

การศึกษาเบื้องต้นการเตรียมและการปรับปรุงพื้นผิวแผ่นซีดีที่มึรุกรุน



เลขหมู่.....
เลขทะเบียน.....62073
วัน,เดือน,ปี.....27 ก.ค. 2549

b.....
i.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2547

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**Elementary Study of Preparation and Surface Modification of Porous
Silica-flakes**


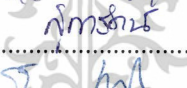



**A Special Project Submitted in Partial Fulfillment of the Requirement for the Degree of
Bachelor of Science
Department of Chemistry
Faculty of Science
King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Academic Year 2004**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษเรื่อง การศึกษาเบื้องต้นการเตรียมและการปรับปรุงพื้นผิวแผ่นซีติกาที่มีรูพรุน
นักศึกษา นางสาว กฤตพร มณีผ่อง 44050065
 นาย มินกร พุนดี 44050114
ภาควิชา ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม
อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร. ภัทราวุธ มนต์วิเศษ
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ผศ.ดร. ปุณณมา ศิริพันธ์โนน

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
 อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการตรวจสอบ	ลายมือชื่อ
ประธานกรรมการ ดร. ชลลดา ฤตวิรุพห์	
กรรมการ ผศ.ดร. สุภารัตน์ รัชชสิทธิ์	
กรรมการ ผศ.ดร. ภัทราวุธ มนต์วิเศษ	



(ผศ.ดร. ประยงค์ ควงดี)

หัวหน้าภาควิชา

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
 สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การศึกษาเบื้องต้นการเตรียมและการปรับปรุงพื้นผิวแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุน	
นักศึกษา	นางสาว กฤตพร มณีผ่อง	44050065
	นาย มินกร พุนดี	44050114
ภาควิชา	ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์	
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม	
ปีการศึกษา	2547	
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร. ภัทรารุช มนต์วิเศษ	
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ผศ.ดร. ปุณณมา ศิริพันธ์ โนน	

บทคัดย่อ

โครงการวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนและการปรับปรุงพื้นผิวของแผ่นซิลิกาด้วยสารละลาย 3-เมอแคปโตพรอพิลไตรเมทอกซีไซเลน (MPTS) โดยขั้นแรกจะเตรียมแผ่นซิลิกาโดยวิธีโซล-เจล จากเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (TEOS) โดยปรับเปลี่ยนอัตราส่วนโดยโมลของน้ำต่อ TEOS เป็น 12.80 14.84 และ 16.88 จากนั้นขึ้นรูปเป็นแผ่นเจลซิลิกาด้วยวิธีการหล่อแบบ แผ่นเจลซิลิกาที่ได้ถูกนำไปเผาที่ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ได้เป็นแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดนาโน นอกจากนี้เจลซิลิกาบางส่วนจะถูกนำไปผสมกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ และอัดขึ้นรูปเป็นแผ่นซิลิกา จากนั้นนำไปเผาที่ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ได้เป็นแผ่นซิลิกาสีขาวที่มีรูพรุนขนาดใหญ่ แผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนทั้งสองแบบถูกนำไปเคลือบผิวโดยจุ่มในสารละลาย MPTS เป็นระยะเวลา 5 10 15 และ 30 วินาที หลังจากนั้นนำแผ่นซิลิกาที่เคลือบผิวแล้ว ไปออกซิไดซ์ด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ โดยปรับเปลี่ยนระยะเวลาในการแช่เป็น 0 6 12 และ 24 ชั่วโมง แผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนทั้งก่อนและหลังการเคลือบผิว และการออกซิไดซ์ถูกนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่างๆ พบว่าแผ่นซิลิกาที่เตรียมจากเจลที่มีอัตราส่วนโดยโมลของน้ำต่อ TEOS เท่ากับ 14.84 และเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสมีพื้นที่ผิวจำเพาะมากที่สุด เมื่อเพิ่มเวลาในการจุ่ม MPTS ปริมาณ MPTS ที่เกาะบนพื้นผิวแผ่นซิลิกาจะเพิ่มขึ้น แต่เมื่อเพิ่มเวลาในการแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ พบว่าปริมาณ MPTS ที่เกาะบนพื้นผิวแผ่นซิลิกาลดลง เมื่อเปรียบเทียบระหว่างแผ่นซิลิกาที่เตรียมจากการหล่อขึ้นรูปกับแผ่นซิลิกาที่เตรียมจากการอัดขึ้นรูป พบว่าแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปโดยการอัดขึ้นรูป จะมี MPTS เคลือบติดที่พื้นผิวน้อยกว่าแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบหล่อแบบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title	Elementary Study of Preparation and Surface Modification of Porous Silica-flakes	
Name	Miss Krittaporn Maneepong	44050065
	Mr. Meenakorn Poondee	44050114
Department	Chemistry	
Program	Industrial Chemistry	
Academic	2004	
Special Project Advisor	Asst. Prof. Dr. Pathavuth Monvisade	
Special Project Co-advisor	Asst. Prof. Dr. Punnama Siriphannon	

Abstract

This project studied about the preparation and modification of silica flakes with 3-(mercaptopropyl) trimethoxysilane (MPTS) solution. Firstly, silica flake was prepared from tetraethylorthosilicate (TEOS) by sol-gel method with varying molar ratio of water to TEOS, i.e. 12.8, 14.84 and 16.88. Silica-gel flakes were formed by casting method. They were calcined at 400 °C for 3 hours to produce nanoporous transparent silica flakes. Besides, some silica flakes were pulverized and mixed with poly(vinyl alcohol) and then compressed to form silica discs. They were calcined at 1000 °C for 2 hours to produce macroporous white silica discs. The surfaces of these porous silica flakes were dip-coated with MPTS solution for 5, 10, 15 and 30 seconds and then they were oxidized by immersing in H₂O₂ for 0, 6, 12 and 24 hours. Porous silica flakes after coating and oxidizing were characterized by various techniques in comparison with their original flakes. It was found that the silica flakes prepared, which the molar ratio of water to TEOS was 14.84 and calcined at 400 °C, had the highest specific surface area. The longer coating time, the higher amount of MPTS coated on the surface of silica-flakes. However, the amount of MPTS decreased with the increasing of immersing time in H₂O₂. Comparison between the casting silica flakes and the compressed silica discs, it was found that the amount of MPTS coating on the compressed silica flakes was lower than that of the casted silica-flakes.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษนี้สำเร็จลุล่วงเป็นอย่างดี เนื่องจากได้รับความช่วยเหลือ ความร่วมมือ ตลอดจนคำแนะนำ และคำปรึกษาต่างๆ จากบุคคลและองค์กรต่างๆ

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร. ภัทรารุช มนต์วิเศษ และ ผศ.ดร. ปุณณมา ศิริพันธ์ โนน อาจารย์ที่ปรึกษาที่กรุณาให้ความรู้ คำปรึกษา อบรมเอาใจใส่และกรุณาตรวจทาน แก้ไขตรวจสอบ โครงการพิเศษฉบับนี้ให้มีความสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร. สุภารัตน์ รักชลธี และ ดร. ชลลดา ฤตวิรุฬห์ อาจารย์ คณะกรรมการที่กรุณาตรวจทานและแก้ไขโครงการพิเศษฉบับนี้ให้ถูกต้องสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณอาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ระสือทธีระศาสน์วิชาความรู้ และคอยให้คำปรึกษา

ขอขอบพระคุณพี่ธีระวัฒน์ เถลิ้มสุขศรี ที่กรุณาให้ความช่วยเหลือในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิว

ขอขอบพระคุณพี่ปราณี บุญวัฒน์ พี่อลงกต ศรีทอง พี่นักวิทยาศาสตร์ และเจ้าหน้าที่ ภาควิชาเคมีทุกๆ ฝ่าย สำหรับคำแนะนำ ความช่วยเหลือ ตลอดจนคอยเอื้อเฟื้ออุปกรณ์ สารเคมี และเครื่องมือต่างๆ

สุดท้ายนี้ผู้จัดทำขอขอบคุณบุคคลที่มีส่วนช่วยเหลืออีกมากมายที่ทำให้ดำเนินโครงการพิเศษนี้สำเร็จลุล่วง ซึ่งไม่ได้กล่าวถึง ณ ที่นี้

นส. กฤตพร มณีผ่อง

นาย มินกร พูนดี

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อโครงการพิเศษภาษาไทย	ก
บทคัดย่อโครงการพิเศษภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูปภาพ	ซ
คำอธิบายสัญลักษณ์และอักษรย่อ	ญ
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความเป็นมาของของ โครงการงาน	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการงาน	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	
2.1 เมมเบรน	3
2.1.1 ลักษณะโดยทั่วไปของเมมเบรน	3
2.2 การแบ่งแยกประเภทของเมมเบรน	4
2.2.1 การแบ่งแยกประเภทของเมมเบรนตามขนาดของรูพรุน	4
2.2.2 การแบ่งแยกประเภทของเมมเบรนตามโครงสร้าง	4
2.2.3 การแบ่งแยกประเภทของเมมเบรนตามวัสดุ ที่นำมาทำเป็นเมมเบรน	5
2.3 เทคนิคการสังเคราะห์ซิลิกาเมมเบรน โดยวิธี โซล-เจล	8
2.3.1 ปฏิกริยาไฮโดรไลซิส	10
2.3.2 ปฏิกริยาควบแน่น	12
2.4 เมมเบรนผสมระหว่างสารอนินทรีย์และสารอินทรีย์	14
2.4.1 การเคลือบแบบจุ่มเคลือบ	14
2.4.2 การเคลือบแบบหมุน	16
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	18

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

	หน้า
บทที่ 3 วิธีการทดลอง	
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	21
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	21
3.3 วิธีการทดลอง	22
3.3.1 การเตรียมแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนด้วยวิธี โซล-เจล	22
3.3.2 การเตรียมแผ่นซิลิกาโดยการขึ้นรูปรูปแบบอัดเม็ด	27
3.3.3 การเคลือบแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนด้วย MPTS	29
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล	
4.1 แผ่นซิลิกาที่เตรียมโดยวิธี โซล-เจล	32
4.1.1 ผลของอัตราส่วนน้ำต่อเอทานอล	32
4.1.2 การเปลี่ยนแปลงพื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นซิลิกาก่อน และหลังเคลือบผิว	34
4.1.3 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของแผ่นซิลิกา	35
4.1.4 การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิค EDS	37
4.1.5 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางความร้อน	42
4.2 แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปรูปแบบอัดเม็ด	45
4.2.1 เปอร์เซ็นต์ความมีรูพรุน	45
4.2.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปรูปแบบอัดเม็ด	46
4.2.3 การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปรูป แบบอัดเม็ดด้วยเทคนิค EDS	47
4.2.4 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางความร้อนของแผ่นซิลิกาที่ ขึ้นรูปรูปแบบอัดเม็ด	49
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	
5.1 ผลของอัตราส่วนโมลของน้ำต่อ TEOS	51
5.2 การเปลี่ยนแปลงของแผ่นซิลิกาภายหลังการเคลือบ MPTS และการออกซิไดซ์ด้วย H ₂ O ₂	51
5.3 แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปโดยการอัดเม็ดเปรียบเทียบกับแผ่นซิลิกา ที่ขึ้นรูปรูปแบบหล่อแบบ	51
ข้อเสนอแนะ	51

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง	52
ภาคผนวก ก อินฟราเรดสเปกตรัม	54
ภาคผนวก ข ปริมาณธาตุองค์ประกอบจากเทคนิค EDS	60



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 ตารางเปรียบเทียบสมบัติต่างๆระหว่างเมมเบรนอินทรีย์และเมมเบรนอินทรีย์	7
ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์แผ่นซิลิกาด้วยเทคนิคโซล-เจล	24
ตารางที่ 3.2 ระยะเวลาในการจุ่ม MPTS และเวลาในการแช่ H_2O_2 ของแผ่นซิลิกา	30
ตารางที่ 4.1 อัตราส่วนโดยโมลของน้ำต่อ TEOS และอัตราส่วนโดยโมลของน้ำต่อเอทานอล ของสารตั้งต้นสูตรต่างๆ และพื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นซิลิกา	32
ตารางที่ 4.2 พื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุน เปรียบเทียบกับแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที ทั้งก่อนและหลังการแช่ H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง	34
ตารางที่ 4.3 ปริมาณธาตุองค์ประกอบ (%AT) ของแผ่นซิลิกาสูตร 1	39
ตารางที่ 4.4 เปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักของแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุน แผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที แผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที และแช่ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง	43
ตารางที่ 4.5 ตารางแสดงปริมาณ MPTS ที่มีอยู่ในแผ่นซิลิกา (%) โดยน้ำหนักของแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที แผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที และแช่ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง	43
ตารางที่ 4.6 ตารางแสดงเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารของแผ่นซิลิกาสูตร 2 ที่เคลือบด้วย MPTS ในเวลาต่างๆก่อนและหลังแช่ด้วย H_2O_2	44
ตารางที่ 4.7 เปอร์เซ็นต์ความมีรูพรุนของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที (MPTS) และแช่ในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 24 ชั่วโมง ($MPTS+H_2O_2$)	45
ตารางที่ 4.8 ตารางแสดงปริมาณธาตุ (%AT) ของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด	47
ตารางที่ 4.9 เปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด ก่อนเคลือบ MPTS หลังเคลือบ MPTS 30 วินาที และเมื่อแช่ใน H_2O_2 24 ชั่วโมง	49

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 หลักการแยกด้วยเมมเบรน	3
รูปที่ 2.2 โครงสร้างภาพตัดขวางของเมมเบรนชนิดต่างๆ	4
รูปที่ 2.3 โครงสร้างภาพตัดขวางของเมมเบรนแบบไม่สมมาตร	5
รูปที่ 2.4 ภาพ SEM แสดงภาพตัดขวางของซิลิกาเมมเบรนที่มีอะลูมินา เป็นฐานรอง	5
รูปที่ 2.5 ภาพพื้นผิวของเมมเบรนที่ทำจากพอลิเอไมด์	6
รูปที่ 2.6 ภาพ SEM ของอะลูมินาเมมเบรน a) ภาพพื้นผิว b) ภาพตัดขวาง	7
รูปที่ 2.7 เทคนิคในการสังเคราะห์เมมเบรนด้วยวิธี โซล-เจล	8
รูปที่ 2.8 แผนภาพการสังเคราะห์ซิลิกาเมมเบรนด้วยวิธี โซล-เจล	9
รูปที่ 2.9 ผลของความเป็นกรด-ด่าง ต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา ไฮโดรไลซิส	11
รูปที่ 2.10 ผลของความเป็นกรด-ด่าง ต่ออัตราการละลายและเวลาในการเกิดเจล	12
รูปที่ 2.11 ลำดับของการเกิดวิฤภาคต่างๆ ในการสังเคราะห์เมมเบรน ด้วยวิธี โซล-เจล	13
รูปที่ 2.12 ขั้นตอนของกระบวนการเคลือบด้วยวิธีจุ่มเคลือบ	14
รูปที่ 2.13 แผนภาพเครื่องมือที่ใช้ในการเคลือบแบบจุ่มเคลือบ	15
รูปที่ 2.14 ภาพถ่ายเครื่องมือที่ใช้ในการเคลือบแบบจุ่มเคลือบ	16
รูปที่ 2.15 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเคลือบแบบหมุน	17
รูปที่ 2.16 แผนภาพแสดงกระบวนการเคลือบแบบหมุน	18
รูปที่ 3.1 แผนการเตรียมแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุน โดยวิธี โซล-เจล	26
รูปที่ 3.2 แผนการเตรียมแผ่นซิลิกา โดยการขึ้นรูปแบบเม็ค	28
รูปที่ 3.3 แผนการเคลือบแผ่นซิลิกาด้วย MPTS และแช่ใน ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์	31
รูปที่ 4.1 สเปกตรัม IR ของแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนสูตร 1, 2 และ 3	35
รูปที่ 4.2 กราฟ IR ของแผ่นซิลิกาสูตร 1 (Glass pure) แผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS (Glass1+MPTS 30 s) และแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS ที่แช่ใน H ₂ O ₂ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง (Glass1-MPTS 30 s - H ₂ O ₂ 24 hr)	36
รูปที่ 4.3 กราฟ EDS ของแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนสูตร 1	37

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

	หน้า
รูปที่ 4.4 กราฟ EDSของแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS	38
รูปที่ 4.5 กราฟ EDSของแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS และแช่ใน H_2O_2	38
รูปที่ 4.6 กราฟแสดงปริมาณซัลเฟอร์ (%AT) ที่เวลาในการแช่ H_2O_2 ต่างๆ ของแผ่นซิลิกาสูตร 1	40
รูปที่ 4.7 กราฟแสดงปริมาณซัลเฟอร์ (%AT) ที่เวลาในการแช่ H_2O_2 ต่างๆ ของแผ่นซิลิกาสูตร 2	40
รูปที่ 4.8 กราฟแสดงปริมาณซัลเฟอร์ (%AT) ที่เวลาในการแช่ H_2O_2 ต่างๆ ของแผ่นซิลิกาสูตร 3	41
รูปที่ 4.9 กราฟแสดงปริมาณซัลเฟอร์ (%AT) ของแผ่นซิลิกาสูตร 1, 2 และ 3 ที่เวลาในการจุ่ม MPTS 30 วินาที	41
รูปที่ 4.10 เทอร์โมแกรม ของ แผ่นซิลิกาสูตร 2 ที่เคลือบด้วย MPTS เป็นเวลา 30 วินาที	42
รูปที่ 4.11 กราฟแสดงปริมาณ MPTS ที่มีอยู่ในแผ่นซิลิกาสูตรต่างๆ ก่อนและ หลังแช่ใน H_2O_2	44
รูปที่ 4.12 สเปกตรัม IR ของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด (Med) แผ่นซิลิกาที่ ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที (Med+MPTS 30 s) แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที และแช่ ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง (Med+MPTS 30 s+ H_2O_2 24 hr)	46
รูปที่ 4.13 กราฟแสดงปริมาณซัลเฟอร์ (%AT) ที่เวลาในการแช่ H_2O_2 ต่างๆ ของ แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด	48
รูปที่ 4.14 กราฟแสดงปริมาณซัลเฟอร์ (%AT) ที่เวลาในการจุ่มเคลือบ MPTS 30 วินาทีของแผ่นซิลิกาชนิดต่างๆ	48
รูปที่ 4.15 กราฟแสดงเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารของแผ่นซิลิกาสูตรต่างๆ ที่เคลือบด้วย MPTS เป็นเวลา 30 วินาที	50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คำอธิบายสัญลักษณ์และอักษรย่อ

TEOS	Tetraethylorthosilicate
H ₂ O ₂	Hydrogenperoxide
r _w	อัตราส่วนโดยโมลของน้ำต่อ TEOS
r _s	อัตราส่วนโดยโมลของกรดต่อ TEOS
MPTS	3-(mercaptopropyl) trimethoxysilane
PVA	Poly(vinyl alcohol)
%AT	% atomic
%T	% transmittance
FTIR	Fourier transform infrared spectrophotometer
TGA	Thermogravimetric analysis
EDS	Energy dispersive spectroscopy
B.E.T.	Nitrogen absorption capacity ด้วยวิธีของ Brunauer-Emmitt-Teller
% weight loss	เปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนัก
Glass	แผ่นซิลิกาอ่อนเคลือบ MPTS
Glass-MPTS	แผ่นซิลิกาหลังเคลือบด้วย MPTS 30 วินาที
Glass-MPTS-H ₂ O ₂	แผ่นหลังเคลือบด้วย MPTS และแช่ใน H ₂ O ₂ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
Med	แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดก่อนเคลือบ MPTS
Med-MPTS	แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดหลังเคลือบด้วย MPTS 30 วินาที
Med-MPTS-H ₂ O ₂	แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดหลังเคลือบ MPTS และแช่ H ₂ O ₂ 24 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของโครงการวิจัย

ในปัจจุบันมีการนำเมมเบรนมาใช้ในอุตสาหกรรมหลายประเภท เช่น อุตสาหกรรมเกี่ยวกับอาหาร ยา ปิโตรเคมี ฯลฯ โดยส่วนมากจะนำเมมเบรนมาใช้ในการกรองหรือการแยกสารต่างๆ กระบวนการแยกด้วยเมมเบรนมีจุดเด่นที่สำคัญ คือ ใช้พลังงานต่ำ ไม่ต้องการความร้อนเพื่อใช้ในการเปลี่ยนวัฏภาค สามารถทำได้ที่สภาวะปกติ (อุณหภูมิห้องที่ความดัน 1 บรรยากาศ) มีการศึกษาวิจัยเพื่อผลิตเมมเบรนจากวัสดุหลายชนิด ที่นิยมใช้มักจะเป็นเมมเบรนที่สังเคราะห์จากสารอินทรีย์ (Organic membrane) โดยส่วนใหญ่เป็นเมมเบรนที่ผลิตจากวัสดุจำพวกพอลิเมอร์ (Polymeric membrane) เช่น เซลลูโลสอะซิเตต (Cellulose acetate) [1] พอลิซัลโฟน (Polysulfone) [2] เป็นต้น เนื่องจากมีโครงสร้างที่เหมาะสมและสามารถทำให้เกิดประจุได้ ซึ่งง่ายต่อการแลกเปลี่ยนไอออนภายในเมมเบรน แต่เมมเบรนที่สังเคราะห์จากสารอินทรีย์จะมีข้อเสีย คือ ไม่สามารถใช้งานที่อุณหภูมิสูงๆ ได้ และไม่ทนต่อตัวทำละลายและสารออกซิไดซ์ ซึ่งจะต่างกับเมมเบรนที่สังเคราะห์จากสารอนินทรีย์ (Inorganic membrane) จำพวกเซรามิกส์ (Ceramic membrane) เช่น อะลูมินา (Alumina) [3] ซิลิกา (Silica) [4] เป็นต้น ซึ่งเมมเบรนอนินทรีย์เหล่านี้จะมีความแข็งแรงทนทานต่ออุณหภูมิสูงและทนต่อตัวทำละลายต่างๆ ได้ดี แต่ก็มีข้อเสียเช่นกันคือ ทำให้เกิดประจุได้ยากและเมมเบรนอาจเกิดการอุดตันได้ง่ายเนื่องจากสารอินทรีย์ที่มีประจุลบที่มีอยู่ในน้ำทิ้ง จึงได้มีการพัฒนาเมมเบรน โดยรวมข้อดีของเมมเบรนทั้งสองชนิดในลักษณะของเมมเบรนผสมระหว่างสารอนินทรีย์กับสารอินทรีย์ (Inorganic-organic hybrid membrane) โดยส่วนที่เป็นสารอนินทรีย์จะทำหน้าที่เป็นฐานรองรับความแข็งแรงและทนทานต่ออุณหภูมิสูง โดยส่วนที่เป็นสารอินทรีย์จะเคลือบบริเวณพื้นผิวด้านบนของเมมเบรนอนินทรีย์ โดยในงานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนโดยวิธีโซล-เจล แล้วทำการปรับปรุงพื้นผิวด้านบน ด้วยการจุ่มเคลือบ (Dip-coating) สารละลาย 3-(Mercaptopropyl) trimethoxysilane (MPTS) ที่สภาวะต่างๆ เพื่อศึกษาวิธีการเตรียม และสภาวะที่เหมาะสม สำหรับการนำไปประยุกต์ใช้ในการเตรียมเมมเบรนผสมระหว่างสารอนินทรีย์ และสารอินทรีย์ต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์

1. ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมแผ่นซีลิกาที่มีรูพรุนด้วยวิธีโซล-เจล
2. ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการปรับปรุงพื้นผิวแผ่นซีลิกาที่มีรูพรุน

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

โครงการวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์แผ่นซีลิกาที่มีรูพรุนด้วยวิธีโซล-เจล โดยศึกษาถึงสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมแผ่นซีลิกาที่มีรูพรุน จากนั้นนำแผ่นซีลิกาที่เตรียมได้ไปเคลือบผิวด้วยสารละลายผสมของ 3-(Mercaptopropyl) trimethoxysilane (MPTS) ด้วยเทคนิคจุ่มเคลือบ (Dip-coating) และออกซิไดซ์ด้วยสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ จากนั้นนำแผ่นซีลิกาไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่างๆ ได้แก่ EDS (Energy dispersive spectroscopy, EDS) เครื่องวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric analysis, TGA) เครื่องอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrophotometer, FTIR) เปรียบเทียบผลระหว่างแผ่นซีลิกาที่ทำการเคลือบและที่ยังไม่ได้ทำการเคลือบ

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

สามารถเตรียมแผ่นซีลิกาที่มีรูพรุนได้ และทราบถึงสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมแผ่นซีลิกาที่มีรูพรุนโดยวิธีโซล-เจล และปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารอินทรีย์

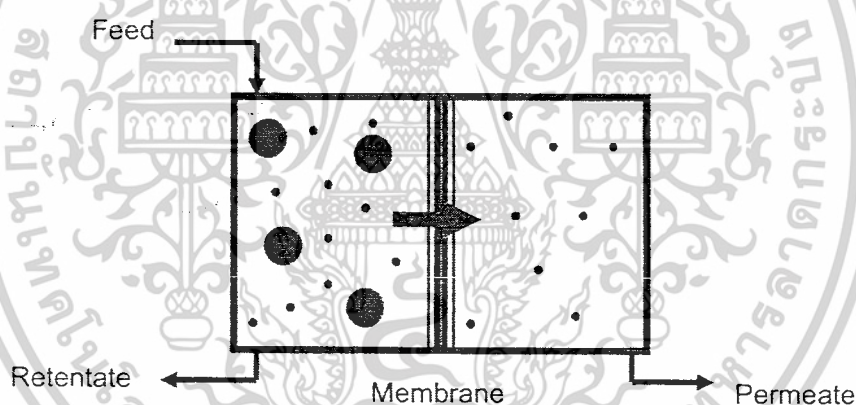
บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการ

2.1 เมมเบรน

2.1.1 ลักษณะโดยทั่วไปของเมมเบรน [3]

เมมเบรนเป็นค้ำกลางขวางกั้นระหว่างเฟสสองเฟส ที่มีสมบัติยอมให้สารบางชนิดผ่านได้ โดยการถ่ายโอนทั้งหมดเกิดขึ้นที่ด้านความหนาของเมมเบรน ซึ่งมีขนาดมิติ (Dimension) น้อยกว่าด้านกว้างยาวมาก การแยกด้วยเมมเบรนมีหลักการดังรูปที่ 2.1 โดยมีสารป้อน (Feed) เข้าทางด้านหนึ่งของเมมเบรน ส่วนที่ผ่านเมมเบรนไปได้เรียกว่า เพอร์มิเอต (Permeate) และส่วนสารป้อนที่ไม่สามารถผ่านเมมเบรนไปได้ เรียกว่า รีเทนเตต (Retentate) แรงขับ (Driving force) ที่ทำให้เกิดการถ่ายโอนมวล ได้แก่ ความดัน ความเข้มข้น แรงเคลื่อนไฟฟ้า เป็นต้น



รูปที่ 2.1 หลักการแยกด้วยเมมเบรน

เมมเบรนที่มีสมรรถนะสูงจะมีสมบัติดังต่อไปนี้

1. มีความเฉพาะเจาะจง (Selectivity) ที่สูง
2. มีเสถียรภาพทางความร้อนและแรงเชิงกล (Thermal and mechanical stability)
3. มีฟลักซ์ที่สูง (High flux)
4. มีแนวโน้มการอุดตันต่ำ (Low fouling tendency)
5. ราคาไม่แพง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 การแบ่งแยกประเภทของเมมเบรน

การแบ่งแยกประเภทของเมมเบรนสามารถแบ่งแยกได้หลายแบบ เช่น การแบ่งแยกตามขนาดของรูพรุน (Pore size) แบ่งตามโครงสร้าง (Structure) แบ่งตามวัสดุที่ใช้ทำเมมเบรน เป็นต้น

2.2.1 การแบ่งแยกประเภทของเมมเบรนตามขนาดของรูพรุน [4]

แบ่งเป็น 3 ประเภท คือ

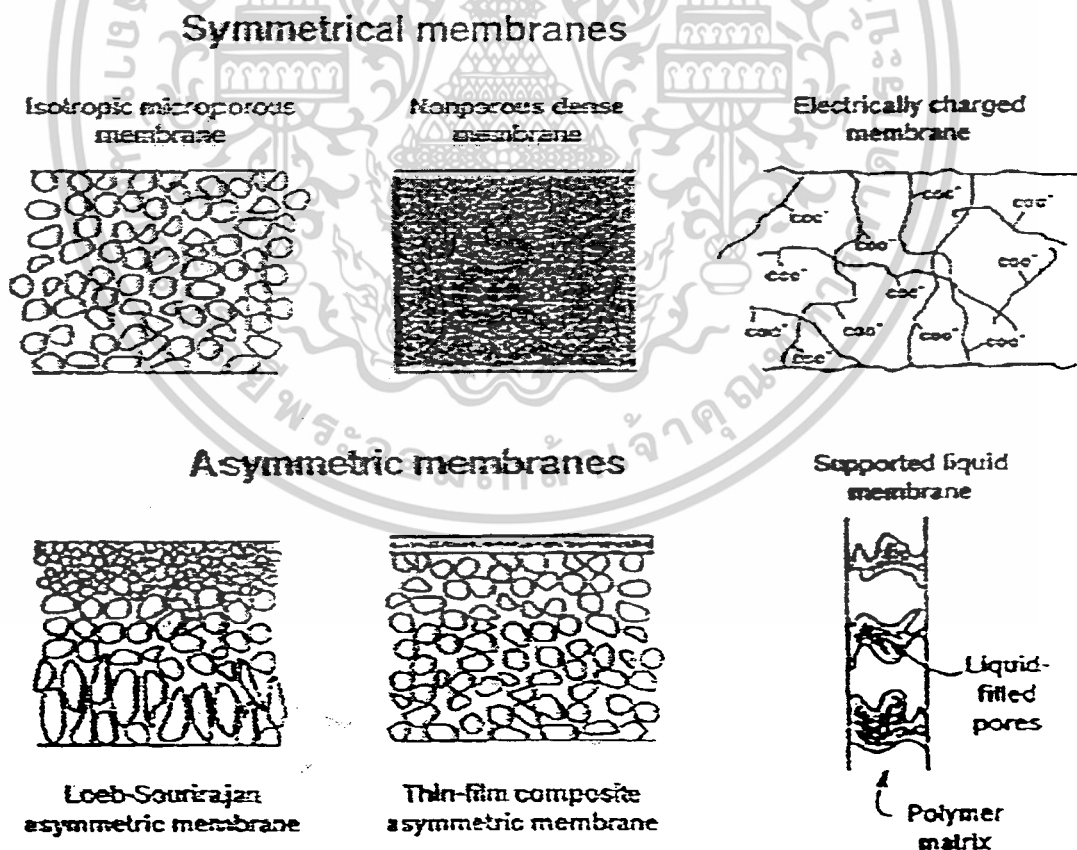
1. Macroporous membrane เป็นเมมเบรนที่มีขนาดรูพรุนมากกว่า 50 นาโนเมตร
2. Mesoporous membrane เป็นเมมเบรนที่มีขนาดรูพรุนระหว่าง 2-50 นาโนเมตร
3. Nanoporous membrane เป็นเมมเบรนที่มีขนาดรูพรุนน้อยกว่า 2 นาโนเมตร

2.2.2 การแบ่งแยกประเภทของเมมเบรนตามโครงสร้าง

แบ่งเป็น 2 ประเภท คือ

1. เมมเบรนที่มีโครงสร้างสมมาตร (Symmetrical membrane)

เมมเบรนที่มีโครงสร้างสมมาตรจะเป็นเมมเบรนที่มีโครงสร้างและสมบัติการถ่ายโอนมวลเหมือนกันตลอดทั้งภาคตัดขวาง

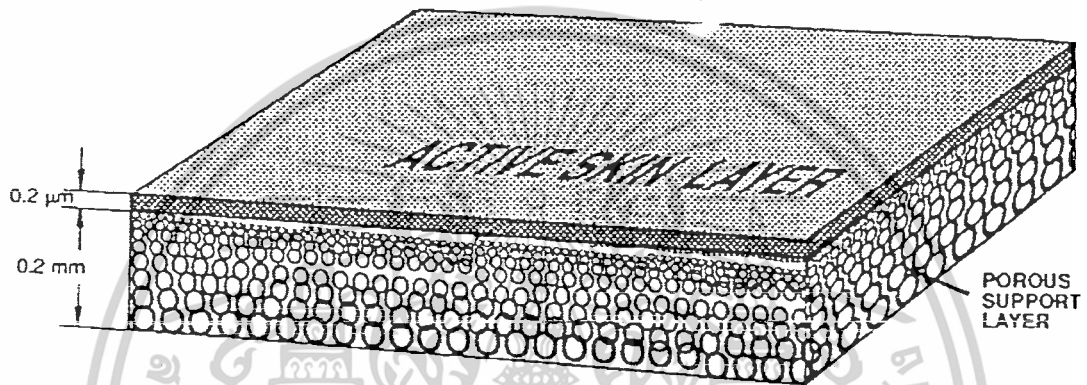


รูปที่ 2.2 โครงสร้างภาคตัดขวางของเมมเบรนชนิดต่างๆ

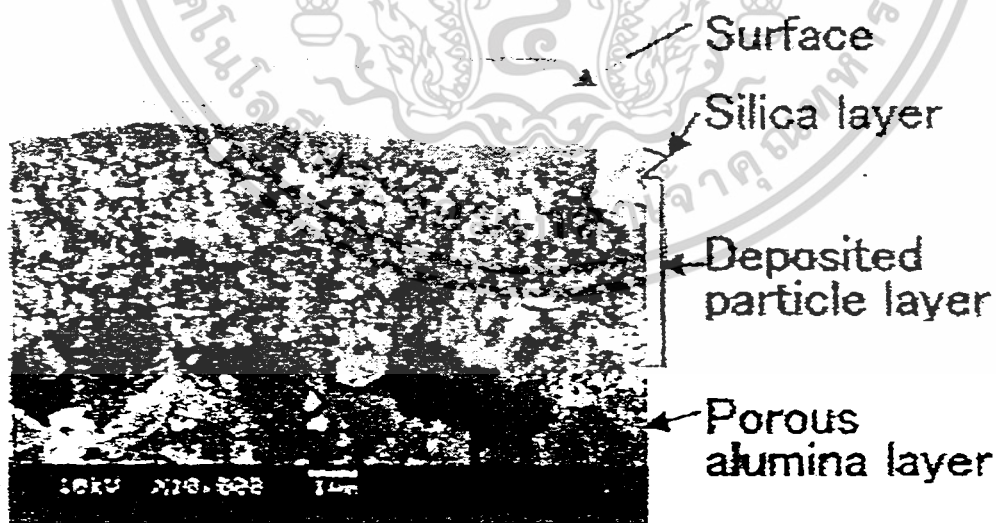
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. เมมเบรนที่มีโครงสร้างไม่สมมาตร (Asymmetric structure)

เมมเบรนที่มีโครงสร้างและสมบัติการถ่ายโอนมวลแตกต่างกันไปตามลักษณะโครงสร้าง เช่น อาจเตรียมได้จากการเตรียมชั้นพอลิเมอร์ชนิดหนึ่งซ้อนอยู่บนพอลิเมอร์ชนิดหนึ่ง หรือใช้อะลูมินา (Alumina) เป็นฐานรองและมีสารอื่นๆอยู่บนพื้นผิว โครงสร้างที่ได้จากสารต่างชนิดกัน เช่นนี้เรียกว่า เมมเบรนเชิงประกอบ (Composite membrane)



รูปที่ 2.3 โครงสร้างภาคตัดขวางของเมมเบรนแบบไม่สมมาตร



Cross Section

รูปที่ 2.4 ภาพ SEM แสดงภาพตัดขวางของซิลิกาเมมเบรน (Silica membrane) ที่มีอะลูมินาเป็น

ฐานรอง
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2.3 การแบ่งแยกประเภทของเมมเบรนตามวัสดุที่นำมาทำเป็นเมมเบรน

การศึกษาวิจัยหาวัสดุหลายชนิดเพื่อนำมาใช้ทำเมมเบรน ซึ่งสามารถแบ่งได้หลักๆ เป็น 2 ชนิด คือ เมมเบรนที่สังเคราะห์จากสารอินทรีย์ (Organic membrane) และเมมเบรนที่สังเคราะห์จากสารอนินทรีย์ (Inorganic membrane)

1. เมมเบรนที่สังเคราะห์จากสารอินทรีย์ (Organic membrane)

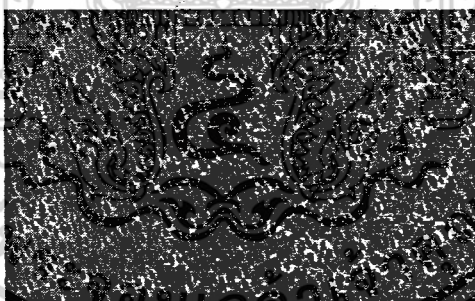
สารอินทรีย์ที่นิยมนำมาทำเป็นเมมเบรน คือ พอลิเมอร์ ที่พอลิเมอร์เป็นที่นิยมเนื่องจากมีราคาถูก หาได้ง่าย คงรูปร่างได้ดี มีพอลิเมอร์หลายชนิดที่นำมาใช้ทำเป็นเมมเบรน เช่น

1.1 เซลลูโลส อะซิเตต (Cellulose acetate)

พอลิเมอร์ชนิดแรกๆที่นำมาทำเป็นเมมเบรน ซึ่งเตรียมได้โดยการผสมเซลลูโลส ไดอะซิเตต (Cellulose diacetate) และเซลลูโลส ไตรอะซิเตต (Cellulose triacetate) เมมเบรนชนิดนี้มีข้อดี คือ ราคาถูก อุดตันยาก ทนทานต่อคลอรีน แต่ก็มีข้อเสียคือ ใช้ในที่ที่มีอุณหภูมิสูงไม่ได้และสามารถย่อยสลายด้วยจุลินทรีย์ได้

1.2 พอลิเอไมด์ (Polyamide)

ส่วนใหญ่จะทำให้อยู่ในรูปฟิล์มบางอาจจะนำไปเคลือบบนเมมเบรนที่ทำหน้าที่เป็นฐานรอง (Support membrane) ได้ เมมเบรนชนิดนี้จะให้ฟลักซ์ที่มากกว่า เมมเบรนเซลลูโลส อะซิเตต แต่ว่าจะไม่ทนทานต่อคลอรีนและอุดตันได้ง่าย



รูปที่ 2.5 ภาพพื้นผิวของเมมเบรนที่ทำจากพอลิเอไมด์[8]

1.3 พอลิซัลโฟน (Polysulphone)

เมมเบรนชนิดนี้มีข้อดีคือ ทนทานต่อสารเคมีใช้ในที่ที่มีอุณหภูมิสูงได้ ทนต่อการกัดและค้างในช่วง pH 1.5-12 มักใช้ในอุตสาหกรรมในการทำน้ำสะอาด

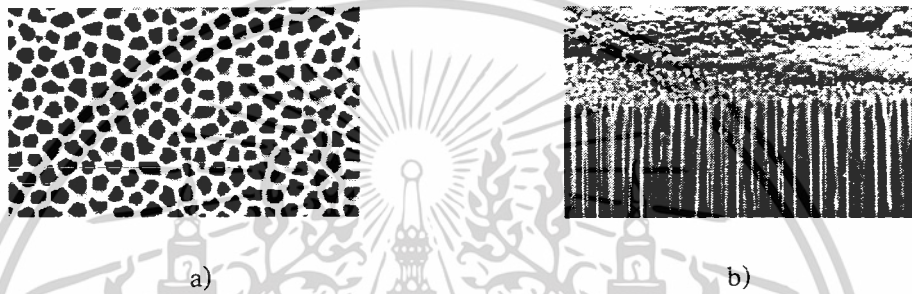
1.4 พอลิไวนิลิดีนไดฟลูออไรด์ (Poly(vinylidene difluoride))

สมบัติโดยทั่วไปจะคล้ายกับพอลิซัลโฟนแต่จะทนทานต่อสารออกซิไดซ์ (Oxidizing agent) มากกว่า และให้ฟลักซ์ที่มากกว่า มีความแข็งแรงสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. เมมเบรนที่สังเคราะห์จากสารอนินทรีย์ (Inorganic membrane)

เมมเบรนที่สังเคราะห์จากสารอนินทรีย์จะมีความแข็งแรงและทนทานต่อสารเคมีมากกว่าเมมเบรนที่สังเคราะห์จากสารอินทรีย์ เมมเบรนอนินทรีย์ที่นิยมมากที่สุดคือ เมมเบรนเซรามิกส์ (Ceramic membrane) เช่น อะลูมินา (Alumina) และซิลิกา (Silica) เป็นต้น มักจะใช้งานในอุตสาหกรรมผลิตยา (Pharmaceutical) อุตสาหกรรมปิโตรเคมี (Petrochemical)



รูปที่ 2.6 ภาพ SEM ของอะลูมินาเมมเบรน a) ภาพพื้นผิว b) ภาพตัดขวาง

ตารางที่ 2.1 ตารางเปรียบเทียบสมบัติต่างๆระหว่างเมมเบรนอินทรีย์และเมมเบรนอนินทรีย์

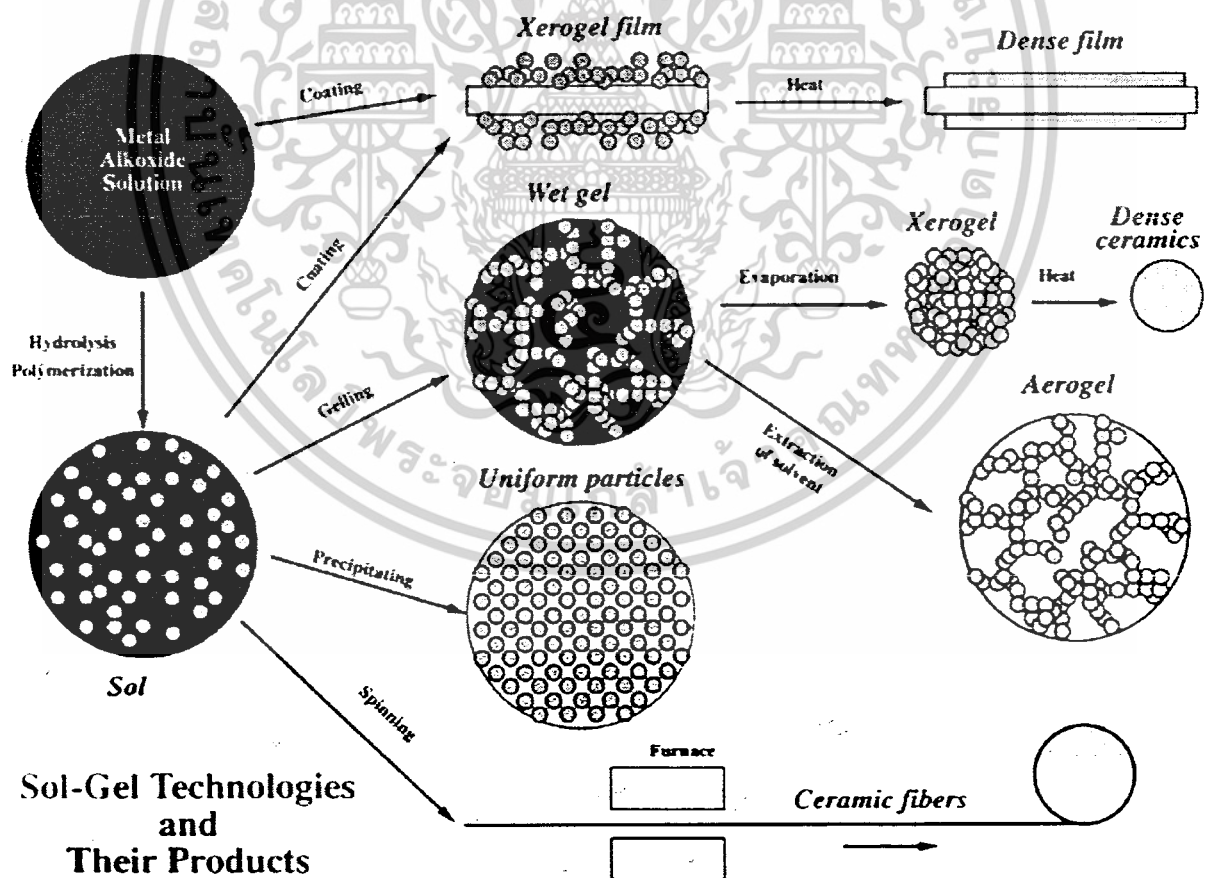
สมบัติ	เมมเบรนอินทรีย์	เมมเบรนอนินทรีย์
1.ความแข็งแรง	ต่ำกว่า	สูงกว่า
2.ความทนทานต่อสารเคมี	ต่ำกว่า	สูงกว่า
3. ความทนทานต่ออุณหภูมิสูง	ต่ำกว่า	สูงกว่า
4.ความเฉพาะเจาะจง (Selectivity)	สูงกว่า	ต่ำกว่า
5.การอุดตัน	ยากกว่า	ง่ายกว่า
6.ราคา	ต่ำกว่า	สูงกว่า
7.การย่อยสลายด้วยจุลินทรีย์	สามารถเกิดขึ้นได้ (บางชนิด)	ไม่สามารถเกิดขึ้นได้
8.การเกิดประจุ	ง่ายกว่า	ยากกว่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3. เทคนิคการสังเคราะห์ซิลิกาเมมเบรนโดยวิธีโซล-เจล [9]

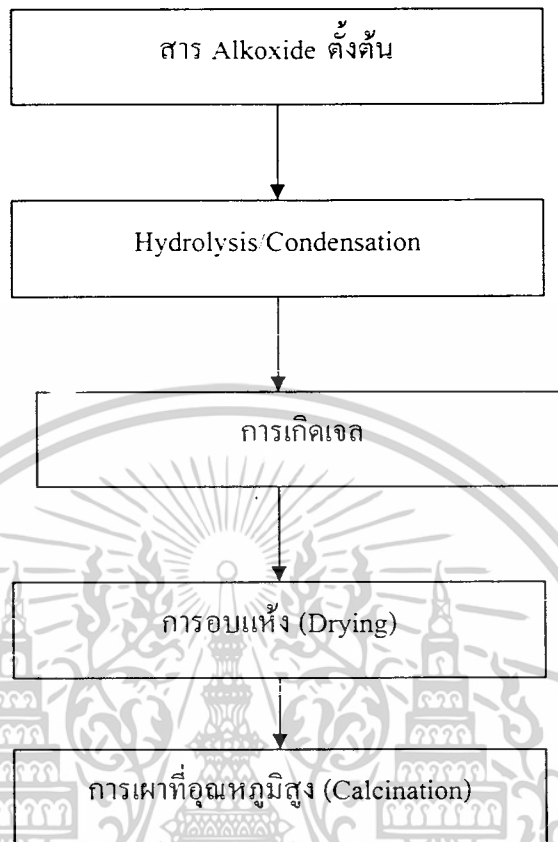
โซล (Sol) คือ อนุภาคของแข็งที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 100 นาโนเมตร กระจายตัวอยู่ในวัฏภาคของเหลว ถ้าหากทำให้อนุภาคของโซลแน่นขึ้นจะเปลี่ยนเป็นอนุภาคเจล (Gel) ซึ่งจะมีลักษณะเป็นของแข็งที่เกิดการเชื่อมโยงจนมีขนาดโมเลกุลใหญ่ขึ้นล้อมรอบอนุภาคที่เป็นของเหลวไว้

เทคนิคการสังเคราะห์ซิลิกาเมมเบรนโดยวิธีโซล-เจล จะได้สารประกอบออกไซด์ผสมซึ่งมีลักษณะเป็นวัฏภาคอสัณฐาน (Amorphous phase) ปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นในเทคนิคนี้สามารถผลิตร่างแหสารอนินทรีย์ได้อย่างหลากหลาย โดยร่างแหสารอนินทรีย์จะเกิดจากการรวมตัวกันของอนุภาคของแข็ง (Sol) ที่แขวนลอยอยู่ในของเหลว และการแข็งตัวของโซล (Sol) กลายเป็นโครงสร้างร่างแห (Gel) สารตั้งต้นที่นิยมใช้คือพวกโลหะอัลคอกไซด์ (Metal alkoxides) เพราะสามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสอย่างรวดเร็วกับน้ำ ตัวอย่างของโลหะอัลคอกไซด์ (Alkoxides) อื่นๆ เช่น อลูมินาต (Aluminates) ทิตาเนต (Titanates) และบอเรต (Borate) ซึ่งมักนิยมผสมกับ TEOS ขั้นตอนการสังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล แสดงดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 เทคนิคในการสังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล [10]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

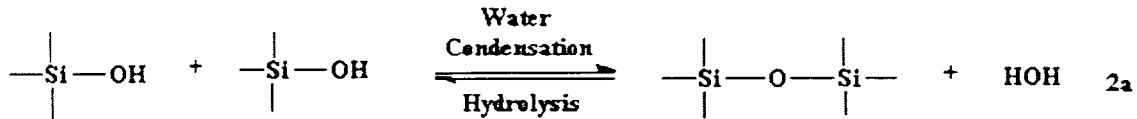
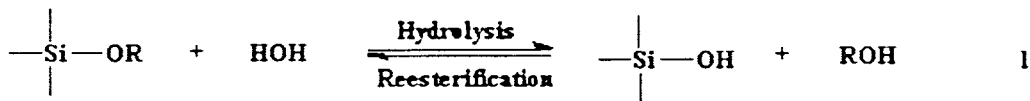


รูปที่ 2.8 แผนภาพขั้นตอนเทคนิคการสังเคราะห์ซิติกาเมมเบรนด้วยวิธีโซล-เจล [11]

สารประกอบอัลคอกไซด์ที่ใช้จะมีมากกว่า 1 ชนิดก็ได้ขึ้นกับผลิตภัณฑ์ที่ต้องการว่าเป็นแบบองค์ประกอบเดี่ยว เช่น Al_2O_3 หรือองค์ประกอบเชิงซ้อน เช่น $CaSiO_3$ (CaO และ SiO_2) นอกจากนี้เรายังสามารถเติมเกลือของโลหะ (Metal salt) เช่น ไนเตรต ซัลเฟต หรือ อะซิเตต เพื่อเพิ่มธาตุองค์ประกอบในเซรามิกส์

การเตรียมซิติกาเมมเบรนโดยวิธีโซล-เจล (Sol-gel) เริ่มจากการเตรียมสารละลายคั่งคั่งจากสารประกอบประเภทอัลคอกไซด์ (Alkoxide) ในตัวทำละลายที่เหมาะสม ซึ่งส่วนใหญ่มักจะเป็นพวกแอลกอฮอล์ จากนั้นจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) และปฏิกิริยารวมตัว (Condensation) ดังสมการที่ 1.2a และ 2b

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส เป็นการเติมน้ำโดยแทนที่หมู่อัลคอกไซด์ด้วยหมู่ไฮดรอกซิล ส่วนปฏิกิริยาควบแน่น จะเริ่มเกิดก่อนที่ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจะเกิดอย่างสมบูรณ์ อย่างไรก็ตามสภาวะเช่น pH อัตราส่วนของ $\text{H}_2\text{O}/\text{Si(R)}$ และตัวเร่งปฏิกิริยามีผลต่อความสมบูรณ์ของปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสก่อนที่จะเกิดปฏิกิริยาการควบแน่นจะเริ่มขึ้น เพราะว่าน้ำและอัลคอกไซด์ไม่สามารถรวมตัวเป็นเนื้อเดียวกันได้จึงต้องใช้ตัวทำละลายอื่นช่วย เช่น แอกอฮอล์ ซึ่งจะช่วยให้ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเกิดง่ายขึ้น เนื่องจากหมู่ซิลอกเซน (Siloxane) จะเป็นสะพานเชื่อมต่อก่อให้เกิดการรวมตัวของโซล (Sol) การระเหยตัวทำละลายจะทำให้โครงสร้างเกิดการหดตัว

ลักษณะเฉพาะและสมบัติของร่างแหสารอนินทรีย์จะขึ้นอยู่กับปัจจัยที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและอัตราการเกิดปฏิกิริยาควบแน่น ซึ่งได้แก่ pH ความเข้มข้นของสารธรรมชาติและความเข้มข้นของตัวเร่ง อุณหภูมิและเวลาการเกิดปฏิกิริยา อัตราส่วนของ $\text{H}_2\text{O}/\text{Si(R)}$ การทำให้แห้ง

2.3.1 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส

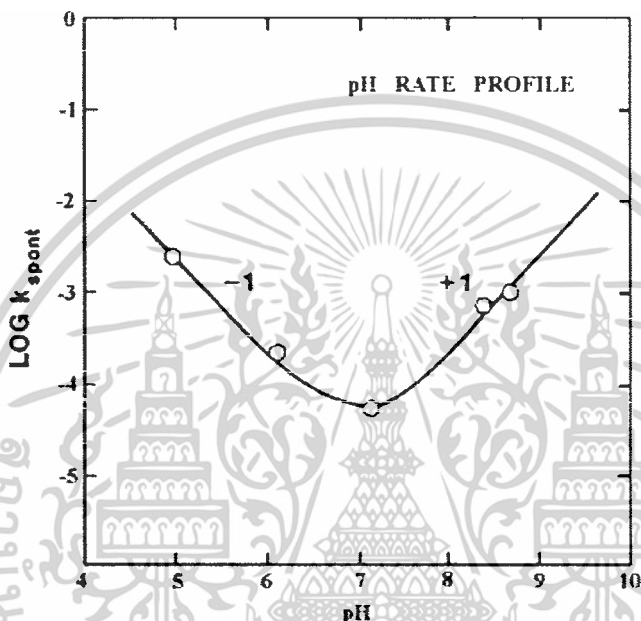
ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสสามารถเกิดขึ้นได้ โดยปราศจากการเติมตัวเร่งปฏิกิริยา แต่จะเกิดปฏิกิริยาอย่างรวดเร็วและสมบูรณ์เมื่อมีการใช้ตัวเร่ง โดยตัวเร่งทั่วไปที่นิยมใช้ คือ กรดไฮโดรคลอริก (HCl) และแอมโมเนีย ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาตัวอื่นๆ ได้แก่ กรดอะซิติก โฟสเฟตเซียมไฮดรอกไซด์ เอมีน โฟสเฟตเซียมฟลูออไรด์ โดยความแรงและความเข้มข้นของตัวเร่งกรดหรือเบสจะมีผลต่ออัตราเร็วและขอบเขตของปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส

กรดแก่จะมีพฤติกรรมที่เหมือนกับกรดอ่อน แต่กรดอ่อนจะใช้เวลาที่นานกว่าเพื่อให้ได้ผลของปฏิกิริยาเช่นเดียวกัน ซึ่งจากการทดลองพบว่าระหว่างค่าคงที่ของอัตราการเกิดปฏิกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

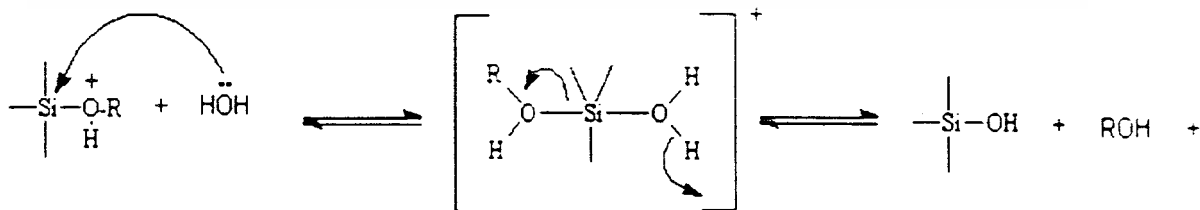
ไฮโดรไลซิสกับความเข้มข้นของกรด พบได้ว่าความชันเท่ากับ 1 แสดงว่าปฏิกิริยานี้คือปฏิกิริยาอันดับหนึ่งภายใต้สภาวะกรด

ภายใต้สภาวะเบสพบว่าปฏิกิริยาก็เป็นแบบปฏิกิริยาอันดับหนึ่ง แต่เมื่อความเข้มข้นของ TEOS เพิ่มขึ้น ปฏิกิริยาจะเปลี่ยนแปลงจากปฏิกิริยาอันดับหนึ่งไปเป็นปฏิกิริยาอันดับสอง



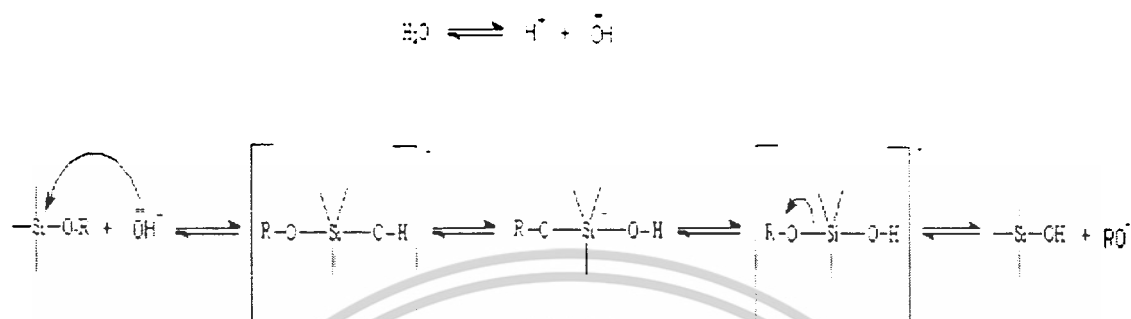
รูปที่ 2.9 ผลของค่าความเป็นกรด-ด่าง ต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส [9]

กลไกการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งกรด



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

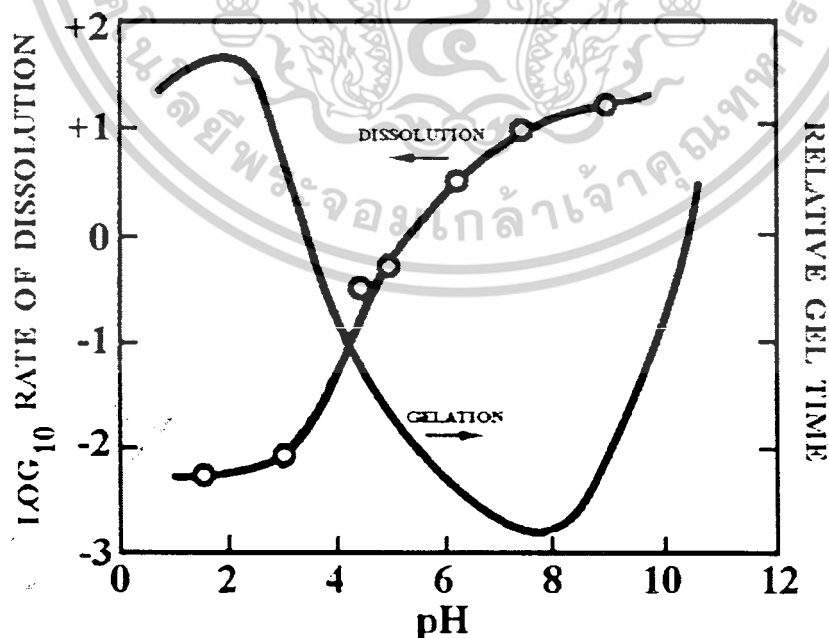
กลไกการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งเบส



2.3.2 ปฏิกิริยาควบแน่น

ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสสามารถเกิดขึ้น โดยปราศจากตัวเร่ง อย่างไรก็ตามเมื่อมีการใช้ตัวเร่งก็จะมีประโยชน์อย่างมาก

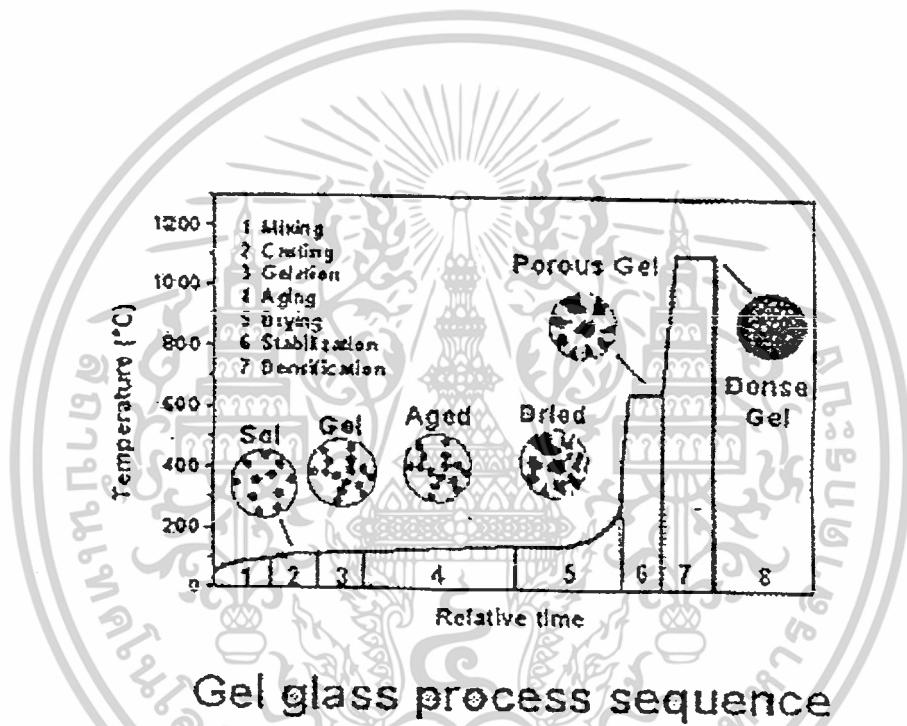
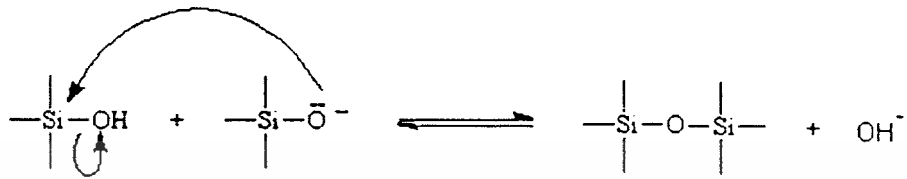
ภายใต้สภาวะเบสพบว่าเวลาการเกิดเป็นเจลจะเพิ่มขึ้น โดยปฏิกิริยาการควบแน่นก็จะดำเนินไปเรื่อยๆ ที่ pH 2-8 การละลายจะเพิ่มขึ้นการแข็งตัว (Gelation) จะไม่เกิดขึ้นและที่ pH มากกว่า 8 การละลายจะลดลงและการเกิดเจลจะเพิ่มขึ้น เพราะฉะนั้นตัวเร่งซึ่งเป็นตัวบ่งบอกความเป็นกรด-เบสจะสามารถบอกชนิดของอนุภาคซิลิกาที่ผลิตขึ้น



รูปที่ 2.10 ผลของค่าความเป็นกรด-ด่าง ต่ออัตราการละลาย และเวลาในการเกิดเจล [9]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กลไกการเกิดปฏิกิริยา



รูปที่ 2.11 ลำดับของการเกิดวัฏภาคต่างๆในการสังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล [11]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

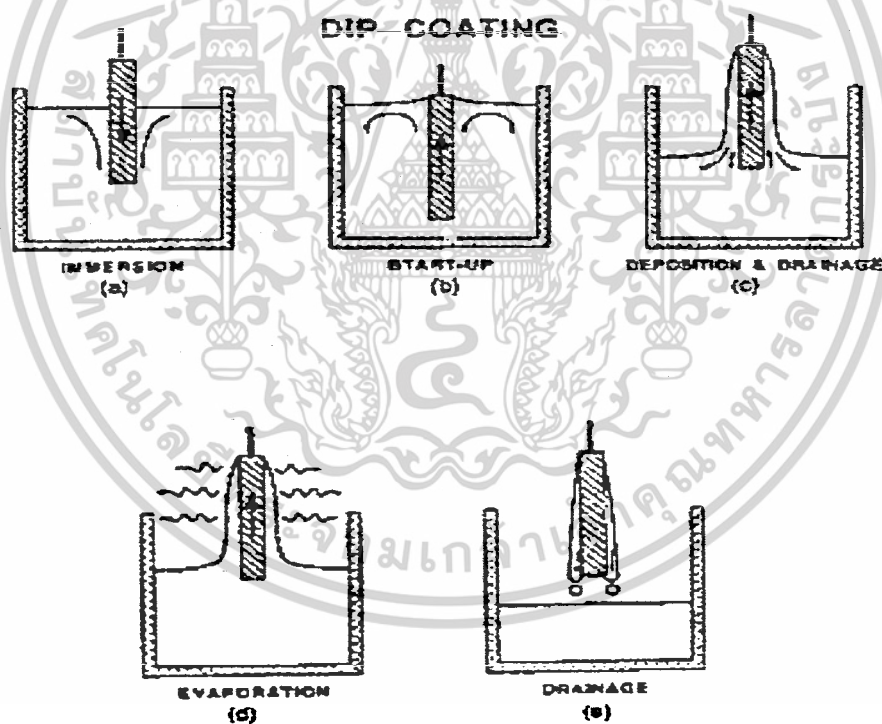
2.4. เมมเบรนผสมระหว่างสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์

เนื่องจากทั้งเมมเบรนอินทรีย์และเมมเบรนอนินทรีย์ มีข้อดีและข้อเสียที่แตกต่างกัน จึงได้มีการทดลองนำเมมเบรนทั้งสองชนิดมารวมกันในลักษณะของเมมเบรนผสม ซึ่งมีวิธีเตรียมได้หลายวิธี เช่น การจุ่มเคลือบ (Dip coating) และการเคลือบแบบ Spin เป็นต้น

2.4.1 การเคลือบแบบจุ่มเคลือบ [12]

การเคลือบด้วยวิธีการเคลือบแบบจุ่มเคลือบนี้ วัสดุที่ต้องการจะเคลือบจะถูกจุ่มในสารละลายที่มีความข้น และค่อยๆ ดึงออกมาอย่างช้าๆ เมื่อได้ความหนาตามที่ต้องการแล้ว ก็จะนำวัสดุที่เคลือบนี้ ไปเผาที่เตาเผา

ขั้นตอนการเคลือบแบบจุ่มเคลือบ



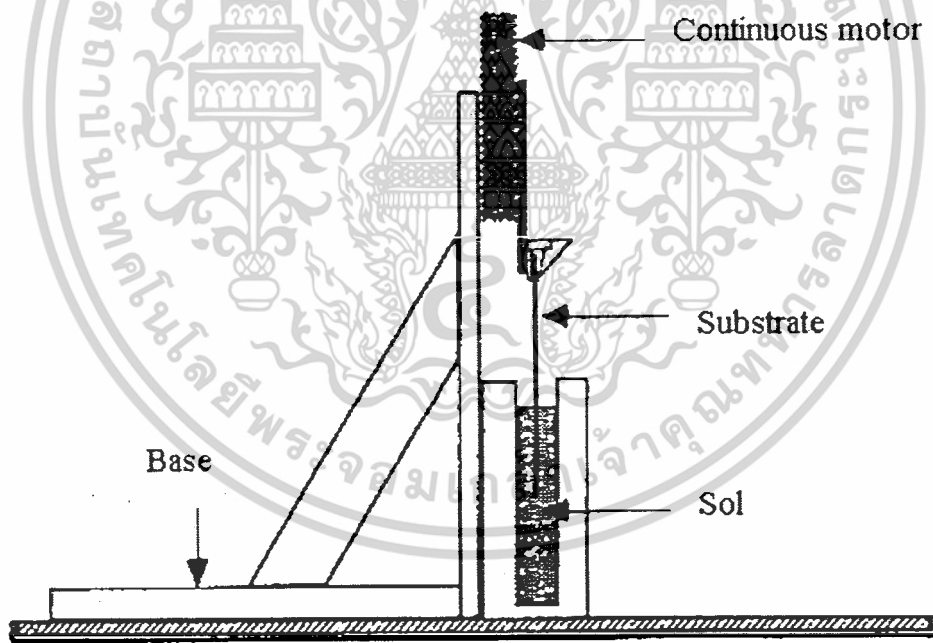
รูปที่ 2.12 ขั้นตอนของกระบวนการเคลือบด้วยวิธีจุ่มเคลือบ [12]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ขั้นตอนในการเคลือบนั้นสามารถแบ่งออกได้ 5 ขั้นตอนหลัก (รูปที่ a-d)

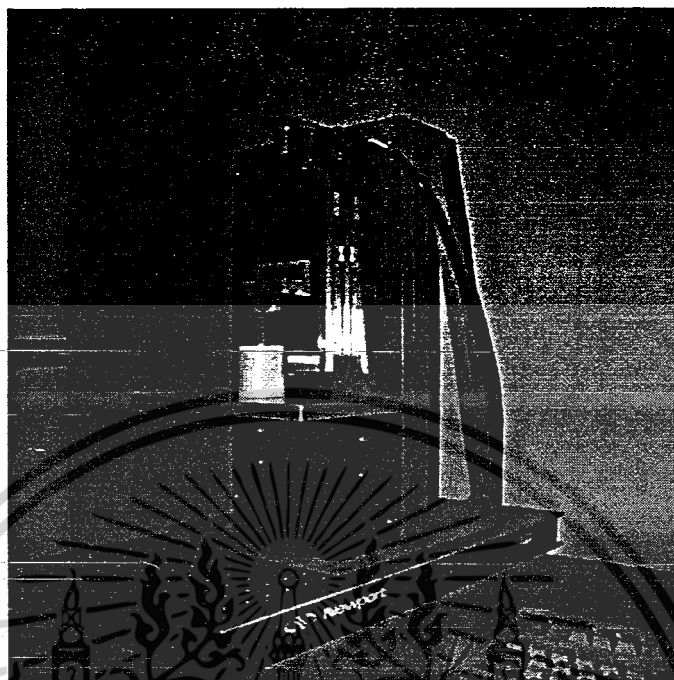
- การจุ่มเมมเบรนอนินทรีย์ลงในสารละลายอินทรีย์ (Immersion)
- สารละลายเริ่มเคลือบบนเมมเบรนอนินทรีย์
- นำเมมเบรนที่จุ่มเคลือบแล้วออกจากสารละลาย (Deposition)
- ระเหยตัวทำละลายออกจากเมมเบรน
- สารละลายส่วนเกินจะไหลออกจากพื้นผิวเมมเบรน

วัสดุต้องถูกจุ่มและดึงขึ้นจากสารละลายอย่างช้าๆ ด้วยความเร็วที่คงที่ เพื่อให้การเคลือบออกมาอย่างสม่ำเสมอ ในตลอดการทดลองนั้นต้องระวังไม่ให้ผิวหน้าของสารละลายเกิดการสั่น เพื่อให้การเคลือบเป็นไปอย่างสม่ำเสมอ



รูปที่ 2.13 แผนภาพเครื่องที่ใช้ในการเคลือบแบบจุ่มเคลือบ [12]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.14 ภาพถ่ายเครื่องที่ใช้ในการเคลือบแบบจุ่มเคลือบ [12]

2.4.2 กระบวนการเคลือบแบบหมุน [13,14]

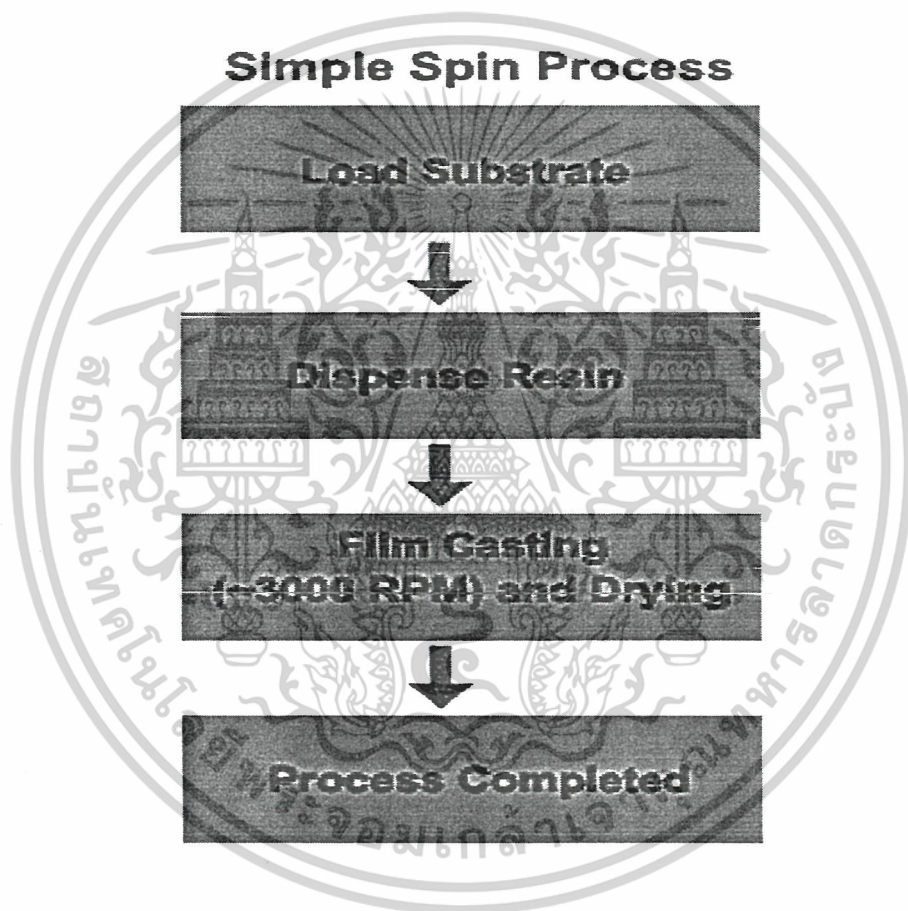
กระบวนการเคลือบแบบหมุน (Spin coating) จะใช้ในกระบวนการทำให้เกิดฟิล์มบาง กระบวนการนี้จะเกี่ยวข้องกับการสะสมของสิ่งที่ต้องการนำมาเคลือบ ซึ่งอยู่บนศูนย์กลางของฐานรอง จากนั้นจะหมุนฐานรองด้วยความเร็วสูง (ปกติจะอยู่ที่ประมาณ 3000 รอบต่อนาที) อัตราเร็วเข้าสู่ศูนย์กลางจะทำให้เรซินกระจายตัวบนพื้นผิวของวัสดุฐานรอง ความหนาสุดท้ายของฟิล์มและสมบัติอื่นๆ ขึ้นอยู่กับธรรมชาติของเรซิน เช่น ความหนืด อัตราการระเหยแห้ง แรงตึงผิว เป็นต้น

กระบวนการเคลือบแบบหมุน แบ่งเป็น 3 ขั้นตอน คือ

1. นำวัสดุที่ต้องการเคลือบมาวางลงบนแท่นหมุน
2. หยดเรซินไว้ที่ศูนย์กลางของฐานรอง ปริมาตรที่หยดลงไปอยู่ในช่วง 1-10 มิลลิลิตร ขึ้นอยู่กับความหนืดของเรซินหรือขนาดของฐานรองที่จะนำมาเคลือบ เรซินที่มีความหนืดสูงหรือฐานรองที่มีขนาดใหญ่จะใช้ปริมาณเรซินที่มากกว่าเพื่อให้เรซินสามารถกระจายได้ทั่วฐานรอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. ทำการหมุนโดยจะทำการหมุนที่ความเร็วรอบต่ำๆ ก่อนเพื่อให้เรซินกระจายตัวอยู่ทั่วพื้นผิวของฐานรองความเร็วในช่วงนี้จะอยู่ที่ประมาณ 500 รอบต่อนาที จากนั้นจะทำการหมุนที่ความเร็วสูงเพื่อให้เกิดฟิล์มบางตามที่ต้องการความเร็วในช่วงนี้จะอยู่ที่ประมาณ 1500-6000 รอบต่อนาที ความหนาของฟิล์มจะขึ้นอยู่กับความเร็วและเวลาที่ใช้ในการหมุน และมีการทำให้ฟิล์มแห้ง โดยระเหยตัวทำละลายออกไป



รูปที่ 2.15 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเคลือบแบบหมุน [14]



รูปที่ 2.16 แผนภาพแสดงกระบวนการเคลือบแบบหมุน [21]

2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

จากงานวิจัยของ Xi, Y. และคณะ [15] ศึกษาการพัฒนาซิลิกาที่มีรูพรุนเพื่อเพิ่มสมบัติการตอบสนองทางเคมีที่ดีขึ้น โดยทำการเตรียมซิลิกาที่มีรูพรุนโดยวิธีโซล-เจล และควบคุมความเป็นรูพรุน ขนาดรูพรุน รูปร่างของรูพรุนและการกระจายตัวของขนาดรูพรุนของซิลิกาที่มีรูพรุนด้วยการควบคุมตัวเร่งปฏิกิริยาและสภาวะในการเตรียม สภาวะที่ควบคุมได้แก่ อัตราส่วนโมลของน้ำต่อเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต ($\text{H}_2\text{O-TEOS}$) หรืออัตราส่วนโมลของแอกอซอลต์ต่อเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต ค่า pH อุณหภูมิที่ทำให้เกิดเจล (Gelation temperature) และอุณหภูมิที่ใช้ในการให้ความร้อน พบว่าซิลิกาที่มีรูพรุนสามารถเพิ่มความไวต่อสารเคมี จึงนำไปเป็นวัสดุประกอบ (Composite) เพื่อเพิ่มความสามารถในการตอบสนองทางเคมี (Chemical sensor) ที่ดีขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากงานวิจัยของ Elferink, W.J. และคณะ [16] ได้ศึกษาคุณลักษณะของซิลิกาเมมเบรนที่ไม่มีฐานรองซึ่งสังเคราะห์โดยวิธีโซล-เจล โดยศึกษาอัตราส่วนโมลของน้ำต่อเตตระเอทิลออลโทซิลิเกต ($\text{H}_2\text{O}/\text{TEOS}$, r_w) อัตราส่วนโมลของกรดไนตริกต่อเตตระเอทิลออลโทซิลิเกต (HNO_3/TEOS , r_a) การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน (Thermal analysis) การกระจายตัวของขนาดรูพรุน (Pore size distribution) พบว่า r_a มีความสำคัญมากกว่า r_w เพราะเมื่อ r_a มีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อยผลทำให้ความมีรูพรุนเปลี่ยนแปลงไปอย่างมาก จึงสามารถทำนายความมีรูพรุนได้จากกราฟการวัดการดูดซับ/การคายซับของไนโตรเจน (Nitrogen absorption/desorption) พบว่าความมีรูพรุนมากกว่า 26 เปอร์เซ็นต์ขึ้นไป จะต้องมีความ r_a มากกว่า 0.15 และ r_w มีค่าอยู่ระหว่าง 4 ถึง 10

จากงานวิจัยของ Kusakabe, K. และคณะ [17] ศึกษาโครงสร้างรูพรุนของซิลิกาเมมเบรนที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจล โดยโซล (Sol) ที่ใช้คือ เตตระเอทอกซีไซเลน (TEOS) และออกทิล (Octyl), โดเดซิล (Dodecyl) หรือ ออกทาคิลไตรเอทอกซีไซเลน (Octadecyltriethoxysilane) เป็น Template ในการควบคุมขนาดรูพรุนพบว่าโซล (Sol) ที่ประกอบด้วย ออกทิลไตรเอทอกซีไซเลน โดเดซิลไตรเอทอกซีไซเลน จะได้ซิลิกาเมมเบรนที่มีขนาดรูพรุนระดับไมครอน และได้ซิลิกาเมมเบรนที่ไม่มีรอยค้ำหนี สรุปได้ว่าขนาดรูพรุนขึ้นอยู่กับขนาดของหมู่อัลคิล (Alkyl) ของ Template

จากงานวิจัยของ Lenza, R.F.S. และ Vasconcelos, W.L. [18] ได้ศึกษาการสังเคราะห์และสมบัติของซิลิกาเมมเบรนที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซล-เจล พบว่าชนิดและความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา และอัตราส่วนของน้ำต่อแอลกอฮอล์มีผลต่อโครงสร้างของเมมเบรน เมมเบรนที่สังเคราะห์ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นกรดไนตริกจะได้โครงสร้างของรูพรุนที่มีขนาดเล็กกว่าเมมเบรนที่สังเคราะห์ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาคือกรดไนตริกและกรดไฮโดรฟลูออริก ขนาดของรูพรุนเฉลี่ยจะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณของกรดไฮโดรฟลูออริก

จากงานวิจัยของ Wu, C. และคณะ [19] ศึกษาการเตรียมเมมเบรนผสมระหว่างสารอนินทรีย์และสารอินทรีย์ที่มีประจุลบ โดยใช้อะลูมินาซึ่งเป็นสารอนินทรีย์ทำเป็นฐานรองและทำการเคลือบโดยเทคนิคจุ่มเคลือบ (Dip coating) ด้วย MPTS พบว่าเมื่อทำการจุ่มเคลือบหลายครั้ง ค่าความจุการแลกเปลี่ยนไอออน (Ion-exchange capacity) จะเพิ่มขึ้น

จากงานวิจัยของ Martinez, Y. และคณะ [20] ศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบผสมระหว่างสารอินทรีย์และอนินทรีย์ โดยใช้ซิติกาและสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไคโตซาน (Chitosan) และ พอลิโมโนเมทิลอทาโคเนต (PMMI) เนื่องจากเจลซิติกาและ PMMI ไม่สามารถที่จะรวมตัวกันเป็นเมมเบรนผสมได้ จึงต้องมีเติมไคโตซานลงไปเพื่อช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ ไคโตซานจะทำหน้าที่เป็นตัวเชื่อมระหว่างซิติกาและ PMMI โดยหมู่เอมีน (Amine) ของไคโตซานจะเกิดเป็นสารเชิงซ้อนกับหมู่คาร์บอกซิล (Carboxyl) ของ PMMI ในสถานะที่เป็นกรดปานกลาง เจลซิติกาที่มาจาก TEOS จะสามารถกระจายตัวได้ดีในสารประกอบเชิงซ้อนของไคโตซานและ PMMI จึงสามารถสังเคราะห์สารประกอบผสมระหว่างสารอินทรีย์และอนินทรีย์ได้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมี

1. กรดไนตริก (Nitric acid, HNO_3) บริษัท Merck เกรดวิเคราะห์
2. เตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (Tetraethylorthosilicate, TEOS) บริษัท Fluka Chemika เกรดวิเคราะห์
3. 3-เมอแคปโพรพิล ไตรเมทอกซีไซเลน (3-(mercaptopropyl) trimethoxysilane, MPTS) บริษัท A.C.S. Xenon Limited Partnership เกรดวิเคราะห์
4. เอทานอล 99% (Absolute ethanol) บริษัท Merck เกรดวิเคราะห์
5. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) เข้มข้น 40% w/v บริษัท Merck เกรดวิเคราะห์
6. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid, HCl) บริษัท Fisher Scientific UK Limited เกรดวิเคราะห์
7. น้ำกลั่น

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. กรวยแยก (Separatory funnel)
2. ชุดรีฟลักซ์ (Reflux set)
3. เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrophotometer, FTIR) บริษัท Perkin Elmer รุ่น FTIR spectrum GX
4. เครื่องวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric Analyser, TGA) บริษัท Perkin Elmer รุ่น Pyris1 TGA
5. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) บริษัท LEO รุ่น LEO 1455 VP
6. เครื่องชั่งน้ำหนักแบบละเอียด 4 ตำแหน่ง บริษัท Denver Instrument รุ่น TC-254
7. เครื่องให้ความร้อนชนิดแผ่น (Hot plate) บริษัท Fisher Scientific
8. เครื่องอัดเม็ด บริษัท Herzog รุ่น D-49080
9. เตาเผา บริษัท Thermolyne รุ่น Furnace 6000
10. เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิว (Autosorb) บริษัท Quantachrome รุ่น Autosorb-1C
11. ครุฑเปิดชนิดพอร์ซเลนและอะลูมินา
12. อิฐทนไฟมัลไลต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเตรียมแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนด้วยวิธีโซล-เจล

ในการทดลองทำการสังเคราะห์ซิลิกาด้วยวิธีโซล-เจล โดยปรับเปลี่ยนอัตราส่วนน้ำกลั่นต่อเอทานอลที่ใช้เป็นตัวทำละลายดังแสดงในตารางที่ 3.1 ซึ่งเป็นผลทำให้อัตราส่วนโดยโมลของน้ำต่อ TEOS มีการเปลี่ยนแปลงไปด้วย แต่ในทุกสูตรจะกำหนดให้ปริมาณสารตั้งต้น TEOS และตัวเร่งปฏิกิริยา HNO_3 มีค่าคงที่และใช้เวลาในการไฮโดรไลซิสคงที่ที่ 3 ชั่วโมง ซึ่งลำดับขั้นตอนในการเตรียมตัวอย่างมีดังนี้

1. เตรียมสารละลาย TEOS โดยชั่งน้ำหนัก TEOS 41.66 กรัม ใส่ขวดวัดปริมาตร 100 มิลลิลิตร จากนั้นเติมตัวทำละลายเพื่อปรับปริมาตรโดยใช้สภาวะที่แตกต่างกันในแต่ละสูตร ได้แก่
 - 1.1 ในสูตรที่ 1 จะเติมเอทานอลจนถึงขีดวัดปริมาตร (ปริมาณเอทานอลที่เติมเพื่อปรับปริมาตรจะมีค่าดังแสดงในตารางที่ 3.1)
 - 1.2 ในสูตรที่ 3 จะเติมน้ำกลั่นไปมากที่สุดเท่าที่ไม่ทำให้ TEOS ตกตะกอนลงมา ซึ่งใช้ปริมาณน้ำกลั่นไป 14.4 มิลลิลิตร หลังจากนั้นเติมเอทานอลจนถึงขีดวัดปริมาตร (ซึ่งเมื่อคำนวณปริมาตรน้ำกลั่นที่เติม เพื่อปรับปริมาตรรวมกับปริมาณน้ำกลั่นในสารละลายกรด จะได้ปริมาณน้ำกลั่นรวมของทั้งระบบ และสามารถคำนวณหาปริมาณเอทานอลที่เติมเพื่อปรับปริมาตรได้ดังแสดงในตารางที่ 3.1)
 - 1.3 ในสูตรที่ 2 จะเติมน้ำกลั่นในปริมาณเฉลี่ยระหว่างสูตรที่ 1 และสูตรที่ 3 คือ 7.2 มิลลิลิตร หลังจากนั้นเติมเอทานอลจนถึงขีดวัดปริมาตร (ซึ่งปริมาณน้ำกลั่นรวมของทั้งระบบ และปริมาณเอทานอลที่เติมเพื่อปรับปริมาตรได้ดังแสดงในตารางที่ 3.1)
2. นำกรดไนตริกเข้มข้น 69% โดยมวลต่อปริมาตร จำนวน 3.83 กรัม ใส่ลงในน้ำกลั่นจำนวน 46.08 กรัม คนด้วยแท่งแก้วคน จากนั้นเทใส่กรวยแยก
3. นำสารละลายเตตระเอทิลออลโทซิลิเกตเข้มข้น 2 โมลต่อลิตร ใส่ขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร ใส่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ แล้ววางบนเครื่องให้ความร้อนชนิดแผ่น ทำการปั่นกวนตลอดเวลา ที่อุณหภูมิห้อง
4. ค่อยๆ หยดกรดไนตริกช้าๆ ลงในสารละลาย TEOS ในขวดก้นกลมจนหมด และทำการปั่นกวนตลอดเวลา
5. รีฟล็กซ์ที่อุณหภูมิ 65 ± 5 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และทำการปั่นกวนตลอด เมื่อครบ 3 ชั่วโมงแล้ว ทิ้งให้เย็นสักครู่ เทสารละลายที่ได้ใส่บีกเกอร์พลาสติกขนาด 250 มิลลิลิตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6. เทสสารละลายที่ได้ใส่จานเพาะเชื้อที่ทำจากพอลิสไตรีน (PS petridish) ให้มีความสูงประมาณ 1 เซนติเมตร จากนั้นนำไปประเหตตัวทำละลายออกโดยการอบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

7. นำแผ่นซิลิกาที่เตรียมได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

8. ตรวจสอบเอกลักษณ์ของแผ่นซิลิกาที่เตรียมได้ด้วย

8.1 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (FTIR)

ความยาวคลื่น : 4000-400 cm^{-1}

การเตรียมตัวอย่าง : ชูคผิวหน้าของตัวอย่างแล้วบดพร้อมกับ KBr อัดเป็นแผ่นบางที่ความดัน 10 กิโลนิวตัน เป็นเวลา 5 นาที

เพื่อศึกษาหาลักษณะของสารที่สังเคราะห์ได้ พิกที่ที่ต้องการตรวจสอบ

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) เพื่อศึกษาหาลักษณะของสารที่เคลือบอยู่บนพื้นผิวของแผ่นซิลิกา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์แผ่นซิลิกาด้วยเทคนิคโซล-เจล

สารเคมี	เอทานอล (กรัม)	น้ำกลั่น ⁽¹⁾ (กรัม)	HNO ₃ ⁽²⁾ (กรัม)	TEOS (กรัม)	อัตราส่วนโดย โมลของ 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]
TEOS เข้มข้น 2 โมลต่อลิตร จำนวน 100 มิลลิลิตร มี TEOS อยู่ 0.2 โมล
กำหนดให้

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

$$\begin{aligned} \text{ดังนั้น จำนวนมวลของน้ำ} &= 12.8 \times (\text{จำนวนโมลของ TEOS}) \\ &= 12.8 \times 0.2 \times 18^* \\ &= 46.08 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

* [น้ำหนักโมเลกุลของน้ำ = 18 กรัมต่อโมล]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. หาปริมาณกรดไนตริก (HNO₃) ที่ใช้ (กำหนด Mole ratio HNO₃/TEOS เท่ากับ 0.15) [16]
กำหนดให้

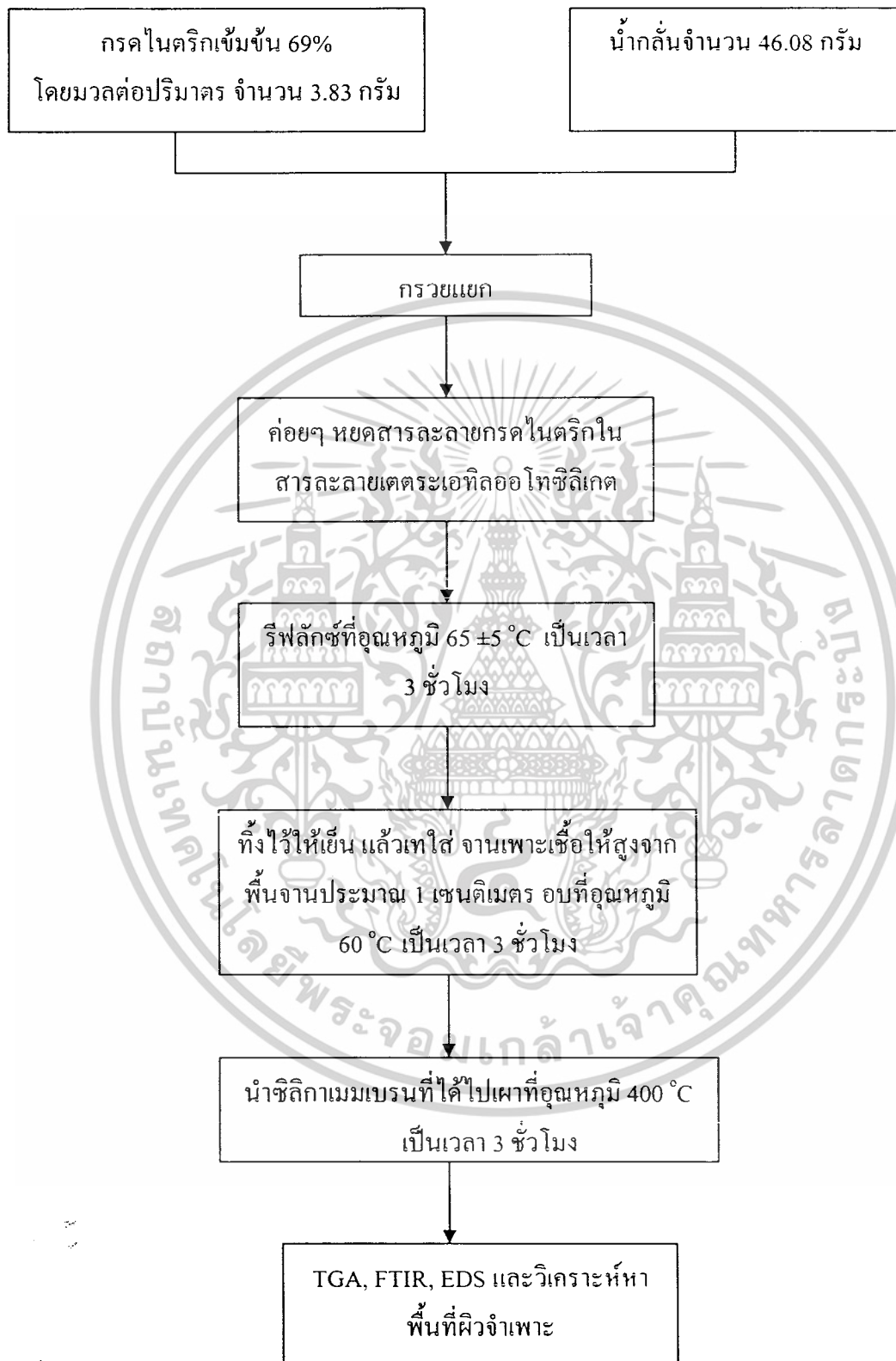
$$\frac{\text{จำนวน โมลของกรดไนตริก}}{\text{จำนวน โมลของ TEOS}} = 0.15$$

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

* [น้ำหนักโมเลกุลของกรดไนตริก = 63 กรัมต่อโมล]

กรดไนตริกที่ใช้ในการทดลองมีความเข้มข้น 69% โดยมวลต่อปริมาตร
มีเนื้อกรดไนตริก 69 กรัม ในสารละลายกรดไนตริก 100 มิลลิลิตร
ต้องการเนื้อกรดไนตริก 1.89 กรัม ต้องใช้สารละลายกรดไนตริก $\frac{100 \times 1.8}{69}$ มิลลิลิตร
= 2.739 x 1.4*
มวลของสารละลายกรดที่ใช้ = 3.8346 กรัม

*[ความหนาแน่นของกรดไนตริก = 1.4 กรัมต่อมิลลิลิตร]



รูปที่ 3.1 แผนการเตรียมแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนด้วยวิธี โซล-เจล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2 การเตรียมแผ่นซีลิกาโดยการขึ้นรูปแบบเม็ด

1. นำแผ่นซีลิกาที่เตรียมด้วยวิธี โซล-เจลสูตรที่ 1 สูตรที่ 2 หรือสูตรที่ 3 มาบดให้ละเอียด ชั่งผงซีลิกาที่บดแล้วมา 4 กรัม
2. ชั่ง PVA (Poly (vinylalcohol)) 0.4 กรัม ซึ่งคิดเป็น 10% โดยน้ำหนักของผงซีลิกา บดละเอียด
3. ผสมผงซีลิกาบดละเอียดกับ PVA ให้เข้ากัน จากนั้นนำไปอัดเม็ดด้วยเครื่องอัดเม็ดด้วยแรงอัดที่ 150 กิโลนิวตัน เป็นเวลา 4 นาที
4. นำเม็ดที่ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
5. ตรวจสอบคุณสมบัติของแผ่นซีลิกาที่ได้ด้วย FTIR, TGA, EDS และหาเปอร์เซ็นต์ความมีรูพรุน

$$\text{เปอร์เซ็นต์ความมีรูพรุน} = \frac{\text{ความหนาแน่นรวมของเม็ด} \times 100}{\text{ความหนาแน่นของเม็ด}}$$

ความหนาแน่นของเม็ด หาได้จาก

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

เมื่อ D_a = ความหนาแน่นของผงซีลิกา

D_A = ความหนาแน่นของอากาศ

D_L = ความหนาแน่นของน้ำ

W_0 = น้ำหนักขวดพิโนมิเตอร์เปล่า

W_1 = น้ำหนักขวดพิโนมิเตอร์เปล่า + น้ำหนักของผงซีลิกา

W_2 = น้ำหนักของขวดพิโนมิเตอร์เปล่า + น้ำหนักของผงซีลิกา + น้ำหนักของน้ำกลั่น

W_3 = น้ำหนักขวดพิโนมิเตอร์เปล่า + น้ำหนักน้ำกลั่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

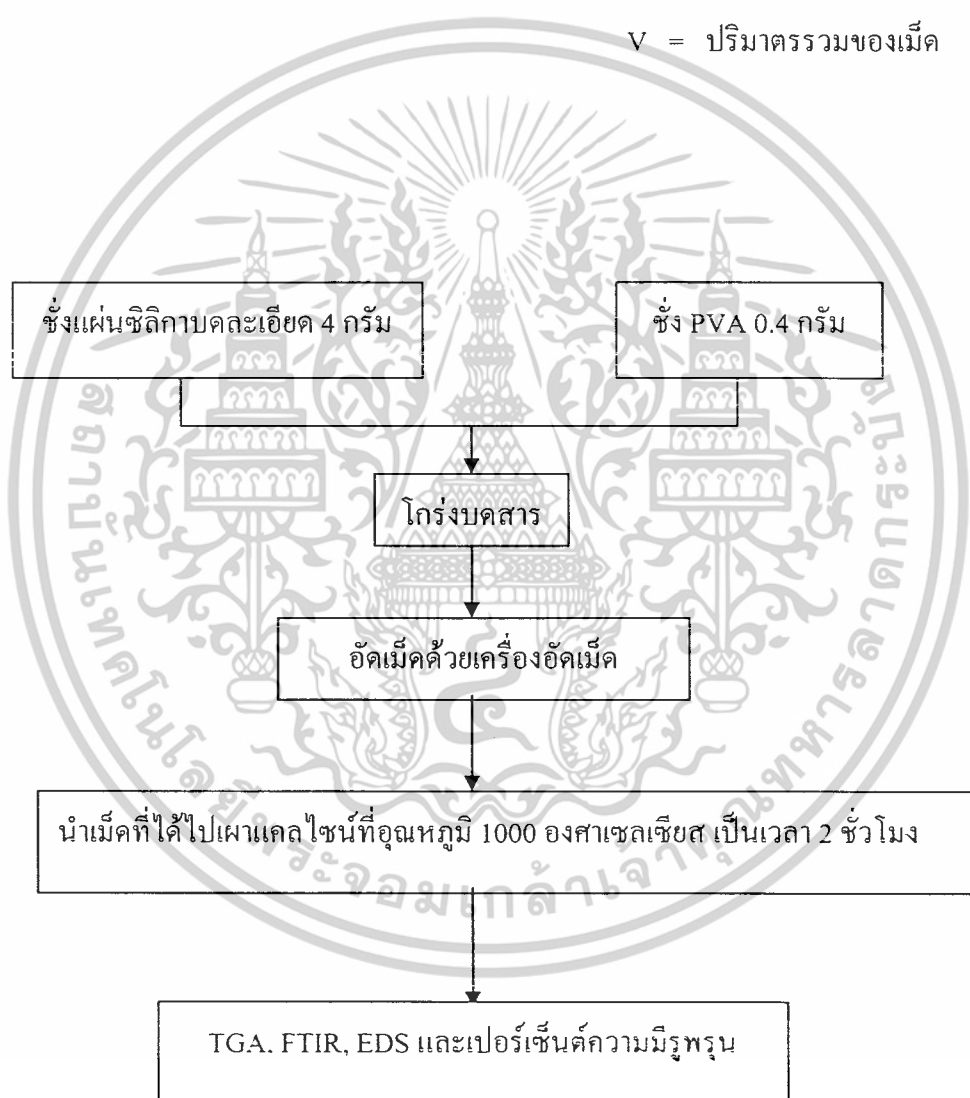
ความหนาแน่นรวมของเม็ด หาได้จากการชั่งน้ำหนักเม็ดตัวอย่างจากนั้นนำไปห่อด้วยพลาสติก จากนั้นนำไปแทนที่น้ำ เพื่อหาปริมาตร แล้วนำมาแทนค่าเพื่อหาความหนาแน่นต่อไป

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

เมื่อ D = ความหนาแน่นรวมของเม็ด

M = น้ำหนักรวมของเม็ด

V = ปริมาตรรวมของเม็ด



รูปที่ 3.2 แผนการเตรียมแผ่นชิลิกาโดยการขึ้นรูปแบบเม็ด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.3 การเคลือบแผ่นซีลิกาที่มีรูพรุนด้วย MPTS

1. การเตรียมสารละลาย MPTS

นำเอทานอล 11 มิลลิลิตร น้ำกลั่น 2 มิลลิลิตร และ MPTS 7 มิลลิลิตร มาปั่นกวนให้เข้ากัน จากนั้นเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 37 % โดยมวลต่อปริมาตร จำนวน 2 หยด ปั่นกวนจนเข้ากันได้ดี

2. การเคลือบแผ่นซีลิกา

นำแผ่นซีลิกาที่ได้จากกระบวนการข้างต้น (3.3.1) มาเคลือบด้วยสารละลาย MPTS ด้วยวิธีจุ่มเคลือบ (Dip-coating) โดยมีการเปลี่ยนแปลงเวลาในการจุ่ม MPTS จาก 5 10 15 และ 30 วินาที ดังตารางที่ 3.2 โดยทำการเคลือบเฉพาะพื้นผิวหน้าของแผ่นซีลิกาที่มีรูพรุน หลังจากที่ได้เคลือบด้วย MPTS แล้ว ทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5-10 นาที นำไปให้ความร้อนจากอุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิที่ 180 °C

3. ทำการออกซิไดซ์ MPTS ด้วย H_2O_2 โดยนำแผ่นซีลิกาที่ผ่านการเคลือบแล้ว มาแช่ใน H_2O_2 โดยแช่เฉพาะบริเวณพื้นผิวที่เคลือบด้วย MPTS และเปลี่ยนแปลงเวลาในการแช่จาก 0 6 12 และ 24 ชั่วโมง ดังตารางที่ 3.2 จากนั้นทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 วัน

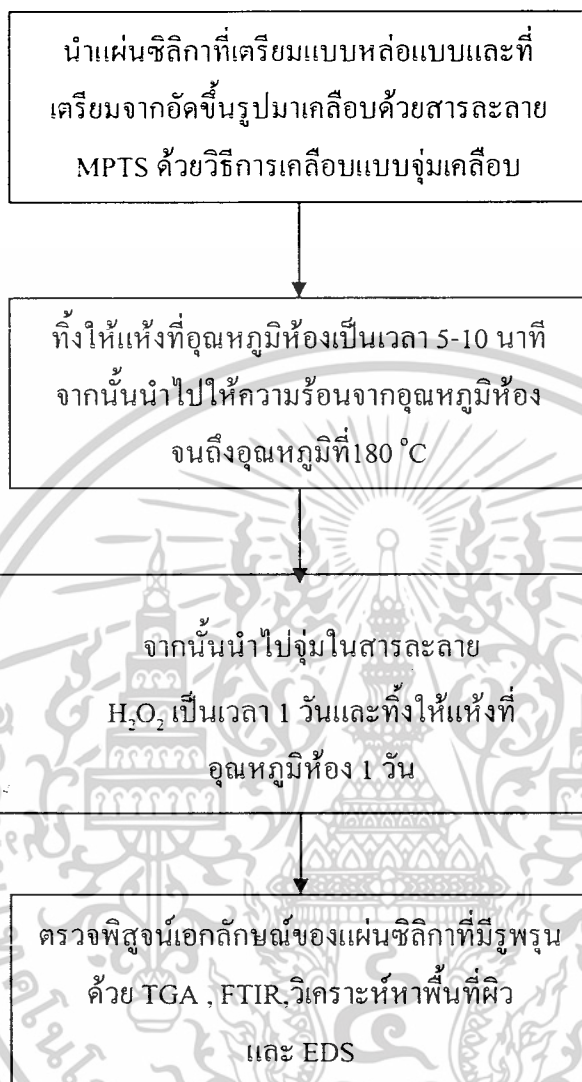
4. นำตัวอย่างที่เคลือบผิวแล้วไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FTIR, TGA, BET และ EDS

5. สำหรับแผ่นซีลิกาที่มีรูพรุนสูตรอัดเม็ด ทำการพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FTIR, TGA, วิเคราะห์หาพื้นที่ผิว และการหาเปอร์เซ็นต์ความมีรูพรุน

ตารางที่ 3.2 ระยะเวลาในการจุ่ม MPTS และเวลาในการแช่ H₂O₂ ของแผ่นซิติกา

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.3 แผนการเคลือบแผ่นซิลิกาด้วย MPTS และแช่ H_2O_2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

4.1 แผ่นซิลิกาที่เตรียมโดยวิธีโซล-เจล

4.1.1 ผลของอัตราส่วนโมลน้ำต่อ TEOS

องศาการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน ขึ้นกับสัดส่วนการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยาควบแน่น ซึ่งปัจจัยที่มีผลได้แก่ อัตราส่วนโมลต่อตัวเร่งปฏิกิริยาต่อ TEOS ธรรมชาติของตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิในการสังเคราะห์ ความเข้มข้นของตัวทำละลาย และอัตราส่วนโมลของน้ำต่อ TEOS

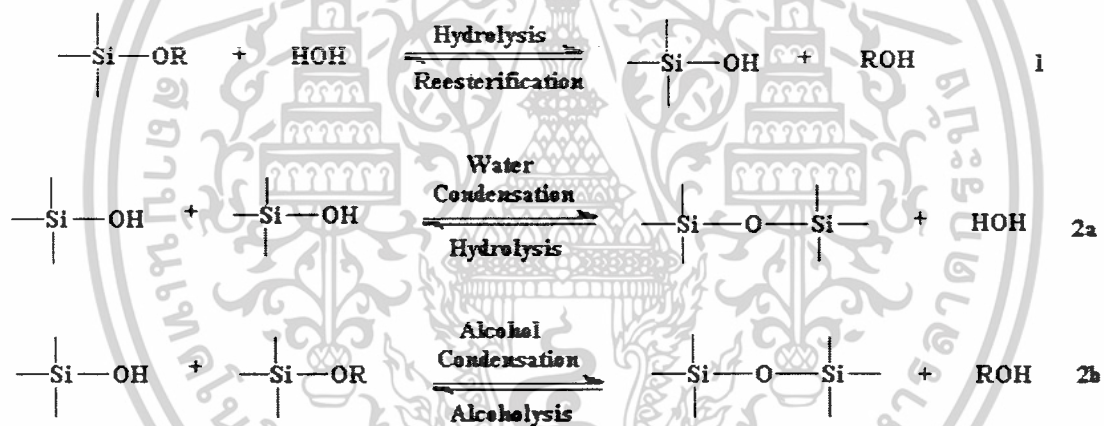
ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาผลของอัตราส่วนโมลน้ำต่อ TEOS โดยแบ่งสูตรในการสังเคราะห์แผ่นซิลิกาออกเป็น 3 สูตร ดังแสดงในตารางที่ 4.1 เมื่อนำค่าพื้นที่ผิวมาพล็อตกราฟกับอัตราส่วนโดยโมลของน้ำต่อ TEOS จะได้กราฟดังรูปที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 อัตราส่วนโมลของน้ำต่อ TEOS และอัตราส่วน โมลของน้ำต่อเอทานอล ของสารตั้งต้นสูตรต่างๆ และพื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นซิลิกาที่สังเคราะห์ได้

ชั้นตัวอย่าง	อัตราส่วนโมลของน้ำต่อ TEOS	อัตราส่วน โมลน้ำต่อเอทานอล	พื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นซิลิกา (m ² /g)
สูตรที่ 1 (G1)	12.80	2.69	1027
สูตรที่ 2 (G2)	14.84	3.62	1326
สูตรที่ 3 (G3)	16.88	4.80	1006

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 4.1 จะพบว่าเมื่อเพิ่มอัตราส่วน โมลของน้ำต่อ TEOS จาก 12.80 เป็น 14.84 พื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จะเพิ่มขึ้น แต่เมื่อเพิ่มอัตราส่วน โมลน้ำต่อ TEOS มากกว่า 14.84 พบว่า พื้นที่ผิวจำเพาะมีค่าลดลง ทั้งนี้เนื่องมาจาก เมื่อเพิ่มอัตราส่วน โมลน้ำต่อ TEOS จะไปเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสดังสมการที่ 1, 2a และ 2b จึงเป็นผลทำให้เกิด Si-OH มากขึ้นในสารละลาย และเมื่อเกิดปฏิกิริยาควบแน่นแล้วก็จะเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน มากขึ้นและมีโครงสร้างที่เป็นกิ่งมากขึ้น จึงมีพื้นที่ผิวจำเพาะมากขึ้น แต่เมื่ออัตราส่วน โมลน้ำต่อ TEOS มากถึงจุดๆหนึ่ง พื้นที่ผิวจำเพาะจะเริ่มมีค่าลดลง เนื่องจากปริมาณน้ำที่เพิ่มขึ้นจะไปเพิ่มปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส แต่ในขณะเดียวกันก็ไปหน่วงปฏิกิริยาการควบแน่นเช่นเดียวกัน แต่เมื่อองศาการควบแน่นต่ำ จึงทำให้โครงสร้างรูพรุนน้อยลง มีผลทำให้พื้นที่ผิวจำเพาะลดลง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.2 การเปลี่ยนแปลงพื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นซิลิกา ก่อนและหลังการเคลือบผิว

ตารางที่ 4.2 แสดงค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นซิลิกาสูตรต่างๆ เปรียบเทียบกับแผ่นซิลิกา ก่อนเคลือบ MPTS แผ่นซิลิกาหลังเคลือบด้วย MPTS และแผ่นหลังเคลือบด้วย MPTS และแช่ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง วิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิว

ตารางที่ 4.2 พื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนเปรียบเทียบกับ แผ่นซิลิกา ก่อนเคลือบ MPTS (Glass) แผ่นซิลิกาหลังเคลือบด้วย MPTS 30 วินาที (Glass-MPTS) และแผ่นหลังเคลือบด้วย MPTS และแช่ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง (Glass-MPTS- H_2O_2)

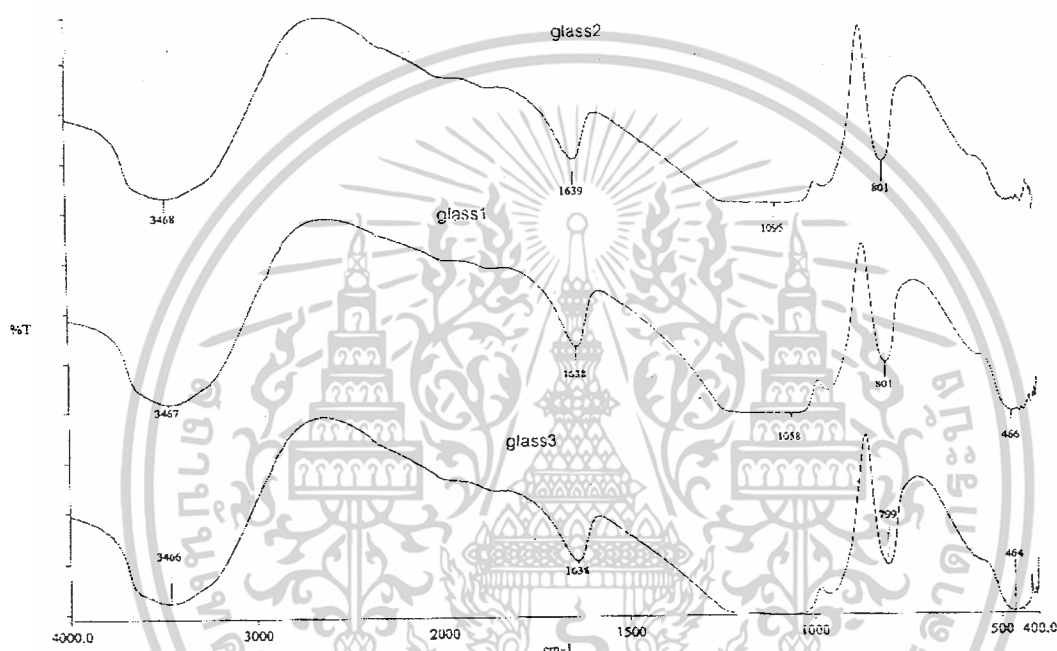
แผ่นซิลิกา	$H_2O/TEOS$	Surface area (m^2/g)		
		Glass	Glass-MPTS	Glass-MPTS- H_2O_2
สูตร 1	12.80	1027	909	1015
สูตร 2	14.84	1326	883	914
สูตร 3	16.88	1006	822	915

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.3 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของแผ่นซิลิกา

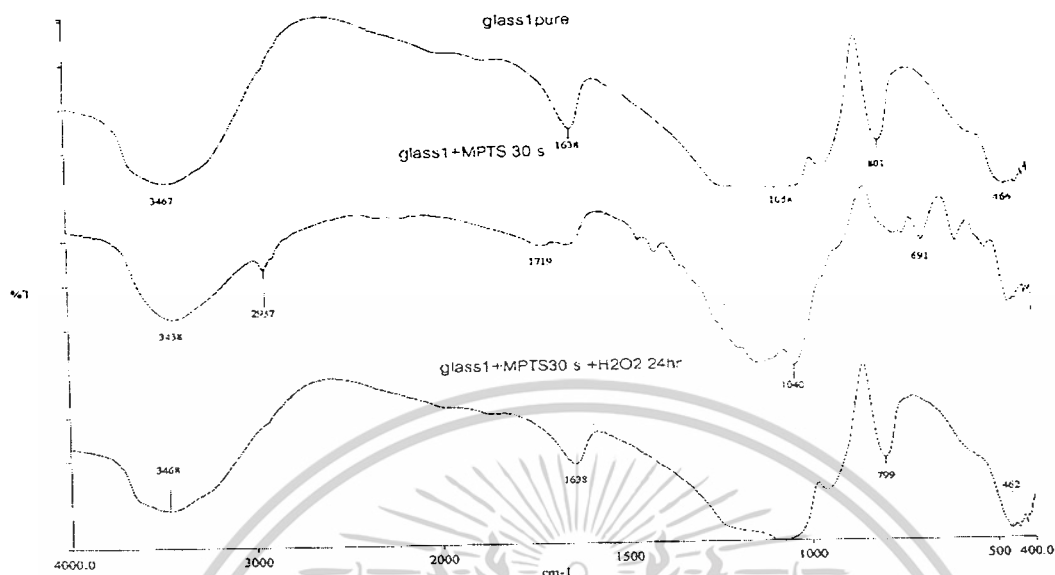
หมู่ฟังก์ชันของแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนซึ่งเตรียมด้วยวิธี โซล-เจลทั้ง 3 สูตรถูกนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค IR ได้สเปกตรัมดังแสดงในรูปที่ 4.2 และการเปลี่ยนแปลงของหมู่ฟังก์ชันที่พื้นผิวของแผ่นซิลิกาก่อนและหลังการเคลือบผิวด้วยสารละลาย MPTS และการแช่ใน H_2O_2 ได้สเปกตรัมดังแสดงในรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.1 สเปกตรัม IR ของแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนสูตร 1, 2 และ 3

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



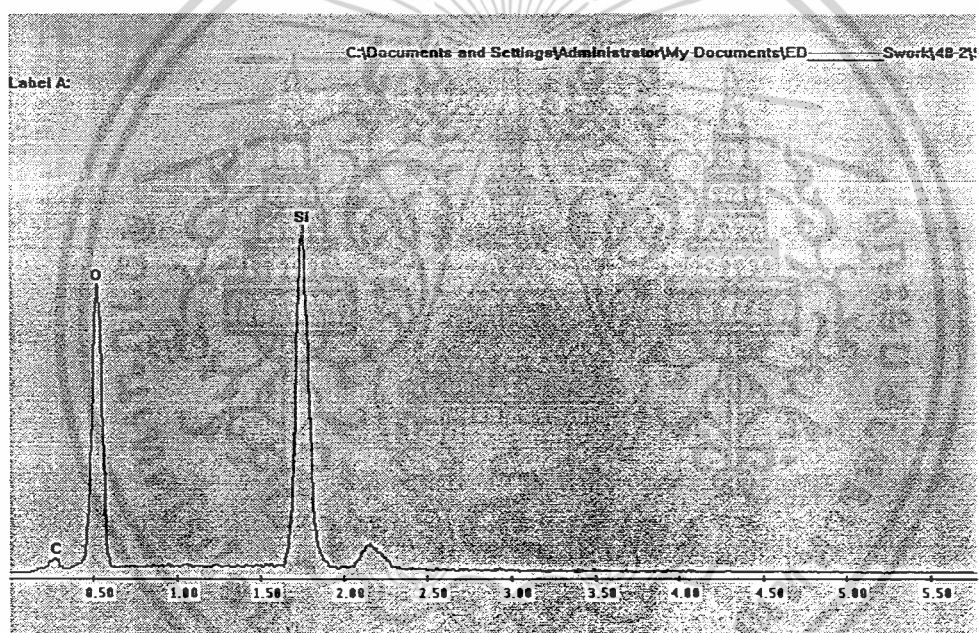
รูปที่ 4.2 สเปกตรัม IR ของแผ่นซิลิกาสูตร 1 (Glass pure) แผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS (Glass1+MPTS 30 s) และแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS ที่แช่ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง (Glass1+MPTS 30 s + H_2O_2 24 hr)

เมื่อเปรียบเทียบระหว่างแผ่นซิลิกาก่อนเคลือบเทียบกับแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS และแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS ที่แช่ใน H_2O_2 พบว่าแผ่นที่เคลือบด้วย MPTS (Glass1+MPTS 30 s) จะมีพีคเพิ่มขึ้นที่ประมาณ 2900 และ 2550 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 2550 cm^{-1} จะหายไปซึ่งผลดังกล่าวสันนิษฐานว่ามี MPTS หลุดออกจากแผ่นซิลิกาพีคที่ 2900 cm^{-1} จึงหายไป ส่วนที่พีค 2550 cm^{-1} หายไปคาดว่าอาจเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของหมู่ -SH กลายเป็น $-SO_3H$ ซึ่งจะเกิดเป็นพีคที่ประมาณ 1100 cm^{-1} (S-O stretching) แต่จะเห็นได้ไม่ชัดเนื่องจากพีคซ้อนทับกับพีคของ Si-O stretching หรืออาจจะมี MPTS บางส่วนหลุดออกจากแผ่นซิลิกาเช่นเดียวกับพีคที่ 2900 cm^{-1} ซึ่งคาดว่าปริมาณ MPTS ที่มีอยู่บนแผ่นซิลิกามีน้อยเกินไปทำให้ไม่สามารถตรวจสอบได้ด้วยเทคนิค FTIR แต่สามารถวิเคราะห์ว่ามีโครงสร้าง MPTS อยู่บนแผ่นซิลิกาโดยเทคนิค EDS หรือ TGA ที่จะกล่าวต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

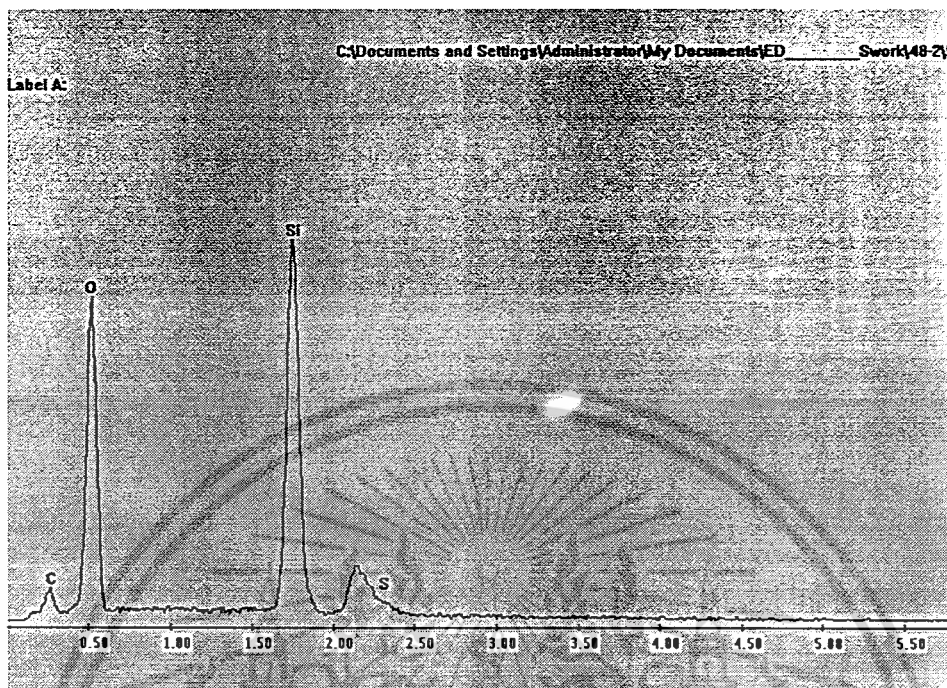
4.1.4 การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิค EDS

รูปที่ 4.3 แสดงผลการวิเคราะห์ธาตุต่างๆที่มีอยู่ในโครงสร้างของแผ่นซิลิกาพบว่าแผ่นซิลิกาที่เตรียมได้โดยวิธีโซล-เจลด้วยเทคนิค EDS พบว่าแผ่นซิลิกาที่เตรียมได้มีธาตุองค์ประกอบเพียง 3 ชนิดได้แก่ ซิลิกอน ออกซิเจน และทองคำ ซึ่งมาจากการเคลือบทองคำก่อนการวิเคราะห์ รูปที่ 4.4 และ 4.5 แสดงสเปกตรัม EDS ของแผ่นซิลิกาที่เคลือบผิวด้วยสารละลาย MPTS ทั้งก่อนและหลังการแช่ใน H_2O_2 ตามลำดับ พบว่ามีสเปกตรัมของธาตุคาร์บอนและซัลเฟอร์เพิ่มขึ้นมา ซึ่งมาจากองค์ประกอบของ MPTS จากผล EDS สามารถสรุปปริมาณธาตุองค์ประกอบบนพื้นผิวแผ่นซิลิกาได้ดังตารางที่ 4.3

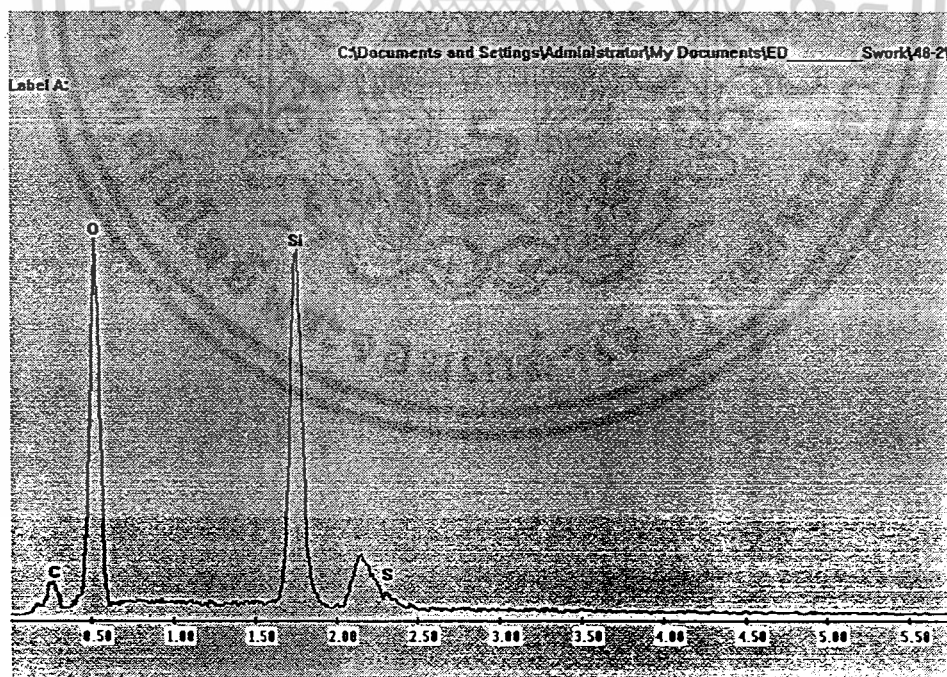


รูปที่ 4.3 สเปกตรัม EDS ของแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนสูตร 1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.4 สเปกตรัม EDS ของแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS



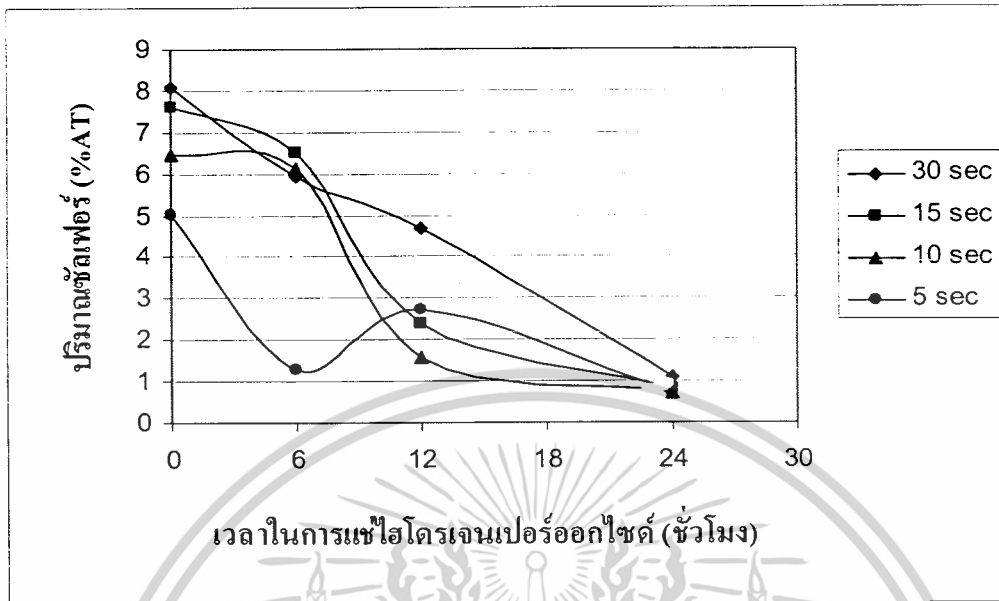
รูปที่ 4.5 สเปกตรัม EDS ของแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS และแช่ใน H_2O_2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

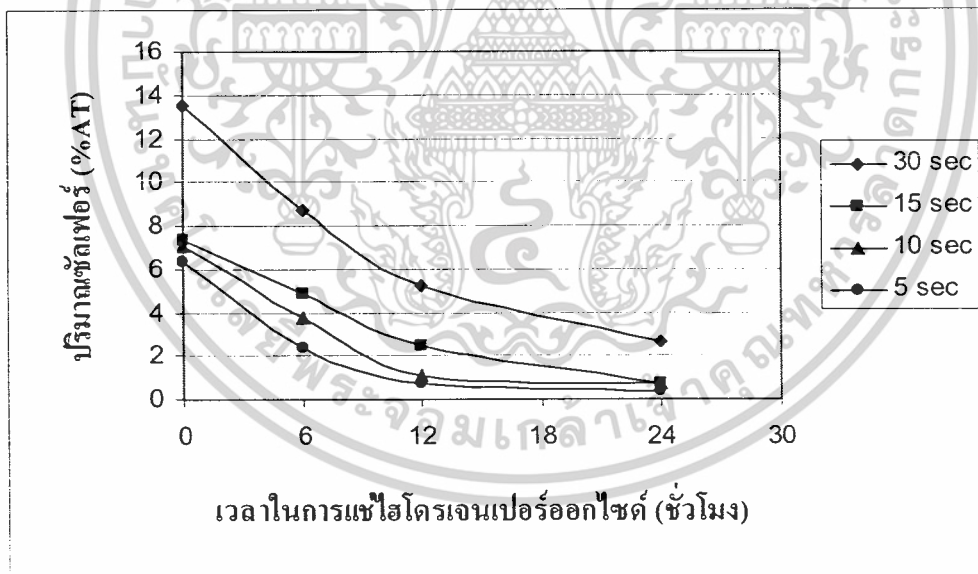
สูตรที่	MPTS (วินาที)	H ₂ O ₂ (ชั่วโมง)	%AT		
			Si	O	S
1	5	0	25.91	35.91	5.02
	5	6	32.23	50.93	1.27
	5	12	36.35	52.74	2.75
	5	24	30.86	46.32	0.72
	10	0	27.51	36.42	6.48
	10	6	35.34	50.47	6.12
	10	12	35.07	48.73	1.58
	10	24	29.95	45.83	0.74
	15	0	26.94	36.12	7.63
	15	6	39.46	46.43	6.5
	15	12	37.94	51.01	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

จากผลการทดลองเมื่อเปรียบเทียบเวลาในการแช่ H₂O₂ กับปริมาณซัลเฟอร์จากเทคนิค EDS แล้วนำไปพล็อตกราฟดังรูปที่ 4.7 – 4.9 พบว่า ในตอนแรกแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS แต่ไม่ได้แช่ใน H₂O₂ จะมีปริมาณซัลเฟอร์ค่อนข้างสูงอยู่ แต่เมื่อแช่ H₂O₂ เป็นเวลานานขึ้น ค่าปริมาณซัลเฟอร์ (%AT) จะลดต่ำลง ซึ่งคาดว่าน่าจะมี MPTS บางส่วนหลุดออกจากโครงสร้างของแผ่นซิลิกา และเมื่อเปรียบเทียบเวลาในการจุ่มเคลือบ MPTS แล้วพบว่า เมื่อจุ่มเคลือบที่เวลา 30 วินาทีจะมีปริมาณซัลเฟอร์ (%AT) มากที่สุด ตามด้วย 15 10 และ 5 วินาทีตามลำดับ สันนิษฐานว่าเมื่อจุ่ม MPTS นานขึ้น โอกาสที่ MPTS จะติดกับแผ่นซิลิกาก็มากขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

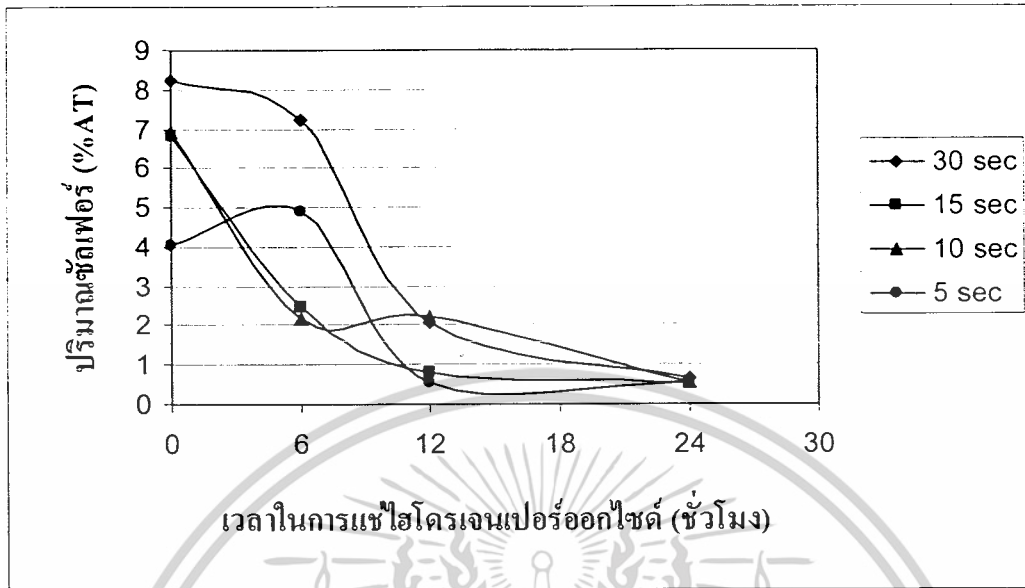


รูปที่ 4.6 กราฟแสดงปริมาณคลอโรฟิลล์ (%AT) ที่เวลาในการแช่ H₂O₂ ต่างๆ ของแผ่นซีกกาสูตร 1



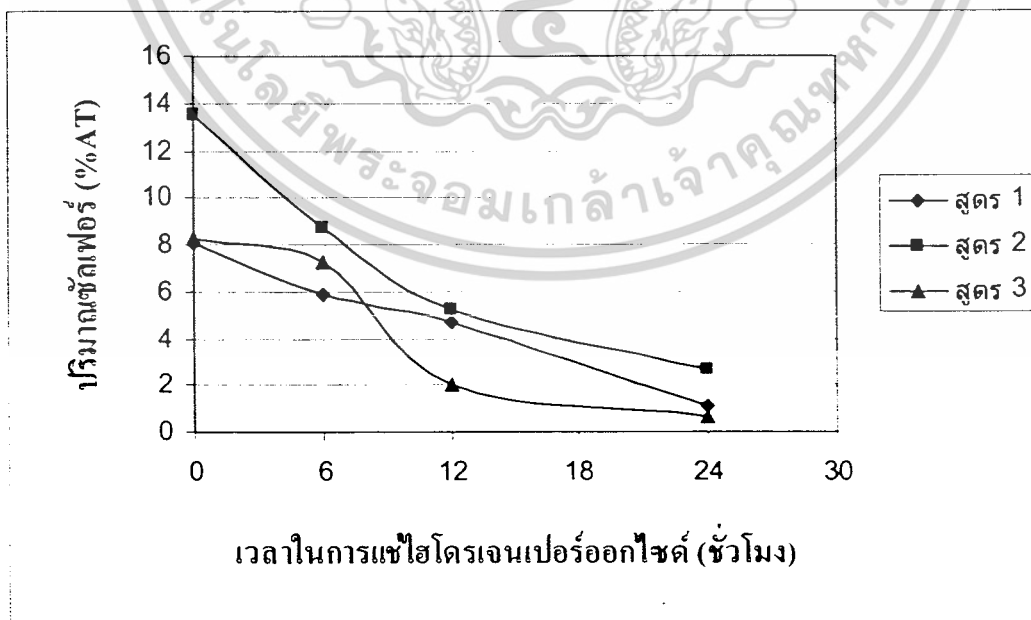
รูปที่ 4.7 กราฟแสดงปริมาณคลอโรฟิลล์ (%AT) ที่เวลาในการแช่ H₂O₂ ต่างๆ ของแผ่นซีกกาสูตร 2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.8 กราฟแสดงปริมาณซัลเฟอร์ (%AT) ที่เวลาในการแช่ H_2O_2 ต่างๆ ของแผ่นซิติกาสูตร 3

เมื่อพล็อตกราฟเปรียบเทียบระหว่างแผ่นซิติกาสูตรต่างๆ ที่ใช้ระยะเวลาในการเคลือบ MPTS เท่ากันดังแสดงในรูปที่ 4.9 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

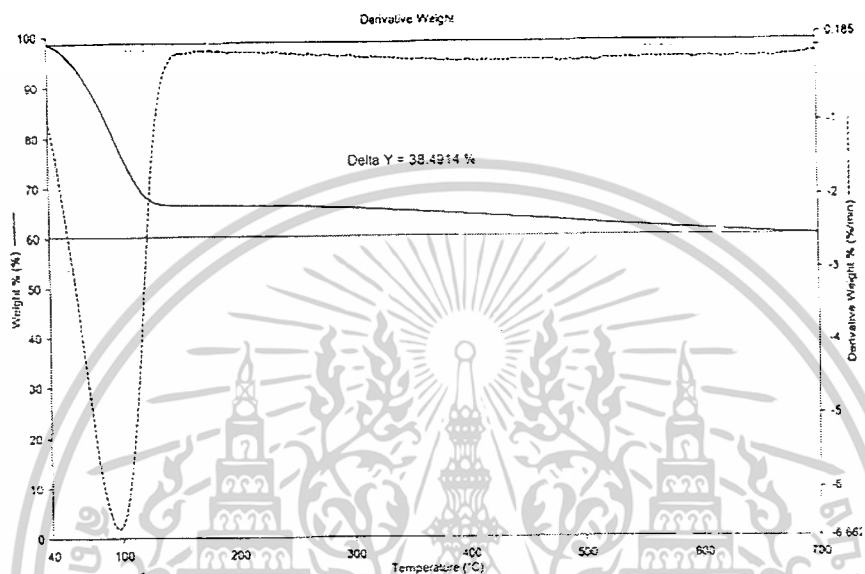


รูปที่ 4.9 กราฟแสดงปริมาณซัลเฟอร์ (%AT) ของแผ่นซิติกาสูตร 1, 2 และ 3 ที่เวลาในการจุ่ม

MPTS 30 วินาที เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.5 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางความร้อน

รูปที่ 4.10 แสดงผลการวิเคราะห์ TGA (Thermal gravimetric analysis) ของแผ่นซิลิกา ก่อนและหลังการเคลือบผิว



รูปที่ 4.10 เทอร์โมแกรมของแผ่นซิลิกาสูตร 2 ที่เคลือบด้วย MPTS เป็นเวลา 30 วินาที

แผ่นซิลิกาที่มีรูพรุนซึ่งเตรียมจากวิธีโซล-เจลจะมีการสูญเสียน้ำหนักของสาร เพียงชั้นเดียว คือ ในช่วงประมาณ 100 องศาเซลเซียส คาดว่า จะมีการสูญเสียโมเลกุลของน้ำออกมาจากโครงสร้างของแผ่นซิลิกา ส่วนแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS และแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS และแช่ใน H_2O_2 จะมีการสูญเสียสองชั้น ได้แก่ ชั้นแรกมีการสูญเสียน้ำในช่วงประมาณ 100 °C เช่นเดียวกับแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุน และในช่วงประมาณ 250-600 °C จะสูญเสียอีกครั้ง ซึ่งจะสังเกตเห็น ไม่ค่อยชัด โดยคาดว่าในช่วงนี้จะเป็นการสูญเสียน้ำหนักของ 3-mercaptopropyl group ของ MPTS

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.4 เปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักของแผ่นซิลิกา ก่อนเคลือบ MPTS (Glass) แผ่นซิลิกา หลังเคลือบด้วย MPTS 30 วินาที (Glass-MPTS) และแผ่นหลังเคลือบด้วย MPTS และ แช่ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง (Glass-MPTS- H_2O_2)

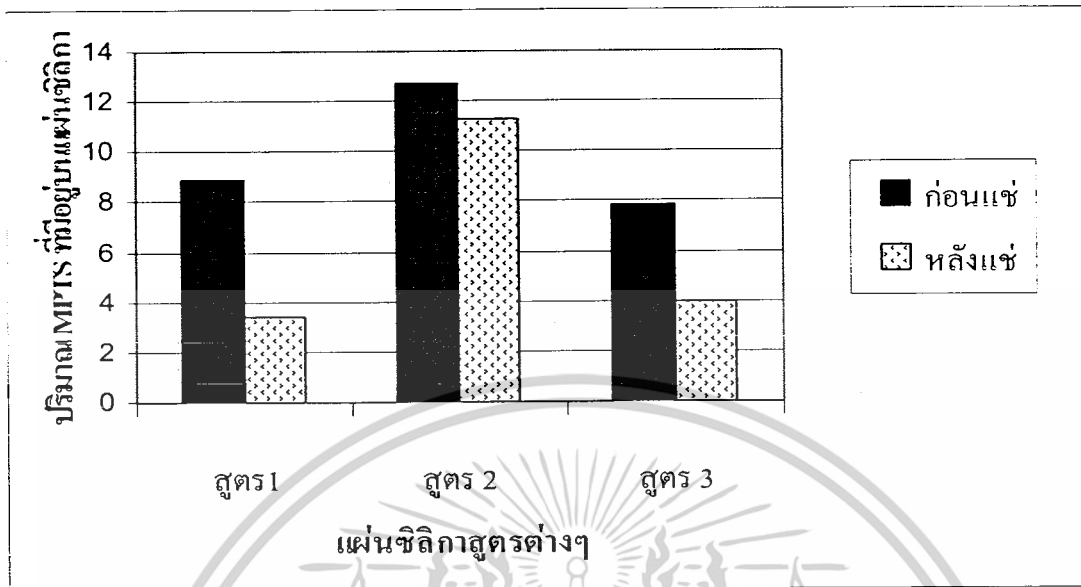
แผ่นซิลิกา	$H_2O/TEOS$	% Weight loss		
		Glass	Glass-MPTS	Glass-MPTS- H_2O_2
สูตร 1	12.80	23.5	32.4	26.9
สูตร 2	14.84	25.8	38.5	37.1
สูตร 3	16.88	32.4	40.3	36.4

จากข้อมูลที่ได้จากเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักของสาร (ตารางที่ 4.4) สามารถบอกถึง ปริมาณ MPTS ที่ติดกับแผ่นซิลิกาได้ โดยดูจากส่วนต่างระหว่างเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนัก ของแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที แผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาทีและแช่ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง กับแผ่นซิลิกาที่ยังไม่ได้เคลือบ MPTS ซึ่งสามารถสรุปได้ดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 ปริมาณ MPTS ที่มีอยู่ในแผ่นซิลิกา (%) ของแผ่นซิลิกาที่เคลือบด้วย MPTS 30 วินาที ก่อนและหลังแช่ใน 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	8.9	3.4
สูตร 2	14.84	12.7	11.3
สูตร 3	16.88	7.9	4.0

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.11 กราฟแสดงปริมาณ MPTS ที่มีอยู่ในแผ่นซีลิกาสูตรต่างๆ ก่อนและหลังแช่ใน H₂O₂

จากรูปที่ 4.11 จะสังเกตเห็นว่าปริมาณ MPTS ลดลงเมื่อแช่ใน H₂O₂ คาดว่าน่าจะมาจากมี MPTS บางส่วนหลุดออกจากแผ่นซีลิกา และเมื่อเปรียบเทียบระหว่างสูตร พบว่าสูตร 2 มีปริมาณ MPTS มากที่สุด ส่วนสูตร 1 และ 3 จะใกล้เคียงกัน คาดว่ามาจากการที่สูตร 2 มีพื้นที่ผิวมากที่สุดทำให้ MPTS สามารถติดกับแผ่นซีลิกาได้ดีกว่าสูตร 1 และ 3 ในการทดลองจะเลือกสูตร 2 มาทดสอบผลของเวลาในการจุ่ม MPTS ซึ่งแสดงได้ดังตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 เปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารของแผ่นซีลิกาสูตร 2 ที่เคลือบด้วย MPTS ในเวลาต่างๆก่อนและหลังแช่ด้วย H₂O₂

ผลจากตารางที่ 4.6 แสดงให้เห็นว่าเมื่อจุ่มเคลือบ MPTS เป็นเวลานานขึ้นเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารจะเพิ่มขึ้นแสดงว่าจะมี MPTS เกาะที่พื้นผิวแผ่นซีลิกามากขึ้น แต่เมื่อแช่ใน H₂O₂ แล้วเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารก็มีแนวโน้มลดลงจากก่อนแช่ H₂O₂ เช่นกัน

เวลาในการจุ่มเคลือบ MPTS	ก่อนแช่ H ₂ O ₂	หลังแช่ H ₂ O ₂
5 sec	4.7	4.4
10 sec	6.8	5.8
15 sec	6.9	5.0
30 sec	12.7	11.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 แผ่นซีลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด

แผ่นซีลิกาชนิดนี้ทำมาจากผงซีลิกาที่บดละเอียดผสมกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ 10% โดยน้ำหนักของผงซีลิกา แล้วนำไปขึ้นรูปโดยใช้เครื่องอัดเม็ดแล้วนำไปเผาที่ 1000 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้แผ่นซีลิกาที่มีรูพรุนขนาดใหญ่ (Macroporous) ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ จากนั้นนำแผ่นซีลิกาที่ได้มาเคลือบด้วย MPTS และแช่ใน H_2O_2 เช่นเดียวกับแผ่นซีลิกาที่เตรียมโดยวิธีโซล-เจล

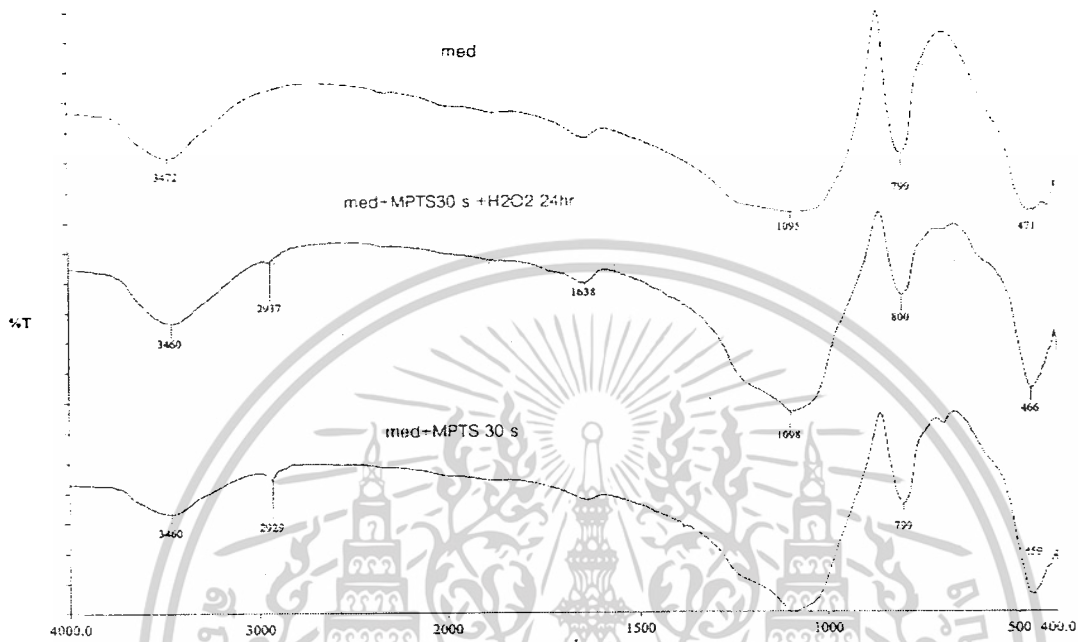
4.2.1 เปรอ์เซ็นต์ความมีรูพรุน

ตารางที่ 4.7 เปรอ์เซ็นต์ความมีรูพรุนของแผ่นซีลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดก่อนเคลือบ MPTS (Med) หลังเคลือบด้วย MPTS 30 วินาที (Med-MPTS) และแผ่นซีลิกาหลังเคลือบ MPTS และแช่ H_2O_2 24 ชั่วโมง (Med-MPTS- H_2O_2)

สารตัวอย่าง	ความมีรูพรุน (%)
Med	24.85
Med-MPTS	20.85
Med-MPTS- H_2O_2	24.57

จากการทดลองสังเกตเห็นว่า เมื่อเคลือบด้วย MPTS แล้วเปอร์เซ็นต์ความมีรูพรุนจะลดต่ำลง สันนิษฐานว่า ตอนเคลือบ MPTS อาจมี MPTS บางส่วนแทรกเข้าไปภายในช่องว่างหรือรูพรุนในแผ่นซีลิกาแต่เมื่อแช่ใน H_2O_2 แต่เปอร์เซ็นต์ความมีรูพรุนกลับสูงขึ้นมาภายหลังการแช่ H_2O_2 คาดว่าน่าจะเนื่องมาจาก H_2O_2 เข้าไปในรูพรุนแล้วไปชะเอา MPTS ที่ไม่ติดกับแผ่นซีลิกาออกมา

4.2.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด



รูปที่ 4.12 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 พิกต่างๆ จะคล้ายกับของแผ่นซิลิกาที่เตรียมโดยวิธีโซล-เจล มีความแตกต่างเพียงเล็กน้อย คือบริเวณที่พิก 3500 cm^{-1} ซึ่งเป็นพิก O-H stretching แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดจะมีความเข้มพิกที่ต่ำกว่าแผ่นซิลิกาที่เตรียมโดยวิธีโซล-เจล สันนิษฐานว่ามาจากการที่นำไปเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ทำให้เกิดการสูญเสียหมู่ไฮดรอกซิลไป ในส่วนของการเคลือบเมื่อเคลือบ MPTS จะสังเกตเห็นพิกที่ 2900 cm^{-1} ซึ่งเป็นพิกของ C-H stretching ได้ชัดเจน แต่ที่พิก 2550 cm^{-1} ที่เป็นพิกของ S-H stretching จะสังเกตเห็นไม่ได้ คาดว่ามีปริมาณซัลเฟอร์ที่น้อยเกินไป และเมื่อแช่ใน H_2O_2 แล้วความเข้มพิกที่พิก 2900 cm^{-1} ต่ำลง คาดว่ามี MPTS บางส่วนหลุดออกจากโครงสร้าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

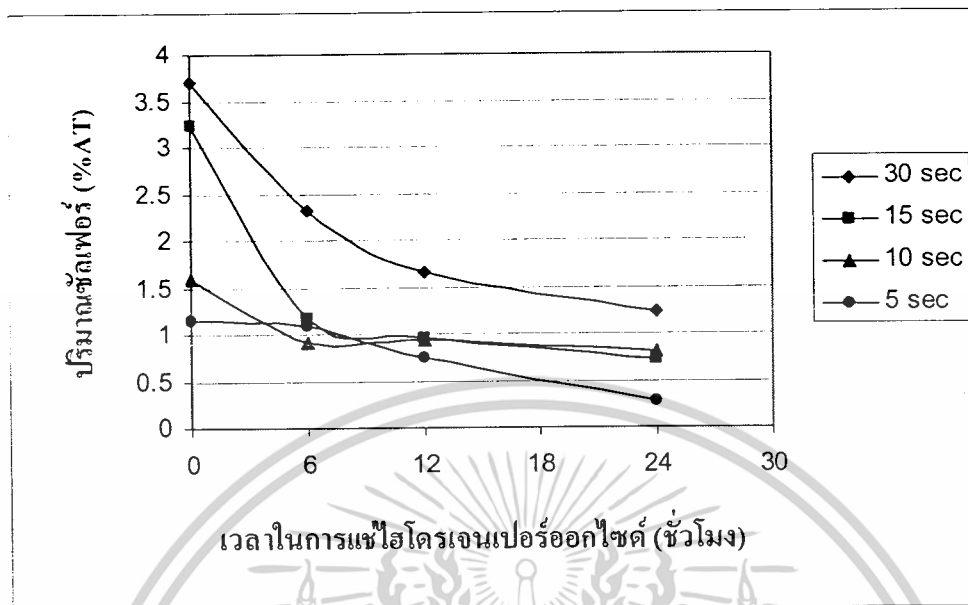
4.2.3 การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดด้วยเทคนิค EDS

ตารางที่ 4.8 ตารางแสดงปริมาณธาตุ (%AT) ของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด

สูตร	MPTS (วินาที)	H ₂ O 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

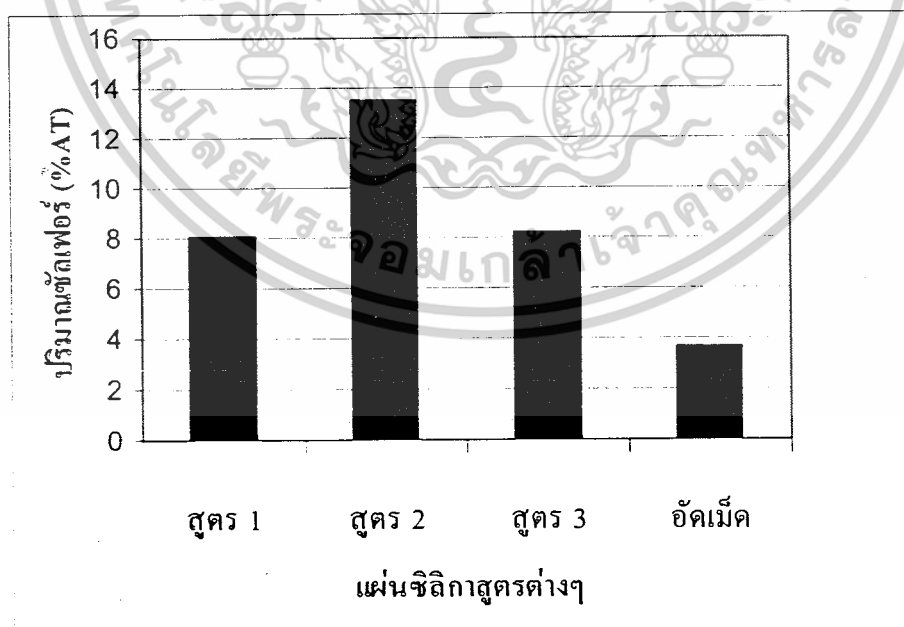
เมื่อนำค่าปริมาณซัลเฟอร์ (%AT) ที่ได้นำไปพล็อตกราฟกับเวลาในการแช่ H₂O₂ แนวโน้มที่เกิดขึ้นจะคล้ายกับแผ่นซิลิกาที่เตรียมโดยวิธีโซล-เจล คือเมื่อแช่ใน H₂O₂ นานขึ้นปริมาณซัลเฟอร์จะลดลง คาดว่า จะมี MPTS หลุดออกจากแผ่นซิลิกาและเมื่อเปรียบเทียบเวลาในการจุ่มเคลือบ MPTS พบว่าเวลา 30 วินาที จะมีปริมาณซัลเฟอร์(% AT) มากที่สุด แสดงดังรูปที่ 4.13

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.13 กราฟแสดงปริมาณคลอรีน (%AT) ที่เวลาในการแช่ H_2O_2 ต่างๆ ของแผ่นซีลิกาที่ขึ้นรูปแบบอิคเม็ค

เมื่อเปรียบเทียบกับแผ่นซีลิกาสูตรต่างๆพบว่าแผ่นซีลิกาที่ขึ้นรูปแบบอิคเม็ค จะมีปริมาณคลอรีน (%AT) น้อยกว่า เนื่องจากการเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสทำให้หมู่ไฮดรอกซิลหายไปทำให้ MPTS ติดได้น้อยกว่าแสดงดังรูปที่ 4.14



รูปที่ 4.14 กราฟแสดงปริมาณคลอรีน (%AT) ที่เวลาในการจุ่มเคลือบ MPTS 30 วินาทีของแผ่นซีลิกาชนิดต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.4 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางความร้อนของแผ่นซีลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด

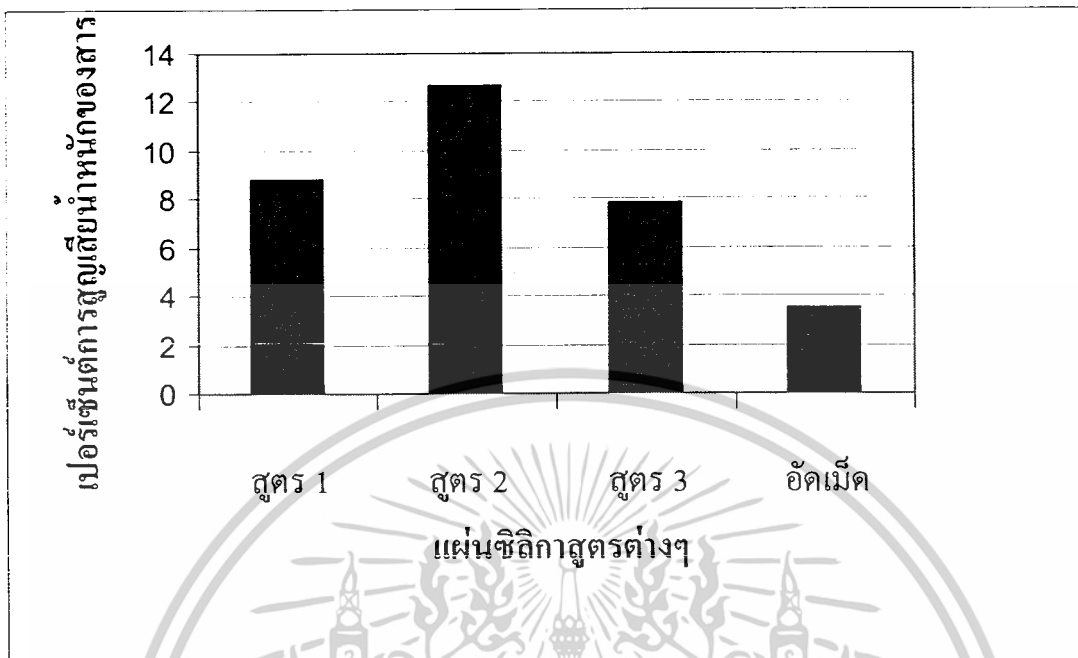
เปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารของแผ่นซีลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดก่อนเคลือบ MPTS หลังเคลือบ MPTS และเมื่อแช่ใน H_2O_2 แสดงดังตารางที่ 4.9

ตารางที่ 4.9 เปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสารของแผ่นซีลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดก่อนเคลือบ MPTS หลังเคลือบ MPTS 30 วินาที และเมื่อแช่ใน H_2O_2 24 ชั่วโมง

สูตร	เปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักสาร		
	ก่อนเคลือบ MPTS	หลังเคลือบ MPTS	หลังแช่ H_2O_2
อัดเม็ด	0.0	3.5	2.4

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.15 กราฟแสดงเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำของสารของแผ่นซลิกาสูตรต่างๆที่เคลือบด้วย MPTS เป็นเวลา 30 วินาที

เมื่อเปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำของสารกับแผ่นซลิกาที่เตรียมโดยวิธี โซล-เจล ผลที่ได้จะมีแนวโน้มคล้ายกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS คือ แผ่นซลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดจะมีเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำของสารน้อยกว่า เนื่องจากการสลายไปของหมู่ไฮดรอกซิล ทำให้การยึดติดของ MPTS กับแผ่นซลิกาไม่ดี

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 ผลของอัตราส่วน โมลของน้ำต่อ TEOS

เมื่ออัตราส่วนโมลของน้ำต่อ TEOS เพิ่มขึ้น ทำให้พื้นผิวจำเพาะมากขึ้น โดยอัตราส่วนโมลของน้ำต่อ TEOS ที่เหมาะสม คือ 14.84

5.2 การเปลี่ยนแปลงของแผ่นซิลิกาภายหลังการเคลือบ MPTS และการออกซิไดซ์ด้วย H_2O_2

แผ่นซิลิกาที่มีรูพรุน เมื่อเคลือบด้วย MPTS แล้วพื้นที่ผิวจำเพาะจะลดลง และมีปริมาณซิลเฟอร์ที่พื้นผิวมากขึ้น ซึ่งเกิดจากการที่ MPTS เกาะอยู่บนพื้นผิว แต่เมื่อออกซิไดซ์ด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ พบว่า พื้นที่ผิวจำเพาะจะเพิ่มขึ้น ส่วนปริมาณซิลเฟอร์มีค่าลดลง เนื่องจาก MPTS บางส่วนหลุดออกมา แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบหล่อแบบซึ่งมีอัตราส่วนโมลของน้ำต่อ TEOS เท่ากับ 14.84 มีปริมาณซิลเฟอร์ที่พื้นผิวมากที่สุด เพราะมีพื้นที่ผิวจำเพาะมากที่สุด

5.3 แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปโดยการอัดเม็ดเปรียบเทียบกับแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบหล่อแบบ

แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ดจะมีปริมาณ MPTS ติดที่พื้นผิวน้อยกว่า แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบหล่อแบบ และการเปลี่ยนแปลงของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปโดยอัดเม็ดหลังเคลือบจะมีแนวโน้มเช่นเดียวกับ แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบหล่อแบบ

ข้อเสนอแนะ

1. ควรหาวิธีอื่นในการปรับปรุงพื้นผิว เพราะว่าการเคลือบด้วยวิธีจุ่มเคลือบ หลังจากแช่ในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์แล้ว MPTS มีแนวโน้มที่จะหลุดออกจากโครงสร้าง
2. ควรศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับปัจจัยอื่นที่มีผลต่อการสังเคราะห์แผ่นซิลิกาโดยวิธีโซล-เจล เช่น ชนิดของกรด เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] 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
- [2] Isamail, 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
- [3] Devos, R.M. and Verweij, H. 1997. **Improved performance of silica membranes for gas separation.** Journal of Membrane Science. 143: 37-51
- [4] Zhang, J.L., Li, W., Meng, 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
- [5] ชันทอง สุนทรภา. 2547. เทคโนโลยีการแยกด้วยเมมเบรน. กรุงเทพฯ. โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
- [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/icml1be.nsf/\(html\)/Frameset_load?OpenDocument&003MicroScience_001Products_010Membranefiltration_001Generalmembranefiltration?OpenDocument&AllgNav_dsp?OpenForm&Kat0_root](http://www.schleicher-schuell.com/icml1be.nsf/(html)/Frameset_load?OpenDocument&003MicroScience_001Products_010Membranefiltration_001Generalmembranefiltration?OpenDocument&AllgNav_dsp?OpenForm&Kat0_root)
- [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>

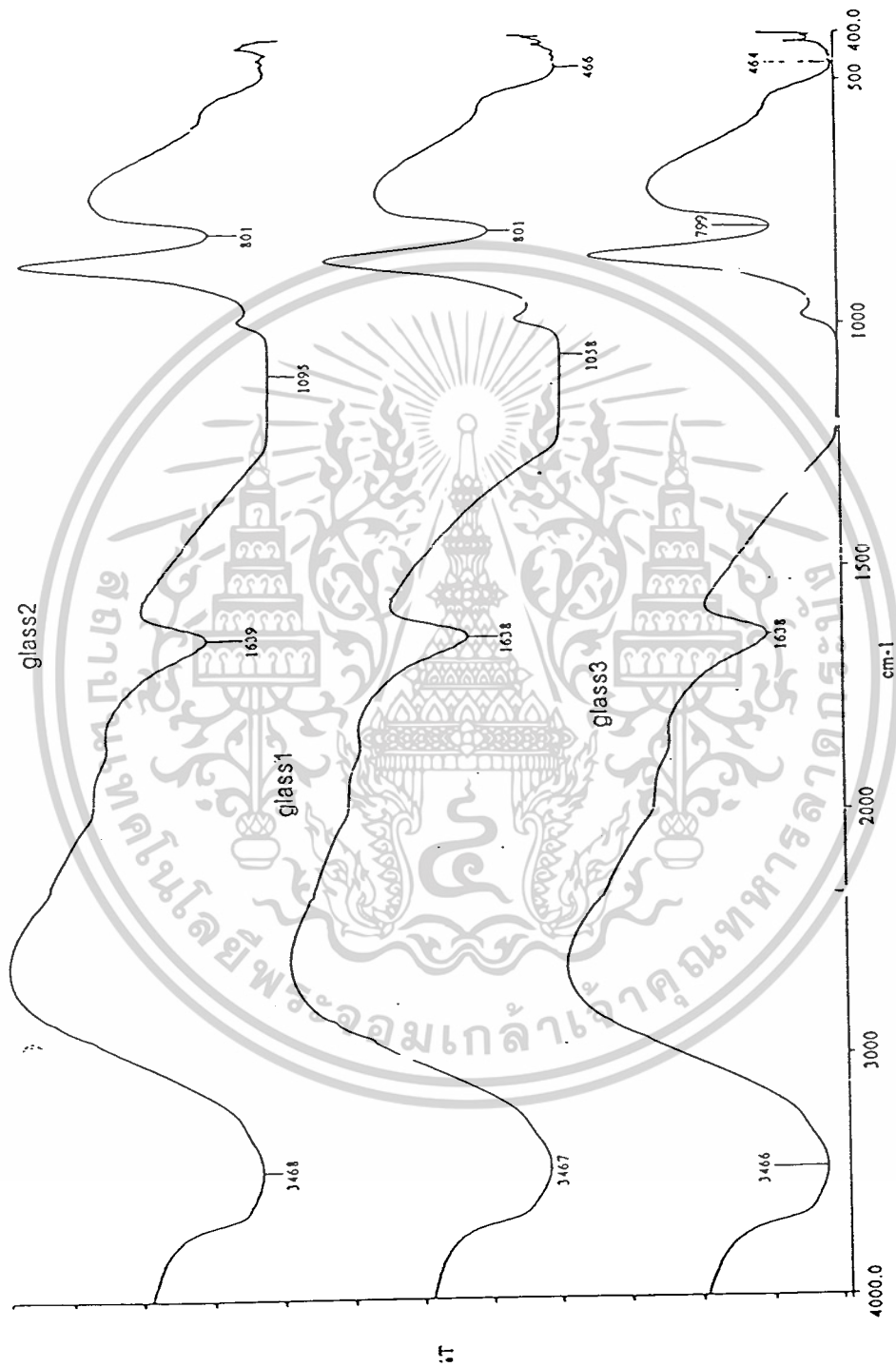
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [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#spcpd>
- [14] D.P. Birnie. 2000. **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] Elferink, 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 alkytriethoxysilanes**. 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 Colfen, 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]. Aviable:
<http://sbg.epfl.ch/images/SpinCoating.png>

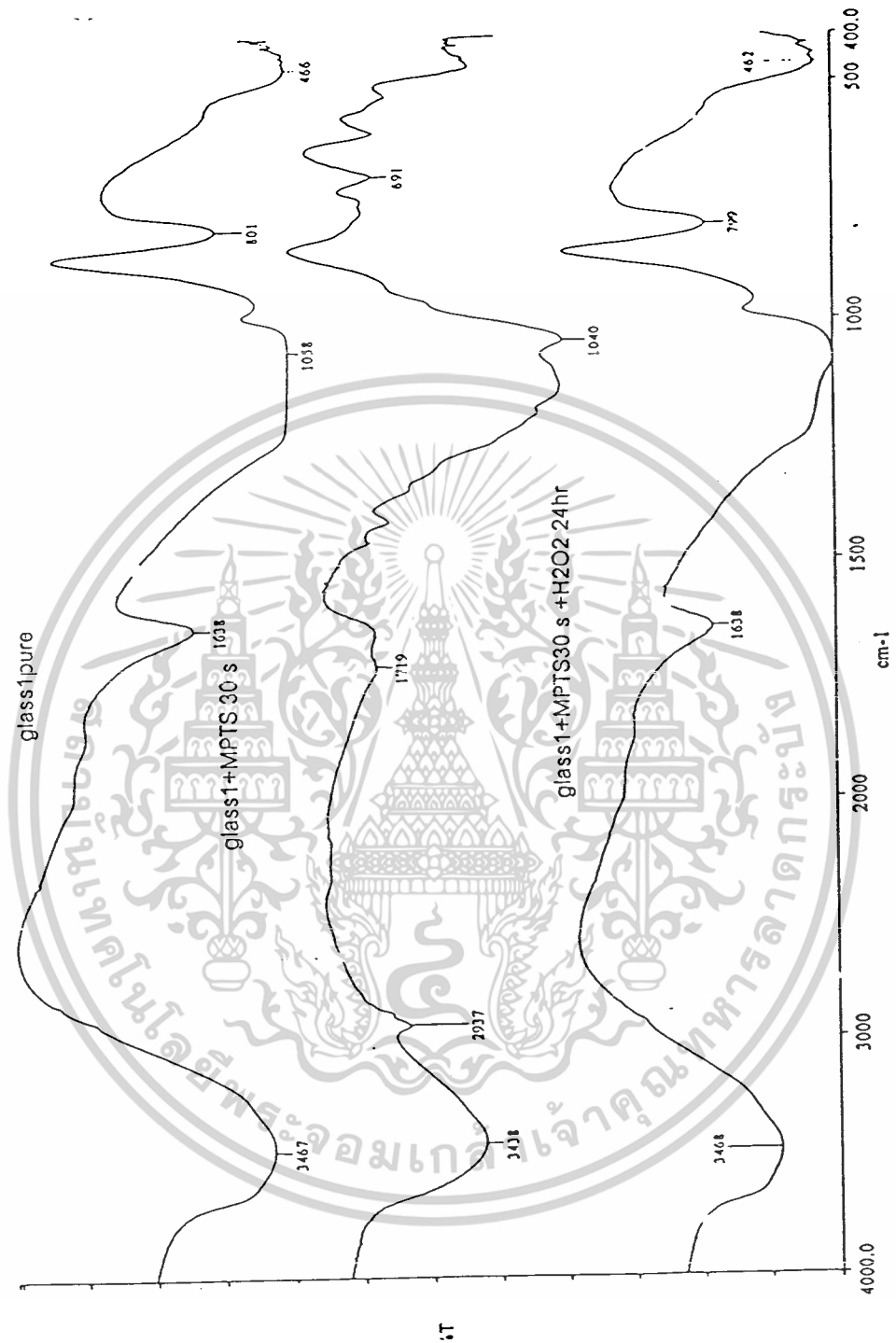
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

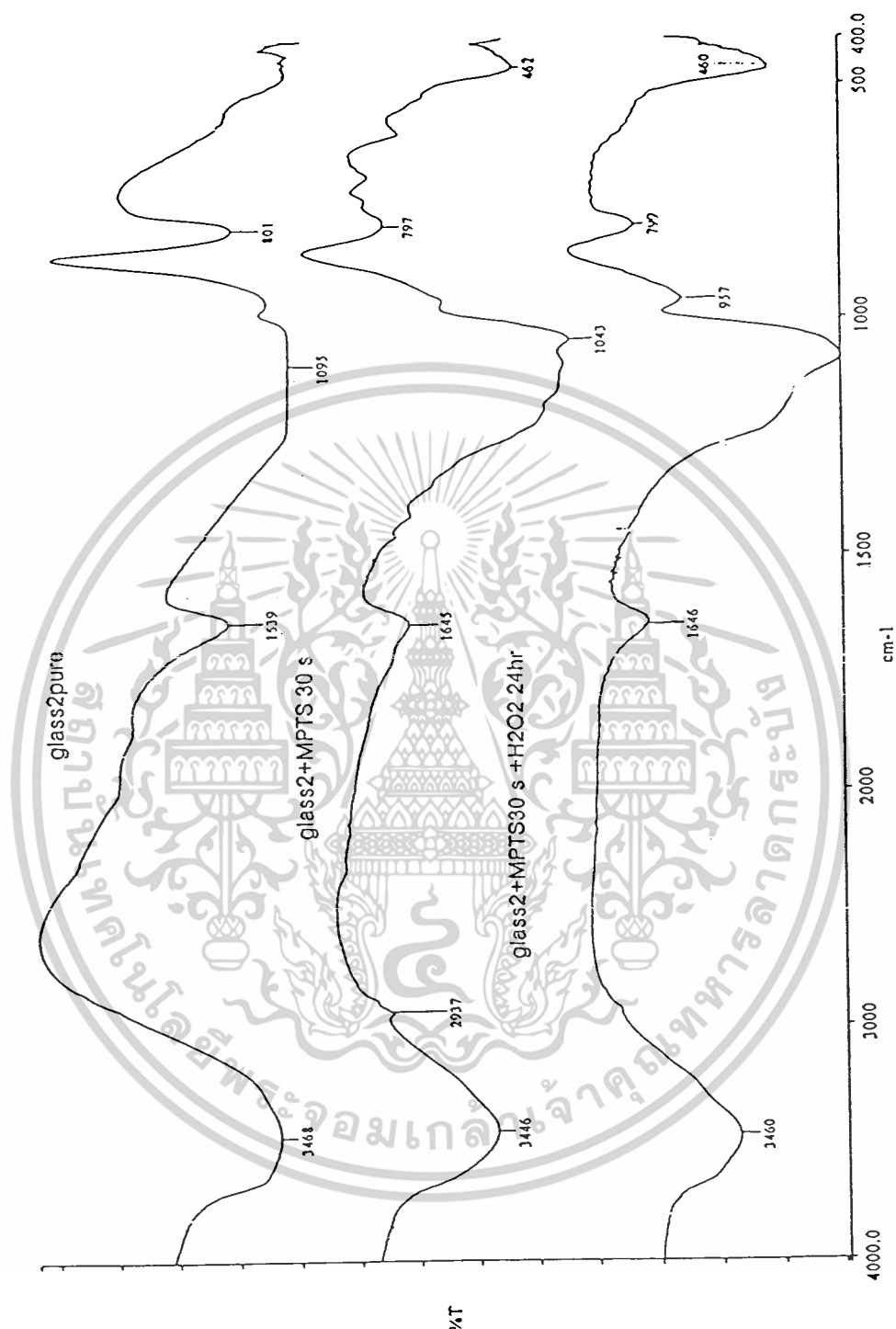


รูปที่ ก-1 อินฟราเรดสเปกตรัมของแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุน สูตรที่ 1 (glass 1) สูตรที่ 2 (glass 2) และ
 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่เผยแพร่โดยไม่หวังกำไรเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 สูตรที่ 3 (glass 3)
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



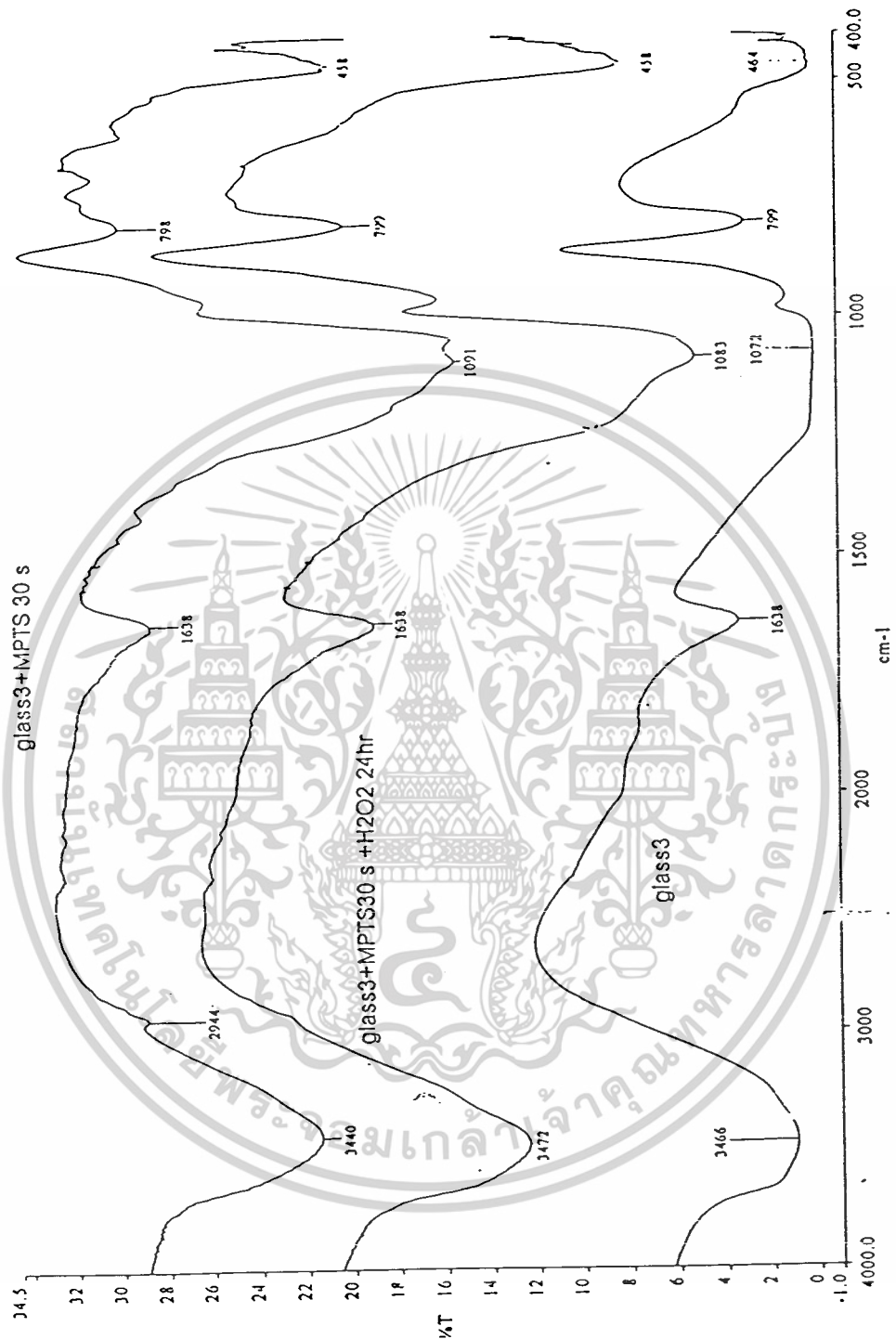
รูปที่ ก-2 อินฟราเรดสเปกตรัมของแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุน สูตรที่ 1 (glass 1 pure) แผ่นซิลิกาที่มีรูพรุน สูตรที่ 1 ที่เคลือบด้วย MPTS เป็นเวลา 30 วินาที (glass1+MPTS 30 s) แผ่นซิลิกาที่มีรูพรุน สูตรที่ 1 ที่เคลือบด้วย MPTS เป็นเวลา 30 วินาทีและแช่ใน H₂O₂ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง (glass1+MPTS 30 s+ H₂O₂ 24 hr)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อใช้ในการเรียนการสอนเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก-3 อินฟราเรดสเปกตรัมของแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุน สูตรที่ 2 (glass 2 pure) แผ่นซิลิกาที่มีรูพรุน สูตรที่ 2 ที่เคลือบด้วย MPTS เป็นเวลา 30 วินาที (glass2+MPTS 30 s) แผ่นซิลิกาที่มีรูพรุน สูตรที่ 2 ที่เคลือบด้วย MPTS เป็นเวลา 30 วินาทีและแช่ใน H₂O₂ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

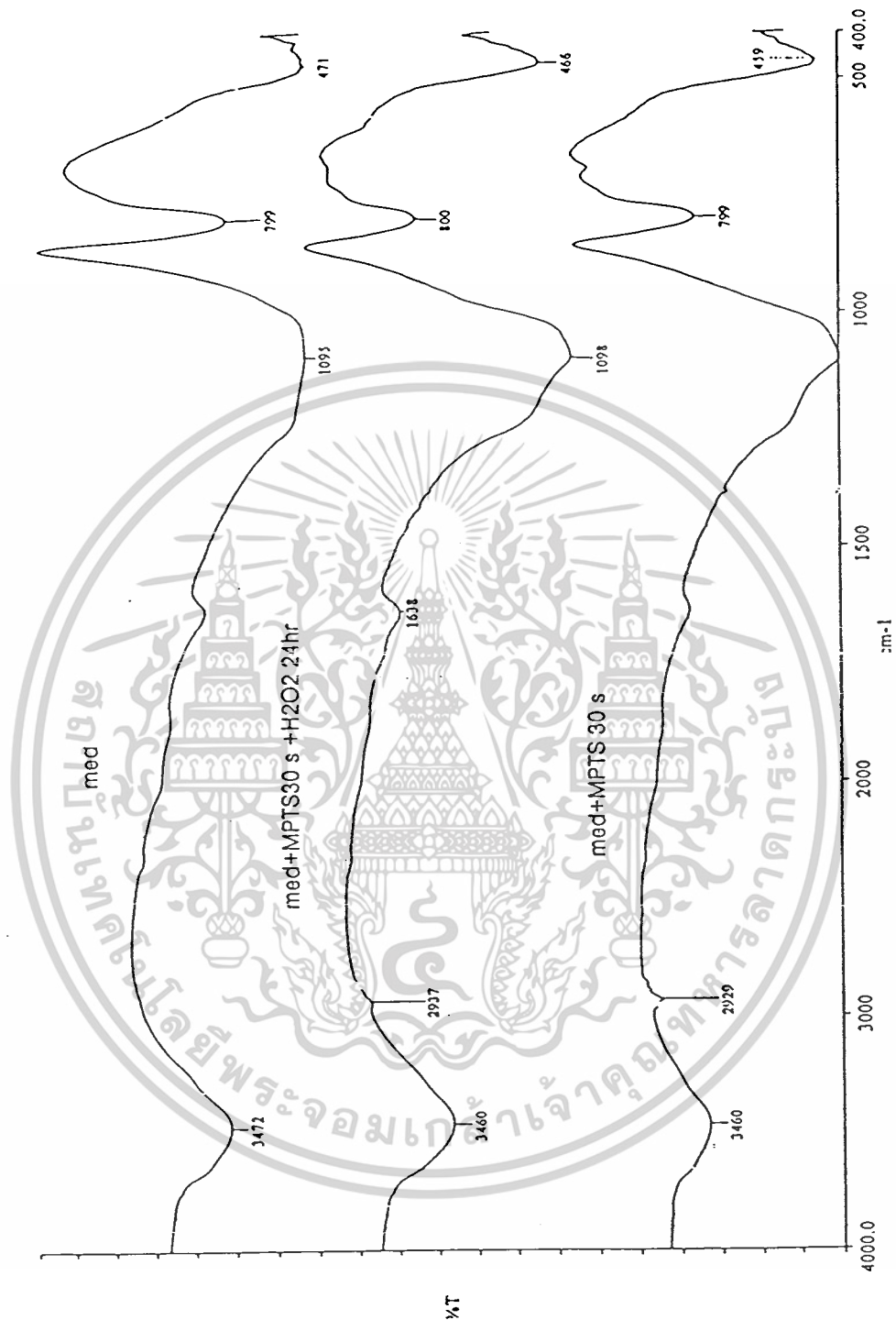
เอกสารนี้เป็น (glass2+MPTS 30 s+ H₂O₂ 24 hr) เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก-4 อินฟราเรดสเปกตรัมของแผ่นซิลิกาที่มีรูพรุน สูตรที่ 3 (glass 3 pure) แผ่นซิลิกาที่มีรูพรุน สูตรที่ 3 ที่เคลือบด้วย MPTS เป็นเวลา 30 วินาที (glass3 +MPTS 30 s) แผ่นซิลิกาที่มีรูพรุน สูตรที่ 3 ที่เคลือบด้วย MPTS เป็นเวลา 30 วินาทีและแช่ใน H_2O_2 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

(glass3+MPTS 30 s+ H_2O_2 24 hr)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก-5 อินฟราเรดสเปกตรัมของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดเม็ด (med) แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดเม็ด ที่เคลือบด้วย MPTS เป็นเวลา 30 วินาที (med+MPTS 30 s) แผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปโดยวิธีอัดเม็ด ที่เคลือบด้วย MPTS เป็นเวลา 30 วินาทีและแช่ใน H_2O เป็นเวลา 24

ชั่วโมง (med+MPTS 30 s + H_2O 24 hr) ศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สูตรที่	MPTS (วินาที)	H ₂ O ₂ (ชั่วโมง)	%AT			
			C	Si	O	S
1	5	0	33.16	25.91	35.91	5.02
	5	6	15.57	32.23	50.93	1.27
	5	12	8.16	36.35	52.74	2.75
	5	24	22.1	30.86	46.32	0.72
	10	0	29.59	27.51	36.42	6.48
	10	6	8.07	35.34	50.47	6.12
	10	12	14.62	35.07	48.73	1.58
	10	24	23.48	29.95	45.83	0.74
	15	0	29.31	26.94	36.12	7.63
	15	6	7.61	39.46	46.43	6.5
	15	12	8.64	37.94	51.01	2.41
	15	24	20.12	37.01	42.06	0.81
	30	0	20.3	32.01	39.59	8.1
	30	6	9.49	34.29	50.3	5.92
	30	12	1.32	33.82	60.19	4.67
	30	24	22.52	29.98	46.38	1.12

ตารางที่ ข-1 ตารางแสดงปริมาณของธาตุองค์ประกอบ (%AT) ของแผ่นซิลิกาสูตร 1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สูตรที่	MPTS (วินาที)	H ₂ O ₂ (ชั่วโมง)	%AT			
			C	Si	O	S
2	5	0	28.87	25.42	39.37	6.34
	5	6	22.21	22.93	52.44	2.42
	5	12	30.24	23.14	45.88	0.74
	5	24	34.75	22.04	42.83	0.38
	10	0	14.85	29.42	48.61	7.12
	10	6	7.97	29.98	58.27	3.78
	10	12	22.6	27.23	49.11	1.06
	10	24	24.29	27.92	47.08	0.71
	15	0	24.27	30.35	37.98	7.4
	15	6	11.66	28.12	55.39	4.83
	15	12	21.16	29.34	46.99	2.51
	15	24	30.84	26.11	42.35	0.7
	30	0	7.49	33.19	45.82	13.5
	30	6	3.46	29.01	58.76	8.77
	30	12	8.21	28.23	58.32	5.24
	30	24	20.12	29.24	47.96	2.68

ตารางที่ ข-2 ตารางแสดงปริมาณของธาตุองค์ประกอบ (%AT) ของแผ่นซิลิกาสูตร 2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สูตรที่	MPTS (วินาที)	H ₂ O ₂ (ชั่วโมง)	%AT			
			C	Si	O	S
3	5	0	22.89	30.85	42.23	4.03
	5	6	14.75	25.09	55.24	4.92
	5	12	31.18	21.72	46.53	0.57
	5	24	38.5	19.94	41.02	0.54
	10	0	19.91	39.41	33.74	6.94
	10	6	20.03	34.12	43.66	2.19
	10	12	8.66	34.76	54.33	2.25
	10	24	29.18	33.32	36.93	0.57
	15	0	27.74	31.38	34.06	6.82
	15	6	9.36	31.18	56.97	2.49
	15	12	16.99	29.96	52.23	0.82
	15	24	21.86	25.4	52.16	0.58
	30	0	21.26	30.22	40.29	8.23
	30	6	10.55	22.61	59.62	7.22
	30	12	17.39	27.33	53.23	2.05
	30	24	34.84	25.42	39.08	0.66

ตารางที่ ข-3 ตารางแสดงปริมาณของธาตุองค์ประกอบ (%AT) ของแผ่นซิลิกาสูตร 3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สูตรที่	MPTS (วินาที)	H ₂ O ₂ (ชั่วโมง)	%AT			
			C	Si	O	S
อัดเม็ด	5	0	28.24	27.05	43.57	1.14
	5	6	7.66	37.41	53.85	1.08
	5	12	13.33	34.02	51.91	0.74
	5	24	14.91	36.53	48.28	0.28
	10	0	21.50	31.09	45.81	1.60
	10	6	25.45	27.59	46.04	0.92
	10	12	21.87	24.75	52.44	0.94
	10	24	22.29	31.09	45.81	0.81
	15	0	22.61	33.56	40.59	3.24
	15	6	21.06	25.89	51.89	1.16
	15	12	26.66	26.33	46.05	0.96
	15	24	29.41	24.26	45.61	0.72
	30	0	6.76	36.56	52.97	3.71
	30	6	7.21	35.34	55.14	2.31
	30	12	12.58	34.14	51.61	1.67
	30	24	15.64	34.81	48.32	1.23

ตารางที่ ข-4 ตารางแสดงปริมาณของธาตุองค์ประกอบ (%AT) ของแผ่นซิลิกาที่ขึ้นรูปแบบอัดเม็ด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้