือ อิเล็กโทรไลต์ที่มีความเข้มข้นปานกลาง ซึ่งค่าประมาณ $f(ka)$ เท่ากับ 1.5 รูปแบบจำลองที่ 2 คือ Huckel ซึ่งเหมาะกับอนุภาคขนาดเล็ก และกระจายในอิเล็กโทรไลต์ที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกต่ำ เช่น non-aqueous ซึ่งค่าประมาณ $f(ka)$ เท่ากับ 1



รูปที่ 3.10 แบบจำลองของ Huckel และ Smoluchowski [36]

3.3.7. การวิเคราะห์วัดการดูดกลืนแสง (absorbance)

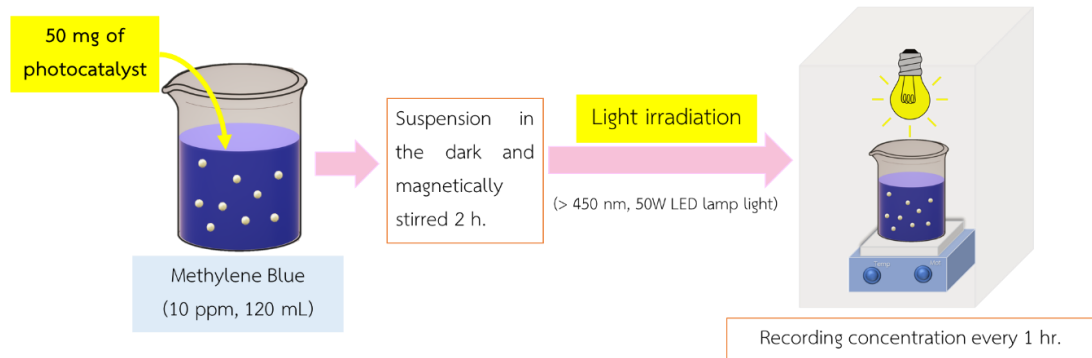
ในการวิเคราะห์การดูดกลืนแสง (absorbance) ของสารโพโตคะตะลิสต์ดังรูปที่ 3.11 โดยใช้เครื่องมือ UV-Vis-NIR spectrometer (Avalight-DH-S version 1.3, AvaSpec-ULS2048L, AVANTES, Netherland) เป็นเครื่องที่สามารถวัดแสงได้ในช่วง UV จนถึง NIR คือ 300 – 1100 นาโนเมตร ซึ่งในการวิเคราะห์จะเป็นการตรวจวัดค่าความเข้มแสง ปริมาณแสงและค่า intensity จากการทะลุผ่าน และการสะท้อนออกของวัสดุตัวอย่าง หลักการวัดของเครื่องคือ การฉายแสงที่มีความเข้มข้นที่สม่ำเสมอเป็นแหล่งกำเนิดแสงไปที่วัสดุตัวอย่างที่จะทำการวัด ซึ่งเมื่อได้รับแสงจะเกิดการดูดกลืนแสงเข้าไปทำให้อิเล็กตรอนเมื่อได้รับพลังงานจะถูกกระตุ้นให้ไปอยู่ในระดับชั้นพลังงานที่สูงขึ้น แล้วเกิดการคายพลังงานออกมาเพื่อให้กลับมาอยู่ในระดับพลังงานที่เหมาะสม ซึ่งพลังงานที่อิเล็กตรอนคายออกมาเพื่อกลับมาอยู่ชั้นพลังงานที่เหมาะสมจะอยู่ในรูปความยาวคลื่นต่างๆ โดยเครื่องจะตรวจวัดช่วงของพลังงานเหล่านี้ เพื่อทำการวัดปริมาณของแสงที่เกิดจากการทะลุผ่านและการสะท้อนออกของวัสดุตัวอย่าง แล้วนำมาเทียบกับแสงจากแหล่งกำเนิดที่มีความยาวคลื่นค่าต่าง ๆ ตามกฎของ Beer-Lambert



รูปที่ 3.11 เครื่องมือ UV-Vis-NIR spectrometer

3.3.8. การทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงด้วยการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู

นำสารโพโตคะตะลิสต์ 0.05 กรัม ผสมลงในเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้น 10 ppm ปริมาตร 120 มิลลิลิตร จากนั้นปั่นกวนในที่มืดเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แบ่งสารไว้ 10 มิลลิลิตร เก็บในที่มืด แล้วนำส่วนที่เหลือไปฉายแสงที่ตามองเห็น (ด้วยหลอดแอลอีดี ความสว่าง 5,500 ลูเมน 110 ลูเมนต่อวัตต์ หรือขนาด 50 วัตต์) ฉายแสง 7 ชั่วโมง และวัดค่าดูดกลืนแสงของสารทุก ๆ 1 ชั่วโมง ดังในรูปที่ 3.12



รูปที่ 3.12 การเตรียมการทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงด้วยการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู

คำนวณร้อยละความเข้มข้นที่เปลี่ยนแปลงหลังฉายแสงได้โดยใช้สมการที่ 6

$$\% \text{ Degradation} = \frac{C_0 - C}{C_0} \times 100 \dots \dots \dots (6)$$

โดยกำหนดให้ C_0 คือความเข้มข้นเริ่มต้นของเมทิลีนบลู และ C คือความเข้มข้นที่เวลาต่างๆ หลังฉายแสง

3.3.9. การทดสอบความแข็งแรง

ในการวิเคราะห์ความแข็งแรงของชิ้นงานได้แก่ ใส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ และใส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ โดยในการทำการเตรียมการทดสอบความแข็งแรงของตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นชิ้นงานที่มีลักษณะขนาดใหญ่ และเป็นทรงกระบอกแบบใส้กรองที่วิจัยจะทำได้ดังแสดงในรูปที่ 3.13 โดยนำใส้กรองไปตัดผ่าซีกในแนวตามยาวให้มีความหนาประมาณ 5 มม. ยาว 80 มม. แล้วทำการทดสอบความแข็งแรง (flexural strength) ด้วยเครื่อง universal testing machine รุ่น 2100 ยี่ห้อ Instron ดังรูปที่ 3.14 ทดสอบด้วยวิธี Three-point flexural ซึ่งในการทดสอบความแข็งแรงนี้เป็นการทดสอบความทนต่อแรงดัดโค้ง โดยฐานที่รองรับตัวอย่าง ยาว 40.8 มม. กำหนดอัตราเร็วของหัวกด 0.5 มม.ต่อนาที สามารถนำมาคำนวณหาค่าความแข็งแรงได้จากสมการที่ 7

$$\sigma = \frac{3PL}{2wt^2} \dots \dots \dots (7)$$

โดย

σ = ความทนต่อแรงดัดโค้ง (เมกะพาสคัล)

- P = ค่าแรงสูงสุดที่ทำให้ชิ้นงานหัก (นิวตัน)
 L = ระยะห่างของฐานรองรับด้านล่าง (มิลลิเมตร)
 w = ความกว้างของชิ้นงาน (มิลลิเมตร)
 t = ความหนาของชิ้นงาน (มิลลิเมตร)



รูปที่ 3.13 การเตรียมตัวอย่างชิ้นงานของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟในการวิเคราะห์ความแข็งแรงของชิ้นงาน



รูปที่ 3.14 เครื่อง universal testing machine รุ่น 2100 ยี่ห้อ Instron

บทที่ 4

ผลการทดลอง

4.1. การเตรียมไม้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ ด้วยกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน

ไม้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่

ไม้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เตรียมโดยนำไม้ไผ่แห้งขนาดความยาวประมาณ 10 เซนติเมตร มาเผาให้กลายเป็นถ่านด้วยกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน หลังจากนั้นนำไม้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่มาวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM) วิเคราะห์รูพรุนด้วยเครื่อง Mercury intrusion porosimeter (MIP) และทดสอบสมบัติทางกล เช่น การทดสอบความแข็งแรง (flexural strength) ด้วยเครื่อง Universal Testing Machine (UTM) โดยทดสอบแบบ Three-point flexural

4.1.1. สมบัติทางกายภาพของไม้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่

จากการทดลองเผาคาร์บอนไนเซชันไม้ไผ่ที่อุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียส คงที่ไว้เป็นเวลา 3-4 ชั่วโมง ในเตาประดิษฐ์ขึ้นโดยใช้เชื้อเพลิงให้ความร้อนจากภายนอกและนำมาเผาคาร์บอนไนเซชันซ้ำโดยใช้เตาไฟฟ้า ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส โดยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อ นาที คงที่ไว้ 1 ชั่วโมง ได้เป็นไม้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ดังรูปที่ 4.1 แล้วมาวิเคราะห์ร้อยละน้ำหนักที่หายไปโดยใช้สมการที่ 1 และร้อยละการหดตัวโดยใช้สมการที่ 2 จะได้ค่าดังรายละเอียดในตารางที่ 4.1



(ก.)



(ข.)

รูปที่ 4.1 ไม้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เผาคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ (ก.) 400-600 องศาเซลเซียส และ(ข.) 800 องศาเซลเซียส

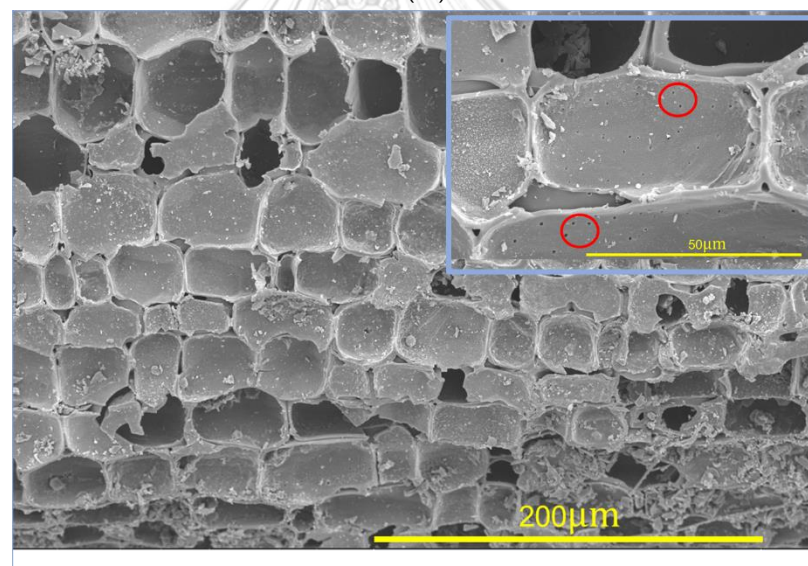
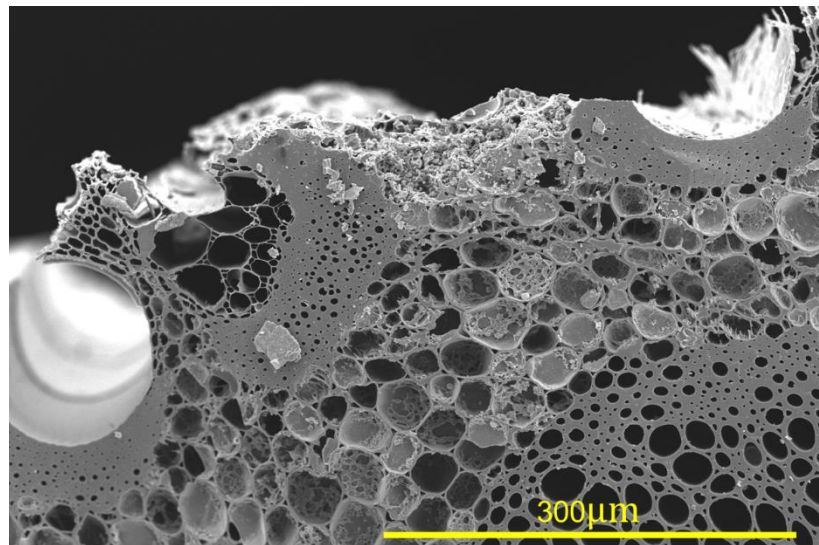
ตารางที่ 4.1 สมบัติทางกายภาพของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่

สมบัติ	อุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียส	อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส
น้ำหนักที่หายไป (ร้อยละ)	80.95	20.52
การหดตัวด้านกว้าง (ร้อยละ)	-	24.56
การหดตัวด้านยาว (ร้อยละ)	-	15.27

จากตารางที่ 4.1 ร้อยละน้ำหนักที่หายไปของไม้ไผ่แห้งนำมาคาร์บอนในเซชันที่อุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียส คงที่ไว้เป็นเวลา 3-4 ชั่วโมง คือเท่ากับร้อยละ 80.95 เนื่องจากไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่ได้จากกระบวนการนี้ เมื่อนำไปวัดค่าการนำไฟฟ้าเบื้องต้น พบว่ายังไม่เกิดการนำไฟฟ้าซึ่งเกิดจากการที่ทำการเผาด้วยอุณหภูมิที่สูงไม่เพียงพอและความร้อนไม่สม่ำเสมอหรือเวลาในการคงที่อุณหภูมิที่น้อยเกินไป ส่งผลมาจากการควบคุมความร้อนได้ยากเนื่องจากลักษณะของเตาที่ใช้เผา จึงต้องนำมาทำการคาร์บอนในเซชันซ้ำที่ 800 องศาเซลเซียส คงที่ไว้ 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่มาวัดค่าการนำไฟฟ้าเบื้องต้น พบว่าสามารถนำไฟฟ้าได้ และร้อยละน้ำหนักที่หายไปของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่อุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียส มาเพิ่มการคาร์บอนในเซชันที่ 800 องศาเซลเซียส พบว่ามีร้อยละน้ำหนักที่หายไปเท่ากับ 20.52 ร้อยละการหดตัวด้านกว้างเท่ากับ 24.56 และร้อยละการหดตัวด้านยาวเท่ากับ 15.27 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการเผาในครั้งแรกที่อุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียสยังไม่เกิดเป็นถ่านที่สมบูรณ์จึงยังไม่นำไฟฟ้า เนื่องจากในการเคลือบซิลิกาด้วยวิธี EPD ลงบนไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่นั้น ชิ้นงานที่จะนำไปเคลือบด้วยวิธีนี้จะต้องมีการนำไฟฟ้าได้ ดังนั้นในการเตรียมไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ ในขั้นตอนนี้จะต้องทำการตรวจสอบคุณสมบัติการนำไฟฟ้าก่อนที่จะนำไปเตรียมเคลือบซิลิกาด้วยวิธี EPD ต่อไป

4.1.2. ผลการวิเคราะห์สมบัติโครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM) ของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่

จากรูปที่ 4.2 แสดงโครงสร้างจุลภาคของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ หลังทำการคาร์บอนในเซชันที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส คงที่ไว้ 1 ชั่วโมง ซึ่งจากในรูปที่ 4.2 (ก.) เป็นโครงสร้างจุลภาคในแนวรัศมี พบว่าลักษณะของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่มีขนาดของรูพรุนที่ประกอบไปด้วยหลายขนาดกระจายตัวสลับกันไปตามโครงสร้างท่อลำเลียงน้ำและอาหารของไม้ไผ่ ส่วนบริเวณที่วงกลมสีแดงในรูปที่ 4.2 (ข.) แสดงถึงลักษณะของรูพรุนของโครงสร้างท่อลำเลียงน้ำและอาหารของไม้ไผ่ในแนวตามยาว ที่มีลักษณะประกอบไปด้วยรูพรุนขนาดเล็กๆ ที่กระจายตัวอย่างไม่สม่ำเสมอในช่องว่างภายในเซลล์ ซึ่งเรียกรูพรุนขนาดเล็กๆเหล่านี้ว่า พิต (Pits) ซึ่งทำหน้าที่ติดต่อกันของช่องว่างภายในเซลล์ ดังนั้นในการกรองน้ำสามารถกรองผ่านได้ 2 ทางคือ ทางด้านแนวรัศมีและทางด้านแนวยาว โดยในทางด้านแนวยาวจะต้องใช้ปั๊มแรงดันเพิ่มเนื่องจากรูพรุนในด้านนี้มีขนาดเล็กมากๆ



(ข.)

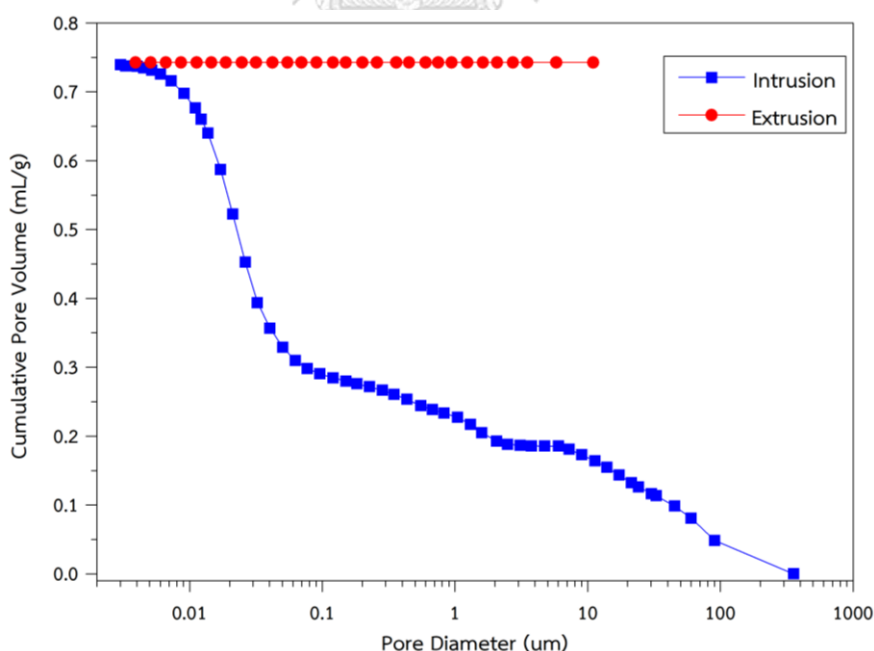
รูปที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์ SEM ของการเผาคาร์บอนในเซชันไมไฟท์อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส

(ก.) แนวรัศมี (ข.) แนวยาว

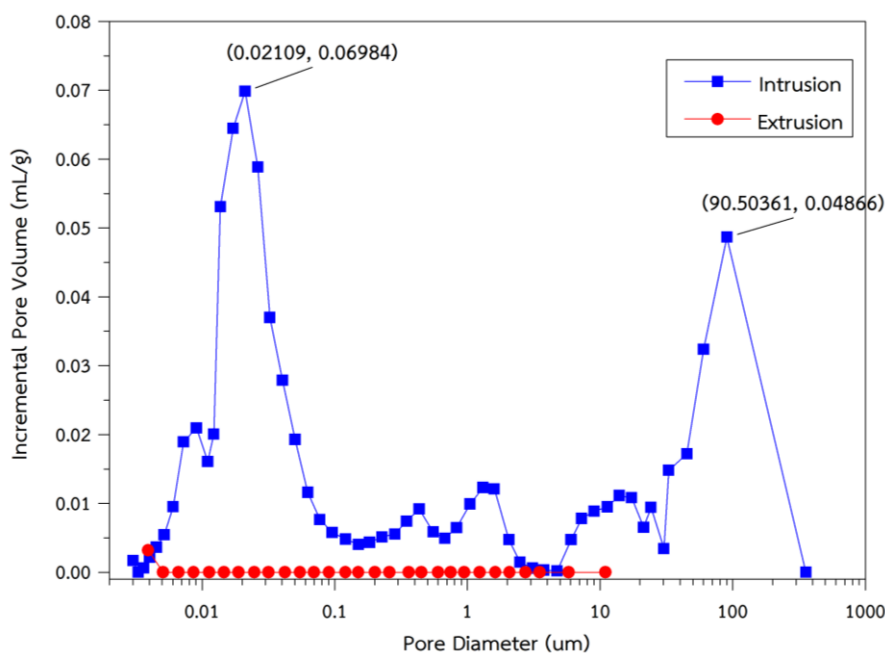
4.1.3. ผลการวิเคราะห์รูพรุนด้วยเครื่อง Mercury intrusion porosimeter (MIP) ของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่

จากรูปที่ 4.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างการสะสมของปริมาตรพรอทในรูพรุน (Cumulative pore volume) กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่หลังทำการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส คงที่ไว้ 1 ชั่วโมง ซึ่งแสดงถึงรูปแบบทางกายภาพภายในไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ ดังนี้ จากกราฟเส้นสีน้ำเงินแสดงถึงการสะสมของปริมาตรพรอทในรูพรุนที่เพิ่มขึ้นเมื่อรูพรุนมีขนาดเล็กลงหลังทำการเพิ่มแรงดัน ซึ่งแสดงว่าขนาดของรูพรุนมีขนาดเล็กมากกว่าขนาดใหญ่ และกราฟเส้นสีแดงแสดงถึงหลังทำการลดแรงดัน จะเห็นว่าปริมาตรพรอทที่สะสมในรูพรุนไม่ลดลงซึ่งแสดงถึงลักษณะของรูพรุนด้านในมีลักษณะเป็นโพรง

จากรูปที่ 4.4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างการเพิ่มขึ้นของปริมาตรรูพรุน (Incremental pore volume) กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ ซึ่งจากกราฟจะเห็นว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนประกอบไปด้วยหลายขนาดตั้งแต่ 0.01 ถึง 400 ไมโครเมตร โดยส่วนใหญ่มีขนาดอยู่ในช่วง 0.01 ถึง 0.1 ไมโครเมตร และจุดยอดที่เด่นชัด 2 จุดคือรูพรุนขนาด 0.02109 ไมโครเมตรที่การเพิ่มขึ้นของปริมาตรรูพรุนสูงที่สุดเท่ากับ 0.06984 มล./กรัม และรองลงมาคือรูพรุนขนาด 90.50361 ไมโครเมตรที่การเพิ่มขึ้นของปริมาตรรูพรุนเท่ากับ 0.04866 มล./กรัม



รูปที่ 4.3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการสะสมของปริมาตรพรอทในรูพรุน (Cumulative pore volume) กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่



รูปที่ 4.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการเพิ่มขึ้นของปริมาตรรูพรุน (Incremental pore volume) กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่

4.1.4. ผลการทดสอบสมบัติทางกลด้านความแข็งแรง (flexural strength) ของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่

จากผลการทดสอบความแข็งแรงของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ ที่เตรียมที่อุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียสและที่เตรียมโดยการเผาซึ่งที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส โดยการทดสอบความทนต่อแรงดัดโค้งด้วยวิธี Three-point flexural พบว่าค่าความแข็งแรงของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ลดลงหลังทำการเผาซึ่งที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ซึ่งผลของค่าการทดสอบสรุปดังตารางที่ 4.2 การลดลงของความแข็งแรงของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่หลังทำการเผาซึ่งเกิดมาจากการที่มีการสลายตัวของเซลลูโลส ลิกนิน เฮมิเซลลูโลสและการเกิดเป็นถ่านที่สมบูรณ์มากขึ้น เนื่องจากการเผาที่อุณหภูมิที่สูงสม่ำเสมอ และเวลาที่เพียงพอสำหรับการสลายตัวจากการใช้เตาไฟฟ้าที่ควบคุมอุณหภูมิ หลังจากการสลายตัวจะมีการสร้างขึ้นใหม่ของโครงสร้างคาร์บอน ส่วนการเตรียมการเผาที่อุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียสมีค่าความแข็งแรงสูง แต่จากการวัดค่าการนำไฟฟ้าเบื้องต้นพบยังไม่นำไฟฟ้า ซึ่งแสดงว่าเป็นถ่านที่ยังไม่สมบูรณ์ ค่าความแข็งแรงจึงสูงเนื่องจากมีความเหนียวของเนื้อไม้

ตารางที่ 4.2 สมบัติทางกลของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่ทำการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิต่างกัน

ตัวอย่างไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่	ค่าความแข็งแรง (เมกะพาสคัล)
เตรียมที่อุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียส	42.28
เตรียมที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส	12.90

4.2. การเตรียมซิลิกาจากการเผาแคลไซน์แกลบ

การวิเคราะห์สมบัติโครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD) และหาปริมาณธาตุองค์ประกอบด้วยเครื่อง X-ray fluorescence (XRF)

4.2.1. สมบัติทางกายภาพของซิลิกาจากการเผาแคลไซน์แกลบ

จากการนำแกลบข้าวเจ้า-ขาว มาทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมงจะได้เถ้าแกลบออกมาที่เป็นสีขาวดังในรูปที่ 4.5 ร้อยละน้ำหนักที่หายไปหลังเผาแคลไซน์เท่ากับ 81.78 เมื่อได้เถ้าแกลบแล้ว นำเถ้าแกลบไปทำการบดจากนั้นคัดขนาดให้มีขนาดประมาณ 10 ไมโครเมตร แล้วนำไปทำการเตรียมในการเคลือบใส่กรงคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ เพื่อใช้สังเคราะห์เป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ และสำหรับเตรียมตัวอย่างนำไปวิเคราะห์สมบัติต่าง ๆ



(ก.)

(ข.)

รูปที่ 4.5 แกลบ (ก.) ก่อน (ข.) หลัง เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส

4.2.2. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD) ของซิลิกาจากการเผาแคลไซน์แกลบ

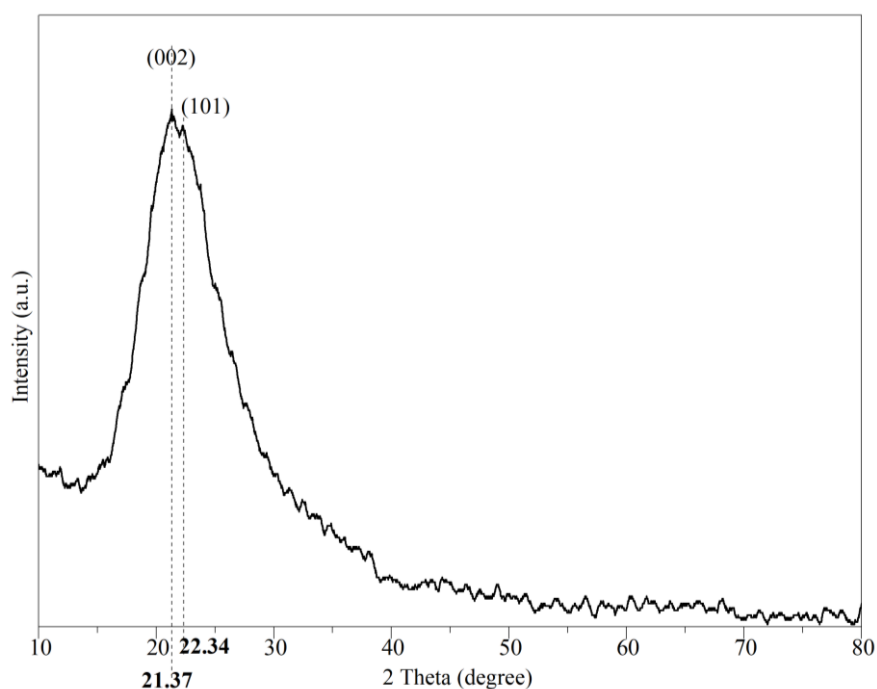
จากผลการวิเคราะห์ XRD จากรูปที่ 4.6 พบว่าซิลิกาจากการเผาแคลไซน์แกลบที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส คงที่ 5 ชั่วโมง กราฟมีลักษณะพีคที่กว้าง หรือบรอด ซึ่งลักษณะบรอดพีคแสดงถึงโครงสร้างผลึกของเถ้าแกลบที่เผาที่อุณหภูมินี้ยังเป็นโครงสร้างที่ไม่สมบูรณ์ หรืออยู่ในรูปอสัณฐาน โดยพีคครอบคลุมตำแหน่งของพีคซิลิกาในเฟสของทริดีไมต์ (Tridymite) ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 21 และ 22 องศา ซึ่งสอดคล้องกับการมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 83-2300 เมื่อนำไปคำนวณขนาดของผลึกด้วยสมการเชอร์เรอร์ (Scherrer equation) ดังสมการที่ 8 ซึ่งได้ค่าขนาดของผลึกประมาณ 1.24 นาโนเมตร

สมการเชอร์เรอร์ (Scherrer equation)

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \dots \dots \dots (8)$$

โดย

D	= ขนาดของผลึก (นาโนเมตร)
K	= ค่าคงที่ของเซอร์เรอร์เท่ากับ 0.84
λ	= ค่าความยาวคลื่นของรังสี X-ray เท่ากับ 0.154 นาโนเมตร
β	= FWHM
θ	= มุมที่ตำแหน่งของพีคสูงสุด

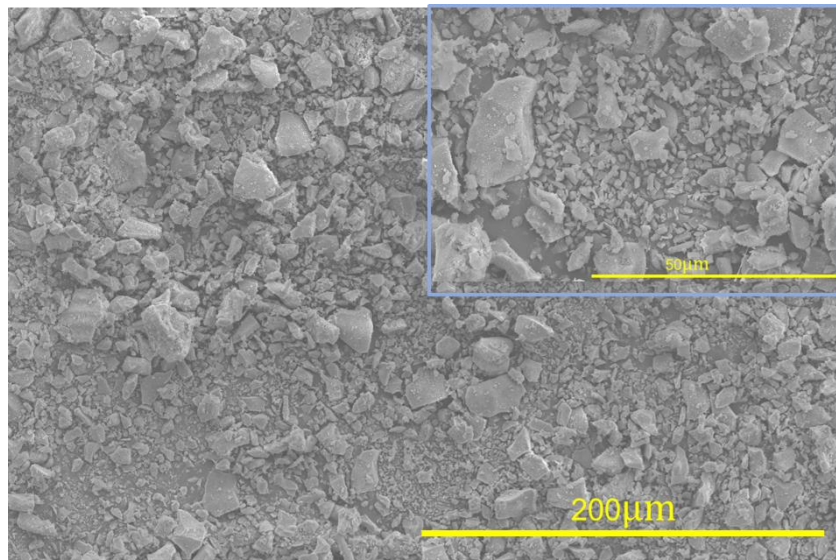


รูปที่ 4.6 ผลวิเคราะห์ XRD ของแก้วเคลือบแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส คงที่ 5 ชั่วโมง

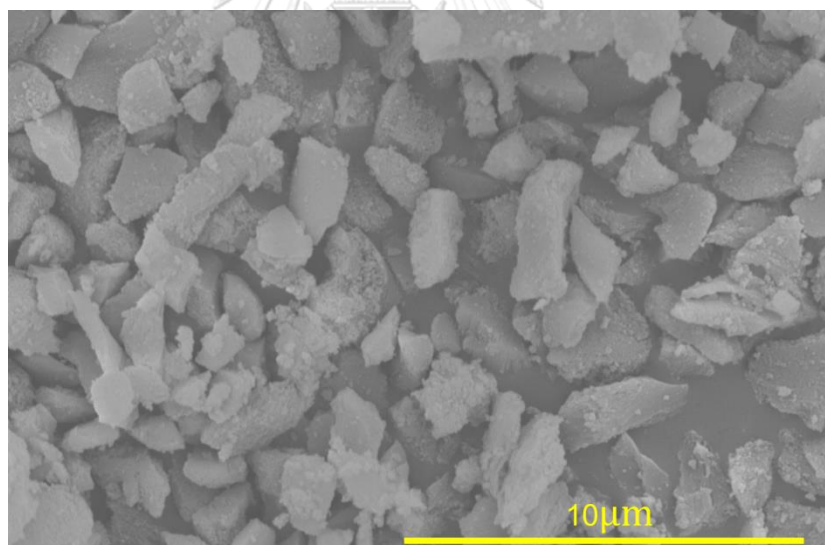
4.2.3. ผลการวิเคราะห์สมบัติโครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM) ของซิลิกาจากการเผาแคลไซต์น้แกลบ

จากรูปที่ 4.7 ซิลิกาจากการเผาแคลไซต์น้แกลบที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง มีลักษณะรูปร่างเป็นก้อนเหลี่ยมแต่ลักษณะมนไม่แหลม ซึ่งขนาดอนุภาคจะมีทั้งเล็กและใหญ่ ผสมกันอยู่ดังรูปที่ 4.7 (ก.) แต่ก็มีขนาดเล็กกว่า 10 ไมโครเมตร และจากรูปที่ 4.7 (ข.) แสดงให้เห็นว่าการคัดขนาดของซิลิกาจากการเผาแคลไซต์น้แกลบที่บดแล้วด้วยวิธีการตกตะกอนเนื่องจากแรงโน้มถ่วงของโลกสามารถคัดขนาดให้มีขนาดอยู่ในช่วง 10 ไมโครเมตร และเล็กกว่าได้

จากรูปที่ 4.8 กราฟฮิสโตแกรมแสดงขนาดของอนุภาคซิลิกาจากการเผาแคลไซต์น้แกลบหลังบดเพิ่มและคัดอนุภาคให้มีขนาด 10 ไมโครเมตร ซึ่งเป็นการประมาณขนาดอนุภาคจากการใช้โปรแกรม Image J วิเคราะห์จากรูป SEM จะได้ว่าขนาดอนุภาคของซิลิกามีขนาดอนุภาคส่วนใหญ่อยู่ในช่วง 0.5 ถึง 4.5 ไมโครเมตร

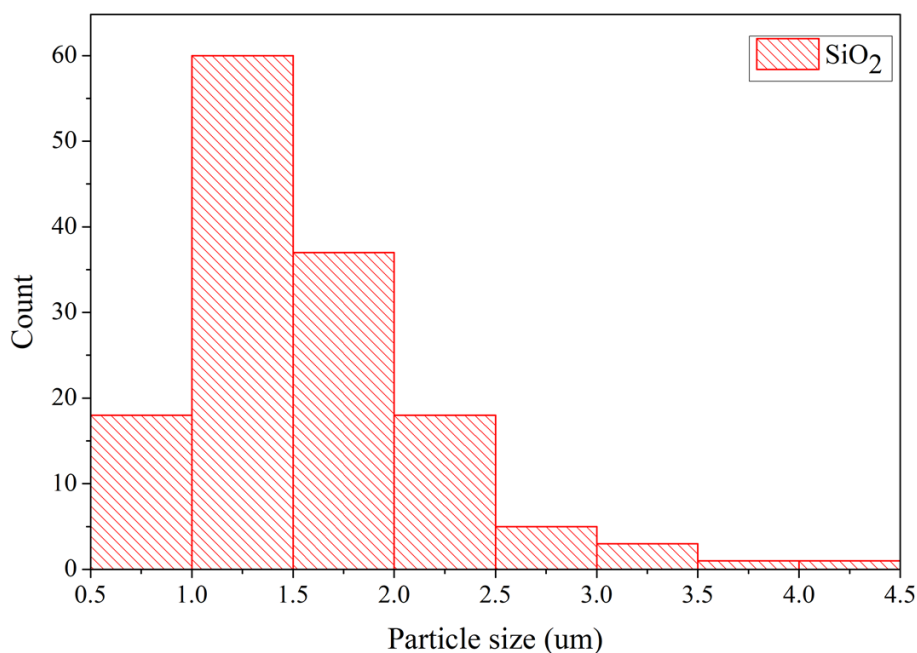


(ก.)



(ข.)

รูปที่ 4.7 ผลวิเคราะห์ SEM ของซิริกาจากการเผาเคลือบหลังบดเพิ่มและตัดอนุภาคให้มีขนาด 10 ไมโครเมตร (ก.) ที่กำลังขยาย 100 เท่า และ (ข.) 20000 เท่า



รูปที่ 4.8 กราฟฮิสโตแกรมแสดงขนาดของอนุภาคซิลิกาจากการเผาแคลไซน์แคลบหลังบดเพิ่มและคัดอนุภาคให้มีขนาด 10 ไมโครเมตร

4.2.4. ผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุองค์ประกอบด้วยเครื่อง X-ray fluorescence (XRF) ของซิลิกาจากการเผาแคลไซน์แคลบ

จากตารางที่ 4.3 แสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของซิลิกาจากการเผาแคลไซน์แคลบที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง คัดขนาดให้เล็กกว่า 10 ไมโครเมตร พบว่าในซิลิกาจากการเผาแคลไซน์แคลบประกอบด้วยซิลิการ้อยละ 97 โดยน้ำหนักเป็นองค์ประกอบหลัก ดังนั้นในแคลบข้าวเจ้า-ขาว 100 กรัมจะมีซิลิกาอยู่ประมาณ 17.67 กรัม หรือในแคลบข้าวเจ้า-ขาว 1 กรัมจะมีซิลิกาประมาณ 0.18 กรัม และรองลงมาประกอบด้วยองค์ประกอบของ K_2O มีปริมาณร้อยละ 1.33 โดยน้ำหนัก และสารเจือปนอื่นๆ ได้แก่ CaO , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , SO_3 , P_2O_5 , Cl , MnO , ZnO , CuO และ MgO เป็นต้น โดยมีปริมาณรวมกันเท่ากับร้อยละ 1.7065 โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 4.3 ปริมาณธาตุองค์ประกอบทางเคมีของซิลิกาจากการเผาแคลไซน์แคลบ

องค์ประกอบ	ปริมาณ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
SiO_2	97.0
CaO	0.406
K_2O	1.33
Fe_2O_3	0.280
Al_2O_3	0.250
SO_3	0.161
P_2O_5	0.179

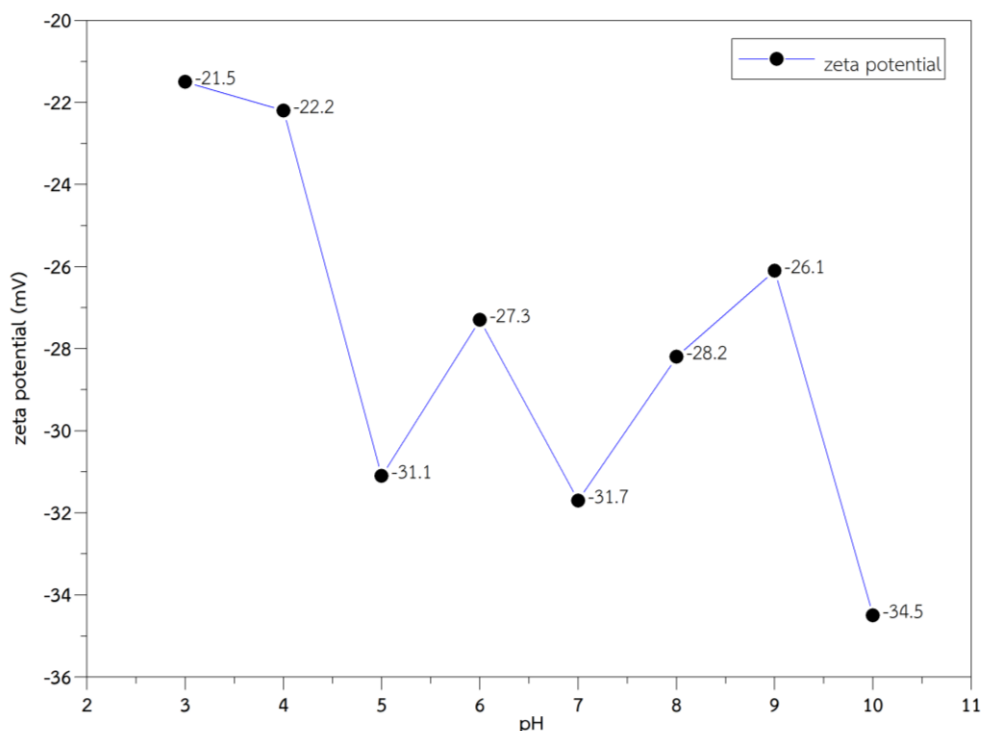
Cl	0.121
MnO	0.114
ZnO	0.0190
CuO	0.0155
MgO	0.161
รวม	100.0

4.2.5. ผลการวิเคราะห์ศักย์ซีต้า (Zeta potential) ของซิลิกาจากการเผาแคลไซน์ แกลบ

การวัดค่าศักย์ไฟฟ้าที่พื้นผิวของซิลิกา (จากการเผาแคลไซน์แกลบ) ที่อยู่ในรูปของสารแขวนลอยได้แสดงค่าศักย์ซีต้าของอนุภาคที่ pH ต่างๆ เพื่อบ่งบอกประจุที่พื้นที่ผิว ดังแสดงในตารางที่ 4.4 และรูปที่ 4.9 ซึ่งจากข้อมูลสามารถเตรียมสารแขวนลอยซิลิกาที่ pH=7 ได้เนื่องจากอนุภาคมีศักย์ซีต้าที่เป็นประจุลบเท่ากับ 31.7 มิลลิโวลต์สูงรองลงมาจาก pH=10 เพื่อลดการเจือปนของสารอื่นในการเคลือบ ดังนั้นในการนำเตรียมสารแขวนลอยเพื่อนำไปเคลือบบนไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ด้วยวิธี EPD จึงใช้ pH = 7

ตารางที่ 4.4 ศักย์ซีต้า (Zeta potential) ที่ pH ต่างๆ ของสารแขวนลอยซิลิกาจากการเผาแคลไซน์
แกลบ

pH ของสารแขวนลอย	Zeta potential (mV)
3	-21.5
4	-22.2
5	-31.1
6	-27.3
7	-31.7
8	-28.2
9	-26.1
10	-34.5



รูปที่ 4.9 ศักย์ซีต้า (Zeta potential) ที่ pH ต่างๆ ของสารแขวนลอยซิติลิกจากการเผาแคลไซน์
 แกลบ

4.3. การสังเคราะห์ซิติลคอนคาร์ไบด์ด้วยกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน

ในการศึกษาการสังเคราะห์ซิติลคอนคาร์ไบด์จากการใช้ซิติลิกจากถั่วแกลบเป็นแหล่งของซิติลคอนเพื่อทำการเคลือบที่บริเวณผิวชั้นนอกของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ ที่เป็นแหล่งคาร์บอน โดยในการศึกษานี้เป็นการศึกษา 2 ปัจจัยหลักที่ส่งผลต่อการสังเคราะห์ คือ

ปัจจัยที่ 1 ผลของการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน 3 อุณหภูมิ ได้แก่ 1400, 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส

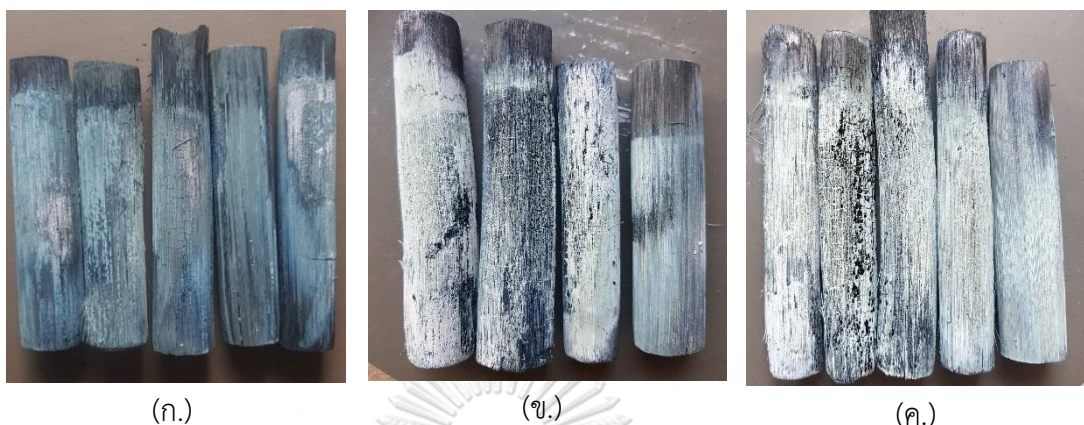
ปัจจัยที่ 2 ผลของการใช้เวลาคงที่ที่แตกต่างกันในการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน ได้แก่ 1, 2 และ 3 ชั่วโมง

4.3.1. ผลของอุณหภูมิต่อการสังเคราะห์ซิติลคอนคาร์ไบด์

4.3.1.1. สมบัติทางกายภาพของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิติลคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิต่างๆ

จากกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิติลิกที่อุณหภูมิ 1400, 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส โดยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส ต่อนาที คงที่ 1 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน จะได้ไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่ถูกเคลือบด้วยซิติลคอนคาร์ไบด์หลังกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันที่อุณหภูมิต่างๆ ดังรูปที่ 4.10 วิเคราะห์

ร้อยละน้ำหนักที่หายไปโดยใช้สมการที่ 1 และร้อยละการหดตัวโดยใช้สมการที่ 2 ดังแสดงรายละเอียดในตารางที่ 4.5



รูปที่ 4.10 ไม้กระดานที่ผ่านการบำบัดด้วยซิลิโคนคาร์โบไฮเดรตที่อุณหภูมิ (ก.) 1400 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม (ข.) 1500 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม และ (ค.) 1600 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

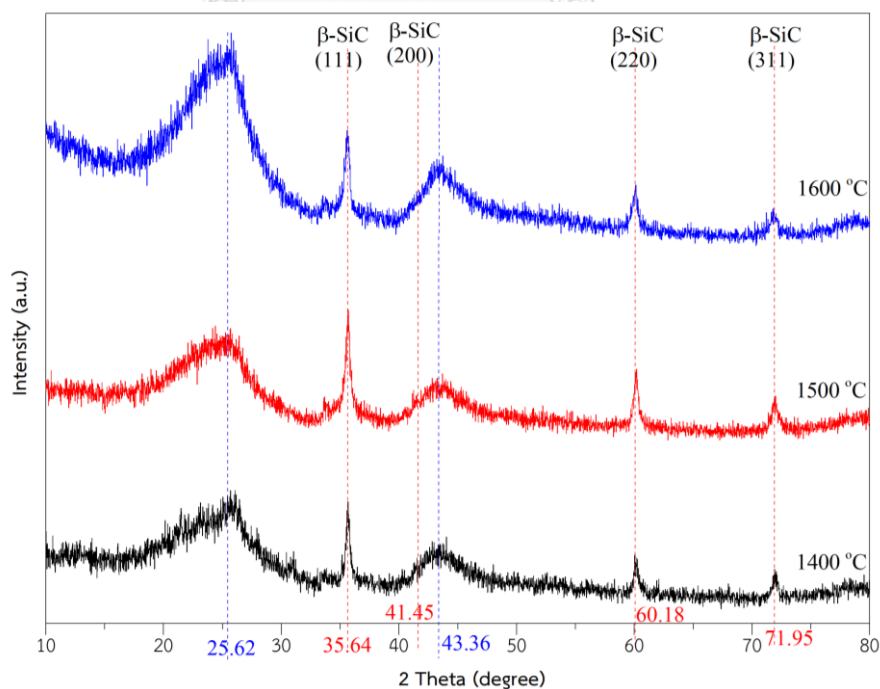
ตารางที่ 4.5 สมบัติทางกายภาพของไม้กระดานที่ผ่านการบำบัดด้วยซิลิโคนคาร์โบไฮเดรตที่อุณหภูมิต่างๆ

สมบัติ	อุณหภูมิ 1400 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม	อุณหภูมิ 1500 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม	อุณหภูมิ 1600 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม
น้ำหนักที่หายไป (ร้อยละ)	12.58	16.89	19.17
การหดตัวด้านกว้าง (ร้อยละ)	3	4	8.67
การหดตัวด้านยาว (ร้อยละ)	2.21	1.9	2.01

ซึ่งจากข้อมูลในตารางที่ 4.5 ร้อยละน้ำหนักที่หายไปมากขึ้นเมื่อทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น และร้อยละการหดตัวในด้านกว้างมีการหดตัวมากขึ้นเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์สูงขึ้น และร้อยละการหดตัวในด้านยาวมีค่าการหดตัวที่ค่อนข้างต่างกันเล็กน้อยเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์สูงขึ้น

4.3.1.2. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD) ของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิต่างๆ

จากรูปที่ 4.11 ผลการวิเคราะห์ XRD พบว่ากระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส 1500 องศาเซลเซียส และ 1600 องศาเซลเซียส ระหว่างไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่กับซิลิกาจากถ่านกลบขนาด 10 ไมโครเมตร ทำปฏิกิริยากลายเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์เคลือบที่ผิวไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ โดยชนิดเฟสของซิลิคอนคาร์ไบด์ คือ บีตาเฟส ประกอบด้วยพีคที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 35.64 41.45 60.18 และ 71.95 องศาซึ่งสอดคล้องกับการวัดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 75-0254 และนอกจากพีคของซิลิคอนคาร์ไบด์แล้วยังมีพีคที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25.62 และ 43.36 องศาซึ่งสอดคล้องกับการวัดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 75-2078 ของแกรไฟต์ (graphite) จากรูปที่ 4.11 ทั้ง 2 พีคนี้มีลักษณะเป็นบรอดพีค แสดงถึงโครงสร้างผลึกของแกรไฟต์ส่วนใหญ่ประกอบด้วยโครงสร้างผลึกที่ไม่สมบูรณ์ หรืออยู่ในรูปอสัณฐาน โดยมาจากส่วนของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ ดังนั้นจากการทดลองพบว่าสามารถสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ได้ตั้งแต่อุณหภูมิที่ 1400 องศาเซลเซียส โดยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที คงที่ 1 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน และผลการวิเคราะห์หาขนาดผลึกของซิลิคอนคาร์ไบด์โดยใช้สมการในการคำนวณคือ สมการเชอร์เรอร์ (Scherrer equation) ดังสมการที่ 8 ขนาดผลึกของซิลิคอนคาร์ไบด์ เท่ากับ 18.67 12.63 และ 13.82 นาโนเมตรที่อุณหภูมิ 1400, 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส ตามลำดับ โดยจากผลการทดลองผลของการเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่สูงขึ้นส่งผลให้ขนาดผลึกมีขนาดเล็กลง



รูปที่ 4.11 ผลการวิเคราะห์ XRD ของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่ถูกเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์หลังกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันที่อุณหภูมิ 1400, 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส

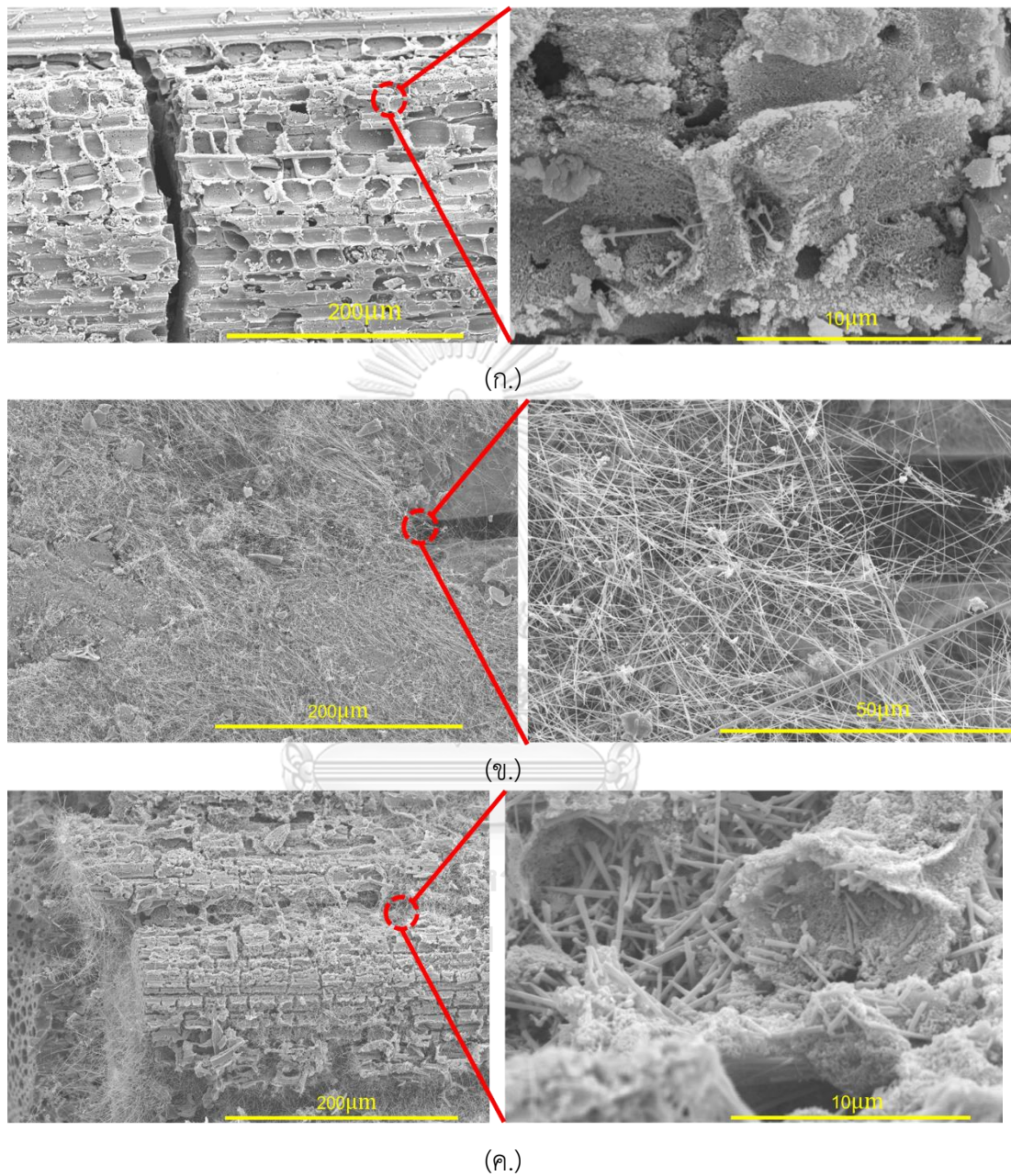
4.3.1.3. ผลการวิเคราะห์สมบัติโครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM) ของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วย ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิต่างๆ

จากรูปที่ 4.12 ผลการวิเคราะห์ SEM ของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วย ซิลิคอนคาร์ไบด์หลังกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันที่อุณหภูมิ 1400, 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส พบว่าการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส คงที่ 1 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศ อาร์กอน มีการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์ขึ้นโดยมีลักษณะก่อตัวขึ้นอย่างเด่นชัดที่ผนังเซลล์ และทำให้พื้นผิว ผนังเซลล์มีลักษณะผิวหยาบขึ้นดังรูปที่ 4.12 (ก.) และมีการเกิดของซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ขึ้น เล็กน้อยดังแสดงรูปที่ 4.13 (ก.) โดยลักษณะของซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ ที่เกิดขึ้นมีลักษณะทาง กายภาพเป็นเส้นใยขนาดเล็ก และสั้นเกาะตัวเป็นกลุ่มที่บริเวณที่ผิวไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่

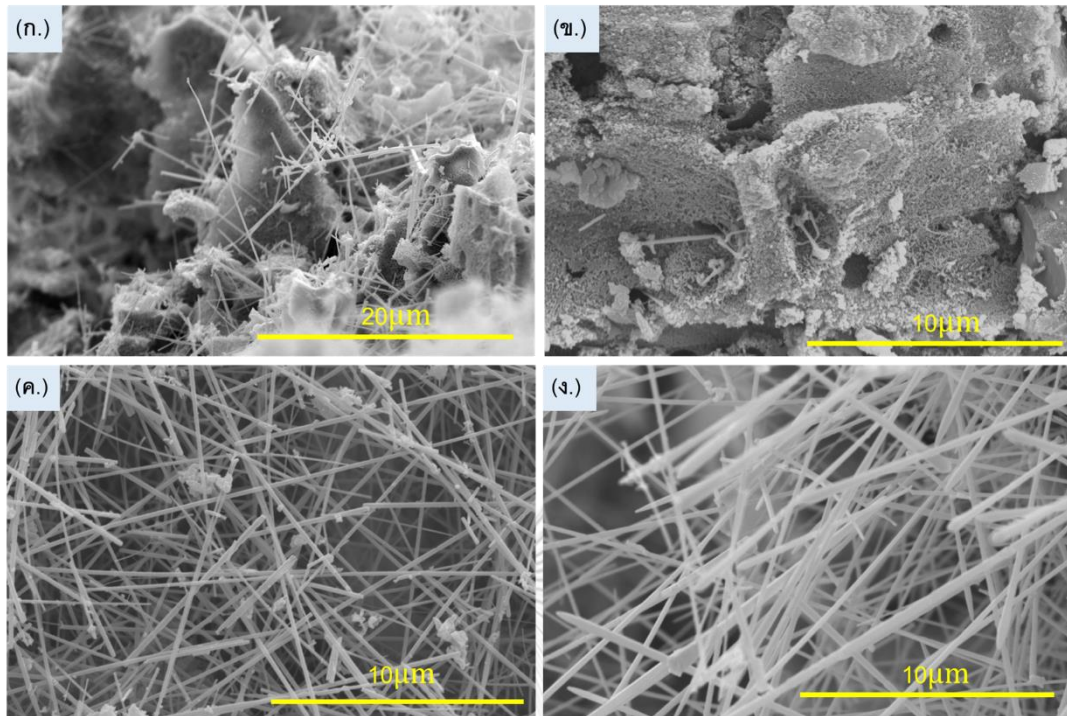
เพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส ลักษณะ ของซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เกิดขึ้นแสดงดังรูปที่ 4.12 (ข.) พบว่ามีการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ที่บริเวณ ผิวของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ในปริมาณมากขึ้น และมีลักษณะทางกายภาพเป็นเส้นยาว ตรงที่มีความยาวของเส้นที่ยาวขึ้นกว่าการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 4.13 (ค.) แต่ยังคงเหลือส่วนที่เป็นนิวคลีโอ (nuclei) ซึ่งเป็นผลมาจากการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ที่ยัง ไม่สมบูรณ์

และสุดท้ายเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส โดยแสดงการ เกิดซิลิคอนคาร์ไบด์ดังรูปที่ 4.12 (ค.) จะเห็นว่ามีการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ขึ้นเคลือบที่ผิวของ ไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ โดยลักษณะทางกายภาพของซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ที่เกิดขึ้น มี ลักษณะที่หนาหรือกว้างขึ้นคล้ายการเกิดเป็นลักษณะแท่งเข็ม (Whisker) และไม่มีนิวคลีโอ (nuclei) ซึ่งแสดงให้เห็นชัดเจนดังในรูปที่ 4.13 (ง.)

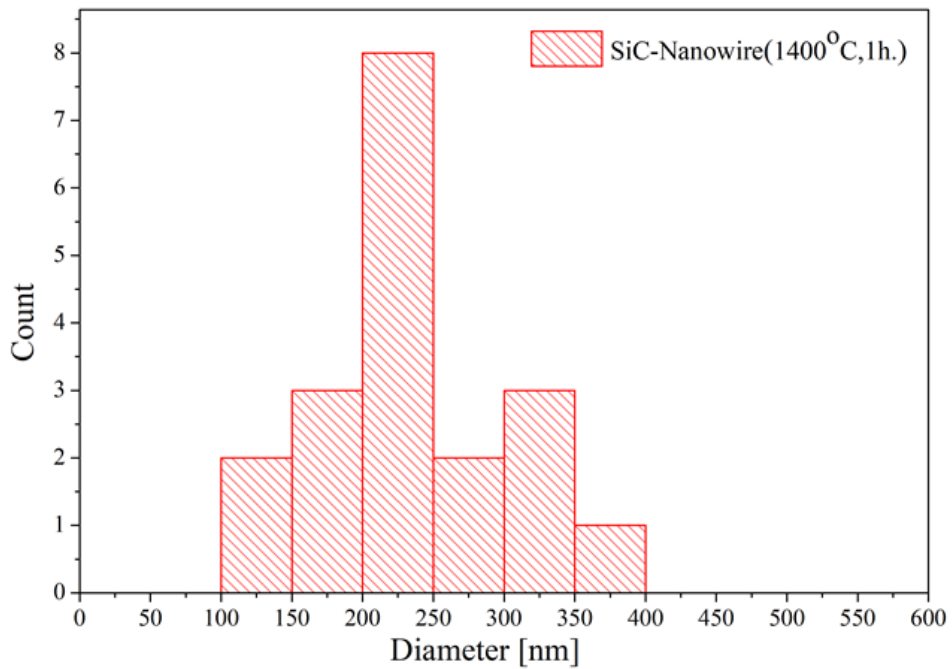
จากรูปที่ 4.14 กราฟฮิสโตแกรมแสดงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของซิลิคอนคาร์ไบด์นาโน ไวร์ที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 1400, 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส คงที่ 1 ชั่วโมง โดยเป็นการประมาณ ขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์จากการใช้โปรแกรม Image J วิเคราะห์รูป SEM จากรูปที่ 4.14 (ก.) แสดงให้เห็นว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ที่ เกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 100-400 นาโนเมตร ที่ อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียสแสดงดังในรูปที่ 4.14 (ข.) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของซิลิคอนคาร์ไบด์ นาโนไวร์อยู่ในช่วง 125-250 นาโนเมตร และ 300-325 นาโนเมตร และที่อุณหภูมิ 1600 องศา เซลเซียสแสดงดังในรูปที่ 4.14 (ค.) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 150-600นาโนเมตร โดยในช่วง ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางกว้างขึ้น 400-600 นาโนเมตรเนื่องจากลักษณะของซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์เกิดการ เปลี่ยนแปลงอยู่ในลักษณะแท่งเข็ม (Whisker)



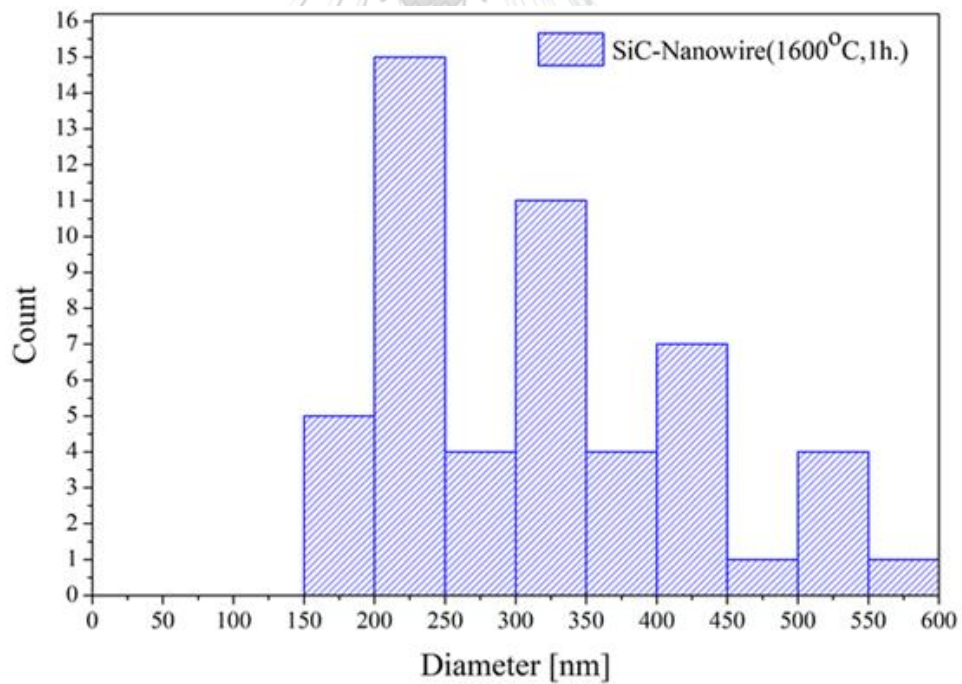
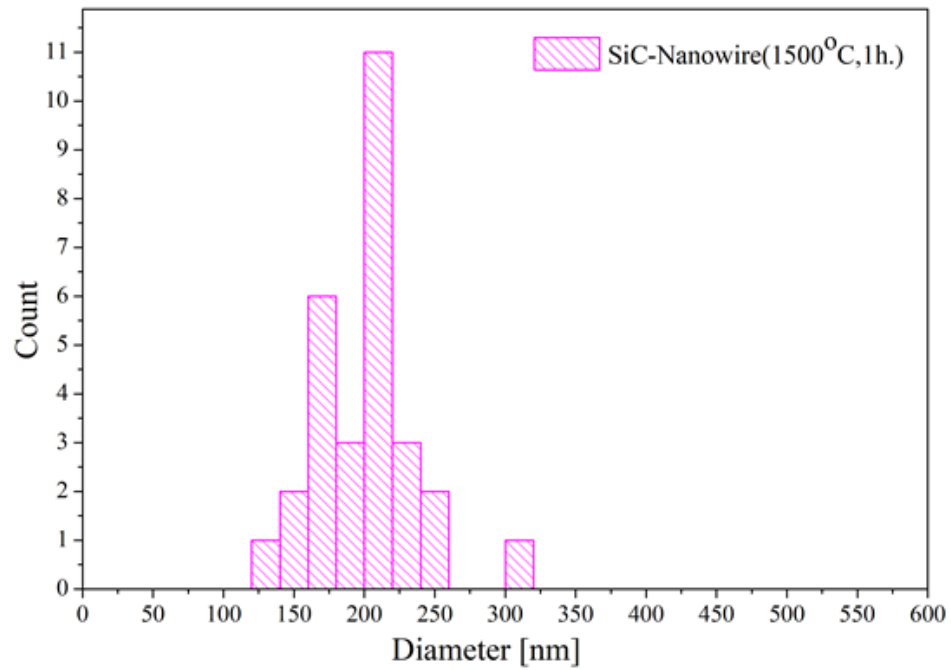
รูปที่ 4.12 ผลการวิเคราะห์ SEM ของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่ถูกเคลือบด้วยชิลิคอนคาร์ไบด์หลังกระบวนการโบเทอรัลรีดักชันที่อุณหภูมิที่ (ก.) 1400 (ข.) 1500 องศาเซลเซียส และ (ค.) 1600 องศาเซลเซียสในแนวยาว



รูปที่ 4.13 ผล SEM ของการเกิดของซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ที่อุณหภูมิ (ก.) และ (ข.) 1400 (ค.) 1500 และ (ง.) 1600 องศาเซลเซียส



(ก.)



(ค.)

รูปที่ 4.14 กราฟฮิสโตแกรมแสดงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ที่อุณหภูมิ (ก.) 1400 (ข.) 1500 และ(ค.) 1600 องศาเซลเซียส คงที่ 1 ชั่วโมง

4.3.1.4. ผลการวิเคราะห์รูพรุนด้วยเครื่อง Mercury intrusion porosimeter (MIP) ของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิต่างๆ

จากรูปที่ 4.15 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างการสะสมของปริมาตรพรอทในรูพรุน (Cumulative pore volume) กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิกการสังเคราะห์ 1400, 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส คงที่ 1 ชั่วโมง โดยจากรูปที่ 4.15 (ก.), (ข.) และ (ค.) แสดงถึงรูปแบบทางกายภาพภายในไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์แต่ละอุณหภูมิที่ทำการศึกษามีรูปแบบเดียวกันทั้งหมด ซึ่งอธิบายได้ดังต่อไปนี้ จากกราฟเส้นสีน้ำเงินแสดงถึงการสะสมของปริมาตรพรอทในรูพรุนที่เพิ่มขึ้นเมื่อรูพรุนมีขนาดเล็กลงหลังทำการเพิ่มแรงดัน ซึ่งแสดงว่าขนาดของรูพรุนมีขนาดเล็กมากกว่าขนาดใหญ่ และกราฟเส้นสีแดงแสดงถึงหลังทำการลดแรงดัน จะเห็นว่าปริมาตรพรอทที่สะสมในรูพรุนไม่ลดลงจนกระทั่งรูพรุนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 ไมโครเมตรปริมาตรของพรอทลดลง ซึ่งแสดงถึงลักษณะของรูพรุนด้านในมีลักษณะเป็นโพรงและช่วงรูพรุนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 ไมโครเมตรมีรูพรุนที่เชื่อมถึงกัน

จากรูปที่ 4.16 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างการเพิ่มขึ้นของปริมาตรรูพรุน (Incremental pore volume) กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิกการสังเคราะห์ 1400, 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส คงที่ 1 ชั่วโมง จากกราฟแสดงให้เห็นว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนประกอบไปด้วยหลายขนาดตั้งแต่ 0.01 ถึง 400 ไมโครเมตร โดยส่วนใหญ่มีขนาดอยู่ในช่วง 0.01 ถึง 0.1 ไมโครเมตร

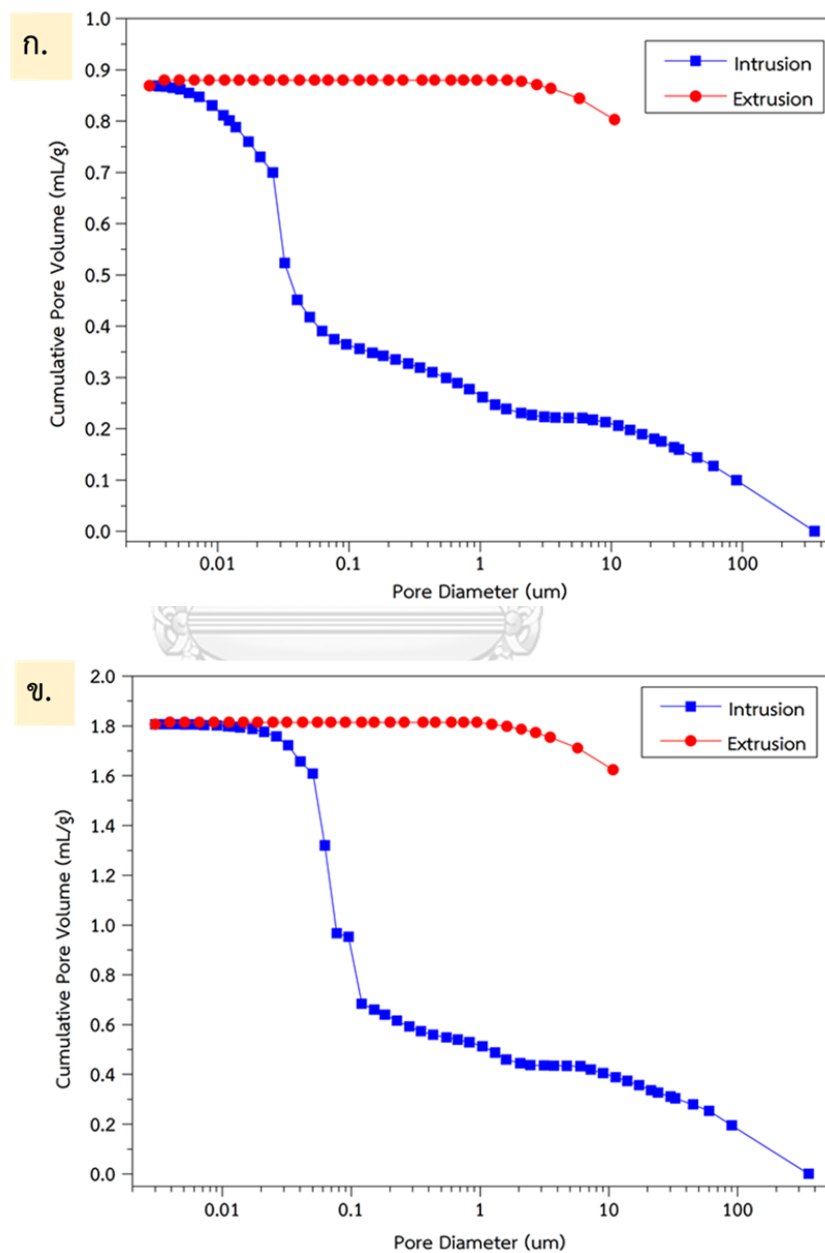
โดยจากรูปที่ 4.16 (ก.) อุณหภูมิกการสังเคราะห์ 1400 องศาเซลเซียส จากกราฟพบจุดยอดที่เด่นชัด 2 จุดคือ รูพรุนขนาด 0.02628 ไมโครเมตรที่การเพิ่มขึ้นของปริมาตรรูพรุนสูงที่สุดเท่ากับ 0.1763 มล./กรัม และรองลงมาคือรูพรุนขนาด 90.50361 ไมโครเมตรที่การเพิ่มขึ้นของปริมาตรรูพรุนเท่ากับ 0.09951 มล./กรัม

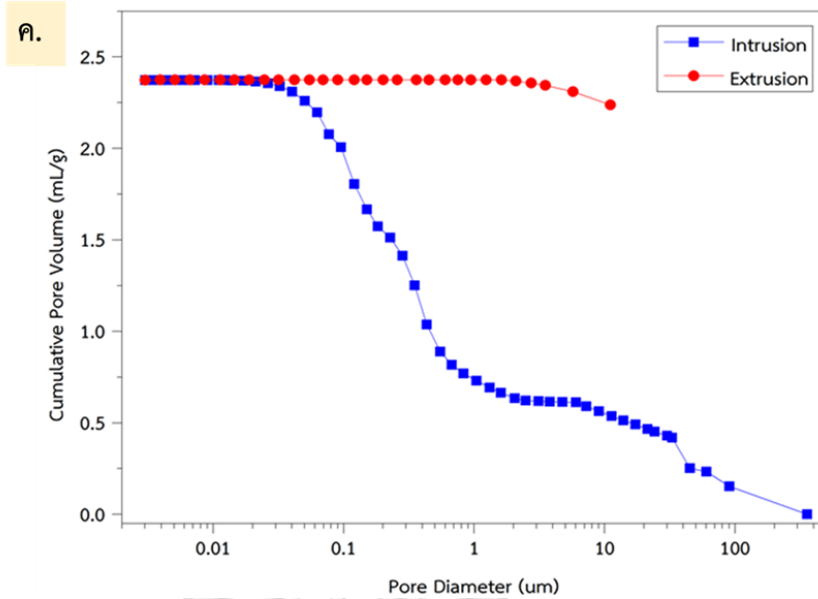
จากรูปที่ 4.16 (ข.) อุณหภูมิกการสังเคราะห์ 1500 องศาเซลเซียส จากกราฟพบจุดยอดที่เด่นชัด 3 จุดคือ รูพรุนขนาด 0.06249 ไมโครเมตรที่การเพิ่มขึ้นของปริมาตรรูพรุนสูงที่สุดเท่ากับ 0.35296 มล./กรัม, รูพรุนขนาด 0.09538 ไมโครเมตรที่การเพิ่มขึ้นของปริมาตรรูพรุนเท่ากับ 0.26898 มล./กรัม และรูพรุนขนาด 90.46858 ไมโครเมตรที่การเพิ่มขึ้นของปริมาตรรูพรุนเท่ากับ 0.19495 มล./กรัม

และจากรูปที่ 4.16 (ค.) อุณหภูมิกการสังเคราะห์ 1600 องศาเซลเซียส จากกราฟพบจุดยอดที่เด่นชัด 5 จุดคือ รูพรุนขนาด 0.0625 ไมโครเมตรที่การเพิ่มขึ้นของปริมาตรรูพรุนเท่ากับ 0.1185 มล./กรัม, รูพรุนขนาด 0.09539 ไมโครเมตรที่การเพิ่มขึ้นของปริมาตรรูพรุนเท่ากับ 0.20127 มล./กรัม, รูพรุนขนาด 0.034925 ไมโครเมตรที่การเพิ่มขึ้นของปริมาตรรูพรุนเท่ากับ 0.2147 มล./

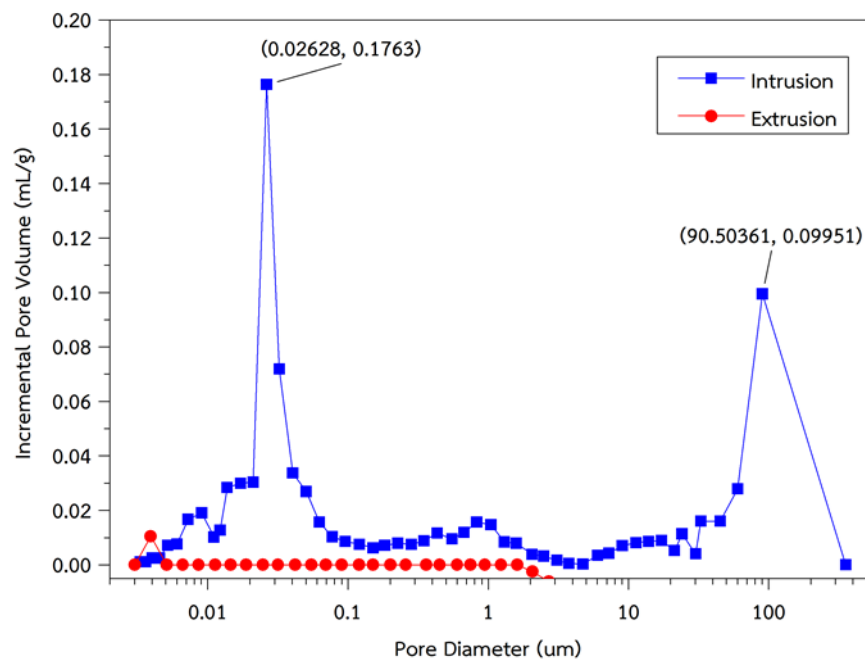
กรัม, รูพรุนขนาด 32.92498 ไมโครเมตรที่การเพิ่มขึ้นของปริมาตรรูพรุนเท่ากับ 0.16611มล./กรัม และรูพรุนขนาด 90.52869 ไมโครเมตรที่การเพิ่มขึ้นของปริมาตรรูพรุนเท่ากับ 0.15359 มล./กรัม

จากข้อมูลจากรูปที่ 4.16 พบว่าเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นลักษณะของรูพรุนของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ มีขนาดของรูพรุนที่หลายขนาดขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูง ดังนั้นการใช้อุณหภูมิสูงไม่ได้ส่งผลให้ขนาดของรูพรุนไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์มีขนาดเล็กลงได้

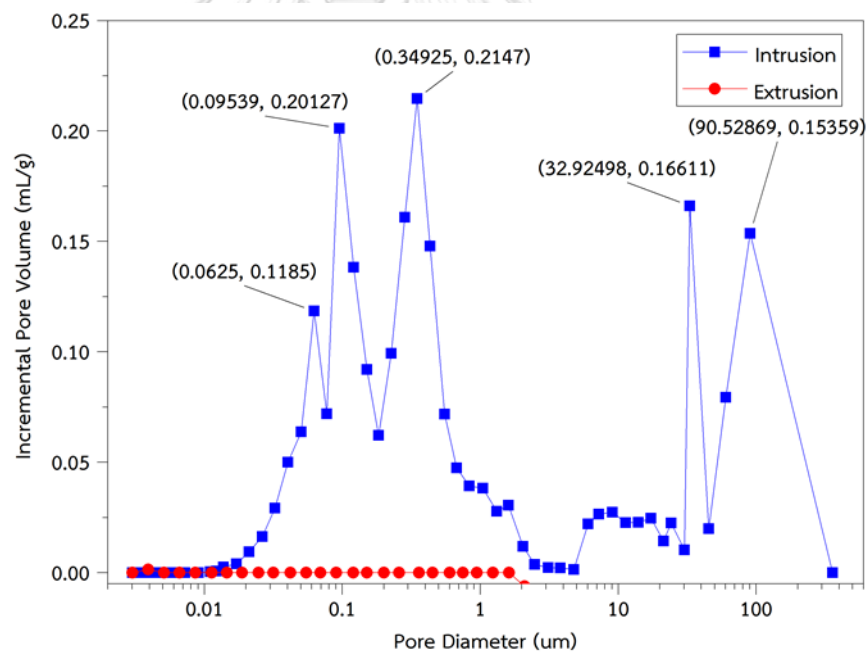
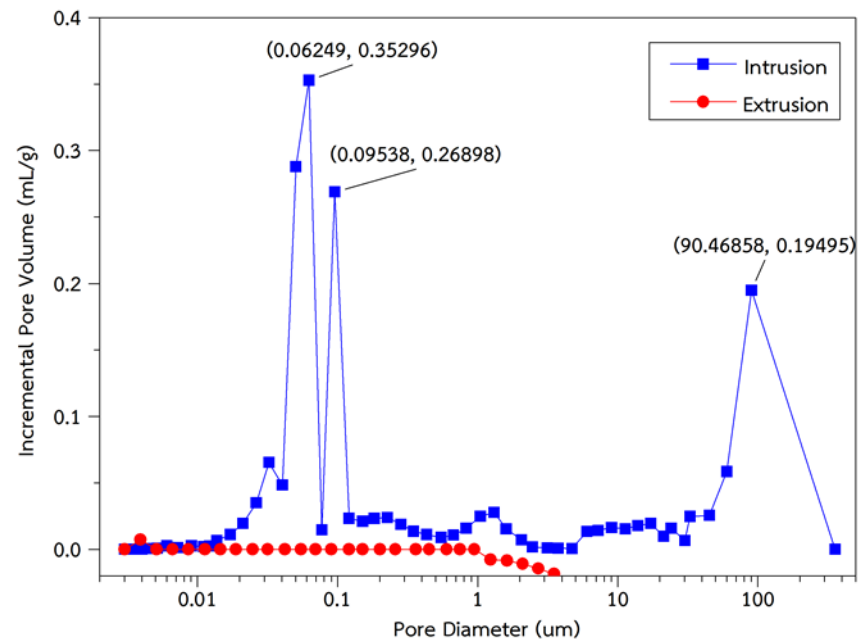




รูปที่ 4.15 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการสะสมของปริมาตรพรอทในรูพรุน (Cumulative pore volume) กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้เผ่เคลือบด้วย ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิ (ก.) 1400 (ข.) 1500 และ (ค.) 1600 องศาเซลเซียส



(ก.)



(ค.)

รูปที่ 4. 16 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการเพิ่มขึ้นของปริมาตรรูพรุน (Incremental pore volume) กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิ (ก.) 1400 (ข.) 1500 และ (ค.) 1600 องศาเซลเซียส

4.3.1.5. ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่อง Energy dispersive spectrometer (EDS) ของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิต่างๆ

จากตารางที่ 4.6 แสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของบริเวณพื้นผิวที่ทำการสังเคราะห์เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ลงบนไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่จากกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส คงที่ 1 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เมื่อทำการวิเคราะห์ทั้งสองบริเวณคือ บริเวณของซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ และบริเวณของซิลิคอนคาร์ไบด์ชนิดผงที่เคลือบผิว พบว่าทั้งสองบริเวณประกอบด้วย ซิลิกอน และคาร์บอนเป็นองค์ประกอบหลัก รองลงมาคือ ออกซิเจน ซึ่งในบริเวณที่เกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ปริมาณมากๆ จะพบว่ามีปริมาณของซิลิกอนที่สูงกว่าคาร์บอน ซึ่งในตามสูตรสมการเคมี Si:C คือ 1:1 และยังมีออกซิเจนที่พบร้อยละ 5.12 โดยน้ำหนัก จึงคาดได้ว่าส่วนเกินของซิลิกอนอาจมาจากซิลิกาที่ยังคงเหลือที่ทำปฏิกิริยาอย่างไม่หมดหรือซิลิกาที่เกิดจากการเกิดออกซิเดชันที่ผิวของซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ที่เกิดขึ้นกับออกซิเจนที่หลุดออกมาจากการทำปฏิกิริยาของซิลิกาจากแคลสและคาร์บอนจากถ่าน และบริเวณที่ 2 คือผงซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เคลือบบนไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ พบว่า ปริมาณของคาร์บอนสูงกว่าซิลิกอน ซึ่งคาร์บอนที่พบเป็นส่วนองแกรไฟต์ของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ ส่วนออกซิเจนที่พบคือส่วนที่เป็นองค์ประกอบของซิลิกา ดังตารางที่ 4.3 ที่แสดงถึงองค์ประกอบทางเคมีของถ่านแคลส

ตารางที่ 4.6 องค์ประกอบทางเคมีของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์

ปริมาณองค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ชนิดของสาร	
	ซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์	ผง SiC ที่เคลือบบนไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่
C	40.13	49.36
Si	52.21	39.03
O	5.12	8.47
Mg	0.25	0.34
Al	0.29	0.23
K	0.42	0.24
Ca	0.82	1.24
Fe	0.76	1.10
รวม	100.0	100

4.3.1.6. ผลการทดสอบสมบัติทางกลด้านความแข็งแรง (flexural strength) ของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิต่างๆ

จากผลการทดสอบความแข็งแรงของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400, 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส โดยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที คงที่ไว้ 1 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน พบว่าค่าความแข็งแรงของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์มีค่าสูงสุดเมื่อสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส และลดลงเมื่อทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิที่สูงขึ้นแต่ที่การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสกลับมีค่าความแข็งแรงที่สูงกว่าที่สังเคราะห์ที่ 1500 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดมาจากที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์มีลักษณะเส้นที่หนาขึ้นและเปลี่ยนไปเป็นลักษณะแท่งเข็ม (Whisker) มากขึ้น ส่วนที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียสซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์มีลักษณะเป็นเส้นที่ยาวแต่เส้นผ่านศูนย์กลางน้อยซึ่งไม่ได้ส่งผลให้มีความแข็งแรงที่สูงขึ้น โดยผลของค่าการทดสอบสมบัติทางกลของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์แสดงดังตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 สมบัติทางกลของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิที่ต่างๆ คงที่ 1 ชั่วโมง

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ค่าความแข็งแรง (เมกะพาสคัล)
1400	10.11
1500	4.03
1600	5.49

จากการศึกษาการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน 3 อุณหภูมิ คือ 1400 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส โดยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที คงที่ไว้ 1 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน โดยใช้สารตั้งต้น คือ ไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ กับซิลิกาจากถั่วแกลบขนาด 10 ไมโครเมตร ทำปฏิกิริยากลายเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มาเคลือบที่ผิวไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ พบว่าจากผลวิเคราะห์ผล XRD ดังรูปที่ 4.11 จะเห็นว่าที่อุณหภูมิที่ 1400 องศาเซลเซียส มีการเกิดพีคของซิลิคอนคาร์ไบด์ขึ้น และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ขึ้นเป็น 1500 องศาเซลเซียส และ 1600 องศาเซลเซียส พบว่าพีคของซิลิคอนคาร์ไบด์มีความแหลมขึ้น เมื่อนำไปวิเคราะห์คำนวณหาค่าขนาดของผลึกจะได้ค่าเท่ากับ 18.67, 12.63 และ 13.82 นาโนเมตร ตามลำดับอุณหภูมิจากต่ำไปสูง ซึ่งแสดงว่าการเพิ่มอุณหภูมิจาก 1400 องศาเซลเซียส ไปที่ 1500 องศาเซลเซียส ทำให้ขนาดของผลึกมีขนาดเล็กลง และเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิสังเคราะห์เป็น 1600 องศาเซลเซียส และทั้ง 3 อุณหภูมิยังคงพบพีคของคาร์บอนซึ่งอยู่ในรูปของแกรไฟต์ ที่มีโครงสร้างผลึกส่วนใหญ่เป็นโครงสร้างผลึกที่ไม่สมบูรณ์ และจากการวิเคราะห์ด้วย SEM พบว่าแต่ละอุณหภูมิในการสังเคราะห์เกิดการเคลือบของผงซิลิคอนคาร์ไบด์ที่บริเวณผิวของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่และซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ขึ้น ซึ่งสามารถกล่าวได้ว่าสามารถสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ได้ตั้งแต่

อุณหภูมิที่ 1400 องศาเซลเซียส และปัจจัยการเพิ่มอุณหภูมิที่เห็นได้ชัดเจน คือ ลักษณะของซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ที่มีลักษณะเปลี่ยนไปจากการเริ่มเกิดเส้นขนาดสั้นๆและเล็กที่ 1400 องศาเซลเซียส เมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิขึ้น เป็น 1500 องศาเซลเซียส ทำให้เกิดปริมาณการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์มากขึ้นและลักษณะเส้นที่ยาวขึ้น และที่อุณหภูมิที่ 1600 องศาเซลเซียส ลักษณะที่เกิดจะมีความหนาของเส้นที่เพิ่มขึ้นกว่าที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส และจากผลการวิเคราะห์รูพรุนของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ พบว่าลักษณะของรูพรุนมีลักษณะเป็นโพรงและช่วงรูพรุนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 ไมโครเมตรมีรูพรุนที่เชื่อมถึงกัน ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนประกอบไปด้วยหลายขนาดตั้งแต่ 0.01 ถึง 400 ไมโครเมตร โดยส่วนใหญ่มีขนาดอยู่ในช่วง 0.01 ถึง 0.1 ไมโครเมตร โดยผลของการเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นส่งผลต่อลักษณะของรูพรุนของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ ทำให้มีขนาดของรูพรุนที่หลายขนาดขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูง ซึ่งอุณหภูมิสูงไม่ได้ส่งผลให้ขนาดของรูพรุนไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์มีขนาดเล็กลงได้

จากการทดสอบสมบัติทางกล พบว่าเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ค่าความแข็งแรงของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ ลดลง และลดลงน้อยกว่าไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ ที่อุณหภูมิการเตรียม 800 องศาเซลเซียส ซึ่งสาเหตุของค่าความแข็งแรงที่ลดลงของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ เนื่องมาจากการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะทำให้คาร์บอนเปลี่ยนเป็นแกรไฟต์ รวมทั้งความพรุนตัวของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ด้วย จึงทำให้ค่าความแข็งแรงลดลง และซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เกิดขึ้นอาจจะยังไม่เพียงพอสำหรับการเสริมให้แข็งแรงขึ้น เนื่องจากการทำปฏิกิริยาการสังเคราะห์นั้นได้มีการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ด้วย ซึ่งส่งผลให้เกิดการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์ชนิดผงที่จะใช้เคลือบ โดยจากรูปที่ 4.12 แสดงให้เห็นว่ามีการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ขึ้นยิ่งอุณหภูมิสูงยิ่งพบมากโดยเฉพาะที่ 1500 องศาเซลเซียส จะเห็นว่าปกคลุมไปด้วย ซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ ดังนั้นเมื่อทำการวัดค่าความแข็งแรงที่ 1500 องศาเซลเซียสจึงต่ำสุด รองลงมาเป็นที่ 1600 องศาเซลเซียส ซึ่งที่อุณหภูมินี้ พบว่าซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ มีเกิดการเปลี่ยนแปลงของซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์กลายเป็นแท่งเข็ม (Whisker) และยังมีการเกิดผงควบคู่กันไปจึงทำให้มีความแข็งแรงสูงกว่าที่ 1500 องศาเซลเซียส และที่ 1400 องศาเซลเซียส มีการเกิดทั้งซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์และซิลิคอนคาร์ไบด์ชนิดผง ซึ่งแม้จะเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ แต่ก็เกิดเพียงเล็กน้อยเป็นเส้นสั้นๆดังในรูป 4.12

ดังนั้นจากการวิเคราะห์ผลการทดลองในการเลือกอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มาเคลือบที่ผิวไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่จากการใช้ซิลิกาจากแหล่งถ้ำกลบได้ คืออุณหภูมิที่ 1400 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ต่ำที่สุดในการศึกษาและสามารถสังเคราะห์เป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ได้

4.3.2. ผลของเวลาต่อการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์

4.3.2.1. สมบัติทางกายภาพของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เวลาต่างๆ

จากกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส โดยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที คงที่ไว้ 1 ชั่วโมง 2 ชั่วโมง และ 3 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน จะได้ไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่ถูกเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์หลังกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันที่เวลาต่างๆ ดังในรูปที่ 4.17 วิเคราะห์ร้อยละน้ำหนัที่หายไปโดยใช้สมการที่ 1 และร้อยละการหดตัวโดยใช้สมการที่ 2 ซึ่งแสดงรายละเอียดดังในตารางที่ 4.8 จากข้อมูลในตารางที่ 4.8 ร้อยละน้ำหนัที่หายไปเมื่อทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส ที่เวลาคงที่ที่เพิ่มขึ้น ร้อยละน้ำหนัที่หายไปใกล้เคียงกัน และร้อยละการหดตัวในด้านกว้างมีการหดตัวสูงขึ้นเมื่อทำการเพิ่มเวลาคงที่อุณหภูมิในการสังเคราะห์มากขึ้น และร้อยละการหดตัวในด้านยาวมีค่าใกล้เคียงกัน



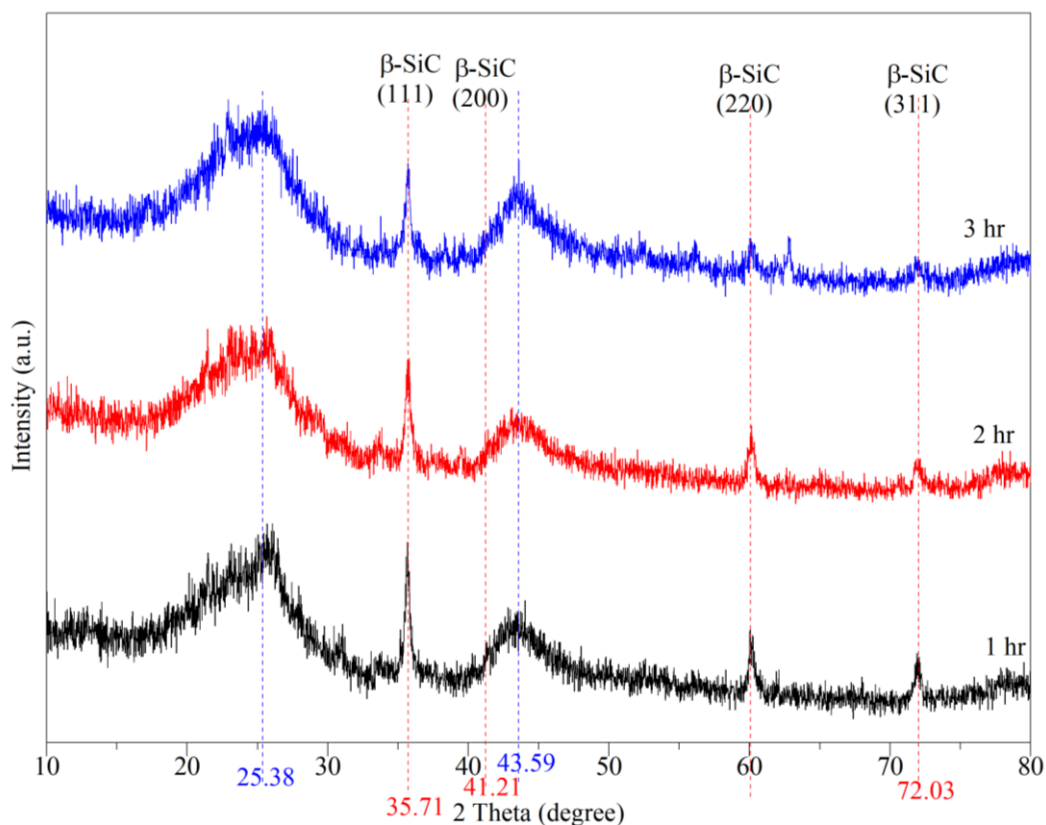
รูปที่ 4.17 ไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่ถูกเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์หลังกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส คงที่ (ก.) 1 ชั่วโมง (ข.) 2 ชั่วโมง และ (ค.) 3 ชั่วโมง

ตารางที่ 4.8 สมบัติทางกายภาพของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่ถูกเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส คงที่ที่เวลาต่างๆ

สมบัติ	คงที่ 1 ชั่วโมง	คงที่ 2 ชั่วโมง	คงที่ 3 ชั่วโมง
น้ำหนักที่หายไป (ร้อยละ)	12.58	11.97	11.37
การหดตัวด้านกว้าง (ร้อยละ)	3	6.2	5
การหดตัวด้านยาว (ร้อยละ)	2.21	3.4	2.5

4.3.2.2. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD) ของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เวลาคงที่ต่างๆ

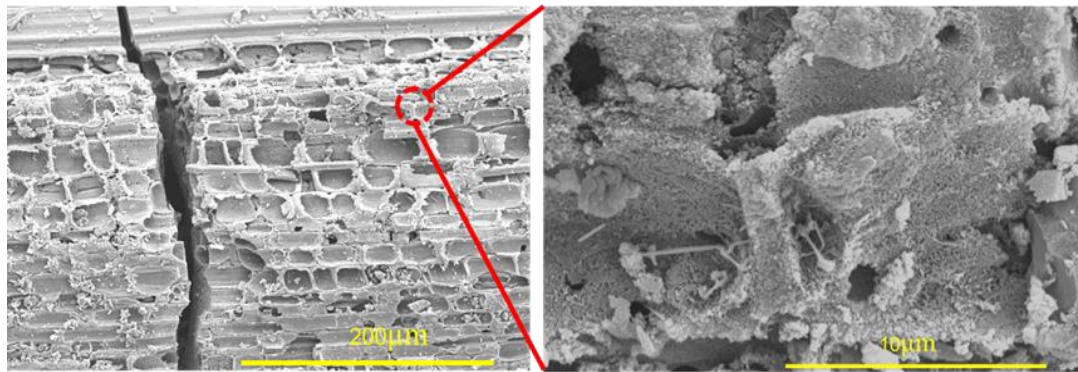
จากรูปที่ 4.18 ผลการวิเคราะห์ XRD พบว่ากระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส ที่เวลาคงที่ 1, 2 และ 3 ชั่วโมง ระหว่างไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่กับซิลิกาจากเถ้าแกลบขนาด 10 ไมโครเมตร ทำปฏิกิริยากลายเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์เคลือบที่ผิวไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ โดยชนิดเฟสของซิลิคอนคาร์ไบด์ คือ บีตาเฟส ประกอบด้วยพีคที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 35.71 41.21 60 และ 72.03 องศาซึ่งสอดคล้องกับการมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 75-0254 และนอกจากพีคของซิลิคอนคาร์ไบด์แล้วยังมีพีคที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25.38 และ 43.59 องศาซึ่งสอดคล้องกับการมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 75-2078 ของแกรไฟต์ (graphite) จากรูปที่ 4.18 ทั้ง 2 พีคนี้มีลักษณะเป็นบรอดพีค แสดงถึงโครงสร้างผลึกของแกรไฟต์ส่วนใหญ่ประกอบด้วยโครงสร้างผลึกที่ไม่สมบูรณ์ หรืออยู่ในรูปอสัณฐาน โดยมาจากส่วนของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ เมื่อนำไปวิเคราะห์หาขนาดของผลึกซิลิคอนคาร์ไบด์โดยใช้สมการในการคำนวณคือสมการเชอร์เรอร์ (Scherrer equation) ดังสมการที่ 8 ซึ่งได้ค่าขนาดของผลึกเรียงตามเวลาคงที่ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส ที่เวลาคงที่ 1, 2 และ 3 ชั่วโมง ซึ่งเท่ากับ 18.67 17.01 และ 13.38 นาโนเมตรตามลำดับ โดยจากผลการทดลองผลของการเพิ่มเวลาคงที่ในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มากขึ้นส่งผลให้ขนาดผลึกมีขนาดเล็กลง



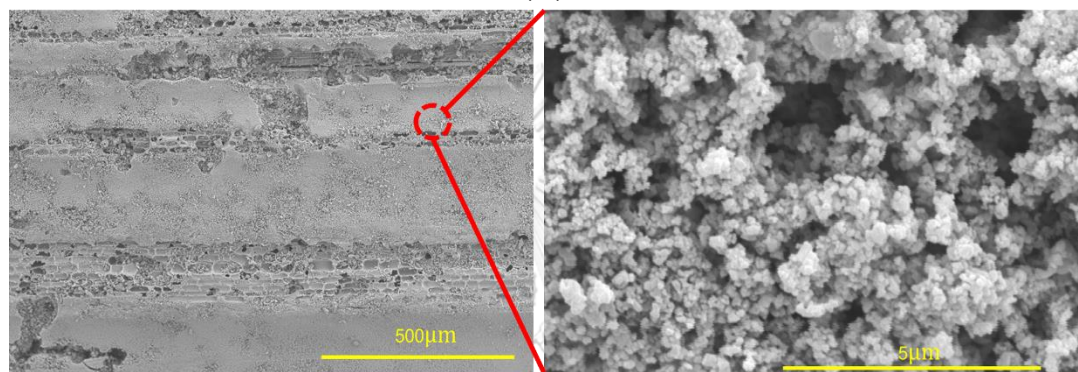
รูปที่ 4.18 ผลวิเคราะห์ XRD ของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่ถูกเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ หลังกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส คงที่ 1 2 และ 3 ชั่วโมง

4.3.2.3. ผลการวิเคราะห์สมบัติโครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM) ของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เวลาคงที่ต่างๆ

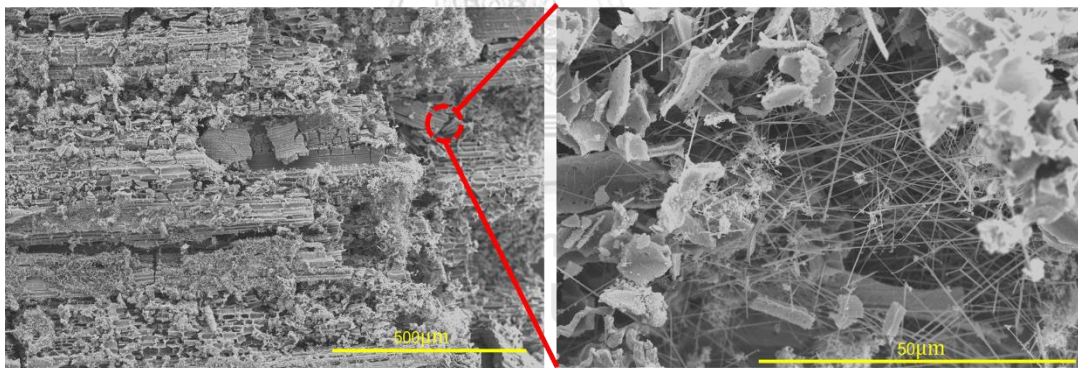
จากรูปที่ 4.19 พบว่าผลการวิเคราะห์ SEM ของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์หลังกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส ที่เวลาคงที่ 1 2 และ 3 ชั่วโมง พบว่าการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส คงที่ 1 ชั่วโมง มีการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์เกาะเคลือบที่บริเวณผิวไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ดังรูปที่ 4.19 (ก.) ซึ่งเป็นรูปที่แสดงให้เห็นว่าที่เวลาคงที่ที่ 1 ชั่วโมง สามารถเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์มาเคลือบที่บริเวณผิวของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ได้ และนอกจากนั้นแล้วยังมีการเกิดของซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ร่วมด้วย เมื่อทำการที่การสังเคราะห์เพิ่มเวลาในการคงที่เป็น 2 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 4.19 (ข.) พบว่ามีการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์เคลือบเต็มบริเวณผิวไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ และสุดท้ายเมื่อทำการเพิ่มเวลาในการสังเคราะห์เป็น 3 ชั่วโมง โดยแสดงดังรูปที่ 4.19 (ค.) จะเห็นว่ามีเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ขึ้นเคลือบที่ผิวของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ในปริมาณการเกิดที่เพิ่มมากขึ้น



(ก.)



(ข.)

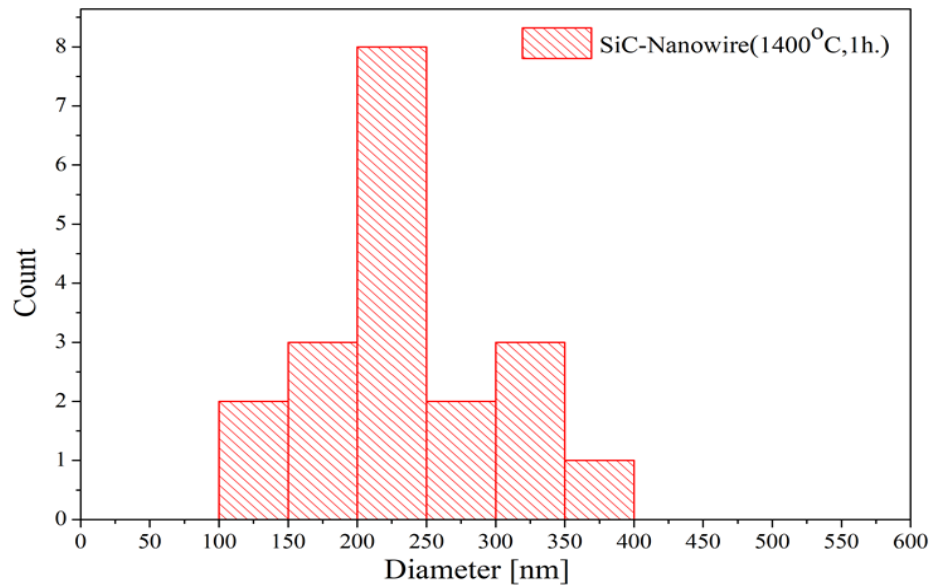


(ค.)

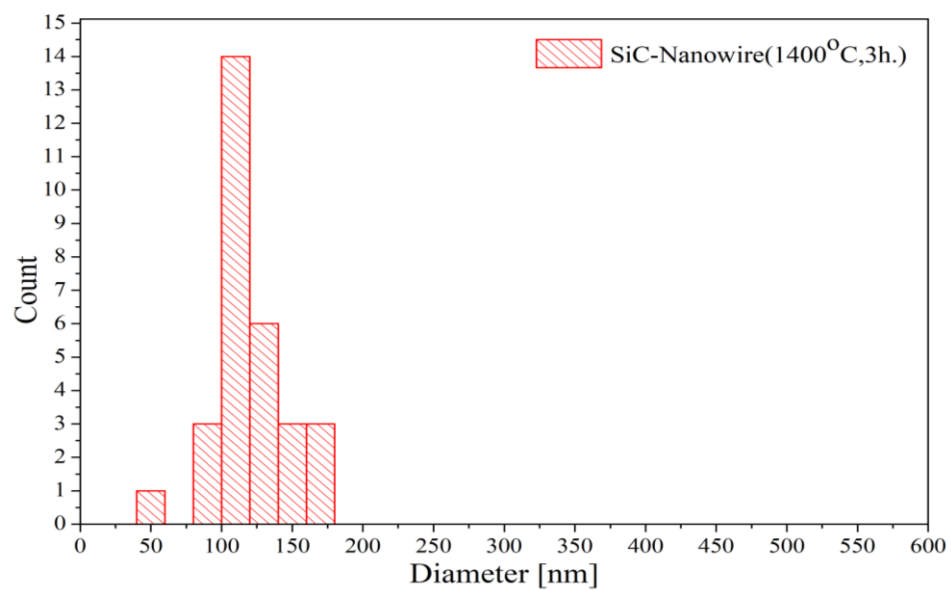
รูปที่ 4.19 ผลวิเคราะห์ SEM ของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่ถูกเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ หลังกระบวนการโบเทอรั่มลรีดักชันที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสที่เวลาคงที่ (ก.) 1 ชั่วโมง (ข.) 2 ชั่วโมง และ (ค.) 3 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.20 กราฟฮิสโตแกรมแสดงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส คงที่ 1 และ 3 ชั่วโมง โดยเป็นการประมาณขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์จากการใช้โปรแกรม Image J วิเคราะห์รูป SEM จากรูปที่ 4.20 (ก.) แสดงให้เห็นว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส คงที่ 1 ชั่วโมง มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 100-400 นาโนเมตร และที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส คงที่ 2 ชั่วโมงแสดงดังในรูปที่ 4.20 (ข.) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของ

ซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์อยู่ในช่วง 50-175 นาโนเมตร แต่มีความยาวของเส้นยาวกว่าการคงที่ที่ 1 ชั่วโมง



(ก.)



(ข.)

รูปที่ 4.20 กราฟฮิสโตแกรมแสดงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส คงที่ (ก.) 1 และ (ข.) 3 ชั่วโมง

4.3.2.4. ผลการทดสอบสมบัติทางกลด้านความแข็งแรง (flexural strength) ของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เวลาคองที่ต่างๆ

จากผลการทดสอบความแข็งแรงของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส โดยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที คองที่ไว้ 1 ชั่วโมง 2 ชั่วโมง และ 3 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน พบว่าค่าความแข็งแรงของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์มีค่าความแข็งแรงสูงสุดเมื่อทำการสังเคราะห์โดยใช้เวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งผลของค่าการทดสอบจะสรุปดังตารางที่ 4.9

ตารางที่ 4.9 สมบัติทางกลของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสคองที่ที่เวลาต่างๆ

เวลาในการคองที่ (ชั่วโมง)	ค่าความแข็งแรง (เมกะพาสคัล)
1	10.11
2	14.10
3	8.02

จากการศึกษาการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิที่ 1400 องศาเซลเซียส โดยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที คองที่ไว้ 1 2 และ 3 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน โดยใช้สารตั้งต้นคือ ไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่กับซิลิกาจากเถ้าแกลบที่มีขนาด 10 ไมโครเมตร ทำปฏิกิริยากลายเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เคลือบที่ผิวไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ พบว่า จากผลวิเคราะห์ XRD ดังรูปที่ 4.18 เมื่อนำไปวิเคราะห์คำนวณหาขนาดของผลึกจะได้ค่าเท่ากับ 18.67 17.01 และ 13.38 นาโนเมตรตามลำดับเวลาที่ใช้คองที่ 1 2 และ 3 ชั่วโมงตามลำดับ และทั้ง 3 เวลาที่ใช้คองที่ ยังคงพบพิกของคาร์บอนซึ่งอยู่ในรูปของแกรไฟท์ ซึ่งจากรูปที่ 4.18 ทั้ง 2 พิกนี้มีลักษณะเป็นบรอดพีก แสดงถึงโครงสร้างผลึกของแกรไฟท์ส่วนใหญ่ประกอบด้วยโครงสร้างผลึกที่ไม่สมบูรณ์ หรืออยู่ในรูปอสัณฐาน โดยมาจากส่วนของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่

จากการวิเคราะห์ด้วย SEM พบว่าที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส แต่ละเวลาการคองที่ที่แตกต่างกันในการสังเคราะห์พบว่า ในการคองที่ที่เวลา 1 ชั่วโมง มีการเกิดทั้งผงที่เคลือบที่ผิวและ SiC nanowire ขึ้น ซึ่งจากรูปที่ 4.19 ได้แสดงให้เห็นถึงความแตกต่างในการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์คือ นอกจากปัจจัยของอุณหภูมิแล้วยังมีปัจจัยของลักษณะบริเวณที่เกิดคือจากที่สังเกตที่รูปจะเห็นว่าที่รูป 4.19 (ข.) ที่ไม่มีการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ โดยลักษณะของพื้นผิวไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ไม่พบรอยร้าวหรือการแตกหัก หรือช่องว่างที่ผิวบริเวณนั้น แต่รูปที่ 4.19 (ก.) และ (ค.) บริเวณที่เกิดซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ ส่วนใหญ่จะเป็นบริเวณที่มีรอยแตกร้าว ดังนั้นปัจจัยการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์นั้นขึ้นกับปัจจัยของลักษณะบริเวณรอยผิวของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ ส่วนปริมาณการเกิดขึ้นกับอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการคองที่ที่อุณหภูมิ โดยที่อุณหภูมิและเวลาคองที่ที่สูงขึ้นจะมีปริมาณที่มากขึ้น

จากการทดสอบสมบัติทางกล พบว่าค่าความแข็งแรงของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เพิ่มขึ้นที่การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส คงที่ 2 ชั่วโมง และสูงกว่าไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ ที่อุณหภูมิการเตรียม 800 องศาเซลเซียส โดยสาเหตุของค่าความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้นของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ มาจากการเกิดขึ้นซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เคลือบได้อย่างเหมาะสม

ดังนั้นจากการวิเคราะห์ผลการทดลองในการเลือกเวลาคงที่ที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เคลือบที่ผิวไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ จากการใช้ซิลิกาจากแหล่งเก่าแก่ได้ที่อุณหภูมิที่ 1400 องศาเซลเซียส นั้นการเพิ่มเวลาคงที่ทำให้ขนาดผลึกของซิลิคอนคาร์ไบด์เล็กลงส่วนปัจจัยในการเพิ่มความแข็งแรงให้กับไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่จะขึ้นอยู่กับ การเตรียมตัวอย่างไม่ให้เกิดซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ขึ้น โดยปัจจัยที่ทำให้เกิดซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ จากการทดลองมีสาเหตุมาจากกรวยต่างๆ ที่เกิดขึ้นบนที่ผิวไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่

4.4. การเตรียมสารโพโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์

ในการศึกษาการเตรียมสารโพโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ ในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาตั้งแต่การเริ่มสังเคราะห์กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์โดยใช้สารตั้งต้นคือยูเรีย ซึ่งทำการศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อการสังเคราะห์ 3 ปัจจัย คือ บรรยากาศที่ต่างกันระหว่างบรรยากาศอับอากาศกับบรรยากาศไนโตรเจน อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ ซึ่งทั้งสองปัจจัยนี้จะทำการศึกษาโดยใช้เวลาในการคงที่ที่อุณหภูมิสูง 30 นาที และปัจจัยสุดท้ายของการศึกษาการสังเคราะห์กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ คือ ปัจจัยของเวลาคงที่ที่อุณหภูมิสูง และถัดมาจะเป็นการเตรียมสารโพโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ ซึ่งจะทำการเตรียมการเติม SiO_2 ด้วย 2 วิธี คือวิธีที่ 1 การบดผสม (Ball Mill) และวิธีที่ 2 คือ การไพโรไลซิส

4.4.1. ผลของบรรยากาศและอุณหภูมิต่อการสังเคราะห์ $g\text{-C}_3\text{N}_4$

ใช้ยูเรียเป็นสารตั้งต้น ใส่ในเข้าหลอมอะลูมินาที่มีฝาปิดแล้วทำการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 450, 500, 550 และ 600 องศาเซลเซียส คงที่ 30 นาที ภายใต้บรรยากาศที่แตกต่างกันคือที่บรรยากาศไนโตรเจนหรืออับอากาศ วิเคราะห์ร้อยละการสูญเสียน้ำหนักของยูเรียในการสังเคราะห์ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ แสดงข้อมูลดังตารางที่ 4.10 ซึ่งอธิบายได้ว่าในการสังเคราะห์ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนพบว่าร้อยละการสูญเสียน้ำหนักของยูเรียเปลี่ยนแปลงน้อยแม้เพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ แต่ในบรรยากาศอับอากาศร้อยละการสูญเสียน้ำหนักของยูเรียมากขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่สูงขึ้น

ตารางที่ 4.10 ร้อยละการสูญเสียน้ำหนักของยูเรียภายใต้การสังเคราะห์ที่บรรยากาศอับอากาศและไนโตรเจนที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน

อุณหภูมิ	450 °C		500 °C		550 °C		600 °C	
	Air	N ₂	Air	N ₂	Air	N ₂	Air	N ₂
การสูญเสีย น้ำหนักของยูเรีย (ร้อยละ)	94.31	95.67	95.75	94.87	97.87	94.75	98.74	96.21

4.4.1.1. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง XRD ของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่สังเคราะห์ที่บรรยากาศและอุณหภูมิต่างกัน

จากรูปที่ 4.21 แสดงผลการวิเคราะห์ XRD พบว่าภายใต้การสังเคราะห์ที่บรรยากาศไนโตรเจน เมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้นลักษณะของกราฟที่ตำแหน่งพีคที่สูงสุด ประมาณที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 27 องศา ลักษณะของกราฟมีแนวโน้มกว้างขึ้น ซึ่งแสดงว่าขนาดของผลึกมีขนาดเล็กลงเมื่ออุณหภูมิในการสังเคราะห์สูงขึ้น วิเคราะห์หาขนาดของผลึก ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ(002) และจำนวนชั้นของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ต่อขนาดของผลึก ด้วยสมการเชอร์เรอร์ (Scherrer equation) ดังสมการที่ 8 สมการของ Bragg's law ดังสมการที่ 9 และสมการที่ 10 ตามลำดับ

$$\text{สมการของ Bragg's law} \\ 2d\sin\theta = n\lambda \dots \dots \dots (9)$$

โดย

- d = ระยะห่างระหว่างระนาบ (002) (Å)
 θ = the Bragg's angle
 n = the diffraction order
 λ = the wavelength of the incident beam (Å)

$$N = \frac{D}{d} \dots \dots \dots (10)$$

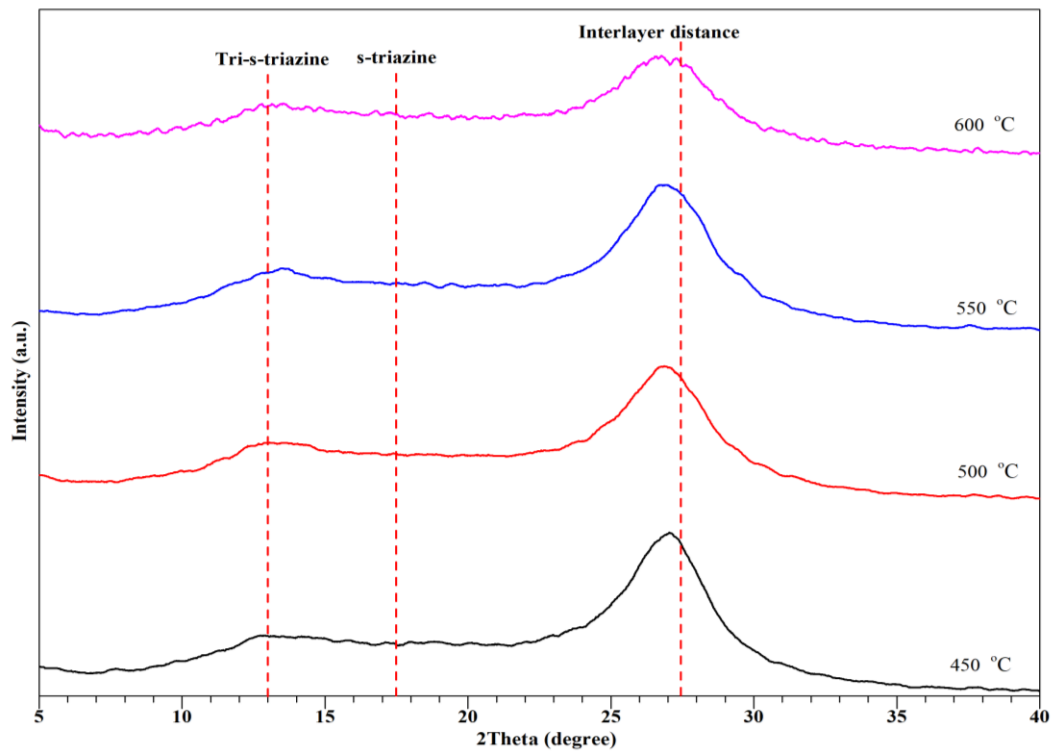
โดย

- N = จำนวนชั้นของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ต่อขนาดของผลึก (Number layer)
 D = ขนาดของผลึก (นาโนเมตร)
 d = ระยะห่างระหว่างระนาบ (002) (Å)

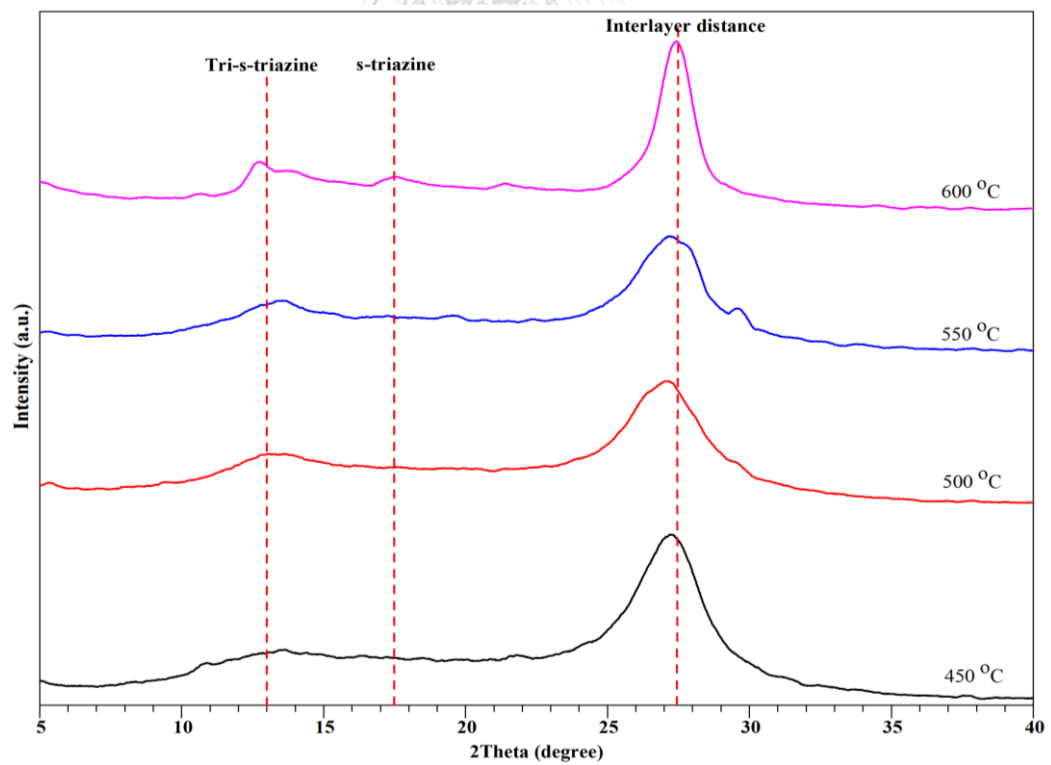
จะได้ผลดังตารางที่ 4.11 ขนาดของผลึกที่สังเคราะห์ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 450 500 550 และ 600 องศาเซลเซียส เท่ากับ 2.645 2.529 2.428 และ 2.270 นาโนเมตรตามลำดับ และจำนวนชั้นต่อขนาดของผลึกของ $\gamma\text{-C}_3\text{N}_4$ มีจำนวนชั้นที่ลดลงเมื่อสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น ซึ่งสัมพันธ์กับขนาดของผลึกที่มีขนาดเล็กลงที่การสังเคราะห์เพิ่มอุณหภูมิ

ภายใต้การสังเคราะห์ที่บรรยากาศอับอากาศ พบว่าเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ จากผล XRD แสดงพีคที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 27 องศากราฟมีลักษณะแนวโน้มแคบขึ้น ซึ่งแสดงว่าผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการสังเคราะห์สูงขึ้น และจากตารางที่ 4.11 ซึ่งแสดงข้อมูลขนาดของผลึกของ $\gamma\text{-C}_3\text{N}_4$ เท่ากับ 3.002 2.659 2.966 และ 5.524 นาโนเมตรตามลำดับอุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 450 500 550 และ 600 องศาเซลเซียส และจำนวนชั้นต่อขนาดของผลึกของ $\gamma\text{-C}_3\text{N}_4$ มีจำนวนชั้นเพิ่มขึ้นเมื่อสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น แต่ที่บรรยากาศอับอากาศพบว่าที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส ขนาดของผลึกมีขนาดใหญ่กว่าขนาดของผลึกที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 และ 550 องศาเซลเซียส ซึ่งคาดว่าเกิดจากการที่เป็นช่วงของเกิดการควบแน่นของ melem เพื่อก่อตัวของสารประกอบพอลิเมอร์เฮปตาซีน (Polyheptazine) แต่อาจจะยังคงเหลืออยู่ในรูปของ melem บางส่วนเล็กน้อยซึ่งการอยู่ในรูปของ melem จะทำให้มีขนาดผลึกที่ใหญ่กว่าผลึกของ $\gamma\text{-C}_3\text{N}_4$ โดยขนาดผลึกของ melem อยู่ที่ขนาด 0.83 นาโนเมตร และจะยังคงอยู่ในรูปของ melem ได้ถึง 48 ชั่วโมง ในช่วงอุณหภูมิที่ 380 และ 400 องศาเซลเซียส หรือเวลาในการคงที่ด้วยความร้อนที่น้อยลงของ melam (1 ชั่วโมง) ได้ผลิตภัณฑ์เป็นส่วนผสมของ melam, melem และส่วนผสมที่ยังไม่ทราบเฟสที่กลายเป็น melam-melem adduct [37] ผลึกของ $\gamma\text{-C}_3\text{N}_4$ อยู่ที่ขนาด 0.73 นาโนเมตร [24]

ดังนั้นจากการวิเคราะห์ผล $\gamma\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่สังเคราะห์ที่บรรยากาศและอุณหภูมิต่างกันขนาดของผลึกมีขนาดใหญ่ที่สุดเมื่อสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสภายใต้บรรยากาศอับอากาศ และขนาดผลึกเล็กที่สุดเมื่อสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน



(ก.)



(ข.)

รูปที่ 4.21 ผลวิเคราะห์ XRD ของการสังเคราะห์ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่อุณหภูมิ 450-600°C คงที่ 30 นาที (ก.) ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน และ (ข.) อากาศ

ตารางที่ 4.11 แสดงค่าระยะห่างระหว่างระนาบ(002) ขนาดของผลึก และจำนวนชั้นของ γ - C_3N_4 ต่อขนาดของผลึกของ γ - C_3N_4 ที่สังเคราะห์ที่บรรยากาศและอุณหภูมิต่างกัน

อุณหภูมิ	ระยะห่างระหว่างระนาบ (002) (Å)	ขนาดของผลึก (nm)	จำนวนชั้นของ γ - C_3N_4 ต่อขนาดของผลึก
Air- 450 °C	0.902	3.002	33
Air- 500 °C	0.925	2.659	28
Air- 550 °C	0.858	2.966	34
Air- 600 °C	0.839	5.524	65
Nitrogen- 450 °C	0.932	2.645	28
Nitrogen- 500 °C	0.966	2.529	25
Nitrogen- 550 °C	0.966	2.428	25
Nitrogen- 600 °C	0.996	2.270	23

4.4.1.2. ผลการวิเคราะห์ขนาดของพื้นที่ผิวจำเพาะด้วย BET ของ γ - C_3N_4 ที่สังเคราะห์ที่บรรยากาศและอุณหภูมิต่างกัน

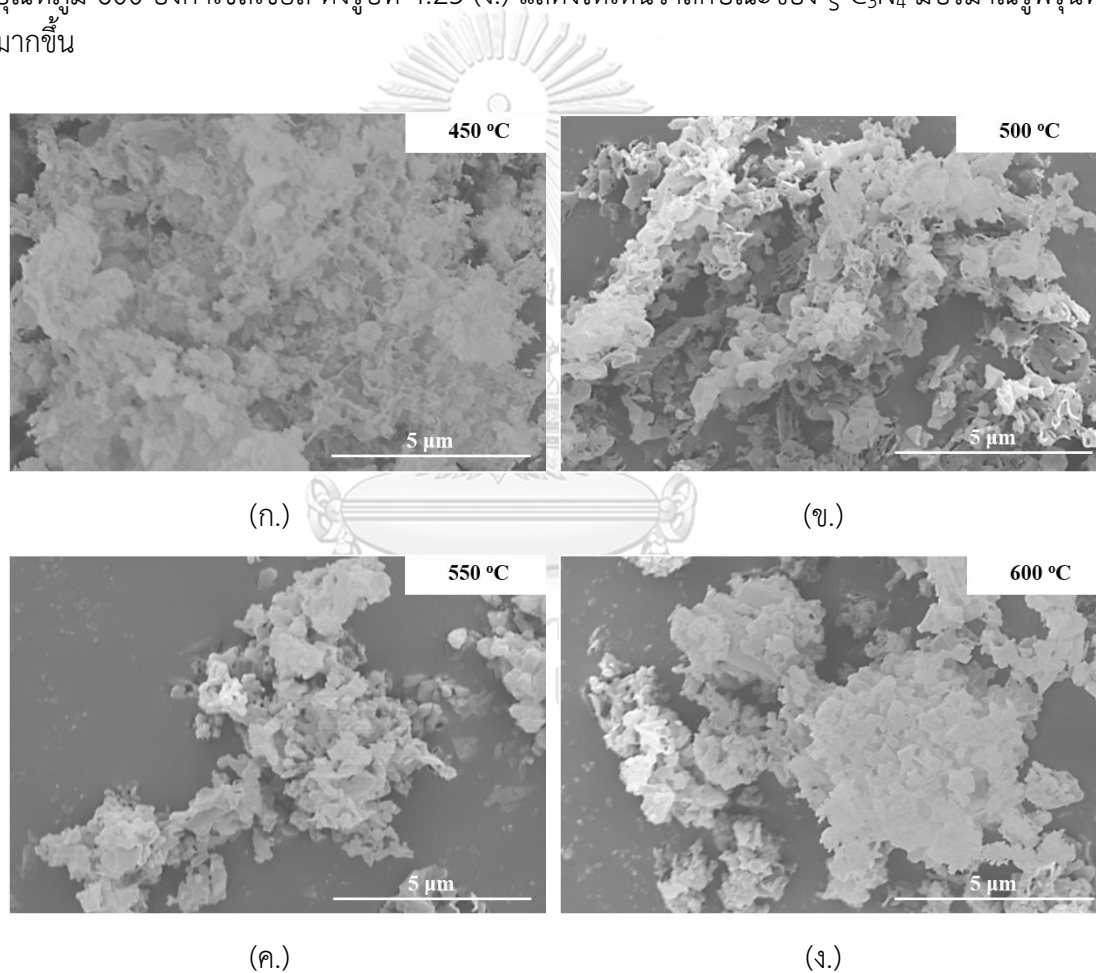
จากตารางที่ 4.12 ผลการวิเคราะห์พบว่าการสังเคราะห์ γ - C_3N_4 ในบรรยากาศอับอากาศและบรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสที่เวลาคงที่ 30 นาที γ - C_3N_4 ที่ได้จากการสังเคราะห์มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงที่สุดเท่ากับ 121.90 และ 141.10 m^2/g ตามลำดับ โดยการเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ทั้ง 2 บรรยากาศมีแนวโน้มที่ส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะสูงขึ้น

ตารางที่ 4. 12 แสดงข้อมูลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะภายใต้การสังเคราะห์ที่บรรยากาศอับอากาศและไนโตรเจนที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน

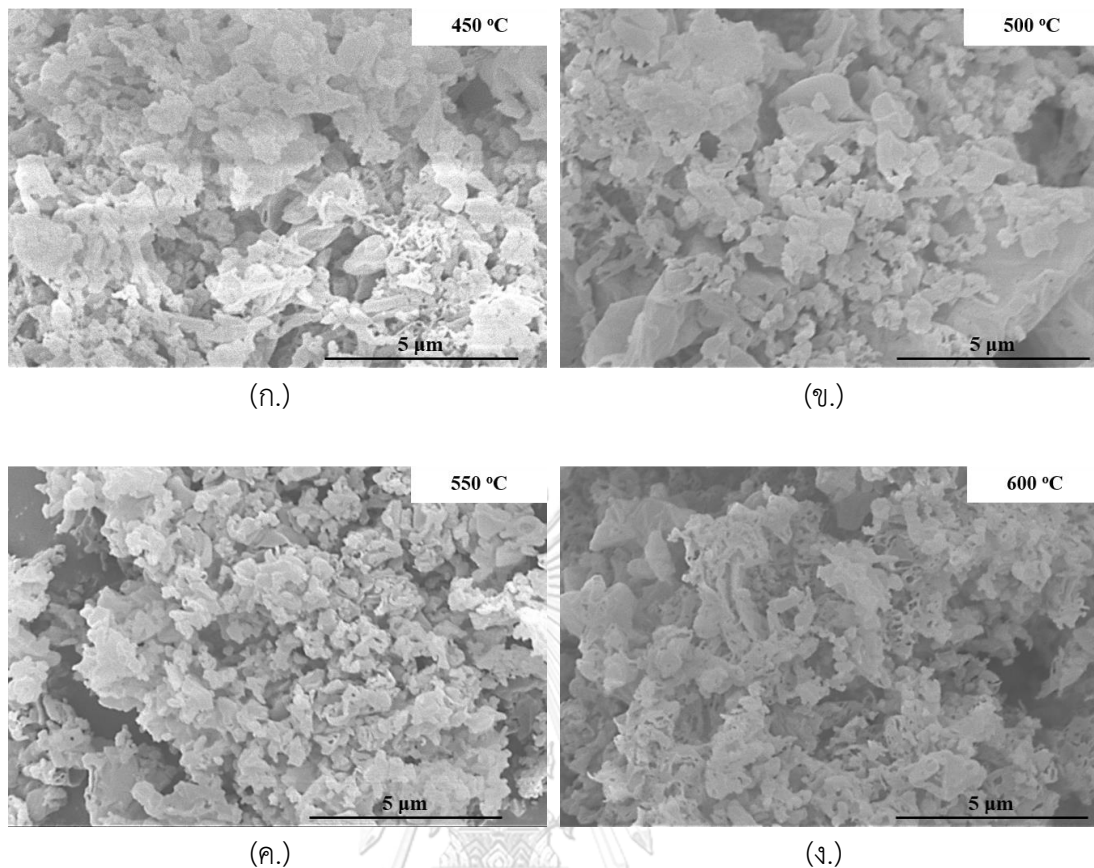
อุณหภูมิ	450 °C		500 °C		550 °C		600 °C	
	Air	N ₂	Air	N ₂	Air	N ₂	Air	N ₂
พื้นที่ผิวจำเพาะ (m^2/g)	44.33	90.41	55.16	29.55	44.53	31.63	121.90	141.10

4.4.1.3. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM ของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่สังเคราะห์ที่บรรยากาศและอุณหภูมิต่างกัน

จากผลการศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 450 500 550 และ 600 องศาเซลเซียส คงที่ 30 นาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนและบรรยากาศ โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังรูปที่ 4.22 พบว่า ภายใต้บรรยากาศอับอากาศลักษณะของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ จะมีลักษณะเป็นแผ่นบางๆ แต่เกาะกันอยู่เป็นกลุ่มก้อน โดยลักษณะในแต่ละกลุ่มก้อนจะเห็นว่า มีรูพรุนเล็กๆ เกิดขึ้นในแต่ละแผ่นซึ่งกระจายตัวอยู่เป็นจุดๆ สามารถสังเกตเห็นได้ชัดเจนดังรูปที่ 4.22 (ข.) การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส และการสังเคราะห์ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน มีลักษณะเช่นเดียวกันกับที่บรรยากาศอับอากาศดังรูปที่ 4.23 แต่ที่การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 4.23 (ง.) แสดงให้เห็นว่าลักษณะของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ มีปริมาณรูพรุนที่มากขึ้น



รูปที่ 4.22 ผลการวิเคราะห์ SEM ของการสังเคราะห์ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่อุณหภูมิ (ก.) 450 (ข.) 500 (ค.) 550 และ (ง.) 600 องศาเซลเซียส คงที่ 30 นาที ภายใต้บรรยากาศอับอากาศ



รูปที่ 4.23 ผลการวิเคราะห์ SEM ของการสังเคราะห์ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่อุณหภูมิ (ก.) 450 (ข.) 500 (ค.) 550 และ (ง.) 600 องศาเซลเซียส คงที่ 30 นาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

4.4.1.4. ผลการวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วย UV-VIS-NIR spectrometer ของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่สังเคราะห์ที่บรรยากาศและอุณหภูมิต่างกัน

ผลการดูดกลืนแสงของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่สังเคราะห์จากยูเรียภายใต้บรรยากาศอับอากาศและไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 450 500 550 และ 600 องศาเซลเซียส ดังแสดงในรูปที่ 4.24 (ก.) และ (ข.) ตามลำดับพบว่า ภายใต้บรรยากาศอับอากาศช่วงอุณหภูมิ 450-550 องศาเซลเซียส มีการดูดกลืนแสงอยู่ในช่วงความยาวคลื่นที่เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ และเมื่อคำนวณหาค่าพลังงานแถบช่องว่างด้วยสมการ $Tauc's$ ดังแสดงในสมการที่ 11 มีค่าเท่ากับ 2.97 2.91 และ 2.87 อิเล็กตรอนโวลต์ตามอุณหภูมิที่สูงขึ้น ดังนั้นการเพิ่มอุณหภูมิทำให้ค่าพลังงานแถบช่องว่างลดลงส่งผลให้ค่าความยาวคลื่นเพิ่มขึ้นหรือดูดกลืนช่วงแสงได้กว้างขึ้น ยกเว้นที่ 600 องศาเซลเซียส

สมการของ Tauc's
 $(\alpha hv)^n = A(hv - E_g) \dots \dots \dots (11)$

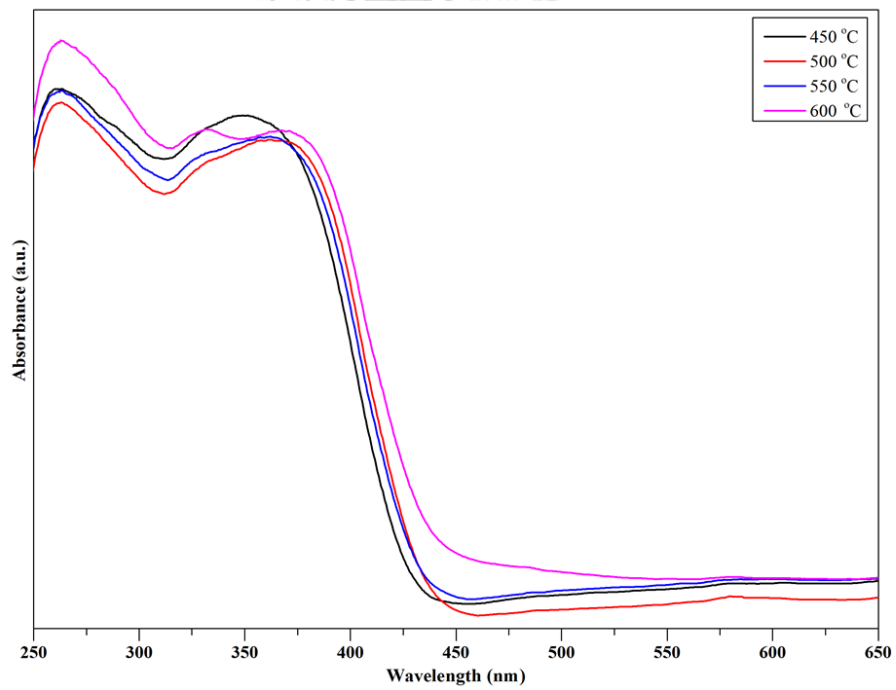
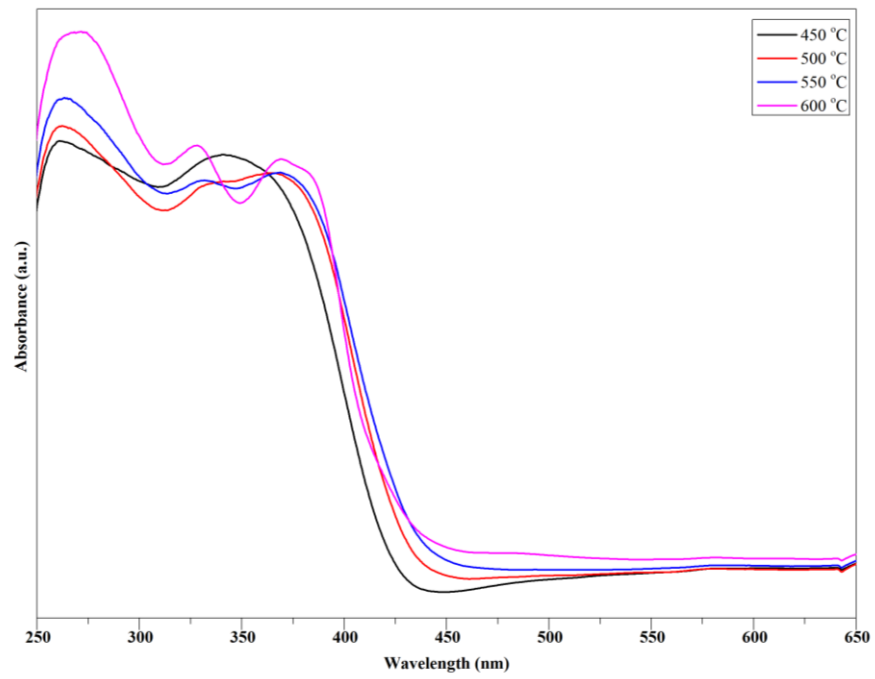
โดย

- α = Absorption
- h = Plank's constant
- ν = Frequency
- n = Nature of transmission
- A = Energy independent constant
- E_g = ค่าพลังงานแถบช่องว่าง

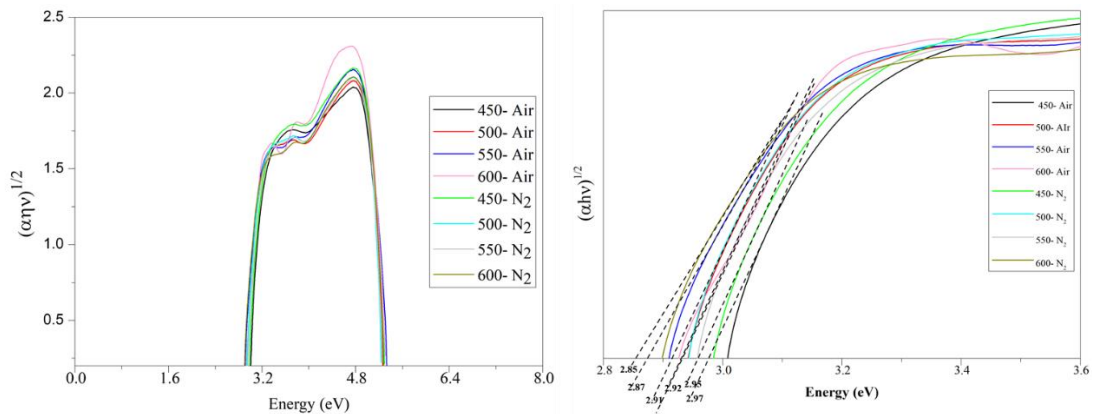
ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ 450-600 องศาเซลเซียส แสดงผลการคำนวณหาค่าพลังงานแถบช่องว่างด้วยสมการ Tauc's ดังตารางที่ 4.13 มีค่าเท่ากับ 2.95 2.91 2.92 และ 2.85 อิเล็กตรอนโวลต์ตามลำดับ ซึ่งพบว่าการเพิ่มอุณหภูมิทำให้ค่าพลังงานแถบช่องว่างลดลง และการเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ยังเป็นการเพิ่มค่าการดูดกลืนแสงให้ดูดกลืนได้สูงขึ้น

ตารางที่ 4. 13 ค่าพลังงานแถบช่องว่างที่พลอตโดยใช้สมการ Tauc's ของการสังเคราะห์ $g-C_3N_4$ ภายใต้การสังเคราะห์ที่บรรยากาศอับอากาศและไนโตรเจนที่อุณหภูมิที่ต่างกัน

อุณหภูมิ	450 °C		500 °C		550 °C		600 °C	
	Air	N ₂	Air	N ₂	Air	N ₂	Air	N ₂
ค่าพลังงานแถบช่องว่าง (eV)	2.97	2.95	2.91	2.91	2.87	2.92	2.92	2.85



(۲.)



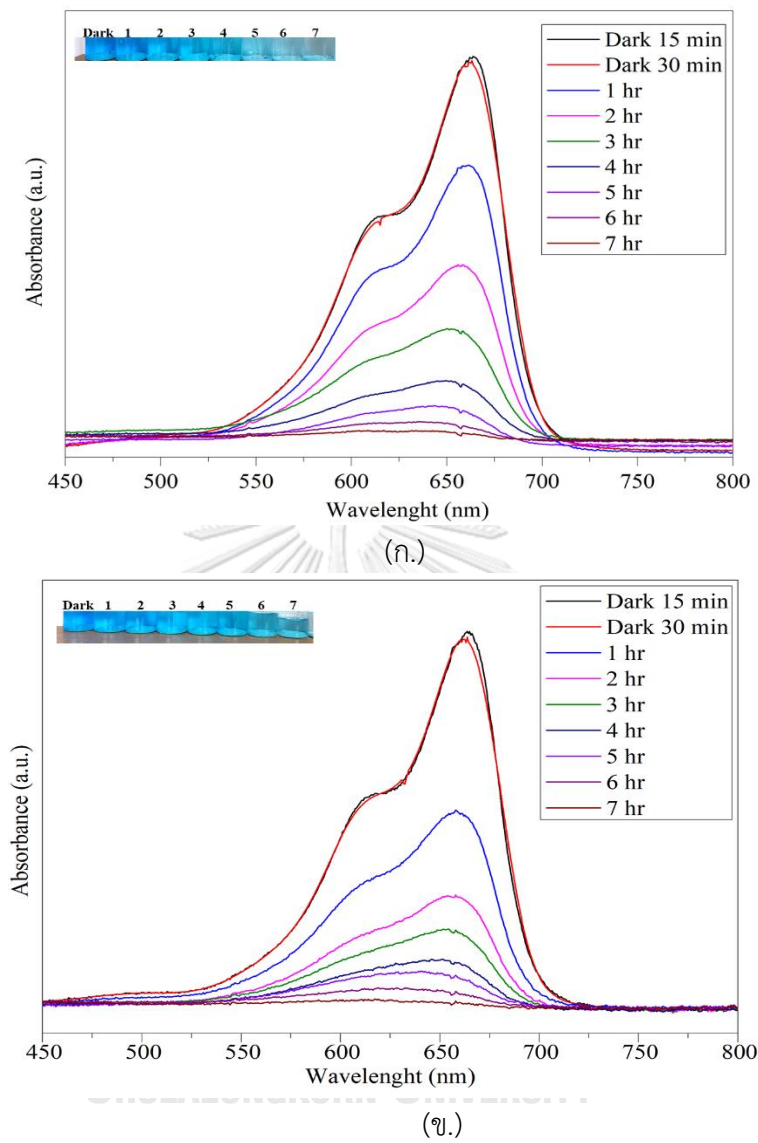
(ค.)

รูปที่ 4.24 ผลการวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงของการสังเคราะห์ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่แตกต่างกันภายใต้บรรยากาศ (ก.) อากาศ (ข.) ไนโตรเจน และ (ค.) กราฟแสดงค่าพลังงานแถบช่องว่างที่พลอตโดยใช้สมการ Tauc's

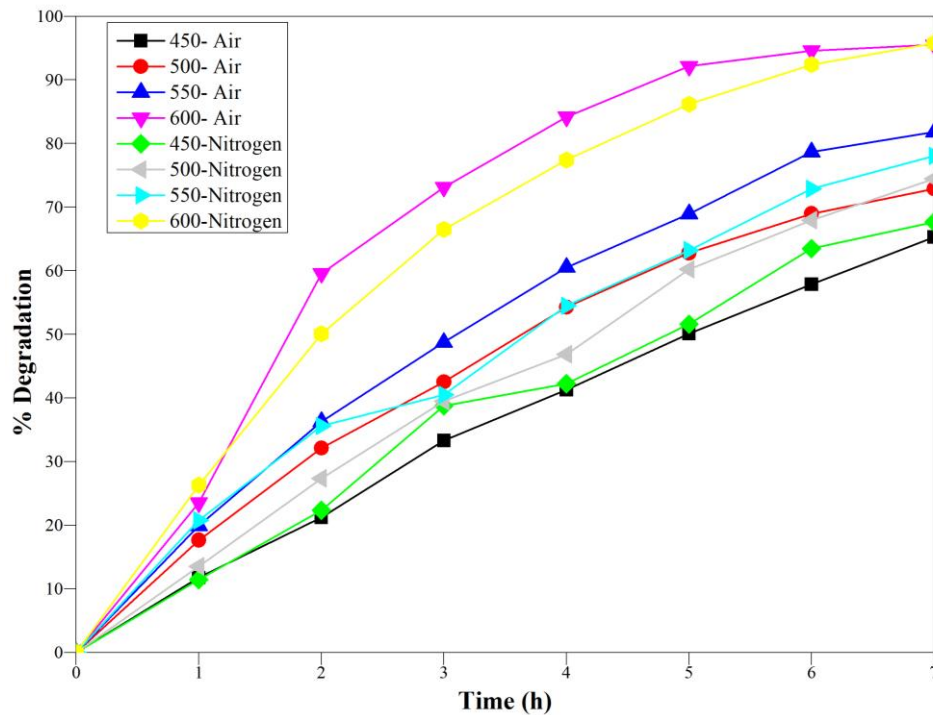
4.4.1.5. ผลการทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงโดยการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูภายใต้แสงที่ตามองเห็นของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่สังเคราะห์ที่บรรยากาศและอุณหภูมิต่างกัน

จากรูปที่ 4.25 แสดงผลจากการทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงของสารสังเคราะห์ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศ (ก.) อากาศ และ (ข.) ไนโตรเจน โดยการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูภายใต้แสงที่ตามองเห็น ผลคำนวณร้อยละการย่อยสลายของสีเมทิลีนบลูแสดงดังรูปที่ 4.26 และ ตารางที่ 4.14 เป็นเวลา 7 ชั่วโมง พบว่าสารสังเคราะห์ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนและบรรยากาศอากาศดีที่สุด ซึ่งสัมพันธ์กับผลการวิเคราะห์ขนาดของพื้นที่ผิวจำเพาะด้วย BET ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงสุดเท่ากับ 121.90 และ 141.10 m^2/g ภายใต้บรรยากาศอากาศ และไนโตรเจนตามลำดับ

ปัจจัยการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น พบว่าร้อยละการย่อยสลายสีเมทิลีนบลูเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการสังเคราะห์ที่สูงขึ้น ซึ่งสัมพันธ์กับข้อมูลค่า BET ที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงขึ้น ทำให้มีพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาได้มากขึ้น ส่งผลประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตคะตาไลติกดีขึ้น



รูปที่ 4. 25 ผลการทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงโดยการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูที่เตรียมที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส คงที่ 30 นาทีภายใต้บรรยากาศ (ก.) อับอากาศ (ข.) ไนโตรเจน



รูปที่ 4. 26 กราฟแสดงร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมที่อุณหภูมิ 450 - 600 °C คงที่ 30 นาที ภายใต้บรรยากาศอับอากาศและไนโตรเจน ในเวลา 7 ชั่วโมง

ตารางที่ 4. 14 ร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูภายใต้แสงที่ตามองเห็นของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่สังเคราะห์ที่บรรยากาศและอุณหภูมิต่างกัน เป็นเวลา 7 ชั่วโมง

อุณหภูมิ	450 °C		500 °C		550 °C		600 °C	
	Air	N ₂	Air	N ₂	Air	N ₂	Air	N ₂
การย่อยสลายสีเมทิลีนบลู (ร้อยละ)	65.28	67.65	72.88	74.48	81.79	78.06	95.50	95.76

4.4.2. ผลของเวลาคงที่ต่อการสังเคราะห์ $g\text{-C}_3\text{N}_4$

จากตารางที่ 4.15 แสดงผลการศึกษาเวลาที่ใช้คงที่ 30 นาที, 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง ในการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน พบว่าร้อยละการสูญเสียน้ำหนักของยูเรียมีค่าเปลี่ยนแปลงน้อยที่การเพิ่มเวลาคงที่ในการสังเคราะห์ แต่ที่เวลาคงที่ 4 ชั่วโมง พบว่าเกิดการสลายตัว

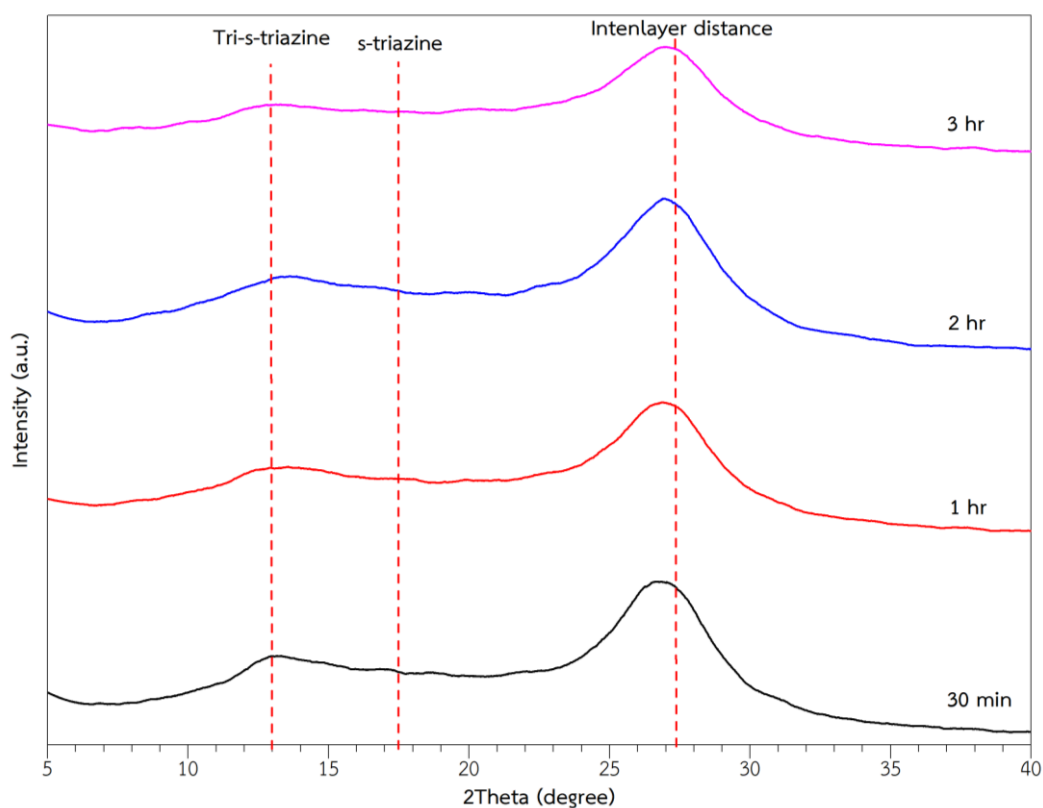
ตารางที่ 4. 15 ร้อยละการสูญเสียน้ำหนักของยูเรียในการสังเคราะห์ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ที่เวลา 30 นาที 1 2 3 และ 4 ชั่วโมง

เวลาที่ใช้คงที่	30 นาที	1 ชั่วโมง	2 ชั่วโมง	3 ชั่วโมง	4 ชั่วโมง
การสูญเสีย น้ำหนักของยูเรีย (ร้อยละ)	96.21	96.79	96.84	96.92	สลายตัวหมด

4.4.2.1. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง XRD ของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่สังเคราะห์ที่เวลาคงที่ต่างกัน

จากรูปที่ 4.27 แสดงผลการวิเคราะห์ XRD พบว่าภายใต้การสังเคราะห์ที่บรรยากาศไนโตรเจนเมื่อเพิ่มเวลาคงที่ให้นานขึ้นลักษณะกราฟที่ตำแหน่งพีคสูงสุด ประมาณที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 27 องศา กราฟมีลักษณะแนวโน้มแคบขึ้น วิเคราะห์หาขนาดของผลึก ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ(002) และจำนวนชั้นของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ต่อขนาดของผลึก ด้วยสมการเชอร์เรอร์ (Scherrer equation) ดังสมการที่ 8 สมการของ Bragg's law ดังสมการที่ 9 และสมการที่ 10 ตามลำดับ ซึ่งแสดงผลดังตารางที่ 4.16 ขนาดของผลึกเท่ากับ 2.27 2.84 2.84 และ 2.89 นาโนเมตรตามลำดับการเพิ่มเวลาในการคงที่ 30 นาที, 1, 2 และ 3 ชั่วโมง และจำนวนชั้นต่อขนาดของผลึกของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ มีจำนวนชั้นที่เพิ่มขึ้นเมื่อสังเคราะห์ที่เวลาคงที่นานขึ้น ซึ่งสัมพันธ์กับขนาดของผลึกที่มีใหญ่ขึ้นที่การสังเคราะห์เพิ่มเวลามากขึ้น

ดังนั้นการเพิ่มเวลาในการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ที่เวลา 1 2 3 และ 4 ชั่วโมง พบว่าการเพิ่มเวลาในการคงที่นานขึ้นขนาดผลึกจะมีขนาดเพิ่มขึ้น โดยที่เวลาคงที่ 2 และ 3 ชั่วโมง ขนาดผลึกค่อนข้างใกล้เคียงกัน แต่ที่ 4 ชั่วโมง เกิดการสลายตัวจนหมด ดังนั้นจึงเลือกการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ที่เวลา 2 ชั่วโมง



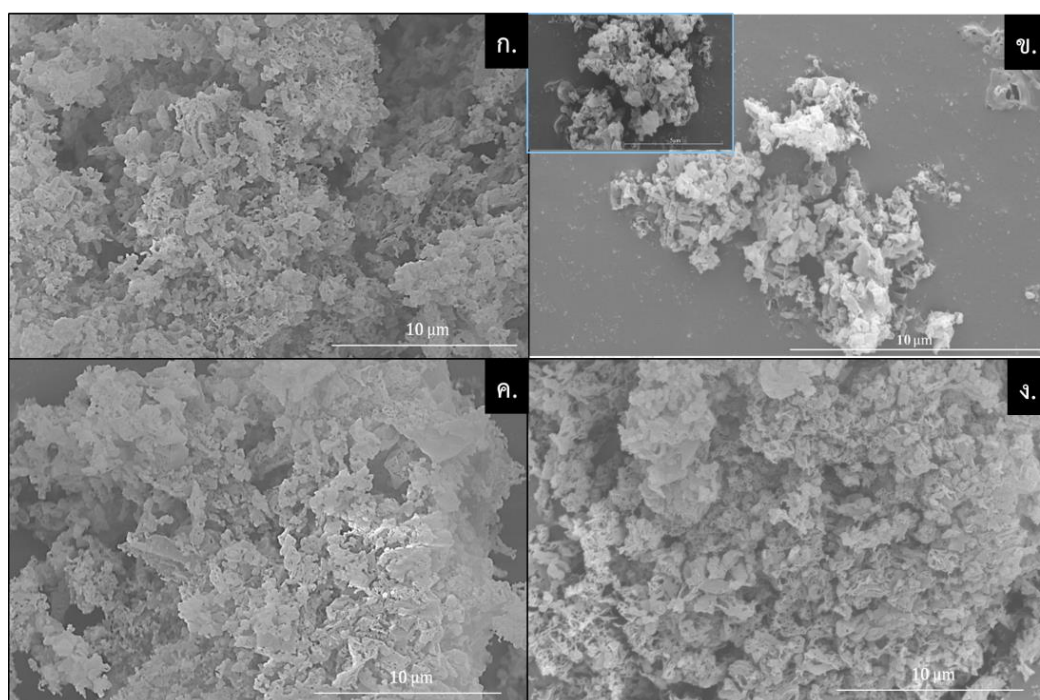
รูปที่ 4.27 ผลวิเคราะห์ XRD ของการสังเคราะห์ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่อุณหภูมิ 600°C คงที่ 30 นาที 1 2 และ 3 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

ตารางที่ 4.16 แสดงค่าระยะห่างระหว่างระนาบ(002) ขนาดของผลึก และจำนวนชั้นของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ต่อขนาดของผลึกของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่สังเคราะห์เวลาคงที่ต่างๆ

เวลาคงที่	ระยะห่างระหว่างระนาบ(002) (Å)	ขนาดของผลึก (nm)	จำนวนชั้นของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ต่อขนาดของผลึก
30 min	0.966	2.270	23
1 hr	0.958	2.844	29
2 hr	0.937	2.814	29
3 hr	0.902	2.895	32

4.4.2.2. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM ของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่สังเคราะห์ที่เวลาคงที่ต่างกัน

จากรูปที่ 4.28 แสดงผลลักษณะโครงสร้างจุลภาคของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส คงที่ 30 นาที 1 2 และ 3 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าการเพิ่มเวลาคงที่ ลักษณะของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ มีรูพรุนเล็กๆ เกิดขึ้นในแต่ละแผ่นซึ่งกระจายตัวอยู่เป็นจุดๆ มีความพรุนตัวมากขึ้นตามการเพิ่มเวลาคงที่ที่นานขึ้น ซึ่งสัมพันธ์กับขนาดผลึกจากข้อมูลการวิเคราะห์ XRD ในการคำนวณดังตารางที่ 4.16 ที่เมื่อเพิ่มเวลาในการคงที่อุณหภูมิ จำนวนชั้นและขนาดของผลึกจะเพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.28 ผลวิเคราะห์ SEM ของการสังเคราะห์ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่อุณหภูมิ 600°C คงที่ 30 นาที 1 2 และ 3 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

4.4.2.3. ผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี ด้วยเครื่อง EDS ของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่สังเคราะห์ที่เวลาคงที่ต่างกัน

จากตารางที่ 4.17 แสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส คงที่ 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เมื่อทำการวิเคราะห์ พบว่าประกอบด้วยคาร์บอนและไนโตรเจน ด้วยอัตราส่วน C/N จะได้เท่ากับ 0.63 หรือ 2.9 : 4.6 แสดงว่าเมื่อทำการสังเคราะห์ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนทำให้ปริมาณของไนโตรเจนเพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4.17 องค์ประกอบทางเคมีของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส คงที่ 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

องค์ประกอบ	ปริมาณ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
C	35.58
N	64.42
รวม	100.0

4.4.2.4. ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะด้วย BET ของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่สังเคราะห์ที่เวลาคงที่ต่างกัน

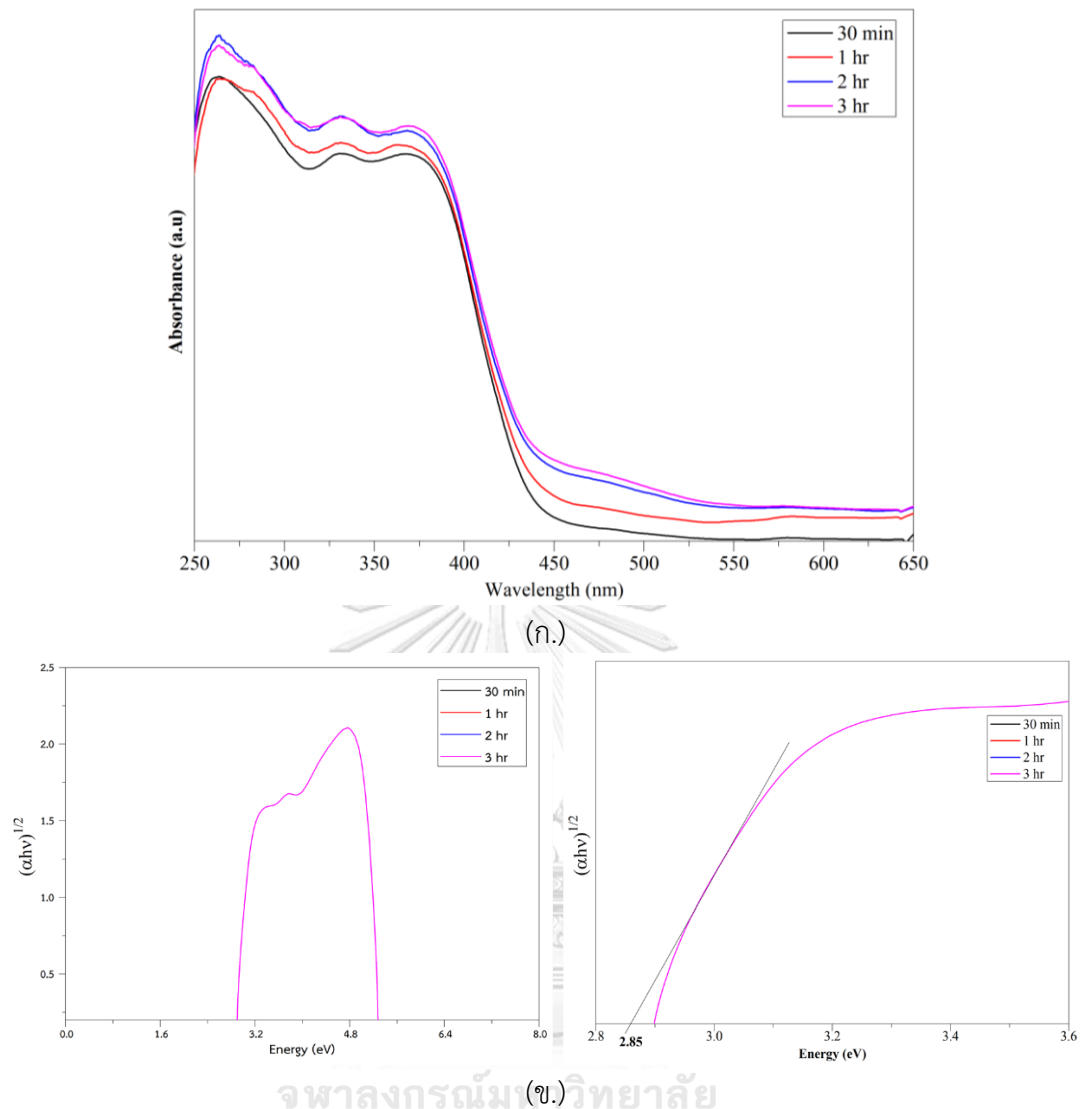
จากข้อมูลตารางที่ 4.18 แสดงผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะพบว่าการสังเคราะห์ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่บรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ที่เวลาในการคงที่อุณหภูมิต่าง ๆ พื้นที่ผิวจำเพาะของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่การสังเคราะห์คงที่ 2 ชั่วโมง มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงที่สุดเท่ากับ $201.1 \text{ m}^2/\text{g}$ และพื้นที่ผิวจำเพาะลดลงเมื่อทำการสังเคราะห์เพิ่มเป็นเวลา 3 ชั่วโมง

ตารางที่ 4.18 พื้นที่ผิวจำเพาะภายใต้การสังเคราะห์ที่บรรยากาศไนโตรเจนที่เวลาคงที่ต่างๆ

เวลาที่ใช้ในการคงที่	30 นาที	1 ชั่วโมง	2 ชั่วโมง	3 ชั่วโมง
พื้นที่ผิวจำเพาะ (m^2/g)	141.10	188.70	201.10	64.96

4.4.2.5. ผลการวัดค่าการสะท้อนและดูดกลืนแสงด้วย UV-VIS-NIR spectrometer ของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่สังเคราะห์ที่เวลาคงที่ต่างกัน

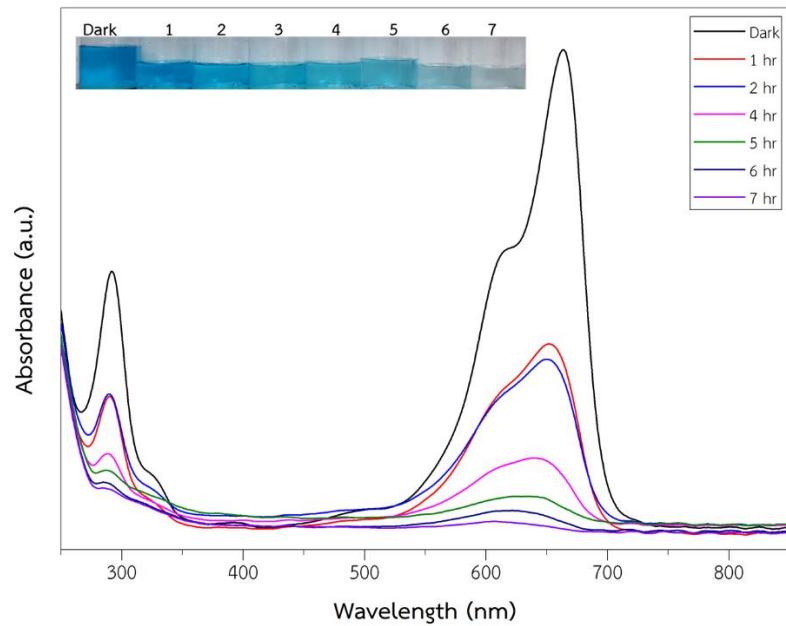
ผลการดูดกลืนแสงของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่สังเคราะห์จากยูเรียภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส คงที่ 30 นาที 1 2 และ 3 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 4.29 (ก.) พบว่ามีการดูดกลืนแสงอยู่ในช่วงความยาวคลื่นที่ไม่ได้เปลี่ยนแปลง และผลการคำนวณหาค่าพลังงานแถบช่องว่างด้วยสมการ Tauc's แสดงดังรูปที่ 4.29 (ข.) มีค่าเท่ากับ 2.85 อิเล็กตรอนโวลต์ ดังนั้นผลของการสังเคราะห์ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ โดยการเพิ่มเวลาคงที่ ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน พบว่าส่งผลให้ขนาดผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้นและพื้นที่ผิวจำเพาะสูงขึ้น แต่ไม่ได้ส่งผลต่อการลดค่าพลังงานแถบช่องว่าง



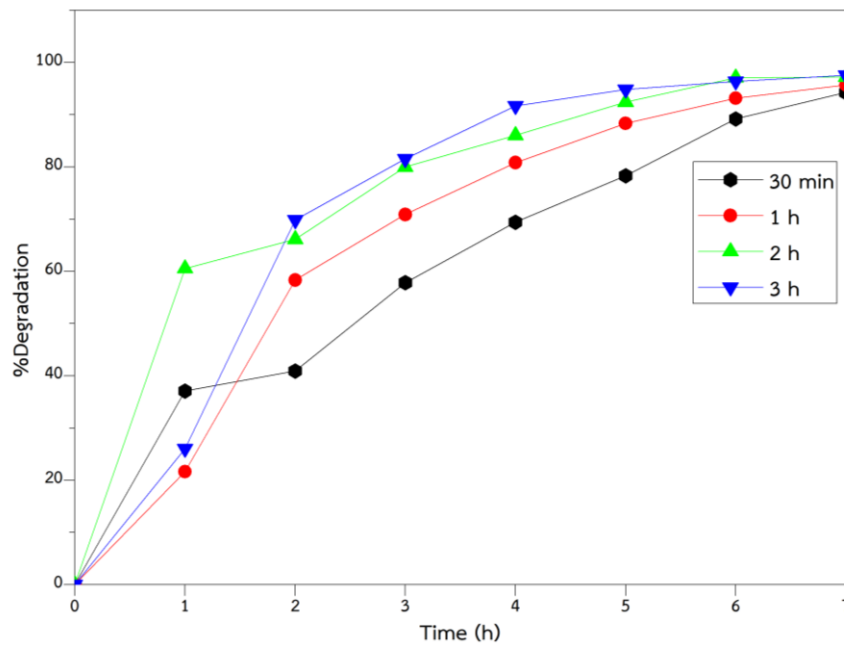
รูปที่ 4.29 (ก.) ผลวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงของการสังเคราะห์ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมที่อุณหภูมิ 600°C คงที่ 30 นาที 1 2 และ 3 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน (ข.) กราฟแสดงค่าพลังงานแถบช่องว่างที่พลอตโดยใช้สมการ Tauc's

4.4.2.6. ผลการทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงโดยการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลินบลู ภายใต้แสงที่ตามองเห็น ของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่สังเคราะห์ที่เวลาคงที่ต่างกัน

จากรูปที่ 4.30 แสดงผลจากการทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงของสารสังเคราะห์ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน คงที่เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลินบลู ผลการคำนวณร้อยละการย่อยสลายสีเมทิลินบลูแสดงดังรูปที่ 4.31 และ ตารางที่ 4.19 เป็นเวลา 7 ชั่วโมง พบว่าสารสังเคราะห์ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่เวลาคงที่ที่เพิ่มขึ้น ส่งผลต่อประสิทธิภาพการย่อยสลายสีของเมทิลินบลูที่เพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.30 ทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงโดยการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ คงที่ 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.31 กราฟแสดงร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูของ $g\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ คงที่ 30 นาที 1 2 และ 3 ชั่วโมง บรรยากาศไนโตรเจน

ตารางที่ 4.19 ร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูภายใต้แสงที่ตามองเห็นของ ของ $g-C_3N_4$ ที่สังเคราะห์ที่เวลาคงที่ต่างกัน เป็นเวลา 7 ชั่วโมง

เวลาที่ใช้คงที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส	การย่อยสลายสีเมทิลีนบลู (ร้อยละ)
30 นาที	94.23
1 ชั่วโมง	95.67
2 ชั่วโมง	97.22
3 ชั่วโมง	97.54

4.4.3. ผลของวิธีการเติมซิลิกาเพื่อเตรียม $SiO_2/g-C_3N_4$

ในการเตรียมสารโฟโตคะตะลิสต์ $SiO_2/g-C_3N_4$ ในงานวิจัยนี้จะศึกษาการเติม SiO_2 ด้วย 2 วิธีคือ วิธีที่ 1 การบดผสม (Ball Mill) ระหว่าง $g-C_3N_4$ กับ SiO_2 ที่ปริมาณการเติมต่างๆ และวิธีที่ 2 คือ การไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ที่ 600 องศาเซลเซียส คงที่อุณหภูมิ 2 ชั่วโมงระหว่างยูเรียกับ SiO_2 ที่ปริมาณการเติมต่างๆ

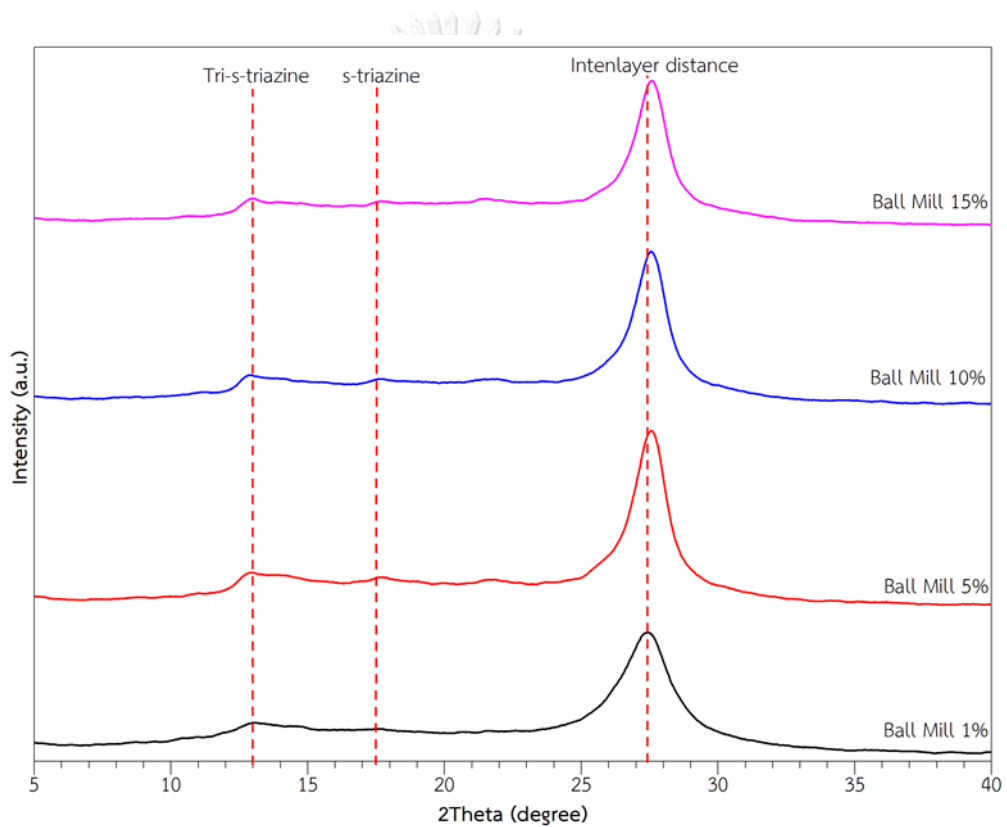
วิธีที่ 1 การบดผสม (Ball Mill)

1. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง XRD ของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 1

จากผลการวิเคราะห์ XRD ในรูปที่ 4.32 แสดงผลของการนำกราฟิติกคาร์บอนไนโตรด ($g-C_3N_4$) ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส คงที่ 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน มาทำการบดผสมกับซิลิกาจากแก้วกลมโดยใช้ปริมาณซิลิกา เท่ากับร้อยละ 1, 5, 10 และ 15 โดยน้ำหนัก แบบเปียกโดยใช้น้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง พบว่าลักษณะของกราฟ XRD เมื่อทำการเพิ่มปริมาณซิลิกาส่งผลให้กราฟมีลักษณะพีคแคบขึ้นที่ตำแหน่งพีคสูงสุด ประมาณที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 27 องศา และที่การใช้ปริมาณซิลิการ้อยละ 5 มีการเปลี่ยนแปลงที่เห็นได้ชัดเมื่อเทียบกับการเตรียมด้วยปริมาณซิลิการ้อยละ 1 จากผลการวิเคราะห์หาขนาดของผลึก ค่ารระยะห่างระหว่างระนาบ(002) และจำนวนชั้นของ $g-C_3N_4$ ต่อขนาดของผลึก ด้วยสมการเชอร์เรอร์ (Scherrer equation) ดังสมการที่ 8 สมการของ Bragg's law ดังสมการที่ 9 และสมการที่ 10 ตามลำดับ แสดงผลดังตารางที่ 4.20 ซึ่งขนาดของผลึกเท่ากับ 4.0 5.8 5.9 และ 5.9 นาโนเมตร ตามลำดับการเพิ่มปริมาณร้อยละซิลิกา และจำนวนชั้นของ $g-C_3N_4$ ต่อขนาดของผลึกมีจำนวนเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจนระหว่างการเติมซิลิการ้อยละ 1 กับ ร้อยละ 5 แต่เมื่อทำการเติมซิลิกาเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 10 และ ร้อยละ 15 พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเทียบกับการเติมร้อยละ 5 ดังนั้นปริมาณซิลิกาที่เติมเพื่อใช้วิธีที่ 1 ที่ดีที่สุดคือ ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 4.20 แสดงค่าระยะห่างระหว่างระนาบ(002) ขนาดของผลึก และจำนวนชั้นของ $g-C_3N_4$ ต่อขนาดของผลึกของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ที่การเติมร้อยละ 1, 5, 10 และ 15 โดยน้ำหนักซิลิกา (วิธีที่ 1)

ปริมาณซิลิกา (ร้อยละ)	ระยะห่างระหว่างระนาบ(002) (Å)	ขนาดของผลึก (nm)	จำนวนชั้นของ $g-C_3N_4$ ต่อขนาดของผลึก
1	0.846	4.050	47
5	0.822	5.822	70
10	0.825	5.991	72
15	0.825	5.946	71

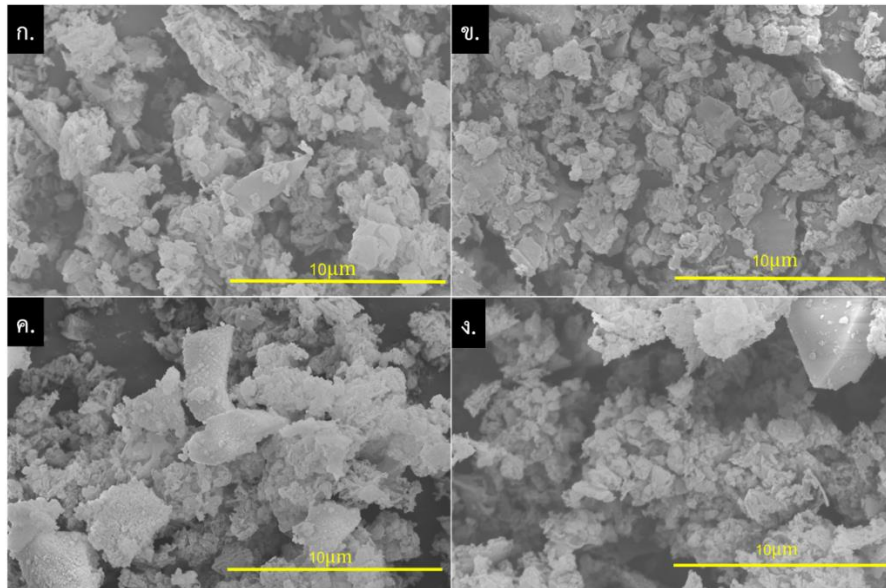


รูปที่ 4.32 ผลการวิเคราะห์ XRD ของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ร้อยละ 1, 5, 10 และ 15 โดยน้ำหนักซิลิกา บดผสม(Ball Mill) แบบเปียกโดยใช้น้ำ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

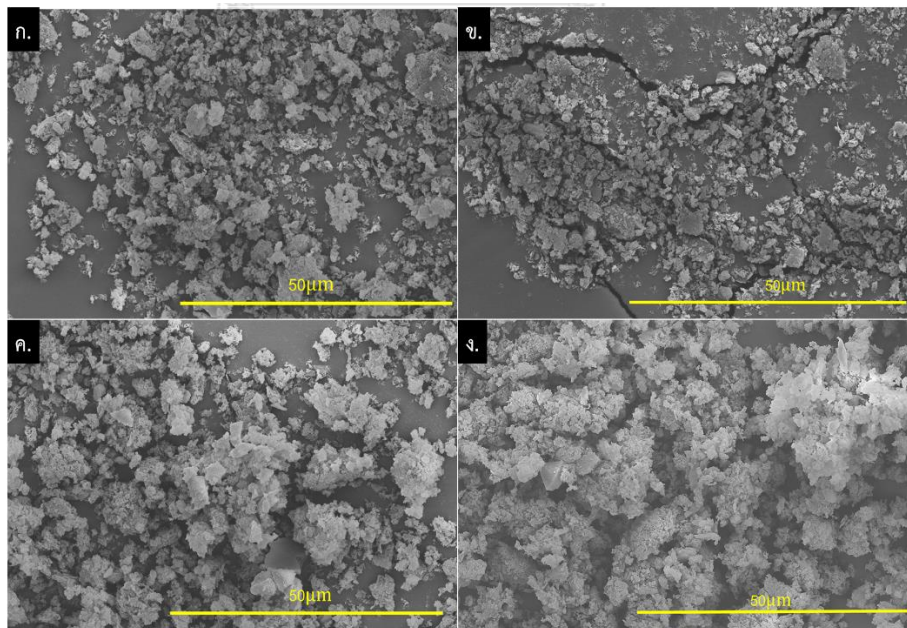
2. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM ของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 1

ผลการศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ด้วยวิธีการบดผสมกับเถ้าซิลิกาโดยใช้ปริมาณซิลิกา เท่ากับ ร้อยละ 1, 5, 10 และ 15 โดยน้ำหนัก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดดังในรูปที่ 4.33 พบว่าลักษณะของ $SiO_2/g-C_3N_4$ เกาะอยู่ร่วมกันโดย $g-C_3N_4$ จะเกาะอยู่ที่ผิวของ SiO_2 จากรูปที่ 4.34 แสดงถึงลักษณะการกระจายตัวของ การเติมซิลิกาในปริมาณต่างๆ พบว่าที่การเติมซิลิกาที่ร้อยละ 1 และ ร้อยละ 5 แสดงในรูปที่ 4.33 (ก.) และ (ข) ที่กำลังขยายเท่ากัน

พบว่าที่ร้อยละการเติมทั้ง 2 ความเข้มข้นนี้ $g-C_3N_4$ มีลักษณะกระจายตัวที่ดีและซิลิกาไม่เกาะกลุ่มกัน โดยซิลิกาช่วยกระจายกลุ่มของ $g-C_3N_4$ ที่เกาะกลุ่มกันเพิ่มขึ้น ซึ่งสัมพันธ์กับข้อมูลตารางที่ 4.20 ที่แสดงให้เห็นช่วงความแตกต่างที่เปลี่ยนไปอย่างชัดเจนคือช่วงการเติมร้อยละ 1 และ 5 โดยน้ำหนักซิลิกา มีขนาดผลึกใหญ่ขึ้น และจำนวนชั้นเพิ่มขึ้น แต่เมื่อเติมซิลิกาเติมร้อยละ 10 และ 15 โดยน้ำหนักซิลิกาซึ่งแสดงผลดังรูปที่ 4.34 (ค.) และ (ง.) จะเห็นว่าซิลิกาที่เติมเกาะกลุ่มกันเป็นก้อนและที่การเติมปริมาณนี้ขนาดผลึกและจำนวนชั้นไม่เพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.33 ผลการวิเคราะห์ SEM ของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ร้อยละ (ก.) 1 (ข.) 5 (ค.) 10 และ (ง.) 15 โดยน้ำหนักซิลิกาบดผสม (Ball Mill) แบบเปียกโดยใช้น้ำ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง



รูปที่ 4.34 ผลการวิเคราะห์ SEM ของ $SiO_2/g-C_3N_4$ ร้อยละ (ก.) 1 (ข.) 5 (ค.) 10 และ (ง.) 15 โดยน้ำหนักซิลิกาบดผสมแบบเปียกโดยใช้น้ำ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3. ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี ด้วยเครื่อง EDS ของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 1

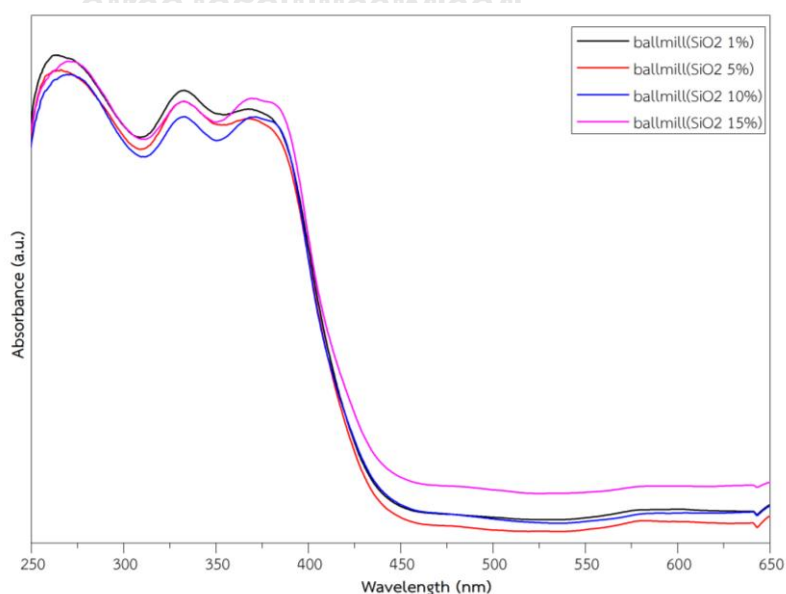
จากตารางที่ 4.21 แสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่การเติมปริมาณซิลิการ้อยละ 5 โดยน้ำหนัก พบว่าอัตราส่วน C/N เท่ากับ 0.86 หรือ 3.2 : 3.7 และยังพบองค์ประกอบของซิลิคอน และออกซิเจนซึ่งคือ ซิลิกาที่ทำการเติมเข้าไป

ตารางที่ 4.21 องค์ประกอบทางเคมีของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 1

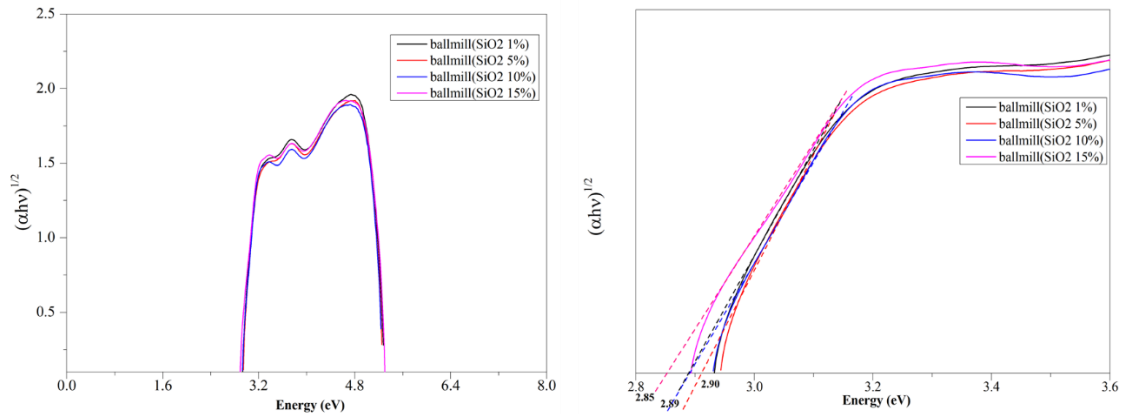
องค์ประกอบ	ปริมาณ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
C	37.95
N	52.36
O	8.29
Si	1.41
รวม	100.0

4. ผลการวัดค่าการสะท้อนและดูดกลืนแสงด้วย UV-VIS-NIR spectrometer ของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 1

ผลการวัดการดูดกลืนแสงของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีการบดผสมกับซิลิกาโดยใช้ปริมาณซิลิกาเท่ากับ ร้อยละ 1, 5, 10 และ 15 โดยน้ำหนัก ดังแสดงในรูปที่ 4.35 (ก.) พบว่าการดูดกลืนแสงของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ อยู่ในช่วงความยาวคลื่นที่ใกล้เคียงกัน และเมื่อคำนวณหาค่าพลังงานแถบช่องว่างด้วยสมการ Tauc's ดังแสดงรูปที่ 4.35 (ข.) และตารางที่ 4.22 พบว่าค่าพลังงานแถบช่องว่างเท่ากับ 2.89 2.90 2.89 และ 2.85 อิเล็กตรอนโวลต์ที่ปริมาณซิลิกาเท่ากับ ร้อยละ 1, 5, 10 และ 15 โดยน้ำหนักตามลำดับ พบว่าการเติมซิลิกาด้วยวิธีนี้ไม่ส่งผลต่อการลดค่าพลังงานแถบช่องว่าง แต่ส่งผลต่อการเพิ่มขึ้นของขนาดผลึกและจำนวนชั้นของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ต่อขนาดผลึก



(ก.)



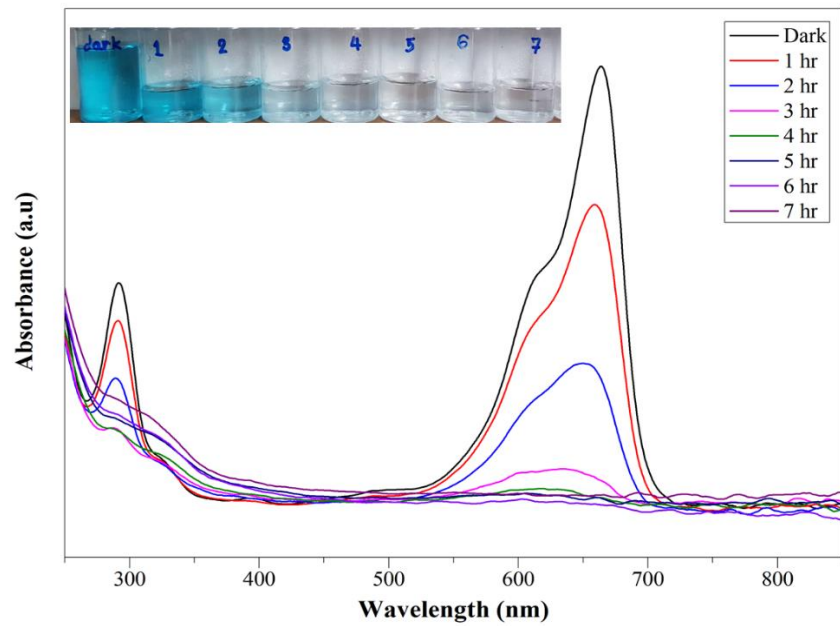
รูปที่ 4.35 (ก.) ผลวิเคราะห์ค่าการสะท้อนและดูดกลืนแสงของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ร้อยละ 1, 5, 10 และ 15 โดยน้ำหนักซิลิกาบดผสม(Ball Mill) แบบเปียกโดยใช้น้ำ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง (ข.) กราฟแสดงค่าพลังงานแถบช่องว่างที่พลอตโดยใช้สมการ Tauc's

ตารางที่ 4.22 ค่าพลังงานแถบช่องว่างที่พลอตโดยใช้สมการ Tauc's ของการสังเคราะห์ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ด้วยวิธีที่ 1

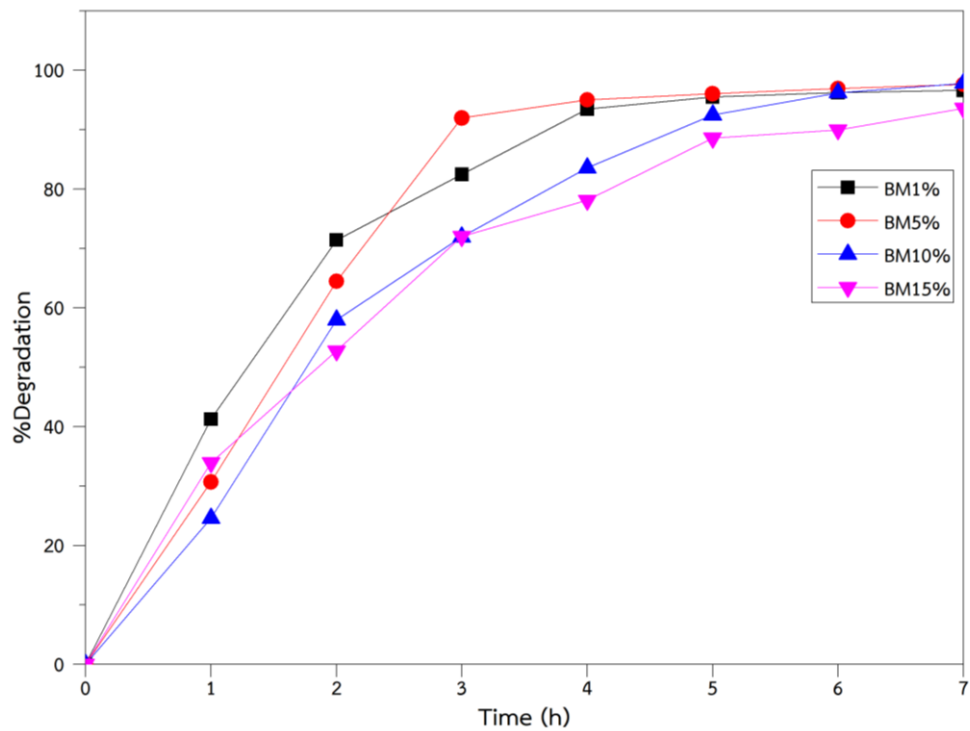
ปริมาณซิลิกา (ร้อยละ)	E_g (eV)
1	2.89
5	2.90
10	2.89
15	2.85

5. ผลการทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงโดยการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูภายใต้แสงที่ตามองเห็นของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 1

จากรูปที่ 4.36 แสดงผลจากการทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงของสารสังเคราะห์ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ร้อยละ 5 โดยน้ำหนักซิลิกาจากการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู ผลร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู แสดงดังรูปที่ 4.37 และ ตารางที่ 4.23 เป็นเวลา 7 ชั่วโมง พบว่าสารสังเคราะห์ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ร้อยละ 5 โดยน้ำหนักซิลิกาส่งผลต่อประสิทธิภาพการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูดีที่สุดเท่ากับ ร้อยละ 97.91 เมื่อเทียบกับการเติมที่ปริมาณอื่นๆ



รูปที่ 4.36 ผลการทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงโดยการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ร้อยละ 5 โดยน้ำหนักซิลิกาบดผสม (Ball Mill) แบบเปียกโดยใช้น้ำ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง



รูปที่ 4.37 กราฟแสดงร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ร้อยละ 1, 5, 10 และ 15 โดยน้ำหนักซิลิกาบดผสม(Ball Mill) แบบเปียกโดยใช้น้ำ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ตารางที่ 4.23 ค่าร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูในเวลา 7 ชั่วโมงของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$
(วิธีที่ 1)

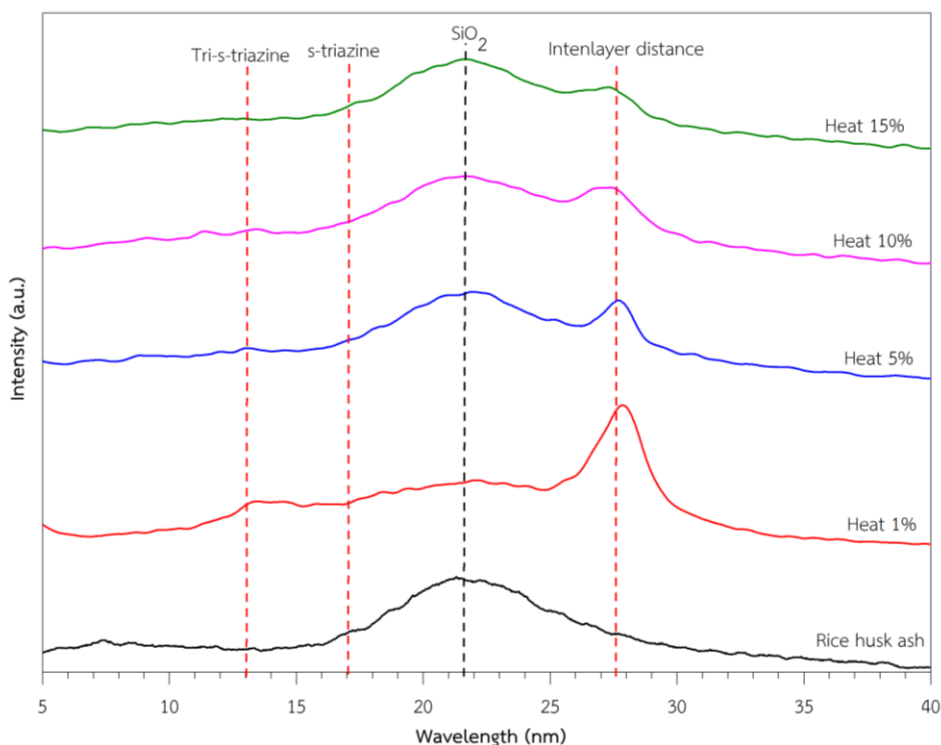
ปริมาณซิลิกา (ร้อยละ)	การย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู (ร้อยละ)
1	96.61
5	97.91
10	97.81
15	93.57

วิธีที่ 2 การไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส คงที่ 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

นำยูเรียและซิลิกาจากถ้ำเกลือผสมกันโดยใช้ปริมาณซิลิกาเท่ากับ ร้อยละ 1, 5, 10 และ 15 โดยน้ำหนัก และไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิและเวลาเดียวกันกับการสังเคราะห์กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ ($\text{g-C}_3\text{N}_4$) ที่มีคุณสมบัติการย่อยสลายสารอินทรีย์ที่ดีที่สุดซึ่งคือที่ 600 องศาเซลเซียส คงที่ 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

1. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง XRD ของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 2

จากผลการวิเคราะห์ XRD ของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ แสดงในรูปที่ 4.38 ของการนำยูเรียผสมกับซิลิกาจากถ้ำเกลือ โดยใช้ปริมาณซิลิกาเท่ากับ ร้อยละ 1, 5, 10 และ 15 โดยน้ำหนักแล้วทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส คงที่ 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ลักษณะของกราฟ XRD เมื่อทำการผสมซิลิกาด้วยวิธีนี้ พบพีคที่ตำแหน่งของฟิคซิลิกาในเฟสของทริดไมต์ (Tridymite) ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 21 และ 22 องศา ซึ่งสอดคล้องกับการมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 83-2300 โดยกราฟมีลักษณะบรอดพีคแสดงถึงโครงสร้างผลึกของซิลิกาที่เผาที่อุณหภูมินี้ยังเป็นโครงสร้างที่ไม่สมบูรณ์ หรืออยู่ในรูปอสัณฐาน วิเคราะห์หาขนาดของผลึก ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (002) และจำนวนชั้นของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ต่อขนาดของผลึก ด้วยสมการเชอร์เรอร์ (Scherrer equation) ดังสมการที่ 8 สมการของ Bragg's law ดังสมการที่ 9 และสมการที่ 10 ตามลำดับ แสดงผลดังตารางที่ 4.24 ขนาดของผลึกเท่ากับ 3.95 6.23 3.97 และ 4.45 นาโนเมตรตามลำดับการเพิ่มปริมาณซิลิกา ร้อยละ 1, 5, 10 และ 15 โดยน้ำหนัก และจำนวนชั้นของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ต่อขนาดของผลึก มีจำนวนชั้นเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจนระหว่างการเติมซิลิการ้อยละ 1 กับ ร้อยละ 5 โดยการเติมซิลิการ้อยละ 5 ทำให้มีจำนวนชั้นของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ต่อขนาดของผลึกมากขึ้น แต่เมื่อทำการเติมซิลิกาเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 10 กับ ร้อยละ 15 พบว่าจำนวนชั้นของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ต่อขนาดของผลึกลดลง และพีคของซิลิกาที่สูงขึ้นเทียบเท่ากับฟิค $\text{g-C}_3\text{N}_4$ เนื่องจากปริมาณของซิลิกาที่เติมมีมากขึ้น



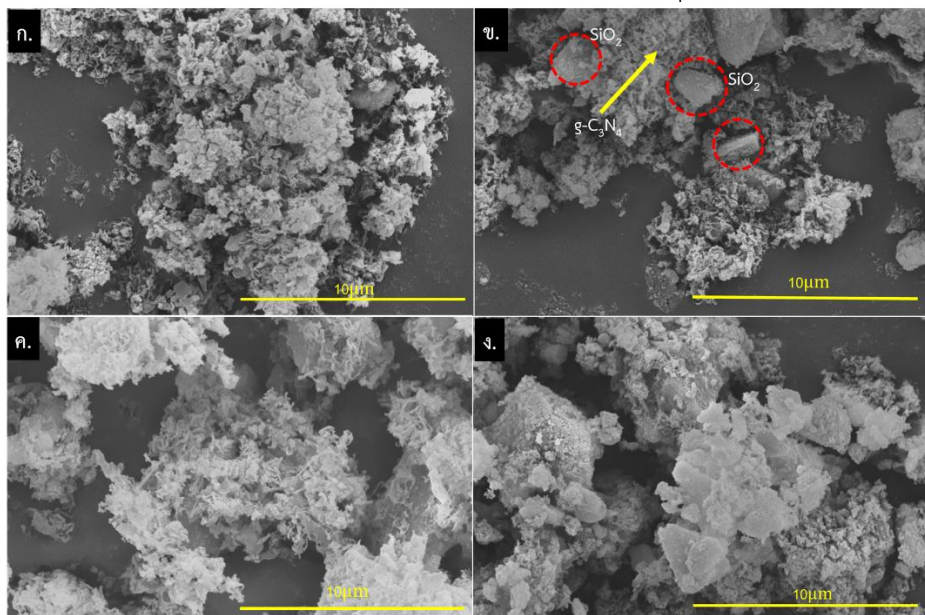
รูปที่ 4.38 ผลวิเคราะห์ XRD ของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ร้อยละของ SiO_2 เท่ากับ 1, 5, 10 และ 15
 สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง
 ตารางที่ 4.24 แสดงค่าระยะห่างระหว่างระนาบ(002) ขนาดของผลึก และจำนวนชั้นของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$
 ต่อขนาดของผลึกของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่ร้อยละ 1, 5, 10 และ 15 โดยน้ำหนักซิลิกา (วิธีที่ 2)

ปริมาณซิลิกา (ร้อยละ)	$d_{\text{interlayer}}$ (Å)	Thickness (nm)	No. layers
1	0.785	3.95	50
5	0.800	6.23	77
10	0.832	3.97	47
15	0.850	4.45	52

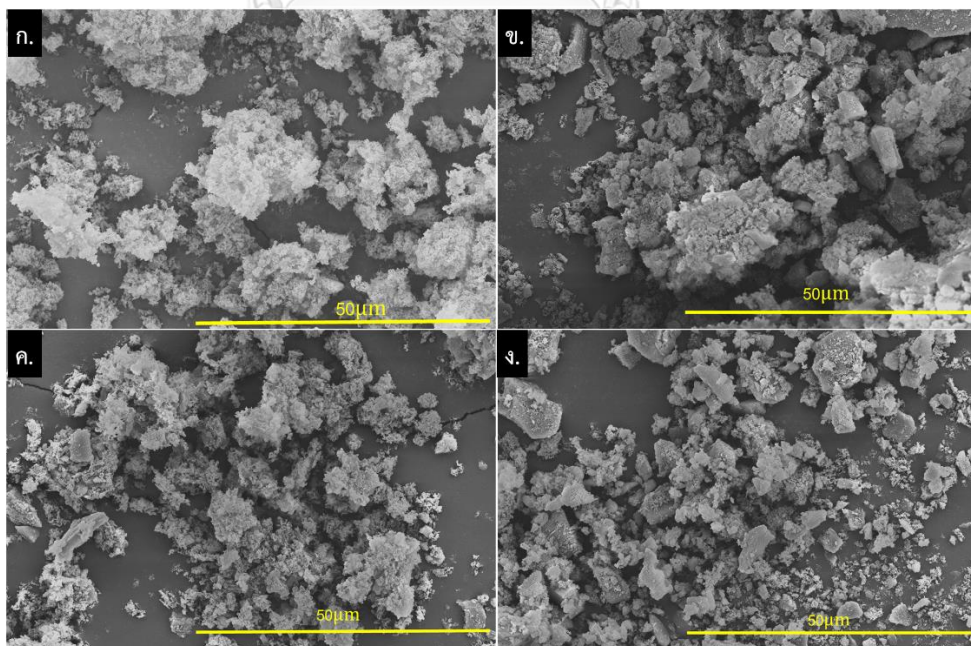
2. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM ของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 2

จากรูปที่ 4.39 ผลลักษณะโครงสร้างจุลภาคของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ จากการเตรียมโดยนำยูเรียและซิลิกาจากถ้ำกลบผสมกันโดยใช้ปริมาณซิลิกา คือ ร้อยละ 1, 5, 10 และ 15 โดยน้ำหนัก และไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส คงที่ 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน พบว่าลักษณะของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ จะอยู่ร่วมกันโดย $\text{g-C}_3\text{N}_4$ จะเกาะอยู่ที่ผิวของ SiO_2 สามารถสังเกตได้ดังรูปที่ 4.39 (ข.) และจากการใช้กำลังขยาย 500 เท่าดังรูปที่ 4.40 แสดงลักษณะของการอยู่ร่วมกันระหว่าง SiO_2 กับ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ โดยจากรูป 4.40 (ก.) และ (ข.) ในการเติมซิลิกาเข้าไปส่งผลให้เกิดการเกาะ

กลุ่มและกระจายตัวได้น้อยกว่าการเติมซิลิกาที่ปริมาณร้อยละ 10 กับ 15 ดังในรูป 4.40 (ค.) และ (ง.) เนื่องจากการเติมปริมาณซิลิกาที่น้อยเกินไป แต่จากรูปที่ 4.39 (ง.) แสดงให้เห็นว่าถึงแม้ซิลิกาที่เติมเข้าไปจะช่วยกระจายตัว $\gamma\text{-C}_3\text{N}_4$ แต่เมื่อเติมในปริมาณที่มากเกินไปจะส่งผลทำให้ซิลิกาเกาะรวมกันเป็นกลุ่มก้อน ดังนั้นการเติมซิลิกาที่ปริมาณร้อยละ 10 จึงเหมาะสมที่สุด



รูปที่ 4.39 ผลวิเคราะห์ SEM ที่กำลังขยาย 2000 เท่า ของ $\text{SiO}_2/\gamma\text{-C}_3\text{N}_4$ ร้อยละของ SiO_2 เท่ากับ (ก.) 1 (ข.) 5 (ค.) 10 และ (ง.) 15 โดยน้ำหนักซิลิกาสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.40 ผลวิเคราะห์ SEM ที่กำลังขยาย 500 เท่า ของ $\text{SiO}_2/\gamma\text{-C}_3\text{N}_4$ ร้อยละของ SiO_2 เท่ากับ (ก.) 1 (ข.) 5 (ค.) 10 และ (ง.) 15 โดยน้ำหนักซิลิกาสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง

3. ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี ด้วยเครื่อง EDS ของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 2

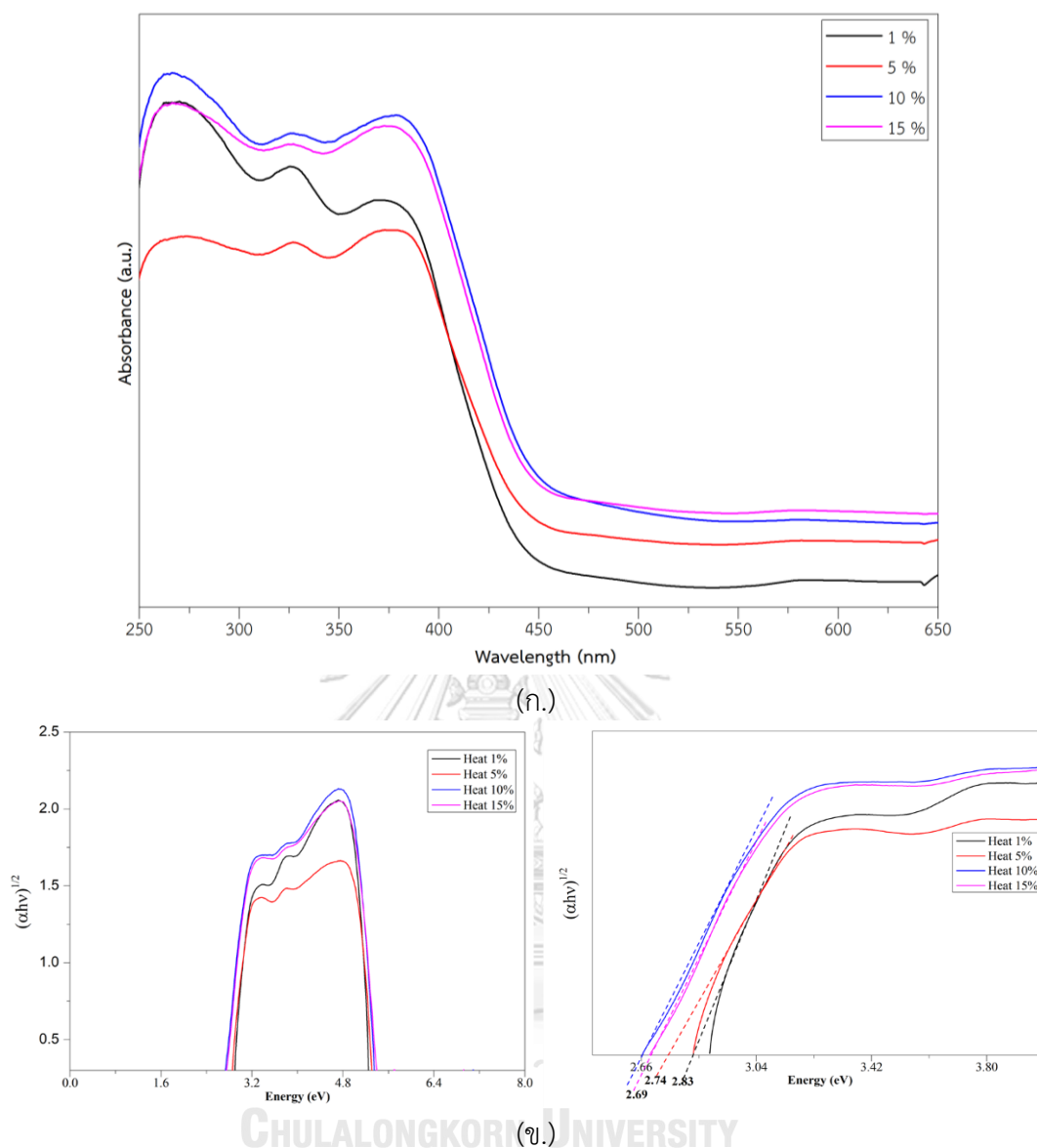
จากตารางที่ 4.25 แสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 2 พบว่าองค์ประกอบหลัก คือ คาร์บอนและออกซิเจน และรองลงมา คือ ซิลิกอน ซึ่งการตรวจไม่พบไนโตรเจนเนื่องจากตำแหน่งที่เลือกในการวิเคราะห์อาจเป็นตำแหน่งที่อยู่ของซิลิกาจากการเติม ส่วนธาตุอื่นๆที่พบมาจากสิ่งเจือปนมากับซิลิกาจากถ้ำเกลือ แต่ในการวิเคราะห์ในผล XRD ยังพบการเกิดของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ซึ่งดูจากรูปจะมีลักษณะที่มีปริมาณเท่ากับปริมาณซิลิกาที่เติม

ตารางที่ 4.25 องค์ประกอบทางเคมีของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 2

องค์ประกอบ	ปริมาณ (% น้ำหนัก)
C	37.38
N	-
O	37.83
Si	18.41
K	0.81
Ca	5.58
รวม	100.0

4. ผลการวัดค่าการสะท้อนและดูดกลืนแสงด้วย UV-VIS-NIR spectrometer ของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 2

ผลการดูดกลืนแสง $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 2 ดังแสดงในรูปที่ 4.41 (ก.) พบว่ามีการดูดกลืนแสงที่สูงที่สุดที่การเติมปริมาณซิลิการ้อยละ 10 และรองลงมาคือร้อยละ 15 และค่าพลังงานแถบช่องว่างที่วิเคราะห์ด้วยสมการ Tauc's แสดงในรูปที่ 4.41 (ข.) และตารางที่ 4.26 พบว่าค่าพลังงานแถบช่องว่างมีค่าเท่ากับ 2.83 2.74 2.66 และ 2.69 อิเล็กตรอนโวลต์ที่ปริมาณการเติมซิลิการ้อยละ 1, 5, 10 และ 15 ตามลำดับ ดังนั้นการเพิ่มปริมาณการเติมซิลิกาส่งผลให้พลังงานแถบช่องว่างลดลง แต่ในทางกลับกันในผลของ XRD พบว่าที่การเติมซิลิการ้อยละ 5 ขนาดผลึกมีขนาดใหญ่และมีจำนวนชั้นที่สูงที่สุด แต่เมื่อทำการนำมาวัดค่าการดูดกลืนแสงที่การเติมซิลิการ้อยละ 5 กลับดูดกลืนแสงได้ต่ำที่สุด ซึ่งเป็นผลมาจากการที่ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ มีการเกาะกลุ่มกันทำให้พื้นที่ผิวในการใช้ดูดกลืนแสงได้น้อยลง ถึงแม้จะมีขนาดที่ผลึกใหญ่



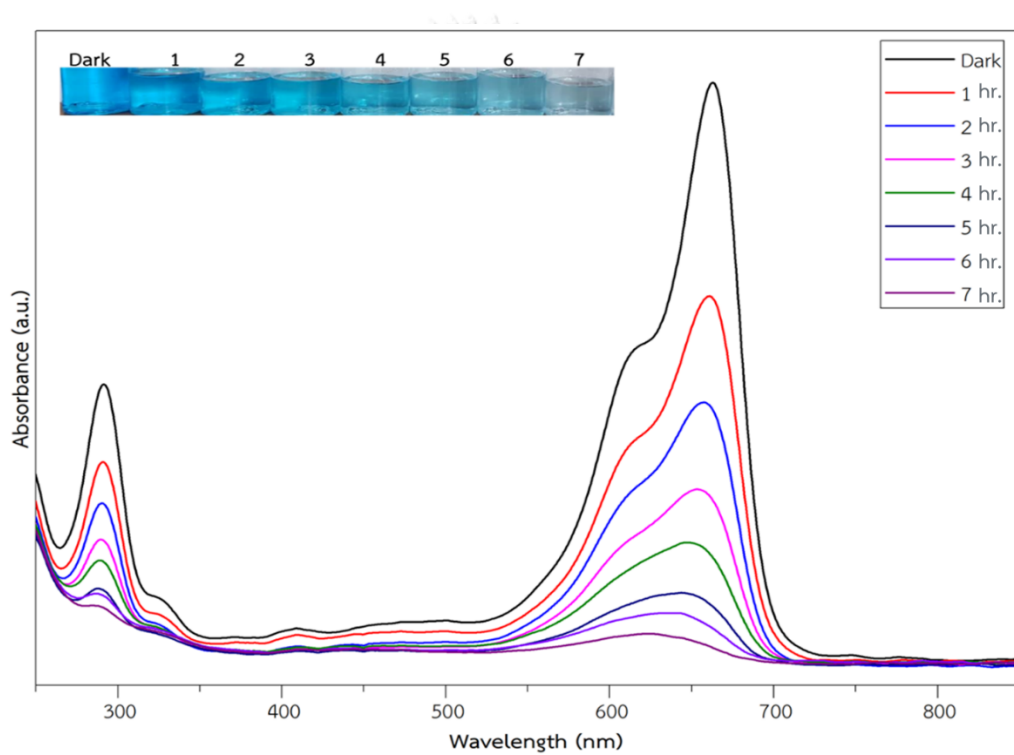
รูปที่ 4.41 (ก.) ผลวิเคราะห์ค่าดูดกลืนแสงของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ร้อยละของ SiO_2 เท่ากับ 1, 5, 10 และ 15 สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (ข.) กราฟแสดงค่าพลังงานแถบช่องว่างที่พลอตโดยใช้สมการ Tauc's

ตารางที่ 4.26 ค่าพลังงานแถบช่องว่างที่พลอตโดยใช้สมการ Tauc's ของการสังเคราะห์ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ด้วยวิธีที่ 2

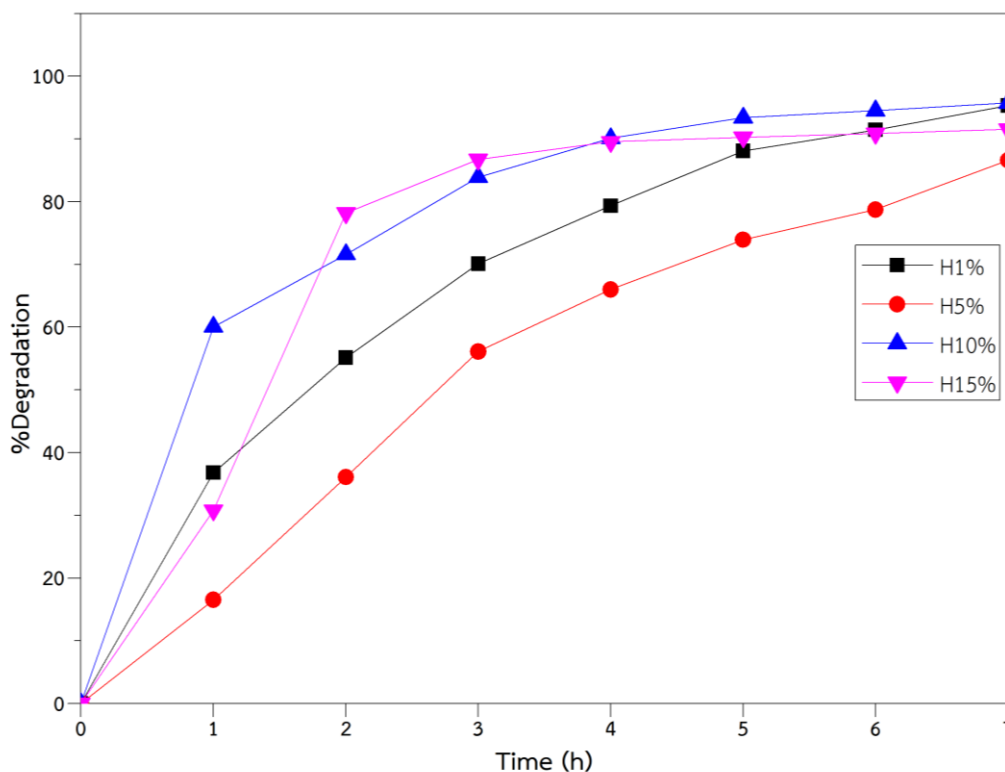
ปริมาณซิลิกา (ร้อยละ)	E_g (eV)
1	2.83
5	2.74
10	2.66
15	2.69

5. ผลการทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงโดยการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู ภายใต้แสงที่ตามองเห็นของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 2

จากรูปที่ 4.42 แสดงผลจากการทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงของสารสังเคราะห์ของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่ปริมาณการเติมซิลิการ้อยละ 10 จากการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู และผลร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 2 ที่ปริมาณการเติมซิลิกาต่างๆ ภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็นเป็นเวลา 7 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 4.43 และตารางที่ 4.27 พบว่าสารสังเคราะห์ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักซิลิกาส่งผลต่อประสิทธิภาพการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูดีที่สุดที่ร้อยละ 95.72



รูปที่ 4.42 ผลการทดสอบปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงโดยการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ร้อยละของ SiO_2 เท่ากับ 10 สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.43 กราฟแสดงร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ร้อยละของ SiO_2 เท่ากับ 1, 5, 10 และ 15 สั้เคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง

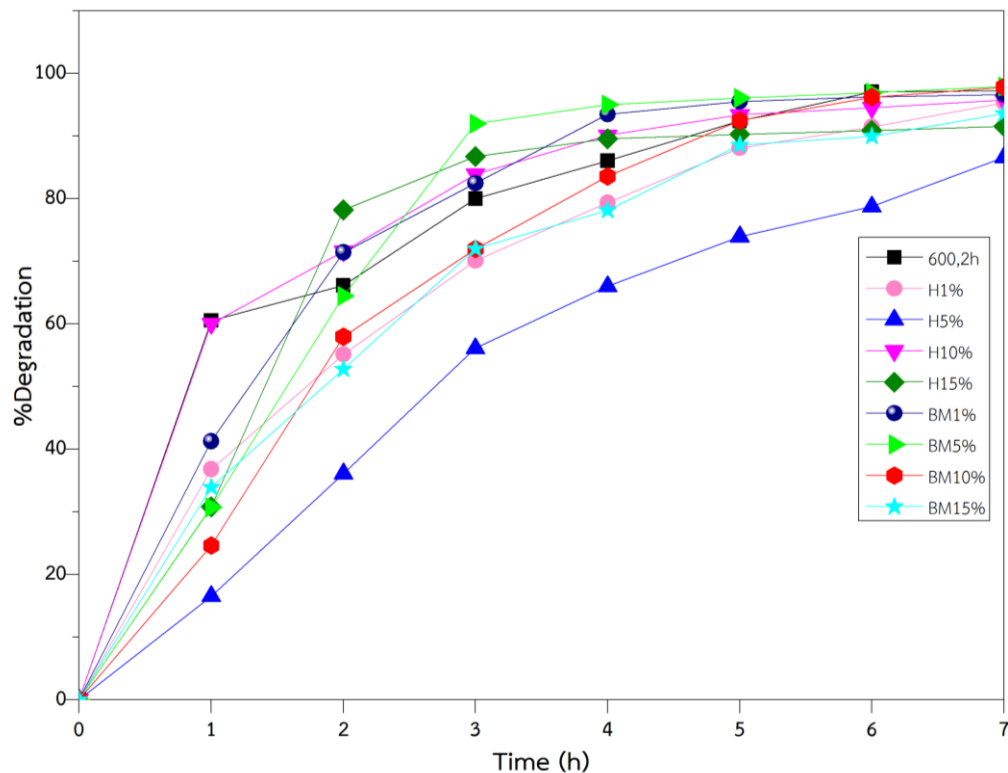
ตารางที่ 4.27 ค่าร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูในเวลา 7 ชั่วโมงของ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ (วิธีที่ 2)

ปริมาณซิลิกา (ร้อยละ)	การย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู (ร้อยละ)
1	95.31
5	86.59
10	95.72
15	91.56

ผลของวิธีการเติมซิลิกาเพื่อเตรียม $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ โดยทำการทดลอง 2 วิธี คือวิธีที่ 1 คือ การบดผสม (Ball Mill) ระหว่าง $\text{g-C}_3\text{N}_4$ กับ SiO_2 ที่ปริมาณการเติมต่างๆ และวิธีที่ 2 คือ การไพโรไลซิสที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ที่ 600 องศาเซลเซียส คงที่อุณหภูมิ 2 ชั่วโมงระหว่างยูเรียกับ SiO_2 ที่ปริมาณการเติมต่างๆ โดยจากการบดผสม พบว่าการเพิ่มปริมาณร้อยละซิลิกาส่งผลต่อจำนวนชั้นของ $\text{g-C}_3\text{N}_4$ ต่อขนาดของผลึกเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจนระหว่างการเติมร้อยละ 1 กับ ร้อยละ 5 และเมื่อทำการเติมเพิ่มขึ้นเป็น ร้อยละ 10 กับ ร้อยละ 15 พบว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงเพิ่มขึ้นหรือต่างจากการเติมร้อยละ 5 ดังนั้นปริมาณซิลิกาที่เติมเพื่อใช้บดผสมที่ดีที่สุดคือ ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และวิธีที่ 2 คือ การไพโรไลซิส พบว่าการเติมซิลิกาดังวิธีนี้เมื่อทำการเพิ่มปริมาณร้อยละซิลิกาส่งผลให้จำนวนชั้น

ของ $g-C_3N_4$ ต่อขนาดของผลึกมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจนระหว่างการเติมร้อยละ 1 กับ ร้อยละ 5 โดยเมื่อเติมร้อยละ 5 ทำให้มีจำนวนชั้นของ $g-C_3N_4$ ต่อขนาดของผลึกมากขึ้น แต่เมื่อทำการเติมซิลิกาเพิ่มขึ้นเป็น ร้อยละ 10 กับ ร้อยละ 15 พบว่าจำนวนชั้นลดลงและจะเห็นพีคของซิลิกาที่สูงขึ้น เทียบเท่ากับพีค $g-C_3N_4$ ในการเติมซิลิกาด้วยวิธีนี้ปริมาณซิลิกาที่เติมเข้าไปจะช่วยกระจายตัว $g-C_3N_4$ แต่เมื่อเติมในปริมาณที่มากเกินไปซิลิกาจะเกิดเกาะรวมกัน ดังนั้นการเติมซิลิกาที่เหมาะสมคือที่ ปริมาณร้อยละ 10 และนอกจากนั้นแล้วการเพิ่มปริมาณการเติมซิลิกาส่งผลให้พลังงานแถบช่องว่างมี แนวโน้มลดลงได้

จากรูปที่ 4.44 กราฟแสดงการเปรียบเทียบร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูของสารโฟโตคะตะลิสต์ที่สังเคราะห์จากการทดลอง ภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็นเป็นเวลา 7 ชั่วโมง พบว่าการเติมซิลิกาด้วยปริมาณร้อยละ 5 ในการบดผสมดังในวิธีที่ 1 มีผลร้อยละการย่อยสลายสีของ เมทิลีนบลูได้ดีที่สุดและมีประสิทธิภาพสูงกว่า $g-C_3N_4$ ที่ไม่ได้ทำการเติมซิลิกา



รูปที่ 4.44 กราฟแสดงการเปรียบเทียบร้อยละการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูของสารโฟโตคะตะลิสต์ที่เตรียมจากการทดลองภายใต้การฉายแสงเป็นเวลา 7 ชั่วโมง

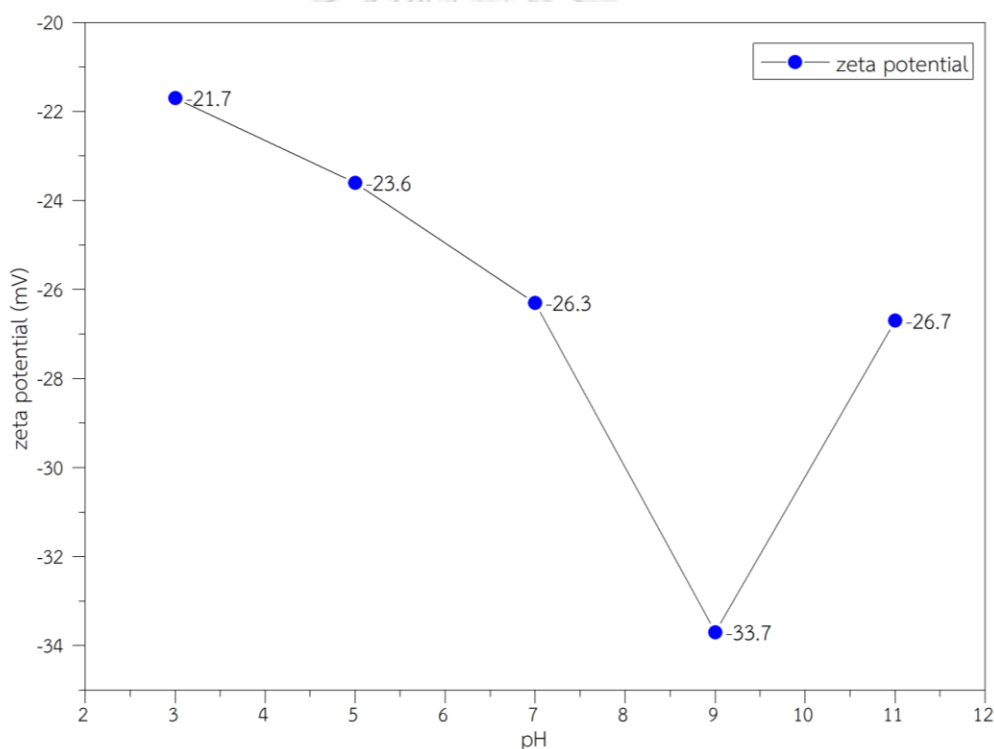
4.5. การเคลือบไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์แล้วด้วยสารโฟโตคะตะลิสต์ $SiO_2/g-C_3N_4$ ด้วยกระบวนการตกตะกอนอิเล็กโทรโฟริติก (EPD)

4.5.1. ผลการวิเคราะห์ศักย์ซีต้า (Zeta potential) ของสารโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์

ผลการวัดค่าศักย์ไฟฟ้าที่พื้นผิวของสารโพโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีที่ 1 โดยร้อยละปริมาณซิลิกาเท่ากับร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก อยู่ในรูปสารแขวนลอยด์ แสดงค่าประจุของอนุภาคที่ pH ต่างๆ ดังตารางที่ 4.28 และรูปที่ 4.45 ซึ่งประจุอนุภาคที่ทุกๆ pH มีประจุที่เป็นลบ

ตารางที่ 4.28 ศักย์ซีต้า (Zeta potential) ที่ pH ต่างๆ ของสารแขวนลอยซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์

pH ของสารแขวนลอย	Zeta potential (mV)
3	-21.7
5	-23.6
7	-26.3
9	-33.7
11	-26.7

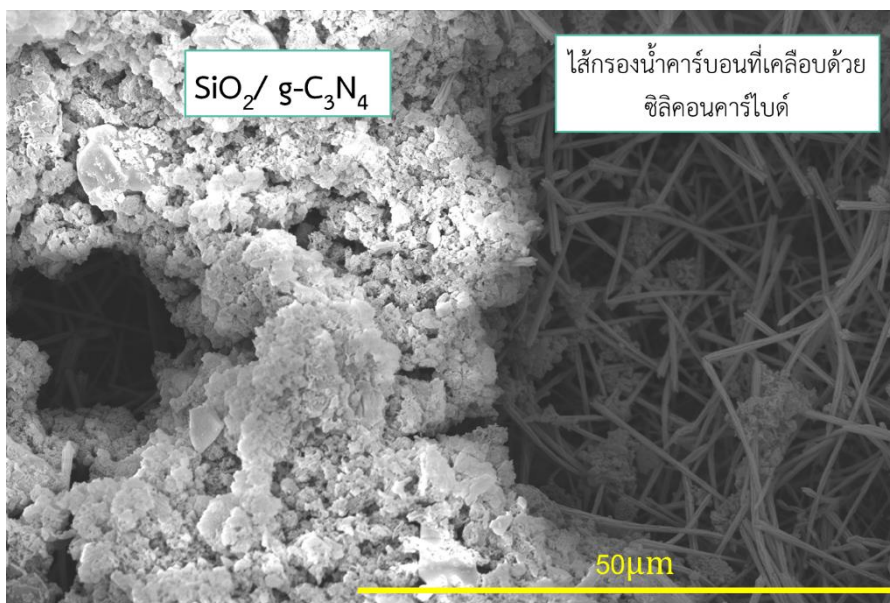


รูปที่ 4.45 ศักย์ซีต้า (Zeta potential) ที่ pH ต่างๆของซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์

4.5.2. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM ของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์แล้วด้วยสารโพโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์

จากรูปที่ 4.46 แสดงถึงลักษณะการเคลือบของสารโพโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ลงบนผิวไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ พบว่าหลังการเคลือบ

จะแบ่งเป็น 2 ชั้นดังรูปที่ 4.46 โดยประกอบไปด้วยชั้นของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์รวมทั้งมีซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์เกิดร่วมด้วย และในชั้นถัดออกไปจะเป็นส่วนของสารโพโตคะตะลิสต์ที่เคลือบอยู่บริเวณนอกสุดของไส้กรอง

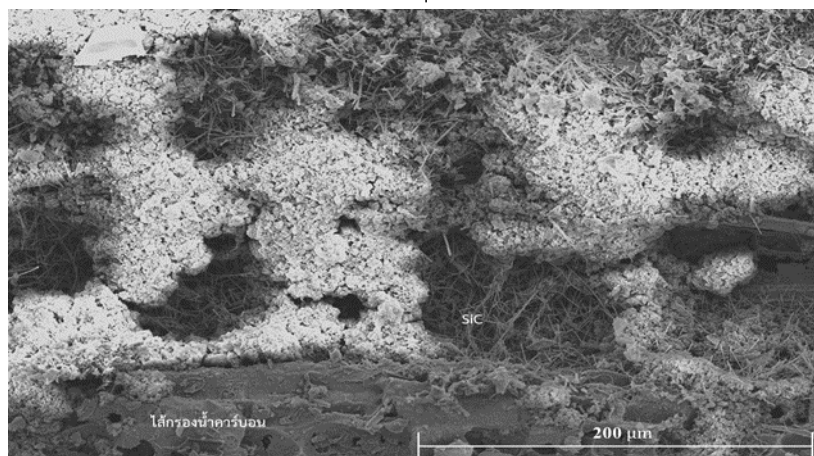


รูปที่ 4.46 ไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และโพโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนโตรด

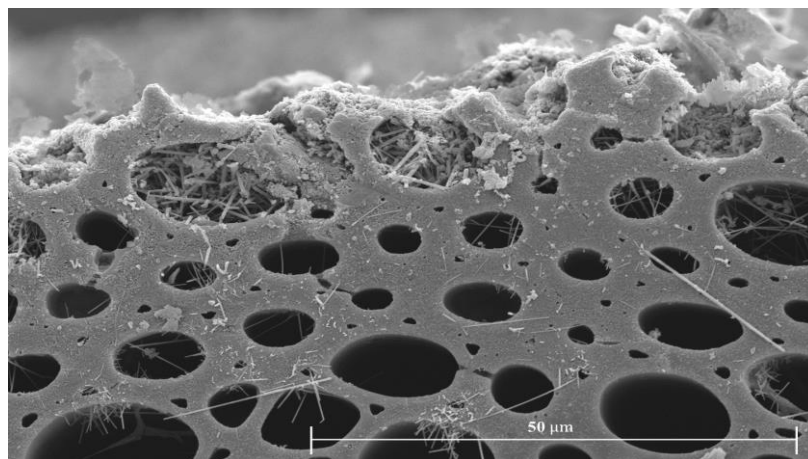
4.6. สมบัติเฉพาะของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และโพโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนโตรด

4.6.1. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM

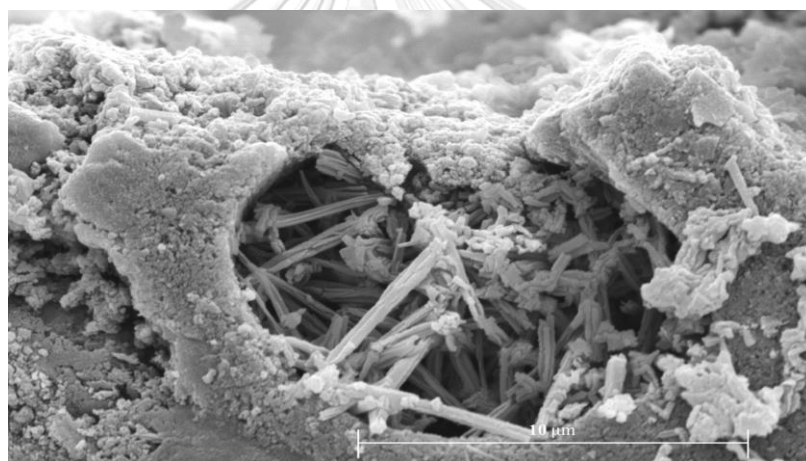
จากรูปที่ 4.47 แสดงลักษณะการเคลือบของสารโพโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนโตรดลงบนไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ลักษณะการเคลือบจะเกิดที่บริเวณชั้นด้านข้างของไส้กรองซึ่งจะเคลือบเป็นชั้นๆ



(ก.)



(ข.)



(ค.)

รูปที่ 4.47 ใ้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และโพลีโตะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ (ก.) กำลังขยาย 100 เท่า (ข.) กำลังขยาย 500 เท่า และ (ค.) กำลังขยาย 2000 เท่า

4.6.2. ผลการทดสอบสมบัติการต้านแบคทีเรียของใ้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และโพลีโตะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์

ผลการทดสอบคุณสมบัติการต้านแบคทีเรียของใ้กรองน้ำ ทดสอบโดยการนำสารโพลีโตะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ไปทดสอบการเกิดรัศมีการต้านแบคทีเรีย (Halo test) โดยหากเกิดการต้านแบคทีเรียได้จะเกิดบริเวณใส (Clear zone) ขึ้น แต่ถ้าไม่สามารถต้านแบคทีเรียได้จะไม่เกิดบริเวณใสขึ้น โดยในการทดสอบนี้จะทำการทดสอบโดยใช้สารโพลีโตะตะลิสต์ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 1 การบดผสม โดยเติมปริมาณซิลิการ้อยละ 5 โดยน้ำหนัก นำไปทำการเตรียมเป็นสารแขวนลอยที่มีความเข้มข้น 5 กรัมต่อลิตร ผลทดสอบแสดงดังรูปที่ 4.48 จากการทำการฉายแสงที่

ตามองเห็น (ด้วยหลอดแอลอีดี ความสว่าง 5,500 ลูเมน 110 ลูเมนต่อวัตต์ หรือขนาด 50 วัตต์) พบว่าสารโพโตคะตะลิสต์ที่ทำการเตรียมได้นั้น ยังมีประสิทธิภาพไม่เพียงพอสำหรับการต้านแบคทีเรีย จึงทำให้ไม่เกิดบริเวณใสขึ้นดังในรูปที่ 4.48



รูปที่ 4.48 ผลการทดสอบการเกิดรัศมีการต้านแบคทีเรีย (Halo test) ของสารโพโตคะตะลิสต์ $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ที่เตรียมด้วยวิธีที่ 1 โดยเติมปริมาณซิลิการ้อยละ 5 โดยน้ำหนัก

4.6.3. ผลการทดสอบอัตราการไหลของน้ำที่ผ่านการกรอง (mL/min) ต่อแรงดันน้ำ (psi)

ผลการทดสอบจากการปล่อยน้ำให้ไหลผ่านไส้กรองดังรูปที่ 4.49 ด้วยความดัน 48 psi หรือ 0.33 เมกะพาสคัล แล้วทำการบันทึกข้อมูลปริมาณน้ำที่ถูกกรองออกมาต่อเวลาซึ่งแสดงผลการทดสอบดังตารางที่ 4.29 พบว่าอัตราการไหลของน้ำที่ผ่านการกรองเท่ากับ 53 มิลลิลิตรต่อนาทีที่แรงดัน 48 psi หรือ 0.33 เมกะพาสคัล โดยการกรองให้น้ำไหลผ่านไส้กรองในแนวรัศมี เนื่องจากทำการทดสอบให้ไหลผ่านด้านข้างของไส้กรองพบว่าแรงดันน้ำประปา หรือที่แรงดัน 48 psi ไม่สามารถกรองให้น้ำไหลผ่านได้ หากจะทำการกรองจำเป็นที่จะต้องเพิ่มแรงดันในการอัดฉีดน้ำเข้าไป

ตารางที่ 4.29 ผลทดสอบอัตราการไหลของน้ำผ่านไส้กรอง

การทดสอบครั้งที่	ปริมาณน้ำที่ผ่านการกรองต่อนาที (mL/min)
1	55
2	49
3	57
ค่าเฉลี่ย	53



รูปที่ 4.49 การทดสอบอัตราการไหลของน้ำที่ผ่านไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วย ซิลิคอนคาร์ไบด์และโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์

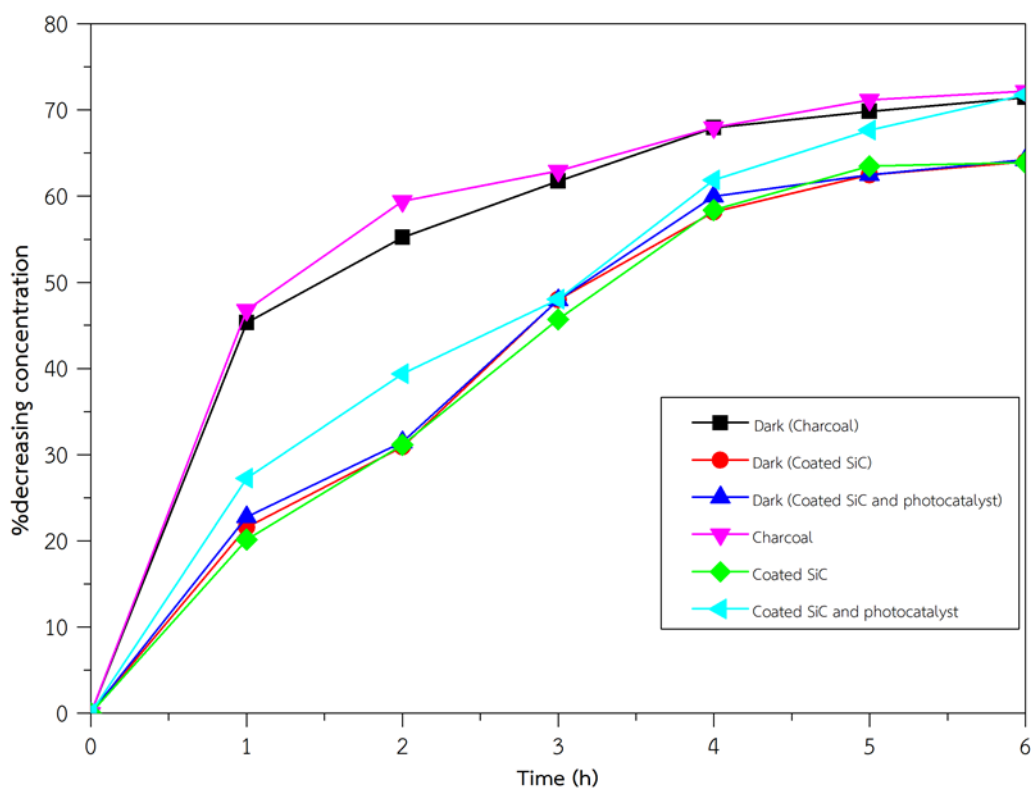
4.6.4. ผลการทดสอบความดันตกคร่อม (Pressure Drop)

จากการทดสอบแรงดันตกคร่อมโดยทำการทดสอบผ่านแรงดันน้ำ 48 psi หรือ 0.33 เมกะพาสคัล พบว่าแรงดันน้ำก่อนผ่านไส้กรองและไม่ผ่านไส้กรองไม่มีการเปลี่ยนแปลง ซึ่งจากการทดสอบพบว่าถึงจะไม่มีมีการเปลี่ยนแปลงของความดันเนื่องจากที่ความดันระดับนี้ยังสามารถดันน้ำให้ผ่านไส้กรองได้ แต่ปริมาณน้ำที่กรองผ่านไส้กรองจะออกมาปริมาณที่น้อยกว่าการเปิดผ่านแบบไม่มีไส้กรอง

4.6.5. ผลการทดสอบสมบัติการดูดซับ และการย่อยสลายสีย้อมเมทิลีนบลู

จากรูปที่ 4.50 แสดงผลการทดสอบคุณสมบัติการดูดซับของไส้กรอง โดยทำการเปรียบเทียบไส้กรองที่ทำการเตรียมขึ้นมา 3 ชนิด คือไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ ไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์ และไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์แล้วเคลือบด้วยสารโฟโตคะตะลิสต์ชนิดซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ โดยเปรียบเทียบประสิทธิภาพการดูดซับในที่มืด และการย่อยสลายสีย้อมเมือฉายแสงที่ตามองเห็น (ด้วยหลอดแอลอีดี ความสว่าง 5,500 ลูเมน 110 ลูเมนต่อวัตต์ หรือขนาด 50 วัตต์) เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จากการลดลงของความ

เข้มข้นสี่ย้อมเมทิลินบลู เริ่มต้นที่ความเข้มข้น 10 ppm ซึ่งพบว่าไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ที่ถูกเตรียมที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส มีความสามารถดูดซับที่รวดเร็วภายใน 1 ชั่วโมง และไม่แตกต่างกันทั้งที่ฉายแสง และไม่ฉายแสง ซึ่งการดูดซับสูงกว่าเมื่อเทียบกับไส้กรองอีก 2 ชนิด ที่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และสารโฟโตคะตะลิสต์ เนื่องจากความพรุนตัวลดลงจากการถูกเคลือบผิว ทั้งนี้หลังการฉายแสง 5 และ 6 ชั่วโมง พบว่าไส้กรองที่เคลือบซิลิคอนคาร์ไบด์แล้วด้วยสารโฟโตคะตะลิสต์ ให้การลดลงของความเข้มข้นสี่ย้อมมากกว่าชิ้นงานชนิดเดียวกันที่เก็บในที่มืด ดังนั้นแสดงให้เห็นว่าสารโฟโตคะตะลิสต์ที่ทำการเคลือบแสดงสมบัติการย่อยสลายเชิงแสงช่วยในการย่อยสลายสี่ย้อมเมทิลินบลูซึ่งเป็นตัวแทนของสารอินทรีย์ได้



รูปที่ 4.50 การทดสอบสมบัติการดูดซับและการย่อยสลายสี่ย้อมเมทิลินบลูของไส้กรองจากร้อยละการลดลงของความเข้มข้นของสี่ย้อมเมทิลินบลูภายใต้การฉายและไม่ฉายแสง

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ

สรุปผลการวิจัย

จากผลของการทดลองทำการเตรียมไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่เคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และโพโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนโตรด์ ซึ่งสามารถสรุปการเตรียมแต่ละขั้นตอนและปัจจัยต่างๆที่ส่งผลต่อการเตรียม ได้ดังต่อไปนี้

1. จากการศึกษาขั้นตอนการเตรียมไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่จากกระบวนการคาร์บอนในเซชันไม้ไผ่พบว่าสามารถเตรียมได้โดยการเผาคาร์บอนในเซชันที่อุณหภูมิ 400 - 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3-4 ชั่วโมงโดยใช้เตาประดิษฐ์ขึ้นโดยใช้เชื้อเพลิงให้ความร้อนจากภายนอก แล้วเผาซ้ำที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส คงที่ 1 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาทีโดยใช้เตาไฟฟ้า ซึ่งจะทำให้ได้ไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ หรือถ่านไบโอชาร์ที่มาจากไม้ไผ่ที่สามารถนำไฟฟ้าได้
2. การเคลือบด้วยวิธี EPD บนไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ โดยการเคลือบติดได้ดีเมื่อวัสดุที่นำมาเคลือบจะต้องมีการนำไฟฟ้าได้ดี ซึ่งความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการเคลือบจะขึ้นอยู่กับคุณสมบัติการนำไฟฟ้าของวัสดุที่เคลือบ โดยวัสดุที่นำไฟฟ้าได้ดีจะใช้ความต่างศักย์ในการเคลือบต่ำ และเวลาที่ใช้เคลือบจะส่งผลต่อความหนาของชั้น โดยเวลาที่เพิ่มขึ้น การตกสะสมของอนุภาคก็จะเพิ่มขึ้นตาม ชั้นที่เคลือบก็จะหนาขึ้นตามเวลาที่เพิ่มขึ้น
3. การสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์เพื่อให้เคลือบเฉพาะที่บริเวณผิวชั้นนอกของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ สามารถสังเคราะห์ขึ้นมาได้โดยการใช้ไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ เป็นแหล่งคาร์บอนและซิลิกาจากแก้วแกลบที่มีขนาด 10 ไมโครเมตรเป็นแหล่งซิลิกา ซึ่งสามารถทำการสังเคราะห์ได้ตั้งแต่ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส คงที่ 1 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน โดยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้อยู่ในเฟสปีตา
4. ปัจจัยของอุณหภูมิในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ ซึ่งในงานวิจัยทำการศึกษาที่อุณหภูมิ 1400 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส พบว่าอุณหภูมิที่สูงขึ้นส่งผลให้ผลึกมีขนาดเล็กลง
5. การสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีนี้ยังพบว่ามีการเกิดขึ้นของ ซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ โดยลักษณะของ ซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ ที่เกิดขึ้นจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิที่สูงขึ้น โดยที่ 1400 องศาเซลเซียสจะเริ่มเกิดเส้นขนาดเล็กและสั้นๆ เมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิขึ้น เป็น 1500 องศาเซลเซียสก็จะทำให้เกิดปริมาณที่มากขึ้นและลักษณะเส้นที่ยาวขึ้น และที่อุณหภูมิที่ 1600 องศาเซลเซียส ลักษณะที่เกิดขึ้นจะมีความหนาของเส้นที่เพิ่มขึ้นกว่าที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส
6. อุณหภูมิในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ส่งผลต่อความแข็งแรงของไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ โดยเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่สูงขึ้นพบว่าค่าความแข็งแรงลดลง

7. ปัจจัยของการคงที่ของเวลาที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสต่อการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ พบว่าจากการวิเคราะห์ผลการทดลองในการเลือกเวลาคงที่ ที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มาจากเส้นใยที่ผิวไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟ จากการใช้ซิลิกาจากแหล่งถ่านกลบนั้นการเพิ่มเวลาคงที่ที่ทำให้ขนาดผลึกของซิลิคอนคาร์ไบด์เล็กลง และมีการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์นาโนไวร์ โดยปริมาณการเกิดจะขึ้นกับอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการคงที่ โดยที่อุณหภูมิและเวลาคงที่ที่สูงขึ้นจะมีปริมาณที่มากขึ้น
8. ผลของการใช้บรรยากาศและอุณหภูมิที่แตกต่างกันในการสังเคราะห์ $\alpha\text{-C}_3\text{N}_4$ ภายใต้บรรยากาศระหว่างอับอากาศกับไนโตรเจน พบว่าที่บรรยากาศอับอากาศเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่สูงขึ้นซึ่งในการศึกษานั้นมีการศึกษาที่อุณหภูมิตั้งแต่ 450 - 600 องศาเซลเซียส พบว่ามีความเป็นผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้นและพื้นที่ผิวจำเพาะสูงขึ้น ส่วนที่บรรยากาศไนโตรเจน พบว่าเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่สูงขึ้นพบว่าผลึกมีขนาดเล็กลงและพื้นที่ผิวจำเพาะสูงขึ้นและสูงกว่าบรรยากาศอับอากาศที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส
9. ปัจจัยการสังเคราะห์ $\alpha\text{-C}_3\text{N}_4$ ที่อุณหภูมิสูงขึ้น พบว่าผลร้อยละการย่อยสลายซีเมทิลีนบลูเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการสังเคราะห์ที่เพิ่มขึ้น ซึ่งสัมพันธ์กับข้อมูลค่า BET ที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงขึ้นทำให้ทำให้มีพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาได้มากขึ้น ส่งผลประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกดีขึ้น
10. ผลของการใช้เวลาคงที่ในการสังเคราะห์ $\alpha\text{-C}_3\text{N}_4$ ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ที่ 600 °C ที่เวลา 1 2 3 และ 4 ชั่วโมง พบว่าที่เวลา 2 ชั่วโมง มีพื้นที่ผิวจำเพาะที่สูงที่สุดซึ่งเท่ากับ 201.1 ตารางเมตรต่อกรัม และพบว่าการเพิ่มเวลาในการคงที่ไม่ส่งผลให้ค่าพลังงานแถบช่องว่างลดลง แต่เป็นการเพิ่มค่าการดูดกลืนแสงให้ดูดกลืนได้สูงขึ้น
11. ผลของวิธีการเติมซิลิกาเพื่อเตรียม $\text{SiO}_2 / \alpha\text{-C}_3\text{N}_4$ โดยทำการทดลอง 2 วิธี คือวิธีที่ 1 คือการบดผสม (Ball Mill) ระหว่าง $\alpha\text{-C}_3\text{N}_4$ กับ SiO_2 ที่ปริมาณการเติมต่างๆ และวิธีที่ 2 คือการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ที่ 600 องศาเซลเซียส คงที่อุณหภูมิ 2 ชั่วโมงระหว่างยูเรียกับ SiO_2 ที่ปริมาณการเติมต่างๆ ซึ่งจากการทดลองวิธีที่ 1 ปริมาณซิลิกาที่เติมเพื่อใช้บดผสมที่ดีที่สุดคือ ร้อยละ 5 โดยน้ำหนักเนื่องจากความเป็นผลึกที่สูงขึ้น โดยช่วยในการเพิ่มประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูร้อยละ 97.91 ในเวลา 7 ชั่วโมงและวิธีที่ 2 ปริมาณซิลิกาที่เหมาะสมในการเติมคือร้อยละ 10 ซึ่งในการเติมวิธีนี้ช่วยในการลดค่าพลังงานแถบช่องว่าง ทำให้ดูดกลืนช่วงแสงได้กว้างขึ้น มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูร้อยละ 95.72 ในเวลา 7 ชั่วโมง ซึ่งจาก 2 วิธีการใช้ซิลิกามาบดผสมดังในวิธีที่ 1 จะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพปฏิกิริยาโฟโตคะตะลิสต์ได้ดีขึ้นกว่าวิธีที่ 2 เนื่องจากความเป็นผลึกที่สูงขึ้น แต่จะมีข้อจำกัดที่วิธีที่ 1 นี้ไม่ได้ลดค่าพลังงานแถบช่องว่าง
12. จากการทดสอบสมบัติเฉพาะของไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟเคลือบด้วยซิลิคอนคาร์ไบด์และโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ที่มีขนาดของไส้กรองกว้าง 2 เซนติเมตร ยาว 10 เซนติเมตร ผลที่ได้คือไส้กรองสามารถกรองน้ำได้โดยใช้แรงดัน 48 psi

หรือ 0.33 เมกะพาสคัล ด้วยอัตราการกรอง 53 มิลลิลิตรต่อนาที หรือประมาณ 3.18 ลิตรต่อชั่วโมง

13. ผลการทดสอบแบบคทีเรียยังพบว่าสารโฟโตคะตะลิสต์ที่ทำการเตรียมมาเคลือบยังมีคุณสมบัติที่ยังไม่ต้านแบบคทีเรียแต่สามารถย่อยสลายสารอินทรีย์ได้

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาเบื้องต้นที่แสดงให้เห็นถึงผลของสภาวะการเตรียมไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ที่เคลือบด้วยซิลิกอนคาร์ไบด์และโฟโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติกคาร์บอนไนไตรด์ และได้สภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมขั้นตอนต่างๆ ทั้งนี้เนื่องจากงานเป็นงานวิจัยที่เสนอแนวคิดใหม่ไม่มีผู้ศึกษามาก่อน จึงยังคงต้องมีการศึกษา พัฒนาต่อไป ซึ่งจากข้อมูลที่ได้มีความสนใจในการนำไปศึกษาพัฒนาเพื่อให้มีสมบัติที่เหมาะสมให้สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานในการเป็นไส้กรองน้ำหรือการบำบัดมลพิษทางน้ำ

ข้อเสนอแนะ

1. ศึกษาวิธีการเตรียมไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ จากการใช้เตาประดิษฐ์ขึ้นโดยใช้เชื้อเพลิงให้ความร้อนจากภายนอก ให้เสร็จสิ้นด้วยการเผาโดยใช้เตาชนิดนี้ ซึ่งอาจจะทำการศึกษากการประดิษฐ์ให้สามารถควบคุมความร้อนของไฟได้ให้สม่ำเสมอ และการเผาให้ได้ไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ ที่นำไฟฟ้าได้และไม่เกิดการแตกหักหรือเกิดรอยร้าวขึ้นของหลังการเผา
2. ศึกษาหาปริมาณการเคลือบซิลิกอนไนไตรด์ไส้กรองคาร์บอนจากถ่านไม้ไผ่ ให้มีปริมาณเหมาะสมเพื่อให้เกิดซิลิกอนคาร์ไบด์ในความหนาที่สามารถเพิ่มความแข็งแรงให้กับไส้กรองได้
3. ศึกษาการเติมซิลิกาที่ขนาดที่แตกต่างกันมีผลต่อการเตรียม $\text{SiO}_2/\text{g-C}_3\text{N}_4$ ในการทดลอง 2 วิธี คือวิธีที่ 1 คือ การบดผสม (Ball Mill) และวิธีที่ 2 คือ การไพโรไลซิส เช่นขนาดผงซิลิกาที่เล็กกว่า 10 ไมโครเมตร หรือใหญ่กว่า 10 ไมโครเมตร
4. ศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับการเตรียมสารโฟโตคะตะลิสต์ให้สามารถต้านแบบคทีเรียได้โดยใช้การกระตุ้นจากช่วงแสงที่ตามองเห็น



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

บรรณานุกรม

- [1] T. Phuanchik, P. Ruensuk, and Y. Jirakiattikul, "Study on growth of four bamboo varieties," *Thai Journal of Science and Technology*, vol. 4, no. 3, pp. 302-309, 2015.
- [2] M. Amiri, "Electroanalysis with C_3N_4 and SiC Nanostructures," *Nanocarbons for Electroanalysis*, pp. 227-257, 2017.
- [3] J. Zhu, J. Jia, and S. C. Tjong, "Preparation, structure, and application of carbon nanotubes/bamboo charcoal composite," in *Nanocrystalline Materials*: Elsevier, 2014, pp. 1-25.
- [4] Z.-H. Jiang, D.-S. Zhang, B.-H. Fei, Y. Yue, and X. Chen, "Effects of carbonization temperature on the microstructure and electrical conductivity of bamboo charcoal," *New Carbon Mater*, vol. 19, no. 4, pp. 249-253, 2004.
- [5] Y. Zhang *et al.*, "Silicon carbide recovered from photovoltaic industry waste as photocatalysts for hydrogen production," *Journal of hazardous materials*, vol. 329, pp. 22-29, 2017.
- [6] F. La Via, M. Camarda, and A. La Magna, "Mechanisms of growth and defect properties of epitaxial SiC," *Applied Physics Reviews*, vol. 1, no. 3, p. 031301, 2014.
- [7] H. Abderrazak and E. Hmida, "Silicon carbide: synthesis and properties," *Properties and applications of Silicon Carbide*, pp. 361-388, 2011.
- [8] N. Yang and X. Jiang, "Cubic silicon carbide: Growth, properties, and electrochemical applications," *Novel Carbon Materials and Composites: Synthesis, Properties and Applications*, pp. 1-33, 2019.
- [9] R. Ji, Y. Liu, Y. Zhang, B. Cai, J. Ma, and X. Li, "Influence of dielectric and machining parameters on the process performance for electric discharge milling of SiC ceramic," *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 59, no. 1, pp. 127-136, 2012.
- [10] ส. บริสุทธิ์. "ประโยชน์และโทษของซิลิกอนคาร์ไบด์."
http://lib3.dss.go.th/fulltext/dss_j/2536_41_133_p29-30.pdf (accessed).
- [11] G. L. Harris, *Properties of silicon carbide* (no. 13). let, 1995.
- [12] ส. พรารพันธ์. (2540) วัสดุทนไฟเนื้อซิลิกอนคาร์ไบด์. Available:
http://lib3.dss.go.th/fulltext/dss_j/2540_45_143_p4-6.pdf

- [13] J. Qian, J. Wang, and Z. Jin, "Preparation of biomorphic SiC ceramic by carbothermal reduction of oak wood charcoal," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 371, no. 1-2, pp. 229-235, 2004.
- [14] J.-M. Qian and Z.-H. Jin, "Preparation and characterization of porous, biomorphic SiC ceramic with hybrid pore structure," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 26, no. 8, pp. 1311-1316, 2006.
- [15] K. Vyshnyakova, G. Yushin, L. Pereseltseva, and Y. Gogotsi, "Formation of porous SiC ceramics by pyrolysis of wood impregnated with silica," *International journal of applied ceramic technology*, vol. 3, no. 6, pp. 485-490, 2006.
- [16] E. Vogli, H. Sieber, and P. Greil, "Biomorphic SiC-ceramic prepared by Si-vapor phaseinfiltration of wood," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 22, no. 14-15, pp. 2663-2668, 2002.
- [17] Q. Wang, G.-Q. Jin, D.-H. Wang, and X.-Y. Guo, "Biomorphic porous silicon carbide prepared from carbonized millet," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 459, no. 1-2, pp. 1-6, 2007.
- [18] T. Wang *et al.*, "Synthesis of highly nanoporous β -Silicon carbide from corn stover and sandstone," *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, vol. 8, no. 39, pp. 14896-14904, 2020.
- [19] J. Zhang *et al.*, "Co-monomer control of carbon nitride semiconductors to optimize hydrogen evolution with visible light," *Angewandte Chemie International Edition*, vol. 51, no. 13, pp. 3183-3187, 2012.
- [20] J. Yu, S. Wang, B. Cheng, Z. Lin, and F. Huang, "Noble metal-free Ni (OH) ₂-g-C₃N₄ composite photocatalyst with enhanced visible-light photocatalytic H₂ - production activity," *Catalysis Science & Technology*, vol. 3, no. 7, pp. 1782-1789, 2013.
- [21] J. Xu, T. J. Brenner, L. Chabanne, D. Neher, M. Antonietti, and M. Shalom, "Liquid-based growth of polymeric carbon nitride layers and their use in a mesostructured polymer solar cell with Voc exceeding 1 V," *Journal of the American Chemical Society*, vol. 136, no. 39, pp. 13486-13489, 2014.
- [22] A. Thomas *et al.*, "Graphitic carbon nitride materials: variation of structure and morphology and their use as metal-free catalysts," *Journal of Materials Chemistry*, vol. 18, no. 41, pp. 4893-4908, 2008.
- [23] E. Haque, J. W. Jun, S. N. Talapaneni, A. Vinu, and S. H. Jhung, "Superior adsorption capacity of mesoporous carbon nitride with basic CN framework for phenol," *Journal of Materials Chemistry*, vol. 20, no. 48, pp. 10801-10803, 2010.

- [24] J. Wen, J. Xie, X. Chen, and X. Li, "A review on g-C₃N₄-based photocatalysts," *Applied surface science*, vol. 391, pp. 72-123, 2017.
- [25] Y. Zheng, Z. Zhang, and C. Li, "A comparison of graphitic carbon nitrides synthesized from different precursors through pyrolysis," *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, vol. 332, pp. 32-44, 2017.
- [26] Y. Kang, Y. Yang, L. C. Yin, X. Kang, G. Liu, and H. M. Cheng, "An amorphous carbon nitride photocatalyst with greatly extended visible-light-responsive range for photocatalytic hydrogen generation," *Advanced materials*, vol. 27, no. 31, pp. 4572-4577, 2015.
- [27] P. Yang, J. Zhao, W. Qiao, L. Li, and Z. Zhu, "Ammonia-induced robust photocatalytic hydrogen evolution of graphitic carbon nitride," *Nanoscale*, vol. 7, no. 45, pp. 18887-18890, 2015.
- [28] Q. Liang, Z. Li, Z. H. Huang, F. Kang, and Q. H. Yang, "Holey graphitic carbon nitride nanosheets with carbon vacancies for highly improved photocatalytic hydrogen production," *Advanced Functional Materials*, vol. 25, no. 44, pp. 6885-6892, 2015.
- [29] P. Jiménez-Calvo, C. Marchal, T. Cottineau, V. Caps, and V. Keller, "Influence of the gas atmosphere during the synthesis of g-C₃N₄ for enhanced photocatalytic H₂ production from water on Au/g-C₃N₄ composites," *Journal of Materials Chemistry A*, vol. 7, no. 24, pp. 14849-14863, 2019.
- [30] Li Peng, Zi-wei Li, Ren-rong Zheng, and H. Y. a. X.-t. Dong, "Preparation and characterization of mesoporous g-C₃N₄/SiO₂ material with enhanced photocatalytic activity," *Journal of Materials Research*, vol. 34, no. 10, pp. 1785-1794, 2019.
- [31] W. Wang, J. Fang, and H. Chen, "Nano-confined g-C₃N₄ in mesoporous SiO₂ with improved quantum size effect and tunable structure for photocatalytic tetracycline antibiotic degradation," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 819, p. 153064, 2020.
- [32] M. Shalom, S. Inal, D. Neher, and M. Antonietti, "SiO₂/carbon nitride composite materials: The role of surfaces for enhanced photocatalysis," *Catalysis Today*, vol. 225, pp. 185-190, 2014.
- [33] X. Wang *et al.*, "Synthesis and photocatalytic activity of SiO₂/g-C₃N₄ composite photocatalyst," *Materials Letters*, vol. 115, pp. 53-56, 2014.

- [34] Q. Hao *et al.*, "A highly efficient g-C₃N₄/SiO₂ heterojunction: the role of SiO₂ in the enhancement of visible light photocatalytic activity," *Physical Chemistry Chemical Physics*, vol. 18, no. 46, pp. 31410-31418, 2016.
- [35] N. A. Sharkawi *et al.*, "The Physical Characterisation of Coating via Electrophoretic Deposition (EPD) with Voltage and Duration Variables for Solid Oxide Fuel Cell Application-A Review," *Journal of Advanced Mechanical Engineering Applications*, vol. 2, no. 2, pp. 9-14, 2021.
- [36] M. Instruments, "Zeta potential: An Introduction in 30 minutes," *Zetasizer Nano Serles Tech. Note. MRK654*, vol. 1, no. 2, pp. 1-6, 2011.
- [37] E. Wirnhier, M. B. Mesch, J. Senker, and W. Schnick, "Formation and characterization of melam, melam hydrate, and a melam–melem adduct," *Chemistry–A European Journal*, vol. 19, no. 6, pp. 2041-2049, 2013.





ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ภาคผนวก ก

1. เตาประดิษฐ์ขึ้นโดยใช้เชื้อเพลิงให้ความร้อนจากภายนอก



2. เต้าไฟฟ้า



ภาคผนวก ข

สมบัติทางกายภาพความชื้นของแกลบข้าวก่อนเผา

1. ตารางแสดงความชื้นของแกลบก่อนเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

ตัวอย่าง	น้ำหนักแกลบก่อนอบ (กรัม)	น้ำหนักแกลบหลังอบ (กรัม)	% ความชื้น
1	5	4.53	9.4
2	5	4.58	8.4
ค่าเฉลี่ย			8.9 %

2. ตารางร้อยละน้ำหนักที่หายไปหลังเผาแคลไซน์แกลบข้าวที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง


ครั้งที่	ตัวอย่าง	น้ำหนักก่อนเผา (กรัม)	น้ำหนักหลังเผา (กรัม)	% น้ำหนักที่ หายไป
1	1	35.91	6.58	81.67
	2	37.62	6.88	81.71
2	1	36	6.66	81.5
	2	40	7.35	81.63
3	3	36	6.62	81.61
	4	36	6.68	81.44
	1	36	6.73	81.30
	2	36	6.76	81.22
4	3	36	6.91	80.81
	4	36	6.70	81.38
	1	36	6.57	81.75
	2	36	6.62	81.61

	3	36.09	5.89	83.68
	4	36.2	5.93	83.62
ค่าเฉลี่ยร้อยละน้ำหนักที่หายไป				81.78



ภาคผนวก ค

83-2300		Wavelength= 1.54060						C		
SiO ₂	2 θ	Int	h	k	l	2 θ	Int	h	k	l
Silicon Oxide	20.281	999*	1	0	0	68.122	11	3	0	2
	21.472	537	0	0	2	71.444	17	2	0	5
	22.976	512	1	0	1	73.238	1	2	1	4
	29.704	146	1	0	2	73.389	1	3	0	3
Tridymite (Kihara Model)	35.510	164	1	1	0	75.164	13	2	2	0
Rad.: CuK α λ : 1.54060 Filter: d-sp: Calculated	38.571	78	1	0	3	78.811	13	3	1	0
Cut off: 17.7 Int.: Calculated I/lor.: 2.65	41.235	1	2	0	0	79.085	15	1	1	6
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12+, (1997)	41.875	11	1	1	2	79.243	12	2	2	2
Ref: Kihara, K., Z. Kristallogr., Kristallgeom., Kristallphys., Kristallchem., 148, 237 (1978)	42.721	48	2	0	1	79.822	3	3	1	1
	43.749	20	0	0	4	80.537	1	3	0	4
	46.952	11	2	0	2	82.401	20	2	1	5
Sys.: Hexagonal S.G.: P6 ₃ /mmc (194)	48.671	8	1	0	4	82.683	12	2	0	6
a: 5.052(9) b: c: 8.27(2) A: C: 1.6370	53.427	33	2	0	3	82.840	6	3	1	2
α : β : γ : Z: 4 mp:	55.526	63	2	1	0	84.964	1	1	0	7
Ref: Ibid.	56.723	26	2	1	1	87.829	7	3	1	3
	57.562	1	1	1	4	89.538	1	4	0	0
	59.721	39	1	0	5	89.538	1	3	0	5
	60.223	16	2	1	2					
	61.680	3	2	0	4					
Dx: 2.183 Dm: ICSD #: 200479	63.766	21	3	0	0					
	64.869	1	3	0	1					
Peak height intensity. R-factor: 0.053. PSC: hP12. Mwt: 60.08. Volume[CD]: 182.79.	65.803	37	2	1	3					
	67.955	3	0	0	6					

 © 1998 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.01



75-0254		Wavelength= 1.54060						C		
SiC	2 θ	Int	h	k	l	2 θ	Int	h	k	l
Silicon Carbide	35.655	999*	1	1	1					
	41.404	173	2	0	0					
	59.992	359	2	2	0					
Carborundum - artificial	71.780	238	3	1	1					
Rad.: CuK α λ : 1.54060 Filter: d-sp: Calculated	75.512	33	2	2	2					
Cut off: 17.7 Int.: Calculated I/lor.: 3.53	89.986	39	4	0	0					
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12+, (1997)										
Ref: Burdick, C.L., Owen, E.A., J. Am. Chem. Soc., 40, 1749 (1918)										
Sys.: Cubic S.G.: F $\bar{4}3m$ (216)										
a: 4.358 b: c: A: C:										
α : β : γ : Z: 4 mp:										
Ref: Ibid.										
Dx: 3.218 Dm: ICSD #: 028895										
Peak height intensity. R-factor: 0.130. PSC: cF8. Mwt: 40.10. Volume[CD]: 82.77.										

 © 1998 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.01

75-2078		Wavelength= 1.54060			C	
C		2 _e	Int	h	k	l
Graphite		26.611	999*	1	1	1
		43.455	113	0	1	0
		46.322	72	1	1	0
		54.812	50	2	2	2
		56.677	40	1	1	2
		63.677	14	2	2	1
		77.697	32	1	1	0
		80.739	10	2	3	2
		83.849	49	1	2	0
		87.329	7	3	3	3
Rad.: CuKα1 λ: 1.54060 Filter: d-sp: Calculated						
Cut off: 17.7 Int.: Calculated I/ICor.: 2.32						
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)						
Ref: Lipson, H., Stokes, A.R., Proc. R. Soc. London, Ser. A, 181, 101 (1942)						
Sys.: Rhombohedral			S.G.: R $\bar{3}m$ (166)			
a: 3.635	b:	c:	A:	C: 1.0000		
α: 39.490	β:	γ:	Z: 2	mp:		
Ref: Ibid.						
Dx: 2.281		Dm:		ICSD #: 031829		

Peak height intensity. R-factor: 0.119. C.D. Cell: a=2.456, c=10.041, c/a=4.0883, S.G.=R-3m(166). PSC: hR2. Mwt: 12.01. Volume[CD]: 52.45.



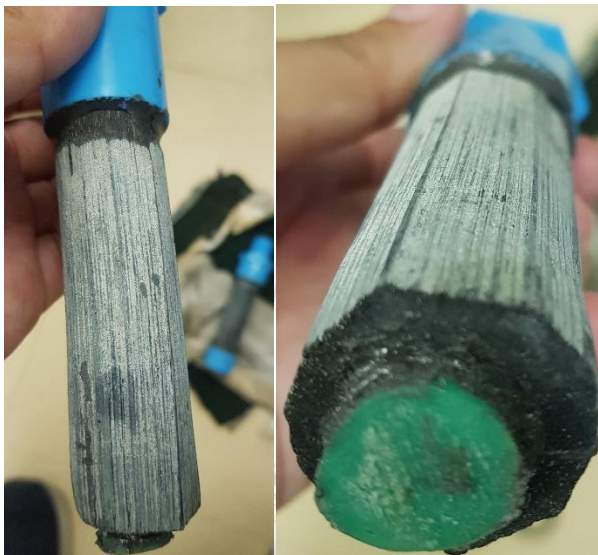
© 1998 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.01



ภาคผนวก ง

แบบจำลองเครื่องกรองน้ำที่ใช้สำหรับไส้กรองน้ำคาร์บอนจากถ่านไม้ไฟเคลือบด้วยซิลิโคนคาร์ไบด์ และโพโตคะตะลิสต์ซิลิกา/กราฟิติการ์บอนไนไตรด์

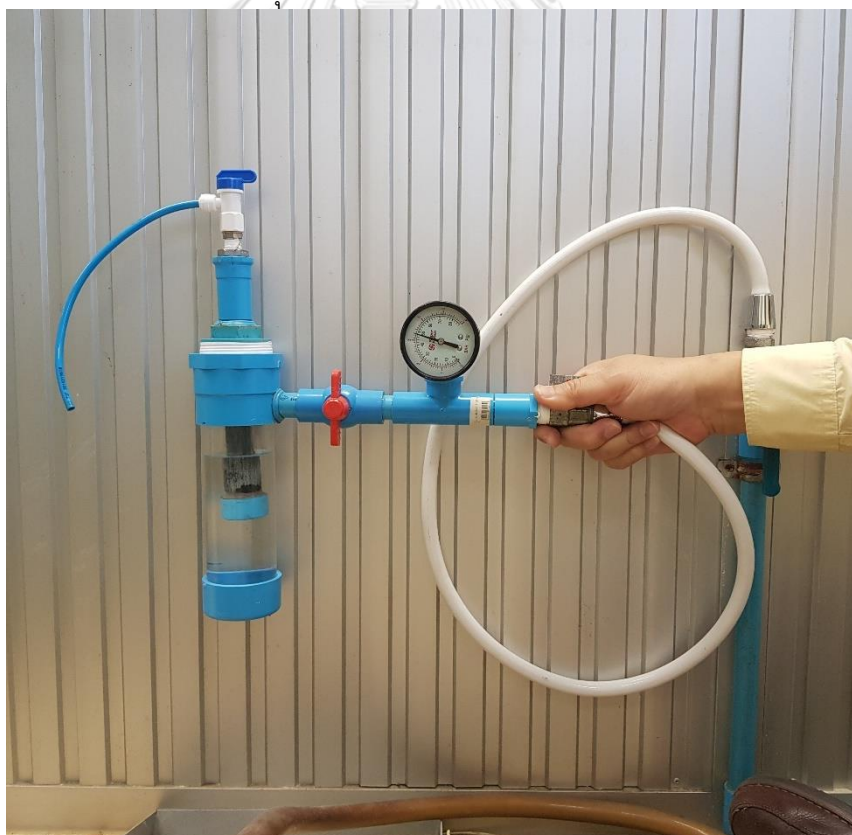
1. ลักษณะของไส้กรองน้ำ



2. อุปกรณ์ใช้ประกอบไส้กรองน้ำสำหรับการใช้งาน



3. ติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการกรองน้ำกับก๊อกน้ำประปา



4. ติดตั้งหลอด LED บนอุปกรณ์สำหรับการกรองน้ำ



ลักษณะการติดตั้งหลอด LED



การฉายแสงให้กับสารโฟโตคะตะลิสต์ที่เคลือบที่ผิวของไส้กรอง



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	อทิตา ตะโพธิ์
วัน เดือน ปี เกิด	4 กุมภาพันธ์ 2540
สถานที่เกิด	นครพนม
วุฒิการศึกษา	ปริญญาตรี : คณะวิทยาศาสตร์ ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยมหิดล
ที่อยู่ปัจจุบัน	113 หมู่ 1 ตำบลเรณูใต้ อำเภอรณนคร จังหวัดนครพนม 48170
ผลงานตีพิมพ์	Atita Tapo, W. K., Piyalak Ngerchuklin, Chumphol Busabok, Pornapa Sujaridworakun. (2022). Influence of Air and Nitrogen Atmosphere on g-C ₃ N ₄ Synthesized from Urea. Thai Journal of Nanoscience and Nanotechnology, 7(1), 1-11. http://www.nano.kmitl.ac.th/tjnn/index.php/tjnn/issue/view/13