

## การเตรียมอะลูมินาเมมเบรนชนิดมีโซพอร์ด้วยวิธีโซลเจล



นางสาวนันทนา ทองดี

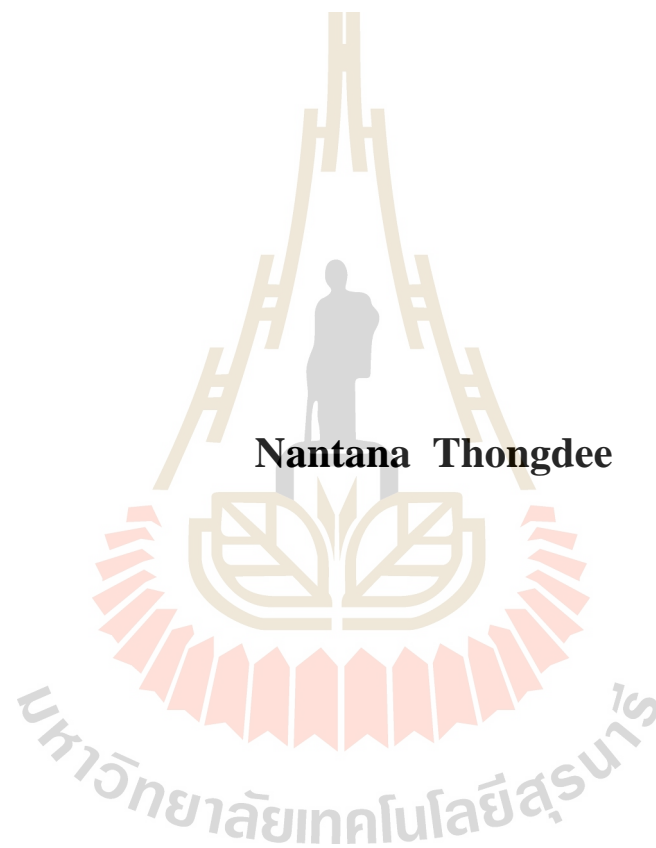
วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ปีการศึกษา 2560

**PREPARATION OF MESOPOROUS ALUMINA  
MEMBRANE USING SOL-GEL METHOD**



**A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the  
Degree of Master of Engineering in Ceramic Engineering**

**Suranaree University of Technology**

**Academic Year 2017**

## การเตรียมอะลูมินาเมมเบรนชนิดมีโซพอร์ด้วยวิธีโซลเจล

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา  
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์



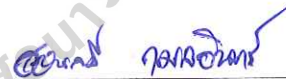
(อ. ดร.สุพรรณ จันทร์ภิรมณ์)

ประธานกรรมการ



(ศ. ดร.สุขเกษม วัชรมัชสกุล)

กรรมการ (อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์)



(อ. ดร.อ่อนลมี กมลอินทร์)

กรรมการ



(ศ. ดร.สันติ แม่นศิริ)

รองอธิการบดีฝ่ายวิชาการและพัฒนาความเป็นสากล



(รศ. ร.อ. ดร.กนต์ธร ชำนิประศาสน์)

คณบดีสำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์



NANTANA THONGDEE : PREPARATION OF MESOPOROUS

ALUMINA MEMBRANE USING SOL-GEL METHOD. THESIS

ADVISOR : ASST. PROF. SUKASEM WATCHARAMAISAKUL, Ph.D.,

93 PP.

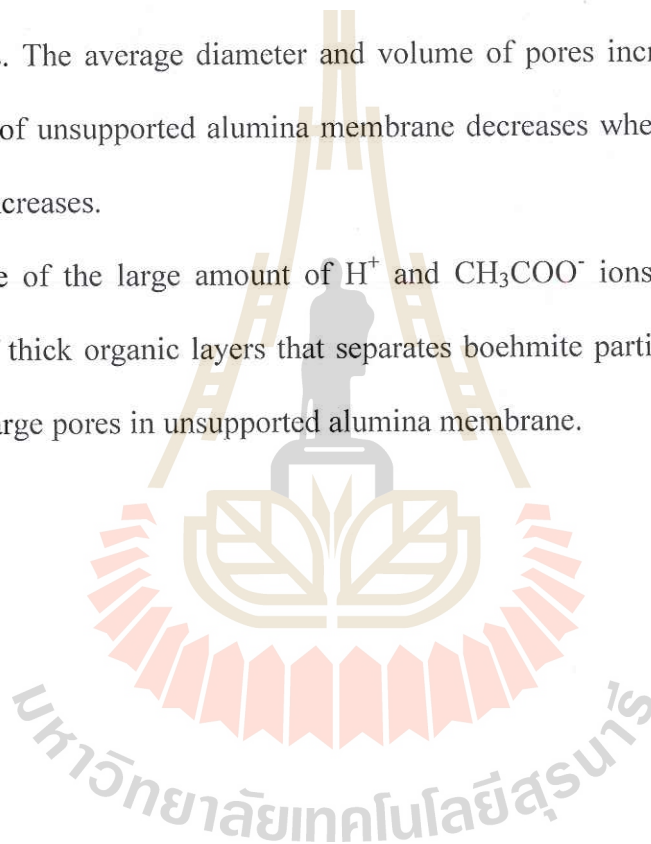
CERAMIC MEMBRANE / ALUMINA MEMBRANE / MESOPOROUS / GAS  
SEPARATION / SOL GEL

Ceramic membranes are attractive product for industries due to the great potential in several important applications. For example, ceramic membranes are promising for H<sub>2</sub> separation, the recovery of CO<sub>2</sub> from natural gas and the reduction of green-house gas emission from flue gas. The aim of the present study was to evaluate the effect of peptizing agent concentration on morphology of unsupported alumina membranes to find out the optimum sol-gel conditions for preparation of alumina mesoporous membranes with narrow pore size distribution that are suitable for gas separation. The unsupported alumina membranes were prepared by the sol-gel method using aluminum-tri-sec-butoxide as a precursor and acetic acid as a peptizing agent. The particle size distributions of prepared boehmite sols, as measured by dynamic light scattering technique, range from 10 to 600 nm. The results shown that, the increasing of the concentration of acetic acid results in formation of particles of smaller median diameter are obtained. The pore volume and size distribution of unsupported alumina membranes were characterized by the Brunauer–Emmett–Teller (BET) method of adsorption of nitrogen gas. The pore size distributions of membranes were rather narrow in the range of 3 to 6 nm. The average diameter and

volume of pores was increase and the surface area decreases while the concentration of acetic acid increased.

It can be concluded that the concentration of acetic acid has significantly influence on the formation of both boehmite sol and unsupported alumina membrane. An increasing of acetic acid concentration results in formation of boehmite sol particles of smaller median diameter due to the acetic acid causes separate of large agglomerates. The average diameter and volume of pores increase, and the specific surface area of unsupported alumina membrane decreases when the concentration of acetic acid increases.

The presence of the large amount of  $H^+$  and  $CH_3COO^-$  ions in solution promotes formation of thick organic layers that separates boehmite particles, could lead to the creation of large pores in unsupported alumina membrane.



School of Ceramic Engineering

Academic Year 2017

Student's Signature Nantana Thongdee

Advisor's Signature Yubman N.

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี เนื่องจากได้รับความช่วยเหลืออย่างยิ่ง ทั้งด้านวิชาการ และด้านดำเนินงานวิจัย จากผู้มีพระคุณทุกท่าน ดังต่อไปนี้

คุณชาญศิลป์ และคุณอัมรา ทองดี บิดา มารดา ผู้ให้การดูแล เลี้ยงดู สนับสนุนและเปิดโอกาสทางการศึกษาตลอดมา รวมทั้งคุณสุจิตรา ทองดี คุณสุรวุฒิ ทองดี และคุณวนิดา สีหามาตย์ ตลอดจนคุณญาติมิตร และเพื่อน พี่น้องทุกท่าน ผู้ให้ข้อคิด กำลังใจ และสนับสนุนทางการศึกษามาโดยตลอด

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุขเกษม วัชรมัชสกุล อาจารย์ประจำสาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ให้โอกาสทางการศึกษาให้คำปรึกษา คำแนะนำ พร้อมทั้งช่วยแก้ปัญหา และให้กำลังใจแก่ผู้วิจัยมาโดยตลอด รวมทั้งช่วยตรวจทานผลงานวิจัยที่ได้นำเสนอในงานประชุมวิชาการระดับนานาชาติและวิทยานิพนธ์เล่มนี้

Asst. Prof. Dr. Boris Golman อาจารย์ประจำสาขาวิชาวิศวกรรมเคมี มหาวิทยาลัยนาซาร์บายีฟ ประเทศคาซัคสถาน ผู้ซึ่งเคยเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาร่วมวิทยานิพนธ์ ที่ให้คำปรึกษา คำแนะนำ พร้อมทั้งช่วยแก้ปัญหาและช่วยตรวจทานผลงานวิจัยที่ได้นำเสนอในงานประชุมวิชาการระดับนานาชาติพร้อมทั้งให้กำลังใจแก่ผู้วิจัยมาโดยตลอด

คณาจารย์ทุกท่านในสาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ที่ให้ความเมตตาและให้ความรู้กับผู้วิจัยมาโดยตลอด

คุณพันทิพา นำสว่างรุ่งเรือง ที่ได้ให้ความช่วยเหลือและประสานงานทางด้านเอกสารตลอดระยะเวลาที่ศึกษา รวมทั้งเจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยี สุรนารี ที่ให้คำแนะนำและช่วยอำนวยความสะดวกทางด้านเครื่องมือวิจัย

ขอขอบคุณ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ที่ได้เปิดโอกาสทางการศึกษา และให้การช่วยเหลือทางด้านทุนการศึกษา รวมทั้งทางด้านอุปกรณ์และเครื่องมือวิทยาศาสตร์

สำหรับคุณประโยชน์อันใดที่เกิดจากงานวิจัยในครั้งนี้ ย่อมเป็นผลมาจากความกรุณาของทุกท่านที่ได้กล่าวมาข้างต้น รวมทั้งผู้ช่วยเหลือ และให้กำลังใจที่มีได้เอ่ย ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งเป็นอย่างยิ่ง จึงขอขอบพระคุณอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้ด้วย

นันทนา ทองดี

# สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ (ภาษาไทย).....	ก
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ).....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ง
สารบัญ.....	จ
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูป.....	ญ
บทที่	
<b>1 บทนำ.....</b>	<b>1</b>
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
<b>2 ปรีทศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....</b>	<b>4</b>
2.1 บทนำ.....	4
2.2 เซรามิกเมมเบรน.....	4
2.2.1 คุณลักษณะที่ดีของมิโซพอร์สเมมเบรนที่ใช้สำหรับการคัดแยกแก๊ส.....	9
2.2.2 ข้อดีของเซรามิกเมมเบรน.....	10
2.3 การเตรียมเมมเบรนด้วยวิธีโซลเจล.....	10
2.4 ศักย์ไฟฟ้าเซต้า (Zeta potential) ที่มีผลต่อสมบัติ และลักษณะเฉพาะของเมมเบรน.....	13
2.4.1 ศักย์ไฟฟ้าเซต้า (Zeta potential, ) และ Isoelectric point (IEP).....	13
2.4.2 ศักย์ไฟฟ้าเซต้ากับเสถียรภาพของอนุภาค.....	16
2.4.3 ความหนาของ Double layer.....	17
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	17



## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.5.1 การศึกษาชนิดและปริมาณความเข้มข้นของกรดที่มีผลต่อสมบัติและลักษณะเฉพาะของสารละลายโบฮีไมต์และแกมมาอะลูมินาเมมเบรน .....	17
2.5.2 การศึกษาอุณหภูมิการแคลไซน์ที่มีผลต่อสมบัติและลักษณะเฉพาะของสารละลายโบฮีไมต์และแกมมาอะลูมินาเมมเบรน .....	23
<b>3 วิธีการดำเนินการวิจัย .....</b>	<b>33</b>
3.1 บทนำ .....	33
3.2 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง .....	33
3.3 การสังเคราะห์อะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึด (Unsupported alumina membrane) .....	34
3.3.1 การเตรียมสารละลายโบฮีไมต์ (Boehmite sol) ด้วยวิธี โซลเจล .....	34
3.3.2 การเตรียมอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึด (Unsupported alumina membranes) .....	37
3.3.3 การเตรียมอะลูมินาเมมเบรนที่เคลือบบนพื้นผิวของวัสดุตัวยึด (Supported alumina membranes) .....	40
3.3.4 การตรวจสอบสมบัติของตัวอย่าง .....	40
3.3.4.1 สารละลายโบฮีไมต์ .....	40
3.3.4.1.1 การตรวจสอบค่า pH .....	40
3.3.4.1.2 การตรวจสอบความหนืดของสารละลายโบฮีไมต์ .....	41
3.3.4.1.3 การตรวจสอบการกระจายขนาดอนุภาคของสารละลายโบฮีไมต์ .....	42
3.3.4.2 อะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึด .....	43
3.3.4.2.1 การตรวจสอบการกระจายขนาด ปริมาณ พื้นที่ผิวจำเพาะ และลักษณะทางสัณฐานวิทยาของรูพรุน .....	43
3.3.4.2.2 ตรวจสอบวัฏภาคของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึด .....	44

## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.3.4.2.3 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของอะลูมินาแมมเบรน ที่ปราศจากตัวยัด.....	44
3.3.4.3 อะลูมินาแมมเบรนที่เคลือบลงบนพื้นผิวของวัสดุตัวยัด .....	46
3.3.4.3.1 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของอะลูมินาแมมเบรน ที่เคลือบลงบนพื้นผิวของวัสดุตัวยัด .....	46
<b>4 ผลการศึกษาและการวิเคราะห์ผล .....</b>	<b>47</b>
4.1 การศึกษาปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติก ที่มีผลต่อสมบัติ และลักษณะเฉพาะของสารละลายโบฮีไมต์ .....	47
4.1.1 ลักษณะทางกายภาพของสารละลายโบฮีไมต์.....	47
4.1.2 ผลของปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่มีผลต่อค่า pH ของสารละลายโบฮีไมต์ .....	48
4.1.3 ผลของปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่มีผลต่อค่าความหนืด ของสารละลายโบฮีไมต์ .....	49
4.1.4 ผลของปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่มีผลต่อการกระจายขนาด อนุภาคของสารละลาย โบฮีไมต์.....	51
4.1.5 ผลของปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่มีผลต่อขนาดอนุภาค ของสารละลาย โบฮีไมต์ .....	52
4.2 การศึกษาปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติก ที่มีผลต่อสมบัติและลักษณะเฉพาะ ของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยัด.....	52
4.2.1 ผลของปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่มีผลต่อ โครงสร้างรูพรุน ของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยัด .....	52
4.2.2 ผลของปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่มีผลต่อการกระจาย ปริมาณรูพรุนของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยัด .....	53
4.2.3 ผลของปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่มีผลต่อขนาดรูพรุน ของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยัด .....	55
4.2.4 ผลของปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่มีผลต่อปริมาณรูพรุน ของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยัด .....	59

## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.2.5 ผลของปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิดิกที่มีผลต่อพื้นที่ผิวจำเพาะ ของรูพรุนของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยัด.....	60
4.2.6 ลักษณะทางกายภาพของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยัด หลังผ่านการเผาแคลไซน์ .....	62
4.3 การศึกษาโครงสร้างจุลภาคของอะลูมินาเมมเบรนหลังผ่านการเผาแคลไซน์ .....	63
4.3.1 โครงสร้างจุลภาคของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยัด .....	63
4.3.2 โครงสร้างจุลภาคของอะลูมินาเมมเบรนที่เคลือบบนพื้นผิวของวัสดุตัวยัด .....	65
4.4 การศึกษาวัฏภาคของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยัด .....	67
4.4.1 การเปรียบเทียบวัฏภาคของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยัด ก่อนและหลังการแคลไซน์ .....	67
4.4.2 วัฏภาคของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยัดหลังการแคลไซน์ที่ปริมาณ ความเข้มข้นของกรดอะซิดิกเท่ากับ 0.07, 0.14 และ 0.28 โมล .....	72
<b>5 บทสรุป</b> .....	73
5.1 บทนำ .....	73
5.2 สารละลายโบฮีไมต์ .....	73
5.3 อะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยัด .....	74
5.4 ข้อเสนอแนะ .....	75
รายงานอ้างอิง .....	77
ภาคผนวก	
ภาคผนวก ก แสดงวิธีการคำนวณส่วนผสมสำหรับการเตรียมสารละลายโบฮีไมต์ .....	80
ภาคผนวก ข แสดงวิธีการคำนวณค่าความหนืดของสารละลายโบฮีไมต์ .....	84
ภาคผนวก ค JCPDS.....	88
ภาคผนวก ง บทความทางวิชาการที่ได้รับการเผยแพร่ในระหว่างศึกษา .....	92
ประวัติผู้เขียน .....	93

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 ประเภทของเซรามิกเมมเบรน.....	5
2.2 การจำแนกประเภทรูพรุนของเซรามิกเมมเบรนตามชนิดของไอโซเทิร์ม.....	6
2.3 ค่า Isoelectric point (IEP) ของวัสดุเซรามิก.....	15
3.1 ข้อมูลของเครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้สำหรับการทดลอง.....	32
3.2 ข้อมูลของสารเคมีที่ใช้สำหรับการสังเคราะห์อะลูมินาเมมเบรนด้วยวิธีโซลเจล.....	34
3.3 ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่เติมลงในสารละลาย.....	35
3.4 ค่าคงที่ C และ B ของหลอดแก้วรูเล็กชนิด Cannon-Fenske.....	43

## สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1	ไอโซเทอรั่มการดูดซับของเซรามิกเมมเบรนที่จำแนกตามระบบ IUPAC. .... 5
2.2	ส่วนประกอบของเซรามิกเมมเบรน ..... 8
2.3	การกระจายรูพรุนของอะลูมินาเมมเบรน โดยประกอบด้วยชั้นของวัสดุเซรามิก ทั้งหมด 4 ชั้น ..... 8
2.4	ลักษณะด้านข้างของเมมเบรน (Cross section) ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค Transmission electron microscope (TEM) ..... 9
2.5	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้าเซต้าและค่า pH ของ $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ที่แขวนลอย ในน้ำเกลือ ..... 14
2.6	การวิเคราะห์ค่าศักย์ไฟฟ้าเซต้าของ Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> และ SiO <sub>2</sub> ที่แขวนลอยในน้ำกลั่น ..... 16
2.7	กราฟศักย์ไฟฟ้าเซต้าซึ่งบอกช่วง pH ที่อนุภาคจะแขวนลอยได้อย่างเสถียร ..... 17
2.8	ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ Double layer กับศักย์ไฟฟ้าเซต้า ..... 18
2.9	ขนาดของรูพรุนที่ความเข้มข้นของกรดไนตริกเท่ากับ 0.006 โมล ถึง 0.048 โมล ..... 19
2.10	การกระจายขนาดอนุภาคของสารละลายโบฮีไมต์ ที่ปริมาณความเข้มข้นของกรด ต่อปริมาณของสารตั้งต้น (H <sup>+</sup> /alkoxide molar ratios), มีค่าเท่ากับ 0.08 ..... 20
2.11	การกระจายขนาดอนุภาคของสารละลายโบฮีไมต์ ที่ปริมาณความเข้มข้นของกรดไนตริก ต่อปริมาณของสารตั้งต้น Aluminum-tri-sec-butoxide (H <sup>+</sup> /alkoxide molar ratios) มีค่าเท่ากับ 0.08, 0.1, 0.15 และ 0.2 ตามลำดับ ..... 21
2.12	การกระจายขนาดอนุภาคของสารละลายโบฮีไมต์ปริมาณความเข้มข้นของ กรดไนตริกและกรดอะซิติกต่อปริมาณของสารตั้งต้น Aluminum-tri-sec-butoxide (H <sup>+</sup> /alkoxide mole ratios), มีค่าเท่ากับ 0.07:0.1 ..... 22
2.13	การกระจายขนาดรูพรุนของแกมมาอะลูมินาเมมเบรนที่ปริมาณความเข้มข้นของ กรดไนตริกและกรดอะซิติกต่อปริมาณของสารตั้งต้น Aluminum-tri-sec-butoxide (H <sup>+</sup> /alkoxide mole ratios), มีค่าเท่ากับ 0.07:0.1 ..... 23
2.14	ผลเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันของวัสดุแกมมาอะลูมินามีโซพอร์ ..... 24

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.15 การวิเคราะห์ $N_2$ adsorption-desorption isotherms ของวัสดุแกมมาอะลูมินา มีโซพอร์ .....	25
2.16 การกระจายขนาดรูพรุนของวัสดุแกมมาอะลูมินามีโซพอร์ .....	25
2.17 ผลเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันของ โบฮีไมต์ที่ผ่านการอบแห้งและอะลูมินาแมมเบรน ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ .....	27
2.18 ผลการวิเคราะห์ $N_2$ adsorption-desorption isotherms และการกระจายขนาดของ รูพรุนของอะลูมินาแมมเบรนที่ทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ .....	28
2.19 ผลการวิเคราะห์เชิงความร้อนด้วยเทคนิค Differential Thermal Analysis (DTA) ของ xerogel ที่ถูกเตรียมด้วยกรดอะซิติก (A-xerogel) และ xerogel ที่ถูกเตรียมด้วย กรด ไนตริก (N-xerogel) .....	29
2.20 ผลการวิเคราะห์เอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันของอะลูมินาแมมเบรนที่อุณหภูมิการแคลไซน์ เท่ากับ 500 องศาเซลเซียสถึง 1100 องศาเซลเซียส .....	30
2.21 ผลการวิเคราะห์ $N_2$ adsorption-desorption isotherms ของอะลูมินาแมมเบรน ซึ่งทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสและ 1100 องศาเซลเซียส .....	31
2.22 การกระจายปริมาณของรูพรุนและขนาดของรูพรุนที่อุณหภูมิการแคลไซน์ เท่ากับ 400 องศาเซลเซียส และ 1100 องศาเซลเซียส .....	31
2.23 พื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดของรูพรุนของอะลูมินาแมมเบรนที่อุณหภูมิการแคลไซน์ เท่ากับ 400 องศาเซลเซียส ถึง 1100 องศาเซลเซียส .....	32
3.1 การกวนสารละลายโบฮีไมต์ด้วยวิธีโซลเจลภายใต้สภาวะการรีฟลักซ์ .....	35
3.2 การเตรียมสารละลายโบฮีไมต์ (Boehmite sol) ด้วยวิธีโซลเจล .....	36
3.3 การทดสอบสารละลายโบฮีไมต์ลงบนจานแก้ว .....	37
3.4 สารละลายโบฮีไมต์ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส .....	37
3.5 กราฟอุณหภูมิการเผาแคลไซน์อะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึด .....	38
3.6 อะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดหลังการเผาแคลไซน์ .....	38
3.7 การเตรียมและการตรวจสอบคุณสมบัติของอะลูมินาแมมเบรน .....	39

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.8 เครื่อง pH Meter .....	39
3.9 หลอดแก้วรูเล็กชนิด Cannon-Fenske .....	41
3.10 เครื่อง Zetasize ใช้สำหรับตรวจสอบการกระจายขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค Dynamic light scattering .....	42
3.11 เครื่อง Micromeritics ASAP-2010 ใช้สำหรับทดสอบด้วยวิธี Brunauer emmett teller .....	43
3.12 เครื่อง X-ray diffraction.....	44
3.13 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด Field emission scanning electron microscope ...	45
3.14 เครื่อง Ion sputtering สำหรับใช้เคลือบผิวชิ้นงานด้วยคาร์บอนและทองคำ .....	45
3.15 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope).....	46
4.1 ลักษณะทางกายภาพของสารละลายโบฮีไมต์ .....	47
4.2 ผลการวิเคราะห์ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิดิกที่ส่งผลต่อค่า pH ของสารละลายโบฮีไมต์ .....	48
4.3 ผลการวิเคราะห์ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิดิกที่ส่งผลต่อค่าความหนืด ของสารละลายโบฮีไมต์ .....	49
4.4 ค่าศักย์ไฟฟ้าเซต้าและค่าความหนืดของอะลูมินาในน้ำสลิป เมื่อเติมสาร deflocculant ชนิด Polyacrylate .....	50
4.5 ผลการวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาคของสารละลายโบฮีไมต์ .....	51
4.6 ผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของสารละลายโบฮีไมต์ .....	52
4.7 ผลการวิเคราะห์ $N_2$ adsorption-desorption isotherms ของอะลูมินาเมมเบรน ที่ปราศจากตัวยึด .....	53
4.8 ผลการวิเคราะห์การกระจายปริมาณรูพรุนของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึด .....	54
4.9 ผลการวิเคราะห์ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิดิกที่ส่งผลต่อค่าเฉลี่ยของขนาดรูพรุน ในอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึด.....	55
4.10 กลไกการเกิดอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดในปริมาณความเข้มข้น ของกรดอะซิดิกที่แตกต่างกัน .....	56

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.11 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของ double layer กับปริมาณความเข้มข้นของไอออนและประจุของไอออนในน้ำสลิป .....	58
4.12 ผลการวิเคราะห์ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่ส่งผลต่อปริมาณรูพรุนของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยัด .....	59
4.13 ผลการวิเคราะห์ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่ส่งผลต่อพื้นที่ผิวจำเพาะของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยัด .....	60
4.14 ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงพื้นที่ผิวจำเพาะของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยัด .....	61
4.15 ลักษณะทางกายภาพของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยัด .....	62
4.16 โครงสร้างจุลภาคของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยัดที่ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกเท่ากับ 0.07 มีกำลังขยายเท่ากับ 100000 เท่า.....	64
4.17 โครงสร้างจุลภาคของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยัดที่ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกเท่ากับ 0.14 โมล มีกำลังขยายเท่ากับ 100000 เท่า.....	64
4.18 โครงสร้างจุลภาคของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยัดที่ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกเท่ากับ 0.28 โมล มีกำลังขยายเท่ากับ 100000 เท่า.....	65
4.19 โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวด้านข้างของอะลูมินาแมมเบรน (cross section) ที่เคลือบลงบนวัสดุตัวยัด .....	66
4.20 โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวด้านบน (top view) ของอะลูมินาแมมเบรนที่เคลือบลงบนวัสดุตัวยัด .....	67
4.21 โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิววัสดุตัวยัด .....	68
4.22 ผลเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยัดก่อนและหลังการเผาแคลไซน์ที่ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกเท่ากับ 0.07 โมล.....	69
4.23 ผลเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยัดก่อนและหลังการเผาแคลไซน์ที่ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกเท่ากับ 0.14 โมล.....	70



## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.24 ผลเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดก่อนและหลัง การเผาแคลไซน์ที่ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกเท่ากับ 0.28 โมล.....	70
4.25 การกระจายขนาดรูพรุนของอะลูมินาไมโซพอร์สเมมเบรน ณ อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ (A) 550 องศาเซลเซียส, (B) 800 องศาเซลเซียส และ (C) 1000 องศาเซลเซียส .....	71
4.26 ผลเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดหลังการแคลไซน์ ที่ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกต่อปริมาณของสารตั้งต้น Aluminum-tri-sec-butoxide, เท่ากับ 0.07:0.1, 0.14:0.1 และ 0.28:0.1 .....	72



# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

เทคโนโลยีเมมเบรนเป็นเทคโนโลยีที่มีประสิทธิภาพสูงและใช้ต้นทุนการผลิตต่ำสำหรับกระบวนการคัดแยกในภาคอุตสาหกรรม โดยระยะเวลาสองถึงสามทศวรรษที่ผ่านมาเทคโนโลยีเมมเบรนมีบทบาทสำคัญมากขึ้นในกระบวนการคัดแยกต่างๆ ทั้งในอุตสาหกรรมปิโตรเคมี อุตสาหกรรมอาหาร อุตสาหกรรมสิ่งแวดล้อมและอุตสาหกรรมอื่น ๆ Xianfu et al. (2015) โดยทั่วไปแล้วชนิดของเมมเบรนจะแบ่งออกเป็น 2 กลุ่มใหญ่ตามสมบัติของวัสดุคือ เซรามิกเมมเบรนและพอลิเมอร์เมมเบรน โดยที่เซรามิกเมมเบรนนั้นมีสมบัติทางกล สมบัติทางความร้อน สมบัติทางเคมีที่เสถียร และมีประสิทธิภาพในการแยกแก๊สสูงเมื่อเปรียบเทียบกับพอลิเมอร์เมมเบรน ซึ่งสมบัติเหล่านี้เป็นสิ่งสำคัญอย่างยิ่งสำหรับกระบวนการแยกแก๊ส ดังนั้นการเตรียมเซรามิกเมมเบรนที่มีความเสถียรตามสมบัติข้างต้นที่ได้กล่าวมา โดยการควบคุมโครงสร้างและสมบัติของพื้นผิวจึงเป็นสิ่งที่ควรพิจารณาเป็นอย่างยิ่งสำหรับพื้นฐานของการแยกด้วยเทคโนโลยีเมมเบรน Benfer et al. (2001)

ในช่วงไม่กี่ปีที่ผ่านมา เซรามิกเมมเบรนได้รับการศึกษาอย่างละเอียดและได้มีการนำมาใช้งานที่สำคัญหลายด้าน ยกตัวอย่างเช่น การนำไมโครพอร์สเซรามิกเมมเบรนมาใช้ในการแยกแก๊สไฮโดรเจน การนำแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ออกไซค์กลับมาใช้ใหม่โดยใช้เซรามิกเมมเบรนแยกแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ออกจากแก๊สธรรมชาติ และการลดการปล่อยแก๊สเรือนกระจกจากการใช้เซรามิกเมมเบรนกรองแก๊สไอเสีย Li et al. (2014) จากคำนิยามตาม International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) ของพอร์สเมมเบรนสามารถแบ่งได้ตามขนาดของรูพรุน ได้แก่ แมโครพอร์ส (Macroporous) มีโซพอร์ส (Mesoporous) และไมโครพอร์ส (Microporous) Koros et al. (1996) ดังนั้นการประยุกต์ใช้งานของพอร์สเซรามิกเมมเบรนจะขึ้นกับขนาดของรูพรุน โดยที่แมโครพอร์สเมมเบรนจะมีขนาดของรูพรุนที่มากกว่า 50 นาโนเมตร ซึ่งใช้สำหรับกระบวนการแยกแบบไมโครฟิลเตรชัน (Microfiltration) และอัลตราฟิลเตรชัน (Ultrafiltration) มีโซพอร์สเมมเบรนจะมีขนาดของรูพรุนระหว่าง 2 ถึง 50 นาโนเมตร ซึ่งใช้สำหรับกระบวนการแยกแบบอัลตราฟิลเตรชัน (Ultrafiltration) นาโนฟิลเตรชัน (Nanofiltration) และการแยกแก๊ส (Gas separation) ส่วนไมโครพอร์สเมมเบรนจะมีขนาดของรูพรุนที่น้อยกว่า 2 นาโนเมตร ซึ่งใช้สำหรับ

กระบวนการแยกแก๊ส (Gas separation) และการที่มีโซพอร์สเมมเบรนมีขนาดของรูพรุนที่สม่ำเสมอ มีพื้นที่ผิวสัมผัสและประสิทธิภาพการคัดแยกที่สูง รวมทั้งมีรูพรุนขนาดเล็กและการกระจายขนาดของรูพรุนในช่วงแคบซึ่งสมบัติเหล่านี้เป็นสมบัติของวัสดุที่ใช้สำหรับกระบวนการแยกแก๊ส

วัตถุประสงค์หลักของกระบวนการผลิตเซรามิกเมมเบรนที่มีประสิทธิภาพสูงคือ ลักษณะของเมมเบรนที่ผลิตได้จะต้องปราศจากรอยร้าว (Crack) และรอยตำหนิลักษณะรูเข็ม (Pinhole) ฟิล์มของเมมเบรนที่เคลือบลงไปบนวัสดุตัวยึด (Support material) จะต้องมีความหนาที่สม่ำเสมอ และมีการกระจายขนาดของรูพรุนอยู่ในช่วงแคบ ซึ่งกระบวนการโซลเจลเป็นวิธีการที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการเตรียมเซรามิกเมมเบรนที่มีความพรุนตัวและมีการกระจายตัวของรูพรุนในวงกว้างเต็มพื้นที่ของเมมเบรน ข้อดีอีกอย่างหนึ่งของกระบวนการโซลเจลคือสามารถควบคุมขนาดรูพรุนของเมมเบรนได้ โดยเฉพาะอย่างยิ่งสำหรับการควบคุมรูพรุนให้มีขนาดเล็ก Li. (2007) และการก่อตัวเป็นโครงสร้างที่เหมาะสมของมีโซพอร์สเมมเบรนโดยการสังเคราะห์ด้วยวิธีโซลเจลนั้นจะต้องคำนึงถึงปริมาณของตัวแปรที่เหมาะสมเช่น ค่า pH ปริมาณของน้ำ อุณหภูมิและความชื้นสัมพัทธ์ของอากาศ โดยตัวแปรเหล่านี้จะไปควบคุม 2 กระบวนการที่สำคัญในปฏิกิริยาโซลเจลซึ่งประกอบไปด้วย กระบวนการพอลิเมอไรเซชันของสารอนินทรีย์ (Inorganic polymerization) และกระบวนการระเหยของตัวทำละลาย (Solvent evaporation) Yuan et al. (2008) ค่า pH ของสารละลายในปฏิกิริยาโซลเจลนั้นจะขึ้นกับชนิดและปริมาณความเข้มข้นของสารช่วยกระจายตัวของอนุภาค (Peptizing agent concentration) จากการศึกษาพบว่าปริมาณความเข้มข้นของสารช่วยกระจายตัวของอนุภาคที่เติมลงไปปฏิกิริยาโซลเจลจะมีผลต่อขนาด รูปร่างและโครงสร้างของเมมเบรน Amanipour et al. (2012) ได้กล่าวว่า เมื่อเติมกรดไนตริกซึ่งเป็นสารช่วยกระจายตัวของอนุภาค (Peptizing agent) ลงไปในปฏิกิริยาจะทำให้อนุภาคของโบฮ์ไมต์มีขนาดเล็กลงเมื่อปริมาณความเข้มข้นของกรดไนตริกเพิ่มขึ้น Grant et al. (2012) ได้ยืนยันว่าเมื่อปริมาณความเข้มข้นของกรดเพิ่มขึ้นจะทำให้ขนาดและปริมาณรูพรุนของอะลูมินาเมมเบรนนั้นเพิ่มขึ้น และส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะของเมมเบรนนั้นลดลง

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมีจุดมุ่งหมายที่จะศึกษาปริมาณความเข้มข้นของสารช่วยกระจายตัวของอนุภาคที่มีผลต่อสมบัติและลักษณะเฉพาะของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึด เพื่อให้ได้สภาวะที่เหมาะสมของปฏิกิริยาโซลเจลสำหรับการเตรียมอะลูมินาเมมเบรนให้อยู่ในช่วงมีโซพอร์สและมีลักษณะการกระจายขนาดของรูพรุนอยู่ในช่วงแคบ ซึ่งเป็นสมบัติที่เหมาะสมสำหรับการแยกแก๊ส

## 1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

- 1.2.1 เพื่อสังเคราะห์อะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดด้วยวิธีโซลเจลเพื่อใช้สำหรับการแยกแก๊ส

1.2.2 เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมของปฏิกิริยาโซลเจลสำหรับการเตรียมอะลูมินามีโซพอรัส  
เมมเบรนที่ปราศจากตัวยัดให้ได้ลักษณะการกระจายขนาดของรูพรุนในช่วงแคบ

### 1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 การเตรียมอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยัดด้วยวิธีโซลเจล

1.3.2 ศึกษาปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกซึ่งเป็นสารช่วยในการกระจายตัวของอนุภาค  
(Peptizing agent) ที่มีผลต่อสมบัติและลักษณะเฉพาะของเมมเบรน

1.3.3 ศึกษาลักษณะเฉพาะของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยัด ได้แก่การกระจายขนาดของ  
รูพรุน ปริมาณของรูพรุน พื้นที่ผิวจำเพาะ และลักษณะทางสัณฐานวิทยาของรูพรุนซึ่ง  
ประกอบไปด้วยขนาด รูปร่างและโครงสร้างของรูพรุน

### 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ได้ทราบสภาวะที่เหมาะสมของปฏิกิริยาโซลเจลสำหรับการเตรียมอะลูมินาเมมเบรนที่  
ปราศจากตัวยัดให้อยู่ในช่วงมีโซพอรัสและมีลักษณะการกระจายขนาดของรูพรุน  
ในช่วงแคบที่เหมาะสมสำหรับการแยกแก๊ส

1.4.2 ได้ทราบวิธีการเตรียมอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยัดด้วยวิธีโซลเจล

1.4.3 ได้ทราบปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกซึ่งเป็นสารช่วยในการกระจายตัวของ  
อนุภาค (Peptizing agent) ที่มีผลต่อสมบัติและลักษณะเฉพาะของเมมเบรน

## บทที่ 2

### ปรัทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

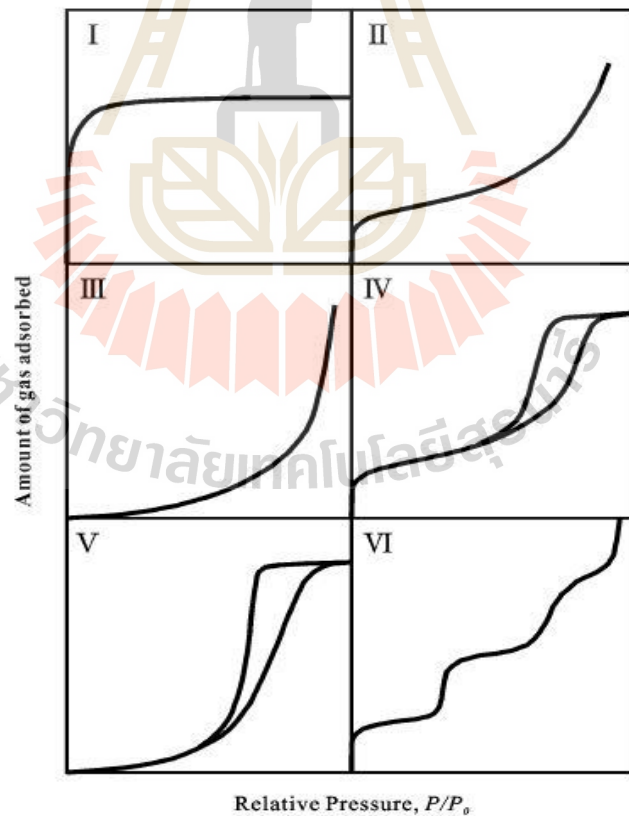
#### 2.1 บทนำ

เมมเบรนเป็นเทคโนโลยีที่มีประสิทธิภาพสูงและใช้ต้นทุนการผลิตต่ำ ในปัจจุบันเทคโนโลยีเมมเบรนมีบทบาทสำคัญมากขึ้นในกระบวนการคัดแยกต่างๆ ทั้งในอุตสาหกรรมปิโตรเคมี อุตสาหกรรมอาหาร อุตสาหกรรมสิ่งแวดล้อม โดยทั่วไปแล้วชนิดของเมมเบรนจะแบ่งออกเป็น 2 กลุ่มใหญ่ตามสมบัติของวัสดุคือ เซรามิกเมมเบรนและพอลิเมอร์เมมเบรน ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้มุ่งเน้นศึกษาไปที่เซรามิกเมมเบรน เมื่อไม่นานมานี้ได้มีการนำเซรามิกเมมเบรนมาใช้งานที่สำคัญหลายด้าน ยกตัวอย่างเช่น การนำไมโครพอร์สเซรามิกเมมเบรนมาใช้สำหรับการแยกแก๊สไฮโดรเจน การนำคาร์บอนไดออกไซด์กลับมาใช้ใหม่โดยการแยกออกจากแก๊สธรรมชาติ และการลดแก๊สเรือนกระจกจากแก๊สไอเสีย ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมีจุดมุ่งหมายที่จะเตรียมอะลูมินาเมมเบรนด้วยวิธีโซลเจลเพื่อใช้สำหรับการแยกแก๊ส โดยศึกษาปริมาณความเข้มข้นของสารช่วยกระจายตัวของอนุภาคที่มีผลต่อสมบัติและลักษณะเฉพาะของอะลูมินาเมมเบรน ทั้งนี้จึงมีความจำเป็นอย่างยิ่งที่ต้องดำเนินการสำรวจปรัทัศน์วรรณกรรม และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง เพื่อให้ทราบถึงแนวทางการวิจัย ระเบียบวิธีที่เคยมีการใช้งานมาก่อน รวมถึงผลการดำเนินงานข้อเสนอแนะต่างๆ จากคณบดีนักวิจัยตั้งแต่อดีตถึงปัจจุบัน เพื่อนำแนวทางของงานวิจัยเหล่านั้นมาประยุกต์และพัฒนาให้เข้ากับงานวิจัยที่จะดำเนินการต่อไป

#### 2.2 เซรามิกเมมเบรน

เซรามิกเมมเบรนได้รับความสนใจอย่างมากในภาคอุตสาหกรรมเนื่องจากมีศักยภาพในการใช้งานที่สำคัญหลายด้านในกระบวนการคัดแยกต่างๆ ในอุตสาหกรรมทั่วโลก ซึ่งได้มีการวิจัยและพัฒนาเซรามิกเมมเบรนเพื่อให้ได้สมบัติที่ดีและเหมาะสมที่สุดสำหรับการนำไปใช้ในกระบวนการคัดแยกสารต่างๆทั้งที่เป็นของเหลว ของแข็ง และแก๊สในภาคอุตสาหกรรม ในการพัฒนาเมมเบรนจะให้ความสำคัญกับขนาดรูพรุนของเมมเบรนเป็นหลักเพื่อให้มีความเหมาะสมกับประเภทและลักษณะการนำไปใช้งาน โดยลักษณะการใช้งานและกลไกการคัดแยกพอร์สเซรามิกเมมเบรนนั้นจะขึ้นกับขนาดของรูพรุน ดังแสดงในตารางที่ 2.1 ซึ่งคัดแยกประเภทและลักษณะการนำไปใช้งานตามระบบ International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) Koros. (1996)

ประเภท	ขนาดรูพรุน (นาโนเมตร)	กลไกการคัดแยก	ลักษณะการใช้งาน
แมโครพอร์ส	>50	Sieving	ไมโครฟิลเตรชัน, อัลตราฟิลเตรชัน
มิโซพอร์ส	2-50	Knudsen diffusion	อัลตราฟิลเตรชัน, นาโนฟิลเตรชัน, การแยกแก๊ส
ไมโครพอร์ส	<2	Micropore diffusion	การแยกแก๊ส
วัสดุที่มีความ หนาแน่นสูง (Dens)	-	Diffusion	การแยกแก๊ส, การทำปฏิกิริยา



และสามารถจำแนกประเภทรูพรุนของเซรามิกเมมเบรนตามชนิดของไอโซเทิร์มได้ดังตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 การจำแนกประเภทรูพรุนของเซรามิกเมมเบรนตามชนิดของไอโซเทิร์ม

ชนิดของไอโซเทิร์ม	ประเภทรูพรุนของเมมเบรน
I	ไมโครพอร์ส
II	ไม่มีรูพรุน
III	ไม่มีรูพรุน
IV	มีโซพอร์ส
V	ไมโครพอร์ส และมีโซพอร์ส
VI	ไม่มีรูพรุน

ไอโซเทิร์มชนิดที่ 1 เรียกว่าไอโซเทิร์มแบบแลงมัวร์ จะมีลักษณะสำคัญคือจะเกิดการดูดซับที่รวดเร็วในช่วงที่มีความดันสัมพัทธ์ต่ำ เมื่อความดันสัมพัทธ์สูงขึ้นปริมาณการดูดซับก็จะเริ่มคงที่แสดงว่าเป็นการดูดซับแบบชั้นเดียว จะพบได้ในเมมเบรนที่ไม่มีรูพรุน หรือหากเป็นเมมเบรนที่มีรูพรุน ก็จะมีรูพรุนขนาดน้อยกว่า 2 นาโนเมตร ซึ่งเรียกว่าไมโครพอร์สเมมเบรน

ไอโซเทิร์มชนิดที่ 2 มีลักษณะกราฟแบบ sigmoidal shape มีลักษณะเป็นรูปตัวเอส (S-shaped isotherm) ซึ่งสามารถแบ่งออกได้เป็น 3 ช่วง ในช่วงแรกนั้นจะเกิดการดูดซับอย่างรวดเร็ว ในช่วงที่สองที่ต่อจากช่วงแรกนั้นจะมีการดูดซับเพิ่มเพียงเล็กน้อย ก่อนที่จะเกิดการดูดซับที่รวดเร็วอีกในช่วงที่สามซึ่งไอโซเทิร์มนี้จะเป็นการดูดซับแบบหลายชั้น โดยจะเกิดการดูดซับที่ชั้นแรกก่อนทำให้เกิดการดูดซับได้เร็วในช่วงแรก และเมื่อทำการเพิ่มความดันเรื่อยๆจะทำให้เกิดการดูดซับมากกว่าหนึ่งชั้นซึ่งเป็นการดูดซับแบบหลายชั้น (Multilayer adsorption) จะพบได้ในเมมเบรนที่ไม่มีรูพรุน

ไอโซเทิร์มชนิดที่ 3 มีลักษณะแบบ J shape โค้งคล้ายกระจกแก้ว เนื่องจากแรงดึงดูดไม่แข็งแรง ซึ่งก็คือแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลของตัวถูกดูดซับและตัวดูดซับมีค่าน้อยกว่าแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลของตัวดูดซับเอง โดยที่ความดันต่ำๆจะทำให้เกิดการดูดซับได้น้อย แต่เมื่อเพิ่มความดัน เนื่องจากแรงระหว่างโมเลกุลของตัวถูกดูดซับเองที่มากกว่า จะช่วยให้ปริมาณการดูดซับเพิ่มขึ้น และเมื่อเกิดการดูดซับหลายชั้นก็จะทำให้เกิดแรงดึงดูดระหว่างตัวถูกดูดซับด้วยกันเอง ทำให้ปริมาณการดูดซับเพิ่มขึ้นเช่นกัน ไอโซเทิร์มแบบนี้สามารถพบได้ในเมมเบรนที่ไม่มีรูพรุน

ไอโซเทิร์มชนิดที่ 4 มีลักษณะคล้ายกับชนิดที่ 2 ในช่วงแรก แต่เมื่อความดันถึงจุดหนึ่งจะเกิดการดูดซับอย่างรวดเร็วทำให้กราฟชันขึ้น และเมื่อความดันสัมพัทธ์เข้าใกล้ 1 กราฟก็จะมีความชันลดลงจนกระทั่งคงที่ แต่เมื่อลดความดันนั้นจะพบว่าเส้นไอโซเทิร์มของการคายซับ (Desorption) จะอยู่เหนือเส้นไอโซเทิร์มของการดูดซับ ทำให้เกิดวงฮิสเทอรีซิส (Hysteresis loop) และเมื่อความดันสัมพัทธ์ต่ำลง เส้นกราฟของการคายซับก็จะกลับมาอยู่ในเส้นเดียวกันกับเส้นของการดูดซับ ไอโซเทิร์มแบบนี้จะพบในเมมเบรนที่มีรูพรุนอยู่ในช่วง 2-50 นาโนเมตร ซึ่งเรียกว่ามีโซพอร์สเมมเบรน

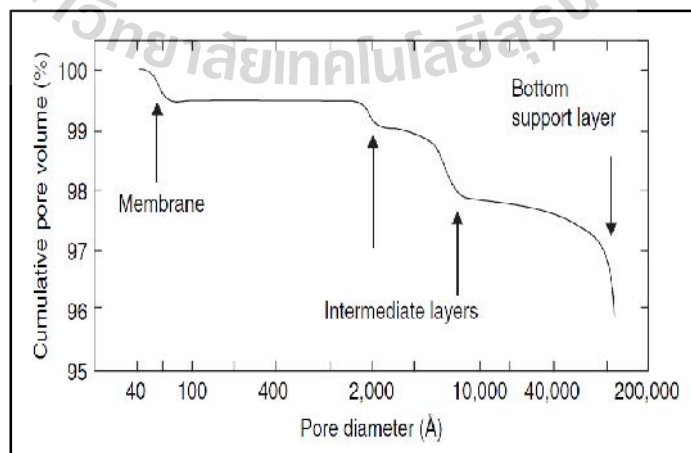
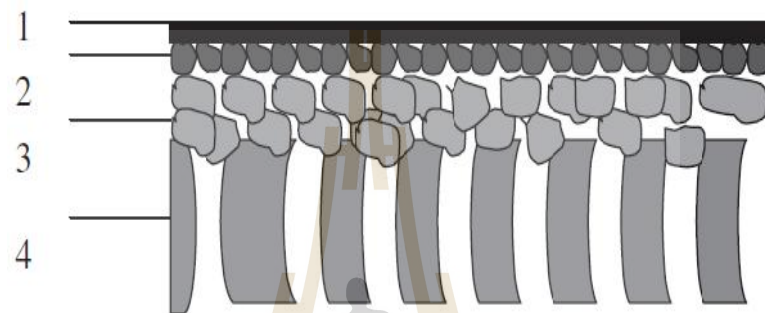
ไอโซเทิร์มชนิดที่ 5 มีลักษณะคล้ายชนิดที่ 3 แต่มีวงฮิสเทอรีซิสเกิดขึ้นด้วย ในช่วงที่ความดันสัมพัทธ์สูงเส้นไอโซเทิร์มอาจจะมีความชันที่หรือเพิ่มขึ้นก็ได้ และเกิดขึ้นเมื่อแรงดึงดูดระหว่างตัวดูดซับเองมีค่ามากกว่าแรงดึงดูดระหว่างตัวดูดซับกับตัวดูดซับ ส่วนใหญ่จะพบในเมมเบรนประเภทไมโครพอร์สเมมเบรนและมีโซพอร์สเมมเบรน

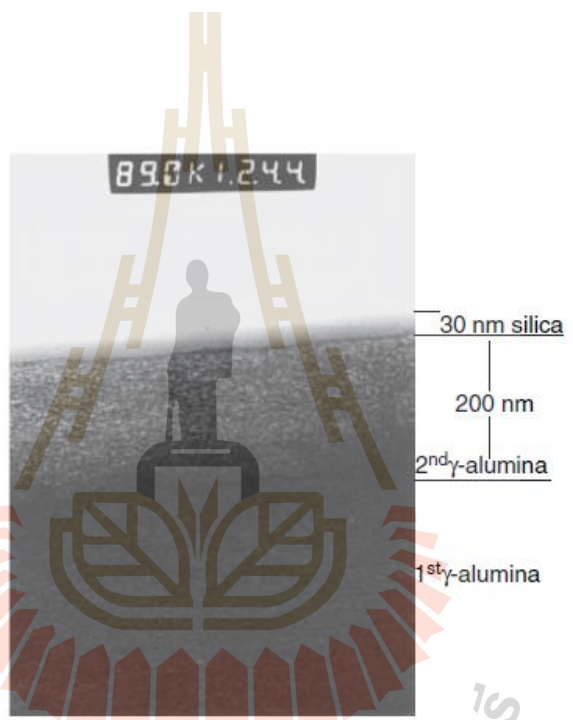
ไอโซเทิร์มชนิดที่ 6 มีลักษณะเป็นแบบขั้นบันได (Stepped isotherm) เป็นการดูดซับแบบขั้นต่อขั้นของตัวดูดซับบนพื้นผิวของตัวดูดซับที่มีความสม่ำเสมอของแรงระหว่างโมเลกุลของตัวดูดซับและตัวดูดซับ ซึ่งในแต่ละขั้นนั้นจะแสดงลักษณะของการดูดซับในแต่ละขั้นส่วนใหญ่จะพบในเมมเบรนที่ไม่มีรูพรุน

เซรามิกเมมเบรนจะประกอบด้วยวัสดุเซรามิกหลายชั้น โดยทั่วไปจะมีชั้นของวัสดุตัวยึดแมกโครพอร์ส 1 ชั้น (Support layer) และประกอบด้วยชั้นของวัสดุมีโซพอร์ส 1 ถึง 2 ชั้นซึ่งทำหน้าที่กั้นกลาง (Intermediate layer) ระหว่างวัสดุแมกโครพอร์สกับวัสดุไมโครพอร์สที่เป็นชั้นบนสุด (Top layer) จากรูปที่ 2.2 ได้แสดงถึงส่วนประกอบของเซรามิกเมมเบรนให้เห็นภาพได้ชัดเจนยิ่งขึ้นซึ่งประกอบด้วยชั้นของวัสดุตัวยึด ชั้นของวัสดุซึ่งทำหน้าที่กั้นกลาง และชั้นของการคัดแยกที่แท้จริงซึ่งเป็นชั้นบนสุด โดยทั่วไปจะมีการใช้ออกไซด์ประเภท  $Al_2O_3$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrO_2$ ,  $SiO_2$  หรือผสมผสานการใช้ออกไซด์ประเภทนี้เป็นวัสดุคอมโพสิท (Composite material) เพื่อใช้สำหรับการเตรียมอะลูมินาเมมเบรน Li. (2007) และสามารถอธิบายส่วนประกอบในชั้นต่างๆของเซรามิกเมมเบรนได้ดังนี้

1. ชั้น โมดิไฟด์ เซพพารชัน (Modified separation layer) ซึ่งเป็นวัสดุที่มีความหนาแน่นสูง (Dense) หรือมีขนาดของรูพรุนน้อยกว่า 2 นาโนเมตร
2. ชั้นการคัดแยก (Separation layer) โดยมีขนาดของรูพรุนอยู่ในช่วง 2 นาโนเมตร ถึง 50 นาโนเมตร
3. ชั้นกั้นกลาง (Intermediate layer) โดยมีขนาดของรูพรุนอยู่ในช่วง 50 นาโนเมตร ถึง 1000 นาโนเมตร







มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

4. มีอัตราการซึมผ่านสูง High flux rate (Permeability) ซึ่งหมายถึงความถึง ความหนาของชั้นมีโซพอร์สเมมเบรนต้องมีขนาดที่บาง

### 2.2.2 ข้อดีของเซรามิกเมมเบรน

โดยทั่วไปแล้วชนิดของเมมเบรนจะแบ่งออกเป็น 2 กลุ่มใหญ่ตามสมบัติของวัสดุคือ เซรามิกเมมเบรนและพอลิเมอร์เมมเบรน เมื่อเปรียบสมบัติของวัสดุทั้ง 2 ชนิดจะพบว่าเซรามิกเมมเบรนนั้นมีสมบัติทางกล สมบัติทางความร้อน และสมบัติทางเคมี ที่เสถียรมากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับพอลิเมอร์เมมเบรน

เนื่องจากพอลิเมอร์เมมเบรนนั้นถูกเตรียมมาจากวัสดุพอลิเมอร์ที่ส่วนมากประกอบด้วยสารอินทรีย์โดยมีคาร์บอนเป็นองค์ประกอบ ซึ่งมีโมเลกุลเป็นโซ่ยาวหรือเป็นโครงข่าย โดยโครงสร้างแล้ววัสดุพอลิเมอร์ส่วนใหญ่ไม่มีรูปร่างผลึก มีความหนาแน่นต่ำ ไม่ทนต่อสารเคมี และวัสดุพอลิเมอร์นั้นมีข้อจำกัดด้านความสามารถในการทนต่ออุณหภูมิสูงสุดเพียง 80 องศาเซลเซียส Das et al. (2009) เมื่อเปรียบเทียบกับเซรามิกเมมเบรนซึ่งถูกเตรียมมาจากวัสดุเซรามิกที่เป็นสารอนินทรีย์ ซึ่งประกอบด้วยธาตุที่เป็นโลหะและธาตุที่เป็นอโลหะรวมตัวกันด้วยพันธะเคมี วัสดุเซรามิกมีโครงสร้างเป็นได้ทั้งแบบมีรูปร่างผลึก และไม่มีรูปร่างผลึกหรือเป็นของผสมของทั้งสองแบบ วัสดุเซรามิกส่วนใหญ่มีความแข็งสูงและคงความแข็งแรงได้ที่อุณหภูมิสูง ทนต่อสารเคมี ทนต่อการขีดสีและลดการเสียดทานได้ดี

ซึ่งสมบัติเหล่านี้เป็นสิ่งสำคัญอย่างยิ่งสำหรับกระบวนการคัดแยกแก๊ส เนื่องจากลักษณะที่เหมาะสมของเมมเบรนที่ใช้สำหรับการแยกแก๊สนั้นจะต้องมีขนาดของรูพรุนที่เล็กในระดับนาโนเมตร และต้องมีขนาดที่บางเพื่อจะสามารถกรองเอาส่วนที่ต้องการออกมาในระยะเวลาอันสั้น ในขณะที่เดียวกันจะต้องมีความแข็งแรงสูงเนื่องจากต้องทนกับแรงดันสูงที่อัดเข้ามาภายในเมมเบรนในระหว่างการคัดแยกแก๊ส ซึ่งการใช้วัสดุพอลิเมอร์อาจไม่เหมาะสมเนื่องจากสมบัติทางกลที่ไม่เสถียร ดังนั้นวัสดุที่สามารถเติมเต็มข้อจำกัดในเรื่องอุณหภูมิและความเสถียรเชิงกลได้ อีกทั้งยังมีความเสถียรทางเคมีได้เป็นอย่างดีคือเซรามิกเมมเบรน

## 2.3 การเตรียมเมมเบรนด้วยวิธีโซลเจล

การเตรียมเมมเบรนเพื่อใช้สำหรับการแยกแก๊สนั้นมีหลายวิธี อย่างเช่น วิธีการหล่อแบบ (Slip casting) การหล่อแผ่นบาง (Tape casting) การอัด (Pressing) การรีด (Extrusion) และวิธีโซลเจล (Sol gel) Li. (2007) ซึ่งการเตรียมเมมเบรนด้วยวิธีโซลเจลเป็นวิธีที่ถูกพิจารณาและนำมาใช้มากกว่าหลายๆวิธี เนื่องจากวิธีโซลเจลมีข้อดีในเรื่องของการได้ขนาดรูพรุนเมมเบรนในระดับนาโนที่สม่ำเสมอและได้เมมเบรนที่ปราศจากสิ่งเจือปนสูงเมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่ำ Ahmad et

al. (2005) โดยทั่วไปกระบวนการโซลเจลเป็นกระบวนการที่เปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า โซล ซึ่งส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยที่มีขนาดอนุภาค 100 นาโนเมตร ถึง 1000 นาโนเมตร มาเป็นของแข็งที่เรียกว่า เจล

วิธีโซลเจลมีปฏิกิริยาที่สำคัญในกระบวนการอยู่ 3 ปฏิกิริยา คือ ปฏิกิริยาการย่อยสลาย (Hydrolysis), ปฏิกิริยาการควบแน่นของน้ำ (Water condensation) และปฏิกิริยาการควบแน่นของแอลกอฮอล์ (Alcohol condensation) ดังสมการที่ 2.1 ถึง 2.3 โดยปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยา คือ อุณหภูมิ อัตราส่วนโมเลกุลของน้ำและโลหะ และค่า pH ของสารละลาย ซึ่งค่า pH ของสารละลายในปฏิกิริยาโซลเจลนั้นจะขึ้นกับชนิดและปริมาณความเข้มข้นของสารช่วยกระจายตัวของอนุภาค (Peptizing agent) ดังนั้นการควบคุมปัจจัยเหล่านี้ในสถานะที่ต่างกันจะทำให้โซลและเจลที่ได้มีสมบัติและโครงสร้างต่างกัน

ปฏิกิริยาการย่อยสลาย;



ปฏิกิริยาการควบแน่นของน้ำ;



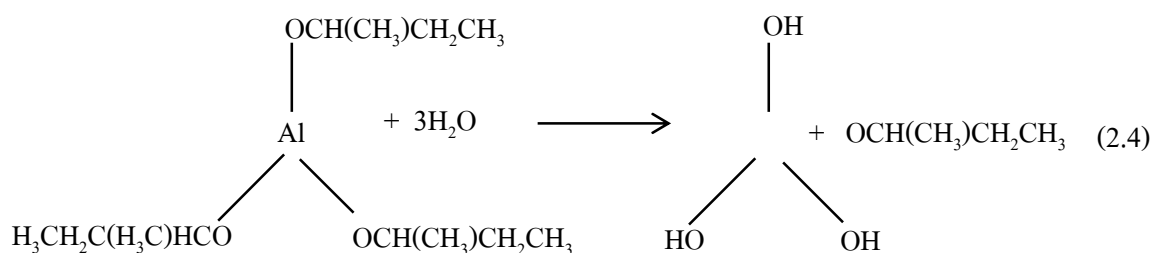
ปฏิกิริยาการควบแน่นของแอลกอฮอล์;



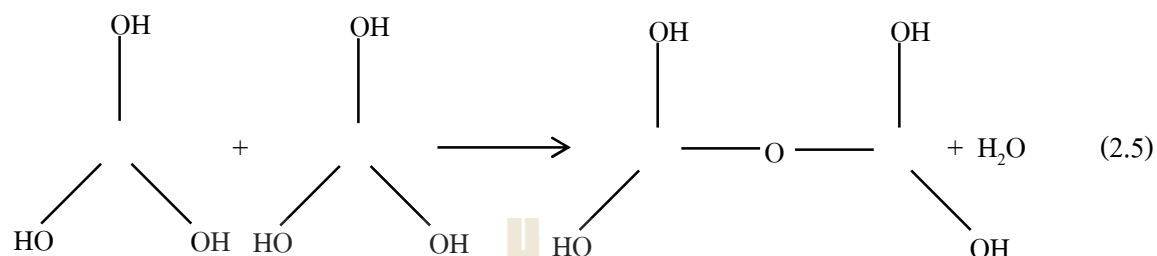
เมื่อ M แทนโลหะ ได้แก่ Al, Si, Zr, Ti, Sn, Ce

และ OR แทน กลุ่มอัลคอกไซด์

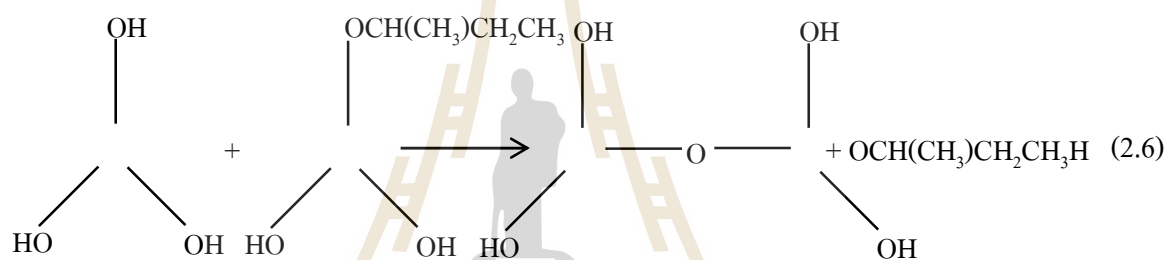
ขั้นตอนแรกของการเตรียมปฏิกิริยาโซลเจล คือ การผสมสารตั้งต้น (Precursor) กับน้ำ สารตั้งต้นที่นิยมใช้ในกระบวนการโซลเจล เป็นสารประกอบโลหะและกึ่งโลหะที่ล้อมรอบด้วยลิแกนด์ที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา เช่น โลหะอัลคอกไซด์ (Metal alkoxide) เป็นสารตั้งต้นที่ได้รับความนิยมสูง เนื่องจากทำปฏิกิริยากับน้ำได้ดี เช่น Tetramethoxysilane (TMOS) และ Tetraethoxysilane (TOES) ส่วนอัลคอกไซด์ชนิดอื่นเช่น Aluminat, Titanate และ Borate ก็นิยมใช้กันแพร่หลาย ในที่นี้ได้แสดงการเกิดปฏิกิริยาการย่อยสลายของน้ำ จากสารตั้งต้น Aluminum-tri-sec-butoxide ดังสมการที่ 2.4 Xianfu et al. (2015)



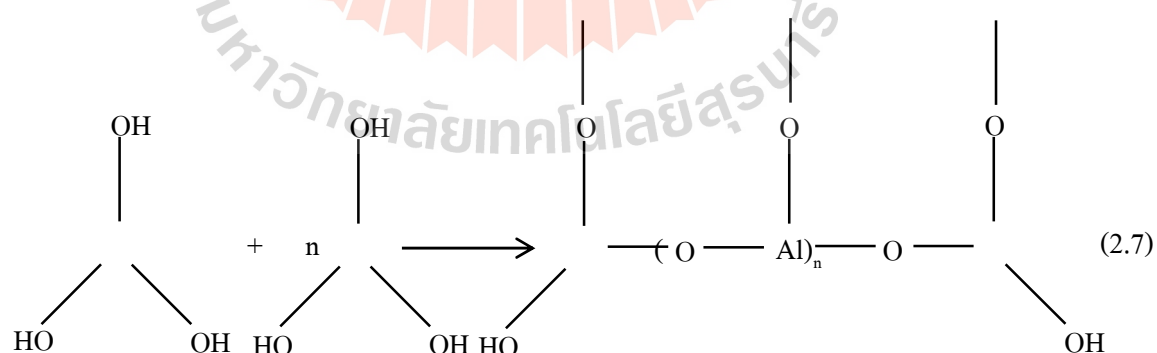
และในขณะเดียวกันก็จะเกิดปฏิกิริยาการควบแน่นของน้ำ ดังสมการที่ 2.5



และในขณะเดียวกันก็จะเกิดปฏิกิริยาการควบแน่นของแอลกอฮอล์ ดังสมการที่ 2.6



สารประกอบที่เกิดขึ้นจะเกิดปฏิกิริยาการควบแน่นต่อไปจนกลายเป็น เครือข่ายอะลูมินา (Alumina network) อยู่ในสถานะที่เรียกว่า เจล จึงเรียกปฏิกิริยาดังกล่าวว่า ปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชัน (Poly condensation) ดังสมการที่ 2.7 Xianfu et al. (2015)



ในกระบวนการผลิตทั้งจากสถานะที่เป็น โซลและเจล เมื่อเข้าสู่กระบวนการทำให้แห้งจะได้ เมมเบรนในรูปแบบต่างๆ เช่น Fiber, Aerogel, Xerogel, Powder และ Coating film เพื่อเป็นวัตถุดิบ สำหรับอุตสาหกรรมอื่นๆต่อไป

การนำวิธีโซลเจลมาใช้ประโยชน์สามารถทำได้หลายรูปแบบ เช่น เส้นใย วัสดุก้อน ผงละเอียด และฟิล์มบาง ซึ่งเป็นสารตั้งต้นสำหรับการผลิตผลิตภัณฑ์ต่างๆต่อไป เช่น แก้วซิลิกา สารเคลือบป้องกันการสึกกร่อน การสะท้อนแสง การเกาะติดของผิวหนัง และเมมเบรน เป็นต้น วิธีโซลเจลเป็นประโยชน์อย่างยิ่งในการผลิตสารหรือวัสดุที่มีสมบัติเฉพาะตัวหรือต้องการความบริสุทธิ์สูงหรือแม้แต่การผลิตสารหรือวัสดุทดแทนการใช้แร่หรือทรัพยากรธรรมชาติหายากและมีอยู่จำกัดเป็นวัตถุดิบ ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีโซลเจลจะมีความบริสุทธิ์สูงเนื่องจากการเตรียมสารหรือวัสดุในระดับโมเลกุลทำให้สามารถกำหนดสมบัติต่างๆที่ต้องการได้ง่ายซึ่งนับเป็นประโยชน์ต่ออุตสาหกรรมหลายประเภท เช่น การเตรียมเมมเบรนเพื่อใช้ในกระบวนการคัดแยกต่างๆ ทั้งในอุตสาหกรรมปิโตรเคมี อุตสาหกรรมอาหาร อุตสาหกรรมสิ่งแวดล้อมและอุตสาหกรรมอื่นๆ ซึ่งการนำวิธีโซลเจลมาใช้ประโยชน์ในเชิงอุตสาหกรรมจำเป็นต้องศึกษาในรายละเอียดเกี่ยวกับสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมผลิตภัณฑ์นั้นๆ และในปัจจุบันแนวโน้มในการนำวิธีโซลเจลมาใช้ประโยชน์ในเชิงพาณิชย์มีความเป็นไปได้สูง เนื่องจากวิธีโซลเจลเป็นเทคโนโลยีการผลิตที่ทำได้ที่อุณหภูมิห้อง สามารถทำได้ตั้งแต่ห้องปฏิบัติการจนถึงระดับอุตสาหกรรม ซึ่งสามารถตอบสนองความต้องการของผู้บริโภคได้จริง

## 2.4 ศักย์ไฟฟ้าเซต้า (Zeta potential) ที่มีผลต่อสมบัติและลักษณะเฉพาะของเมมเบรน

### 2.4.1 ศักย์ไฟฟ้าเซต้า (Zeta potential, $\zeta$ ) และ Isoelectric point (IEP)

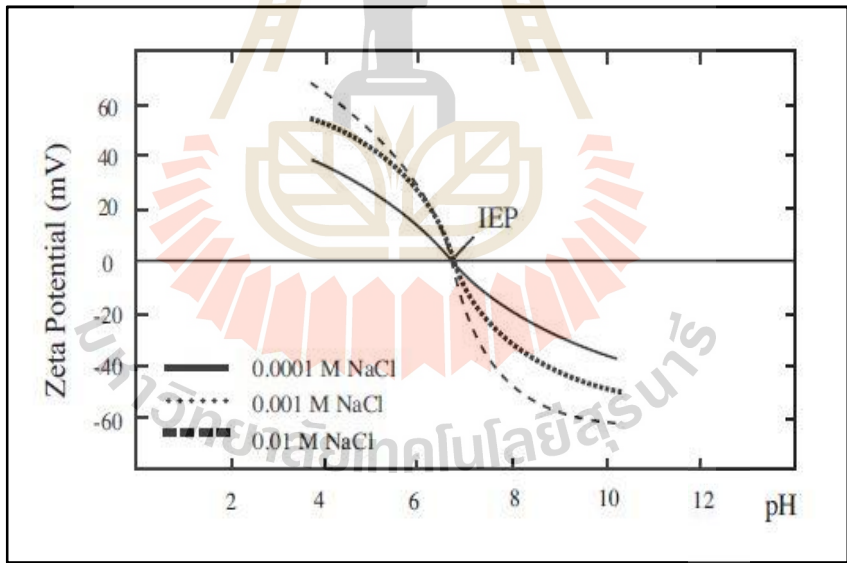
Srilomsak. (2006) ได้อธิบายว่าศักย์ไฟฟ้าเซต้า เป็นศักย์ไฟฟ้าที่ shear plane ของ double layer เนื่องจากการวัดศักย์ไฟฟ้าเซต้า ทำได้ง่ายกว่าการวัดศักย์ไฟฟ้าที่ผิวของอนุภาค (Nernst potential) และศักย์ไฟฟ้าเซต้ามีความสัมพันธ์โดยตรงกับพลังงานศักย์ผลึก (Repulsive potential energy,  $V_R$ ) ดังนั้นจึงมีการศึกษาศักย์ไฟฟ้าเซต้า เพื่อนำไปเป็นตัวบอกความเสถียรของอนุภาคที่แขวนลอยในสารละลาย อนุภาคที่มีศักย์ไฟฟ้าเซต้ามาก จะมีความเสถียรมากกว่าอนุภาคที่มีศักย์ไฟฟ้าเซต่าน้อย เพราะอนุภาคที่มีศักย์ไฟฟ้าเซต้ามาก จะมีพลังงานศักย์ผลึกมากทำให้อนุภาคผลึกกันได้น้อย โอกาสที่อนุภาคจะชนกันแล้วจับกันจึงมีน้อยลง ศรีหล่มสัก. (2549) ศักย์ไฟฟ้าเซต้าของอนุภาคใดๆจะมีค่าเปลี่ยนแปลงไปตามปัจจัยสำคัญ 2 ประการคือ ความเป็นกรด-ด่าง (pH) ของสารละลาย และความเข้มข้นของอิเล็กโทรไลต์ที่ละลายอยู่ในสารละลาย จากรูปที่ 2.5 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้าเซต้า และค่า pH ของ  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  ที่แขวนลอยในน้ำเกลือ (NaCl solution) ที่ความเข้มข้นต่างกัน จะเห็นว่ากราฟของศักย์ไฟฟ้าเซต้ามีลักษณะเป็นรูปตัว S กลับซ้ายเป็นขวา และศักย์ไฟฟ้าเซต้ามีค่าตั้งแต่บวกมากไปจนถึงลบมาก ขึ้นกับ pH ของสารละลาย ซึ่งเรียกว่า pH ที่ศักย์ไฟฟ้าเซต้าเป็นศูนย์ว่า Isoelectric point (IEP) ที่ค่า pH ต่ำกว่า IEP ศักย์ไฟฟ้า

งานวิจัย  
ไอออนิก  
ion) ของ  
 $\alpha$ -Fe  
ค่า

งานวิจัย  
ไอออนิก  
จุดป  
 $\alpha$ -Fe  
ค่า

พหุ

ไอออนิก  
 $\alpha$ -Fe  
ค่า



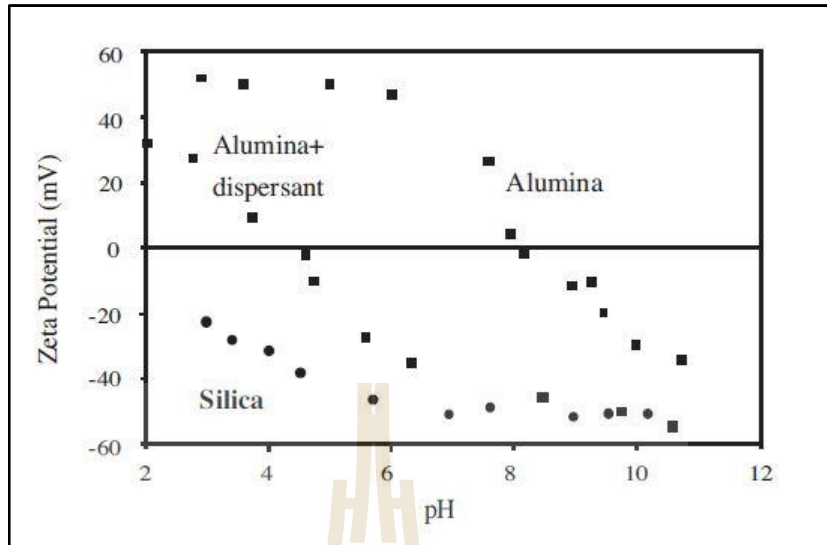
$\alpha$ -Fe

ประจุเป็นบวกนิต และดูดซับประจุลบได้ดี ในทางตรงกันข้าม  $\text{SiO}_2$  มี IEP ที่ pH ประมาณ 3 ดังนั้นอนุภาคของ  $\text{SiO}_2$  ที่แขวนลอยในน้ำกลั่น จึงมีประจุเป็นลบและดูดซับประจุบวกได้ดี

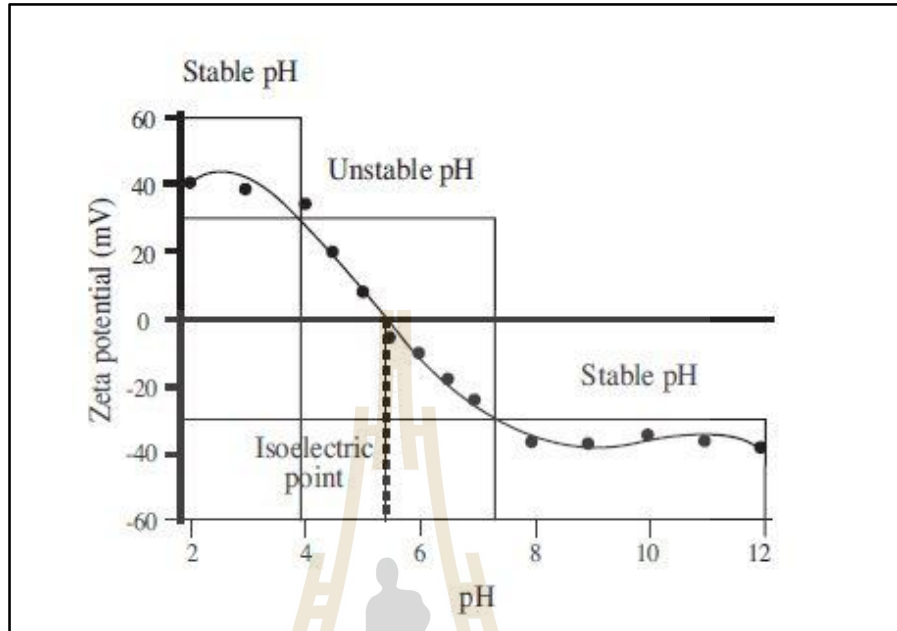
ตารางที่ 2.3 ค่า Isoelectric point (IEP) ของวัสดุเซรามิก Lewis. (2000)

วัสดุ	Isoelectric point (IEP)
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	8-9
$3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$	6-8
$\text{BaTiO}_3$	5-6
$\text{CeO}_2$	6.7
$\text{Cr}_2\text{O}_3$	7
$\text{CuO}$	9.5
$\text{Fe}_3\text{O}_4$	6.5
$\text{La}_2\text{O}_3$	10.4
$\text{MgO}$	12.4
$\text{MnO}_2$	4-4.5
$\text{NiO}$	10-11
$\text{SiO}_2$ (amorphous)	2-3
$\text{Si}_2\text{N}_4$	9

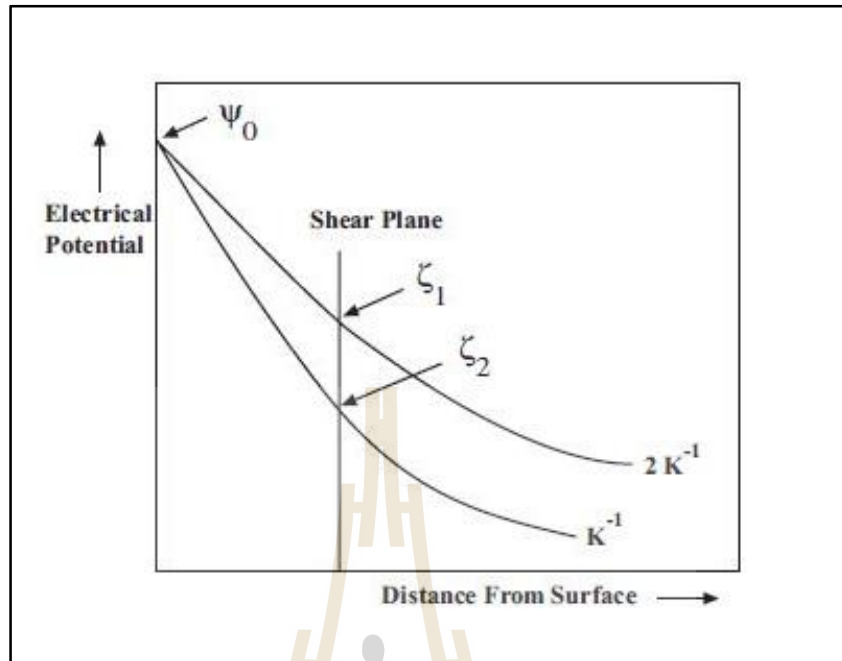


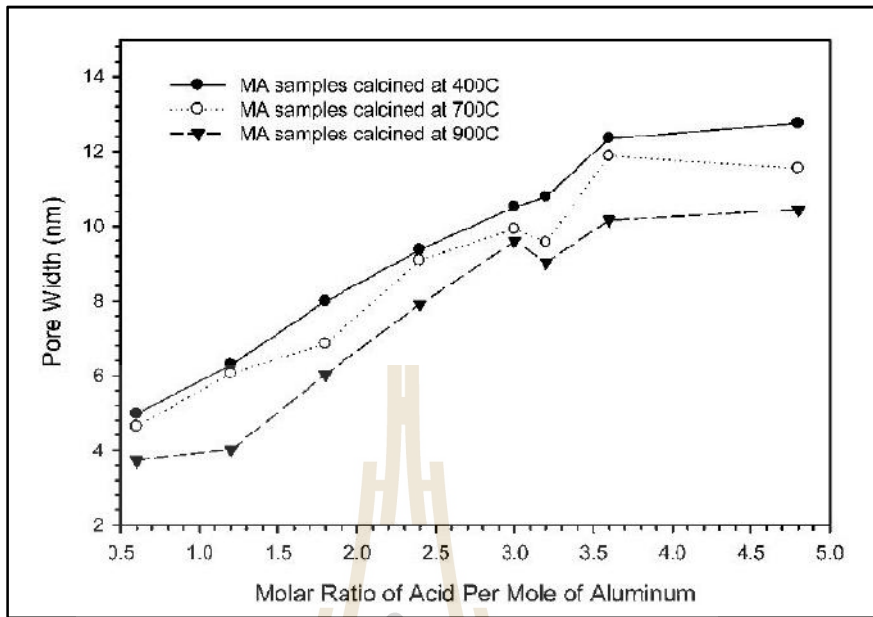


๑๐  
 ตัวก  
 $\alpha$ -Fe  
 การ

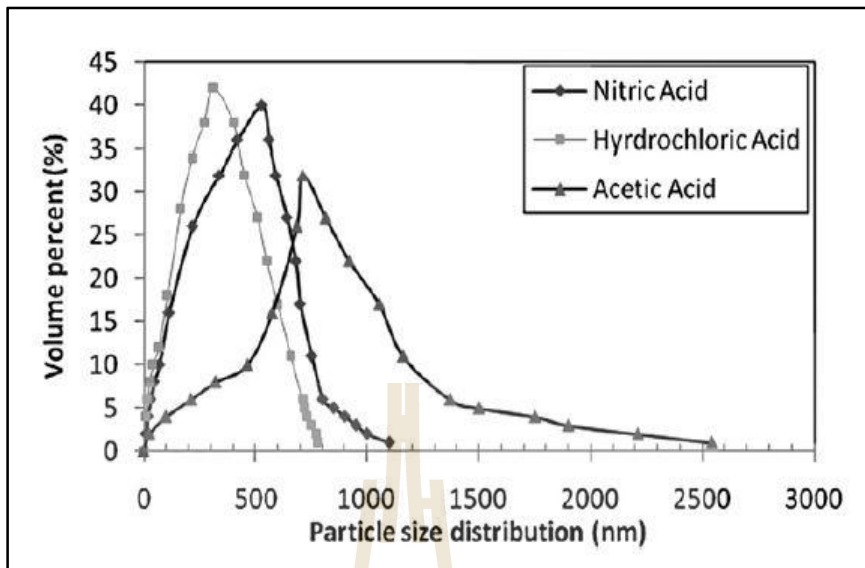


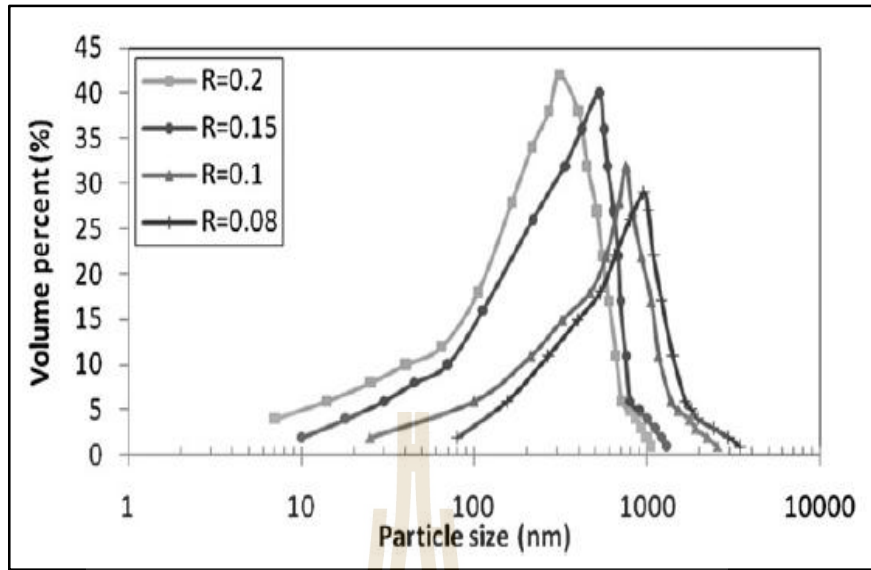
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

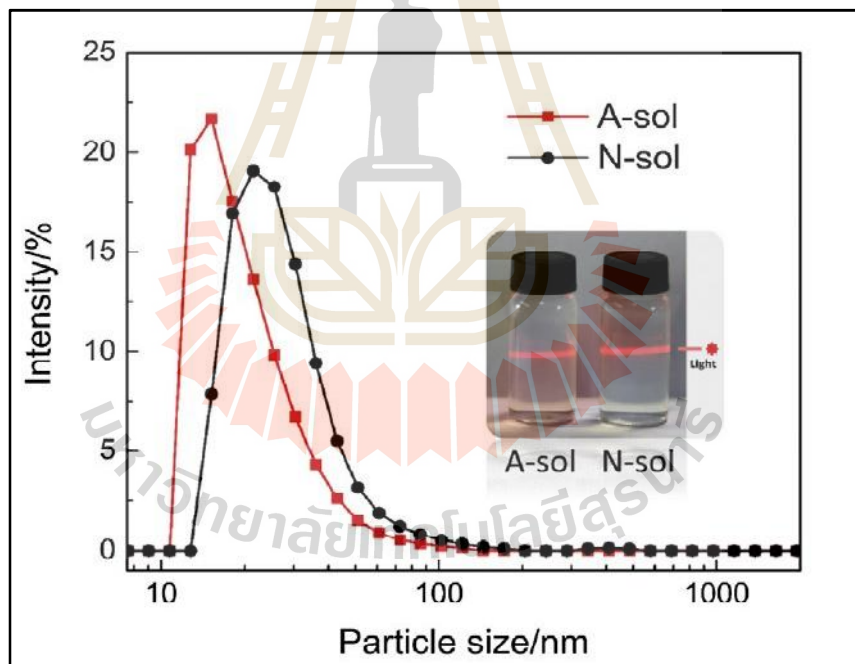


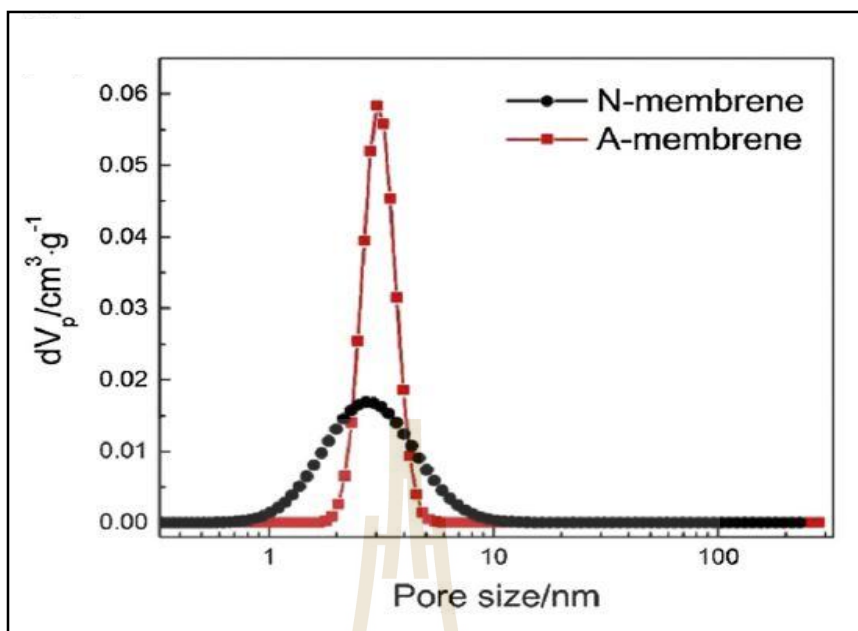


มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี







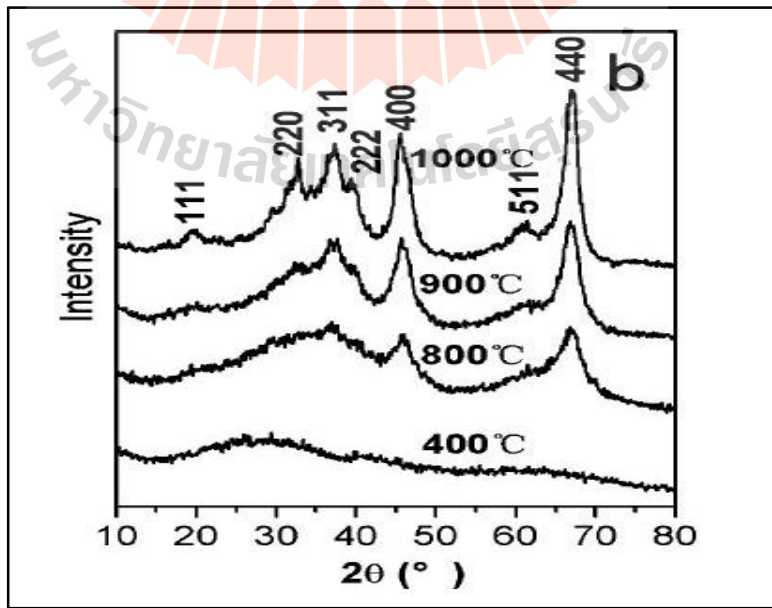
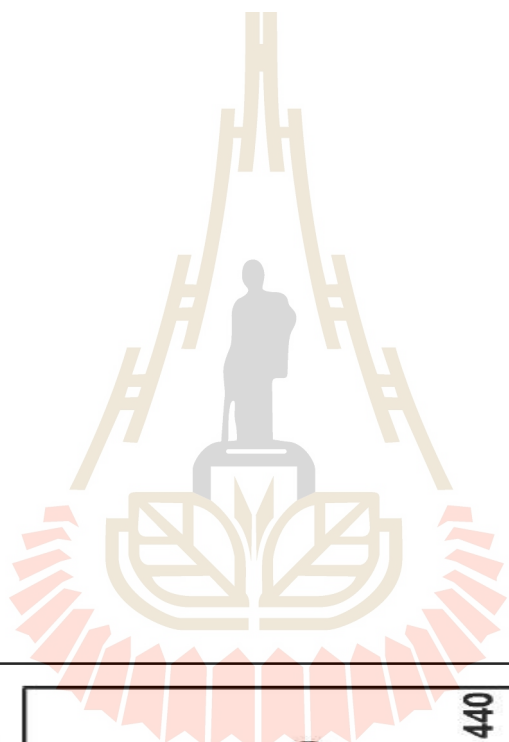


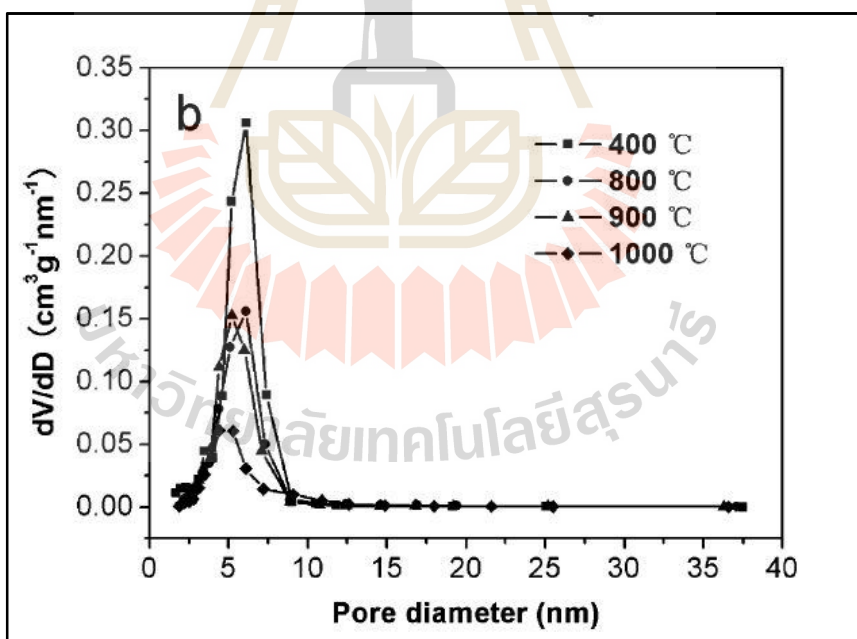
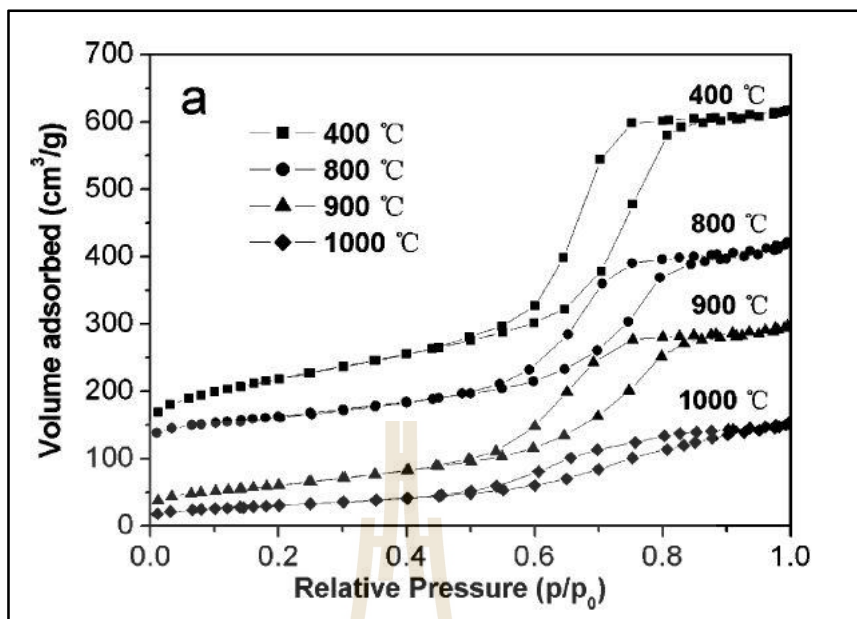
รูปที่ 2.13 การกระจายขนาดรูพรุนของแกมมาอะลูมินาเมมเบรนที่ปริมาณความเข้มข้นของกรดไนตริกและกรดอะซิติกต่อปริมาณของสารตั้งต้น Aluminum-tri-sec-butoxide ( $H^+$ /alkoxide mole ratios), มีค่าเท่ากับ 0.07:0.1 (Xianfu et al., 2015)

### 2.5.2 การศึกษาอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่มีผลต่อสมบัติและลักษณะเฉพาะของสารละลายโบฮีไมต์และแกมมาอะลูมินาเมมเบรน

Yuan et al. (2007) ได้ศึกษาอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่มีผลต่อการสังเคราะห์วัสดุแกมมาอะลูมินาไมโซพอร์ โดยเริ่มต้นจากการเตรียมสารละลายโบฮีไมต์ด้วยวิธีโซลเจล ซึ่งมีสารตั้งต้นคือ Aluminum isopropoxide และมีกรดไนตริกเป็นสารช่วยในการกระจายตัวของอนุภาค จากการทดลองกำหนดให้ปริมาณความเข้มข้นของกรดไนตริกเท่ากับ 1.4 ถึง 1.6 มิลลิกรัม ต่อปริมาณของสารตั้งต้น Aluminum isopropoxide มีค่าเท่ากับ 2.04 กรัม จากนั้นทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 800 องศาเซลเซียส 900 องศาเซลเซียส และ 1000 องศาเซลเซียส จากผลการวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรคชันดังรูปที่ 2.14 พบว่าที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์เท่ากับ 400 องศาเซลเซียส จะให้โครงสร้างมีโซพอร์สแบบอสัณฐาน (Amorphous) ซึ่งหมายถึง การเรียงตัวอย่างไม่เป็นระบบในโครงสร้างของสารประกอบทำให้มีรูปร่างที่ไม่แน่นอน และเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ถึง 1000 องศาเซลเซียส โครงสร้างมีโซพอร์สแบบอสัณฐานของวัสดุแกมมาอะลูมินาไมโซพอร์จะเปลี่ยนวิฤภาคมาเป็นโครงสร้างผลึกของแกมมาอะลูมินาตามข้อมูล JCPDS หมายเลข 10-0425



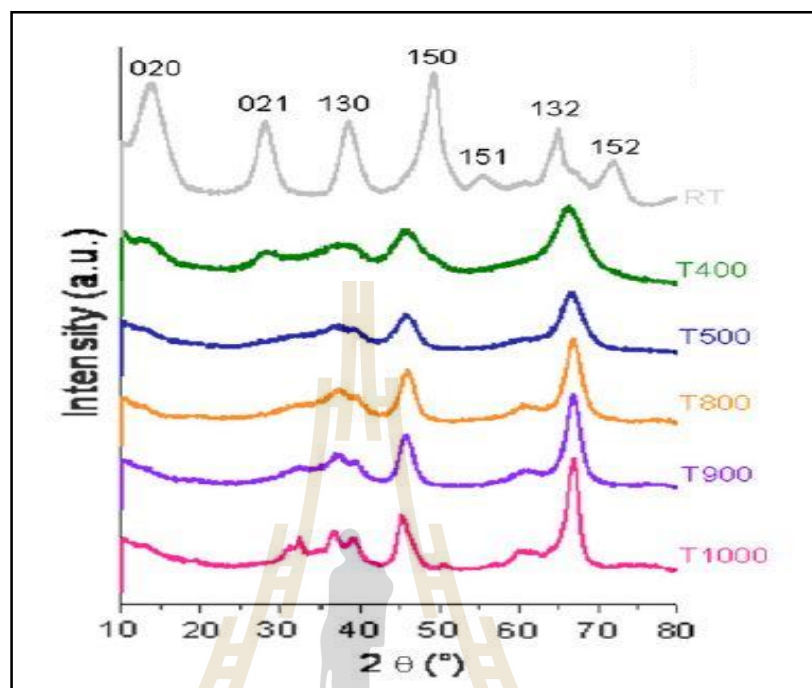




กลับกันก็ไม่ควรทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิที่สูงเกินไปเนื่องจาก ท่อที่ทำหน้าที่เป็นวัสดุตัวยึด (Tubular support) ไม่สามารถทนความร้อนได้สูงเกิน 900 องศาเซลเซียส ซึ่งหากอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์สูงเกิน 900 องศาเซลเซียส จะทำให้วัสดุตัวยึดเกิดการเปลี่ยนรูปซึ่งจะส่งผลกระทบต่อโครงสร้างรูพรุนของเมมเบรนได้ ดังนั้นการทราบอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการเผาแคลไซน์จึงเป็นสิ่งที่สำคัญอย่างยิ่ง โดยในงานวิจัยนี้ได้รายงานอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการเผาแคลไซน์แกมมาอะลูมินาเมมเบรนเท่ากับ 700 องศาเซลเซียส

Bleta et al. (2012) ได้ศึกษาอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่มีผลต่อวัฏภาคของอะลูมินาเมมเบรน โดยเริ่มต้นจากการเตรียมสารละลายโบฮีไมต์ด้วยสารตั้งต้น Aluminium tri-sec-butoxide และมีสารช่วยในการกระจายตัวของอนุภาค (Peptizing agent) คือ กรดไนตริก จากการทดลองกำหนดให้ปริมาณความเข้มข้นของกรดไนตริกต่อปริมาณของสารตั้งต้น Aluminium-tri-sec-butoxide ( $H^+/alkoxide$  mole ratios) มีค่าเท่ากับ 0.07:0.1 และมีค่า pH ของสารละลายโบฮีไมต์อยู่ในช่วง 4.4 ถึง 4.8 จากนั้นทำการอบที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ถึง 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้วทำการเผาแคลไซน์โดยกำหนดค่าอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ของตัวอย่างทั้งหมด 5 อุณหภูมิคือ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ตามลำดับ โดยให้อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 2 องศาเซลเซียสต่อนาที จากนั้นทำการตรวจสอบวัฏภาคของอะลูมินาด้วยเทคนิค X-ray diffraction ด้วยการสแกนค่าของ 2-Theta (Degree) ที่มุมระหว่าง  $10^\circ$  ถึง  $80^\circ$  ซึ่งกำหนด Step size เท่ากับ 0.016 จากผลการทดลองดังรูปที่ 2.17 ซึ่งแสดงผลเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันของโบฮีไมต์ที่ผ่านการอบแห้งและอะลูมินาเมมเบรนที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่าโบฮีไมต์ที่ผ่านการอบแห้งเมื่อนำมาตรวจสอบจะได้วัฏภาคของสารประกอบโบฮีไมต์ตามฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 21-1307 ซึ่งให้วัฏภาคของสารประกอบโบฮีไมต์ ( $\gamma$ -AlOOH) ที่ระนาบ (020), (021), (130), (150), (151), (132) และ (152) ซึ่งมีค่า 2-Theta (Degree) เท่ากับ  $14.47^\circ$ ,  $28.19^\circ$ ,  $38.34^\circ$ ,  $48.89^\circ$ ,  $55.21^\circ$ ,  $64.10^\circ$  และ  $71.95^\circ$  ตามลำดับ และเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส สารประกอบโบฮีไมต์มีการเปลี่ยนวัฏภาคมาเป็นสารประกอบแกมมาอะลูมินา ( $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) แล้วตามฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 10-0425 แต่ยังไม่สามารถเปลี่ยนวัฏภาคมาเป็นสารประกอบแกมมาอะลูมินาได้โดยสมบูรณ์ และเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส สารประกอบโบฮีไมต์จึงสามารถเปลี่ยนวัฏภาคมาเป็นสารประกอบแกมมาอะลูมินา ( $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ได้โดยสมบูรณ์ และเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส 900 องศาเซลเซียส และ 1000 องศาเซลเซียส สารประกอบโบฮีไมต์

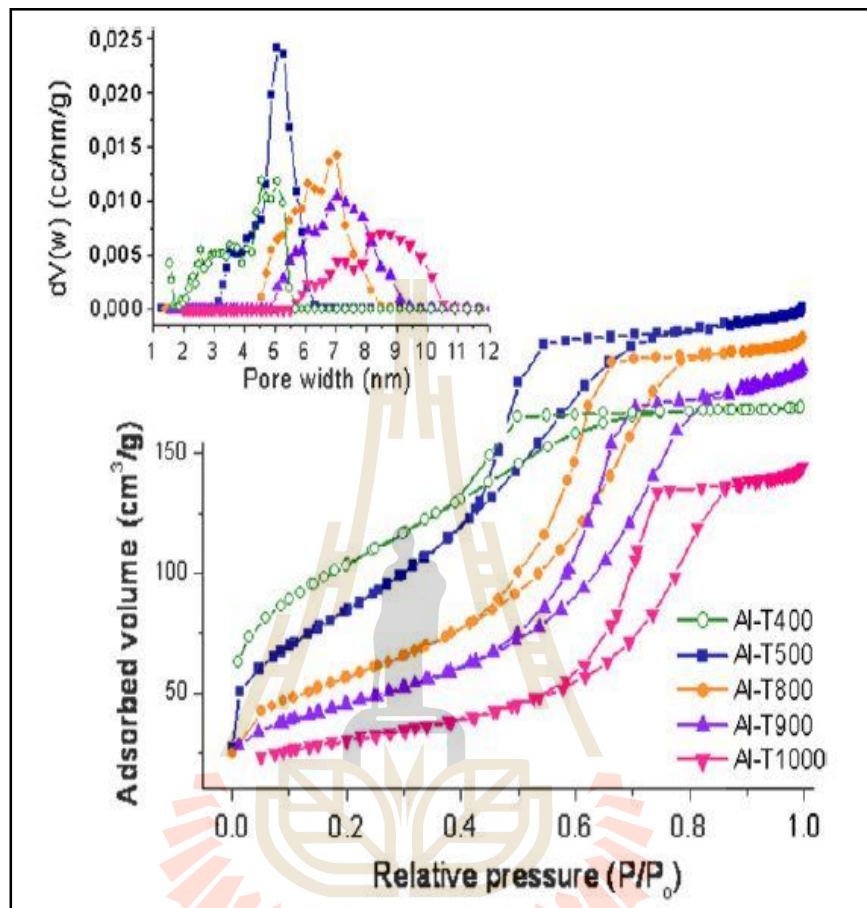
มีการเปลี่ยนวัฏภาคมาเป็นสารประกอบเดลตาอะลูมินา ( $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) ตามข้อมูล JCPDS หมายเลข 35-0121 แทนสารประกอบแกมมาอะลูมินา ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ )



รูปที่ 2.17 ผลเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของ โบฮีไมต์ที่ผ่านการอบแห้งและอะลูมินาแมมเบรน ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ (Bleta et al., 2012)

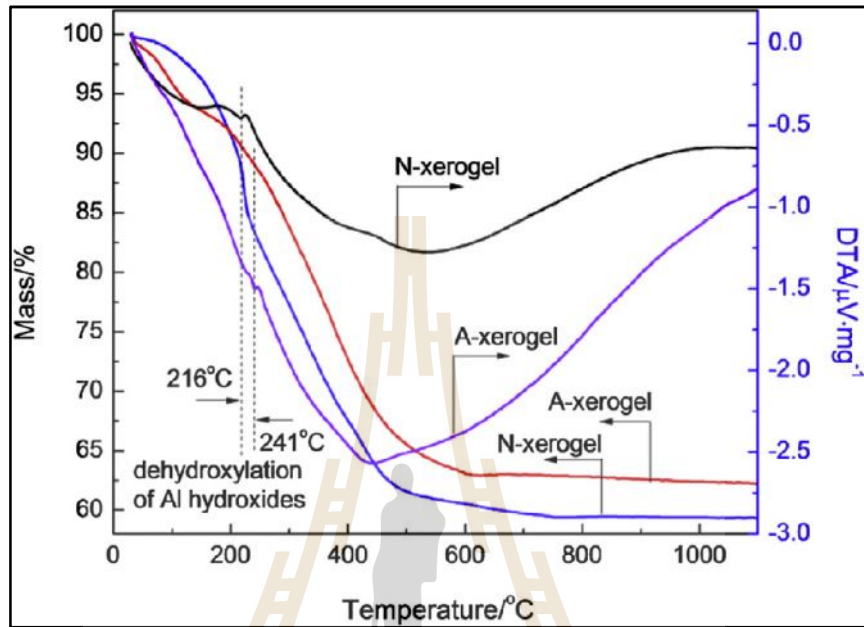
จากนั้นได้นำตัวอย่างที่ผ่านการเผาแคลไซน์ในอุณหภูมิข้างต้นมาทำการตรวจสอบการกระจายขนาดของรูพรุนด้วยเทคนิค Brunauer emmett teller (BET) พบว่าที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ตั้งแต่ 400 องศาเซลเซียส ถึง 1000 องศาเซลเซียส ชนิดไอโซเทิร์มของสารประกอบแกมมาอะลูมินาแสดงด้วยลักษณะของกราฟ Hysteresis loops โดยแสดงถึงไอโซเทิร์มชนิดที่ 4 ซึ่งบ่งบอกถึงลักษณะโครงสร้างของวัสดุประเภทมีโซพอร์ และเมื่ออุณหภูมิการเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้นจาก 400 องศาเซลเซียส เป็น 1000 องศาเซลเซียส จะส่งผลให้รูพรุนมีขนาดใหญ่ขึ้นและการกระจายขนาดของรูพรุนนั้นกว้างขึ้น โดยแสดงดังรูปที่ 2.18 ซึ่งแสดงถึงผลการวิเคราะห์  $\text{N}_2$  adsorption-desorption isotherms และการกระจายขนาดของรูพรุน โดยที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์เท่ากับ 400 องศาเซลเซียส ขนาดของรูพรุนมีค่าอยู่ในช่วง 2 ถึง 6 นาโนเมตร เมื่ออุณหภูมิการเผาแคลไซน์เท่ากับ 500 องศาเซลเซียส แสดงให้เห็นว่ามีการกระจายขนาดของรูพรุนอยู่ในช่วงแคบโดยมีขนาดของรูพรุนต่ำกว่า 3 นาโนเมตร และที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ตั้งแต่ 800 องศาเซลเซียสขึ้นไป

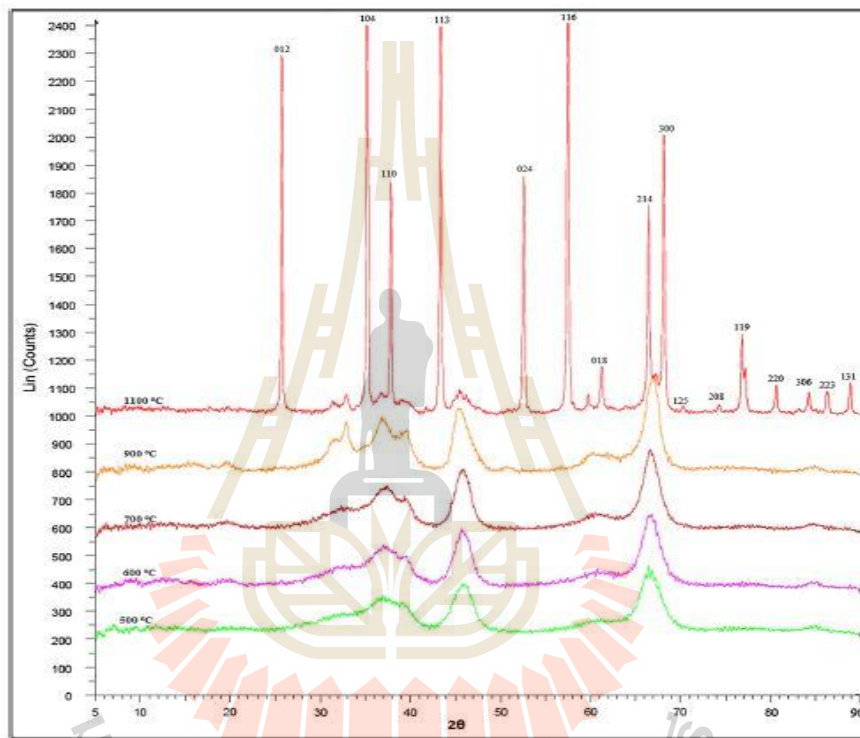
พบว่า การกระจายขนาดของรูพรุนมีช่วงที่กว้างขึ้นและมีขนาดของรูพรุนใหญ่ขึ้นเนื่องจากการเชื่อมอัดกันอย่างหนาแน่นของอนุภาค (Densification) จากการเผาฟีนิก



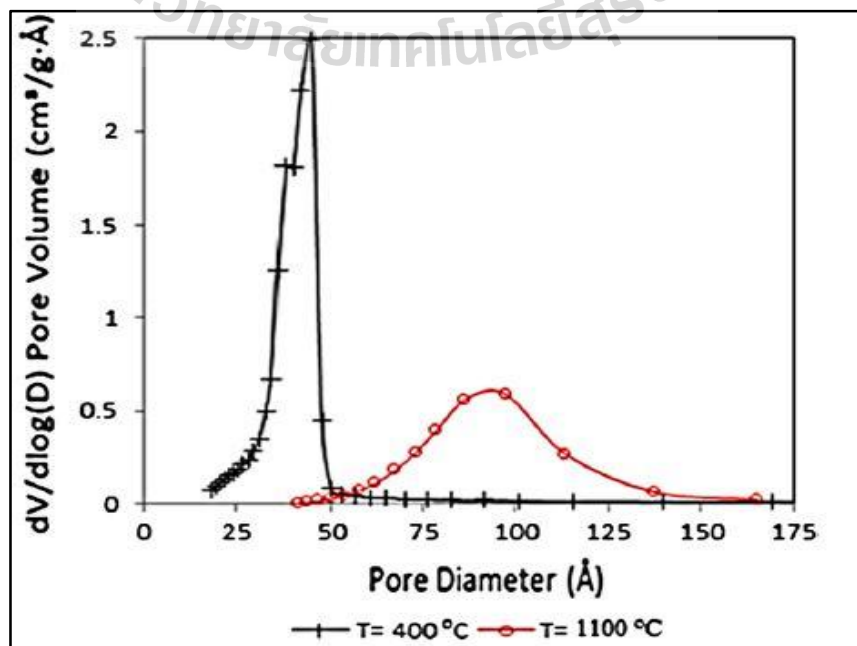
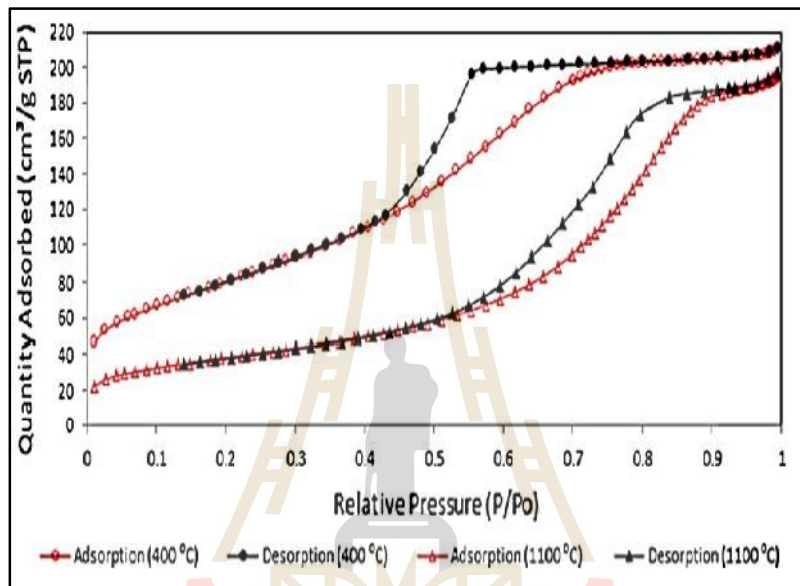
รูปที่ 2.18 ผลการวิเคราะห์  $N_2$  adsorption-desorption isotherms และการกระจายขนาดของรูพรุนของอะลูมินาแมมเบรนที่ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ (Bleta et al., 2012)

Xianfu et al. (2015) ได้ตรวจสอบโครงสร้างของแกมมาอะลูมินาแมมเบรน โดยการนำ A-xerogel และ N-xerogel ที่ผ่านการอบแห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง มาตรวจสอบโครงสร้างโดยการวิเคราะห์เชิงความร้อนด้วยเทคนิค Differential thermal analysis (DTA) จากผลการทดลองดังรูปที่ 2.19 แสดงกราฟการวิเคราะห์เชิงความร้อนด้วยเทคนิค Differential thermal analysis (DTA) พบว่า อะลูมิเนียม-ไฮดรอกไซด์ (Al hydroxides) และสารประกอบอินทรีย์ มีการสลายองค์ประกอบทางเคมีด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 210 ถึง 250 องศาเซลเซียส และสิ้นสุดการสลายองค์ประกอบทางเคมีด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 500 ถึง 600 องศาเซลเซียส ซึ่งจากกราฟพบว่า อะลูมิเนียม-ไฮดรอกไซด์ของ xerogel ที่ถูกเตรียมด้วยกรดอะซิติก (A-xerogel) เริ่มมีการสลายองค์ประกอบทางเคมีด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 241 องศาเซลเซียส และ

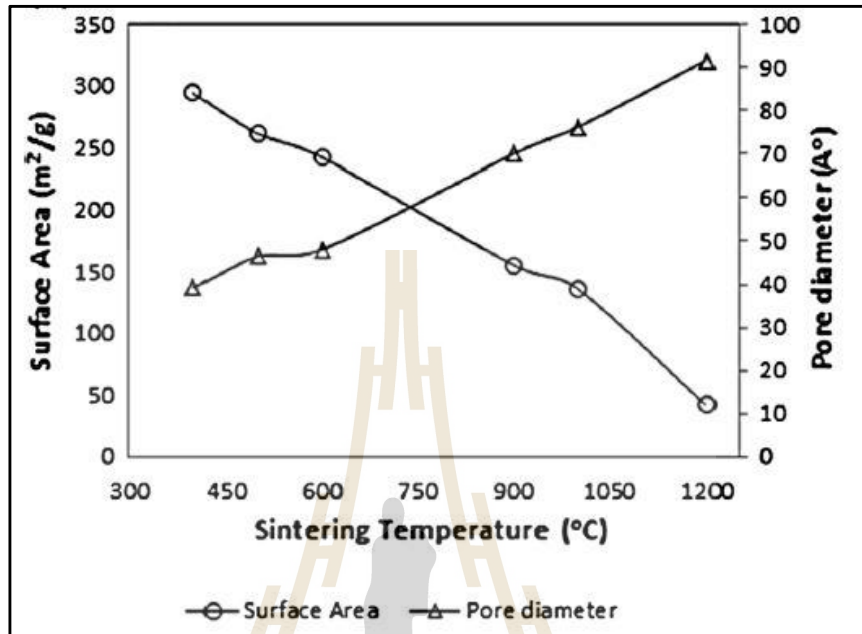




มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี







มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

## บทที่ 3

### วิธีการดำเนินการวิจัย

#### 3.1 บทนำ

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นที่จะศึกษาหาปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติก ซึ่งเป็นสารช่วยกระจายตัวของอนุภาคที่มีผลต่อสมบัติและลักษณะเฉพาะของอะลูมินาแมมเบรน เพื่อให้ได้สภาวะที่เหมาะสมของปฏิกิริยาโซลเจลสำหรับการเตรียมอะลูมินาแมมเบรนให้อยู่ในช่วงมีโซพอร์สและมีลักษณะการกระจายปริมาณรูพรุนให้มีขนาดของรูพรุนอยู่ในช่วงแคบ ที่เหมาะสมสำหรับการแยกแก๊ส

#### 3.2 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ข้อมูลของเครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้สำหรับการทดลอง

อุปกรณ์	ผู้ผลิต	แบบ/รุ่น
Zetasizer (Dynamic Light Scattering Technique)	Malvern	Zetasizer-ZS
Brunauere-Emmette-Teller (BET)	Micromeritics	ASAP-2010
Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM)	Zeiss	Auriga
Scanning Electron Microscope (SEM)	JEOL	JSM-6010LV
X-Ray Diffraction (XRD)	Bruker	D2 Phaser
Water Bath	Polyscience	2B1230200
pH Meter	Mettler toledo	Sevencompact
Capillary Tube Viscometer	Cannon	Cannon-fenske No.75
Magnetic Stirrer	Thermolyne cimarec	Cimarec 3
Ion sputtering	Leica	LEICA EM ACE600

ตารางที่ 3.2 ข้อมูลของสารเคมีที่ใช้สำหรับการสังเคราะห์อะลูมินาเมมเบรนด้วยวิธีโซลเจล

ชื่อสารเคมี	สูตรเคมี	ความบริสุทธิ์	ผู้ผลิต
Aluminum-tri-sec-butoxide	$\text{Al}[\text{OCH}(\text{CH}_3)\text{C}_2\text{H}_5]_3$	97%	Sigma-Aldrich
Acetic acid	$\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$	99.8%	Qrec
Ethanol	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	99.9%	VWR
Glycerol	$\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$	-	Vidhyasom
Deionized water	$\text{H}_2\text{O}$	-	-

### 3.3 การสังเคราะห์อะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึด (Unsupported alumina membrane)

#### 3.3.1 การเตรียมสารละลายโบฮีไมต์ (Boehmite sol) ด้วยวิธีโซลเจล

การสังเคราะห์อะลูมินาเมมเบรนเริ่มต้นจากการเตรียมให้เป็นสารละลายโบฮีไมต์ด้วยวิธีโซลเจล โดยนำสารตั้งต้นคือ Aluminum-tri-sec-butoxide ซึ่งมีขนาดของรูพรุนค่อนข้างเล็กและมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง ผสมกับเอทานอลในปริมาณเล็กน้อยเพื่อให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นเติมน้ำที่ปราศจากไอออน (Deionized water) ลงในสารละลายเพื่อทำให้เกิดการฟอร์มตัวเป็นสารละลาย  $\gamma$ -AlOOH โบฮีไมต์ ( $\gamma$ -AlOOH Boehmite sol) แล้วเติมกลีเซอรอล (Glycerol) ลงในสารละลายด้วยปริมาณเล็กน้อยเพื่อป้องกันการเกิดรอยร้าว (Crack) ในระหว่างขั้นตอนการอบแห้ง และขั้นตอนที่สำคัญสำหรับการสังเคราะห์อะลูมินาเมมเบรน คือการเติมกรดอะซิติกด้วยปริมาณความเข้มข้นที่ต่างกันลงในสารละลายโบฮีไมต์ โดยที่กรดอะซิติกจะทำหน้าที่เป็นสารช่วยกระจายตัวของอนุภาคภายในสารละลายโบฮีไมต์ ซึ่งส่งผลต่อสมบัติและลักษณะเฉพาะของสารละลายโบฮีไมต์และอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึด ในการทดลองนี้ได้กำหนดปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่เติมลงในสารละลายทั้งหมด 3 ระดับ โดยมีอัตราส่วนระหว่าง  $\text{H}^+$ /alkoxide mole ratio (acetic acid/ Aluminum-tri-sec-butoxide ratio, X/0.1) ดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่เติมลงในสารละลาย

ตัวแปร	การทดลอง		
	1	2	3
ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกต่อปริมาณของสารตั้งต้น Aluminum-tri-sec-butoxide ( $H^+$ /alkoxide mole ratios), (X:0.1)	0.07	0.14	0.28

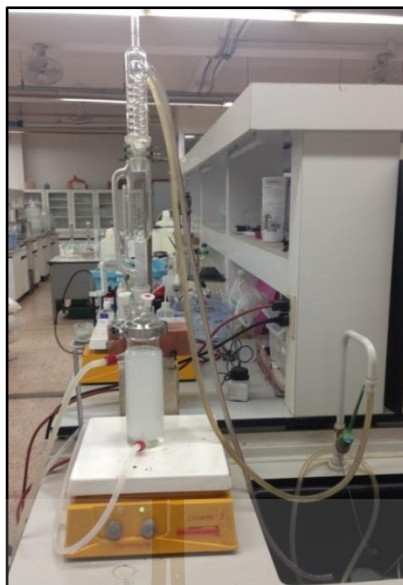
รายละเอียดของการเตรียมสารละลายโพลีไมต์ด้วยวิธีโซลเจลมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

3.3.1.1. นำสารตั้งต้น Aluminum-tri-sec-butoxide ปริมาณ 0.1 โมล (24.6 กรัม) และเอทานอลปริมาณ 3 มิลลิลิตร ผสมให้เป็นสารละลายเนื้อเดียวกัน

3.3.1.2. นำน้ำที่ปราศจากไอออนปริมาณ 500 มิลลิลิตร ที่มีอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเติมลงไปในการละลายที่เตรียมไว้ จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิไปที่ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะการรีฟลักซ์ (Reflux condition) พร้อมทั้งกวนด้วยความรุนแรง (Vigorous stirring) ที่ระดับความเร็วของเครื่องกวนเท่ากับ 5

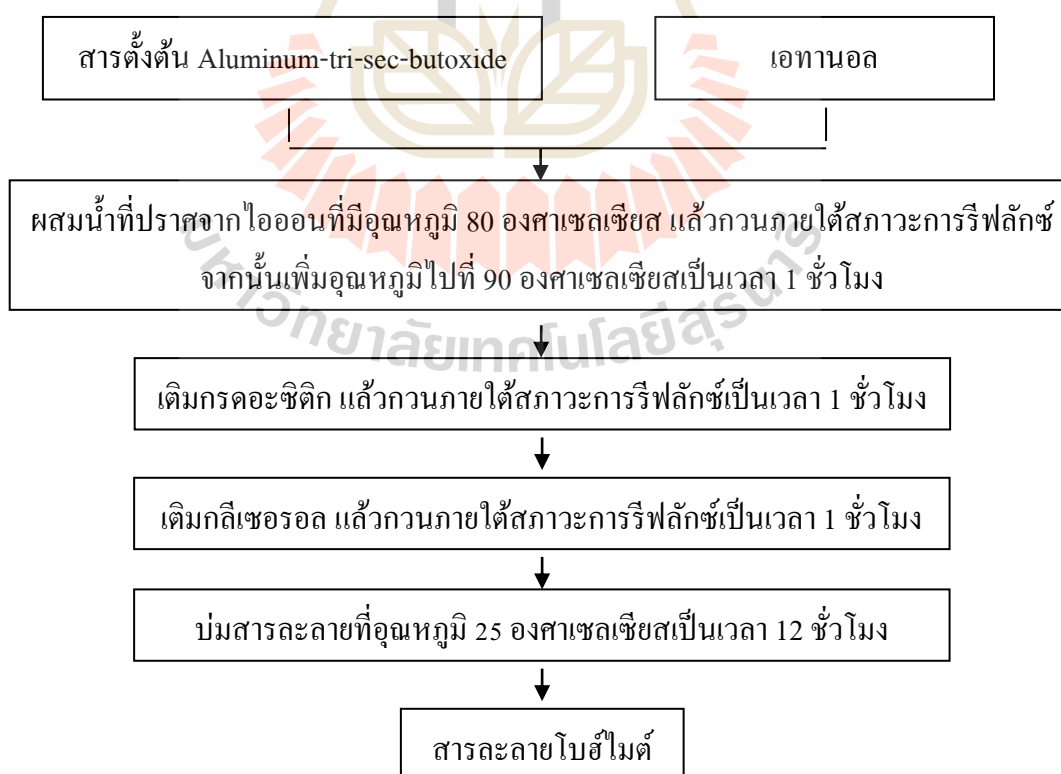
3.3.1.3. เติมกรดอะซิติกลงในสารละลายที่ปริมาณความเข้มข้นต่างๆกันสำหรับแต่ละการทดลอง ดังแสดงในตารางที่ 3.3 แล้วทำการกวนสารละลายด้วยความเร็วของเครื่องกวนระดับ 5 ภายใต้สภาวะการรีฟลักซ์เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3.3.1.4. จากนั้นเติมกลีเซอรอลปริมาณ 0.5 มิลลิลิตร แล้วทำการกวนสารละลายด้วยความเร็วของเครื่องกวนระดับ 5 ภายใต้สภาวะการรีฟลักซ์เป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นหยุดการกวนแล้วปล่อยให้สารละลายเย็นตัวที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส และทำการบ่ม (Aging) สารละลายที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมงเพื่อให้เกิดการฟอร์มตัวเป็นสารละลายโพลีไมต์



รูปที่ 3.1 การกวนสารละลายโบฮีไมต์ด้วยวิธีโซลเจลภายใต้สภาวะการรีฟลักซ์

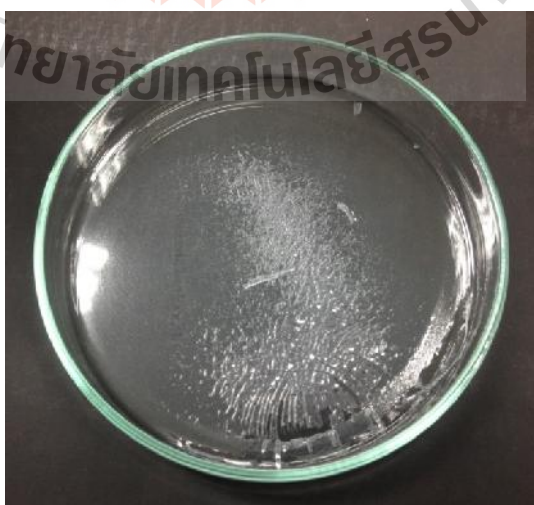
โดยขั้นตอนการเตรียมสารละลายโบฮีไมต์ (Boehmite sol) ด้วยวิธีโซลเจล แสดงแผนภาพ  
 ดังรูปที่ 3.2

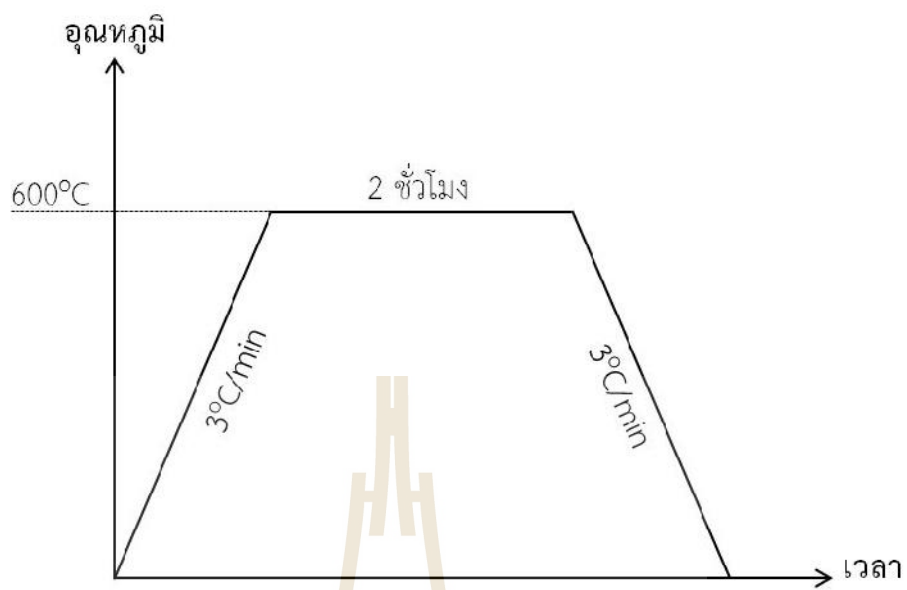


รูปที่ 3.2 การเตรียมสารละลายโบฮีไมต์ (Boehmite sol) ด้วยวิธีโซลเจล



มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี



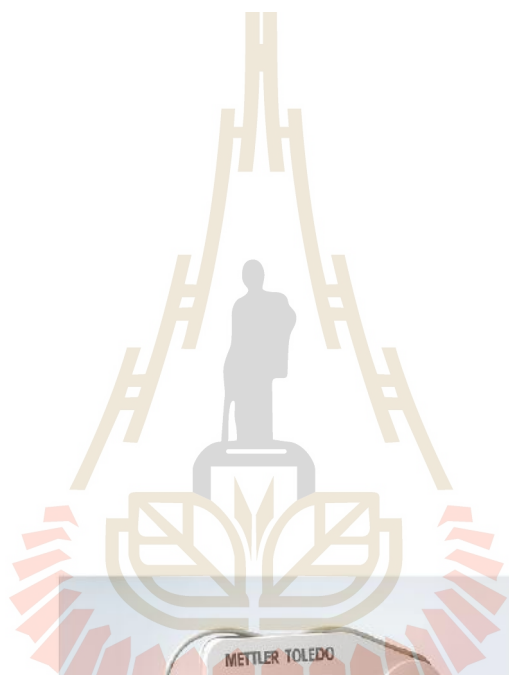


การเตรียมและการตรวจสอบสมบัติของอะลูมินาแมมเบรนแสดงแผนภาพผังรูปที่ 3.7



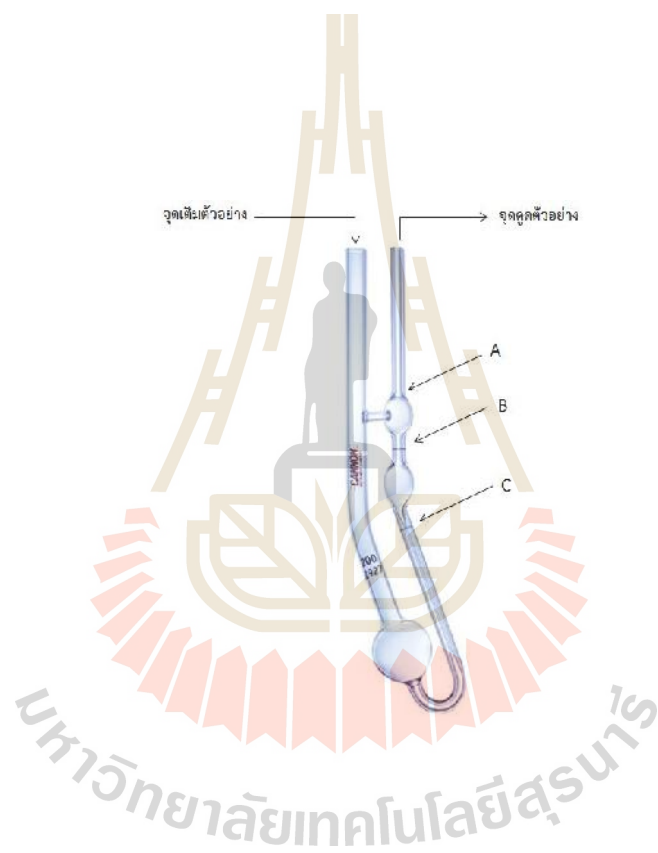
รูปที่ 3.7 การเตรียมและการตรวจสอบสมบัติของอะลูมินาแมมเบรน





มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี





$$\epsilon = C * t (1 - B * [T_T - T_F])$$

$\epsilon$   
 $C$   
 $t$   
 $B$   
 $T_T$

$T_F$  = Filling Temperature, ( $^{\circ}\text{C}$ )

\*หมายเหตุ ค่าคงที่ C และ B ขึ้นกับขนาดของหลอดแก้ว ดังแสดงในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 ค่าคงที่ C และ B ของหลอดแก้วรูเล็กชนิด Cannon-fenske

Tube Number	C value (cSt/s)	B value ( $1/^{\circ}\text{C}$ )
75	0.00767	$76 \cdot 10^{-6}$

เนื่องจากการรายงานผลข้อมูลนิยมใช้การรายงานความหนืดแบบไดนามิก ดังนั้นจึงแปลงความหนืดคิเนมาติก (Kinematic, cSt) ให้เป็นความหนืดไดนามิก (Dynamic, mPa.s) ด้วยสมการ ที่ 3.2

$$y = \epsilon \cdot \dots \cdot 10^{-3} \quad (3.2)$$

กำหนดให้

$y$  = Dynamic viscosity, (mPa.s)

$\dots$  = Density, ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )

$\epsilon$  = Kinematic viscosity, ( $\text{mm}^2/\text{s}$ )

### 3.3.4.1.3 การตรวจสอบการกระจายขนาดอนุภาคของสารละลายโบฮีไมต์

นำสารละลายที่ผ่านการฟอร์มตัวเป็นสารละลายโบฮีไมต์แล้วมาตรวจสอบการกระจายขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค Dynamic light scattering ในเครื่อง Zetasizer ซึ่งแสดงดังรูปที่ 3.10 โดยกำหนดให้ปริมาณสารละลายโบฮีไมต์ที่ใช้สำหรับการทดลองเท่ากับ 1 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส และค่า Refractive index ของสารละลายโบฮีไมต์ชนิด -AIOOH เท่ากับ 1.66





รูปที่ 3.11 เครื่อง Micromeritics ASAP-2010 ใช้สำหรับทดสอบด้วยวิธี

Brunauere emmette teller

3.3.4.2.2 ตรวจสอบวิฤภาคของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึด

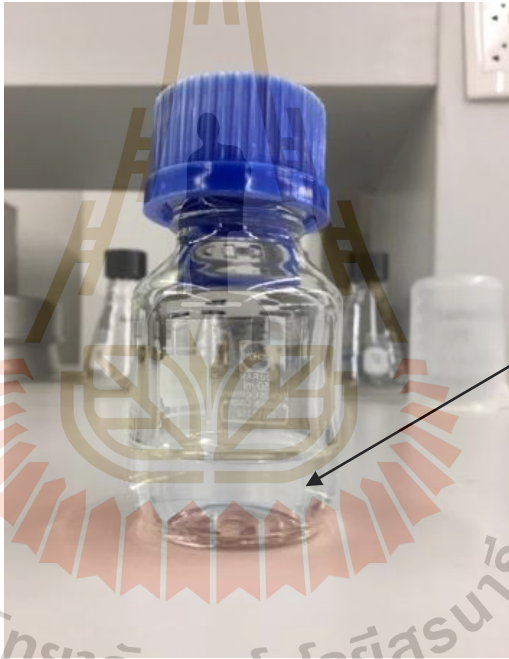
นำอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้วมา  
ตรวจสอบวิฤภาค โดยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (X-ray diffraction, XRD) ดังแสดงในรูปที่ 3.12  
ด้วยการสแกนค่าของ 2-Theta (Degree) ที่มุมระหว่าง  $20^{\circ}$ - $80^{\circ}$  ซึ่งกำหนด Step size เท่ากับ 0.02  
และค่า Radiation ของ ceramic Cu x-ray เท่ากับ 1.5406



รูปที่ 3.12 เครื่อง X-ray diffraction



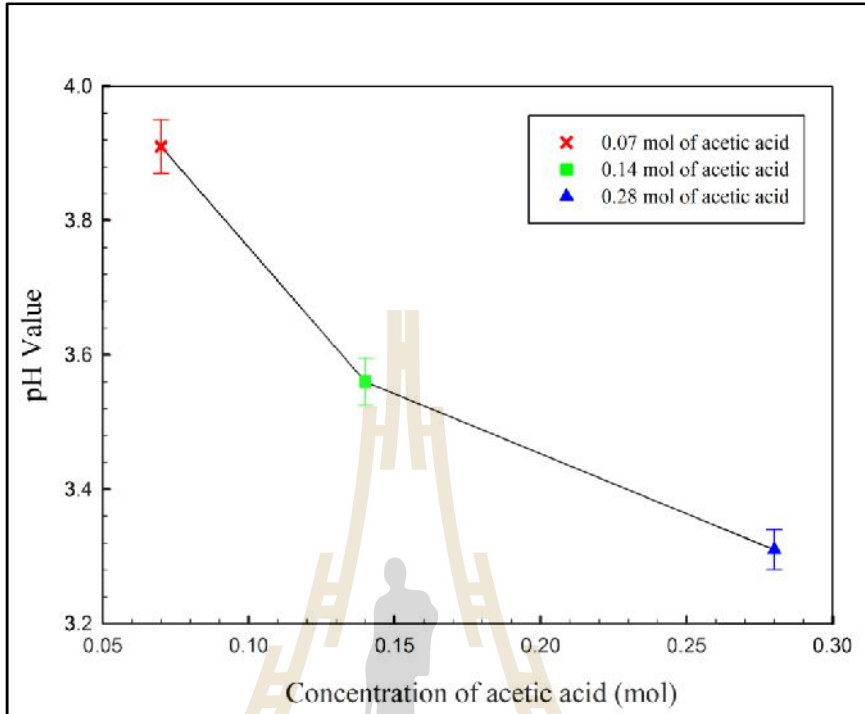




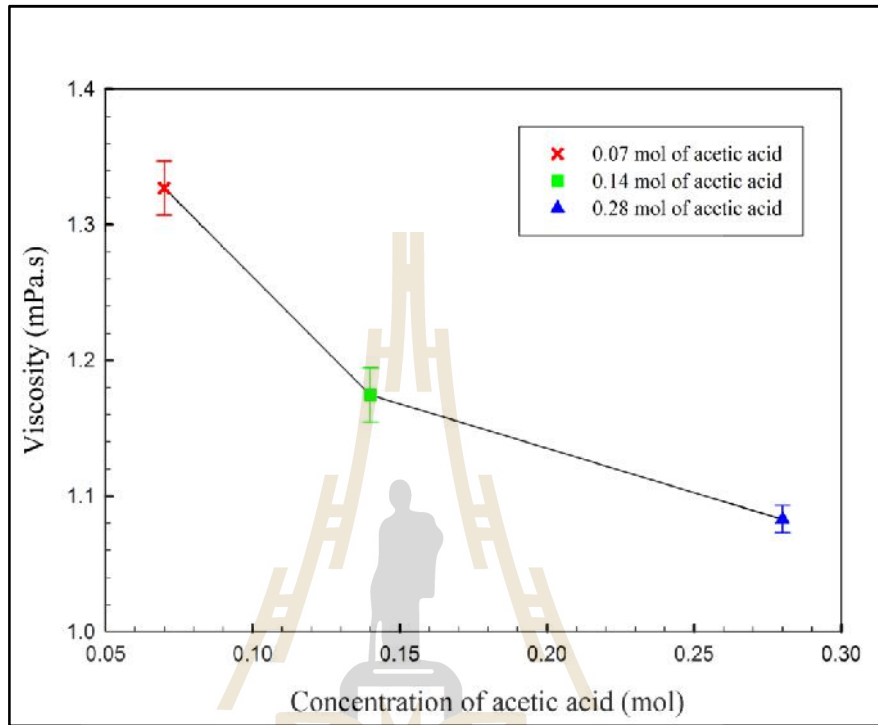
Transparent

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

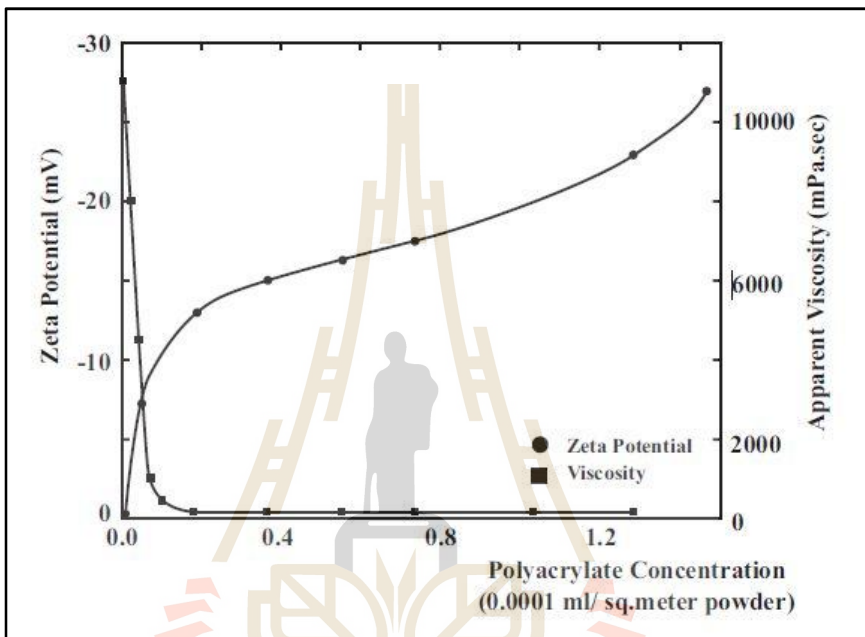




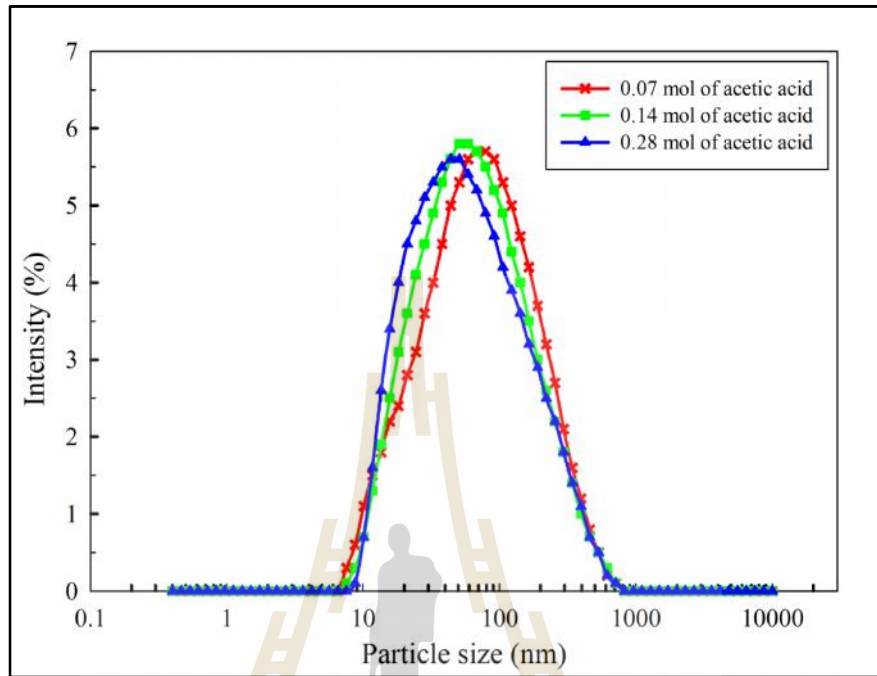
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี



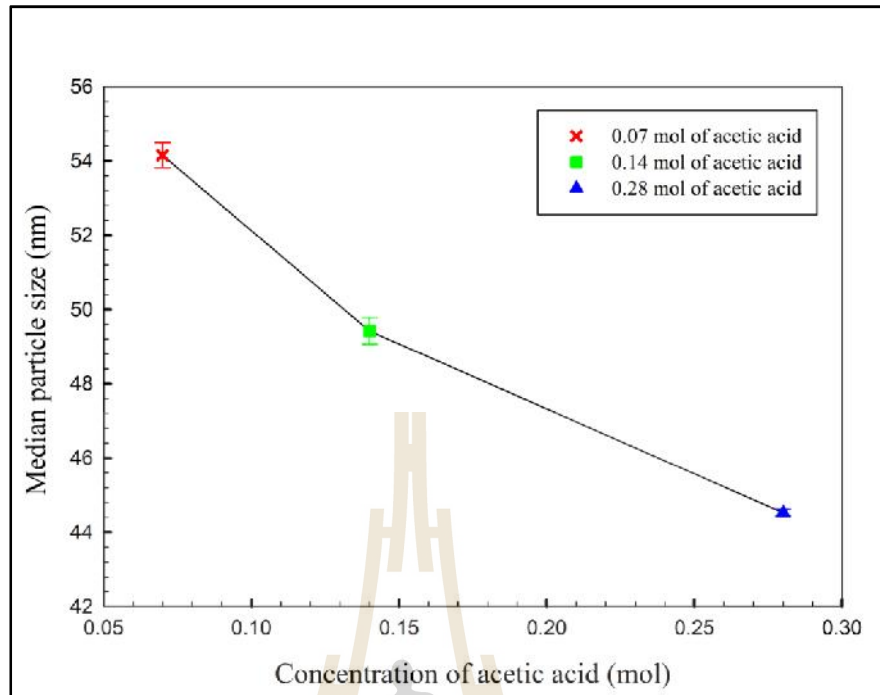
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี



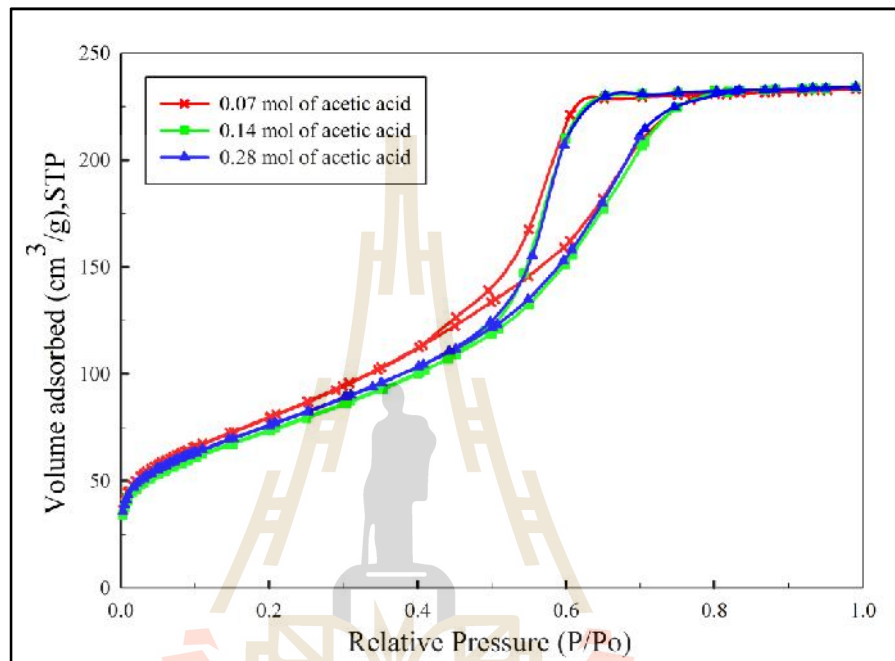
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี



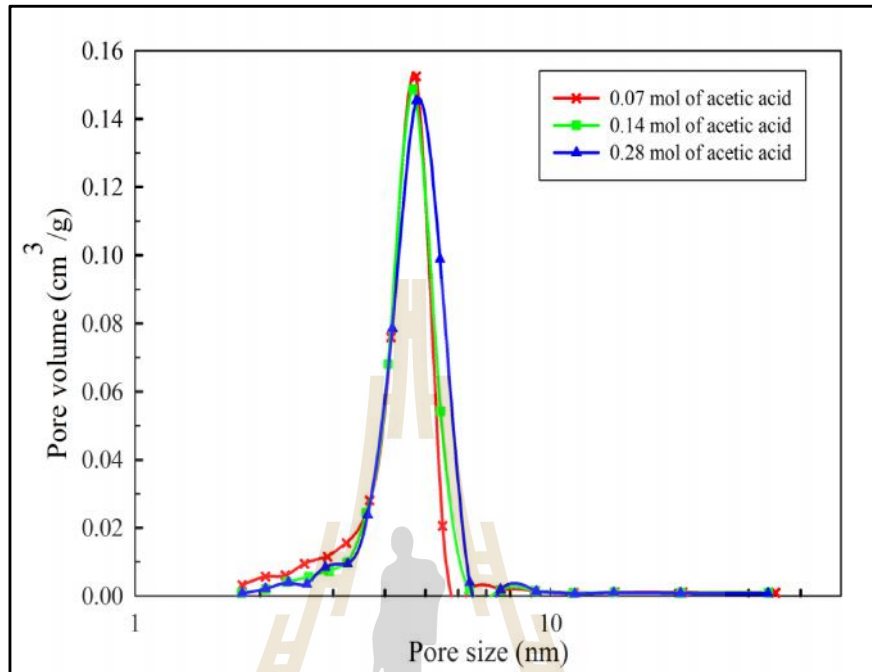
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี



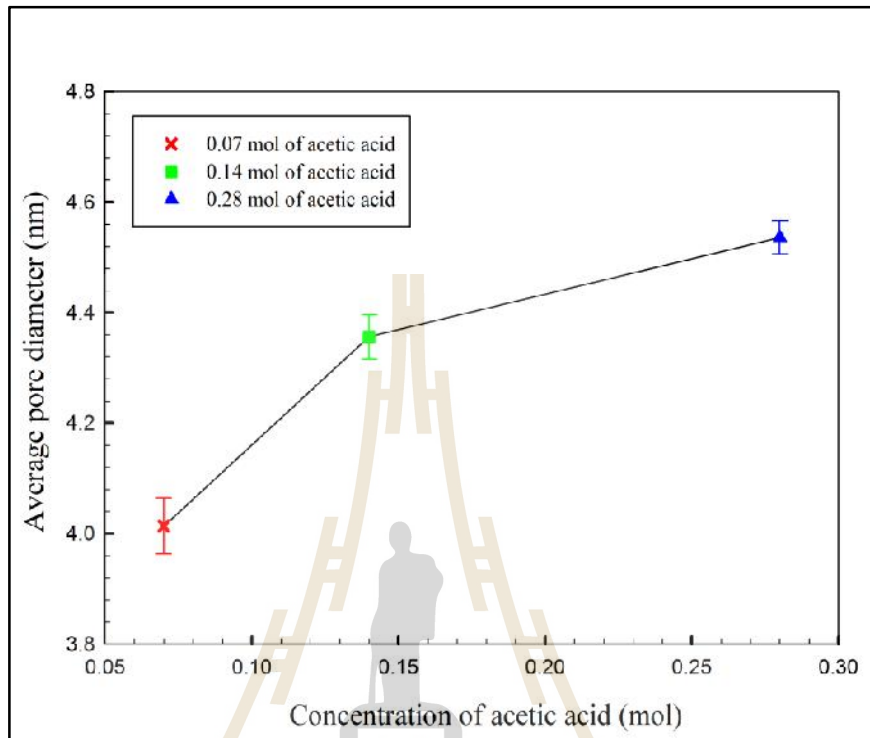
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี



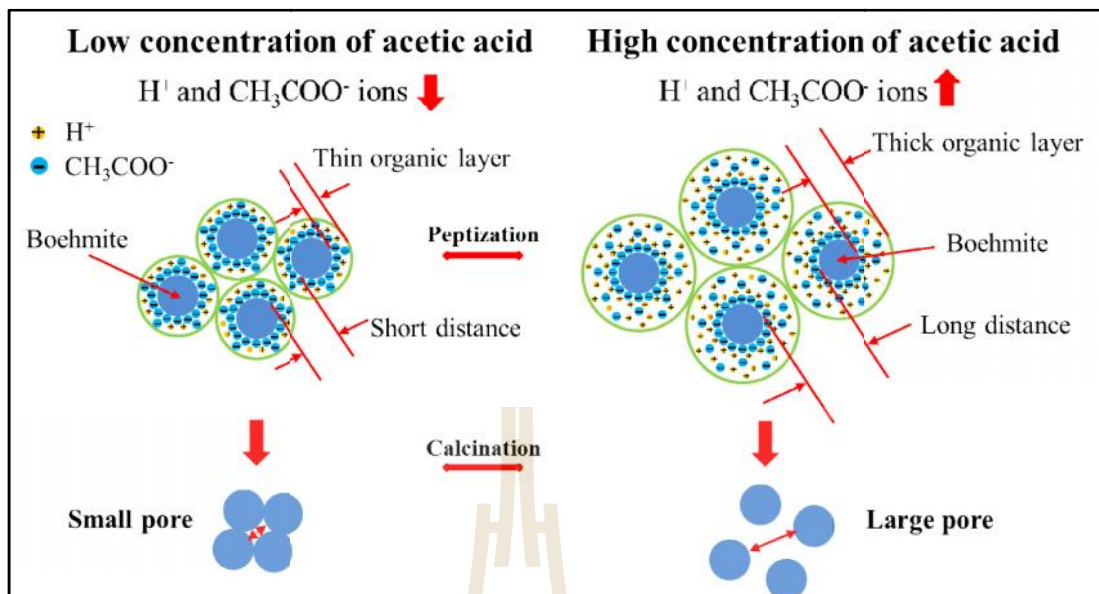
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี



มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี







รูปที่ 4.10 กลไกการเกิดอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดในปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่แตกต่างกัน

เมื่อพิจารณาถึงกลไกการเกิดรูพรุนของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึด เมื่อเริ่มตั้งแต่ขั้นตอนการเตรียมสารละลายโบฮีไมต์ด้วยวิธีโซลเจล โดยเปรียบเทียบระหว่างสารละลายโบฮีไมต์ที่มีปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกต่ำและสารละลายโบฮีไมต์ที่มีปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกสูง ซึ่งการเติมกรดอะซิติกลงในสารละลายโบฮีไมต์จะทำให้อนุภาคภายในสารละลายโบฮีไมต์สามารถกระจายตัวและแขวนลอยได้อย่างเสถียร เมื่อสารละลายโบฮีไมต์เข้าสู่ขั้นตอนของการเปปไทเซชัน (Peptization) หากพิจารณาถึงค่า Isoelectric point (IEP) ของโบฮีไมต์พบว่ามีความ pH เท่ากับ 9.5 Xianfu et al. (2015) และสารละลายโบฮีไมต์ที่เตรียมได้นั้นมีความ pH เท่ากับ 3.31-3.91 ซึ่งต่ำกว่าค่า pH ใน Isoelectric point ของโบฮีไมต์ ทำให้อนุภาคโบฮีไมต์ในสารละลายที่เตรียมมีประจุบวกที่ผิว อนุภาคโบฮีไมต์จึงมีความสามารถดูดซับประจุลบได้มากกว่าประจุบวก Srilomsak. (2006) เมื่อเติมกรดอะซิติกลงในสารละลายโบฮีไมต์ กรดอะซิติกจะแตกตัวเป็นประจุลบ  $\text{CH}_3\text{COO}^-$  และประจุบวก  $\text{H}^+$  โดยทำให้อนุภาคโบฮีไมต์ภายในสารละลายดูดซับประจุลบ  $\text{CH}_3\text{COO}^-$  มาเกาะไว้ที่ผิวของอนุภาคจนเต็มก่อน แล้วจึงดูดซับประจุบวก  $\text{H}^+$  มาเกาะไว้ที่ผิวของอนุภาคเป็นชั้นต่อไป การที่มีประจุของกรดอะซิติกมาเกาะบนผิวของอนุภาคโบฮีไมต์นี้จะทำให้เกิดชั้นอินทรีย์ที่ผิวของอนุภาค ซึ่งชั้นอินทรีย์ทำให้อนุภาคโบฮีไมต์มีระยะห่างออกจากกันซึ่งช่วยป้องกันไม่ให้อนุภาคของโบฮีไมต์นั้นดูดซับกันเป็นก้อน ส่งผลให้อนุภาคโบฮีไมต์สามารถกระจายตัวและแขวนลอยได้อย่างเสถียร ดังนั้นเมื่อเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกลงใน

สารละลาย จะเป็นการเพิ่มประจุลบ  $\text{CH}_3\text{COO}^-$  และประจุบวก  $\text{H}^+$  บนผิวของอนุภาคโพลีไมด์ ส่งผลให้ชั้นอินทรีย์ขยายวงกว้างขึ้น ซึ่งทำให้อนุภาคโพลีไมด์มีระยะห่างจากกันมากขึ้น เมื่อเข้าสู่ขั้นตอนของการเผาแคลไซน์ จะทำให้อะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดซึ่งถูกเตรียมด้วยปริมาณของกรดอะซิติกที่มีความเข้มข้นสูง มีขนาดของรูพรุนที่ใหญ่กว่าอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดซึ่งถูกเตรียมด้วยปริมาณของกรดอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่ำ เนื่องจากปริมาณของกรดอะซิติกที่มีความเข้มข้นสูงนั้นจะทำให้อนุภาคโพลีไมด์มีระยะห่างจากกันมากกว่าปริมาณของกรดอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่ำ

จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า ปริมาณความเข้มข้นของไอออนและประจุของไอออน ( $\text{CH}_3\text{COO}^-$  และ  $\text{H}^+$ ) ที่เกิดจากการเพิ่มความเข้มข้นของกรดอะซิติกลงในสารละลายโพลีไมด์มีผลต่อค่าความหนาของชั้นอินทรีย์ ซึ่งความหนาของชั้นอินทรีย์มีความสัมพันธ์กับค่าศักย์ไฟฟ้าเซต้า โดยที่เมื่อความหนาของชั้นอินทรีย์มากจะส่งผลให้ค่าศักย์ไฟฟ้าเซต้ามากไปด้วย และเมื่อค่าศักย์ไฟฟ้าเซต้ามากจะส่งผลให้อนุภาคในสารละลายโพลีไมด์สามารถกระจายตัวและแขวนลอยได้อย่างเสถียรมากขึ้น Srilomsak. (2006) ซึ่งสามารถอธิบายได้ด้วยทฤษฎี DLVO หากพิจารณาถึงสมการความหนาของชั้นอินทรีย์ ซึ่งหมายถึงความหนาของ double layer ( $K^{-1}$ ) ในทฤษฎี DLVO สามารถพิจารณาได้ดังนี้

$$K^{-1} = \left( \frac{\epsilon_r \epsilon_0 N_A k_B T}{F^2 \sum N_i z_i^2} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (4.1)$$

โดยที่  $K^{-1}$  คือ ความหนาของชั้น double layer หรือ Debye-Huckel screening length หน่วยเป็น m

$N_i$  คือ ความเข้มข้นของไอออนชนิด  $i$  ในน้ำสลิป หน่วยเป็น particle/m<sup>3</sup>

$Z_i$  คือ ขนาดของประจุของไอออนชนิด  $i$  ในน้ำสลิป เช่น +1, -1 เป็นต้น

$\epsilon_r$  คือ relative dielectric constant ของตัวกลางที่อนุภาคแขวนลอย  $\epsilon_r$  ของน้ำบริสุทธิ์ที่ 25 °C เท่ากับ 80 (ไม่มีหน่วย)

$\epsilon_0$  คือ สภาพยอม (permittivity) ของสุญญากาศ เท่ากับ  $8.85 \times 10^{-12}$  Coulomb/J.m

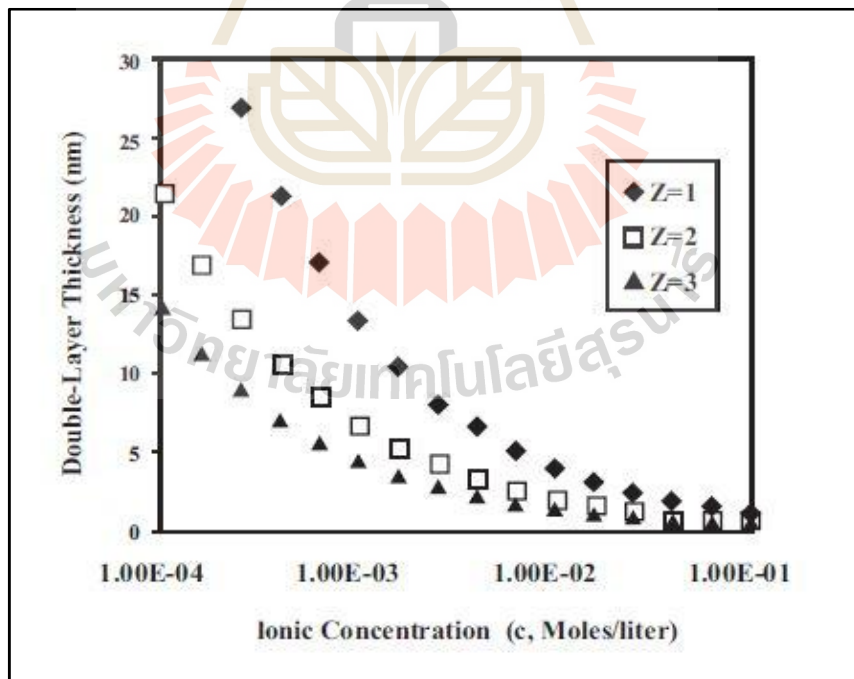
$N_A$  คือ Avogadro's number เท่ากับ  $6.02 \times 10^{23}$  particle/mole

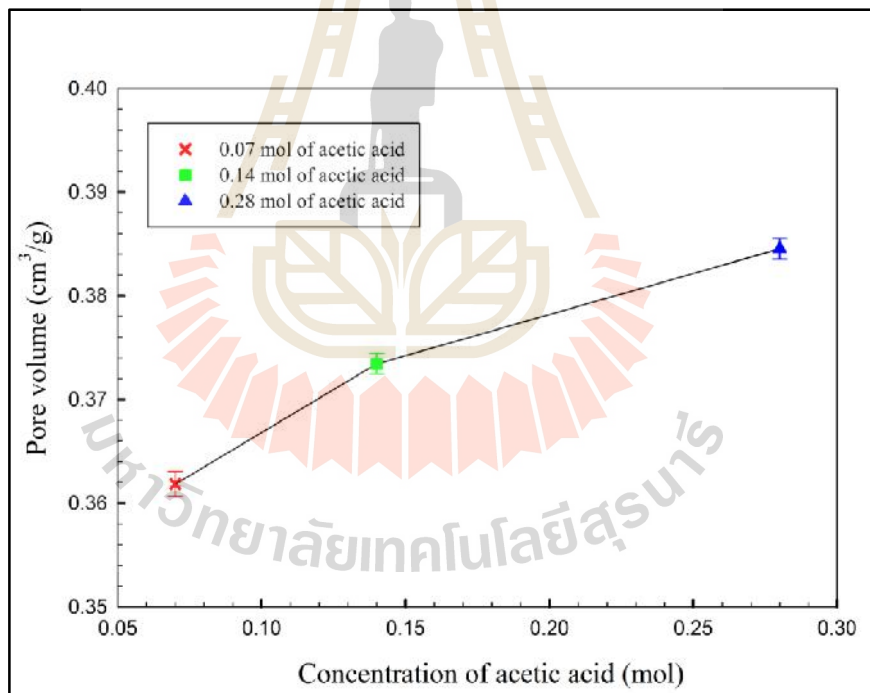
$k_B$  คือ Boltzmann's constant เท่ากับ  $1.381 \times 10^{-23}$  Joule/mole.K

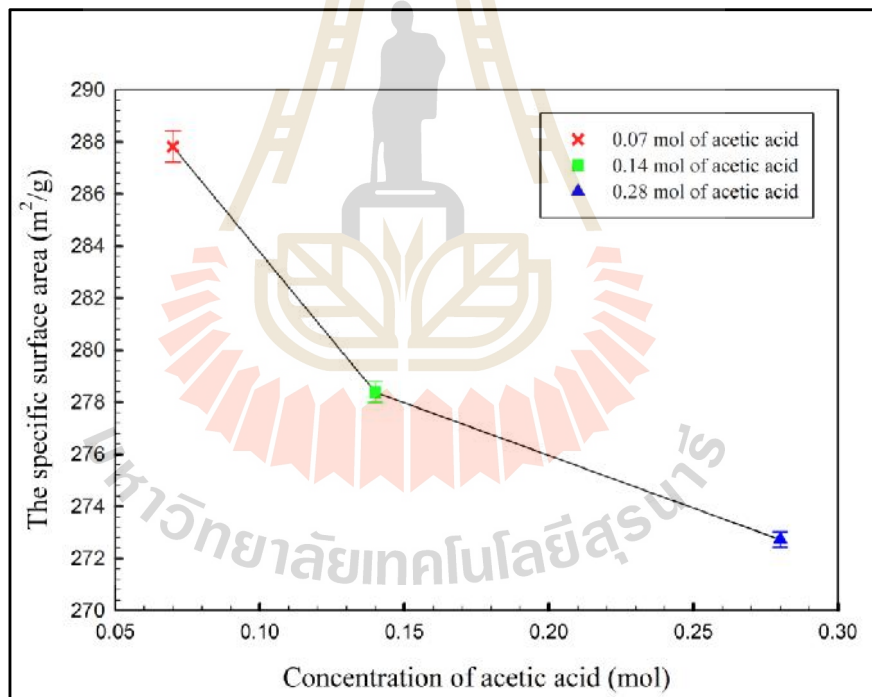
$T$  คือ อุณหภูมิ หน่วยเป็น Kelvin

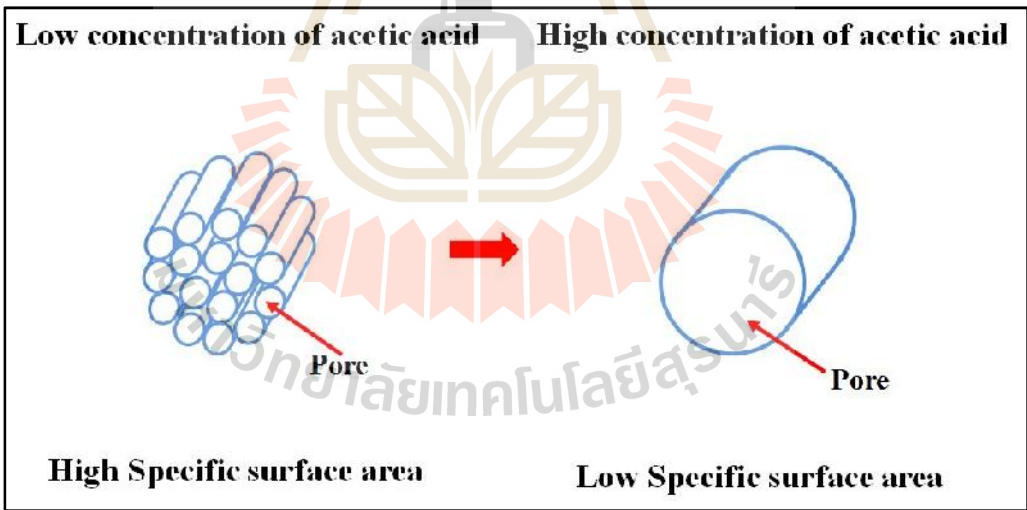
เกศมกา  
 $Z_i)$  ที่  
ปริมาตร

$N_i)$  และ  
table 1a



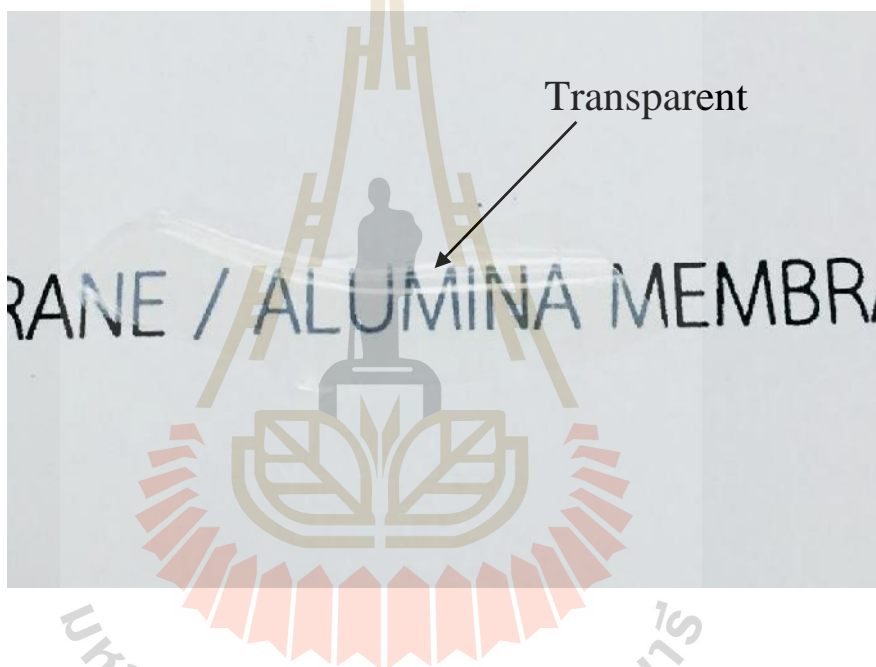






จำเพาะบริเวณรูพรุน จากรูปที่ 4.14 แสดงให้เห็นว่าการเติมกรดอะซิติกที่ปริมาณความเข้มข้นต่ำทำให้เกิดรูพรุนขนาดเล็กกระจายอยู่ทั่วบริเวณของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึด ซึ่งการที่มีรูพรุนขนาดเล็กกระจายอยู่ทั่วบริเวณเป็นจำนวนมากนั้นจะทำให้มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง เนื่องจากเกิดการรวมกันของพื้นที่ผิวจำเพาะจากรูพรุนขนาดเล็ก และเมื่อเปรียบเทียบกับกรดอะซิติกที่ปริมาณความเข้มข้นสูง ซึ่งจะได้รูพรุนที่มีขนาดใหญ่ขึ้น จะทำให้พื้นที่ผิวจำเพาะจำนวนมากที่เกิดจากการรวมกันของรูพรุนขนาดเล็กนั้นหายไปและเกิดเป็นรูพรุนขนาดใหญ่ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะลดลง

#### 4.2.6 ลักษณะทางกายภาพของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดหลังผ่านการเผาแคลไซน์



รูปที่ 4.15 ลักษณะทางกายภาพของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึด

จากรูปที่ 4.15 แสดงลักษณะทางกายภาพของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดหลังผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งจากผลการทดลองทำให้ทราบว่าลักษณะทางกายภาพของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดที่มีอัตราส่วนระหว่างปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกต่อปริมาณของสารตั้งต้น Aluminum-tri-sec-butoxide, ( $H^+$ /alkoxide mole ratio) เท่ากับ 0.07:0.1, 0.14:0.1 และ 0.28:0.1 ตามลำดับ จะมีสีของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดเป็นสีใสและมีลักษณะเป็นแผ่นฟิล์มบางที่โปร่งแสง ซึ่งสังเกตได้จากเมื่อวางอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดที่มีลักษณะเป็นแผ่นฟิล์มลงบนกระดาษ ทำให้สามารถมองเห็นถึงตัวอักษรที่อยู่ภายใต้อะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดได้

โดยการสังเคราะห์อะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดจากงานวิจัยครั้งนี้ ได้ปริมาณผลผลิตของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดในอัตราส่วนระหว่างปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกต่อปริมาณของสารตั้งต้น Aluminum-tri-sec-butoxide, ( $H^+$ /alkoxide mole ratio) เท่ากับ 0.07:0.1, 0.14:0.1 และ 0.28:0.1 ที่ Percent yield เท่ากับ 36.748 เปอร์เซ็นต์ 36.739 เปอร์เซ็นต์ และ 36.504 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

### 4.3 การศึกษาโครงสร้างจุลภาคของอะลูมินาแมมเบรนหลังผ่านการเผาแคลไซน์

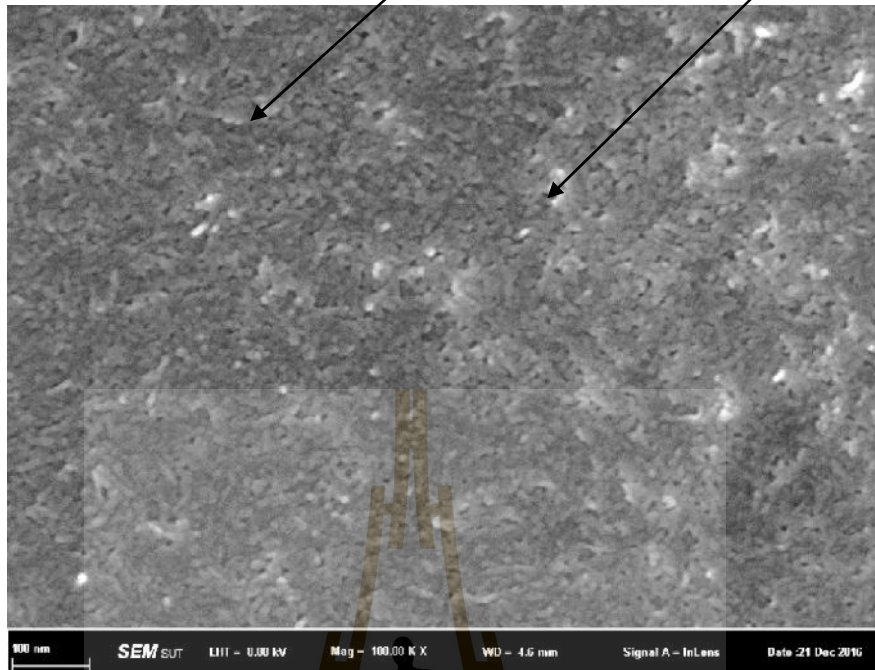
#### 4.3.1 โครงสร้างจุลภาคของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึด

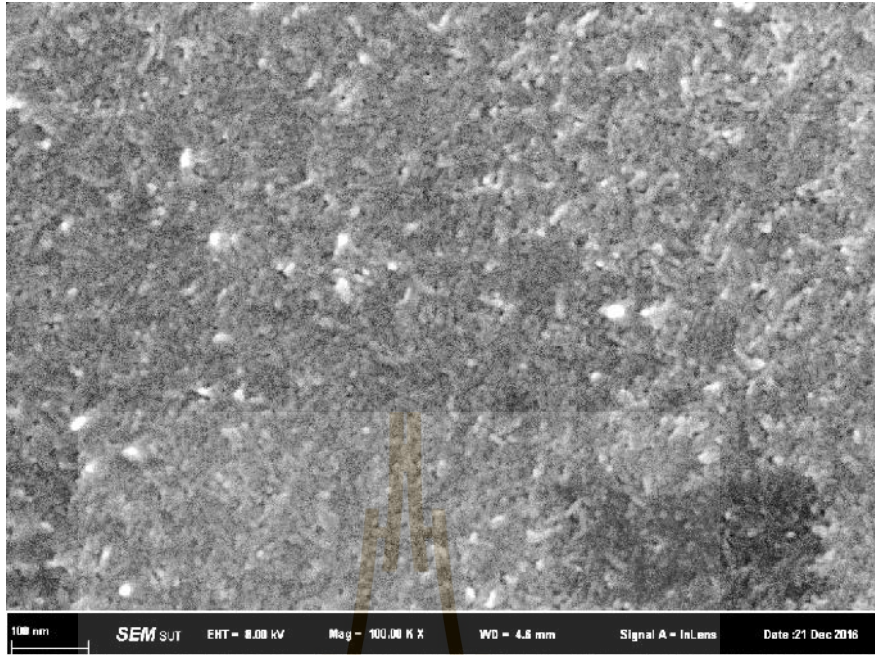
จากรูปที่ 4.16 ถึง 4.18 แสดงโครงสร้างจุลภาคของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดที่เตรียมด้วยวิธีโซลเจล โดยตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิด Field emission scanning electron microscopy (FE-SEM) ที่กำลังขยายเท่ากับ 100000 เท่า ซึ่งมีอัตราส่วนระหว่างปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกต่อปริมาณของสารตั้งต้น Aluminum-tri-sec-butoxide, ( $H^+$ /alkoxide mole ratio) เท่ากับ 0.07:0.1, 0.14:0.1 และ 0.28:0.1 ตามลำดับ โดยทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้ได้โครงสร้างที่มีรูพรุนของมิโซพอร์สแมมเบรน Xianfu et al. (2015) ซึ่งจากรูปแสดงให้เห็นถึงการกระจายขนาดของรูพรุนอยู่ในช่วงแคบที่สม่ำเสมอ และมีโครงสร้างของรูพรุนที่มีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร แต่ในเทคนิคการถ่ายภาพแบบ Field emission scanning electron microscopy (FE-SEM) ที่กำลังขยายเท่ากับ 100000 เท่า ยังมีสมรรถนะไม่เพียงพอสำหรับการแสดงให้เห็นถึงขนาดของรูพรุนที่แท้จริงของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดนี้ ดังนั้นการตรวจสอบโครงสร้างของรูพรุนจึงควรใช้เทคนิคอื่น ๆ ร่วมด้วย อย่างเช่นในงานวิจัยนี้ได้ใช้เทคนิค Brunauer emmett teller (BET) เข้าช่วยในการตรวจสอบ ซึ่งเมื่อทำการตรวจสอบด้วยเทคนิค Brunauer emmett teller (BET) จะทำให้ทราบว่า การกระจายปริมาณรูพรุนของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดอยู่ในช่วงแคบที่ให้ขนาดของรูพรุนอยู่ในช่วง 3-6 นาโนเมตร และลักษณะของกราฟ Hysteresis loops นั้นแสดงถึงไอโซเทิร์มชนิดที่ 4 ซึ่งบ่งบอกถึงลักษณะโครงสร้างของวัสดุประเภทมิโซพอร์

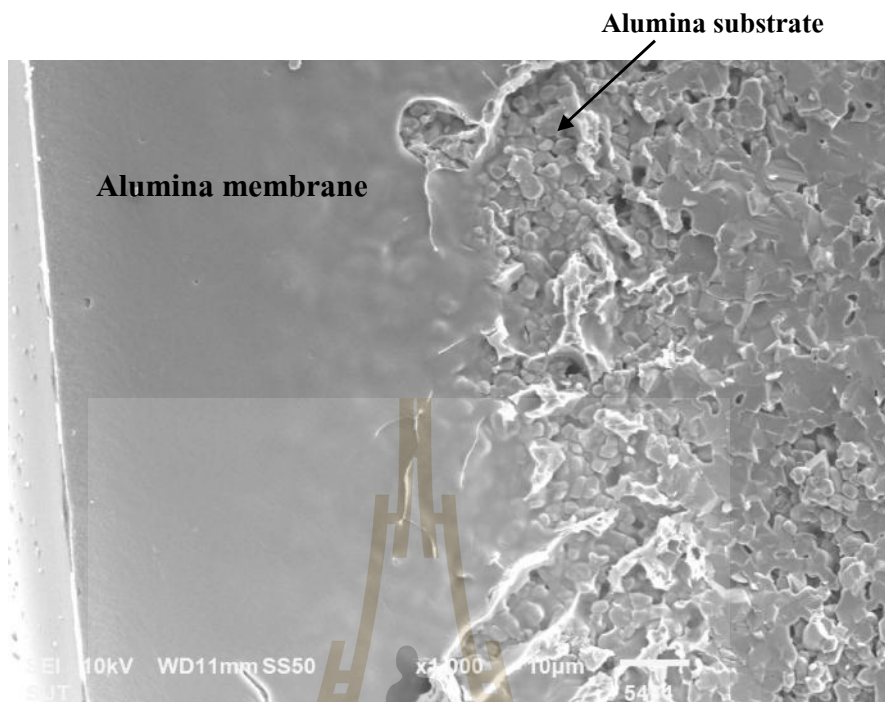


Alumina grain

Pore

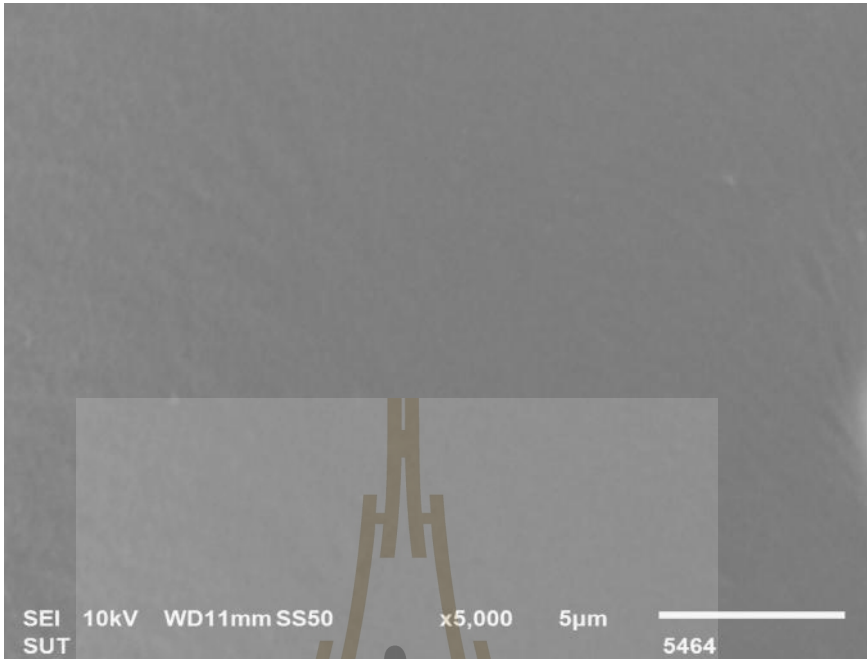


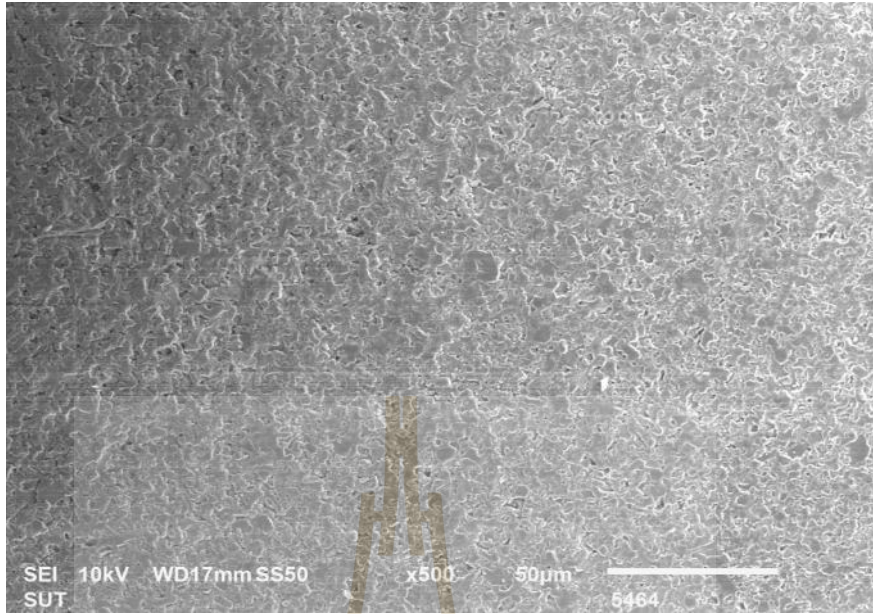




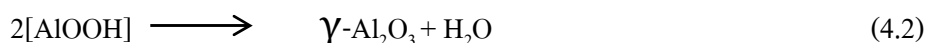
รูปที่ 4.19 โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวด้านข้างของอะลูมินาเมมเบรน (cross section) ที่เคลือบลงบนวัสดุตัวยัด

จากรูปที่ 4.19 แสดงลักษณะ โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวด้านข้างของอะลูมินาเมมเบรน ที่เคลือบลงบนพื้นผิวของวัสดุตัวยัด หลังผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที แล้วตรวจสอบ โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope) ที่กำลังขยายเท่ากับ 1000 เท่า ซึ่งแสดงให้เห็นถึงชั้นของอะลูมินาเมมเบรนที่เคลือบลงบนพื้นผิวของ วัสดุตัวยัดมีความเรียบเนียนและซึมยึดติดกับวัสดุตัวยัดได้เป็นอย่างดี โดยที่ความหนาเฉลี่ยของชั้น อะลูมินาเมมเบรนที่เคลือบลงบนพื้นผิวของวัสดุตัวยัดมีค่าเท่ากับ 50 ไมโครเมตร และขนาดรูพรุน เฉลี่ยของวัสดุตัวยัดมีค่าเท่ากับ 0.2 ไมโครเมตร

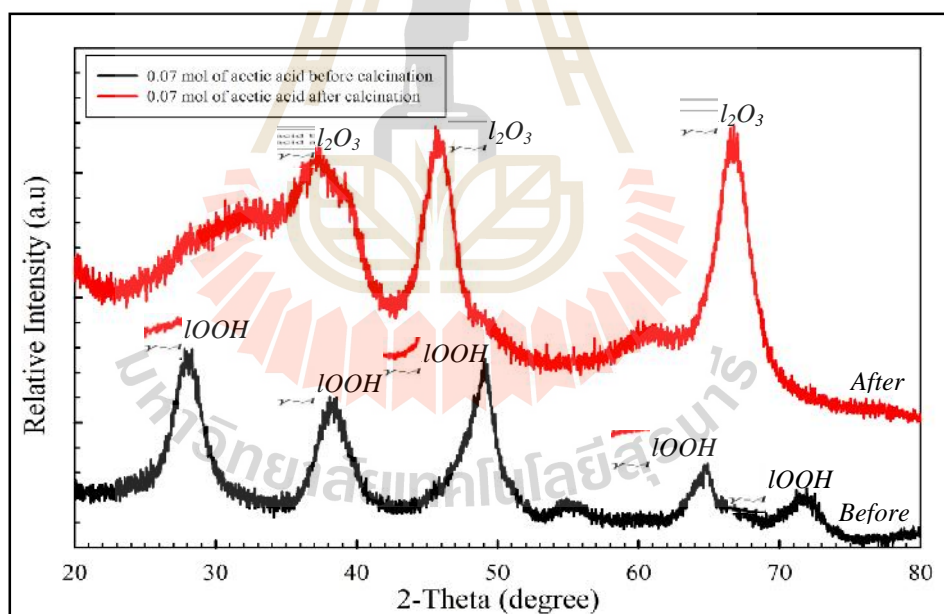




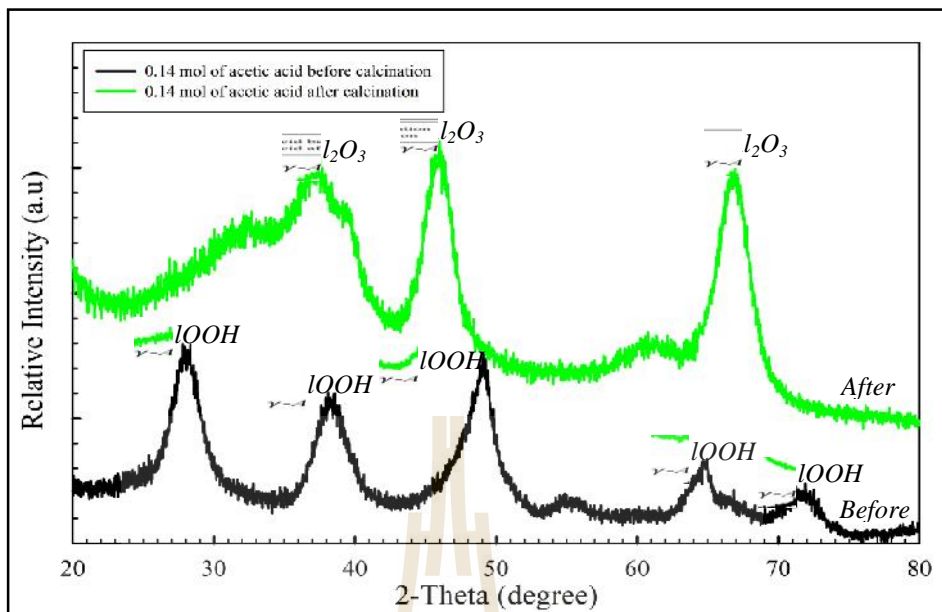
แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สารประกอบโบฮีไมต์มีการเปลี่ยนวิฤภาคเป็นสารประกอบชนิดแกมมาอะลูมินาแมมเบรน ( $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  membrane) ตามฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 10-0425 ที่ระนาบ (311), (400), (440) ซึ่งมีค่า 2-Theta (Degree) เท่ากับ  $37.60^\circ$ ,  $45.79^\circ$ ,  $66.76^\circ$  ตามลำดับ จากการศึกษาพบว่าที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส สารประกอบโบฮีไมต์จะเริ่มเปลี่ยนวิฤภาคเป็นสารประกอบชนิดแกมมาอะลูมินา ( $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ซึ่งสามารถแสดงได้ดังสมการที่ 4.2



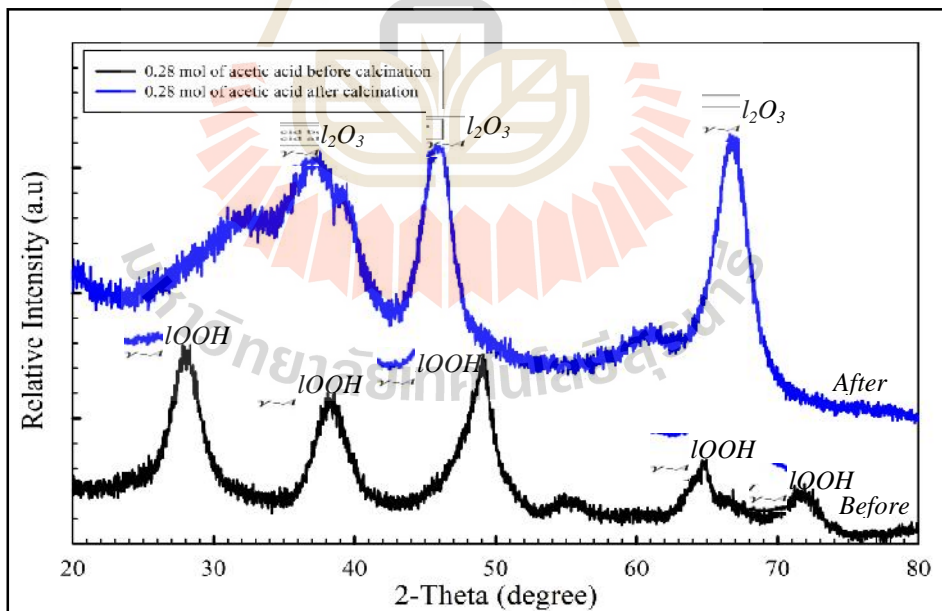
และสารประกอบโบฮีไมต์จะเปลี่ยนวิฤภาคเป็นสารประกอบชนิดแกมมาอะลูมินา ( $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) จนหมดสิ้นที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส Bleta et al. (2012) และในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยได้ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่เพียงพอสำหรับการเปลี่ยนวิฤภาคมาเป็นสารประกอบชนิดแกมมาอะลูมินาแมมเบรน ( $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) จนหมดสิ้น



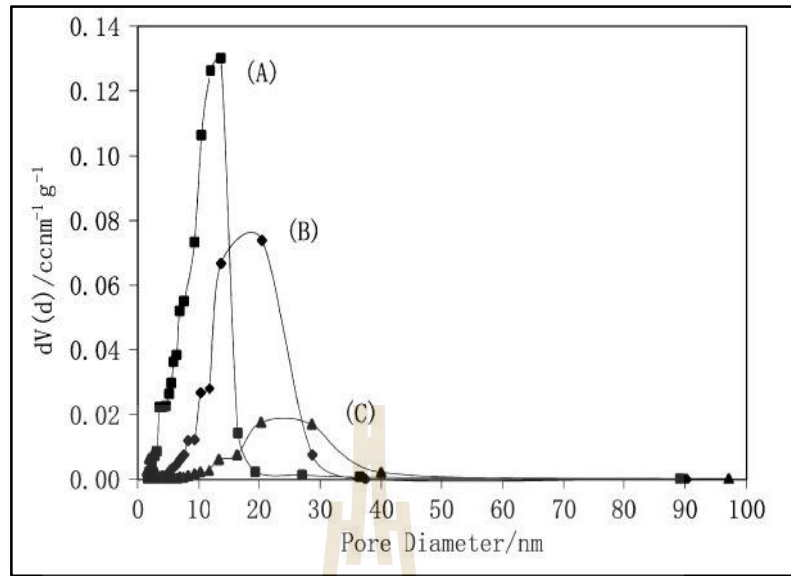
รูปที่ 4.22 ผลเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดก่อนและหลังการเผาแคลไซน์ที่ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกเท่ากับ 0.07 โมล



รูปที่ 4.23 ผลเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดก่อนและหลังการเผาแคลไซน์ที่ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกเท่ากับ 0.14 โมล

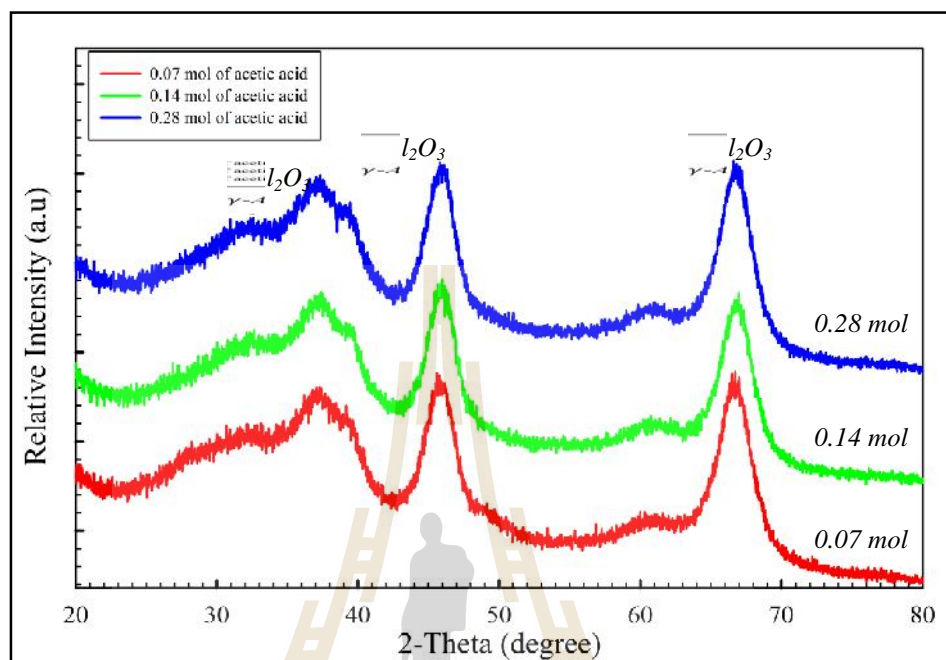


รูปที่ 4.24 ผลเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดก่อนและหลังการเผาแคลไซน์ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติก เท่ากับ 0.28 โมล





#### 4.4.2 วัฏภาคของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดหลังการเผาแคลไซน์ที่ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกเท่ากับ 0.07, 0.14 และ 0.28 โมล



รูปที่ 4.26 ผลเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดหลังการเผาแคลไซน์ที่ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกต่อปริมาณของสารตั้งต้น Aluminum-tri-sec-butoxide, เท่ากับ 0.07:0.1, 0.14:0.1 และ 0.28:0.1

จากรูปที่ 4.26 แสดงวัฏภาคของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดหลังการเผาแคลไซน์ที่ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกต่อปริมาณของสารตั้งต้น Aluminum-tri-sec-butoxide, ( $H^+/alkoxide$  mole ratio) เท่ากับ 0.07:0.1, 0.14:0.1 และ 0.28:0.1 โดยตรวจสอบด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction, XRD) ที่การสแกนค่า 2-Theta (Degree) ระหว่าง  $20^\circ$  ถึง  $80^\circ$  และ step size เท่ากับ 0.02 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดที่ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติก 0.07, 0.14 และ 0.28 โมล หลังการเผาแคลไซน์มีวัฏภาคเป็นสารประกอบชนิดแกมมาอะลูมินา ( $\gamma-Al_2O_3$ ) ที่ระนาบ (311), (400), (440) โดยมีค่า 2-Theta (Degree) เท่ากับ  $37.60^\circ$ ,  $45.79^\circ$ ,  $66.76^\circ$  ตามลำดับ ตามฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 10-0425 ซึ่งจากการวิเคราะห์ผลของเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันสามารถยืนยันได้ว่าการสังเคราะห์อะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดในงานวิจัยนี้ ได้วัฏภาคของสารประกอบชนิดแกมมาอะลูมินาซึ่งเป็นวัฏภาคที่เหมาะสมของเมมเบรนที่ใช้สำหรับการแยกแก๊ส Li. (2006)

## บทที่ 5

### บทสรุป

#### 5.1 บทนำ

การสังเคราะห์อะลูมินาแอมเบอร์นเพื่อให้ได้ขนาดของรูพรุนที่อยู่ในช่วงมีโซพอร์สและมีลักษณะการกระจายปริมาณรูพรุนที่มีขนาดของรูพรุนอยู่ในช่วงแคบเพื่อให้ได้สมบัติที่เหมาะสมสำหรับการแยกแก๊ส โดยมุ่งเน้นศึกษาปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่เติมลงในสารละลายโบฮีไมต์ที่มีผลต่อสมบัติและลักษณะเฉพาะของสารละลายและอะลูมินาแอมเบอร์นที่ปราศจากตัวยึด โดยการสังเคราะห์ด้วยวิธีโซลเจล ซึ่งสามารถสรุปผลการวิจัยได้ดังต่อไปนี้

#### 5.2 สารละลายโบฮีไมต์

จากการเตรียมสารละลายโบฮีไมต์ด้วยวิธีโซลเจล ซึ่งมีอัตราส่วนระหว่างปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกต่อปริมาณของสารตั้งต้น Aluminum-tri-sec-butoxide, ( $H^+$ /alkoxide mole ratio) เท่ากับ 0.07:0.1, 0.14:0.1 และ 0.28:0.1 จากผลการทดลองพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกจะส่งผลให้สารละลายโบฮีไมต์มีสมบัติดังนี้

5.2.1 สารละลายโบฮีไมต์มีค่าความเป็นกรดเพิ่มขึ้นเนื่องจากกรดอะซิติกมีสมบัติเป็นกรด เมื่อเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกลงในปฏิกิริยาจึงส่งผลให้สารละลายโบฮีไมต์สะสมค่าความเป็นกรดเพิ่มมากขึ้น ซึ่งมีผลต่อสมบัติของอะลูมินาแอมเบอร์นที่ปราศจากตัวยึด โดยที่ขนาดและปริมาณของรูพรุนเพิ่มมากขึ้น ในขณะที่พื้นที่ผิวจำเพาะลดลง

5.2.2 สารละลายโบฮีไมต์มีค่าความหนืดลดลง เนื่องจากกรดอะซิติกมีสมบัติเป็นสารช่วยในการกระจายตัวของอนุภาค (Peptizing agent) หรือในทางเซรามิกเรียกว่าสาร Deflocculant เมื่อเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกเพิ่มขึ้นจะส่งผลให้อนุภาคภายในสารละลายโบฮีไมต์มีศักย์ไฟฟ้าเซต้า (Zeta Potential) สูงขึ้นจะทำให้อนุภาคภายในสารละลายสามารถกระจายตัวและแขวนลอยได้อย่างเสถียรเพิ่มมากขึ้นส่งผลให้ค่าความหนืดของสารละลายโบฮีไมต์ลดลง

5.2.3 สารละลายโบฮีไมต์มีขนาดอนุภาคเล็กลง เนื่องจากกรดอะซิติกมีสมบัติเป็นสารช่วยในการกระจายตัวของอนุภาค เมื่อเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติก ปริมาณความเข้มข้นของไอออนและประจุของไอออนจะสูงขึ้น ทำให้ความหนาของ Double layer หนาขึ้น ส่งผล

ให้ระยะห่างระหว่างอนุภาคโบฮีไมต์มีระยะที่ห่างกันมากขึ้น ซึ่งทำให้อนุภาคของสารละลายโบฮีไมต์ไม่เกิดการจับกันเป็นกลุ่มก้อน (Agglomeration) และเพิ่มประสิทธิภาพให้อนุภาคของสารละลายโบฮีไมต์สามารถแยกตัวออกจากกันได้มากขึ้นจึงทำให้สารละลายโบฮีไมต์มีขนาดของอนุภาคเล็กลง

### 5.3 อะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึด

จากการสังเคราะห์อะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึด โดยการเตรียมให้เป็นสารละลายโบฮีไมต์ ด้วยวิธีโซลเจล ซึ่งมีอัตราส่วนระหว่างปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกต่อปริมาณของสารตั้งต้น Aluminum-tri-sec-butoxide, ( $H^+$ /alkoxide mole ratio) เท่ากับ 0.07:0.1, 0.14:0.1 และ 0.28:0.1 จากผลการทดลองพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกจะส่งผลให้อะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดมีสมบัติดังนี้

5.3.1 โครงสร้างจุลภาคของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดที่เตรียมด้วยวิธีโซลเจล และผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าที่โครงสร้างจะมีรูพรุนแบบมีโซพอร์สเมมเบรน ซึ่งมีลักษณะการกระจายขนาดของรูพรุนอยู่ในช่วงแคบที่สม่ำเสมอ และรูพรุนมีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร

5.3.2 วัฏภาคของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดที่ใช้ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกเท่ากับ 0.07, 0.14 และ 0.28 โมล หลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส จะได้วัฏภาคเป็นสารประกอบชนิดแกมมาอะลูมินาเมมเบรน ( $\gamma$ - $Al_2O_3$  membrane)

5.3.3 ชนิดไอโซเทิร์มของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดที่แสดงด้วยลักษณะของกราฟ Hysteresis loops นั้นแสดงถึงไอโซเทิร์มชนิดที่ 4 ซึ่งบ่งบอกถึงลักษณะโครงสร้างของวัสดุประเภทมีโซพอร์สเมมเบรน

5.3.4 ลักษณะการกระจายปริมาณรูพรุนของอะลูมินาเมมเบรนที่ปราศจากตัวยึด มีขนาดของรูพรุนอยู่ในช่วงแคบ โดยมีขนาดของรูพรุนอยู่ในช่วง 3-6 นาโนเมตร ซึ่งเป็นขนาดของรูพรุนในช่วงมีโซพอร์สเมมเบรน โดยขนาดของรูพรุนในช่วงมีโซพอร์สเมมเบรนนี้เป็นลักษณะที่เหมาะสมซึ่งสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในงานการคัดแยกสารที่มีโมเลกุลขนาดเล็กได้อย่างเช่น ในอุตสาหกรรมการคัดแยกแก๊ส เป็นต้น

5.3.5 ปริมาณและค่าเฉลี่ยของขนาดรูพรุนมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกลงในสารละลายโบฮีไมต์ จะเป็นการเพิ่มประจุลบ  $CH_3COO^-$  และประจุบวก  $H^+$  บนผิวของอนุภาคโบฮีไมต์ ส่งผลให้ความหนาของ Double layer นั้นหนาขึ้น ซึ่งทำให้อนุภาคโบฮีไมต์มี

ระยะห่างจากกันมากขึ้น เมื่อผ่านการเผาแคลไซน์ จะทำให้อะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดนั้นมีขนาดของรูพรุนที่กว้างขึ้นส่งผลให้ปริมาณของรูพรุนเพิ่มขึ้น

5.3.6 พื้นที่ผิวสัมผัสจำเพาะลดลง เนื่องจากเมื่อเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติก ปริมาณความเข้มข้นของไอออนและประจุของไอออนจะสูงขึ้น ซึ่งทำให้ความหนาของ Double layer หนาขึ้นและส่งผลให้ระยะห่างระหว่างอนุภาคโบฮีไมต์มีระยะที่ห่างกันมากขึ้น ซึ่งการที่อนุภาคโบฮีไมต์มีระยะที่ห่างกัน เมื่อถึงขั้นตอนการเผาแคลไซน์เกิดการเปลี่ยนแปลงขนาดของรูพรุนจากรูพรุนขนาดเล็กเป็นรูพรุนที่มีขนาดใหญ่ขึ้น ทำให้พื้นที่ผิวจำเพาะจำนวนมากที่เกิดจากการรวมตัวของรูพรุนขนาดเล็กนั้นหายไป เกิดเป็นรูพรุนขนาดใหญ่ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะลดลง

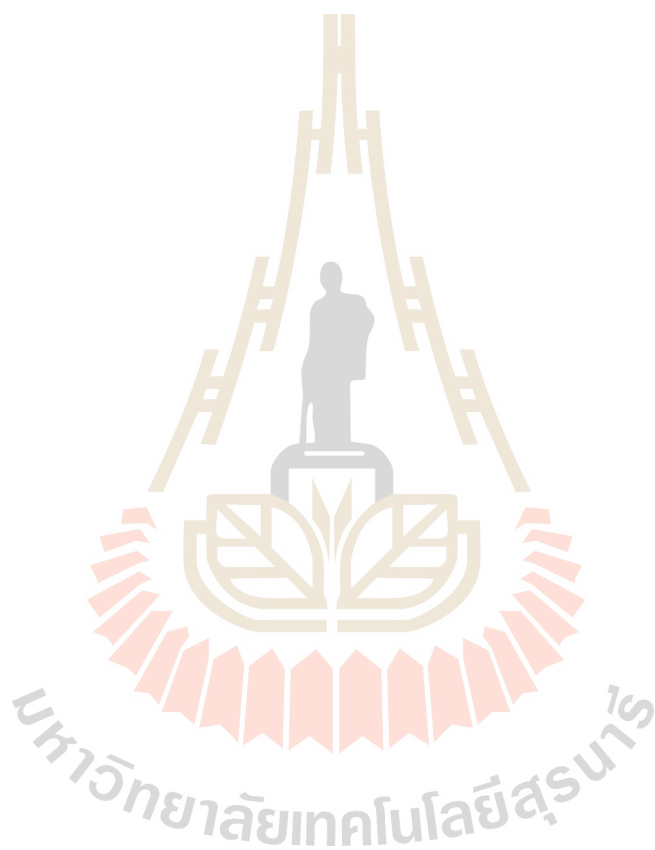
จากการวิจัยครั้งนี้สรุปได้ว่า การเติมปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกซึ่งมีสมบัติเป็นสารช่วยในการกระจายตัวของอนุภาคลงในสารละลายโบฮีไมต์จะต้องมีปริมาณที่เหมาะสม โดยไม่ทำให้อนุภาคของสารละลายโบฮีไมต์เกิดการจับกันเป็นกลุ่มก้อน ซึ่งในการทดลองของผู้วิจัยได้ใช้อัตราส่วนระหว่างปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกต่อปริมาณของสารตั้งต้น Aluminum-tri-sec-butoxide, ( $H^+$ /alkoxide mole ratio) เท่ากับ 0.07:0.1, 0.14:0.1 และ 0.28:0.1 และขนาดประจุของไอออนเท่ากับ +1 และ -1 ซึ่งเป็นสถานะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมอะลูมินาแมมเบรนที่ปราศจากตัวยึดให้มีการกระจายปริมาณของรูพรุนในช่วงแคบและมีขนาดของรูพรุนเฉลี่ยอยู่ในช่วงมีโซพอร์สแมมเบรน และสถานะที่เหมาะสมที่สุดของปฏิกิริยาไฮเจลสำหรับการเตรียมอะลูมินา มีโซพอร์สแมมเบรนนี้มีอัตราส่วนระหว่างปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกต่อปริมาณของสารตั้งต้น Aluminum-tri-sec-butoxide, ( $H^+$ /alkoxide mole ratio) เท่ากับ 0.07:0.1 เนื่องจากให้ขนาดและปริมาณของรูพรุนที่น้อยที่สุดและมีพื้นที่ผิวจำเพาะมากที่สุด ซึ่งเป็นสถานะที่เหมาะสมของแมมเบรนที่ใช้สำหรับการคัดแยกแก๊ส

## 5.4 ข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้ สามารถปรับปรุงและศึกษาขั้นต่อไปได้ดังนี้

1. ศึกษาการนำสถานะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมสารละลายโบฮีไมต์ เพื่อใช้งานที่สถานะการใช้งานจริงเมื่อนำไปเคลือบบนพื้นผิวของวัสดุตัวยึดซึ่งมีสมบัติเป็นวัสดุตัวกรองที่มีลักษณะเป็นแท่งหรือแผ่น อย่างเช่น Alumina tube
2. ศึกษาสถานะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมอะลูมินาแมมเบรน โดยใช้สารช่วยในการกระจายตัวของอนุภาคชนิดอื่นๆเพื่อให้ได้แมมเบรนที่มีสมบัติที่ดีหรือเหมาะสมต่อการใช้งานในการคัดแยกแก๊สต่อไป

3. สามารถนำสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมอะลูมินาแมมเบรนนีไปพัฒนาต่อด้วยการนำชั้นของแมมเบรนที่มีขนาดของรูพรุนที่เล็กกว่ามาเคลือบลงบนผิวของอะลูมินาแมมเบรนที่เตรียมได้ เพื่อใช้ในการทำแมมเบรนสำหรับการแยกของเหลว อย่างเช่น การแยกแกลกโตสออกจากน้ำนมวัวเพื่อช่วยให้ผู้แพ้นมวัวสามารถดื่มนมได้



## รายการอ้างอิง

- สุธรรม ศรีห่มสัก. (2549). การทำให้อนุภาคเซรามิกแขวนลอยอย่างเสถียรในน้ำสลิป I. วารสารเทคโนโลยีสุรนารี. 13(3): 259-270.
- สุธรรม ศรีห่มสัก. (2549). การทำให้อนุภาคเซรามิกแขวนลอยอย่างเสถียรในน้ำสลิป II. วารสารเทคโนโลยีสุรนารี. 13(3): 271-283.
- Ahmad, A.L., Idrus, N.F., and Othman, M.R. (2005). Preparation of perovskite alumina ceramic membrane using sol-gel method. *Journal of Membrane Science*. 262: 129-137.
- Amanipour, M., Safekordi, A., Babakhani, E.G., Zamaniyan, A., and Heidari, M. (2012). Effect of synthesis conditions on performance of a hydrogen selective nano-composite ceramic membrane. *International journal of hydrogen energy*. 7: 15359-15366.
- Benfer, S., Popp, U., Richter, H., Siewert, C., and Tomandl, G. (2001). Development and characterization of ceramic nanofiltration membranes. *Separation and Purification Technology (22-23)*: 231-237.
- Bleta, R., Alphonse, P., Pin, L., Gressier, M., and Menu, M.J. (2012). An efficient route to aqueous phase synthesis of nanocrystalline  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> with high porosity: From stable boehmite colloids to large pore mesoporous alumina. *Journal of Colloid and Interface Science*. 367: 120-128.
- Carty, W.M. (1998). *Ceramic Laboratory III Manual CES205 Introduction to Ceramic Powder Processing*. New York State College of Ceramics at Alfred University. 1-35.
- Das, N., and Maiti, H.S. (2009). Ceramic membrane by tape casting and sol-gel coating for microfiltration and ultrafiltration application. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 70: 1395-1400.
- Grant, S.M., and Jaroniec, M. (2012). Effect of acid concentration on pore size in polymer-templated mesoporous alumina. *Journal of Materials Chemistry*. 22: 86.

- Hsieh, H.P., Bhave, R.R., and Fleming, H.L. (1988). Microporous alumina membranes. *Journal of Membrane Science*. 39(3): 221–241.
- Koros, W.J., Ma, Y.H., and Shimidzu, T. (1996). Terminology for membranes and membrane processes. *Pure and Applied Chemistry*. 68(7): 1479–1489.
- Kosmulski, M. (2002). Chemical properties of material surfaces. *Journal of the American Chemical Society*. 124: 1127-1127.
- Kunde, G., and Yadav, G. (2016). Sol–gel synthesis and characterization of defect-free alumina films and its application in the preparation of supported ultrafiltration membranes. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. 77: 266–277.
- Lewis, J.A. (2000). Colloidal Processing of Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*. 83(10): 2341–2359.
- Li, J., Wang, X., Wang, L., Hao, Y., Huang, Y., Zhang, Y., Sun, X., and Liu, X. (2006). Preparation of alumina membrane from aluminium chloride. *Journal of Membrane Science*. 275: 6-11.
- Li, K. (2007). *Ceramic Membrane for Separation and Reaction*. John Wiley & Sons Ltd. London.
- Li, H., Schygulla, U., Hoffmann, J., Niehof, P., Haas-Santo, K., and Dittmeyer, R. (2014). Development and characterization of ceramic nanofiltration membranes. *Chemical Engineering Science*. 108: 94–102
- Reed, J.S. (1995). *Principles of Ceramics Processing*. 2<sup>nd</sup> ed. John Wiley & Sons. New York. 137-171.
- Srilomsak. (2006). Stabilization of Ceramic Slips I. *Suranaree Journal of Science and Technology*. 13(3): 259-270.
- Srilomsak. (2006). Stabilization of Ceramic Slips II. *Suranaree Journal of Science and Technology*. 13(3): 268-281.
- Sing, K. S. W., Everett, D.H., Haul, R.A.W., Moscou, L., Pierotti, R.A., Rouquerol, J. and Siemieniewska, T. (1985). *International union of pure and applied chemistry* 57: 603.
- Vos, R.M.D., and Verweij H. (1998). Improved performance of silica membranes for gas separation. *Journal of Membrane Science*. 143(1–2): 37–51.

- Xianfu, C., Wei, Z., Yuqing, L., Yuanyuan, C., Minghui, Q., and Yiqun, F. (2015). Preparation of high-flux  $\gamma$ -alumina nanofiltration membranes by using a modified sol-gel method. *Microporous Mesoporous Mater.* 1-9.
- Yuan, Q., Yin, A.X., Luo, C., Sun, L.D., Zhang, Y.W., Duan, W.T., Liu, H.C., and Yan, C.H. (2008). Facile synthesis for ordered mesoporous  $\gamma$ -Aluminas with high thermal stability. *American Chemical Society.* 130: 3465-3472.







ภาคผนวก ก

แสดงวิธีการคำนวณส่วนผสมสำหรับการเตรียมสารละลายโพลิไมต์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

### ภาคผนวก ก

#### แสดงวิธีการคำนวณส่วนผสมสำหรับการเตรียมสารละลายโบฮีไมต์

รายละเอียดของการเตรียมสารละลายโบฮีไมต์ด้วยวิธีโซลเจลมีขั้นตอนดังต่อไปนี้  
กำหนดให้

1. นำสารตั้งต้น Aluminum-tri-sec-butoxide ปริมาณ 0.1 โมล (24.6 กรัม) และเอทานอล ปริมาณ 3 มิลลิลิตร ผสมให้เป็นสารละลายเนื้อเดียวกัน
2. นำน้ำที่ปราศจากไอออนปริมาณ 500 มิลลิลิตร เติมลงไปนในสารละลายที่เตรียมไว้
3. เติมกรดอะซิติก ลงในสารละลายที่ปริมาณความเข้มข้นต่างๆกันสำหรับแต่ละการทดลอง
4. เติมกลีเซอรอลปริมาณ 0.5 มิลลิลิตร ลงในสารละลาย

ตาราง ก.1 แสดงข้อมูลของสารเคมีที่ใช้สำหรับการเตรียมสารละลายโบฮีไมต์ด้วยวิธีโซลเจล

ชื่อสารเคมี	สูตรเคมี	มวลโมเลกุล (กรัมต่อโมล)	ความหนาแน่น (กรัมต่อลูกบาศก์ เซนติเมตร)
Aluminum-tri-sec-butoxide	$\text{Al}[\text{OCH}(\text{CH}_3)\text{C}_2\text{H}_5]_3$	246.33	0.967
Acetic acid	$\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$	60.05	1.049
Ethanol	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	46.07	0.789
Glycerol	$\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$	92.09	1.261
Deionized water	$\text{H}_2\text{O}$	18.01	1.000

ตาราง ก.2 ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่เติมลงในสารละลาย

ตัวแปร	การทดลอง		
	1	2	3
ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกต่อปริมาณของสารตั้งต้น Aluminum-tri-sec-butoxide ( $\text{H}^+$ /alkoxide mole ratios), (X:0.1)	0.07	0.14	0.28

จากการพิจารณารายละเอียดของขั้นตอนการทดลองข้างต้น ทำให้ทราบว่าในขั้นตอนที่ 3 จำเป็นต้องแปลงหน่วยปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกจากโมลให้เป็นมิลลิลิตรเพื่อความสะดวกในการเตรียมสารละลาย โดยสามารถแสดงวิธีทำได้ดังนี้

1. ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกเท่ากับ 0.07 โมล

วิธีทำ เปลี่ยนจากหน่วยโมล  $\longrightarrow$  กรัม  $\longrightarrow$  มิลลิลิตร

ขั้นตอนที่ 1 เปลี่ยนจากหน่วยโมลเป็นกรัม

จากสูตร มวล (กรัม) = จำนวนโมล (โมล) x มวลโมเลกุล (กรัมต่อโมล)

$$\text{มวล (กรัม)} = 0.07 \text{ โมล} \times 60.05 \text{ กรัมต่อโมล}$$

$$\text{มวล} = 4.2035 \text{ กรัม}$$

ขั้นตอนที่ 2 เปลี่ยนจากหน่วยกรัมเป็นมิลลิลิตร

จากสูตร ปริมาตร (มิลลิลิตร) = มวล (กรัม) / ความหนาแน่น (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

$$\text{ปริมาตร (มิลลิลิตร)} = 4.2035 \text{ กรัม} / 1.049 \text{ กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร}$$

$$\text{ปริมาตร} = 4.0071 \text{ มิลลิลิตร}$$

ดังนั้น ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่ต้องเติมลงในสารละลายเท่ากับ 4.0071 มิลลิลิตร

2. ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกเท่ากับ 0.14 โมล

วิธีทำ เปลี่ยนจากหน่วยโมล  $\longrightarrow$  กรัม  $\longrightarrow$  มิลลิลิตร

ขั้นตอนที่ 1 เปลี่ยนจากหน่วยโมลเป็นกรัม

จากสูตร มวล (กรัม) = จำนวนโมล (โมล) x มวลโมเลกุล (กรัมต่อโมล)

$$\text{มวล (กรัม)} = 0.14 \text{ โมล} \times 60.05 \text{ กรัมต่อโมล}$$

$$\text{มวล} = 8.0470 \text{ กรัม}$$

ขั้นตอนที่ 2 เปลี่ยนจากหน่วยกรัมเป็นมิลลิลิตร

จากสูตร ปริมาตร (มิลลิลิตร) = มวล (กรัม) / ความหนาแน่น (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

$$\text{ปริมาตร (มิลลิลิตร)} = 8.0470 \text{ กรัม} / 1.049 \text{ กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร}$$

$$\text{ปริมาตร} = 8.8189 \text{ มิลลิลิตร}$$

ดังนั้น ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่ต้องเติมลงในสารละลายเท่ากับ 8.8189 มิลลิลิตร

### 3. ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกเท่ากับ 0.28 โมล

วิธีทำ เปลี่ยนจากหน่วยโมล  $\longrightarrow$  กรัม  $\longrightarrow$  มิลลิลิตร

ขั้นตอนที่ 1 เปลี่ยนจากหน่วยโมลเป็นกรัม

จากสูตร มวล (กรัม) = จำนวนโมล (โมล) x มวลโมเลกุล (กรัมต่อโมล)

$$\text{มวล (กรัม)} = 0.28 \text{ โมล} \times 60.05 \text{ กรัมต่อโมล}$$

$$\text{มวล} = 16.8140 \text{ กรัม}$$

ขั้นตอนที่ 2 เปลี่ยนจากหน่วยกรัมเป็นมิลลิลิตร

จากสูตร ปริมาตร (มิลลิลิตร) = มวล (กรัม) / ความหนาแน่น (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

$$\text{ปริมาตร (มิลลิลิตร)} = 16.8140 \text{ กรัม} / 1.049 \text{ กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร}$$

$$\text{ปริมาตร} = 17.6379 \text{ มิลลิลิตร}$$

ดังนั้น ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกที่ต้องเติมลงในสารละลายเท่ากับ 17.6379 มิลลิลิตร

จากการคำนวณส่วนผสมสำหรับการเตรียมสารละลายโบฮีไมต์สามารถสรุปได้ดังนี้

ตาราง ก.3 แสดงข้อมูลปริมาณสารเคมีที่ใช้สำหรับการเตรียมสารละลายโบฮีไมต์ด้วยวิธีโซลเจล

ปริมาณส่วนผสม	การทดลอง		
	1	2	3
Aluminum-tri-sec-butoxide (กรัม)	0.07	0.14	0.28
Acetic acid (มิลลิลิตร)	4.0071	8.8189	17.6379
Ethanol (มิลลิลิตร)	3	3	3
Glycerol (มิลลิลิตร)	0.5	0.5	0.5
Deionized water (มิลลิลิตร)	500	500	500



ภาคผนวก ข

แสดงวิธีการคำนวณค่าความหนืดของสารละลายโพลีไมต์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

### ภาคผนวก ข

#### แสดงวิธีการคำนวณค่าความหนืดของสารละลายโบฮีไมต์

การตรวจสอบความหนืดของสารละลายโบฮีไมต์ทำได้โดยนำเวลาที่บันทึกได้จากผลการทดลอง มาเข้าสู่สูตรคำนวณค่าความหนืดด้วยหลอดแก้วรูเล็กชนิด Cannon-Fenske ซึ่งมีขั้นตอนการคำนวณดังนี้

ขั้นตอนที่ 1 นำเวลาที่บันทึกได้มาคำนวณค่าความหนืดดังสมการที่ 3.1 ซึ่งเป็นสมการสำหรับการคำนวณค่าความหนืดที่วัดด้วยหลอดแก้วรูเล็กชนิด Cannon-Fenske

$$\epsilon = C * t(1 - B * [T_T - T_F]) \quad (3.1)$$

กำหนดให้

$$\epsilon = \text{Kinematic viscosity, (cSt = mm}^2/\text{s)}$$

$$C = \text{Calibration constant of the viscometer, (cSt/s)}$$

$$t = \text{Mean flow time, (s)}$$

$$B = \text{Constant value for correction}$$

$$T_T = \text{Testing Temperature, (}^\circ\text{C)}$$

$$T_F = \text{Filling Temperature, (}^\circ\text{C)}$$

\*หมายเหตุ ค่าคงที่ C และ B ขึ้นกับขนาดของหลอดแก้ว ดังแสดงในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 ค่าคงที่ C และ B ของหลอดแก้วรูเล็กชนิด Cannon-Fenske

Tube Number	C value (cSt/s)	B value (1/°C)
75	0.0076	$76 * 10^{-6}$

ขั้นตอนที่ 2 เนื่องจากการรายงานผลข้อมูลนิยมใช้การรายงานความหนืดแบบไดนามิก ดังนั้นจึงแปลงความหนืดคิเนมาติก (Kinematic, cSt) ให้เป็นความหนืดไดนามิก (Dynamic, mPa.s) ด้วยสมการ ที่ 3.2

$$y = \epsilon * \dots * 10^{-3} \quad (3.2)$$

กำหนดให้

$$y = \text{Dynamic viscosity, (mPa.s)}$$

$$\dots = \text{Density, (kg/m}^3\text{)}$$

$$\epsilon = \text{Kinematic viscosity, (mm}^2/\text{s)}$$

ตาราง ข.1 แสดงค่าตัวแปรที่ใช้สำหรับการคำนวณ

ตัวแปร	ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติก		
	0.07	0.14	0.28
เวลาที่บันทึกได้จากผลการทดลอง (วินาที)	174	154	142
$T_T$ = Testing Temperature, ( $^{\circ}\text{C}$ )	25		
$T_F$ = Filling Temperature, ( $^{\circ}\text{C}$ )	25		
$\dots$ = Density of solution, ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )	1003.5		

จากขั้นตอนที่กล่าวมาข้างต้นสามารถคำนวณค่าความหนืดได้ดังนี้

### 1. ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกเท่ากับ 0.07 โมล

เมื่อเวลาที่บันทึกได้จากผลการทดลองเท่ากับ 174 วินาที

วิธีทำ แทนค่าเวลาเท่ากับ 174 วินาที ลงในสมการที่ 3.1 เพื่อหาความหนืดคิเนมาติก

(Kinematic, cSt)

$$\epsilon = C * t(1 - B * [T_T - T_F]) \quad (3.1)$$

$$\epsilon = 0.0076 * 174(1 - 76 * 10^{-6} * [25 - 25])$$

$$\epsilon = 1.3224 \text{ cSt}$$

แปลงความหนืดคิเนมาติก (Kinematic, cSt) ให้เป็นความหนืดไดนามิก (Dynamic, mPa.s)

ด้วยสมการ ที่ 3.2

$$y = \epsilon * \dots * 10^{-3} \quad (3.2)$$

$$y = 1.3224 * 1003.5 * 10^{-3}$$

$$y = 1.3270 \text{ mPa.s}$$

ดังนั้น ความหนืดไดนามิกของสารละลายโพรพิลีนไกลีคอลที่ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติก 0.07 โมล มีค่าเท่ากับ 1.3270 mPa.s

### 2. ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกเท่ากับ 0.14 โมล

เมื่อเวลาที่บันทึกได้จากผลการทดลองเท่ากับ 154 วินาที

วิธีทำ แทนค่าเวลาเท่ากับ 154 วินาที ลงในสมการที่ 3.1 เพื่อหาความหนืดคิเนมาติก

(Kinematic, cSt)

$$\epsilon = C * t(1 - B * [T_T - T_F]) \quad (3.1)$$

$$\epsilon = 0.0076 * 154 (1 - 76 * 10^{-6} * [25 - 25])$$

$$\epsilon = 1.1704 \text{ cSt}$$

แปลงความหนืดคิเนมาติก (Kinematic, cSt) ให้เป็นความหนืดไดนามิก (Dynamic, mPa.s)

ด้วยสมการ ที่ 3.2

$$y = \epsilon * \dots * 10^{-3} \quad (3.2)$$

$$y = 1.1704 * 1003.5 * 10^{-3}$$

$$y = 1.1745 \text{ mPa.s}$$

ดังนั้น ความหนืดไดนามิกของสารละลายโบฮีไมต์ที่ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติก 0.14 โมล มีค่าเท่ากับ 1.1745 mPa.s

3. ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติกเท่ากับ 0.28 โมล

เมื่อเวลาที่บันทึกได้จากผลการทดลองเท่ากับ 142 วินาที

วิธีทำ แทนค่าเวลาเท่ากับ 142 วินาที ลงในสมการที่ 3.1 เพื่อหาความหนืดคิเนมาติก

(Kinematic, cSt)

$$\epsilon = C * t (1 - B * [T_T - T_F]) \quad (3.1)$$

$$\epsilon = 0.0076 * 142 (1 - 76 * 10^{-6} * [25 - 25])$$

$$\epsilon = 1.0792 \text{ cSt}$$

แปลงความหนืดคิเนมาติก (Kinematic, cSt) ให้เป็นความหนืดไดนามิก (Dynamic, mPa.s)

ด้วยสมการ ที่ 3.2

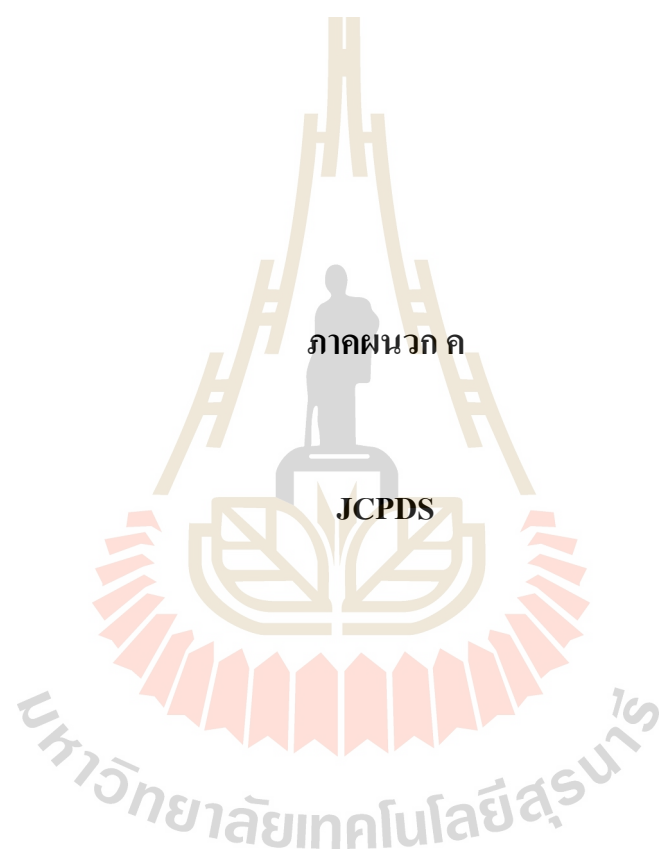
$$y = \epsilon * \dots * 10^{-3} \quad (3.2)$$

$$y = 1.0792 * 1003.5 * 10^{-3}$$

$$y = 1.0830 \text{ mPa.s}$$

ดังนั้น ความหนืดไดนามิกของสารละลายโบฮีไมต์ที่ปริมาณความเข้มข้นของกรดอะซิติก 0.28 โมล มีค่าเท่ากับ 1.0830 mPa.s





Pattern: PDF 83-1505 Radiation: 1.54060 Quality: Calculated

<b>Formula</b> Al O ( O H )		<b>d</b>	<b>2θ</b>	<b>I</b>	<b>h</b>	<b>k</b>	<b>l</b>
<b>Name</b> Aluminum Oxide Hydroxide		6.11615	14.471	999	0	2	0
<b>Name (mineral)</b> Boehmite, syn		3.16259	28.194	392	0	2	1
<b>Name (common)</b>		3.05807	29.179	11	0	4	0
		2.79265	32.023	1	1	1	0
		2.34604	38.336	304	1	3	0
		2.22789	40.456	1	1	1	1
		2.03872	44.399	7	0	6	0
		1.98054	45.776	29	1	3	1
		1.86139	48.891	218	1	5	0
		1.84745	49.285	143	0	0	2
<b>Lattice:</b> Orthorhombic		1.78502	51.130	1	0	6	1
<b>S.G.:</b> Cmc21 (63)		1.76853	51.642	37	0	2	2
<b>Mol. weight =</b> 59.99		1.66236	55.211	79	1	5	1
<b>Volume [CD] =</b> 129.64		1.58129	58.305	2	0	4	2
<b>Dx =</b>		1.54081	59.991	1	1	1	2
<b>Dm =</b>		1.52904	60.501	33	0	8	0
<b>I/ICor =</b> 2.430		1.49234	62.151	1	1	7	0
<b>a =</b> 2.86840	<b>alpha =</b>	1.45144	64.107	86	1	3	2
<b>b =</b> 12.23230	<b>beta =</b>	1.43420	64.972	44	2	0	0
<b>c =</b> 3.69490	<b>gamma =</b>	1.41284	66.079	3	0	8	1
<b>a/b =</b> 0.23449	<b>Z =</b> 4	1.39632	66.963	13	2	2	0
<b>c/b =</b> 0.30206		1.38374	67.653	45	1	7	1
		1.36898	68.483	5	0	6	2
		1.31124	71.954	83	1	5	2
		1.30617	72.277	32	2	2	1
		1.29849	72.773	2	2	4	0
		1.22824	77.681	3	1	9	0
		1.22504	77.923	3	2	4	1
		1.22323	78.060	5	0	10	0
		1.20740	79.283	9	0	2	3
		1.17793	81.679	19	0	8	2
		1.17302	82.094	3	2	6	0
		1.16553	82.737	1	1	9	1
		1.16125	83.110	20	1	7	2
		1.16125	83.110	20	0	10	1
		1.14246	84.791	1	0	4	3
		1.13289	85.678	28	2	0	2
		1.12691	86.243	2	1	1	3
		1.11394	87.499	9	2	2	2
		1.09049	89.882	2	1	3	3
<p>ICSD Collection Code: 100390            Remark From ICSD/CSD: ATOM H 1 +1 4.00 Atoms not located in unit cell            Test From ICSD: At least one TF missing            Additional Pattern: See PDF 00-021-1307 and PDF 01-083-1506            Remark From ICSD/CSD: a, c interchanged to fit space group setting            Remark From ICSD/CSD: XDP            Article Title: The structure refinement of Boehmite ( Al O ( O H ) - gamma ) and the study of its structural variability based on Guinier - Haegg powder data</p>							
<p><b>Structure</b>            Publication: Mater. Res. Bull.            Detail: volume 12, page 1213 (1977)            Authors: Farkas, L., Gado, P., Werner, P.E.            Primary Reference            Publication: Calculated from ICSD using POWD-12++</p>							
<p><b>Radiation:</b> CuKα1  <b>Wavelength:</b> 1.54060  <b>SS/FOM:</b> 999.9 (0,31)</p>		<p><b>Filter:</b> Not specified  <b>d-spacing:</b></p>					

Pattern: PDF 10-0425 Radiation: 1.54060 Quality: Blank

<b>Formula</b> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <b>Name</b> Aluminum Oxide <b>Name (mineral)</b> <b>Name (common)</b> γ-2 O <sub>3</sub>		<table border="1"> <thead> <tr> <th>d</th> <th>2θ</th> <th>l</th> <th>h</th> <th>k</th> <th>l</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>4.56000</td><td>19.451</td><td>40</td><td>1</td><td>1</td><td>1</td></tr> <tr><td>2.80000</td><td>31.937</td><td>20</td><td>2</td><td>2</td><td>0</td></tr> <tr><td>2.39000</td><td>37.604</td><td>80</td><td>3</td><td>1</td><td>1</td></tr> <tr><td>2.28000</td><td>39.492</td><td>50</td><td>2</td><td>2</td><td>2</td></tr> <tr><td>1.97700</td><td>45.863</td><td>100</td><td>4</td><td>0</td><td>0</td></tr> <tr><td>1.52000</td><td>60.899</td><td>30</td><td>5</td><td>1</td><td>1</td></tr> <tr><td>1.39500</td><td>67.034</td><td>100</td><td>4</td><td>4</td><td>0</td></tr> <tr><td>1.14000</td><td>85.017</td><td>20</td><td>4</td><td>4</td><td>4</td></tr> <tr><td>1.02700</td><td>97.189</td><td>10</td><td>7</td><td>3</td><td>1</td></tr> <tr><td>0.98900</td><td>102.314</td><td>10</td><td>8</td><td>0</td><td>0</td></tr> <tr><td>0.88400</td><td>121.239</td><td>10</td><td>8</td><td>4</td><td>0</td></tr> <tr><td>0.80600</td><td>145.767</td><td>20</td><td>8</td><td>4</td><td>4</td></tr> </tbody> </table>						d	2θ	l	h	k	l	4.56000	19.451	40	1	1	1	2.80000	31.937	20	2	2	0	2.39000	37.604	80	3	1	1	2.28000	39.492	50	2	2	2	1.97700	45.863	100	4	0	0	1.52000	60.899	30	5	1	1	1.39500	67.034	100	4	4	0	1.14000	85.017	20	4	4	4	1.02700	97.189	10	7	3	1	0.98900	102.314	10	8	0	0	0.88400	121.239	10	8	4	0	0.80600	145.767	20	8	4	4
d	2θ	l	h	k	l																																																																																
4.56000	19.451	40	1	1	1																																																																																
2.80000	31.937	20	2	2	0																																																																																
2.39000	37.604	80	3	1	1																																																																																
2.28000	39.492	50	2	2	2																																																																																
1.97700	45.863	100	4	0	0																																																																																
1.52000	60.899	30	5	1	1																																																																																
1.39500	67.034	100	4	4	0																																																																																
1.14000	85.017	20	4	4	4																																																																																
1.02700	97.189	10	7	3	1																																																																																
0.98900	102.314	10	8	0	0																																																																																
0.88400	121.239	10	8	4	0																																																																																
0.80600	145.767	20	8	4	4																																																																																
<b>Lattice:</b> Cubic <b>S.G.:</b> Fd-3m (227)		<b>Mol. weight =</b> 101.96 <b>Volume [CD] =</b> 493.04 <b>Dx =</b> <b>Dm =</b> <b>l/cor =</b> -1.000																																																																																			
<b>a =</b> 7.90000 <b>b =</b> <b>c =</b> <b>a/b =</b> 1.00000 <b>c/b =</b> 1.00000		<b>alpha =</b> <b>beta =</b> <b>gamma =</b> <b>Z =</b> 11																																																																																			
<p>General Comments: Similar powder data given in second edition, page 384 (1961). Synthetic form          General Comments: Slow transition to corundum at 1000 C          Additional Pattern: To replace 00-001-1303</p>																																																																																					
<p>Primary Reference          Publication: X-Ray Identification and Crystal Structures of Clay          Authors: Rooksby.</p>																																																																																					
<b>Radiation:</b> CuKα <b>Wavelength:</b> 1.54060 <b>SS/FOM:</b> 4.3 (0.093,30)		<b>Filter:</b> F <b>d-spacing:</b>																																																																																			

## ประวัติผู้เขียน

นางสาวนันทนา ทองดี เกิดเมื่อวันจันทร์ที่ 7 พฤษภาคม พ.ศ. 2533 ที่ตำบลบ้านเลื่อม อำเภอเมืองอุดรธานี จังหวัดอุดรธานี สำเร็จการศึกษาระดับชั้นประถมศึกษาจากโรงเรียนเทศบาล 2 มุขมนตรี ตำบลหมากแข้ง อำเภอเมืองอุดรธานี จังหวัดอุดรธานี ในปี พ.ศ. 2545 และเข้ารับการศึกษต่อในระดับชั้นมัธยมศึกษาตอนต้น และมัธยมศึกษาตอนปลายที่โรงเรียนอุดรพิชัยรักษ์พิทยา ตำบลหมากแข้ง อำเภอเมืองอุดรธานี จังหวัดอุดรธานี จนสำเร็จการศึกษาระดับมัธยมศึกษา ในปี พ.ศ. 2551 ในระหว่างการศึกษาระดับชั้นมัธยมศึกษาตอนต้น และมัธยมศึกษาตอนปลาย ได้รับทุนการศึกษาสำหรับผู้มีผลการเรียนดีจากมูลนิธิ เอ โตะ ไซค์ดัน ประเทศญี่ปุ่นตลอดระยะเวลา การศึกษา และเข้ารับการศึกษต่อในระดับอุดมศึกษาจนสำเร็จการศึกษาระดับปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต (วิศวกรรมเซรามิก) มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ในปี พ.ศ. 2556 ซึ่งในระหว่าง การศึกษาได้รับทุนการศึกษาจากกองทุนหลวงพ่อดุณ ปริสุทโท เป็นระยะเวลา 2 ปี หลังจากสำเร็จ การศึกษาในระดับปริญญาตรีแล้วได้เข้ารับการศึกษต่อในระดับปริญญาโท ที่สาขาวิชาวิศวกรรม เซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ในปี พ.ศ. 2557 โดยได้รับ ทุนการศึกษาสำหรับผู้มีผลการเรียนดีเด่นระดับบัณฑิตศึกษาจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ใน ระหว่างการศึกษาได้ปฏิบัติงานในตำแหน่งผู้ช่วยสอนและผู้ช่วยวิจัยของสาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จึงทำให้เกิดการเรียนรู้และพัฒนา หลักการทำงานวิจัยซึ่งสามารถนำมาประยุกต์ใช้กับวิทยานิพนธ์ของผู้วิจัยได้ นอกจากนี้ยังมีผลงาน ทางวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์และนำเสนอในงานวิชาการ โดยมีรายละเอียดปรากฏในภาคผนวก ง