

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

รายงานการวิจัย

เรื่อง

การเพิ่มประสิทธิภาพเยื่อกรองอนินทรีย์โดยการเคลือบด้วยสารอินทรีย์
สำหรับการบำบัดน้ำ

Upgrading of Inorganic Membranes with Organic Coating in Application
for Water Treatment

โดย

ดร. ชลอ จารุสุทธิรักษ์
ผศ. ดร. ปุณณมา ศิริพันธ์โนน
ผศ. ดร. ภัทธารุช มนต์วิเศษ

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

งานวิจัยนี้ได้รับทุนวิจัยจากงบประมาณแผ่นดิน

ประจำปีงบประมาณ 2550

RC14

TP

159

M4

ค 2325

เลขหมู่.....

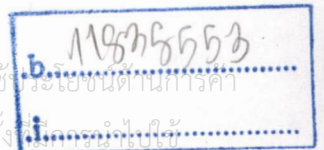
75514

เลขทะเบียน.....

วันเดือนปี..... - 6 พ.ย. 2550

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้เพื่ออื่นใดเป็นการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้ง



สารบัญ

	หน้า
สารบัญ.....	ก
สารบัญตาราง.....	ข
สารบัญรูป.....	ค
1. ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย.....	1
2. วัตถุประสงค์.....	2
3. ทฤษฎีและหลักการ.....	3
4. วิธีดำเนินงานวิจัย.....	6
4.1 การเตรียมแผ่นซิลิกาที่รูพรุนด้วยวิธีโซล-เจล.....	6
4.2 การเตรียมแผ่นซิลิกาโดยการขึ้นรูปแบบเม็ด.....	9
4.3 การเคลือบแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนด้วย MPTS.....	10
5. ผลการทดลองและอภิปรายผล.....	12
5.1 แผ่นซิลิกาที่เตรียมโดยวิธีโซล-เจล.....	12
5.1.1 ผลของอัตราส่วนโมลน้ำต่อ TEOS.....	12
5.1.2 การเปลี่ยนแปลงพื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นซิลิกาก่อนและหลังการเคลือบผิว	13
5.1.3 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของแผ่นซิลิกา.....	14
5.1.4 การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิค EDS.....	15
5.1.5 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางความร้อน.....	20
5.2 แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด.....	22
5.2.1 เปอร์เซนต์ความมีรูพรุน (% porosity).....	22
5.2.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด.....	23
5.2.3 การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดด้วย	
เทคนิค EDS.....	24
5.2.4 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางความร้อนของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด	26
6. สรุปผลงานวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	27
เอกสารอ้างอิง.....	29

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
4.1 สารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์แผ่นซิลิกาด้วยเทคนิคโซล-เจล.....	8
4.2 ระยะเวลาในการจุ่ม MPTS และเวลาในการแช่ H_2O_2 ของแผ่นซิลิกา.....	11
5.1 อัตราส่วนโมลของน้ำต่อ TEOS และ อัตราส่วนโมลของน้ำต่อเอทานอล ของสารตั้งต้น สูตรต่างๆ และ พื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นซิลิกาที่สังเคราะห์ได้.....	12
5.2 พื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนเปรียบเทียบกับ แผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที ทั้งก่อนและหลังการแช่ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง.....	13
5.3 ตารางแสดงปริมาณธาตุ (%AT) ของแผ่นซิลิกาสูตร 1.....	17
5.4 ตารางแสดง MPTS เปอร์เซ็นต์ weight loss ของแผ่นซิลิกาเปล่า แผ่นซิลิกาที่เคลือบ ด้วย MPTS 30 วินาที แผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที และแช่ใน H_2O_2 เป็น เวลา 24 ชั่วโมง.....	21
5.5 ตารางแสดงปริมาณ MPTS ที่มีอยู่ในแผ่นซิลิกา (%) ของแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที, แผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที และแช่ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง.....	21
5.6 ตารางแสดงเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารของแผ่นซิลิกาสูตร 2 ที่เคลือบด้วย MPTS ในเวลาต่างๆก่อนและหลังแช่ด้วย H_2O_2	22
5.7 เปอร์เซ็นต์ความมีรูพรุนของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดเคลือบด้วย MPTS 30 วินาที (MPTS) และแช่ในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 24 ชั่วโมง (MPTS+ H_2O_2).....	22
5.8 ตารางแสดงปริมาณธาตุ (%AT) ของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด.....	24
5.9 เปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดก่อนเคลือบ MPTS หลังเคลือบ MPTS 30 วินาที และเมื่อแช่ใน H_2O_2 24 ชั่วโมง.....	26

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
5.1 สเปกตรัม IR ของแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนสูตร 1 (a), 2 (b) และ 3 (c).....	14
5.2 สเปกตรัม IR ของแผ่นซิลิกาสูตร 1 (a) แผ่นซิลิกาสูตร 1 ที่เคลือบด้วย MPTS (b) และแผ่นซิลิกา สูตร 1 ที่เคลือบด้วย MPTS ที่แช่ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง (c).....	14
5.3 กราฟ EDS ของแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนสูตร 1.....	15
5.4 กราฟ EDSของแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS.....	16
5.5 กราฟ EDSของแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS และแช่ใน H_2O_2	16
5.6 กราฟแสดงปริมาณซิลเฟอร (%AT) ที่เวลาในการแช่ H_2O_2 ต่างๆ ของแผ่นซิลิกาสูตร 1	18
5.7 กราฟแสดงปริมาณซิลเฟอร (%AT) ที่เวลาในการแช่ H_2O_2 ต่างๆ ของแผ่นซิลิกาสูตร 2	18
5.8 กราฟแสดงปริมาณซิลเฟอร (%AT) ที่เวลาในการแช่ H_2O_2 ต่างๆ ของแผ่นซิลิกาสูตร 3	19
5.9 กราฟแสดงปริมาณซิลเฟอร (%AT) ของแผ่นซิลิกาสูตร 1, 2 และ 3 ที่เวลาในการจุ่ม MPTS 30 วินาที.....	19
5.10 เทอร์โมแกรม ของ แผ่นซิลิกาสูตร 2 ที่เคลือบด้วย MPTS เป็นเวลา 30 วินาที.....	20
5.11 สเปกตรัม IR ของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด (med)แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที (med+MPTS 30 s) แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที และแช่ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง (med+MPTS 30s+ H_2O_2 24 hr).....	23
5.12 กราฟแสดงปริมาณซิลเฟอร (%AT) ที่เวลาในการแช่ H_2O_2 ต่างๆ ของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด.....	25
5.13 กราฟแสดงปริมาณซิลเฟอร (%AT) ที่เวลาในการจุ่มเคลือบ MPTS 30วินาทีของแผ่นซิลิกาชนิดต่างๆ.....	25
5.14 กราฟแสดงเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารของแผ่นซิลิกาสูตรต่างๆ ที่เคลือบด้วย MPTS เป็นเวลา 30 วินาที.....	26

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

โครงการจัดหาน้ำสะอาดของรัฐบาลที่ดำเนินการอย่างต่อเนื่องมาเป็นเวลานาน ทำให้ประชาชนในประเทศไทยมีน้ำสะอาดสำหรับการอุปโภคบริโภคอย่างทั่วถึง แต่อย่างไรก็ตาม กระบวนการผลิตน้ำประปาแบบดั้งเดิมซึ่งประกอบด้วยกระบวนการสร้างตะกอนทางเคมี กระบวนการตกตะกอน กระบวนการกรองน้ำ และกระบวนการฆ่าเชื้อโรคนั้นอาจก่อให้เกิดสารที่เป็นผลพลอยได้จากการฆ่าเชื้อโรค (Disinfection By-Products, DBPs) เช่น ไทรฮาโลมีเทน (Trihalomethanes) และ กรดฮาโลอะซิติก (Haloacetic acids) ซึ่งจากการศึกษาวิจัยทางระบาดวิทยาพบว่าสารดังกล่าวอาจมีส่วนที่ก่อให้เกิดโรคมะเร็ง (Carcinogens) รวมทั้งผลเสียต่อสุขภาพอนามัยของประชาชนผู้บริโภค (Tan and Amy, 1991; Waller, et al., 1998) สารประกอบ DBPs เกิดจากการรวมตัวของสารอินทรีย์คาร์บอนทางธรรมชาติ (Natural organic matter, NOM) ที่มีอยู่ตามแหล่งน้ำธรรมชาติ กับสารฮาโลเจน (Halogen) เช่น คลอรีน จากกระบวนการฆ่าเชื้อโรค

การยกระดับมาตรฐานคุณภาพน้ำดื่มน้ำใช้ในประเทศที่พัฒนาแล้ว ส่งผลให้เทคโนโลยีการผลิตน้ำประปา มีการพัฒนาขึ้นตามลำดับ ในปัจจุบันการใช้ระบบเยื่อกรอง (Membrane Filtration) ในการพัฒนาคุณภาพน้ำกำลังได้รับความสนใจเป็นอย่างสูง โดยเฉพาะอย่างยิ่งในกลุ่มประเทศในทวีปยุโรป และประเทศสหรัฐอเมริกา เนื่องจากระบบดังกล่าว สามารถผลิตน้ำที่มีคุณภาพและปริมาณสูง สอดคล้องกับการยกระดับมาตรฐานคุณภาพน้ำดื่มน้ำใช้ การใช้ระบบเยื่อกรอง (Membrane processes) เป็นวิธีการทางกายภาพที่มีประสิทธิภาพในการคัดแยก DBPs รวมทั้ง สารตั้งต้นของ DBPs ออกจากน้ำ อีกทั้งยังสามารถคัดแยกเชื้อจุลินทรีย์ที่มีอยู่ในน้ำได้เป็นอย่างดี อย่างไรก็ตาม ข้อจำกัดในการใช้ระบบเยื่อกรองในประเทศไทย ได้แก่ ความสามารถในการจัดทำได้ภายในประเทศ ราคาของระบบเยื่อกรองที่จำเป็นต้องมีการนำเข้าจากต่างประเทศ การอุดตันของเยื่อกรอง (Membrane fouling) ซึ่งอาจเกิดจากสาร NOM เอง หรือร่วมกับสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในแหล่งน้ำดิบนั้น โดยการอุดตันของเยื่อกรอง นำไปสู่การลดประสิทธิภาพการทำงานและการลดลงของผลผลิต รวมทั้งการสิ้นเปลืองพลังงานในการผลิตเพิ่มขึ้น ดังนั้นเพื่อเป็นการรองรับการพัฒนายกระดับมาตรฐานน้ำดื่มน้ำใช้ของประเทศไทยในอนาคต จึงจำเป็นต้องมีการวิจัยและพัฒนากระบวนการจัดการน้ำดื่มน้ำใช้ของประเทศไทยในอนาคต จึงจำเป็นต้องมีการวิจัยและพัฒนากระบวนการจัดการน้ำดื่มน้ำใช้ของประเทศไทยในอนาคต จึงจำเป็นต้องมีการวิจัยและพัฒนากระบวนการจัดการน้ำดื่มน้ำใช้ของประเทศไทยในอนาคต

ระบบเยื่อกรองแบบอัลตราและนาโนเป็นระบบหนึ่งที่มีการใช้งานอย่างแพร่หลาย เนื่องจากเป็นระบบกรองที่ใช้แรงดันในการปฏิบัติงานต่ำและมีประสิทธิภาพเหมาะสมเพียงพอต่อการใช้งาน ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกที่จะศึกษาและพัฒนาเยื่อกรองที่ใช้สำหรับระบบดังกล่าว ซึ่งเยื่อกรองที่กำลังได้รับความสนใจในการศึกษาและพัฒนาได้แก่ เยื่อกรองแบบผสมอินทรีย์-อินทรีย์ (Inorganic-organic hybrid membrane) ซึ่งเป็นเยื่อกรองที่รวมข้อเด่นของเยื่อกรอง 2 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประเภทเข้าด้วยกัน คือ มีความทนทานต่อสารเคมีและอุณหภูมิเช่นเดียวกับเยื่อกรองอนินทรีย์และไม่เกิดการอุดตันได้ง่ายเช่นเดียวกับเยื่อกรองอินทรีย์

โดยในงานวิจัยนี้จะเตรียมเยื่อกรองอนินทรีย์จากซิลิกา ซึ่งเป็นวัสดุพิเศษเซรามิกส์ที่มีสมบัติเชิงกลที่แข็งแรง มีความทนทานต่อการกัดกร่อนของสารเคมี และมีความทนทานต่ออุณหภูมิสูงได้ดี เยื่อกรองซิลิกาที่เตรียมได้จะถูกนำไปปรับปรุงพื้นผิว ให้มีประจุลบด้วยการเคลือบผิวด้วยสารพอลิ-เมอร์ประเภทเมอแคปโตไซเลน (Mercapto silane) ซึ่งสารประเภทนี้จะสามารถก่อกันและเชื่อมโยงกับพื้นผิวของเยื่อกรองซิลิกาได้ นอกจากนี้สารเคลือบที่ใช้ยังมีหมู่ sulfhydryl (-SH) ซึ่งเป็นหมู่ที่ให้ประจุลบแก่พื้นผิวของเยื่อกรอง ซึ่งจะช่วยป้องกันการอุดตันของเยื่อกรองในขณะใช้งาน เยื่อกรองที่เตรียมได้จากสภาวะต่าง ๆ จะถูกนำมาตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ ทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพและเคมี รวมทั้ง ทดสอบประสิทธิภาพการกรองน้ำและศักยภาพในการเกิดการอุดตันโดยวิธีการต่าง ๆ อาทิ เช่น การทดสอบหุ้มน้ำที่ชั้นบนพื้นผิว การทดสอบองค์ประกอบของเยื่อกรอง การทดสอบหาขนาดรูพรุน และการทดสอบประสิทธิภาพการกรองน้ำ เป็นต้น ทำให้ทราบถึงสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมเยื่อกรองที่มีประสิทธิภาพสูงในการบำบัดน้ำ ผลที่ได้จากการวิจัยนี้มีส่วนร่วมในการพัฒนาเทคโนโลยีเยื่อกรองเพื่อการผลิตน้ำประปาที่มีคุณภาพสูงขึ้นสำหรับประเทศไทย นอกจากนี้ยังสามารถนำกระบวนการพัฒนาระบบเยื่อกรองนี้ไปประยุกต์ใช้ในงานด้านอื่น ๆ ได้อีกต่อไป

2. วัตถุประสงค์

1. เพื่อสังเคราะห์เยื่อกรองอนินทรีย์เคลือบผิวหน้าด้วยสารอินทรีย์ เพื่อใช้ประโยชน์ในการบำบัดน้ำ
2. เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เยื่อกรองที่มีประสิทธิภาพในการใช้งานสูงสุด
3. เพื่อศึกษาสมบัติทางเคมีและกายภาพของเยื่อกรองที่เตรียมได้

3. ทฤษฎีและหลักการ

ระบบเยื่อกรอง (Membrane processes) เป็นระบบที่มีการใช้มากขึ้นเรื่อย ๆ สำหรับกระบวนการผลิตน้ำดื่ม (Howe and Clark, 2002) เนื่องจากกฎหมายได้กำหนดมาตรฐานน้ำดื่มไว้สูง (AWWA committee report, 1992) นอกจากนี้ระบบเยื่อกรองได้ให้ประสิทธิภาพการกำจัดสารอินทรีย์และสารอินทรีย์ที่สูง โดยเฉพาะการกำจัดสารอินทรีย์นี้เป็นการควบคุมการเกิดสารที่ก่อให้เกิดมะเร็ง เช่น ไทโรลโลมิเทน จากกระบวนการเติมสารคลอรีนเพื่อฆ่าเชื้อในกระบวนการทำระบบน้ำดื่ม (Singer *et al.*, 1981; Krasner *et al.*, 1989) อย่างไรก็ตามระบบเยื่อกรองยังต้องมีการศึกษาอีกมากเกี่ยวกับเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลของสารอินทรีย์ที่ก่อให้เกิดการอุดตันของระบบเยื่อกรองและส่งผลต่อประสิทธิภาพในการกำจัด เช่น การลดลงของปริมาณน้ำที่ผลิตได้จากระบบเนื่องจากผลของการอุดตันและการลดลงของเปอร์เซ็นต์การกำจัด นอกจากนี้ยังส่งผลกระทบต่อระยะเวลาการใช้งานของระบบเยื่อกรองและค่าใช้จ่ายที่เพิ่มขึ้นสำหรับการดำเนินงานกำจัดสารอินทรีย์ ซึ่งการศึกษานี้จะให้ประโยชน์อย่างมากสำหรับกลไกการเกิดการอุดตันบนผิวของเยื่อกรองชนิดบาง คุณสมบัติหรือองค์ประกอบของน้ำที่ส่งผลต่อการเกิดการอุดตันของเยื่อกรอง รวมทั้งแนวทางที่ใช้ในการดำเนินงานเช่น แรงดัน หรือความเร็วบนผิวของเยื่อกรองที่อาจส่งผลต่อประสิทธิภาพของเยื่อกรอง

ชนิดของเยื่อกรอง (Types of membranes)

เยื่อกรองที่มีการใช้งานในระบบการกรองแยกสารเจือปนจากของเหลวมีอยู่ด้วยกันหลายชนิดซึ่งมีคุณลักษณะและประสิทธิภาพแตกต่างกันไป สมบัติพื้นฐานที่สำคัญของเยื่อกรอง ได้แก่ ความสามารถในการเลือกผ่านของเยื่อกรอง ซึ่งเป็นตัวชี้บ่งถึงประสิทธิภาพในการแยกสารเจือปนออกจากของเหลว ดังนั้นระบบเยื่อกรองจึงสามารถจำแนกตามระดับความสามารถในการแยกของเยื่อกรอง ดังนี้

- ระบบเยื่อกรองแบบไมโคร (Microfiltration membrane) สามารถกรองแยกอนุภาคที่มีขนาด 0.1 – 10 ไมครอนได้ ซึ่งการกรองแยกระดับนี้สามารถแยกแบคทีเรียและอนุภาคของแข็งขนาดเล็กที่แขวนลอยอยู่ในของเหลวได้
- ระบบเยื่อกรองแบบอัลตราและนาโน (Ultrafiltration and Nanofiltration membrane) สามารถกรองแยกอนุภาคที่มีขนาด 0.001 – 0.1 ไมครอนได้ ซึ่งการกรองแยกระดับนี้สามารถแยกโมเลกุลโปรตีนและน้ำตาลออกจากของเหลวได้
- ระบบเยื่อกรองแบบรีเวิร์สออสโมซิส (Reverse osmosis membrane) สามารถกรองแยกอนุภาคที่มีขนาดเล็กกว่า 0.001 ไมครอนได้ ซึ่งการกรองแยกระดับนี้สามารถแยกไอออนของสารที่ละลายอยู่ในของเหลวออกได้

วัสดุที่ใช้ในการผลิตเยื่อกรอง

วัสดุที่ใช้ในการผลิตเยื่อกรองที่ได้รับความนิยมในเชิงพาณิชย์มีอยู่ด้วยกันหลายชนิด ได้แก่

- เยื่อกรองพอลิเมอร์ (Polymeric membrane) เช่น พอลิซัลโฟน (Schwarz *et al.*, 1986) และเซลลูโลสอะซิเตต (Schwarz *et al.*, 1990) เป็นต้น ถึงแม้เยื่อกรองพอลิเมอร์จะมีการผลิตออกจำหน่ายอย่างแพร่หลายและมีประสิทธิภาพในระดับที่น่าพอใจ แต่ข้อจำกัดที่สำคัญของเยื่อกรองประเภทนี้คือ ไม่สามารถใช้กับระบบของเหลวที่มีอุณหภูมิสูงหรือมีสภาพที่รุนแรงได้ เช่น ของเหลวที่มีองค์ประกอบของสารออกซิไดซ์หรือตัวทำละลายอินทรีย์ เป็นต้น เนื่องจากสภาวะดังกล่าวอาจก่อให้เกิดการสลายตัวหรือเสียสภาพของเยื่อกรองพอลิเมอร์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น เมื่ออนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- เยื่อกรองอนินทรีย์ (Inorganic membrane) เช่น ซิลิกา และอลูมินา เป็นต้น เยื่อกรองประเภทนี้จะทนทานต่ออุณหภูมิสูงและสภาวะที่รุนแรงได้ดีกว่าเยื่อกรองพอลิเมอร์ อย่างไรก็ตาม เยื่อกรองประเภทนี้มักเกิดการอุดตันเนื่องจากอนุภาคที่มีประจุลบที่เจือปนอยู่ในน้ำ

- เยื่อกรองแบบผสมอนินทรีย์-อินทรีย์ (Inorganic-organic hybrid membrane) เป็นเยื่อกรองที่พัฒนาขึ้นเพื่อแก้ไขข้อจำกัดของเยื่อกรองอนินทรีย์ที่กล่าวข้างต้น โดยการปรับปรุงลักษณะของเยื่อกรองอนินทรีย์ด้วยการเคลือบผิวของเยื่อกรองอนินทรีย์ด้วยสารอินทรีย์ที่มีประจุลบ ซึ่งประจุลบบนพื้นผิวของเยื่อกรองจะป้องกันการรวมตัวของอนุภาคประจุลบที่อยู่ในน้ำ โดยเฉพาะอย่างยิ่งสารอินทรีย์ทางธรรมชาติ (NOM) ซึ่งเป็นสาเหตุให้เยื่อกรองอุดตัน ดังนั้นเยื่อกรองแบบผสมที่ผลิตขึ้นจะรวมสมบัติเด่นของเยื่อกรองพอลิเมอร์และเยื่อกรองอนินทรีย์เข้าด้วยกัน (Wara et al., 1995, Castro et al., 1996 และ Castro et al., 2000)

การอุดตันของเยื่อกรอง (Membrane fouling)

การเกิดการอุดตันของระบบเยื่อกรองอาจเกิดขึ้นได้จากสองวิธีใหญ่ ๆ ซึ่งส่งผลกระทบต่อประสิทธิภาพของระบบเยื่อกรอง คือ การอุดตันแบบสามารถกำจัดได้โดยการทำความสะอาด (reversible fouling) และการอุดตันที่ไม่สามารถกำจัดได้หลังจากการทำความสะอาด (irreversible fouling) โดยทั่วไปการทำความสะอาดผิวของเยื่อกรองทำได้โดยใช้แรงดันน้ำ (hydrodynamic cleaning) และสารเคมี (chemical cleaning) การอุดตันแบบสามารถกำจัดได้โดยการทำความสะอาด เกิดจากการกำจัดสารอินทรีย์หรืออินทรีย์บนผิวของเยื่อกรอง ซึ่งสร้างความเข้มข้นที่มากขึ้นและสร้างแผ่นฟิล์มบาง ๆ บนผิวของเยื่อกรอง การอุดตันวิธีนี้สามารถกำจัดได้ง่ายโดยใช้แรงดันน้ำ หรือใช้สารเคมีเพื่อกำจัดสารอินทรีย์ที่ดูดซับบนผิวของเยื่อกรอง ส่วนการอุดตันที่ไม่สามารถกำจัดได้โดยการทำความสะอาด เกิดจากสารอินทรีย์ที่เหลืตกค้างบนผิวของเยื่อบาง เนื่องจากผลของการดูดซับที่ค่อนข้างสูง การตกตะกอน หรือการทำปฏิกิริยาดังดูดของสารอินทรีย์ในรูปของเยื่อกรอง ซึ่งทำให้เกิดการลดประสิทธิภาพการผลิตปริมาณน้ำของเยื่อกรอง แต่อาจจะเพิ่มประสิทธิภาพของการกำจัดเนื่องจากผลของการสร้างแผ่นฟิล์มบาง ๆ ขึ้นมาใหม่บนผิวของเยื่อกรอง

สารอินทรีย์ธรรมชาติ (Natural Organic Matter)

สารอินทรีย์ธรรมชาติ (Natural organic matter) พบได้ทั่วไปจากสภาพธรรมชาติของแหล่งน้ำ โดยทั่วไปค่าสารประกอบคาร์บอนมีอยู่ประมาณ 1 - 27 มิลลิกรัมต่อลิตร (Krasner et al., 1995) ซึ่งขึ้นอยู่กับคุณสมบัติของแต่ละแหล่งน้ำ สารอินทรีย์ธรรมชาติประกอบด้วยสารผสมของสารอินทรีย์ที่มีความซับซ้อนสูง เช่น สารฮิวมิก (กรดฮิวมิกและฟุลวิก) กรดที่มีความขนาดโมเลกุลคาร์วาท่า โปรตีน คาร์โบไฮเดรต กรดคาร์บอกซิลิก กรดอะมิโน และสารไฮโดรคาร์บอน

สารฮิวมิกเป็นสารประกอบที่มากที่สุดในสารอินทรีย์ธรรมชาติประกอบด้วย 30 - 80% ของสารละลายอินทรีย์คาร์บอน (Krasner et al., 1996) และเป็นสารประกอบที่สำคัญที่อาจก่อให้เกิดการเอ็กสาร์เนชันเอ็กสาร์ทสรงนเวสสำหรับการใช้งานเพื่อการรักษาเท่านั้น เมื่ออนุญาตเห็นไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ดูดซับบนผิวของเยื่อกรอง โดยทั่วไปสารอินทรีย์ประกอบด้วยค่าเฉลี่ย 50% เป็นกรดไฮโดรโฟบิก (ประมาณ 40% ของกรดฟูลวิก และ 10% ของกรดฮิวมิก) 30% เป็นกรดไฮโดรฟิลิก และ 20% เป็นสารประกอบอื่นๆ เช่น คาร์โบไฮเดรต กรดคาร์บอกไซคลิก กรดอะมิโน และสารไฮโดรคาร์บอน โดยทั่วไปกรดฟูลวิกต่อกรดฮิวมิกประมาณ 9 ต่อ 1 ซึ่งค่านี้จะมีค่าลดน้อยลงขึ้นอยู่กับค่าปริมาณของ สารละลายอินทรีย์คาร์บอนที่เพิ่มขึ้น คุณสมบัติอื่นๆ ของสารประกอบอินทรีย์ธรรมชาติ เช่น ค่าวิเคราะห์ของสารประกอบ คาร์บอนฟังก์ชัน ค่าความเป็นกรด (acidity) และค่าน้ำหนักโมเลกุล สารฮิวมิกเป็นสารที่ประกอบด้วย 45-55% ของคาร์บอน 35-50% ของออกซิเจน 3-6% ของไฮโดรเจน 1-4% ของไนโตรเจน และ 0-2% ของซัลเฟอร์ กรดฮิวมิกจะมีคาร์บอน ไฮโดรเจน ไนโตรเจน และซัลเฟอร์ ที่มากกว่ากรดฟูลวิก และจะมีค่าน้ำหนักโมเลกุลมากกว่ากรดฟูลวิก แต่กรดฟูลวิกจะมีค่า องค์ประกอบของออกซิเจนที่มากกว่าซึ่งจะส่งผลต่อค่าความเป็นกรดสูงเมื่อเทียบกับกรดฮิวมิก (Schnitzer and Khan, 1972) ส่งผลต่อความหนาแน่นของประจุที่สูงขึ้น สารประกอบออกซิเจนเป็น ตัวประกอบที่อยู่ในฟังก์ชันหลักสำหรับสารฮิวมิกเช่น กรดคาร์บอกไซคลิก (COOH) ไฮดรอกซิล (OH) คาร์บอนิล (C=O) และฟีนอลิก

กรดฮิวมิกประกอบด้วยฟังก์ชันหลักที่น้อยกว่ากรดฟูลวิก ประกอบด้วย 4.5 meq/g ของคาร์บอกไซคลิก 2.1 meq/g ของฟีนอลิก ค่าความเป็นกรดทั้งหมดเท่ากับ 6.6 meq/g ส่วนกรดฟูลวิก ประกอบด้วย 9.1 meq/g ของคาร์บอกไซคลิก 3.3 meq/g ของฟีนอลิก ค่าความเป็นกรด ทั้งหมดเท่ากับ 12.4 meq/g (จากผลรวมระหว่างค่ากรดคาร์บอกไซคลิกและฟีนอลิก) (Ghose and Schnitzer, 1980).

กลไกของการอุดตัน (Fouling mechanisms)

การเกิดการอุดตันของเยื่อกรองเกิดจากผลของสารอินทรีย์ละลาย (dissolved matter) และ สารที่มีขนาดใหญ่ (particulate matter) โดยจำแนกความแตกต่างระหว่างสารอินทรีย์ได้โดยใช้เยื่อกรองขนาด 0.45 ไมครอน ส่วนที่ผ่านเยื่อกรองจะเรียกว่าสารอินทรีย์ละลาย ส่วนสารที่ไม่สามารถผ่านเยื่อกรองจะจำแนกเป็นสารที่มีขนาดใหญ่ โดยสารอินทรีย์ละลายพบว่าเป็นองค์ประกอบที่สำคัญที่ ก่อให้เกิดการอุดตันบนผิวของเยื่อกรองแบบไมโครและอัลตรา (Howe and Clark, 2002) การศึกษาที่ ผ่านมายังพบว่าสารอินทรีย์เป็นสาเหตุหลักที่ก่อให้เกิดการอุดตันของเยื่อกรองแบบนาโน (Fu *et al.*, 1994; Braghetta *et al.*, 1997; Mattaraj, 2001) อย่างไรก็ตามกลไกการเกิดการอุดตันยังขึ้นเนื่องจาก สารอินทรีย์นั้นก็ค่อนข้างเข้าใจยากเนื่องจากคุณสมบัติที่แตกต่างไปของสารอินทรีย์และระบบเยื่อกรองที่ใช้ อาจส่งผลต่อประสิทธิภาพที่เกิดขึ้น ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงเหมาะอย่างยิ่งที่จะศึกษาถึงความ เป็นไปได้ที่จะนำเอาระบบเยื่อกรองมาปรับใช้กับคุณสมบัติของสารอินทรีย์ในประเทศไทย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. วิธีดำเนินงานวิจัย

4.1 การเตรียมแผ่นซิลิกาที่รุกรานด้วยวิธีโซล-เจล

ในการทดลองทำการสังเคราะห์ซิลิกาด้วยวิธีโซล-เจล โดยปรับเปลี่ยนอัตราส่วนน้ำกลั่นต่อเอทานอล ที่ใช้เป็นตัวทำละลายดังแสดงในตารางที่ 4.1 ซึ่งเป็นผลทำให้อัตราส่วนโดยโมลของน้ำต่อ TEOS มีการเปลี่ยนแปลงไปด้วย แต่ในทุกสูตรจะกำหนดให้ปริมาตรสารตั้งต้น TEOS มีการเปลี่ยนแปลงไปด้วย แต่ในทุกสูตรจะกำหนดให้ปริมาณสารตั้งต้น TEOS และตัวเร่งปฏิกิริยา HNO_3 มีค่าคงที่และใช้เวลาในการไฮโดรไลซิสคงที่ที่ 3 ชั่วโมง ซึ่งลำดับขั้นตอนในการเตรียมตัวอย่างมีดังนี้

1. เตรียมสารละลาย TEOS โดยชั่งน้ำหนัก TEOS 41.66 กรัม ใส่ขวดวัดปริมาตร 100 มิลลิลิตร จากนั้นเติมตัวทำละลายเพื่อปรับปริมาตร โดยใช้สภาวะที่แตกต่างกันในแต่ละสูตร ได้แก่

1.1 ในสูตรที่ 1 จะเติมเอทานอลจนถึงขีดวัดปริมาตร (ปริมาณเอทานอลที่เติมเพื่อปรับปริมาตรจะมีค่าดังแสดงในตารางที่ 4.1)

1.2 ในสูตรที่ 2 จะเติมน้ำกลั่นในปริมาณเฉลี่ยระหว่างสูตรที่ 1 และสูตรที่ 3 คือ 7.2 มิลลิลิตร หลังจากนั้นเติมเอทานอลจนถึงขีดวัดปริมาตร (ซึ่งปริมาณน้ำกลั่นรวมของทั้งระบบและปริมาณเอทานอลที่เติมเพื่อปรับปริมาตรได้ดังแสดงในตารางที่ 4.1)

1.3 ในสูตรที่ 3 จะเติมน้ำกลั่นไปมากที่สุดเท่าที่ไม่ทำให้ TEOS ตกตะกอนลงมา ซึ่งใช้ปริมาณน้ำกลั่นไป 14.4 มิลลิลิตร หลังจากนั้นเติมเอทานอลจนถึงขีดวัดปริมาตร (ซึ่งเมื่อคำนวณปริมาตรน้ำกลั่นที่เติม เพื่อปรับปริมาตรรวมกับปริมาณน้ำกลั่นในสารละลายกรด จะได้ปริมาณน้ำกลั่นรวมของทั้งระบบ และสามารถคำนวณหาปริมาณเอทานอลที่เติมเพื่อปรับปริมาตรได้ดังแสดงในตารางที่ 4.1

2. นำกรดไนตริกเข้มข้น 69% โดยมวลต่อปริมาตร จำนวน 3.83 กรัม ใส่ลงในน้ำกลั่นจำนวน 46.08 กรัม คนด้วยแท่งแก้วคน จากนั้นเทใส่กรวยแยก

3. นำสารละลายเตตระเอทิลออลโทซิลิเกตเข้มข้น 2 โมลต่อลิตร ใส่ขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร ใส่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ แล้ววางบนเครื่องให้ความร้อนชนิดแผ่น ทำการปั่นกวนตลอดเวลาที่อุณหภูมิห้อง

4. ค่อยๆ หยดกรดไนตริกช้าๆ ลงในสารละลาย TEOS ในขวดก้นกลมจนหมด และทำการปั่นกวนตลอดเวลา

5. รีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ $65 \pm 5^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และทำการปั่นกวนตลอด เมื่อครบ 3 ชั่วโมงแล้วทิ้งให้เย็นสักครู่ เทสารละลายที่ได้ใส่บีกเกอร์พลาสติกขนาด 250 มิลลิลิตร

6. เทสารละลายที่ได้ใส่จานเพาะเชื้อที่ทำจากพอลิสไตรีน (PS petridish) ให้มีความสูงประมาณ 1 เซนติเมตร จากนั้นประเหยตัวทำละลายออกโดยการอบที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

7. นำแผ่นซิลิกาที่เตรียมได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

8. ตรวจสอบคุณสมบัติของแผ่นซิลิกาที่เตรียมได้ด้วย

8.1 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (FTIR)

ความยาวคลื่น : 4000 – 400 cm^{-1}

ความเตรียมตัวอย่าง : ชูดผิวหน้าของตัวอย่างแล้วบดพร้อมกับ KBr อัดเป็นแผ่นบางที่ความดัน 10 กิโลนิวตัน เป็นเวลา 5 นาที

เพื่อศึกษาหาองค์ประกอบของสารที่สังเคราะห์ได้ พิกที่ต้องการตรวจสอบ

i. O-H stretching	3500 cm^{-1}
ii. S-H stretching	2550 cm^{-1}
iii. C-H stretching	2900 cm^{-1}
iv. Si-O-Si	1100 cm^{-1}

8.2 เครื่องวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน (TGA)

อุณหภูมิที่ใช้ : 50-700°C

อัตราการให้ความร้อน : 10°C/นาที

เพื่อหาเปอร์เซ็นต์สูญเสียน้ำหนักของสารตัวอย่าง

8.3 เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิว เพื่อศึกษาปริมาณพื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นซิลิกา

ก่อนและหลังการปรับปรุงพื้นผิว

8.4 Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) เพื่อศึกษาหาองค์ประกอบของ

สารที่เคลือบอยู่บนพื้นผิวของแผ่นซิลิกา

ตารางที่ 4.1 สารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์แผ่นซิลิกาด้วยเทคนิคโซล-เจล

สารเคมี	เอทานอล (กรัม)	น้ำกลั่น ⁽¹⁾ (กรัม)	HNO ₃ ⁽²⁾ (กรัม)	TEOS (กรัม)	อัตราส่วน โดยโมลของ H ₂ O/TEOS (r _w)	อัตราส่วนโดย โมลของ HNO ₃ /TEOS (r _a)	เวลาการ ไฮโดรไล ซิส (ชั่วโมง)
สูตรที่ 1 (G1)	43.73	46.08	3.83	41.66	12.80	0.15	3
สูตรที่ 2 (G2)	32.35	53.42	3.83	41.66	14.84	0.15	3
สูตรที่ 3 (G3)	37.92	60.48	3.83	41.66	16.88	0.15	3

หมายเหตุ แสดงตัวอย่างการคำนวณของข้อมูลนี้ตามข้างล่าง

ตัวอย่างการคำนวณ

สูตรที่ 1

- หาปริมาณน้ำกลั่นที่ใช้ (กำหนด Mole ratio H₂O/TEOS เท่ากับ 12.8) [16] TEOSs
เข้มข้น 2 โมลต่อลิตร จำนวน 100 มิลลิลิตร มี TEOS อยู่ 0.2 โมล
กำหนดให้

$$\frac{\text{จำนวนโมลของน้ำ}}{\text{จำนวนโมลของ TEOS}} = 12.8$$

ดังนั้น จำนวนมวลของน้ำ = 12.8 × (จำนวนโมลของ TEO)

$$= 12.8 \times 0.2 \times 18^*$$

$$= 46.08 \text{ กรัม}$$

* [น้ำหนักโมเลกุลของน้ำ = 18 กรัมต่อโมล]

- หาปริมาณกรดไนตริก (HNO₃) ที่ใช้ (กำหนด Mole ration HNO₃ TEOS) เท่ากับ 0.15) [16]
กำหนดให้

$$\frac{\text{จำนวนโมลของกรดไนตริก}}{\text{จำนวนโมลของ TEOS}} = 0.15$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\begin{aligned}
 \text{ดังนั้น จำนวนมวลของกรดไนตริก} &= 0.15 \times (\text{จำนวนโมลของ TEOS}) \\
 &= 0.15 \times 0.2 \times 63^* \\
 &= 1.89 \text{ กรัม}
 \end{aligned}$$

*[น้ำหนักโมเลกุลของกรดไนตริก = 63 กรัมต่อโมล]

กรดไนตริกที่ใช้ในการทดลองมีความเข้มข้น 69% โดยมวลต่อปริมาตร

มีเนื้อกรดไนตริก	69 กรัมในสารละลายกรดไนตริก	100 มิลลิลิตร
ต้องการเนื้อกรดไนตริก	1.89 กรัมต้องใช้สารละลายกรดไนตริก	$\frac{100 \times 1.8}{69}$ มิลลิลิตร
		= 2.739 x 1.4*
	มวลของสารละลายกรดที่ใช้	= 3.8346 กรัม

*[ความหนาแน่นของกรดไนตริก = 1.4 กรัมต่อมิลลิลิตร]

4.2 การเตรียมแผ่นซีลิกาโดยการขึ้นรูปแบบเม็ด

- นำแผ่นซีลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไฮล-เจลสูตรที่ 1 สูตรที่ 2 หรือสูตรที่ 3 มาบดให้ละเอียด ชั่งผงซีลิกาที่บดแล้วมา 4 กรัม
- ชั่ง PVA (Poly (vinylalcohol)) 0.4 กรัม ซึ่งคิดเป็น 10% โดยน้ำหนักของผงซีลิกา บดละเอียด
- ผสมผงซีลิกาบดละเอียดกับ PVA ให้เข้ากัน จากนั้นนำไปอัดเม็ดด้วยเครื่องอัดเม็ด ด้วยแรงอัดที่ 150 กิโลนิวตัน เป็นเวลา 4 นาที
- นำเม็ดที่ได้ไปเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
- ตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของแผ่นซีลิกาที่ได้ด้วย FTIR, TGA, EDS และหาเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์

$$\text{เปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์} = \frac{\text{ความหนาแน่นของเม็ด}}{\text{ความหนาแน่นของเม็ด}} \times 100$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความหนาแน่นของเม็ด หาได้จาก

$$D_a = \frac{[W_1 - W_0]}{(W_3 - W_0) - (W_2 - W_1)} (D_L - D_A) + D_A$$

เมื่อ D_a = ความหนาแน่นของผงซิลิกา

D_A = ความหนาแน่นของอากาศ

D_L = ความหนาแน่นของน้ำ

W_0 = น้ำหนักของขวดพีโนมิเตอร์เปล่า

W_1 = น้ำหนักขวดพีโนมิเตอร์เปล่า + น้ำหนักของผงซิลิกา

W_2 = น้ำหนักของขวดพีโนมิเตอร์เปล่า + น้ำหนักของผงซิลิกา + น้ำหนักของน้ำกลั่น

W_3 = น้ำหนักขวดพีโนมิเตอร์เปล่า + น้ำหนักน้ำกลั่น

ความหนาแน่นของเม็ด หาได้จากการชั่งน้ำหนักเม็ดตัวอย่างจากนั้นนำไปห่อด้วยพลาสติก จากนั้นนำไปแทนที่น้ำ เพื่อหาปริมาตร แล้วนำมาแทนค่าเพื่อหาความหนาแน่นต่อไป

$$D = \frac{M}{V}$$

เมื่อ D = ความหนาแน่นรวมของเม็ด

M = น้ำหนักรวมของเม็ด

V = ปริมาตรรวมของเม็ด

4.3 การเคลือบแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนด้วย MPTS

1. การเตรียมสารละลาย MPTS

นำเอทานอล 11 มิลลิลิตร และ MPTS 7 มิลลิลิตร มาปั่นจนให้เข้ากัน จากนั้นเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 37% โดยมวลต่อปริมาตร จำนวน 2 หยด ปั่นจนจนเข้ากันได้ดี

2. การเคลือบแผ่นซิลิกา

นำแผ่นซิลิกาที่ได้จากกระบวนการข้างต้น (4.1) มาเคลือบด้วยสารละลาย MPTS ด้วยวิธีจุ่มเคลือบ (Dip-coating) โดยมีการเปลี่ยนแปลงเวลาในการจุ่ม MPTS จาก 5 10 15 และ 30 วินาที ดังตารางที่ 3.2 โดยทำการเคลือบเฉพาะพื้นผิวหน้าของแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุน หลังจากที่ได้เคลือบด้วย MPTS แล้ว ทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5-10 นาที นำไปให้ความร้อนจากอุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิที่ 180°C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. ทำการออกซีไดส์ MPTS ด้วย H_2O_2 โดยนำแผ่นซีลิกาที่ผ่านการเคลือบแล้ว มาแช่ใน H_2O_2 โดยแช่เฉพาะบริเวณพื้นผิวที่เคลือบด้วย MPTS และเปลี่ยนแปลงเวลาในการแช่จาก 0 6 12 และ 24 ชั่วโมง ดังตารางที่ 4.2 จากนั้นทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 วัน
4. นำตัวอย่างที่เคลือบผิวแล้วไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FTIR, TGA, BET และ EDS
5. สำหรับแผ่นซีลิกาที่มีรูพรุนสูตรอัดเม็ด ทำการพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FTIR, TGA วิเคราะห์หาพื้นที่ผิว และการหาเปอร์เซ็นต์ความมีรูพรุน

ตารางที่ 4.2 ระยะเวลาในการจุ่ม MPTS และเวลาในการแช่ H_2O_2 ของแผ่นซีลิกา

ชั้นตัวอย่าง	เวลาในการจุ่ม MPTS (sec)	เวลาในการแช่ H_2O_2 (hr)
สูตรที่ 1 (G1), สูตรที่ 2(G2) สูตรที่ 3(G3) และอัดเม็ด (Med)	5	0
		6
		12
		24
	10	0
		6
		12
		24
	15	0
		6
		12
		24
	30	0
		6
		12
		24

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. ผลการทดลองและอภิปรายผล

5.1 แผ่นซิลิกาที่เตรียมโดยวิธีโซล-เจล

5.1.1 ผลของอัตราส่วนโมลน้ำต่อ TEOS

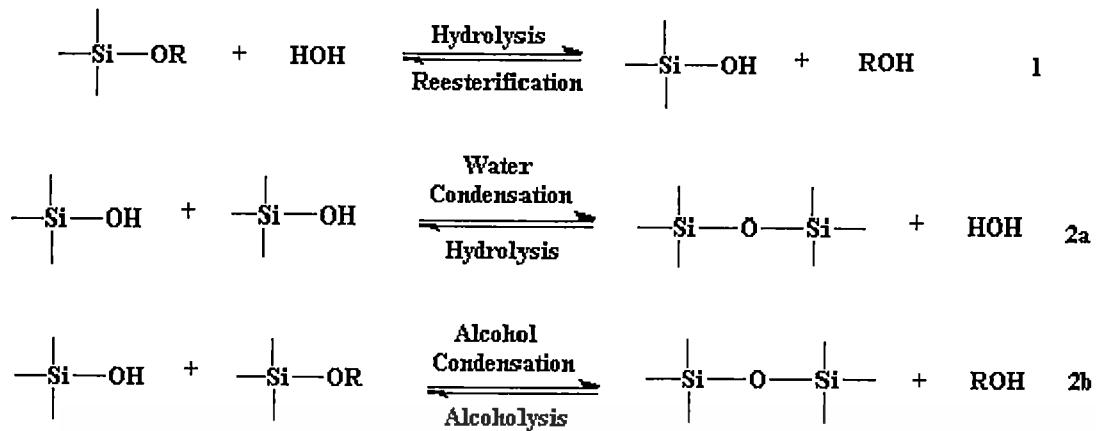
องค์การเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน ขึ้นกับสัดส่วนการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยาควบแน่น ซึ่งปัจจัยที่มีผลได้แก่ อัตราส่วนโมลต่อตัวเร่งปฏิกิริยาต่อ TEOS ธรรมชาติของตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิในการสังเคราะห์ ความเข้มข้นของตัวทำละลาย และอัตราส่วนโมลของน้ำต่อ TEOS

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาผลของอัตราส่วนโมลน้ำต่อ TEOS โดยแบ่งสูตรในการสังเคราะห์แผ่นซิลิกาออกเป็น 3 สูตร ดังแสดงในตารางที่ 5.1

ตารางที่ 5.1 อัตราส่วนโมลของน้ำต่อ TEOS และ อัตราส่วนโมลของน้ำต่อเอทานอล ของสารตั้งต้นสูตรต่างๆ และ พื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นซิลิกาที่สังเคราะห์ได้

ชั้นตัวอย่าง	อัตราส่วนโมลของน้ำต่อ TEOS	อัตราส่วนโมลน้ำต่อเอทานอล	พื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นซิลิกา (m ² /g)
สูตรที่ 1 (G1)	12.80	2.69	1026.56
สูตรที่ 2 (G2)	14.84	3.62	1325.86
สูตรที่ 3 (G3)	16.88	4.80	1006.49

จากตารางที่ 5.1 จะพบว่าเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโมลของน้ำต่อ TEOS จาก 12.80 เป็น 14.84 พื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จะเพิ่มขึ้น แต่เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโมลน้ำต่อ TEOS มากกว่า 14.84 พบว่า พื้นที่ผิวจำเพาะมีค่าลดลง ทั้งนี้เนื่องมาจาก เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโมลน้ำต่อ TEOS จะไปเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสดังสมการที่ 1 และ 2 จึงเป็นผลทำให้เกิด Si-OH มากขึ้นในสารละลาย และเมื่อเกิดปฏิกิริยาควบแน่นแล้วก็จะเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันมากขึ้นและมีโครงสร้างที่เป็นกิ่งมากขึ้น จึงมีพื้นที่ผิวจำเพาะมากขึ้น แต่เมื่ออัตราส่วนโมลน้ำต่อ TEOS มากถึงจุดๆหนึ่ง พื้นที่ผิวจำเพาะจะเริ่มมีค่าลดลง เนื่องมาจากปริมาณน้ำที่เพิ่มขึ้นจะไปเพิ่มปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส แต่ในขณะเดียวกันก็ไปหน่วงปฏิกิริยาการควบแน่นเช่นเดียวกัน แต่เมื่อองค์การควบแน่นต่ำ จึงทำให้โครงสร้างรูพรุนน้อยลง มีผลทำให้พื้นที่ผิวจำเพาะลดลง



5.1.2 การเปลี่ยนแปลงพื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นซิลิกา ก่อนและหลังการเคลือบผิว

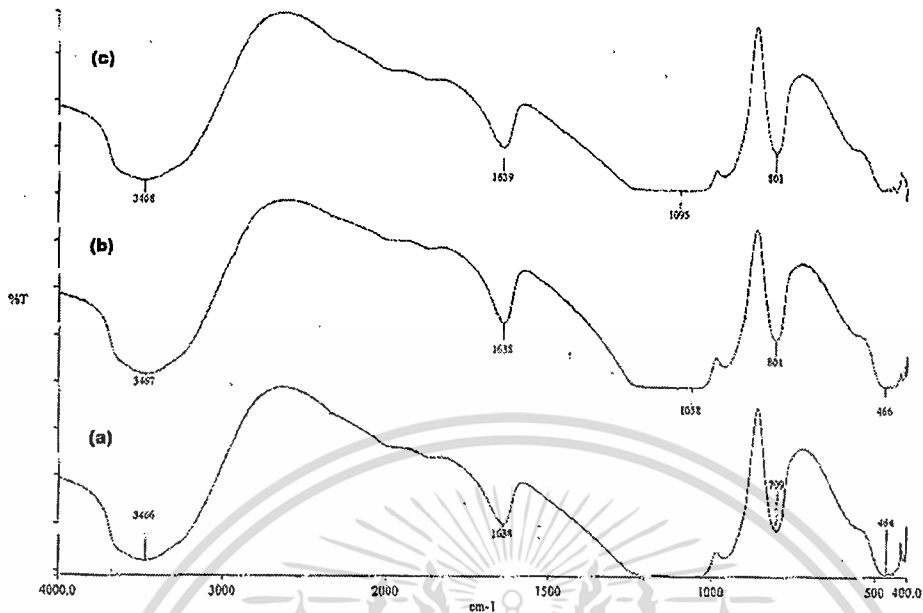
ตารางที่ 5.2 แสดงค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นซิลิกาสูตรต่างๆเปรียบเทียบกับแผ่นที่เคลือบด้วย MPTS และแผ่นที่เคลือบด้วย MPTS และแช่ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง วิเคราะห์ด้วยเทคนิค B.E.T

ตารางที่ 5.2 พื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนเปรียบเทียบกับ แผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที ทั้งก่อนและหลังการแช่ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

แผ่นซิลิกา	$\text{H}_2\text{O}/\text{TEOS}$	surface area (m^2/g)		
		แผ่นซิลิกา ก่อนเคลือบ MPTS	ก่อนแช่ H_2O_2	หลังแช่ H_2O_2
สูตร 1	12.80	1026.56	908.68	1014.86
สูตร 2	14.84	1325.86	883.01	914.34
สูตร 3	16.88	1006.49	821.75	914.91

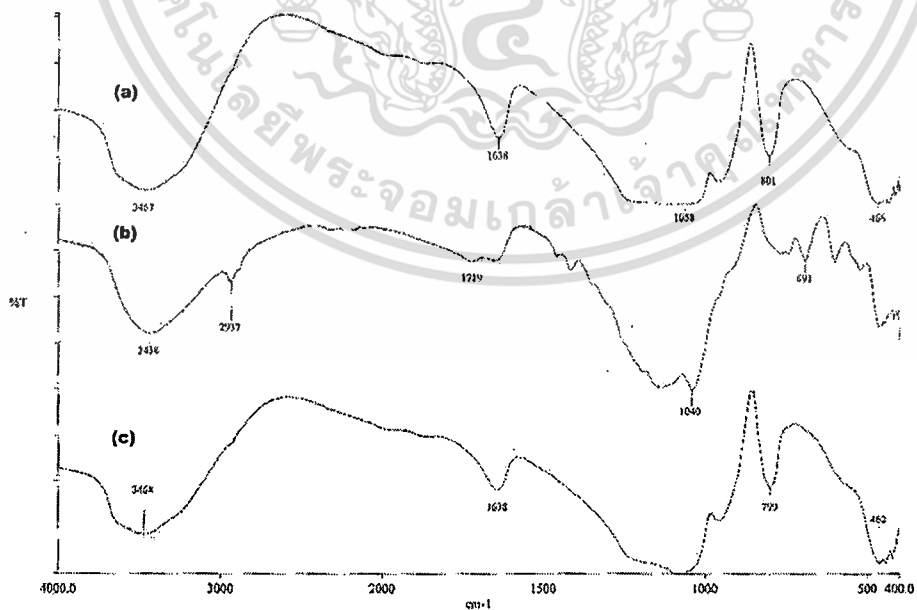
จากผลการทดลองสังเกตเห็นว่าค่าที่ได้จากทั้งสามสูตรเป็นไปในแนวโน้มเดียวกัน คือ เมื่อเคลือบแผ่นซิลิกาด้วย MPTS แล้วค่าพื้นที่ผิวจำเพาะจะลดลง เมื่อเทียบกับแผ่นซิลิกา ก่อนเคลือบ แต่ค่าพื้นที่ผิวจะเพิ่มขึ้นเมื่อแช่ใน H_2O_2 แต่ก็ยังมีค่าน้อยกว่าแผ่นซิลิกา ก่อนเคลือบ จากค่าพื้นที่ผิวจำเพาะที่ได้ คาดว่าเมื่อเคลือบพื้นผิวแผ่นซิลิกาแล้ว MPTS จะติดอยู่ที่ผิว ทำให้วัดค่าพื้นที่ผิวจำเพาะได้น้อยลง แต่เมื่อแช่ใน H_2O_2 แล้ว MPTS ที่ไม่ติดกับแผ่นซิลิกาจะหลุดออกมา แต่ก็มีส่วนหนึ่งที่ยังติดอยู่ โดยดูจากพื้นที่ผิวจำเพาะภายหลังการแช่ H_2O_2 ยังมีค่าต่ำกว่าก่อนเคลือบ

5.1.3 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของแผ่นซิลิกา



รูปที่ 5.1 สเปกตรัม IR ของแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนสูตร 1 (a), 2 (b) และ 3 (c)

จากกราฟ IR เปรียบเทียบแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนสูตร 1 2 และ 3 จะเห็นพีกที่คล้ายกันทุกสูตรโดยจะพบพีกที่ 3500 cm^{-1} แสดงถึง $-\text{OH}$ stretching ของหมู่ไฮดรอกซิล (Silanol) ในแผ่นซิลิกา พีก 1100 และ 800 cm^{-1} ของ Si-O stretching 950 และ 470 cm^{-1} แสดงถึง $-\text{OH}$ bending และ Si-O bending ตามลำดับ

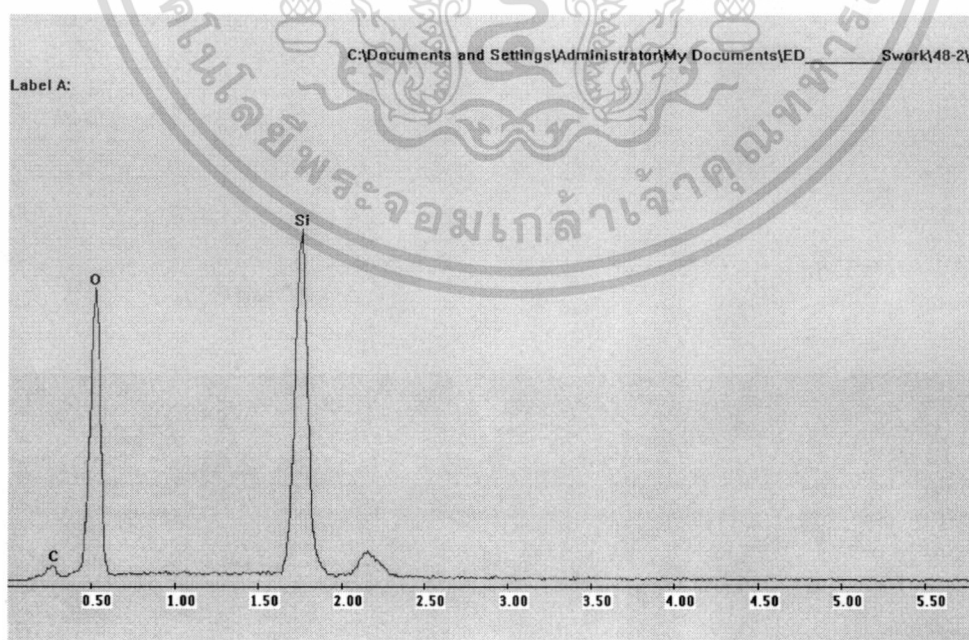


รูปที่ 5.2 สเปกตรัม IR ของแผ่นซิลิกาสูตร 1 (a) แผ่นซิลิกาสูตร 1 ที่เคลือบด้วย MPTS (b) และแผ่นซิลิกา สูตร 1 ที่เคลือบด้วย MPTS ที่แช่ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง (c) ำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อเปรียบเทียบระหว่างแผ่นซิลิกาก่อนเคลือบเทียบกับแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS และแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS ที่แช่ใน H_2O_2 พบว่าแผ่นที่เคลือบด้วย MPTS (Glass1+MPTS 30 s) จะมีพีคเพิ่มขึ้นที่ประมาณ 2900 และ 2500 cm^{-1} ซึ่งเป็นพีคของ C-H Stretching และ S-H stretching ตามลำดับ ซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันของ MPTS จึงสันนิษฐานว่าน่าจะมี MPTS เคลือบอยู่บนพื้นผิวของแผ่นซิลิกา และเมื่อเปรียบเทียบกับ แผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS ที่แช่ใน H_2O_2 พบว่าพีคที่ 2900 และ 2500 cm^{-1} จะหายไปซึ่งผลดังกล่าวสันนิษฐานว่ามี MPTS หลุดออกจากแผ่นซิลิกาพีคที่ 2900 cm^{-1} จึงหายไป ส่วนที่พีค 2500 cm^{-1} หายไปคาดว่าอาจเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของหมู่ -SH กลายเป็น $-SO_3H$ ซึ่งจะเกิดเป็นพีคที่ประมาณ 1100 cm^{-1} (S-O stretching) แต่จะเห็นได้ไม่ชัด เนื่องจากพีคซ้อนทับกับพีคของ Si-O stretching หรืออาจจะมี MPTS บางส่วนหลุดออกจากแผ่นซิลิกาเช่นเดียวกับพีคที่ 2900 cm^{-1} ซึ่งคาดว่าปริมาณ MPTS ที่มีอยู่บนแผ่นซิลิกามีน้อยเกินไปทำให้ ไม่สามารถตรวจสอบได้ด้วยเทคนิค FTIR แต่สามารถวิเคราะห์ว่ามีโครงสร้าง MPTS อยู่บนแผ่น ซิลิกาโดยเทคนิค EDS หรือ TGA ที่จะกล่าวต่อไป

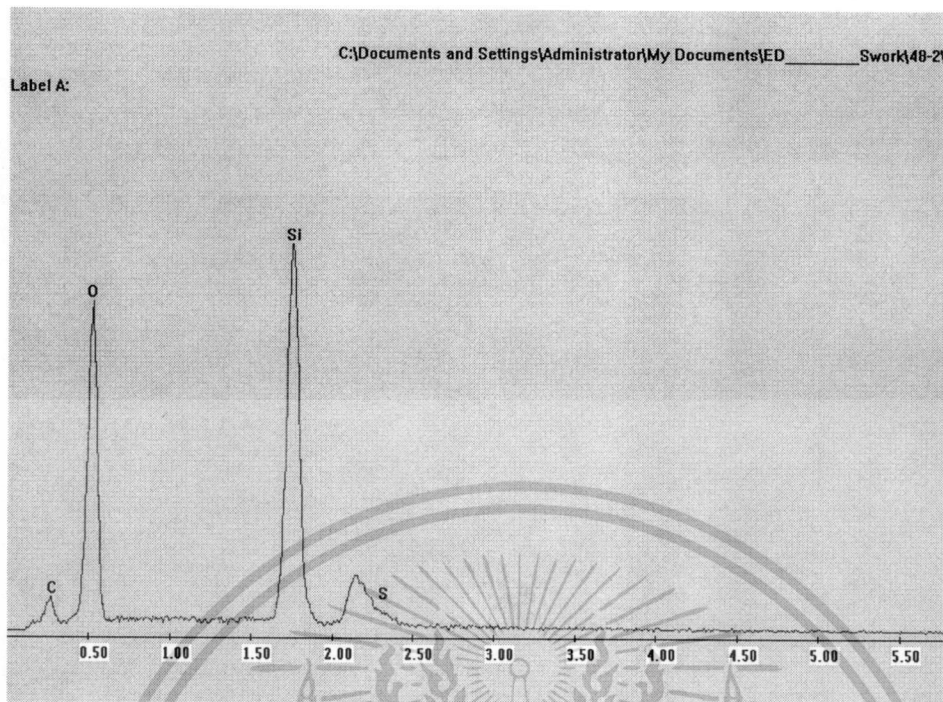
5.1.4 การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิค EDS

รูปที่ 5.3 การวิเคราะห์ธาตุต่างๆที่มีอยู่ในโครงสร้างของแผ่นซิลิกาพบว่า แผ่นซิลิกาที่เตรียมได้โดยวิธีโซล-เจล มีธาตุองค์ประกอบเพียง 2 ชนิดได้แก่ซิลิกอนและออกซิเจน ส่วนแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS พบว่าจะมีธาตุคาร์บอนและซัลเฟอร์เพิ่มขึ้นซึ่งธาตุทั้ง 2 นี้เป็นองค์ประกอบของ MPTS แสดงภาพที่ 5.4 และ 5.5 จากผล EDS สรุปปริมาณธาตุองค์ประกอบได้ดังตารางที่ 5.3

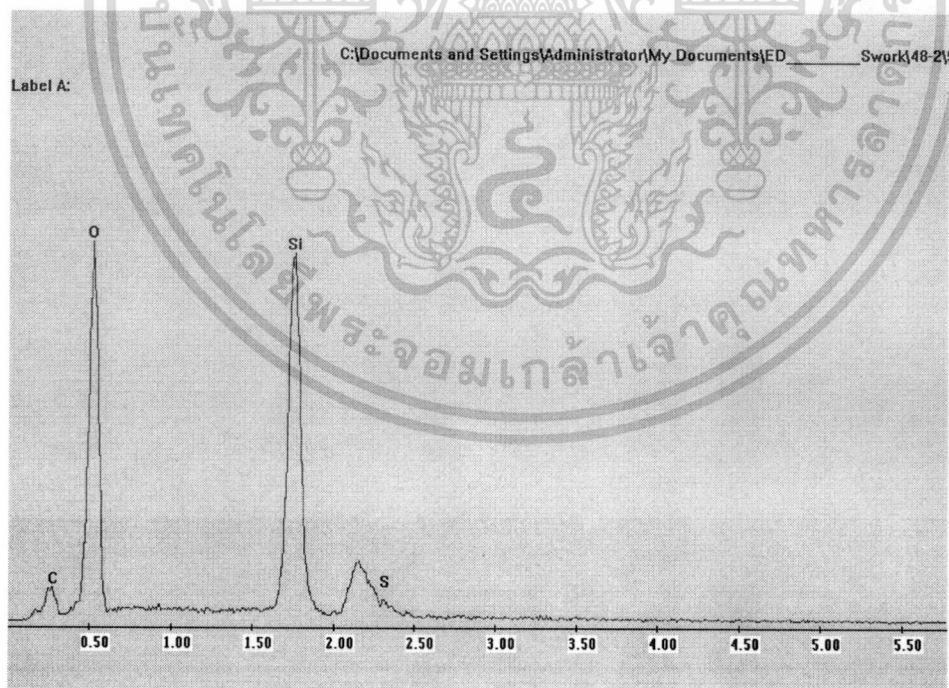


รูปที่ 5.3 กราฟ EDS ของแผ่นซิลิกาที่มีรูปพรุนสูตร 1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 5.4 กราฟ EDS ของแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS



รูปที่ 5.5 กราฟ EDS ของแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS และแช่ใน H₂O₂

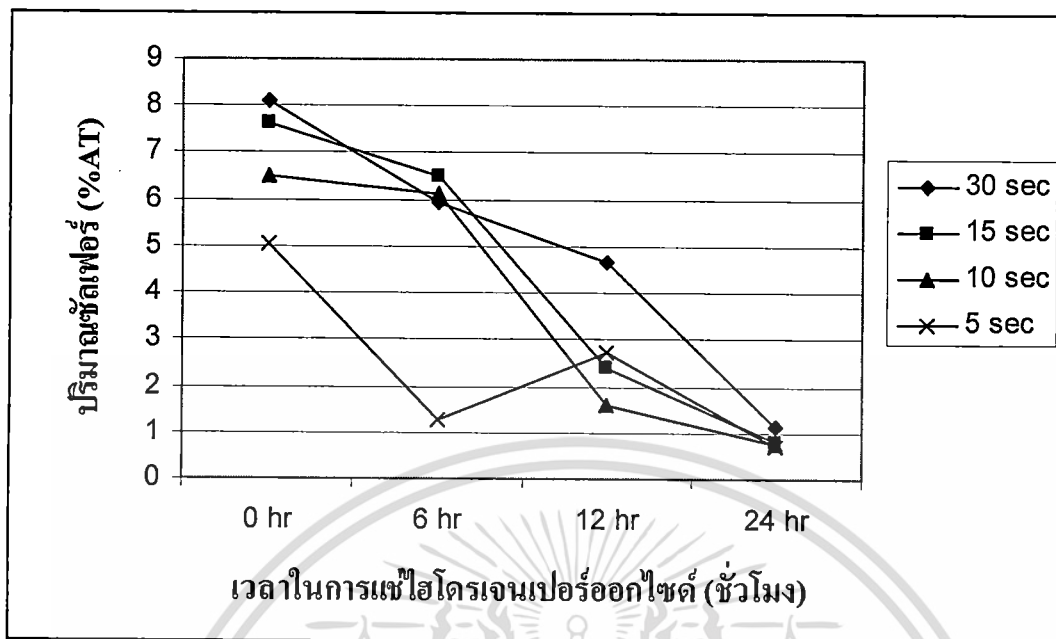
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 5.3 ตารางแสดงปริมาณธาตุ (%AT) ของแผ่นซิลิกาสูตร 1

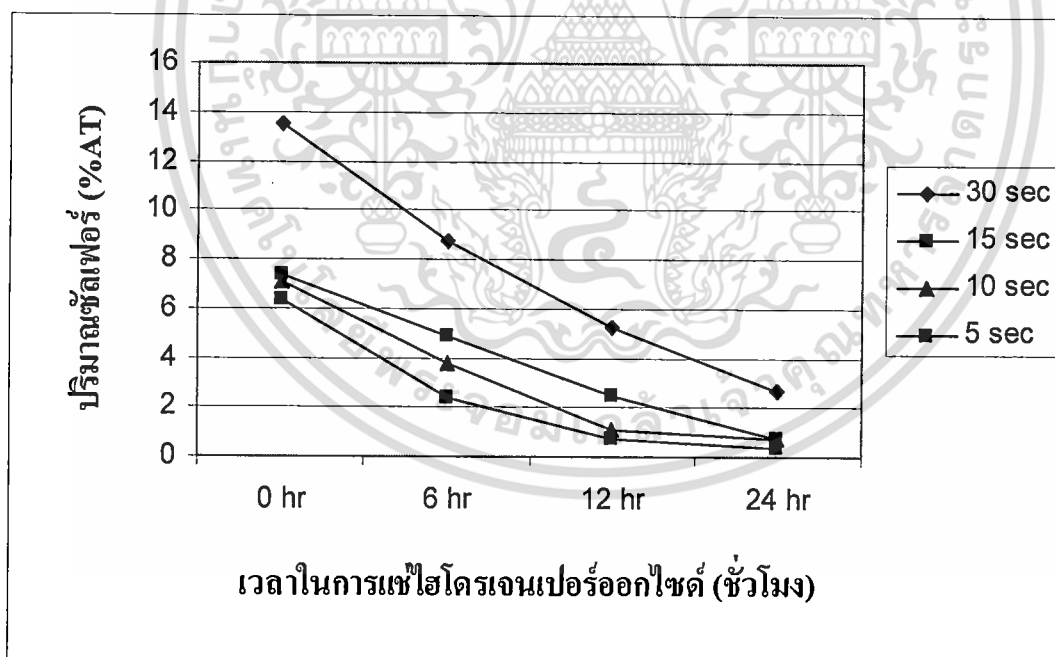
สูตรที่	MPTS (วินาที)	H ₂ O ₂ (ชั่วโมง)	%AT		
			Si	O	S
1	5	0	25.91	35.91	5.02
	5	6	32.23	50.93	1.27
	5	12	36.35	52.74	2.75
	5	24	30.86	46.32	0.72
	10	0	27.51	36.42	6.48
	10	6	35.34	50.47	6.12
	10	12	35.07	48.73	1.58
	10	24	29.95	45.83	0.74
	15	0	26.94	36.12	7.63
	15	6	39.46	46.43	6.5
	15	12	37.94	51.01	2.41
	15	24	37.01	42.06	0.81
	30	0	32.01	39.59	8.1
	30	6	34.29	50.3	5.92
	30	12	33.82	60.19	4.67
	30	24	29.98	46.38	1.12

ในการทดลองจะสังเกตเวลาในการแช่ H₂O₂ จากเทคนิค EDS นำไปพล็อตกราฟกับเวลาในการแช่ H₂O₂ พบว่า ในตอนแรกแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS แต่ไม่ได้แช่ใน H₂O₂ จะมีปริมาณซิลเฟออร์ ค่อนข้างสูงอยู่ แต่เมื่อแช่ H₂O₂ เป็นเวลานานขึ้น ค่าปริมาณซิลเฟออร์ (%AT) จะลดต่ำลง ซึ่งคาดว่าน่าจะมี MPTS บางส่วนหลุดออกจากโครงสร้างของแผ่นซิลิกา และเมื่อเปรียบเทียบเวลาในการจุ่มเคลือบ MPTS แล้วพบว่า เมื่อจุ่มเคลือบที่เวลา 30 วินาทีจะมีปริมาณซิลเฟออร์ (%AT) มากที่สุด ตามด้วย 15 10 และ 5 วินาทีตามลำดับ สันนิษฐานว่าเมื่อจุ่ม MPTS นานขึ้น โอกาสที่ MPTS จะติดกับแผ่นซิลิกาก็มากขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

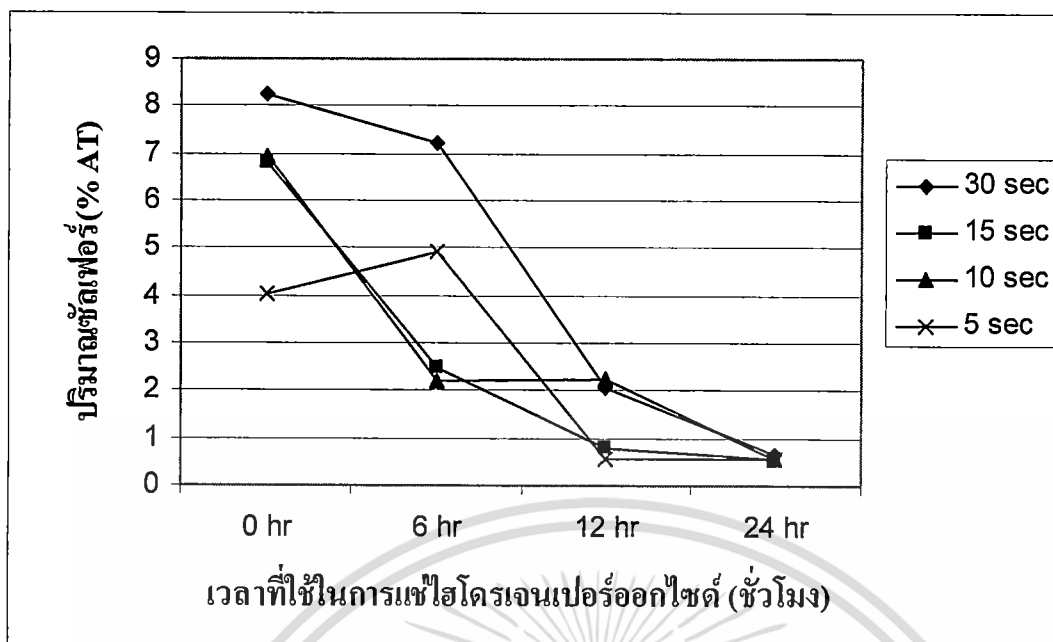


รูปที่ 5.6 กราฟแสดงปริมาณซัลเฟอร์ (%AT) ที่เวลาในการแช่ H_2O_2 ต่างๆ ของแผ่นซิลิกาสูตร 1



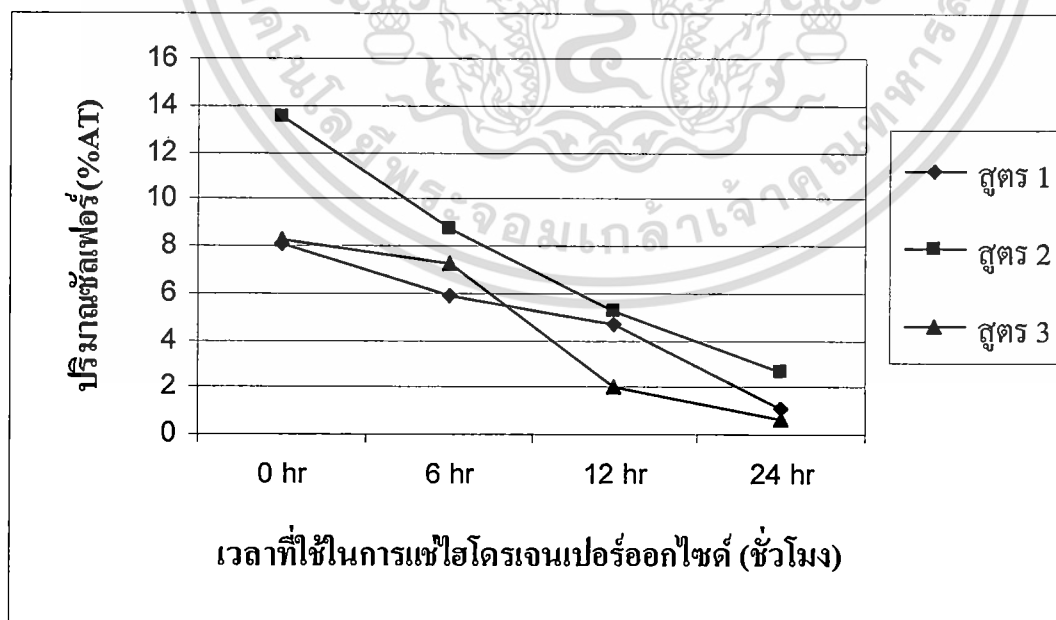
รูปที่ 5.7 กราฟแสดงปริมาณซัลเฟอร์ (%AT) ที่เวลาในการแช่ H_2O_2 ต่างๆ ของแผ่นซิลิกาสูตร 2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 5.8 กราฟแสดงปริมาณซัลเฟอร์ (%AT) ที่เวลาในการแช่ H_2O_2 ต่างๆ ของแผ่นซิลิกาสูตร 3

เมื่อเปรียบเทียบระหว่างสูตรต่างๆ พบว่าสูตร 2 มีปริมาณซัลเฟอร์ (%AT) มากที่สุด เนื่องจากสูตร 2 มีพื้นที่ผิวจำเพาะมากที่สุด จึงมีโอกาสสัมผัสกับ MPTS มากที่สุด ส่วนสูตร 1 และ 3 มีปริมาณพื้นที่ผิวจำเพาะที่ใกล้เคียงกัน จึงมีปริมาณซัลเฟอร์บนพื้นผิวใกล้เคียงกัน แต่ทั้งสามสูตรก็มีแนวโน้มเช่นเดียวกันคือ เมื่อแช่ใน H_2O_2 นานขึ้น ปริมาณซัลเฟอร์ (%AT) ก็น้อยลง



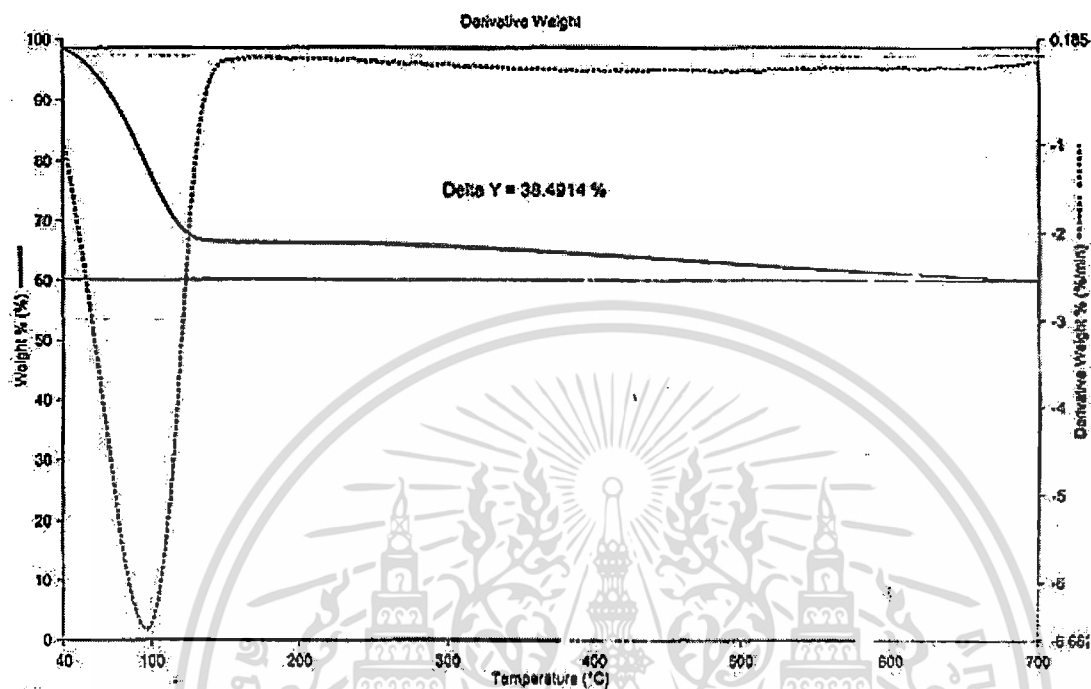
รูปที่ 5.9 กราฟแสดงปริมาณซัลเฟอร์ (%AT) ของแผ่นซิลิกาสูตร 1, 2 และ 3 ที่เวลาในการจุ่ม

MPTS 30 วินาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.1.5 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางความร้อน

แผ่นซิลิกาที่เตรียมได้ถูกนำไปวิเคราะห์ด้วย TGA (Thermal gravimetric analysis) ได้ เทอโมแกรมดังรูปที่ 5.10



รูปที่ 5.10 เทอริโมแกรม ของ แผ่นซิลิกาสูตร 2 ที่เคลือบด้วย MPTS เป็นเวลา 30 วินาที

แผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนซึ่งเตรียมจากวิธีโซล-เจลจะมีการสูญเสียน้ำหนักของสาร เพียงชั้นเดียว คือ ในช่วงประมาณ 100 องศาเซลเซียส คาดว่าจะมีการสูญเสียโมเลกุลของน้ำออกมาจาก โครงสร้างของแผ่นซิลิกา ส่วนแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS และ แผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS และแช่ใน H_2O_2 จะมีการสูญเสียสองชั้น ได้แก่ ชั้นแรก มีการสูญเสีย น้ำในช่วงประมาณ 100 องศาเซลเซียสเช่นเดียวกับแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุน และในช่วงประมาณ 250-600 องศาเซลเซียสจะ สูญเสียอีกครั้ง ซึ่งจะสังเกตเห็นไม่ค่อยชัด โดยคาดว่าในช่วงนี้น้ำจะเป็นการสูญเสียน้ำหนักของ 3-mercaptopropyl group ของ MPTS

ตารางที่ 5.4 ตารางแสดง MPTS เปอร์เซ็นต์ weight loss ของแผ่นซิลิกาเปล่า แผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที แผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที และแช่ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

แผ่นซิลิกา	$H_2O/TEOS$	% weight loss		
		แผ่นซิลิกา	MPTS	MPTS+ H_2O_2
สูตร 1	12.8	23.5174	32.3620	26.9407
สูตร 2	14.84	25.7733	38.4914	37.0614
สูตร 3	16.884	32.3766	40.2778	36.3651

จากข้อมูลที่ได้จากเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักของสาร (ตารางที่ 5.4) สามารถบอกถึงปริมาณ MPTS ที่ติดกับแผ่นซิลิกาได้ โดยดูจากส่วนต่างระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักของแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที, แผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาทีและแช่ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง กับ แผ่นซิลิกาที่ยังไม่ได้เคลือบ MPTS ซึ่งสามารถสรุปได้ดังตารางที่ 5.5

ตารางที่ 5.5 ตารางแสดงปริมาณ MPTS ที่มีอยู่ในแผ่นซิลิกา (%) ของแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที, แผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที และแช่ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

แผ่นซิลิกา	$H_2O/TEOS$	ปริมาณ MPTS ที่มีอยู่ในแผ่นซิลิกา (%) โดยน้ำหนัก	
		ก่อนแช่ H_2O_2	หลังแช่ H_2O_2
สูตร 1	12.80	8.846	3.4233
สูตร 2	14.84	12.7181	11.2881
สูตร 3	16.884	7.8412	3.9885

จากตารางจะสังเกตเห็นว่าปริมาณ MPTS ลดลงเมื่อแช่ใน H_2O_2 คาดว่าน่าจะมาจากมี MPTS บางส่วนหลุดออกจากแผ่นซิลิกา และเมื่อเปรียบเทียบระหว่างสูตรพบว่า สูตร 2 มีปริมาณ MPTS มากที่สุด ส่วนสูตร 1 และ 3 จะใกล้เคียงกัน คาดว่ามาจากการที่สูตร 2 มีพื้นที่ผิวมากที่สุด ทำให้สามารถทำให้ MPTS ติดกับแผ่นซิลิกาได้ดีกว่าสูตร 1 และ 3

ในการทดลองจะเลือกสูตร 2 มาทดสอบผลของเวลาในการจุ่ม MPTS ซึ่งแสดงได้ดังตารางที่ 5.6

ตารางที่ 5.6 ตารางแสดงเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารของแผ่นซีลิกาสูตร 2 ที่เคลือบด้วย MPTS ในเวลาต่างๆก่อนและหลังแช่ด้วย H_2O_2

เวลาในการจุ่มเคลือบ MPTS	ก่อนแช่ H_2O_2	หลังแช่ H_2O_2
5 วินาที	4.7435	4.3558
10 วินาที	6.8114	5.7611
15 วินาที	6.8567	4.9369
30 วินาที	12.7181	11.2881

ผลจากตารางที่ 5.6 แสดงให้เห็นว่าเมื่อจุ่มเคลือบ MPTS เป็นเวลานานขึ้นเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารจะเพิ่มขึ้นแสดงว่าจะมี MPTS เกาะที่พื้นผิวแผ่นซีลิกามากขึ้น แต่เมื่อแช่ใน H_2O_2 แล้วเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารก็มีแนวโน้มลดลงจากก่อนแช่ H_2O_2 เช่นกัน

5.2 แผ่นซีลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด

แผ่นซีลิกาชนิดนี้ทำมาจากผงซีลิกาที่บดละเอียดผสมกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ 10% โดยน้ำหนักของผงซีลิกา แล้วนำไปขึ้นรูปโดยใช้เครื่องอัดเม็ดแล้วนำไปเผาที่ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้แผ่นซีลิกาที่มีรูพรุนขนาดใหญ่ (Macroporous) ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ จากนั้นนำแผ่นซีลิกาที่ได้มาเคลือบด้วย MPTS และแช่ในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เช่นเดียวกับแผ่นซีลิกาที่เตรียมโดยวิธีโซล-เจล

5.2.1 เปอร์เซ็นต์ความมีรูพรุน (% porosity)

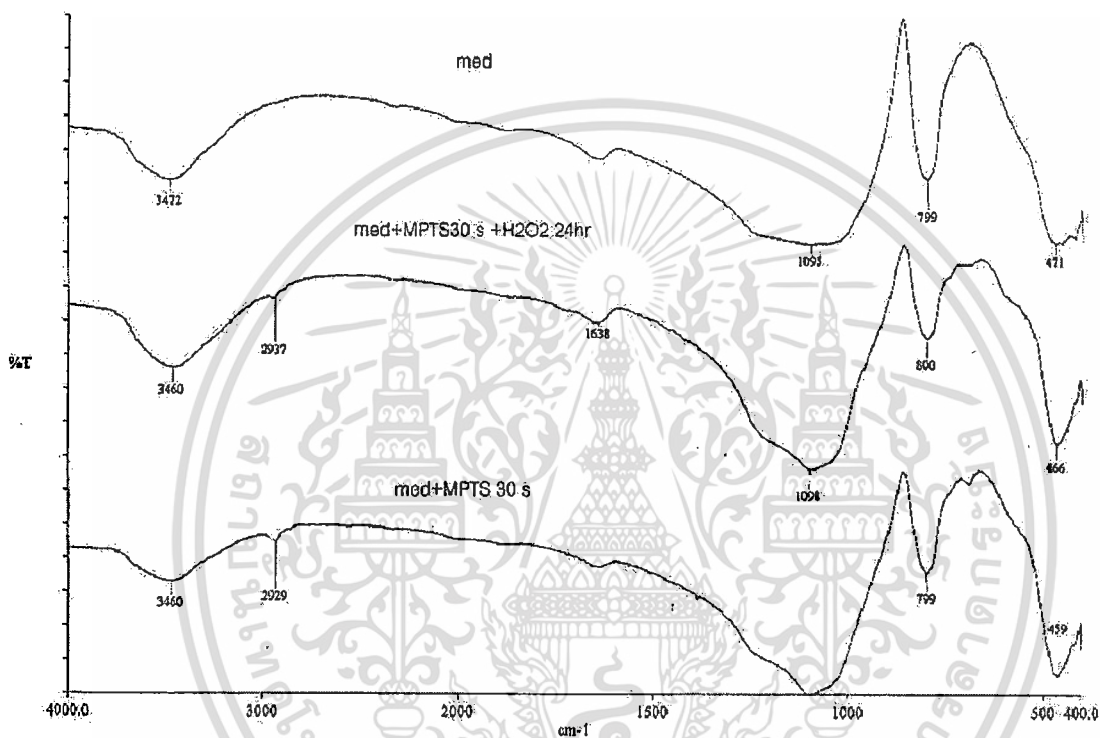
ตารางที่ 5.7 เปอร์เซ็นต์ความมีรูพรุนของแผ่นซีลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดเคลือบด้วย MPTS 30 วินาที (MPTS) และแช่ในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 24 ชั่วโมง (MPTS+ H_2O_2)

สารตัวอย่าง	เปอร์เซ็นต์ความมีรูพรุน (%)
แผ่นซีลิกา	24.85
MPTS	20.85
MPTS + H_2O_2	24.57

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการทดลองสังเกตเห็นว่า เมื่อเคลือบด้วย MPTS แล้วเปอร์เซ็นต์ความมีรูพรุนจะลดต่ำลง สันนิษฐานว่า ตอนเคลือบ MPTS อาจมี MPTS บางส่วนหลุดเข้าไปภายในช่องว่างหรือรูพรุนภายในแผ่นซิลิกาแต่เมื่อแช่ใน H_2O_2 แล้วเปอร์เซ็นต์ความมีรูพรุนกลับสูงขึ้นมา คาดว่าน่าจะมาจาก H_2O_2 เข้าไปในรูพรุนแล้วไปชะเอา MPTS ที่ไม่ติดกับแผ่นซิลิกาออกมา

5.2.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด



รูปที่ 5.11 สเปกตรัม IR ของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด (med) แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที (med+MPTS 30 s) แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที และแช่ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง (med+MPTS 30 s+ H_2O_2 24 hr)

จากสเปกตรัม FTIR พิกต่าง ๆ จะคล้ายกับของแผ่นซิลิกาที่เตรียมโดยวิธีโซล-เจล มีความแตกต่างเพียงเล็กน้อย คือบริเวณที่พิก 3500 cm^{-1} ซึ่งเป็นพิก O-H stretching แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดจะมีความเข้มพิกที่ต่ำกว่าแผ่นซิลิกาที่เตรียมโดยวิธีโซล-เจล สันนิษฐานว่ามาจากการที่นำไปเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ทำให้เกิดการสูญเสียหมู่ไฮดรอกซิลไป ในส่วนของการเคลือบ เมื่อเคลือบ MPTS จะสังเกตเห็นพิกที่ 2900 cm^{-1} ซึ่งเป็นพิกของ C-H stretching ได้ชัดเจน แต่ที่พิก 2550 cm^{-1} ที่เป็นพิกของ S-H stretching จะสังเกตเห็นไม่ได้ คาดว่ามีปริมาณ

ซัลเฟอร์ที่น้อยเกินไป และเมื่อแช่ใน H_2O_2 แล้วความเข้มข้นที่พีก 2900 cm^{-1} ต่ำลง คาดว่ามี MPTS บางส่วนหลุดออกจากโครงสร้าง

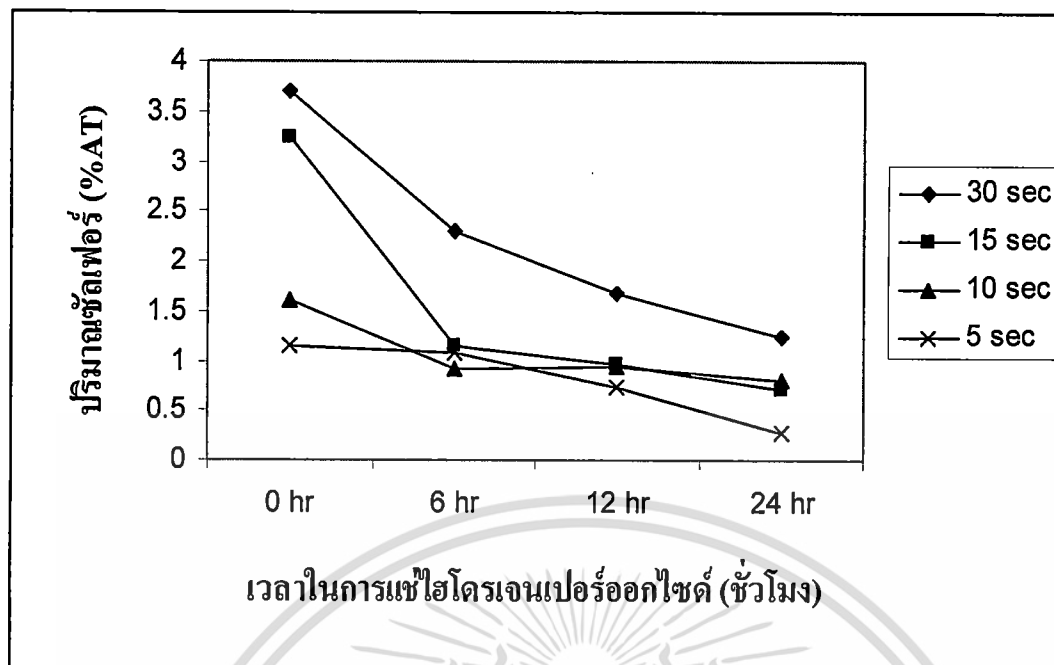
5.2.3 การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดด้วยเทคนิค EDS

ตารางที่ 5.8 ตารางแสดงปริมาณธาตุ (%AT) ของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด

สูตร	MPTS (วินาที)	H_2O_2 (ชั่วโมง)	%AT		
			Si	O	S
อัดเม็ด	5	0	27.05	43.57	1.14
	5	6	37.41	53.85	1.08
	5	12	34.02	51.91	0.74
	5	24	36.53	53.85	0.28
	10	0	31.09	45.81	1.6
	10	6	27.59	46.04	0.92
	10	12	24.75	52.44	0.94
	10	24	31.09	45.81	0.81
	15	0	33.56	40.59	3.24
	15	6	25.89	51.89	1.16
	15	12	26.33	46.05	0.96
	15	24	24.26	45.61	0.72
	30	0	36.56	52.97	3.71
	30	6	35.34	55.14	2.31
	30	12	34.14	51.61	1.67
	30	24	34.81	48.32	1.23

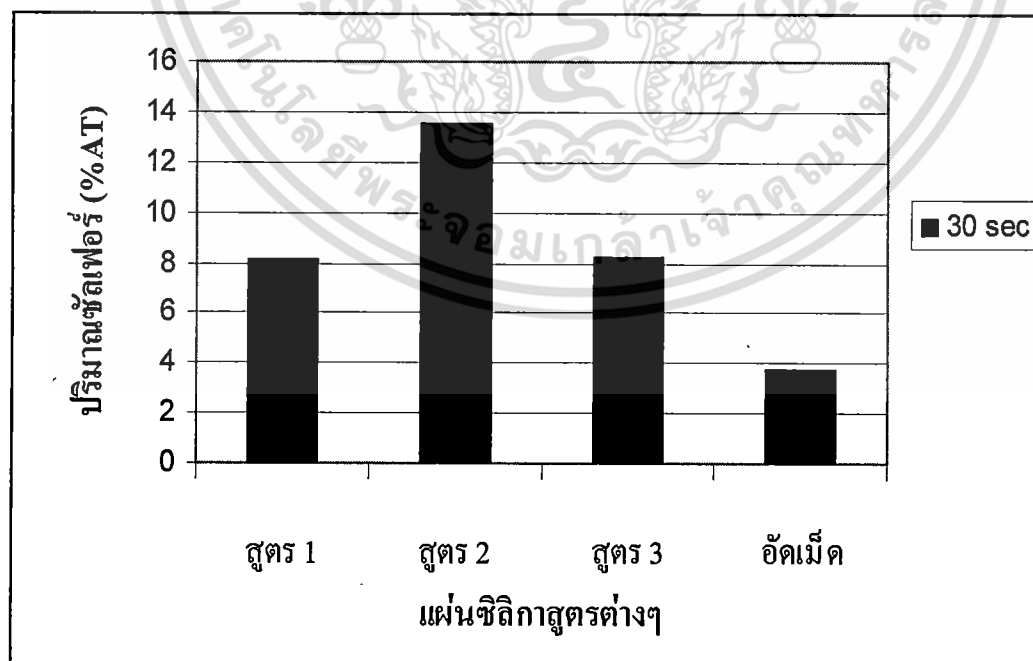
นำค่าปริมาณซัลเฟอร์ (%AT) ที่ได้นำไปพล็อตกราฟกับเวลาในการแช่ H_2O_2 แนวโน้มที่เกิดขึ้นจะคล้ายกับแผ่นซิลิกาที่เตรียมโดยวิธีโซล-เจล คือเมื่อแช่ใน H_2O_2 นานขึ้นปริมาณซัลเฟอร์จะลดลง คาดว่าจะมี MPTS หลุดออกจากแผ่นซิลิกาและเมื่อเปรียบเทียบเวลาในการจุ่มเคลือบ MPTS พบว่าเวลา 30 วินาที จะมีปริมาณซัลเฟอร์(% AT) มากที่สุด แสดงดังรูปที่ 5.12

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 5.12 กราฟแสดงปริมาณคลอรีน (%AT) ที่เวลาในการแช่ H_2O_2 ต่างๆ ของแผ่นซีลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด

เมื่อเปรียบเทียบกับแผ่นซีลิกาสูตรต่างๆพบว่าแผ่นซีลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด จะมีปริมาณคลอรีน (%AT) น้อยกว่า เนื่องจากการเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสทำให้หมู่ไฮดรอกซิลหายไปทำให้ MPTS ติดได้น้อยกว่าแสดงดังรูปที่ 5.13



รูปที่ 5.13 กราฟแสดงปริมาณคลอรีน (%AT) ที่เวลาในการจุ่มเคลือบ MPTS 30วินาทีของแผ่นซีลิกาชนิดต่างๆ
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

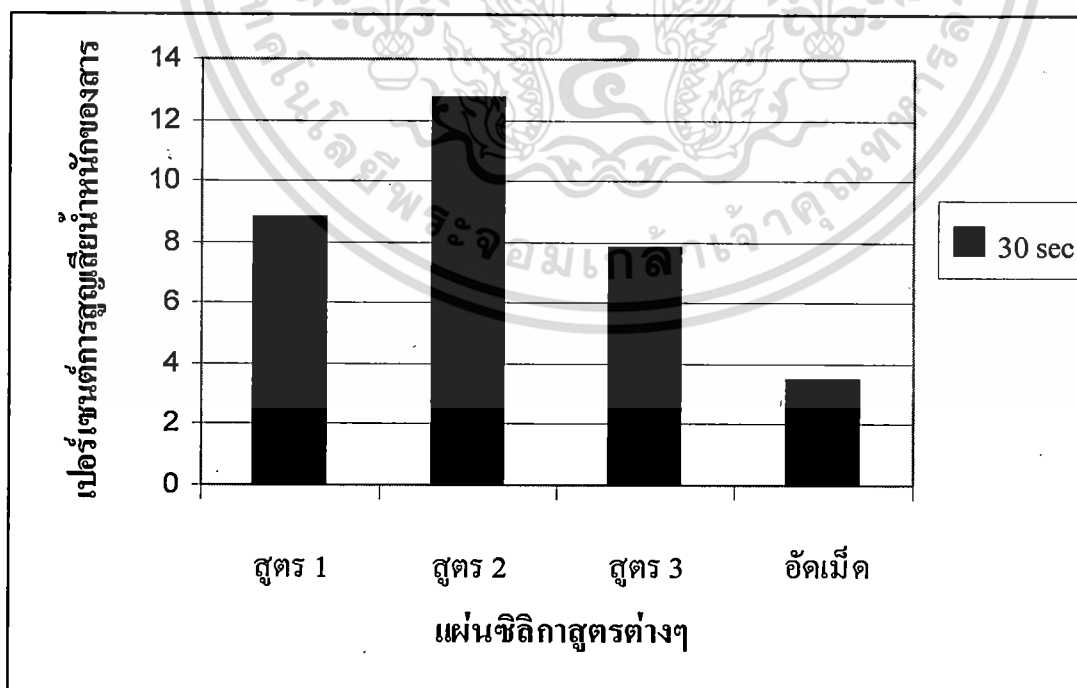
5.2.4 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางความร้อนของแผ่นซีลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด

เปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารของแผ่นซีลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดก่อนเคลือบ MPTS หลังเคลือบ MPTS และเมื่อแช่ใน H_2O_2 แสดงดังตารางที่ 5.9

ตารางที่ 5.9 เปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารของแผ่นซีลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดก่อนเคลือบ MPTS หลังเคลือบ MPTS 30 วินาที และเมื่อแช่ใน H_2O_2 24 ชั่วโมง

สูตร	เปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสาร		
	ก่อนเคลือบ MPTS	หลังเคลือบ MPTS	หลังแช่ H_2O_2
อัดเม็ด	0.00	3.5170	2.3522

แผ่นซีลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดก่อนเคลือบ MPTS จะมีเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารที่น้อยมากเนื่องจากการเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสทำให้ส่วนที่เป็นน้ำระเหยออกไปหมด หลังจากเคลือบ MPTS และแช่ใน H_2O_2 แล้วจะมีแนวโน้มที่คล้ายกับแผ่นซีลิกาที่เตรียมโดยวิธีโซล-เจล คือหลังเคลือบ MPTS แล้วเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารจะเพิ่มขึ้นแสดงว่ามี MPTS ติดอยู่ที่พื้นผิวของแผ่นซีลิกาแต่เมื่อแช่ใน H_2O_2 เปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารจะลดลง เนื่องจาก MPTS ที่ไม่ติดกับพื้นผิวของแผ่นซีลิกาจะหลุดออกไป



รูปที่ 5.14 กราฟแสดงเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารของแผ่นซีลิกาสูตรต่างๆ ที่เคลือบด้วย MPTS เป็นเวลา 30 วินาที

ไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 5.14 เมื่อเปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารกับแผ่นซิลิกาที่เตรียมโดยวิธีโซล-เจล ผลที่ได้จะมีแนวโน้มคล้ายกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS คือ แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดจะมีเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารน้อยกว่า เนื่องจากการสลายไปของหมู่ไฮดรอกซิล ทำให้การยึดติดของ MPTS กับแผ่นซิลิกาไม่ดี

6. สรุปผลงานวิจัยและข้อเสนอแนะ

6.1 ผลของอัตราส่วน โมลของน้ำต่อ TEOS

เมื่ออัตราส่วนโมลของน้ำต่อ TEOS เพิ่มขึ้น ทำให้พื้นผิวจำเพาะมากขึ้นโดยอัตราส่วนโมลของน้ำต่อ TEOS ที่เหมาะสม คือ 14.84

6.2 การเปลี่ยนแปลงพื้นที่ผิวจำเพาะก่อนและหลังเคลือบด้วย MPTS

แผ่นซิลิกาที่มีรูพรุน เมื่อเคลือบด้วย MPTS แล้วพื้นที่ผิวจำเพาะจะลดลง ซึ่งเกิดจากการที่ MPTS เกาะอยู่บนพื้นผิว แต่เมื่อแช่ในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ พื้นที่ผิวจำเพาะจะเพิ่มขึ้น เนื่องจาก MPTS บางส่วนหลุดออกมา

6.3 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของแผ่นซิลิกา

แผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนในสูตรที่ 1, 2 และ 3 จะมีพีคที่สำคัญ คือ 3500 cm^{-1} คือ O-H stretching, 1100 และ 800 cm^{-1} ของ Si-O stretching เมื่อเคลือบด้วย MPTS แล้วจะพบว่าพีคเพิ่มขึ้นที่ 2900 cm^{-1} ของ C-H stretching และ 2500 cm^{-1} ของ S-H stretching เมื่อทำการออกซิไดซ์แผ่นซิลิกาด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์แล้ว พีคที่ 2900 cm^{-1} จะลดลงเนื่องจาก MPTS บางส่วนหลุดออกไป และพีคที่ 2500 cm^{-1} หายไปเนื่องจากเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชัน S-H กลายเป็น $-\text{SO}_3\text{H}$ ซึ่งเป็นพีคที่ 1100 cm^{-1}

ส่วนแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปโดยการอัดเม็ด ก็มีแนวโน้มเช่นเดียวกัน ต่างกันที่พีค 3500 cm^{-1} จะมีความเข้มที่น้อยกว่า เนื่องจากหมู่ไฮดรอกซิลสลายตัวไป

6.4 การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิค EDS

แผ่นซิลิกาทั้งที่เตรียมโดยวิธีโซล-เจล และขึ้นรูปแบบอัดเม็ด ก่อนเคลือบด้วย MPTS จะมีธาตุ 2 ชนิด คือ ซิลิกอนและออกซิเจน เมื่อเคลือบด้วย MPTS แล้วจะมีธาตุคาร์บอน และ ซัลเฟอร์ เพิ่มขึ้นมา

เมื่อเพิ่มเวลาในการจุ่ม MPTS ปริมาณซิลเฟอรที่เกาะบนพื้นผิวมากขึ้น แต่เมื่อแช่ในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์นานขึ้น ปริมาณซิลเฟอรที่เกาะบนพื้นผิวมีแนวโน้มลดลง เนื่องจาก MPTS บางส่วนไม่ได้เกิดพันธะกับแผ่นซิลิกาจะหลุดออกไป

แผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนสูตร 2 มีปริมาณซิลเฟอรที่พื้นผิวมากที่สุด เพราะมีพื้นที่ผิวจำเพาะมากที่สุด

6.5 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางความร้อน

แผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนทั้ง 3 สูตรมีแนวโน้มเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักเหมือนกัน คือ ก่อนแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ มีเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักมากกว่า หลังแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ แผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนสูตรที่ 2 จะมีเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักมากกว่า สูตร 1 และ 3

ส่วนแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบเม็ดมีเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักแนวโน้มไปในทางเดียวกับแผ่นซิลิกาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจล แต่มีเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักที่ต่ำกว่า

ปัญหาและข้อเสนอนแนะ

เนื่องวิธีการเตรียมแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนจำเป็นต้องใช้เครื่องมือในการขึ้นรูปที่มีประสิทธิภาพ และเตาเผาอุณหภูมิสูงที่สามารถควบคุมอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิอย่างช้าๆที่มีค่าแน่นอน ซึ่งกลุ่มวิจัยยังขาดแคลนครุภัณฑ์ทั้งสองประเภท จึงเป็นผลให้การเตรียมแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนทำได้เพียงขึ้นตัวอย่างขนาดเล็กสำหรับตรวจวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการเท่านั้น ไม่สามารถเตรียมเป็นชิ้นทดสอบที่มีขนาดเหมาะสมกับการนำไปบำบัดน้ำในระบบจริง ซึ่งเป็นขั้นตอนในระยะต่อไปของงานวิจัย อย่างไรก็ตามงานวิจัยนี้ได้รับองค์ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับการเตรียมแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนและการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารอินทรีย์ ซึ่งวิธีการเตรียมและการปรับปรุงพื้นผิวแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนอาจพัฒนาให้ดียิ่งขึ้นหากมีการศึกษาเพิ่มเติมในปัจจัยต่อไปนี

1. ศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับปัจจัยอื่นที่มีผลต่อการสังเคราะห์แผ่นซิลิกาโดยวิธีโซล-เจล เช่น ชนิดของกรด, pH ของกรด เป็นต้น
2. ปรับเปลี่ยนเทคนิคการเคลือบและการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารอินทรีย์เพื่อให้มีปริมาณซิลเฟอรบนพื้นผิวเยื่อกรองเพิ่มขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

7. เอกสารอ้างอิง

- [1] ชันทอง สุนทรภา. 2547. เทคโนโลยีการแยกด้วยเมมเบรน. กรุงเทพฯ. โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
- [2] Arthanareeswaran, G., Srinivaran, K., Mahendran, R., Mohan, D., Rajendran, M. and Mohan, V. 2004. Studies on cellulose acetate and sulfonated poly(ether ether ketone) blend ultrafiltration membrane. *European Polymer Journal*. 40: 751 – 762.
- [3] Isamil, A.F. and Loma, W. 2003. Suppression of plasticization in polysulfone membrane from gas separation by heat treatment technique. *Separation Purification Technology*. 30: 37 – 46.
- [4] Devos, R.M. and Verweij, H. 1997. Improved performance of silica membranes for gas separation. *Journal of Membrane Science*. 143: 37 – 51.
- [5] Zhang, J.L., Li, W., X.K., Wang, L. and Zhu, L. 2003. Synthesis of mesoporous silica membrane oriented by self-assembles of surfactants. *Journal of Membrane Science*. 222: 219 – 224.
- [6] Scott, K. and Hughes, R. 1996. Industrial membrane separation technology. Glasgow. Chapman & Hall
- [7] Asaeda, M. and Yamasaki, S. 2001. Separation of inorganic / organic gas mixtures by porous silica membrane. *Separation Purification Technology*. 25; 151 – 159.
- [8] Schleicher-Schuell Microscience. 2003. Polyamide membrane, [online]. Available: http://www.schleicher-schuell.com/icm_11be.nsf/
- [9] K.A. Mauritz. 1997. Sol-Gel, [online]. Available: <http://www.psrc.usm.edu/mauritz/solgel.html>
- [10] Chemat Technology, Inc. 1990. Sol-Gel, [online]. Available: <http://www.chemat.com/html/solgel.html>
- [11] Brinker, C.J. and Scherer, G.W. 1990. Sol-Gel Science-the physical and chemistry of sol-gel processing. New York: Acedermic press.
- [12] Group for Characterization and Development of Materials for Photonics and Optoelectronics. 2005. Dip Coating, [online]. Available: <http://www.science.unitn.it/~gcsmf/facilities/dip-coating.htm>
- [13] Brewer Science, Inc. 2003. Spin Coating, [online]. Available: <http://www.brewerscience.com/cee/technical/spintheory.html#sppcd>

- [14] D.P.Birnie. 200. Spin Coating, [online]. Available:
<http://www.mse.arizona.edu/faculty/birnie/Coatings/KeyStages.htm>
- [15] Xi, Y., Liangying, Z. and Sasa, W., 1995. Pore size and pore-size distribution control of porous silica. *Sensor and Actuators B*. 24-25: 347 – 352.
- [16] Elfering, W.J., Nair, B.N., De Vos, R.M., Keizer, K. and Verweij, H. 1996. Sol-Gel Synthesis and Characterization of Microporous Silica Membranes. *Journal of Colloid and Interface Science*. 180:127 – 134.
- [17] Kusakabe, K., Sakamoto, S., Saie, T. and Morooka, S. 1999. Pore structure of silica membranes formed by a sol-gel technique using tetraethoxysilane and alkyltriethoxysilanes. *Separation Purification Technology*. 16: 139-146.
- [18] Lenza, R.F.S. and Vasconcelos, W.L. 2000. Synthesis and properties of microporous sol-gel silica membranes. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 273: 164-169.
- [19] Wu, C., Xu, T. and Yang, w. 2003. A new inorganic-organic negatively charged membrane: membrane preparation and characterization. *Journal of Membrane Science*. 224: 117 – 125.
- [20] Martinez, Y., Retuert, J., Yazdani-Pedram M. and Colfe, H. 2004. Hybrid ternary organic-inorganic films base on interpolymer complex and silica. *Polymer*. 45: 3257 – 3265.
- [21] Institute of Chemical Sciences and Engineering. 2004. Spin Coating, [online]. Available: <http://ssg.epfl.ch/images/SpinCoating.png>