

Nano-trilobes Alumina Membrane from Chemical Etching



**A Report Submitted in Partial Fulfillment of The Requirements
For The Degree of Bachelor of Engineering (Chemical Engineering)
Faculty of Engineering**

King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

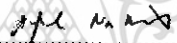
2006


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้


หัวข้อปริญญานิพนธ์	การเตรียมเมมเบรนอะลูมินาแบบ Nano-trilobes โดยวิธีแช่กัดทางเคมี		
นักศึกษา	นางสาวชลธิชา นวมมณีรัตน์	เลขประจำตัว	46010152
	นายชัยวุฒิ สายแสงธรรม	เลขประจำตัว	46010166
ปริญญญา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต		
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี		
พ.ศ.	2549		
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร. ดวงกมล ณ ระนอง		
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ผศ.ดร. อรรถศักดิ์ จารีย์		

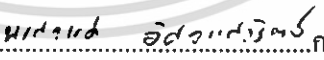
ปริญญานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญานิพนธ์


.....ประธานกรรมการ
(ผศ.ดร. ดวงกมล ณ ระนอง)


.....รองประธานกรรมการ
(ผศ.ดร. อรรถศักดิ์ จารีย์)


.....กรรมการ
(รศ.ดร. ไพศาล นาคพิพัฒน์)


.....กรรมการ
(ดร. พรสวรรค์ อัสวแสงรัตน์)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง	การเตรียมเมมเบรนอะลูมินารูปแบบ Nano-trilobes โดยวิธีแช่กัดทางเคมี
จัดทำโดย	นางสาวชลธิดา นวมมณีรัตน์ เลขประจำตัว 46010152 นายชัยวุฒิ สายแสงธรรม เลขประจำตัว 46010166
อาจารย์ที่ปรึกษา	ศศ.ดร. ดวงกมล ณ ระนอง
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ศศ.ดร. อรรถศักดิ์ จารีย์
ปริญญานิพนธ์	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์เพื่อศึกษาการเกิดอะลูมินารูปแบบ Nano-trilobes จากแผ่นเมมเบรนอะลูมินาโดยวิธีทางเคมีจากปฏิกิริยานิวคลีโอฟิลิก (Nucleophilic reaction) ระหว่างอะลูมินากับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีแบบกะ และวิธีแบบกึ่งกะ สำหรับวิธีแบบกะทำโดยนำแผ่นเมมเบรนอะลูมินาแช่ลงในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เข้มข้น 0.04 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 60 90 และ 120 นาที เพื่อศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการแช่กัดต่อการเกิดโครงสร้าง Nano-trilobes ผลการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างที่เกิดขึ้นด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า โครงสร้าง Nano-trilobes เริ่มเกิดขึ้นเมื่อทำการแช่กัดเป็นเวลา 90 นาที และเมื่อเพิ่มเวลาแช่กัดนานขึ้นเป็นเวลา 120 นาที พบว่าโครงสร้าง Nano-trilobes จะมีความสมบูรณ์มากขึ้น สำหรับวิธีแบบกึ่งกะทำโดยป้อนสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ไหลผ่านเมมเบรนอะลูมินาอย่างต่อเนื่อง โดยศึกษาปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อโครงสร้าง Nano-trilobes 2 ปัจจัย ได้แก่ เวลาที่ป้อนสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ให้ไหลผ่านแผ่นเมมเบรนและความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ พบว่า ลักษณะโครงสร้างที่ได้โดยทั่วไปคล้ายกับโครงสร้างที่ได้จากแบบกะ และเมื่อเวลาที่ใช้ในการแช่กัดแบบกึ่งกะนานขึ้น แท่ง Nano-trilobes ที่ได้เป็นเส้นฝอยเล็กๆ มากขึ้นและแผ่นเมมเบรนมีความหนาลดลง นอกจากนี้ยังสามารถแบ่งลักษณะโครงสร้างของแท่ง Nano-trilobes ที่ได้ออกเป็น 3 แบบ คือ แบบช่อง 1 มิติ แบบแท่ง Nano-trilobes ขนาดใหญ่ และแบบแท่ง Nano-trilobes เป็นเส้นฝอยเล็ก เมื่อนำโครงสร้างทั้ง 3 ไปวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะด้วยเทคนิค BET พบว่า โครงสร้างแบบที่ 2 และ 3 มีพื้นที่ผิวจำเพาะใกล้เคียงกัน มากกว่าโครงสร้างแบบที่ 1 ถึง 2.6 เท่า

Report Title Nano-trilobes Alumina Membrane from Chemical Etching
BY Miss Chonthida Nuammaneerat ID.NO. 46010152
 Mr. Chaiwut Saysangtham ID.NO. 46010166
Advisor Assist. Prof. Dr. Duangkamol Na-Ranong
Co-advisor Assist. Prof. Dr. Attasak Jaree
Report for Bachelor Degree of Engineering (Chemical Engineering)
 Department of Chemical Engineering
 Faculty of Engineering
 King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

Abstract

This project aimed for the chemical fabrication of nano-trilobes via nucleophilic reaction between alumina and sodium hydroxide solution. There were two parts of experiments. The first part was performed in a batch system. First, alumina membrane was etched by 0.04 M NaOH at room temperature for the period of 60, 90 and 120 minutes in order to investigate the effect of etching time on the nano-trilobes structure. SEM images revealed that nano-trilobes started to form at 90 minutes of reaction time and appeared more complete at 120 minutes. The second part of experiments was performed in a semi-batch system, where the NaOH solution flowed continuously through the Al₂O₃ membrane. The effects of etching time and NaOH concentration on the nano-trilobes structure were studied. The Al₂O₃ structure appeared similar to those obtained from the batch system. Increasing the semi-batch reaction time caused the Al₂O₃ nano-trilobes structure width and the membrane thickness to decrease. There were three types of nano-trilobes structure e.g. the one-dimensional channel structure, large nano-trilobes structure and very fine strands of nano-trilobes. The specific surface areas of all three structure types were measured by BET technique. It was found that the second and the third types of structure had specific surface areas of approximately 75 m²/g (2.6 times of the original material).

กิตติกรรมประกาศ

ปริญญานิพนธ์เรื่อง การเตรียมอะลูมินารูปแบบ Nano-trilobes โดยวิธีแช่กัดทางเคมี เพื่อศึกษาการเกิดอะลูมินารูปแบบ Nano-trilobes จากแผ่นอะลูมินาแมมเบรน เพื่อเสนอต่อภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ปริญญานิพนธ์นี้สำเร็จสำเร็จลุล่วงเป็นอย่างดีด้วยความช่วยเหลือจากคณาจารย์และบุคลากรหลายฝ่าย ผู้เสนอปริญญานิพนธ์จึงขอกราบขอบพระคุณทุกท่านที่ให้ความช่วยเหลือแนะนำ ดังนี้

- ผศ.ดร. ดวงกมล ณ ระนอง อาจารย์ที่ปรึกษาปริญญานิพนธ์
- ผศ.ดร. อรรถศักดิ์ จารีย์ อาจารย์ที่ปรึกษาร่วมปริญญานิพนธ์
- คุณรัตนกร ยวงสวัสดิ์ ให้คำปรึกษาขณะทำการทดลอง
- คุณชนะเลิศ ชโนยสุวรรณย์ เจ้าหน้าที่ศูนย์บริการเครื่องมือวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ สจล. ที่ให้คำแนะนำในการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
- คุณอลงกรณ์ ตรีทอง เจ้าหน้าที่ศูนย์วิจัย NANOTEC ที่ให้คำแนะนำในการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
- คุณณัฐพล กังวาลไกล เจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สจล. ที่ให้คำแนะนำในการใช้เครื่องวัดพื้นที่ผิวจำเพาะโดยเทคนิค BET

นอกจากนี้ขอขอบคุณ เจ้าหน้าที่โรงปฏิบัติการวิศวกรรมเคมีและเพื่อนๆ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี ที่ให้ความช่วยเหลือทั้งร่างกายและแรงใจผลักดันให้ปริญญานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี และที่ขาดไม่ได้ขอกราบขอบพระคุณครอบครัวที่คอยให้กำลังใจและสนับสนุนทางด้านทุนทรัพย์ตลอดปริญญานิพนธ์นี้

นางสาวชลธิดา นวมฉวีรัตน์
นายชัยวุฒิ สายแสงธรรม
16 กุมภาพันธ์ 2550

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูปภาพ.....	ช
รายการสัญลักษณ์.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตการวิจัย.....	2
1.4 วิธีดำเนินงานวิจัย.....	2
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
2.1 อะลูมินา.....	3
2.2 การแช่กัดด้วยวิธีทางเคมี.....	5
2.3 การนำไปใช้ประโยชน์ของเมมเบรนอะลูมินารูปแบบ Nano-trilobes.....	8
2.4 เครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโคร.....	9
บทที่ 3 การทดลอง	
3.1 การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์.....	14
3.2 การแช่กัดแบบกะ.....	15
3.3 การแช่กัดแบบกึ่งกะ.....	17
3.4 การวิเคราะห์คุณสมบัติของแผ่นเมมเบรน.....	19
บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง	
4.1 ผลจากการทำปฏิกิริยาแช่กัดแบบกะของเมมเบรนอะลูมินา.....	20
4.2 ผลจากการทำปฏิกิริยาแช่กัดแบบกึ่งกะของเมมเบรนอะลูมินา.....	25
4.2.1 ผลของเวลาต่อการเกิดโครงสร้าง Nano-trilobes.....	25

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.2.2 ผลของความเข้มข้นต่อการเกิด โครงสร้าง Nano-trilobes.....	38
4.3 เปรียบเทียบวิธีการแช่กัดแบบกะกับการแช่กัดแบบกึ่งกะ.....	38
4.4 พื้นที่ผิวจำเพาะของเมมเบรนอะลูมินาจากการทำปฏิกิริยาแช่กัดแบบกึ่งกะ.....	38
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง	
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	40
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	40
เอกสารอ้างอิง.....	41
ภาคผนวก	
ภาคผนวก ก.....	43
ภาคผนวก ข.....	46



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1 เปรียบเทียบผลการปฏิบัติการ โดยการทำปฏิกิริยาในขวครูปชมพู
กับการใช้เครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโคร13

ตารางที่ 3.1 สภาวะของการทดลองแต่ละชุดการทดลอง18

ตารางที่ 4.1 เปรียบเทียบพื้นที่ผิวจำเพาะของ โครงสร้างของเมมเบรนอะลูมินาแบบต่างๆ39



สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 ภาพการหลุดออกของน้ำจากผิวหน้าของอะลูมินา.....	4
รูปที่ 2.2 (ก) แสดงตำแหน่งที่เป็นกรดและเบสแบบลิวอิสบนอะลูมินา.....	4
(ข) การดูดซับของแอม โมเนียบนตำแหน่งที่เป็นกรดแบบลิวอิส.....	4
รูปที่ 2.3 การสร้างของอะลูมินารูปแบบ Nano-trilobes แต่ละอัน.....	7
รูปที่ 2.4 รายละเอียดของสัณฐานวิทยาของอะลูมินารูปแบบ Nano-trilobes แต่ละอัน.....	8
รูปที่ 2.5 ตัวอย่างเครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโคร.....	10
รูปที่ 2.6 เครื่องปฏิกรณ์ระดับ ไมโครรูปตัวที.....	11
รูปที่ 2.7 ขั้นตอนการสร้างเครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโคร.....	12
รูปที่ 2.8 ปฏิริยาการสังเคราะห์สารมัธยันต์โดยใช้เครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโคร.....	13
รูปที่ 3.1 ภาพอุปกรณ์การทอดแบบกะ.....	16
รูปที่ 3.2 ภาพอุปกรณ์การทดลองแบบกึ่งกะ.....	19
รูปที่ 4.1 ก) ภาพตัดขวางด้านข้างของเมมเบรนก่อนการแช่กัดกำลังขยาย 1,500 เท่า.....	20
รูปที่ 4.1 ข) ภาพตัดขวางด้านข้างของเมมเบรนหลังการแช่กัดแบบกะ 1 ชั่วโมง กำลังขยาย 1,000 เท่า.....	20
รูปที่ 4.1 ค) ภาพตัดขวางด้านข้างของเมมเบรนหลังการแช่กัดแบบกะ 1.5 ชั่วโมง กำลังขยาย 800 เท่า.....	20
รูปที่ 4.1 ง) ภาพตัดขวางด้านข้างของเมมเบรนหลังการแช่กัดแบบกะ 2 ชั่วโมง กำลังขยาย 1,000 เท่า.....	20
รูปที่ 4.2 ก) ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรนก่อนการแช่กัดกำลังขยาย 25,000 เท่า.....	21
รูปที่ 4.2 ข) ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรนหลังการแช่กัดแบบกะ 1 ชั่วโมง กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	21
รูปที่ 4.2 ค) ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรนหลังการแช่กัดแบบกะ 1.5 ชั่วโมง กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	21
รูปที่ 4.2 ง) ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรนหลังการแช่กัดแบบกะ 2 ชั่วโมง กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	21
รูปที่ 4.3 ก) ภาพตัดขวางด้านล่างของเมมเบรนก่อนการแช่กัดกำลังขยาย 25,000 เท่า.....	22

สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 4.3 ข) ภาพตัดขวางด้านล่างของเมมเบรนหลังการแช่กักแบบกะ 1 ชั่วโมง กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	22
รูปที่ 4.3 ค) ภาพตัดขวางด้านล่างของเมมเบรนหลังการแช่กักแบบกะ 1.5 ชั่วโมง กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	22
รูปที่ 4.3 ง) ภาพตัดขวางด้านล่างของเมมเบรนหลังการแช่กักแบบกะ 2 ชั่วโมง กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	22
รูปที่ 4.4 ก) ภาพตัดขวางด้านข้างของเมมเบรนก่อนการแช่กักกำลังขยาย 1,500 เท่า.....	25
รูปที่ 4.4 ข) ภาพตัดขวางด้านข้างของเมมเบรนหลังการแช่กักแบบกึ่งกะ 5 นาที กำลังขยาย 1,500 เท่า.....	25
รูปที่ 4.4 ค) ภาพตัดขวางด้านข้างของเมมเบรนหลังการแช่กักแบบกึ่งกะ 10 นาที กำลังขยาย 1,500 เท่า.....	25
รูปที่ 4.4 ง) ภาพตัดขวางด้านข้างของเมมเบรนหลังการแช่กักแบบกึ่งกะ 15 นาที กำลังขยาย 1,500 เท่า.....	25
รูปที่ 4.4 จ) ภาพตัดขวางด้านข้างของเมมเบรนหลังการแช่กักแบบกึ่งกะ 20 นาที กำลังขยาย 1,500 เท่า.....	25
รูปที่ 4.5 ก) ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรนก่อนการแช่กักกำลังขยาย 25,000 เท่า.....	26
รูปที่ 4.5 ข) ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรนหลังการแช่กักแบบกึ่งกะ 5 นาที กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	26
รูปที่ 4.5 ค) ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรนหลังการแช่กักแบบกึ่งกะ 10 นาที กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	26
รูปที่ 4.5 ง) ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรนหลังการแช่กักแบบกึ่งกะ 15 นาที กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	26
รูปที่ 4.5 จ) ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรนหลังการแช่กักแบบกึ่งกะ 20 นาที กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	26
รูปที่ 4.6 ก) ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรนหลังการแช่กักแบบกึ่งกะ 10 นาที กำลังขยาย 5,000 เท่า.....	27

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 4.6 ข) ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรนหลังการแช่กัลดแบบกึ่งกะ 15 นาที กำลังขยาย 5,000 เท่า.....	27
รูปที่ 4.6 ค) ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรนหลังการแช่กัลดแบบกึ่งกะ 20 นาที กำลังขยาย 5,000 เท่า.....	27
รูปที่ 4.7 ก) ภาพตัดขวางด้านล่างของเมมเบรนก่อนการแช่กัลดกำลังขยาย 25,000 เท่า.....	28
รูปที่ 4.7 ข) ภาพตัดขวางด้านล่างของเมมเบรนหลังการแช่กัลดแบบกึ่งกะ 5 นาที กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	28
รูปที่ 4.7 ค) ภาพตัดขวางด้านล่างของเมมเบรนหลังการแช่กัลดแบบกึ่งกะ 10 นาที กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	28
รูปที่ 4.7 ง) ภาพตัดขวางด้านล่างของเมมเบรนหลังการแช่กัลดแบบกึ่งกะ 15 นาที กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	28
รูปที่ 4.7 จ) ภาพตัดขวางด้านล่างของเมมเบรนหลังการแช่กัลดแบบกึ่งกะ 20 นาที กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	28
รูปที่ 4.8 ก) ภาพตัดขวางด้านข้างของเมมเบรนก่อนการแช่กัลดกำลังขยาย 1,500 เท่า.....	32
รูปที่ 4.8 ข) ภาพตัดขวางด้านข้างของเมมเบรนหลังการแช่กัลดแบบกึ่งกะ 10 นาที กำลังขยาย 1,500 เท่า.....	32
รูปที่ 4.8 ค) ภาพตัดขวางด้านข้างของเมมเบรนหลังการแช่กัลดแบบกึ่งกะ 15 นาที กำลังขยาย 1,500 เท่า.....	32
รูปที่ 4.8 ง) ภาพตัดขวางด้านข้างของเมมเบรนหลังการแช่กัลดแบบกึ่งกะ 20 นาที กำลังขยาย 1,500 เท่า.....	32
รูปที่ 4.9 ก) ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรนก่อนการแช่กัลดกำลังขยาย 25,000 เท่า.....	33
รูปที่ 4.9 ข) ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรนหลังการแช่กัลดแบบกึ่งกะ 10 นาที กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	33
รูปที่ 4.9 ค) ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรนหลังการแช่กัลดแบบกึ่งกะ 15 นาที กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	33

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 4.9	ง) ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรนหลังการแช่กัดแบบกิ่งกะ 20 นาที กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	33
รูปที่ 4.10	ก) ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรนหลังการแช่กัดแบบกิ่งกะ 10 นาที กำลังขยาย 5,000 เท่า.....	34
รูปที่ 4.10	ข) ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรนหลังการแช่กัดแบบกิ่งกะ 15 นาที กำลังขยาย 5,000 เท่า.....	34
รูปที่ 4.10	ค) ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรนหลังการแช่กัดแบบกิ่งกะ 20 นาที กำลังขยาย 5,000 เท่า.....	34
รูปที่ 4.11	ก) ภาพตัดขวางด้านล่างของเมมเบรังก่อนการแช่กัดกำลังขยาย 25,000 เท่า.....	35
รูปที่ 4.11	ข) ภาพตัดขวางด้านล่างของเมมเบรนหลังการแช่กัดแบบกิ่งกะ 10 นาที กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	35
รูปที่ 4.11	ค) ภาพตัดขวางด้านล่างของเมมเบรนหลังการแช่กัดแบบกิ่งกะ 15 นาที กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	35
รูปที่ 4.11	ง) ภาพตัดขวางด้านล่างของเมมเบรนหลังการแช่กัดแบบกิ่งกะ 20 นาที กำลังขยาย 25,000 เท่า.....	35
รูปที่ ก.1	เดซิเคเตอร์ต่อกับวาล์วปรับความดันสูญญากาศขณะทดลอง.....	43
รูปที่ ก.2	ปั๊มดูดสารละลาย.....	43
รูปที่ ก.3	เตาอบไฟฟ้า.....	44
รูปที่ ก.4	เมมเบรนอะลูมินา (Whatman).....	44
รูปที่ ก.5	ชุดเครื่องกรองต่อกับวาล์วขณะทดลอง.....	45
รูปที่ ก.6	ชุดเครื่องกรอง.....	45
รูปที่ ข.1	การวัดพื้นที่ผิวโดยใช้วิธีการดูดซับของแก๊สด้วยเทคนิค BET.....	46
รูปที่ ข.2	การสร้างกราฟในรูปเส้นตรงของสมการ BET.....	47
รูปที่ ข.3	แผนภาพขององค์ประกอบกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	47
รูปที่ ข.4	ภาพเมมเบรนอะลูมินาที่ไม่มีการนำไฟฟ้าทั้งลักษณะก่อนและหลัง การเคลือบทอง.....	49
รูปที่ ข.5	ส่วนประกอบของเครื่องสปีดเตอร์.....	50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่ ข.6 กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด.....	51
รูปที่ ข.7 กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดแบบ E-SEM.....	51



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รายการสัญลักษณ์

$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$: วัสดุภาคผลึกแกมมาของอะลูมินา
H^+	: โปรตอน
$[\text{H}^+]$: ความเข้มข้นของโปรตอน (โมล/ลิตร)
N_{HCl}	: ความเข้มข้นของสารละลายไฮโดรคลอริก (โมล/ลิตร)
N_{NaOH}	: ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (โมล/ลิตร)
V_{HCl}	: ปริมาตรสารละลายไฮโดรคลอริกที่ใช้ในการไทเทรต (มิลลิลิตร)
V_{NaOH}	: ปริมาตรสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการไทเทรต (มิลลิลิตร)
P	: ความดันย่อยของไนโตรเจน
P_0	: ความดันไออิ่มตัวของแก๊สไนโตรเจน ณ อุณหภูมิที่ศึกษา
V	: ปริมาตรที่ถูกดูดซับที่ความดัน P
V_m	: ปริมาตรที่ถูกดูดซับที่ทำให้เกิดเป็นการปกคลุมชั้นเดียว
C	: ค่าคงที่

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

การเติบโตของเศรษฐกิจและอุตสาหกรรมต่างๆ ในประเทศไทยทำให้ผู้ประกอบการในอุตสาหกรรมเคมีส่วนใหญ่ต้องดำเนินการเพื่อเพิ่มกำลังการผลิตของโรงงานที่มีอยู่ ในอดีตการขยายกำลังการผลิตมักทำโดยขยายขนาดเครื่องปฏิกรณ์และอุปกรณ์ต่างๆ อย่างไรก็ตามอุปกรณ์ขนาดใหญ่โดยเฉพาะเครื่องปฏิกรณ์เคมีมักมีพฤติกรรมเบี่ยงเบนจากอุดมคติทำให้ยากแก่การคาดเดา ในกรณีที่เกิดอุบัติเหตุขึ้นเป็นที่แน่นอนว่าระดับของความสูญเสียก็จะใหญ่ตามขนาดของเครื่องปฏิกรณ์ด้วย ยากแก่การหยุดยั้ง แก้ไขปัญหาและควบคุมผลกระทบต่อเนื่อง

ปัจจุบันเทคโนโลยีต่างๆ ได้พัฒนาไปมากทำให้สามารถประดิษฐ์เครื่องจักรและอุปกรณ์ขนาดเล็กระดับไมโครได้แม่นยำ ดังนั้นจึงเกิดทางเลือกใหม่สำหรับการขยายกำลังการผลิตโดยการนำระบบขนาดเล็กมาต่อกันหลายระบบจนมีกำลังการผลิตมากตามต้องการ ทั้งนี้ข้อดีของการผลิตในกระบวนการขนาดเล็ก คือ สามารถควบคุมการทำงานของระบบได้ง่าย โรงงานมีความปลอดภัยสูงขึ้น สามารถลดการเก็บรักษาและขนส่งสารเคมีอันตราย และลดความเสียหายที่อาจจะเกิดขึ้นจากอุบัติเหตุ รวมถึงการประหยัดเวลาและต้นทุนในการผลิต

อุตสาหกรรมเคมีส่วนใหญ่มักเกี่ยวข้องกับการผลิตสารเคมีโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ดังนั้นจึงอาจกล่าวได้ว่าการพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาขนาดนาโนที่สามารถนำไปใช้งานในเครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กระดับไมโครถือเป็นหัวใจสำคัญที่จะทำให้เทคโนโลยีการผลิตระดับไมโครเกิดการนำไปใช้ให้เกิดประโยชน์ได้จริง ภายในเครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโครเมื่อสารตั้งต้นเคลื่อนที่ผ่านขนาดเล็กมาก ปฏิกิริยาเคมีจะเกิดขึ้นภายในช่องเหล่านี้ ซึ่งปัจจุบันการสร้างช่องขนาดเล็กที่มีความเป็นระเบียบด้วยเทคนิคทั่วไปนั้นทำได้ยาก วิธีที่มีความเป็นไปได้สูงที่สุดก็คือกระบวนการแซกกัดวัสดุ ซึ่งอาจเป็นวัสดุจำพวก แก้ว คอวท์ซ เซรามิก พอลิเมอร์ ซิลิกอน สแตนเลส หรืออะลูมินา

งานวิจัยนี้จึงจัดทำขึ้นเพื่อหาแนวทางในการนำเทคโนโลยีการแซกกัดมาใช้ประดิษฐ์แผ่นอะลูมินาซึ่งมีช่องว่างขนาดเล็กกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอและเป็นระเบียบจากแผ่นเมมเบรนอะลูมินาซึ่งผลลัพท์ที่ได้สามารถนำไปพัฒนาต่อเพื่อใช้เป็นโครงสร้างหลักของเครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโครและนำไปประยุกต์ใช้ในกระบวนการเคมีต่อไป ซึ่งการสร้างเครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโครด้วยองค์ความรู้ที่เกิดจากนักวิจัยภายในประเทศมีต้นทุนต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับ การนำเข้าเทคโนโลยีจากต่างประเทศ ซึ่งจะนำไปสู่การพัฒนาเพื่อให้เกิดประโยชน์จริงในอุตสาหกรรมไทยได้ง่ายขึ้น

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อโครงสร้างของช่องขนาดเล็กระดับไมโครที่จะเกิดขึ้นหลังการแช่กัดแผ่นอะลูมินาแมมเบรน ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และเวลาในการแช่กัด
2. ทำการทดลองเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการแช่กัดเพื่อให้ได้ช่องที่มีลักษณะต่างๆ กัน

1.3 ขอบเขตการวิจัย

ทำการทดลองแช่กัดอะลูมินาแมมเบรนด้วยวิธีแบบกะ และวิธีแบบกึ่งกะ เพื่อศึกษาอิทธิพลของตัวแปรปฏิบัติงานในการแช่กัดว่ามีผลต่อโครงสร้างของช่องขนาดเล็กระดับนาโนของแมมเบรนอะลูมินาที่ได้ได้อย่างไร โดยเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตั้งแต่ 0.02 โมลต่อลิตร ถึง 0.04 โมลต่อลิตร เวลาที่ใช้ในการแช่กัดตั้งแต่ 5 ถึง 20 นาที

1.4 วิธีดำเนินงานวิจัย

1. ศึกษาข้อมูลที่เกี่ยวข้องและทฤษฎี
2. ออกแบบและประกอบอุปกรณ์ เครื่องมือที่ใช้ในการทดลองแบบกะ
3. ทำการทดลองแบบกะ โดยแปรค่าเวลาที่ใช้ในการแช่เพื่อศึกษาผลของเวลา
4. สรุปรายงานข้อมูลที่ศึกษาและผลการทดลองแบบกะ
5. ศึกษาและออกแบบอุปกรณ์ เครื่องมือการทดลองแบบกึ่งกะ
6. ติดตั้งและประกอบอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองแบบกึ่งกะ
7. ทดลองการแช่กัดแบบกึ่งกะ โดยศึกษาผลของปัจจัยที่มีผลต่อโครงสร้าง Nano-trilobes ของแมมเบรนอะลูมินา
8. สรุปรวมความสัมพันธ์ของปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อโครงสร้าง Nano-trilobes ของแมมเบรนอะลูมินา
9. รวบรวมรายงานข้อมูลที่ศึกษาและผลการทดลองทั้งหมด

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถสร้างแผ่นอะลูมินาแมมเบรนที่มีช่องขนาดเล็กระดับนาโนได้
2. สามารถนำอะลูมินาแมมเบรนที่ได้ไปพัฒนาเป็นเครื่องปฏิกรณ์ระดับ ไมโครสำหรับปฏิกิริยาต่างๆ ได้โดยเติมโลหะว่องไวชนิดต่างๆ ลงไปในช่องว่างที่เกิดขึ้น

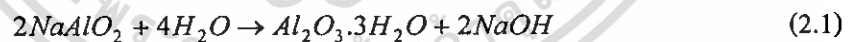
บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

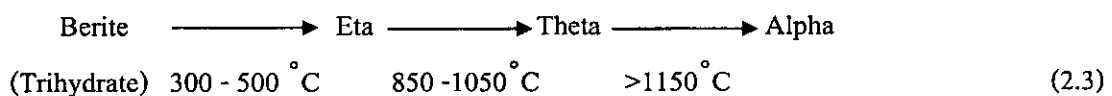
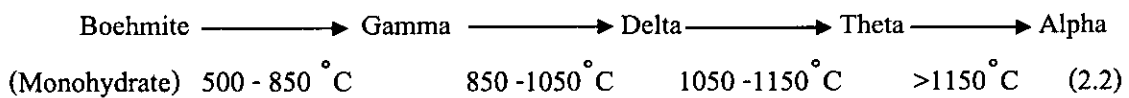
2.1 อะลูมินา (Alumina) [1, 2]

อะลูมินามีสูตรทั่วไป คือ Al_2O_3 เป็นตัวรองรับที่นิยมใช้เนื่องจากราคาไม่แพงสามารถเตรียมให้มีอนุภาคขนาดเล็กได้ง่าย และการเตรียมสามารถกำหนดพื้นที่ผิวและการกระจายของรูพรุนได้ตามต้องการ อะลูมินาที่มีจำหน่ายมีพื้นที่ผิวระหว่าง 100-600 ตารางเมตรต่อกรัม การที่อะลูมินามีความพรุนสูงทำให้อนุภาคของโลหะที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยากระจายตัวได้ดีและเพิ่มประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยา อะลูมินามีอยู่หลายชนิดซึ่งแตกต่างกันโดยพื้นที่ผิว การกระจายตัวของขนาดรูพรุน สมบัติความเป็นกรดของพื้นที่ผิว และโครงสร้างของผลึก ซึ่งสมบัติของอะลูมินาขึ้นอยู่กับวิธีการเตรียม ความบริสุทธิ์ของสารตั้งต้นในการเตรียมและการผ่านกระบวนการให้ความร้อน ผลึกของอะลูมินาไฮดรอกไซด์สามารถสร้างขึ้นโดยการตกผลึกทั้งจากสารละลายกรดหรือสารละลายเบส โดยจำนวนหมู่ไฮดรอกไซด์สามารถกำหนดได้จากค่าพีเอชของสารละลายที่ใช้เตรียม เช่น ที่ค่าพีเอชเท่ากับ 9 อะลูมินาจะเป็นผลึกแบบโมโนไฮดรอกไซด์ ($Al_2O_3 \cdot H_2O$) หรือเรียกว่า Pseudo-boehmite เป็นต้น

การผลิตอะลูมินาในระดับอุตสาหกรรมใช้วัตถุดิบคือแร่บอกไซต์ (Bauxite) โดยใช้กระบวนการเบียร์เยอร์ (Bayer process) โดยนำแร่บอกไซต์ที่กำจัดสิ่งเจือปนแล้วมาละลายในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ทำให้เกิดสารละลายโซเดียมอะลูมิเนต และตะกอนที่ประกอบด้วยซิลิกาและเหล็ก เมื่อแยกตะกอนออกไปแล้วนำสารละลายมาทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจะได้ผลิตภัณฑ์เป็นอะลูมินาไตรไฮดรอกไซด์ (หรือเรียกว่า Bayerite)



อะลูมินามีหลายวิถุภาคเชิงผลึกโดยการเปลี่ยนแปลงของผลึกของอะลูมินาจะแปรผันตามอุณหภูมิของอากาศที่ใช้ในกระบวนการให้ความร้อนหรือการเผาเพื่อเพิ่มพื้นที่ผิว ซึ่งตัวอย่างของการเปลี่ยนแปลงของวิถุภาคผลึกอะลูมินาโมโนไฮดรอกไซด์และไตรไฮดรอกไซด์มีการเปลี่ยนแปลงที่แตกต่างกันดังสมการ 2.2 และ 2.3



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

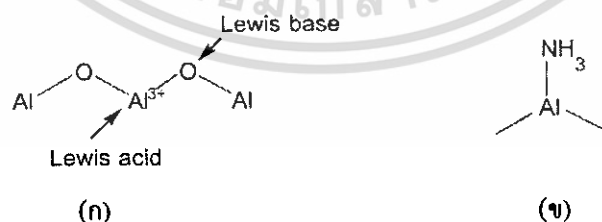
วิฤภาคเชิงผลึกของอะลูมินาที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมคือ แกมมา (γ - Al_2O_3) ซึ่งเตรียมได้จากการกำจัดน้ำออกจากอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 900 องศาเซลเซียส อะลูมินาที่มีวิฤภาคเชิงผลึกแกมมาจะมีความพรุนสูง ทำให้มีพื้นที่ผิวมากซึ่งเป็นเหตุผลสำคัญที่ใช้อะลูมินาที่มีวิฤภาคเชิงผลึกแกมมาเป็นตัวรองรับสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยา ส่วนวิฤภาคเชิงผลึกที่เสถียรที่สุดคือ วิฤภาคเชิงผลึกแอลฟา (α - Al_2O_3) ซึ่งไม่มีรูพรุน แต่วิฤภาคเชิงผลึกแกมมาก็มีเสถียรภาพพอสมควรเพราะที่สภาวะทั่วไปมันจะไม่เปลี่ยนวิฤภาคไปเป็นอะลูมินาที่มีวิฤภาคเชิงผลึกแอลฟา

เมื่ออะลูมินาไปสัมผัสความชื้นจะเกิดการดูดซับทำให้ผิวหน้าจะถูกคลุมไปด้วยโมเลกุลของน้ำ หากนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 – 250 องศาเซลเซียส จะเกิดการคายโมเลกุลของน้ำ แต่ยังมีหมู่ไฮดรอกซิลอยู่ทำให้อะลูมินามีความเป็นกรดแบบบรอนสเตด



รูปที่ 2.1 ภาพการหลุดออกของน้ำจากผิวหน้าของอะลูมินา [1]

ในรูปที่ 2.1 เมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้น กลุ่ม $-\text{OH}$ ที่อยู่ใกล้กันจะรวมตัวกัน และคาย H_2O ออกมามากขึ้น ทำให้เกิด Al^{3+} ที่เป็นตำแหน่งกรดแบบลิวอิส และ O^{2-} เป็นตำแหน่งเบสแบบลิวอิส แต่ด้วยความแข็งของผิวหน้าทำให้ทั้งตำแหน่งกรดลิวอิสและเบสแบบลิวอิสอยู่รวมกันได้โดยที่ไม่ทำปฏิกิริยากันเอง ซึ่งตำแหน่งทั้งสองแบบมีกัมมันตภาพสูงในการเร่งปฏิกิริยาต่างๆ เช่น ปฏิกิริยาการกำจัดน้ำของแอสทอกซอลด์ เป็นต้น เนื่องจากผิวหน้าของอะลูมินามีตำแหน่งกรดแบบลิวอิส ดังนั้นจึงสามารถดูดซับโมเลกุลที่เป็นเบสแบบลิวอิสได้ เช่น การดูดซับแอมโมเนีย ในรูปที่ 2.2 ความแข็งแรงของการดูดซับโมเลกุลขึ้นกับการเป็นขั้วของโมเลกุลที่ถูกดูดซับ



รูปที่ 2.2 (ก) แสดงตำแหน่งที่เป็นกรดและเบสแบบลิวอิสบนอะลูมินา [1]

(ข) การดูดซับของแอมโมเนียบนตำแหน่งที่เป็นกรดแบบลิวอิส [1]

ส่วนใหญ่ตัวรองรับจะไม่มีส่วนในการเร่งปฏิกิริยาเป็นเพียงฐานให้โลหะกัมมันต์ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยามาจับ การมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงของตัวรองรับทำให้โลหะกระจายตัวได้ดี เช่น

อัลลอยด์ของแพลททินัมและรีเนียมที่กระจายตัวอยู่บนแกมมาอะลูมินาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาการเปลี่ยนสารประกอบไฮโดรคาร์บอน อัลลอยด์ของแพลททินัมและโรเดียมบนแกมมาอะลูมินาในเครื่องกำจัดไอเสียเชิงเร่งปฏิกิริยาในระบบเผาไหม้ของรถยนต์เป็นอุปกรณ์ที่ช่วยลดมลพิษทางอากาศทำหน้าที่เร่งการรวมตัวกันของ O_2 และ CO และสารประกอบไฮโดรคาร์บอนเพื่อเกิดเป็น CO_2 และทำให้เกิดปฏิกิริยารีดักชันของไนโตรเจนออกไซด์ไปเป็นไนโตรเจน เป็นต้น อนุภาคของโลหะที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 24 อังสตรอม ที่อยู่บนตัวรองรับจะมีอัตราส่วนของอะตอมสูงถึง 40 % อยู่บนผิวหน้าและอนุภาคเหล่านี้โดยจะไม่หลอมรวมกันเป็นอนุภาคใหญ่ขึ้นเนื่องจากการแยกกันอยู่บนตัวรองรับ อัตราส่วนที่สูงของอะตอมที่ผิวหน้านี้เป็นประโยชน์อย่างหนึ่งของการใช้อนุภาคโลหะบนตัวรองรับ โดยเฉพาะโลหะที่มีราคาแพง เช่น แพลททินัมหรือโรเดียม ตัวอย่างปฏิกิริยาที่ใช้ตัวเร่งที่มีอะลูมินาเป็นตัวรองรับ ได้แก่ ปฏิกิริยาการสังเคราะห์แอมโมเนีย การดึงไฮโดรเจนออกจากบิวเทนเพื่อผลิตบิวตะไดอิน ปฏิกิริยา Fischer-Tropsch เป็นต้น

2.2 การแช่กัดด้วยวิธีทางเคมี (Chemical etching หรือ Chemical milling) [3]

การแช่กัดด้วยวิธีทางเคมี คือ กระบวนการที่มีการใช้กรดหรือสารเคมีอื่นๆ เพื่อละลายวัสดุส่วนที่ไม่ต้องการออกไป เช่น วัสดุที่เป็นโลหะ สารกึ่งตัวนำไฟฟ้า (Semiconductor) หรือ แก้ว เป็นต้น การนำไปใช้ประโยชน์ส่วนใหญ่จะอยู่ในอุตสาหกรรมการพิมพ์แผ่นวงจรไฟฟ้าและอุตสาหกรรมการสร้างสารกึ่งตัวนำไฟฟ้า

2.2.1 กระบวนการของการแช่กัด

โดยทั่วไปกระบวนการแช่กัดแบ่งออกเป็น 2 ชนิด คือ

1. การแช่กัดแบบเปียก วิธีนี้วัสดุจะถูกทำให้ละลายเมื่อแช่ลงในสารละลายของสารเคมี
2. การแช่กัดแบบแห้ง วิธีนี้วัสดุจะถูกพ่นหรือละลายด้วยการใช้สารกัดที่เป็นไอออนที่ว่องไวหรือสารกัดที่เป็นสถานะไอ

ในงานวิจัยนี้ได้นำวิธีการแช่กัดแบบเปียกนี้มาใช้ จึงจะกล่าวถึงเฉพาะการแช่กัดแบบเปียก การแช่กัดแบบเปียก

วิธีนี้เป็นวิธีการแช่กัดที่ง่ายที่สุด คือ นำวัสดุไปแช่ในสารละลายแช่กัดที่บรรจุไว้ในภาชนะความขุ่นยากของเทคนิคนี้ คือ สิ่งที่จะนำมาปิด (Mask) ที่เพื่อให้เกิดการกัดเฉพาะที่ที่ต้องการ ซึ่งสิ่งที่นำมาปิดนั้นต้องไม่ถูกกัดด้วยสารละลายแช่กัดหรือถูกแช่กัดช้ากว่า การแช่กัดแบบเปียกจะเหมาะกับงานที่ต้องการการแช่กัดเป็นลักษณะฟิล์มบางบนเนื้อวัสดุ กระบวนการแช่กัดจะมีสามตัวแปรที่สำคัญ [4] คือ ความลึกที่ต้องการกัด อัตราการแช่กัดของสารละลายที่ใช้เป็นสารแช่กัด และเวลาที่ใช้ในการแช่กัด ซึ่งอัตราการแช่กัดของสารละลายแช่กัดแต่ละชนิดสำหรับวัสดุหนึ่งๆ นั้นขึ้นอยู่กับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หลายปัจจัยที่สำคัญมาก เช่น ความเข้มข้นและอุณหภูมิของสารละลายแช่กัด วัสดุที่แช่กัด และภาวะที่ทำการบำบัดด้วยความร้อน เพื่อให้กระบวนการแช่กัดได้ผลดีที่สุดสำหรับวัสดุแต่ละชนิด สารละลายแช่กัดจะถูกควบคุมสถานะให้มีความเหมาะสมที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ บ่อยครั้งที่การเติมสารละลายแช่กัดเพียงเปอร์เซ็นต์เล็กน้อยขณะแช่กัดจะมีผลกระทบต่อกระบวนการอย่างมากทั้งการแช่กัดที่เร็วขึ้นและประสิทธิภาพการแช่กัด จึงต้องมีการตรวจสอบองค์ประกอบของสารละลายแช่กัดอย่างสม่ำเสมอเพื่อให้องค์ประกอบต่างๆ ในสารละลายแช่กัดคงที่และเหมาะสมที่สุด ในบางครั้งการหาเวลาที่ใช้ในการแช่กัดที่เหมาะสมเป็นสิ่งแรกที่ควรพิจารณาในกระบวนการแช่กัด จึงจำเป็นต้องทำการหาอัตราการแช่กัดทั้งในช่วงแรกของการแช่กัดและภายหลังการเพิ่มสารละลายแช่กัด โดยการวัดความหนา ก่อนและหลังการแช่กัดของวัสดุจะทำให้สามารถหาอัตราการแช่กัดได้

ความจำกัดที่สำคัญของการแช่กัดทางเคมีนี้ คือ รูปร่างสุดท้ายที่ต้องการซึ่งจะขึ้นอยู่กับรูปร่างของพื้นผิวเริ่มต้นของวัสดุนั้นๆ การแช่กัดทางเคมีได้ถูกใช้กว้างขวางในการลดความหนาของผนังของวัสดุที่ใช้ทำหลอดหรือท่อ โดยเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อหรือหลอดที่ทำการแช่กัดจะขึ้นกับบริเวณพื้นผิวภายในของหลอดหรือท่อนั้น แต่หลายครั้งที่หลอดหรือท่อจะถูกลดความหนาของผนังโดยการแช่กัดทุกส่วนในสารละลายแช่กัด คือ ทั้งที่เส้นผ่านศูนย์กลางภายในและภายนอกของหลอดหรือท่อ

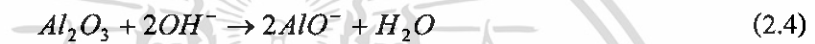
ปฏิกิริยาเคมีระหว่างองค์ประกอบของสารละลายแช่กัดและวัสดุแต่ละชนิดที่ถูกแช่กัดจะแตกต่างกัน อัตราการแช่กัดหรืออัตราปฏิกิริยาระหว่างองค์ประกอบของสารละลายแช่กัดและวัสดุที่ถูกแช่กัดขึ้นอยู่กับความเข้มข้นและอุณหภูมิของสารละลายแช่กัดขณะทำการแช่กัด โดยอัตราการแช่กัดจะเกิดการเปลี่ยนแปลงไปเรื่อยๆ ระหว่างเวลาทำการแช่กัดเนื่องจากความเข้มข้นของสารละลายแช่กัดที่ลดลงเมื่อทำปฏิกิริยา

2.2.2 การสังเคราะห์อะลูมินาในรูปแบบ Nano-trilobes โดยใช้การแช่กัดทางเคมี [4]

จากงานวิจัยของ S.M. Liu และ คณะ ได้ศึกษาการเตรียมตัวรองรับของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นอะลูมินา (Al_2O_3) ในขั้นตอนการขึ้นรูปเป็นเม็ดเล็กๆ บ่อยครั้งที่กระบวนการกดอัดขึ้นรูปทางกลได้ถูกนำมาใช้ เพื่อให้ลักษณะเป็นแท่งที่มีรูปร่างและโครงสร้างซับซ้อนต่างๆ เช่น รูป Trilobes (ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 2 มิลลิเมตรและความยาว 15 มิลลิเมตร) รูป Quaternary lobes รูปวงแหวน กลวงคล้ายมักกะโรนี หรือรูปวงรี ที่ช่วยลดความดันตกคร่อม ช่วยต่อการนำสิ่งสกปรกออก และทำให้มีความแข็งแรงเชิงกลสูง แต่สำหรับการสร้างตัวรองรับอะลูมินาในระดับนาโนรูปแบบ Trilobes (Al_2O_3 Nano-trilobes) เพื่อนำไปใช้ในเครื่องปฏิกรณ์เคมีระดับไมโครนั้นเป็นไปได้ที่จะสร้างตัวนำพาระดับนาโนโดยใช้วิธีการกดอัดขึ้นรูปทางกล กระบวนการทางเคมีแบบเปียกจึงเป็นวิธีหนึ่งที่ถูกนำมาใช้ โดยสารเคมีแช่กัดที่เป็นเบส เช่น สารละลายเจือจางของโซเดียมไฮดรอกไซด์ได้

ถูกใช้เพื่อสร้างพื้นผิวที่เป็นโครงสร้างระดับนาโนของโลหะออกไซด์ที่เป็นกรดสถานะที่อุณหภูมิห้อง

การสร้างอะลูมินารูปแบบ Nano-trilobes โดยการแช่กัดทางเคมีของเมมเบรนอะลูมินาแบบอะโนดิก (Anodic Al_2O_3 membrane) ในสารละลายเจือจางของโซเดียมไฮดรอกไซด์ การใช้ความเข้มข้นของสารละลายแช่กัดที่ต่ำนี้จะช่วยให้ได้ลักษณะที่สม่ำเสมอของผนังของอะลูมินาและด้วยการใช้ความเข้มข้นต่ำยังทำให้สามารถเตรียมอะลูมินาที่สามารถควบคุมการเปลี่ยนแปลงรูปร่างได้ง่าย การสลายตัวของอะลูมินาในขณะเกิดการแช่กัดสามารถอธิบายได้ด้วยปฏิกิริยานิวคลีโอฟิลิก (Nucleophilic reaction) ดังสมการที่ 2.4 กลไกของการเกิดปฏิกิริยา คือ ไอออนไฮดรอกซิลในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้าไปจับที่ตำแหน่งกรดแบบลิวอิสของเมมเบรนอะลูมินา (ตำแหน่งของไอออนบวก Al^{3+}) บนพื้นผิวของผนังเมมเบรนอะลูมินาและทำปฏิกิริยาเกิดเป็นอะลูมิเนต (AlO_2^-) ละลายลงสู่สารละลายจะอยู่ในรูปของไอออนลบอะลูมิเนต



อัตราการแช่กัดบนพื้นผิวของเมมเบรนอะลูมินาขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของ OH^- โดยการแช่กัดจะเริ่มจากช่องหนึ่งมิติของเมมเบรนอะลูมินาจะถูกเติมเต็มไปด้วยสารละลายแช่กัดที่ยังไม่ได้ทำปฏิกิริยาและความเข้มข้นของ OH^- จะค่อยๆ ลดลงเมื่อเวลาทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น การสลายตัวของช่องเหล่านั้นจะเริ่มจากส่วนของผนังที่บางที่สุด ถ้าการควบคุมสถานะเป็นไปอย่างเหมาะสม กระบวนการนี้จะเกิดส่วนที่คล้าย Nanorod โดยมีช่อง 3 ช่องอยู่ติดกัน หรือเกิดเป็นรูปแบบ Nano-trilobes นั้นเอง ดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 2.3

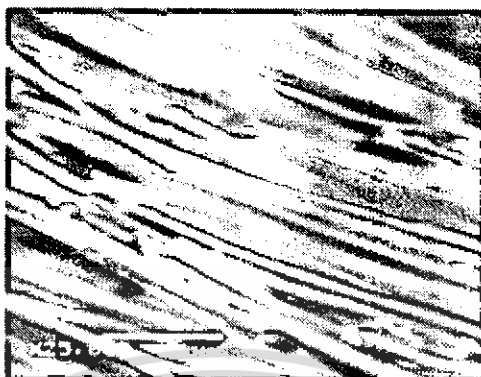


รูปที่ 2.3 การสร้างของอะลูมินารูปแบบ Nano-trilobes แต่ละอัน [4]

ลักษณะเฉพาะของสัณฐานวิทยาของ “Trilobes” สามารถเห็นได้ชัดในรูปที่ 2.4 ยืนยันถึงการปรากฏของลักษณะโค้ง (ส่วนมืดใน Trilobes แต่ละอัน) และขอบ (เส้นสว่างสองเส้นของ Trilobes แต่ละแห่ง) ซึ่งทั้งสองลักษณะนี้ถูกคาดหวังให้เกิดกับ Nano-trilobes ทุกๆ แห่ง ส่วนใหญ่จะเกิดในเมมเบรนตอนเริ่มแรกที่มีช่องหนึ่งมิติจัดเรียงตัวลักษณะคล้ายรูปหกเหลี่ยม ในบริเวณที่มี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การจัดเรียงตัวรูปสี่เหลี่ยมเมื่อเกิดการแทรกทางเคมีจะสร้างรูปแบบ Quaternary nano-lobes และที่บริเวณผนังบางๆ ของช่องที่จัดเรียงตัวอยู่ชิดกันจะหายไป



รูปที่ 2.4 รายละเอียดของสัณฐานวิทยาของอะลูมินารูปแบบ Nano-trilobes แต่ละอัน [4]

หลังจากการแทรกอะลูมินารูปแบบ Nano-trilobes ที่เตรียมได้จากการแทรก เกิดจากคอลัมน์ในแนวตั้งของวัสดุอะลูมินาเกิดการหักพับและส่วนบนสุดของ Trilobes รวมตัวกันโดยเอาส่วนหัวมาประกบกัน และเกิดแนวสันที่เชื่อมต่อ Nano-trilobes แต่ละอันเข้าด้วยกัน ส่วนบริเวณข้างใต้ของเมมเบรนอะลูมินาจะยังคงรักษาลักษณะช่องหนึ่งมิติของเมมเบรนอะลูมินาอยู่โดยที่ผนังของบริเวณนี้จะบางลง ซึ่งชั้นของ Trilobes ที่หักล้มรวมกันบริเวณด้านบนจะทำให้สารละลายแทรกที่ทำปฏิกิริยาแล้วค้างอยู่ในและขัดขวางการแลกเปลี่ยนกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ยังไม่ได้ทำปฏิกิริยาที่อยู่ภายนอกซึ่งมีความเข้มข้นสูงกว่า ทำให้อัตราการแทรกภายในชั้น Trilobes ที่เกิดขึ้นจะต่ำลงอย่างต่อเนื่อง ดังนั้นสิ่งสำคัญในการสลายตัวของอะลูมินา คือ จะทำอย่างไรให้มีประสิทธิภาพในการแทนที่ของของเหลวหรือการแลกเปลี่ยนระหว่างสารละลายที่ค้างอยู่ในช่องด้วยสารละลายที่ยังไม่ได้ทำปฏิกิริยาที่อยู่ภายนอกช่องได้ดี จากปัญหานี้ทำให้นำไปสู่การทดลองการแทรกที่มีการแลกเปลี่ยนระหว่างสารละลายที่อยู่ภายในช่องและที่อยู่บริเวณรอบ Nano-trilobes ด้วยสารละลายที่ยังไม่ได้ทำปฏิกิริยาอย่างต่อเนื่องหรือการไหลผ่านของสารละลายแทรกอย่างต่อเนื่อง เพื่อแก้ไขการขัดขวางการแลกเปลี่ยนกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ยังไม่ได้ทำปฏิกิริยาที่อยู่ภายนอกของชั้น Trilobes ที่หักล้ม

2.3 การนำไปใช้ประโยชน์ของเมมเบรนอะลูมินารูปแบบ Nano-trilobes

เมื่อพิจารณาการนำไปใช้ประโยชน์ของตัวรองรับระดับนาโนที่สร้างขึ้นได้จากงานวิจัยนี้ ในอนาคตทางหนึ่ง คือ การใช้วิธีการเอ็บซุ่มเคลือบองค์ประกอบโลหะกัมมันต์บนพื้นผิวของเมมเบรนอะลูมินารูปแบบ Nano-trilobes นี้ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาโครงสร้างระดับนาโนที่รองรับด้วยอะลูมินาจะสามารถนำไปใช้ในเครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโครได้คล้ายกับการนำไปบรรจุลงใน

เบคของตัวเร่งปฏิกิริยาของเครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโคร ซึ่งวิฤภาคเชิงผลึกและการยึดติดทางเคมีระหว่างตัวนำพาระดับนาโนและตัวเร่งปฏิกิริยาระดับนาโนจะสามารถควบคุมได้โดยการผ่านกระบวนการให้ความร้อน ในปัจจุบันมีหลายงานวิจัยที่ศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้อะลูมินาเป็นตัวรองรับโดยวิธีการเอิบซุ่มเคลือบองค์ประกอบโลหะกัมมันต์ และบางกรณีอาจมีสารโปรโมเตอร์ลงบนพื้นผิวตัวรองรับสำหรับปฏิกิริยาต่างๆ

ตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทแพลททินัมบนตัวรองรับอะลูมินาสามารถช่วยเร่งปฏิกิริยาการเผาไหม้ก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ซึ่งปฏิกิริยานี้กำลังได้รับความสนใจอย่างแพร่หลาย เนื่องจากสามารถประยุกต์ใช้กับงานต่างๆ ได้มากมาย เช่น เครื่องกำจัดไอเสียเชิงเร่งปฏิกิริยาในรถยนต์ เป็นต้น ปฏิกิริยาจะเกิดได้ดีเมื่อมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสม แพลททินัมบนตัวรองรับอะลูมินาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ถูกศึกษาว่ามีความว่องไวต่อการเร่งปฏิกิริยานี้ได้ดี และมีความเสถียรภายใต้สภาวะที่ศึกษา โดยวิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา 3 วิธี ได้แก่ วิธีโซลเจล วิธีโซลเจลแบบขั้นตอนเดียว (Single Step Sol Gel) และวิธีการทำให้เอิบซุ่ม (Impregnation Process)

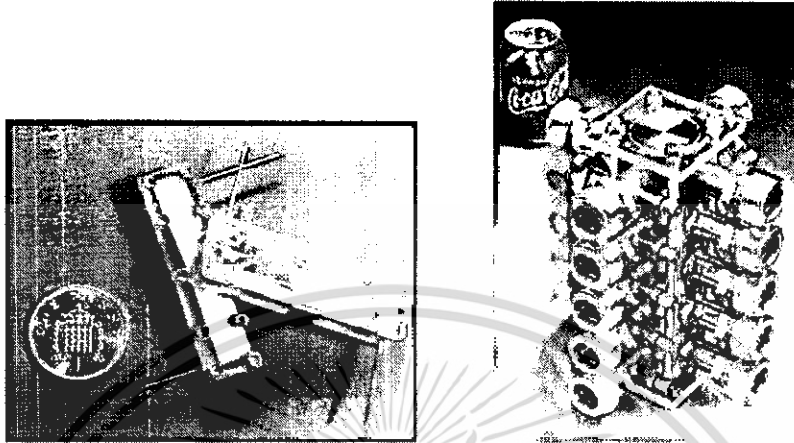
การพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับใช้ในระบบเซลล์เชื้อเพลิงเป็นอีกเรื่องหนึ่งที่กำลังได้รับความสนใจอย่างกว้างขวาง อย่างไรก็ตามแก๊สไฮโดรเจนที่ใช้จำเป็นต้องมีความบริสุทธิ์สูงมาก การปนเปื้อนด้วยแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์เพียงเล็กน้อยก็สามารถทำให้ประสิทธิภาพของเซลล์ลดลง ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลททินัมบนตัวรองรับอะลูมินาสามารถนำไปพัฒนาเพื่อใช้ในปฏิกิริยาการเลือกเกิดคาร์บอนมอนอกไซด์ออกซิเดชันโดยการทำให้โลหะออกไซด์ซึ่งมีคุณสมบัติในการกักเก็บออกซิเจนและสารโปรโมเตอร์เพื่อช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะ ได้แก่ ซีเรียมออกไซด์ (CeO_2) และเซอร์โคเนียออกไซด์ (ZrO_2) ให้กระจายตัวบนตัวรองรับด้วยกระบวนการเอิบซุ่ม [5] จากงานวิจัยเหล่านี้ อาจเป็นทางเลือกหนึ่งในการนำเมมเบรนอะลูมินารูปแบบ Nano-trilobes มาประยุกต์ใช้ต่อไป

2.4 เครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโคร [6-10]

เครื่องปฏิกรณ์ที่ใช้ในโรงงานอุตสาหกรรมส่วนใหญ่จะมีขนาดใหญ่ บางครั้งอาจใหญ่กว่า 500 ลูกบาศก์ฟุต แต่ในปัจจุบันได้คิดค้นเครื่องปฏิกรณ์แบบใหม่ที่มีขนาดเล็กมากเมื่อเทียบกับเครื่องปฏิกรณ์ที่ใช้โดยทั่วไป สามารถนำไปใช้งานได้ในพื้นที่แคบเครื่องปฏิกรณ์ประเภทนี้เรียกว่า “เครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโคร” เครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโครมีขนาดเพียง 2-3 เซนติเมตร [6] ดังแสดงตัวอย่างเครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโครในรูปที่ 2.5 โดยทั่วไปทำจากแก้ว คอวทซ์ พลาสติก ซิลิกอน และโลหะ เครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโครมีปริมาตรที่เล็กจึงมีอัตราส่วนพื้นที่ผิวต่อปริมาตรที่สูงมาก ซึ่งจะเพิ่มอัตราการทำปฏิกิริยา อัตราการถ่ายเทมวลและความร้อน และได้ค่าร้อยละผลได้ (%Yield) สูงกว่าเมื่อเทียบกับเครื่องปฏิกรณ์ขนาดใหญ่หรือเครื่องปฏิกรณ์แบบเก่า โดยทั่วไปเครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโครจะมีค่าสัมประสิทธิ์การถ่ายเทความร้อนอยู่ระหว่าง 1-500 เมกะวัตต์ต่อ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลูกบาศก์เมตรต่อเคลวิน แต่เครื่องปฏิกรณ์ขนาดใหญ่มีค่าสัมประสิทธิ์การถ่ายเทความร้อนเพียง 2-3 เมกะวัตต์ต่อลูกบาศก์เมตรต่อเคลวิน ดังนั้นเครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโครจึงสามารถถ่ายเทความร้อนได้ดีกว่า [7]



รูปที่ 2.5 ตัวอย่างเครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโคร [7]

เครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโครเครื่องแรกถูกสร้างขึ้นในช่วงต้น ค.ศ. 1990 โดย Forschungszentrum Karlsruhe ประเทศเยอรมันนี โดยได้รวมเครื่องแลกเปลี่ยนความร้อนเข้ากับเครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโครเพื่อควบคุมกับปฏิกิริยาคายความร้อนสูงและอันตราย จากแนวความคิดนี้ภายหลัง ได้มีผู้ศึกษาพัฒนาและออกแบบเครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโครเพิ่มเติมอีกหลายกลุ่ม โดยข้อจำกัดในการออกแบบเครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโคร [7] มีอยู่หลายปัจจัยขึ้นอยู่กับลักษณะการนำไปใช้งานในด้านต่างๆ เช่น ทางด้านวิศวกรรม เกษษศาสตร์ การแพทย์ และอุตสาหกรรม เทคโนโลยีชีวภาพ ตัวอย่างของเครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโครลักษณะต่างๆ

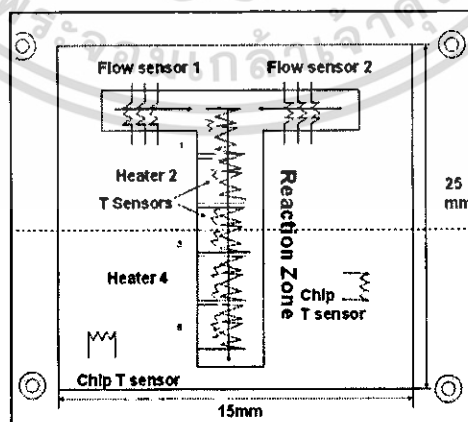
มหาวิทยาลัย Twente และมหาวิทยาลัย Eindhoven [7] ร่วมมือกันศึกษาความสามารถของเครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโครที่มีซิลิกอนเป็นฐานโดยทดลองกับปฏิกิริยาออกซิเดชันของแอมโมเนียและปฏิกิริยาออกซิเดชันบางส่วนของมีเทน

EPFL (Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne) ประเทศสวิตเซอร์แลนด์ [8] ใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบมีการให้ความร้อนทั้ง 2 ด้านเพื่อศึกษาปฏิกิริยากำจัดน้ำ (Dehydration) ของเมทานอลเป็นฟอร์มัลดีไฮด์ ซึ่งสารตั้งต้นและตัวเร่งปฏิกิริยาถูกป้อนที่ด้านบนและด้านล่าง สารผสมถูกให้ความร้อนเป็น 700-900 องศาเซลเซียส ก่อนจะผสมกันตรงกลางของช่องเล็ก

สถาบันเทคโนโลยี Massachusetts (MIT) ใช้เครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโครจะเป็นรูปตัวที [9] ดังแสดงในรูปที่ 2.6 ในการศึกษาปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation) ของแอมโมเนีย ซึ่งจะใช้ร่วมกับอุปกรณ์ตัวอื่นๆ เช่น เครื่องกำเนิดความร้อน เครื่องวัดอุณหภูมิ และเครื่องวัดอัตราการไหล โดยสารตั้งต้นจะป้อนเข้าที่ปลายด้านหนึ่งเกิดปฏิกิริยาบริเวณตรงกลางเครื่องปฏิกรณ์ แล้วไหลออกที่ปลายอีกด้านหนึ่ง เครื่องปฏิกรณ์ประเภทนี้ใช้เทคนิคการสร้างอุปกรณ์ขนาดไมโคร

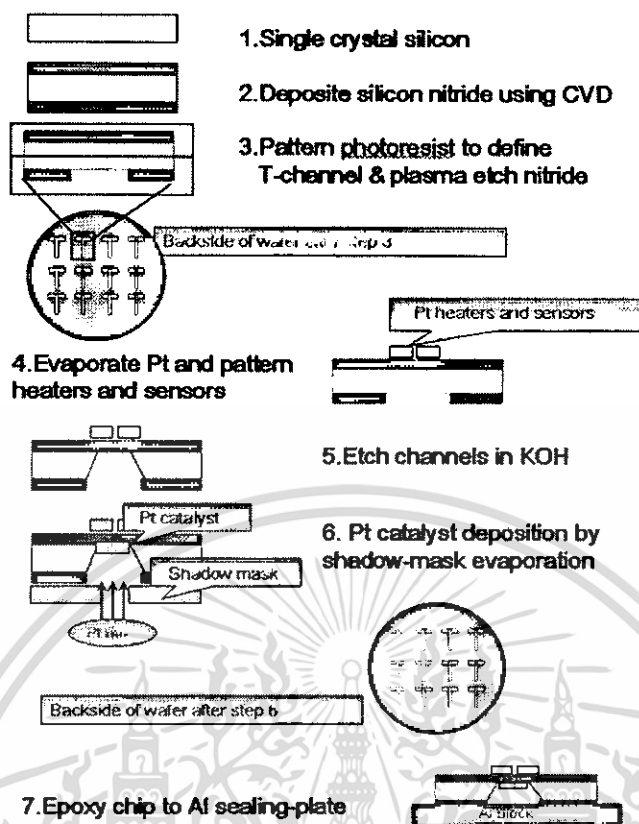
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(Micromachine) โดยเริ่มแรกวัสดุที่ใช้ประดิษฐ์เครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโคร คือ แผ่นซิลิกอนที่เป็นผลึกเชิงเดี่ยว (รูปที่ 2.7, ขั้นตอนที่ 1) ที่มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 100 มิลลิเมตรหนา 550 ไมโครเมตร แผ่นซิลิกอนจะถูกเคลือบด้วยซิลิกอนไนไตรด์ (SiN_x) หนา 1 ไมโครเมตร ด้วยวิธี Chemical Vapor Deposition ที่ความดันต่ำ (LPCVD) (รูปที่ 2.7, ขั้นตอนที่ 2) การเคลือบที่ผิวด้านหน้าของแผ่นซิลิกอนจะกลายเป็นแผ่นครอบเมมเบรน ซิลิกอนไนไตรด์ที่ด้านหลังแผ่นซิลิกอนถูกทำให้เป็นลวดลายโดยวิธี Photoresist และใช้สารละลายซัลเฟอร์เฮกซะฟลูออไรด์ (SF_6) กัดกร่อนเพื่อให้เห็นซิลิกอนด้านล่างในบริเวณช่องเล็กๆ รูปตัวที (รูปที่ 2.7, ขั้นตอนที่ 3) หลังจากนั้นจัดให้ตรงกับช่องเล็กๆ รูปตัวทีที่อยู่ด้านหลังของแผ่นซิลิกอน (จัดเรียงให้ด้านหลังกับด้านหน้าอยู่ในแนวตรงกันและผ่านแผ่นซิลิกอนไปโดยใช้รังสีอินฟราเรด) บริเวณด้านหน้าของแผ่นซิลิกอนเคลือบด้วยแพลตทินัมหนา 0.1 ไมโครเมตร โดยใช้เครื่องระเหย (Evaporation) แบบรังสีอิเล็กตรอน เพื่อทำเป็นเครื่องกำเนิดความร้อน ตัววัดอุณหภูมิและอัตราการไหล (รูปที่ 2.7, ขั้นตอนที่ 4) ช่องเล็กๆ สำหรับให้แก๊สไหลผ่านเกิดจากการกัดแผ่นซิลิกอนด้วยสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) เข้มข้น 20 % โดยน้ำหนักในน้ำที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์จะกัดซิลิกอนไม่สม่ำเสมอ ดังนั้นรูปร่างของช่องเล็กๆ ที่เกิดขึ้นจึงเป็นรูปสี่เหลี่ยมที่มี 2 ด้านขนานกัน การกัดจะสิ้นสุดที่ผิวด้านบนของแผ่นซิลิกอนไนไตรด์ ดังนั้นจึงมีซิลิกอนไนไตรด์ครอบแผ่นเมมเบรนไว้ (รูปที่ 2.7, ขั้นตอนที่ 5) และมีการสร้างแผ่นปิดผนึกเพื่อป้องกันแพลตทินัมที่ด้านหน้าของแผ่นซิลิกอนจากสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ระหว่างการกัดกร่อน และเคลือบแพลตทินัมหนา 0.1 ไมโครเมตร ลงในซิลิกอนไนไตรด์ผ่านช่องขนาดเล็กๆ ของแผ่นเมมเบรนโดยใช้เครื่องระเหยแบบรังสีอิเล็กตรอน (รูปที่ 2.7, ขั้นตอนที่ 6) แผ่นซิลิกอนถูกแบ่งออกเป็นลูกบาศก์เล็กๆ แต่ละชิพแบ่งได้เป็น 12 อัน แล้วนำแต่ละชิพมาเชื่อมติดกับแผ่นอะลูมินาที่มีช่องทางเข้า-ทางออกของก๊าซ 3 ช่อง (รูปที่ 2.7, ขั้นตอนที่ 7)



รูปที่ 2.6 เครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโครรูปตัวที [9]

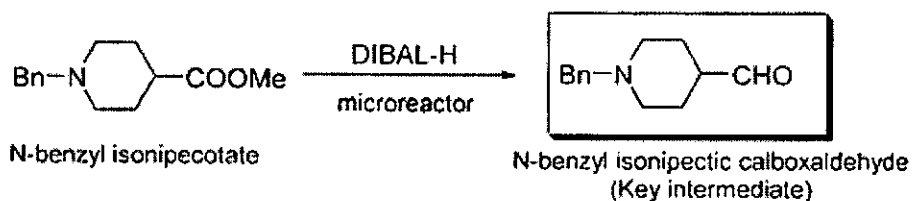
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.7 ขั้นตอนการสร้างเครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโคร [9]

ปฏิกิริยาที่ทำได้สำเร็จโดยใช้เครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโครมีหลายประเภทโดยสภาวะที่ใช้ปฏิบัติการในเครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโครจะให้ค่าการเลือกเกิด (Selectivity) ของผลิตภัณฑ์สูงกว่าการปฏิบัติการในเครื่องปฏิกรณ์แบบธรรมดา ได้แก่ ปฏิกิริยาออกซิเดชันของเมทานอล ปฏิกิริยาออกซิเดชันของแอมโมเนีย ปฏิกิริยาฟลูออรีเนชัน (Fluorination) ของโทลูอิน ปฏิกิริยาไนเตรชัน (Nitration) ของเบนซีน ปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน (Epoxidation) ของอีเทน และปฏิกิริยาดีไฮเดรชันของเมทานอลเป็นฟอร์มัลดีไฮด์ สถาบันวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรมประยุกต์นานาชาติ (The National Institute of Advanced Industrial Science and Technology: AIST) และอุตสาหกรรมเคมีอินทรีย์โอซากาจำกัด (Osaka Organic Chemical Industry Ltd.) ร่วมมือกันพัฒนาเครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโครซึ่งสามารถผลิตสารมัธยันต์ของสารที่ใช้เป็นยารักษาโรคได้อย่างมีประสิทธิภาพโดยสามารถปฏิบัติการได้ที่อุณหภูมิต่ำและให้ค่าการเลือกเกิดสูงดังแสดงในตารางที่ 2.1 โดยสารมัธยันต์คือ แอลดีไฮด์เกิดจากปฏิกิริยารีดักชัน (Reduction) ของเอสเทอร์กับไอโซบิวทิลอลูมิเนียมไฮไดรด์ (Isobutyl aluminum hydride : DIBAL-H) โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังรูปที่ 2.8 ซึ่งอุณหภูมิที่ใช้ในการปฏิบัติการต้องต่ำกว่า -70 องศาเซลเซียส เพื่อไม่ให้แอลดีไฮด์ทำปฏิกิริยาต่อไปกลายเป็นแอลกอฮอล์ [10]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.8 ปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารมัธยันต์โดยใช้เครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโคร [10]

ตารางที่ 2.1 เปรียบเทียบผลการปฏิบัติการ โดยการทำปฏิกิริยาในขบวนการผสมพู่กับการใช้เครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโคร [10]

	เครื่องปฏิกรณ์ระดับไมโคร	ขบวนการผสมพู่	
	ระบบแบบไหลผ่าน	ระบบแบบกะ	ระบบแบบกะ
1. อุณหภูมิที่เกิดปฏิกิริยา	-30 °C	-30 °C	-70 °C
2. เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา (นาที)	2.5	68	68
3. ค่าการเลือกเกิดของแอลดีไฮด์	97%	39%	98%

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

การทดลอง

ในบทนี้จะกล่าวถึงอุปกรณ์และวิธีการทดลองของการกักทางเคมีของเมมเบรนอะลูมินา โดยใช้สารละลายแซ่กัด คือ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เจือจาง ซึ่งเกิดจากการทำปฏิกิริยาของอะลูมินากับโซเดียมไฮดรอกไซด์ การทดลองนี้ได้แบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ การทดลองแบบกะ (Batch system) และการทดลองแบบกึ่งกะ (Semi-batch system) (มีการไหลผ่านของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตลอดเวลา)

3.1 การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

3.1.1 สารเคมี

1. โซเดียมไฮดรอกไซด์ชนิดเกล็ด
2. น้ำปราศจากไอออน

3.1.2 อุปกรณ์

1. ขวดวัดปริมาตร ขนาด 1,000 มิลลิลิตร
2. บีกเกอร์ ขนาด 500 มิลลิลิตร
3. แท่งแก้วคนสาร
4. ช้อนตักสาร
5. เครื่องชั่งตวงวัด 4 ตำแหน่ง
6. หลอดหยด
7. กรวยกรอง

3.1.3 การทดลอง

1. ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 1.6 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร แล้วละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำปราศจากไอออนเป็นปริมาตร 300 มิลลิลิตร
2. เทสารละลายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1,000 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรสารละลายให้เป็น 1,000 มิลลิลิตร แล้วเขย่าขวดวัดปริมาตร

3.2 การแช่กัณฑ์แบบกะ

3.2.1 สารเคมี

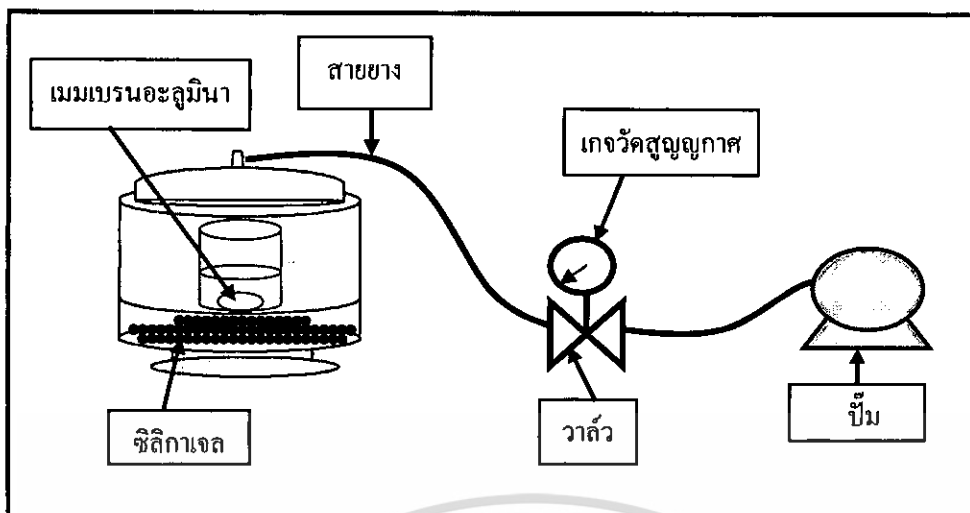
1. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.04 โมล/ลิตร
2. น้ำปราศจากไอออน
3. ซิลิกาเจล

3.2.2 อุปกรณ์

1. บีกเกอร์ ขนาด 1000 ml
2. ครุฑเข็มิล
3. แผ่นเมมเบรนอะลูมินาขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 25 มิลลิเมตร (Whatman)
4. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Scanning Electron Microscope: SEM)
5. ปุ่มสุญญากาศ
6. แหนบคีบ
7. เดซิเคเตอร์
8. เตอบไฟฟ้า
9. นาฬิกาจับเวลา
10. กระบอกฉีดน้ำ
11. สายยาง
12. เกจวัดสุญญากาศ
13. วาล์วปรับความดันสุญญากาศ

3.2.3 การทดลอง

1. นำเมมเบรนอะลูมินาดังกล่าวจำนวน 1 แผ่น มาจุ่มลงในบีกเกอร์ขนาด 1,000 มิลลิลิตร ที่มีสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.04 โมล/ลิตร ปริมาตร 200 มิลลิลิตร แล้วนำบีกเกอร์ไปวางในเดซิเคเตอร์ที่ต่อไว้กับระบบสุญญากาศ ทำให้เป็นสุญญากาศอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 10 นาที เพื่อไล่อากาศที่ตกค้างอยู่ภายในช่องของเมมเบรน แสดงการติดตั้งอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.1
2. หลังจากกระบวนการทำให้เป็นสุญญากาศ แล้วเปิดเดซิเคเตอร์สู่บรรยากาศแล้วแช่ต่อไป เป็นเวลา 1.0, 1.5, 2.5 ชั่วโมง
3. นำเมมเบรนที่ถูกทำปฏิกิริยาแล้วไปล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนให้ทั่วทั้งหมด แล้วอบแห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 45 นาที ในเตอบไฟฟ้า
4. นำเมมเบรนไปวิเคราะห์ผลด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน



รูปที่ 3.1 ภาพอุปกรณ์การทดลองแบบกะ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 การแช่กัดแบบกิ่งกะ

3.3.1 สารเคมี

1. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์
2. น้ำที่ผ่านกระบวนการรีเวอร์สออสโมซิส (RO)
3. ซิลิกาเจล

3.3.2 อุปกรณ์

1. ขวดรูปชมพู่ ขนาด 3,000 มิลลิลิตร
2. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Scanning Electron Microscope: SEM)
3. ชุดการทดลองแบบกิ่งกะ มีส่วนประกอบสำคัญ 2 ส่วน ได้แก่
 - 3.1 กรวยที่มีแผ่นแก้วรองรับ
 - 3.2 แก้วทรงกระบอก
4. เมมเบรนอะลูมินาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 25 มิลลิเมตร (Whatman)
5. ปิ๊มสุญญากาศ
6. ปิ๊มดูดสารละลาย
7. เตาดอบไฟฟ้า
8. นาฬิกาจับเวลา
9. กระจกฉีคน้ำ
10. ขวดเก็บแก๊ส
11. สายยาง
12. เกจวัดสุญญากาศ
13. วาล์วปรับความดันสุญญากาศ
14. แผ่นประเก็นยางแบบหนา

3.3.3 การทดลอง

การทดลองชุดนี้เป็นแบบกิ่งกะ โดยจะทำการศึกษาปัจจัยในการทดลอง 3 ปัจจัยคือ เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา และความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยได้จัดชุดการทดลองตามสถานะที่ใช้ทดลองออกเป็น 2 ชุดการทดลอง ดังตารางที่ 3.1

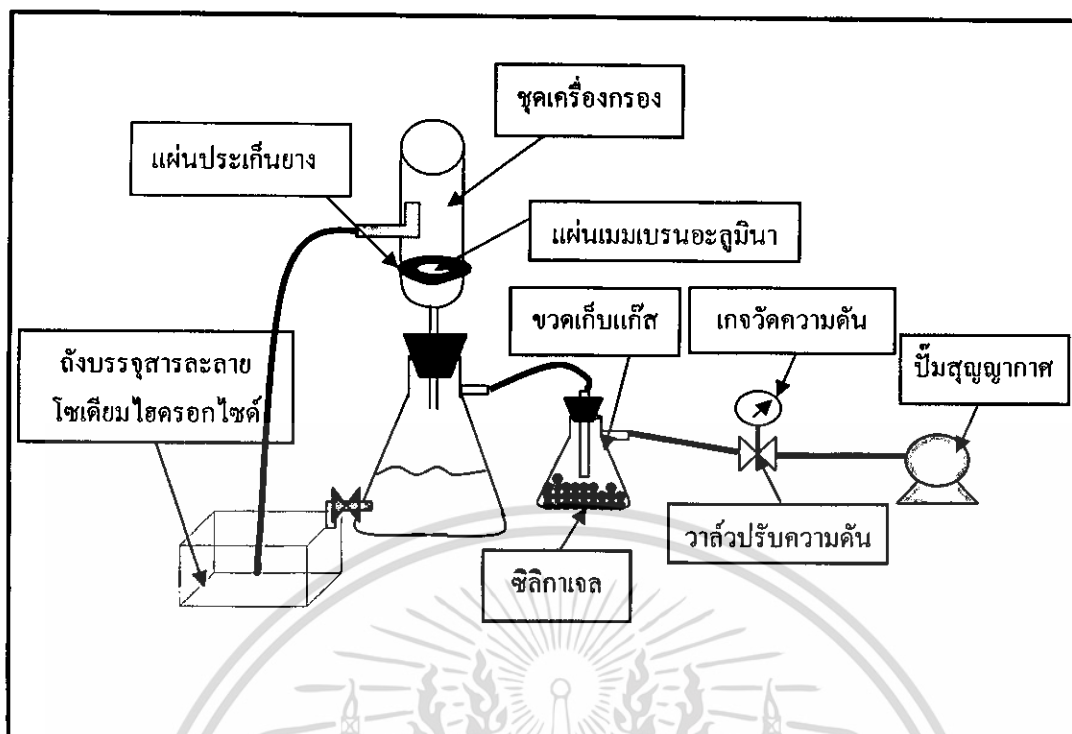
ตารางที่ 3.1 สภาวะของการทดลองแต่ละชุด

ความเข้มข้น 0.02 M NaOH	เวลาแช่กัก 10 นาที	ชุดการทดลองที่ 1
	เวลาแช่กัก 15 นาที	
	เวลาแช่กัก 20 นาที	
ความเข้มข้น 0.04 M NaOH	เวลาแช่กัก 10 นาที	ชุดการทดลองที่ 2
	เวลาแช่กัก 15 นาที	
	เวลาแช่กัก 20 นาที	

สรุปขั้นตอนการทดลองแต่ละชุดดังนี้

1. ติดตั้งอุปกรณ์การทดลองแบบกึ่งกะ ดังรูปที่ 3.2
2. นำเมมเบรนอะลูมินาวางลงไปในชุดเครื่องกรองแล้วนำประเก็นวางทับ
3. ป้อนสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ผ่านชุดเครื่องกรองที่บรรจุเมมเบรนอะลูมินาแล้ว พร้อมทั้งเปิดปั๊มสุญญากาศให้มีความดันเป็น -0.7 บาร์
4. ให้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ไหลผ่านจนกระทั่งครบเวลาในการแช่กัก
5. เมื่อสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ไหลลงจากชุดเครื่องกรองหมดแล้ว ล้างเมมเบรนอะลูมินาด้วยการเทน้ำ RO ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร ผ่านเมมเบรนอะลูมินาขณะเปิดปั๊มสุญญากาศ
6. ปิดปั๊มสุญญากาศและนำเมมเบรนอะลูมินาออกจากชุดเครื่องกรอง แล้วนำเมมเบรนอะลูมินาที่แช่กักนี้ไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 45 นาที ในเตาอบไฟฟ้า
7. นำเมมเบรนอะลูมินาที่อบแห้งแล้วไปเผาที่ 450 องศาเซลเซียส ในเตาเผา เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.2 ภาพอุปกรณ์การทดลองแบบกึ่งกะ

3.4 การวิเคราะห์คุณสมบัติของแผ่นเมมเบรนอะลูมินา

3.4.1 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของแผ่นเมมเบรนอะลูมินา โดยนำเมมเบรนอะลูมินาไปวิเคราะห์ผลด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

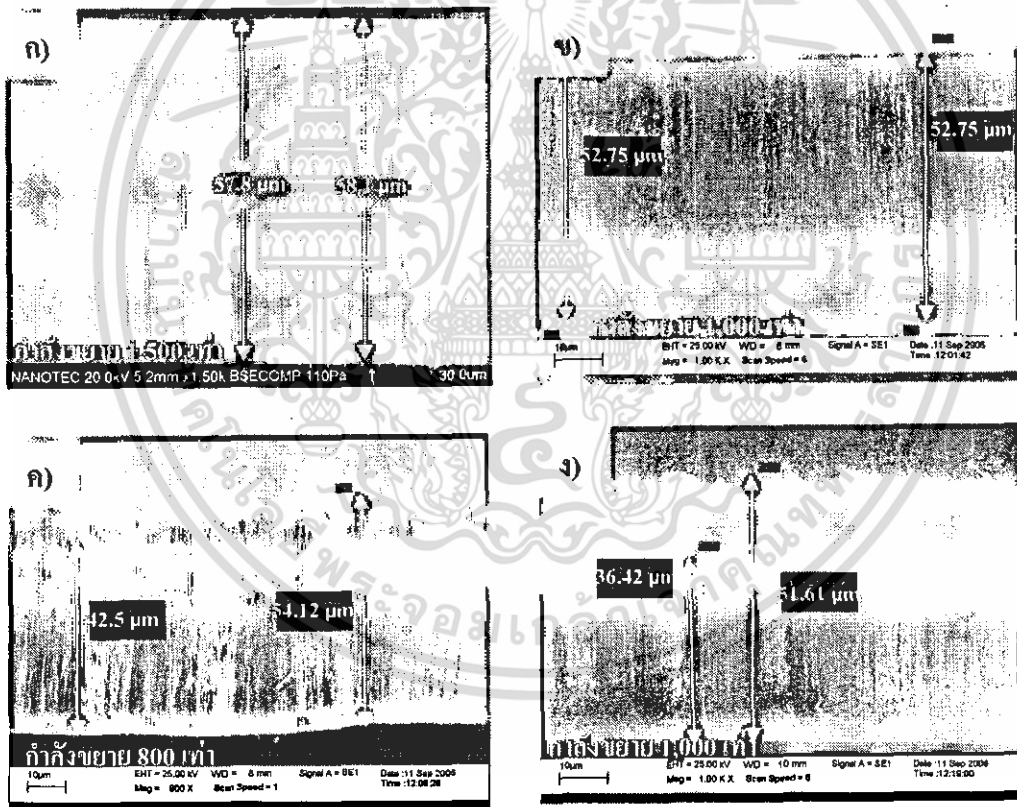
3.4.2 การวิเคราะห์ปริมาณพื้นที่ผิวจำเพาะของแผ่นเมมเบรนอะลูมินา โดยนำเมมเบรนอะลูมินาไปวิเคราะห์ผลด้วยเทคนิคการดูดซับทางกายภาพโดยใช้แก๊สไนโตรเจน (BET)

บทที่ 4

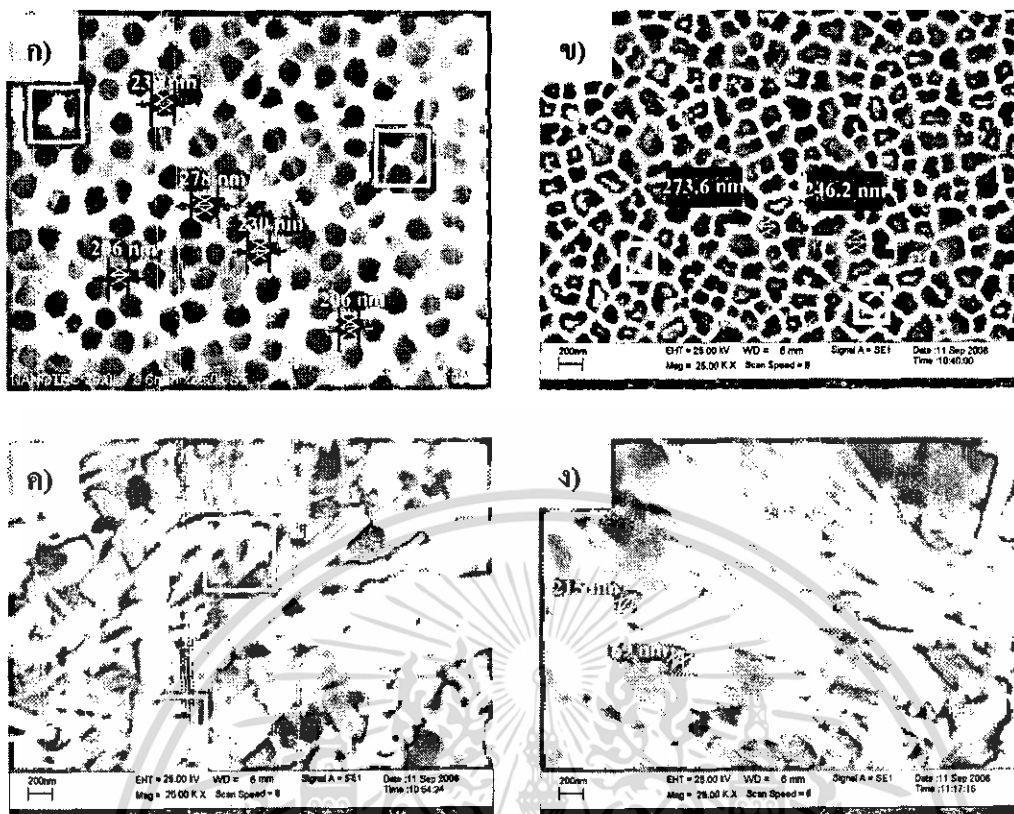
ผลการทดลอง

4.1 ผลจากการทำปฏิกิริยาแช่กัฒแบบกะของเมมเบรนอะลูมินา

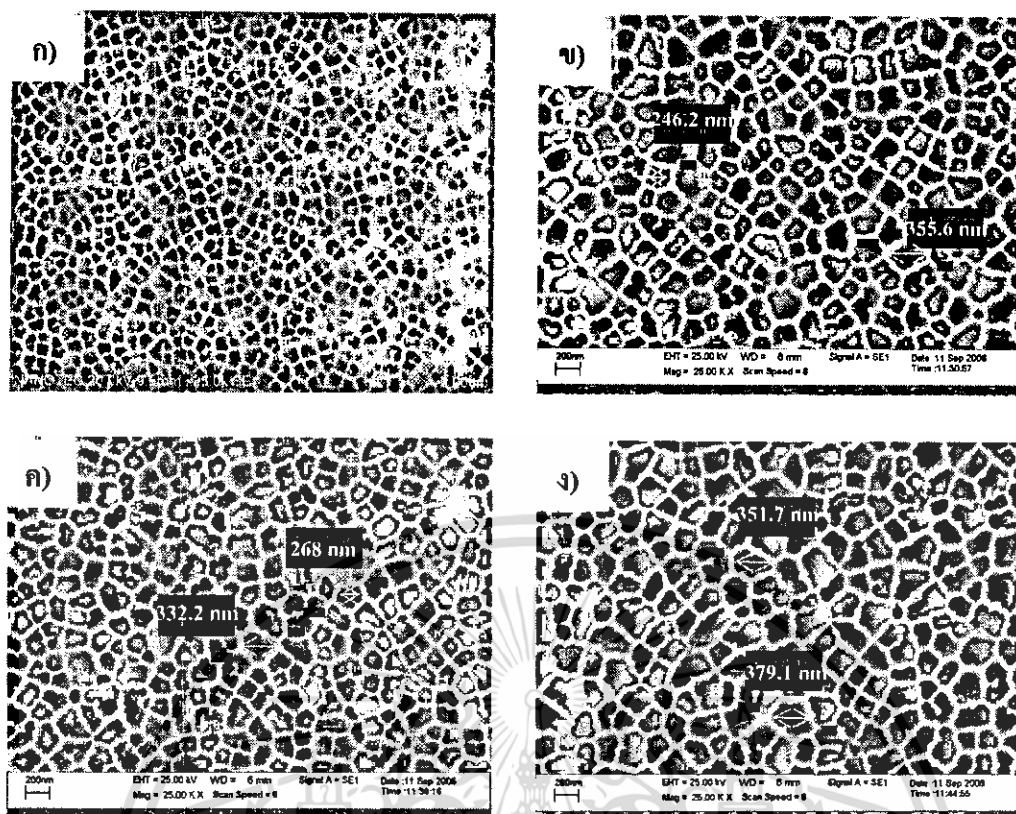
ภาพตัวอย่างของแผ่นเมมเบรนที่ได้จากการส่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แบ่งออกเป็น 4 ตัวอย่าง คือ ภาพแสดงแผ่นเมมเบรนก่อนการแช่กัฒ ภาพแสดงแผ่นเมมเบรนหลังการแช่กัฒ 1 ชั่วโมง ภาพแสดงแผ่นเมมเบรนหลังการแช่กัฒ 1.5 ชั่วโมง และภาพแสดงแผ่นเมมเบรนหลังการแช่กัฒ 2 ชั่วโมง ในสารละลายแช่กัฒโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.04 โมลต่อลิตร โดยแต่ละตัวอย่างจะแสดงในลักษณะภาพตัดขวางด้านข้าง ภาพด้านบน และภาพด้านล่างของแผ่นเมมเบรน



รูปที่ 4.1 ภาพตัดขวางด้านข้างของเมมเบรน ก) ก่อนการแช่กัฒ ข) หลังการแช่กัฒแบบกะ 1 ชั่วโมง ค) หลังการแช่กัฒแบบกะ 1.5 ชั่วโมง ง) หลังการแช่กัฒแบบกะ 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.2 ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรน ก) ก่อนการแช่ก๊าด ข) หลังการแช่ก๊าดแบบกะ 1 ชั่วโมง ค) หลังการแช่ก๊าดแบบกะ 1.5 ชั่วโมง ง) หลังการแช่ก๊าดแบบกะ 2 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 25,000 เท่า



รูปที่ 4.3 ภาพตัดขวางด้านล่างของเมมเบรน ก) ก่อนการแช่ก๊าด ข) หลังการแช่ก๊าดแบบกะ 1 ชั่วโมง ค) หลังการแช่ก๊าดแบบกะ 1.5 ชั่วโมง ง) หลังการแช่ก๊าดแบบกะ 2 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 25,000 เท่า

จากรูปที่ 4.1 ก แสดงให้เห็นโครงสร้างบริเวณด้านข้างของแผ่นเมมเบรนก่อนการแช่ก๊าดเป็นช่องหนึ่งมิติ ความหนาของแผ่นเมมเบรนประมาณ 58 ไมโครเมตร และพื้นผิวทั้งบริเวณด้านล่างและด้านบนของแผ่นเมมเบรนมีลักษณะเรียบคล้ายกัน หลังการแช่ก๊าดเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ไม่พบการเปลี่ยนแปลง โครงสร้างบริเวณด้านข้างของแผ่นเมมเบรนยังคงรักษาลักษณะที่เป็นช่องหนึ่งมิติ มีเพียงความหนาที่เปลี่ยนแปลง ดังแสดงในรูปที่ 4.1 ข ความหนาของแผ่นเมมเบรนประมาณ 52.75 ไมโครเมตร ลดลงจากก่อนทำการแช่ก๊าดประมาณ 5.25 ไมโครเมตร เมื่อเพิ่มเวลาการแช่ก๊าดเป็น 1.5 ชั่วโมง จะเห็นได้ชัดจากรูปที่ 4.1 ค ว่าบริเวณด้านบนของแผ่นเมมเบรนแยกเป็นสองชั้น โดยจะเห็นชั้นบนของแผ่นเมมเบรนนั้นเกิดการหักพับของคอลัมน์ในแนวตั้งของวัสดุอะลูมินาหรือแท่ง Nano-trilobes หลังจากการแช่ก๊าด และจากความหนาเริ่มแรกของเมมเบรน (58 ไมโครเมตร, รูปที่ 4.1 ก) ลดลงเป็น 54 ไมโครเมตร ซึ่งกล่าวได้ว่า Nano-trilobes จะเกิดอยู่เฉพาะบริเวณส่วนบนของเมมเบรนเท่านั้นและความกว้างบริเวณการเกิดของ Nano-trilobes ประมาณ 16 ไมโครเมตร ในแนวตั้ง ขณะที่บริเวณด้านล่างของเมมเบรนยังคงเป็นช่องหนึ่งมิติเหมือนก่อนการแช่ก๊าด ภายหลังจากแช่ก๊าดเป็นเวลา 2 ชั่วโมง รูปที่ 4.1 ง แสดงให้เห็นว่ามีการเปลี่ยนแปลงที่บริเวณที่ผิวหน้าด้านบนของแผ่นเมมเบรนเท่านั้นเช่นเดียวกับการแช่ก๊าดที่ 1.5 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยเห็นได้ชัดว่า บริเวณด้านบนของแผ่นเมมเบรนมีลักษณะแยกเป็นสองชั้นเนื่องมาจากการหักพับของแท่ง Nano-trilobes หลังจากการแช่กักเช่นเดียวกับที่เกิดในเวลาการแช่กัก 1.5 ชั่วโมง และจากความหนาเริ่มแรกของเมมเบรน (57 ไมโครเมตร, รูปที่ 4.1 ก) ลดลงเป็น 51.61 ไมโครเมตร ความหนาของเมมเบรนโดยรวมน้อยกว่าการแช่กักที่เวลา 1.5 ชั่วโมง ประมาณ 2.4 ไมโครเมตร เนื่องจากการสลายตัวจากการแช่กักที่เวลามากขึ้น ความกว้างบริเวณการเกิดของ Nano-trilobes ประมาณ 22 ไมโครเมตร ในแนวตั้ง ซึ่งมากกว่าที่เวลาการแช่กัก 1.5 ชั่วโมง ประมาณ 6 ไมโครเมตร แต่บริเวณด้านล่างของเมมเบรนยังคงเป็นช่องหนึ่งมิติเหมือนก่อนการแช่กักและที่เวลาการแช่กัก 1 และ 1.5 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.2 ก แสดงให้เห็น โครงสร้างบริเวณด้านบนของแผ่นเมมเบรนก่อนการแช่กัก ส่วนสีขาวที่เห็น คือ ผนังของช่องเมมเบรน และบริเวณพื้นที่ส่วนมืดเป็นช่องว่างของเมมเบรน รูปร่างของช่องส่วนใหญ่ค่อนข้างกลม บางช่องมีลักษณะตัน และความกว้างของช่องว่างประมาณ 231 นาโนเมตร โดยจุดเชื่อมต่อของการรวมช่องว่างพวกนี้จะนำไปสู่การสร้าง Nano-trilobes หลังจากการแช่กัก แต่ในบางบริเวณจะเห็นช่องว่างรวมกันในลักษณะคล้ายรูปสี่เหลี่ยม (ส่วนที่เห็นในกรอบสี่เหลี่ยมสีขาว) โดยจุดเชื่อมต่อของกลุ่มช่องว่างนี้เมื่อเกิดการแช่กักจะนำไปสู่การสร้างรูปแบบ Quaternary nano-lobes ได้ หลังการแช่กัก 1 ชั่วโมง ความกว้างของช่องว่างมีค่าประมาณ 260 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.2 ข กว้างกว่าก่อนการแช่กักประมาณ 29 นาโนเมตร แสดงว่าการสลายตัวของผนังช่องว่างของเมมเบรนบางส่วนเกิดขึ้นขณะเกิดปฏิกิริยาการแช่กัก ผนังบางส่วนยังเห็นว่าเกิดการสลายยังไม่สมบูรณ์ (ส่วนที่เห็นในกรอบสี่เหลี่ยมสีขาว) กล่าวได้ว่าที่เวลาการแช่กัก 1 ชั่วโมงนี้ไม่พบการสร้างตัวของ Nano-trilobes บริเวณพื้นผิวด้านบนของเมมเบรน ยังคงรักษาลักษณะของช่องหนึ่งมิติ เมื่อเพิ่มเวลาการแช่กักเป็น 1.5 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 4.2 ค จะเห็นแท่ง Nano-trilobes เกิดการหักพับเข้าหากันอย่างไม่เป็นระเบียบ ยังมีบางส่วนที่มีลักษณะไม่ชัดเจนและไม่เป็นรูปแบบ Nano-trilobes (ส่วนในกรอบสี่เหลี่ยมสีขาว) รวมตัวอยู่ซึ่งเกิดจากการแช่กักที่ไม่สมบูรณ์ และจะเห็นถึงลักษณะโค้ง (ส่วนมืดใน Trilobes แต่ละอัน) ส่วนขอบ (เส้นสว่างของ Trilobes แต่ละอัน) กล่าวได้ว่า ที่เวลาการแช่กักแบบกะ 1.5 ชั่วโมง เมมเบรนอะลูมินาบริเวณด้านบนจะเริ่มเกิดลักษณะเป็น Nano-trilobes ขึ้น และมีความกว้างของแท่ง Nano-trilobes ประมาณ 240 นาโนเมตร และเมื่อเพิ่มเวลาการแช่กักเป็น 2 ชั่วโมง Nano-trilobes แต่ละแท่งรวมตัวกันโดยเอาส่วนหัวมาประกอบกัน และเกิดแนวสันที่เชื่อมต่อ Nano-trilobes แต่ละแท่งเข้าด้วยกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.2 ง ลักษณะของแท่ง Nano-trilobes คล้ายที่เกิดในเวลาการแช่กัก 1.5 ชั่วโมง และที่แนวลาดเอียงถัดจากแนวสันเหล่านี้จะเห็นการเรียงตัวของ Nano-trilobes ที่เป็นระเบียบมากกว่าที่เวลาแช่กัก 1.5 ชั่วโมง แต่ไม่พบบางส่วนที่มีรูปร่างไม่ชัดเจนอยู่ แสดงให้เห็นว่า ที่เวลาการแช่กัก 2 ชั่วโมง เมมเบรนอะลูมินาบริเวณด้านบนจะเกิดลักษณะ Nano-trilobes สมบูรณ์ขึ้นกว่าที่เวลาในการแช่กัก 1.5 ชั่วโมง ความกว้างของแท่ง Nano-trilobes ประมาณ 192 นาโนเมตร (ความกว้างลดลง

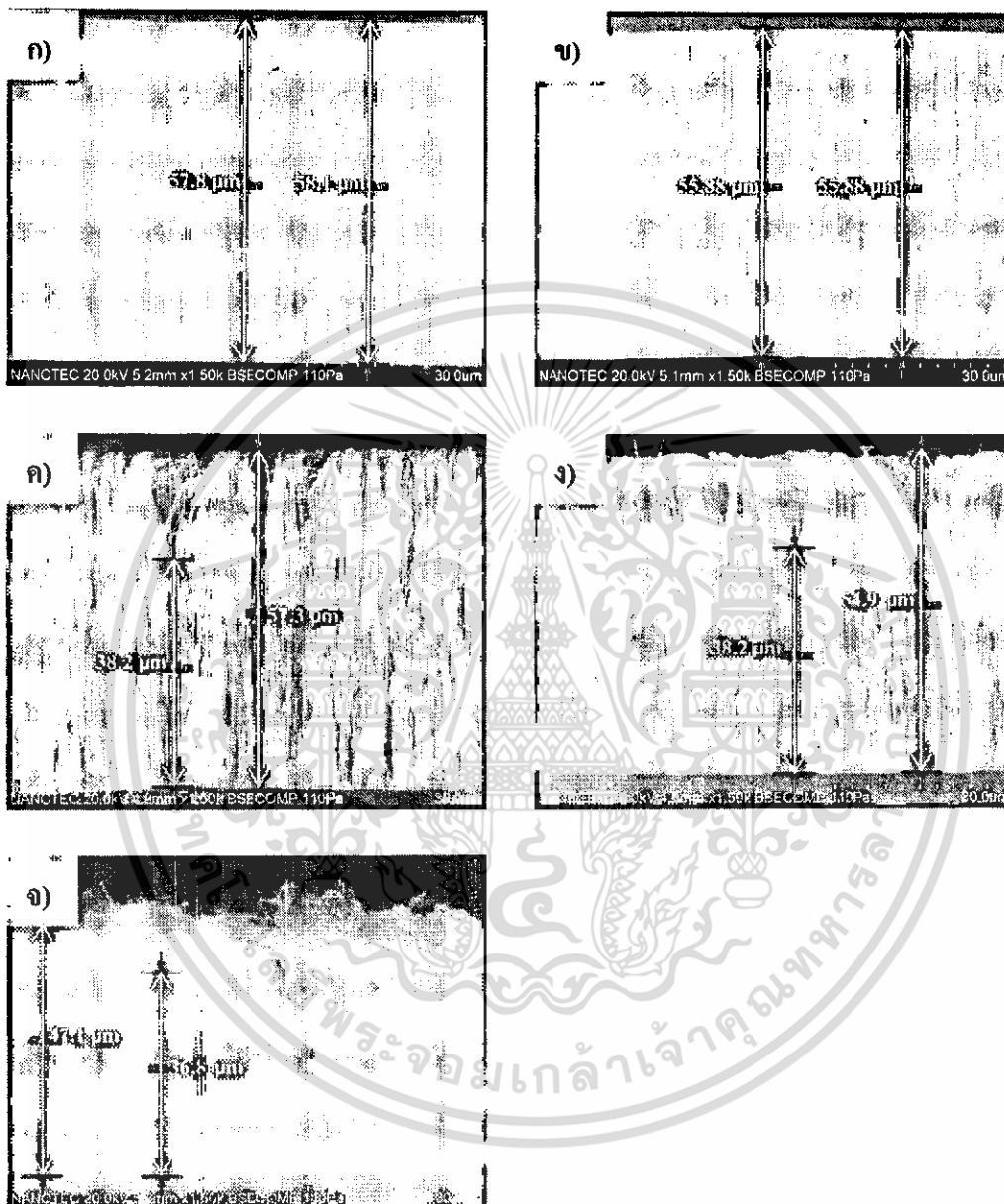
จากการแช่กัดที่ 1.5 ชั่วโมง ประมาณ 48 นาโนเมตร) และในบางส่วนยังคงเห็นเป็นลักษณะของช่องหนึ่งมิติอยู่

จากรูปที่ 4.3 ก แสดงให้เห็นโครงสร้างบริเวณด้านล่างของแผ่นเมมเบรนก่อนการแช่กัด เส้นสีขาวที่เห็นเป็นส่วนผนังของช่องเมมเบรน และบริเวณพื้นที่ส่วนมืดเป็นช่องว่างของเมมเบรน ช่องเหล่านี้มีรูปร่างไม่กลม มีลักษณะคล้ายร่างแห และความกว้างของช่องว่างประมาณ 139 นาโนเมตร มีขนาดเล็กกว่าช่องว่างบริเวณด้านบนของเมมเบรนมาก (ขนาดต่างกันประมาณ 92 นาโนเมตร) หลังการแช่กัด 1 ชั่วโมง ความกว้างของช่องว่างมีค่าประมาณ 301 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.3 ข จะเห็นว่ากว้างขึ้นจากก่อนการแช่กัดประมาณ 162 นาโนเมตร และผนังของช่องว่างมีความบางมากกว่าบริเวณด้านบนของเมมเบรน แสดงว่าเกิดการสลายตัวของผนังช่องว่างของเมมเบรนขึ้นมากขณะเกิดปฏิกิริยาการแช่กัด และที่เวลาการแช่กัด 1 ชั่วโมง นี้ไม่พบการสร้างตัวของ Nano-trilobes ที่บริเวณพื้นผิวด้านล่างของเมมเบรน ซึ่งยังคงรักษาลักษณะช่องหนึ่งมิติอยู่ เมื่อเพิ่มเวลาการแช่กัดเป็น 1.5 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 4.3 ค ความกว้างของช่องเมมเบรนมีค่าประมาณ 300 นาโนเมตร จะเห็นว่ามีความกว้างขึ้นจากช่องเมมเบรนก่อนการแช่กัดประมาณ 161 นาโนเมตร และขนาดกว้างขึ้นกว่าช่องว่างที่เวลาแช่กัด 1 ชั่วโมง เพียง 1 นาโนเมตร แสดงว่ามีการสลายตัวของผนังช่องว่างของเมมเบรนเกิดขึ้นน้อยมากระหว่างช่วงเวลาในการแช่กัด 1 และ 1.5 ชั่วโมง และที่เวลาการแช่กัด 1.5 ชั่วโมงนี้ ไม่พบการสร้างตัวของ Nano-trilobes ที่บริเวณพื้นผิวด้านล่างของเมมเบรน ยังคงรักษาลักษณะช่องหนึ่งมิติอยู่ เช่นเดียวกับก่อนการแช่กัดและที่เวลาการแช่กัด 1 ชั่วโมง และเมื่อเพิ่มเวลาการแช่กัดเป็น 2 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 4.3 ง ความกว้างของช่องเมมเบรนมีค่าประมาณ 365 นาโนเมตร จะเห็นว่ามีความกว้างขึ้นจากช่องเมมเบรนก่อนการแช่กัดประมาณ 226 นาโนเมตร และกว้างกว่าช่องว่างที่เวลาแช่กัด 1.5 ชั่วโมง ประมาณ 65 นาโนเมตร แสดงว่ามีการสลายตัวของผนังช่องว่างของแผ่นเมมเบรนเกิดขึ้นมากระหว่างช่วงเวลาในการแช่กัด 1.5 และ 2 ชั่วโมง และเวลาการแช่กัด 2 ชั่วโมงนี้ ไม่พบการสร้างตัวของ Nano-trilobes ที่บริเวณพื้นผิวด้านล่างของเมมเบรน ยังคงรักษาลักษณะของช่องหนึ่งมิติอยู่ เช่นเดียวกับก่อนการแช่กัด และที่เวลาการแช่กัด 1 และ 1.5 ชั่วโมง

4.2 ผลจากการทำปฏิกิริยาแช่กัดแบบกิ่งกะของเมมเบรนอะลูมินา

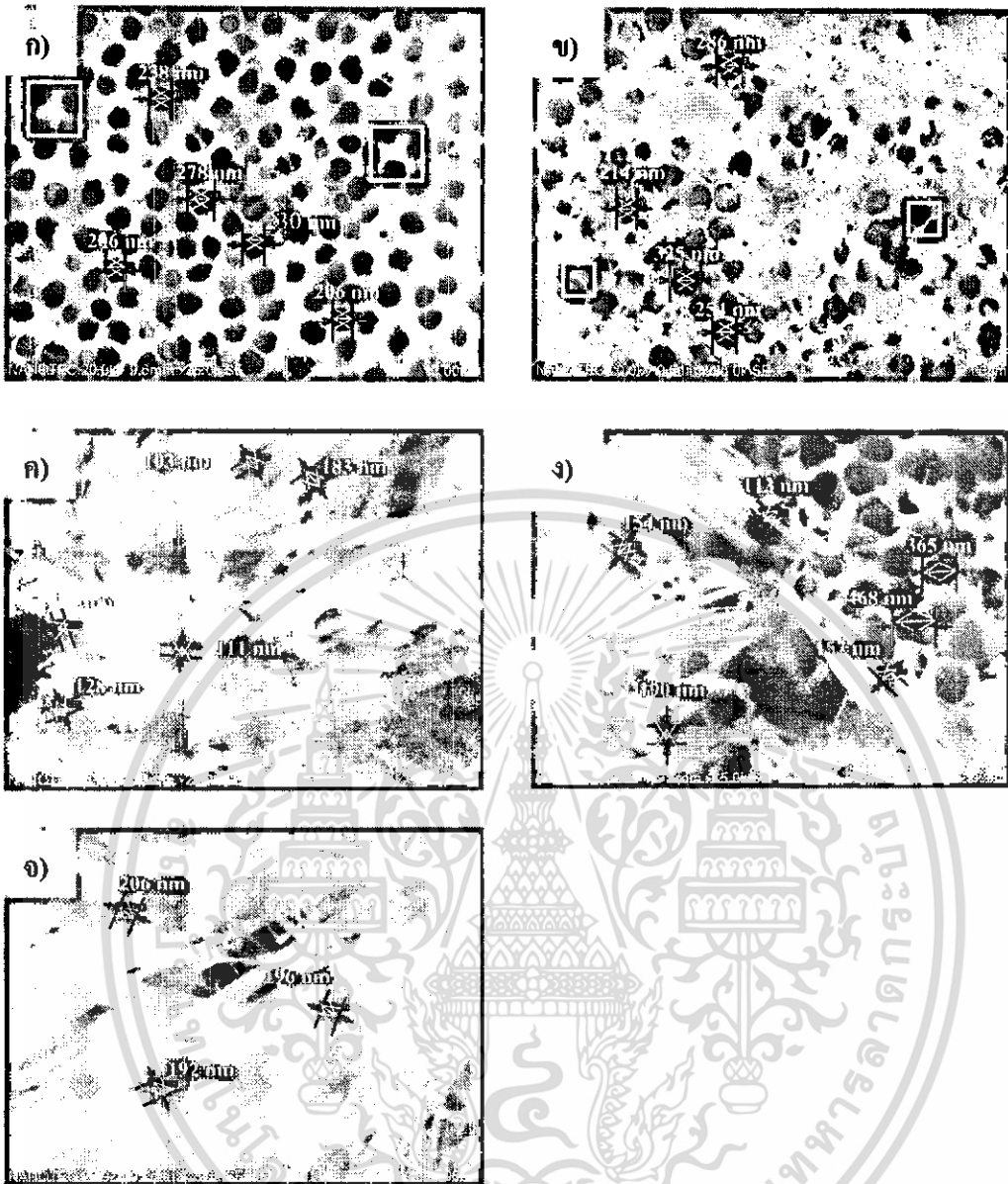
4.2.1 ผลของเวลาต่อการเกิดโครงสร้าง Nano-trilobes

ก. ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.04 โมล/ลิตร

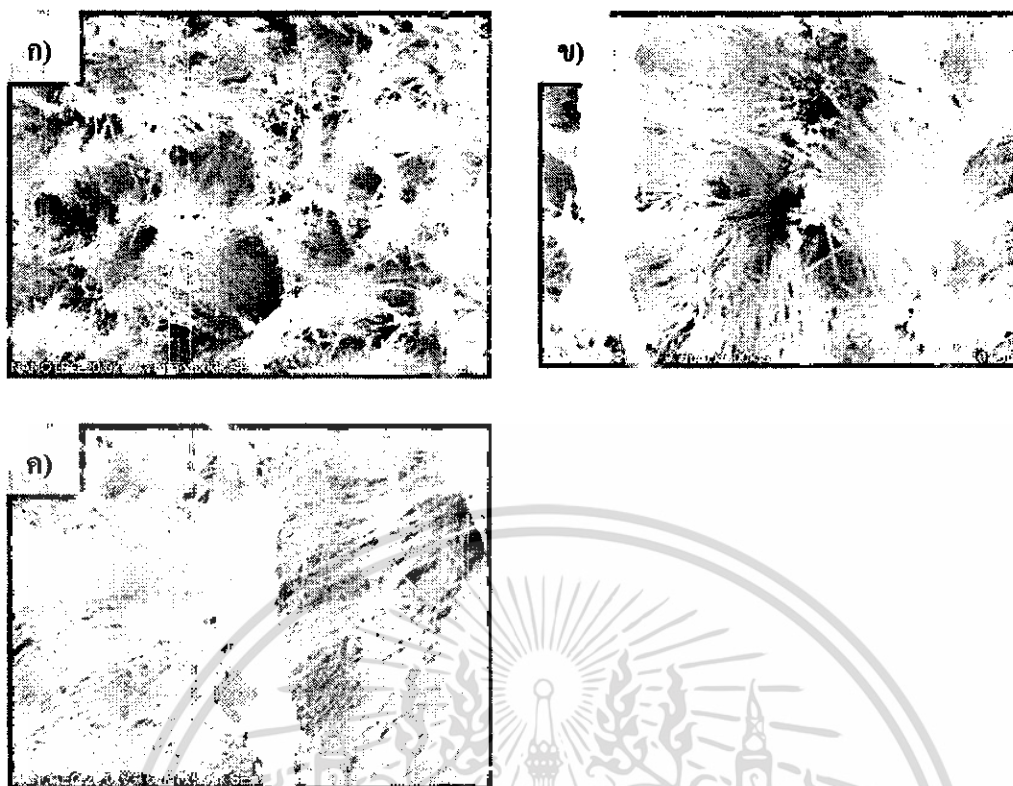


รูปที่ 4.4 ภาพตัดขวางด้านข้างของเมมเบรน ก) ก่อนการแช่กัด ข) หลังการแช่กัด 5 นาที ค) หลังการแช่กัด 10 นาที ง) หลังการแช่กัด 15 นาที จ) หลังการแช่กัด 20 นาที ที่กำลังขยาย 1,500 เท่า

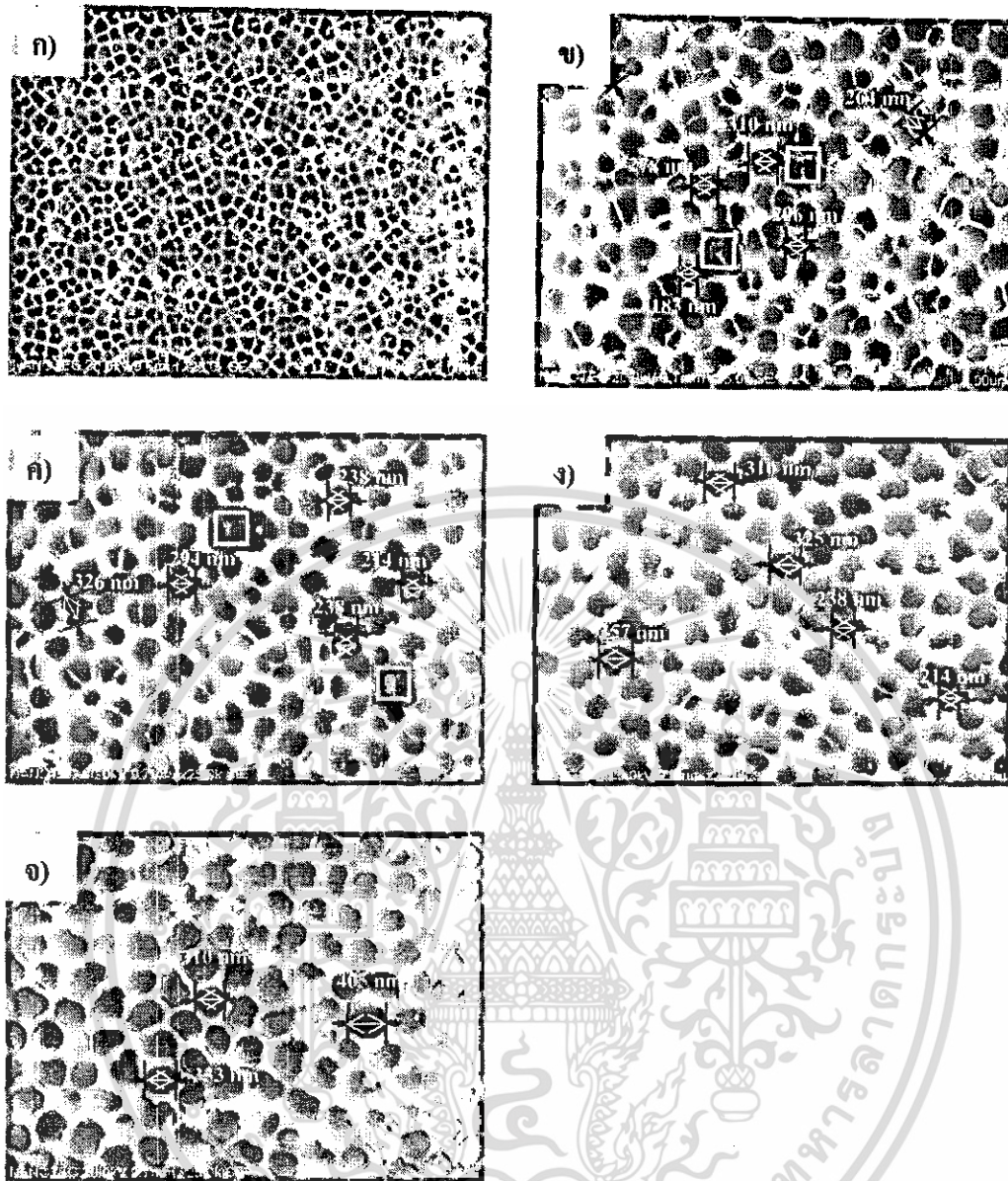
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.5 ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรน ก) ก่อนการแช่ก๊ัด ข) หลังการแช่ก๊ัด 5 นาที ค) หลังการแช่ก๊ัด 10 นาที ง) หลังการแช่ก๊ัด 15 นาที จ) หลังการแช่ก๊ัด 20 นาที ที่กำลังขยาย 25,000 เท่า



รูปที่ 4.6 ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรน ก) หลังการแช่ก๊ัด 10 นาที ข) หลังการแช่ก๊ัด 15 นาที ค) หลังการแช่ก๊ัด 20 นาที ที่กำลังขยาย 5,000 เท่า



รูปที่ 4.7 ภาพตัดขวางด้านล่างของเมมเบรน ก) ก่อนการแช่กัด ข) หลังการแช่กัด 5 นาที ค) หลังการแช่กัด 10 นาที ง) หลังการแช่กัด 15 นาที จ) หลังการแช่กัด 20 นาที ที่กำลังขยาย 25,000 เท่า

จากรูปที่ 4.4 ก แสดงให้เห็นโครงสร้างบริเวณด้านข้างของแผ่นเมมเบรนก่อนการแช่กัด เป็นช่องหนึ่งมิติ ความหนาของแผ่นเมมเบรนประมาณ 58 ไมโครเมตร และแสดงให้เห็นว่า พื้นผิวทั้งบริเวณด้านล่างและด้านบนของแผ่นเมมเบรนมีลักษณะเรียบคล้ายกัน หลังการแช่กัดแบบกึ่งกะด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.04 โมล/ลิตร เป็นเวลา 5 นาที ความหนาของเมมเบรนประมาณ 56 ไมโครเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.4 ข ความหนาลดลงจากก่อนทำการแช่กัดประมาณ 2 ไมโครเมตร แสดงว่ามีการสลายตัวของแผ่นเมมเบรนเกิดขึ้นน้อยมากในช่วงเวลาการแช่กัด 5 นาที และไม่มีการเปลี่ยนแปลงที่บริเวณด้านบนและด้านล่างของแผ่นเมมเบรนเกิดขึ้น คือ ยังคงรักษา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลักษณะที่เป็นช่องหนึ่งมิติอยู่ เมื่อเพิ่มเวลาในการแช่กักเป็น 10 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.4 ค พบว่า บริเวณด้านบนของแผ่นเมมเบรนแยกเป็นสองชั้นเนื่องมาจากชั้นบนของแผ่นเมมเบรนนั้นเริ่มเกิดการหักพับของคอลัมน์ในแนวตั้งของวัสดุอะลูมินาหรือแท่ง Nano-trilobes หลังจากการแช่กักเกิดคล้ายการแช่กักแบบกะ และจากความหนาเริ่มแรกของแผ่นเมมเบรน (58 ไมโครเมตร, รูปที่ 4.4 ก) ความหนาบริเวณที่เกิด Nano-trilobes ประมาณ 20 ไมโครเมตร ในแนวตั้ง แต่บริเวณด้านล่างของเมมเบรนยังคงเป็นช่องหนึ่งมิติเหมือนก่อนการแช่กัก ความหนาโดยรวมของเมมเบรนประมาณ 57 ไมโครเมตร ลดลงจากความหนาก่อนแช่กักประมาณ 1 ไมโครเมตรและมีความหนามากกว่าที่เวลาการแช่กัก 5 นาที ประมาณ 1 ไมโครเมตร ซึ่งกล่าวได้ว่า Nano-trilobes จะเกิดอยู่เฉพาะบริเวณส่วนบนของแผ่นเมมเบรนเท่านั้น เมื่อเพิ่มเวลาการแช่กักเป็น 15 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.4 ง บริเวณด้านบนของเมมเบรนมีความหนาของการเกิด Nano-trilobes ประมาณ 20 ไมโครเมตร ในแนวตั้ง แต่ด้านล่างของเมมเบรนยังคงเป็นช่องหนึ่งมิติเหมือนก่อนการแช่กัก ความหนาโดยรวมของแผ่นเมมเบรนประมาณ 55 ไมโครเมตร ลดลงจากความหนาก่อนแช่กักประมาณ 3 ไมโครเมตรและลดลงจากความหนาที่เวลาการแช่กัก 10 นาที ประมาณ 2 ไมโครเมตร ซึ่งการเกิด Nano-trilobes ยังคงอยู่เฉพาะบริเวณส่วนบนของแผ่นเมมเบรนเท่านั้น และเมื่อเพิ่มเวลาการแช่กักเป็น 20 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.4 จ พบว่าแท่ง Nano-trilobes บริเวณด้านบนของแผ่นเมมเบรนเกิดการหักพับล้มนอนมากกว่าที่เวลาการแช่กัก 15 นาที อย่างมาก และจากความหนาเริ่มแรกของแผ่นเมมเบรน (58 ไมโครเมตร, รูปที่ 4.4 ก) ความหนาบริเวณที่เกิด Nano-trilobes ประมาณ 21 ไมโครเมตร ในแนวตั้ง ความหนาของชั้น Nano-trilobes นี้มากกว่าที่เวลาการแช่กัก 15 นาที ประมาณ 1 ไมโครเมตร ด้านล่างของเมมเบรนมีลักษณะเป็นช่องหนึ่งมิติเหมือนก่อนการแช่กัก ความหนาโดยรวมของแผ่นเมมเบรนประมาณ 47 ไมโครเมตร ลดลงจากก่อนแช่กักประมาณ 11 ไมโครเมตร และลดลงจากที่เวลาการแช่กัก 15 นาที ประมาณ 8 ไมโครเมตร ซึ่ง Nano-trilobes ยังคงเกิดอยู่เฉพาะบริเวณส่วนบนของแผ่นเมมเบรนเท่านั้น

จากรูปที่ 4.5 ก แสดงให้เห็น โครงสร้างบริเวณด้านบนของแผ่นเมมเบรนก่อนการแช่กัก ส่วนสีขาวที่เห็นเป็นส่วนผนังของช่องเมมเบรนและบริเวณพื้นที่ส่วนมีดนั้นเป็นช่องว่างของเมมเบรน ส่วนใหญ่รูปร่างของช่องว่างจะค่อนข้างกลม บางช่องเกิดการตัน ความกว้างของช่องเมมเบรนประมาณ 231 นาโนเมตร โดยจุดเชื่อมต่อของการรวมช่องว่างเหล่านี้จะนำไปสู่การสร้าง Nano-trilobes หลังจากการแช่กัก แต่ในบางบริเวณจะเห็นช่องว่างรวมกันในลักษณะคล้ายรูปสี่เหลี่ยม (ส่วนที่เห็นในกรอบสี่เหลี่ยมสีขาว) โดยจุดเชื่อมต่อของกลุ่มสี่ช่องว่างนี้เมื่อเกิดการแช่กักจะนำไปสู่การสร้างรูปแบบ Quaternary nano-lobes ได้ หลังการแช่กักแบบกึ่งกะด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.04 โมล/ลิตร เป็นเวลา 5 นาที บริเวณด้านบนยังคงรักษาลักษณะช่องหนึ่งมิติ รูปร่างของช่องว่างค่อนข้างกลมคล้ายด้านบนของแผ่นเมมเบรนอะลูมินาก่อนการแช่กักแต่พบสิ่งอุดตันที่ผิวหน้าสันนิษฐานว่าเป็นเนื้อสารของวัสดุอะลูมินาที่ถูกแช่กักที่ผิวหน้าไม่สมบูรณ์ดัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

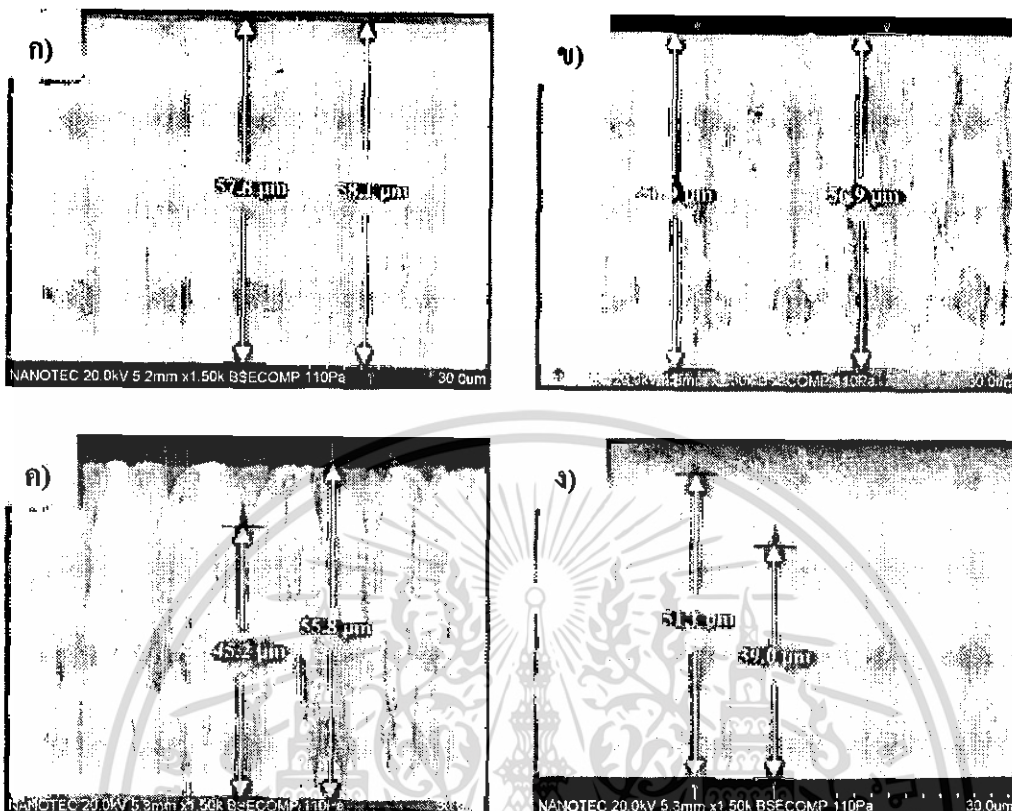
แสดงในรูปที่ 4.5 ข ความกว้างของช่องเมมเบรนประมาณ 270 นาโนเมตร กว้างขึ้นจากขนาดของช่องเมมเบรนก่อนการแช่กัดประมาณ 39 นาโนเมตร แสดงว่ามีการสลายตัวของผนังช่องว่างของเมมเบรนเกิดขึ้นที่เวลาการแช่กัด 5 นาที และพบว่าผนังบางส่วนยังเกิดการสลายยังไม่สมบูรณ์ (ส่วนที่เห็นในกรอบสี่เหลี่ยมสีขาว) แต่ไม่พบการสร้างตัวของ Nano-trilobes ที่บริเวณพื้นผิวด้านบนของแผ่นเมมเบรน ซึ่งโครงสร้างที่ได้นี้ไม่เหมาะสมกับการนำไปใช้งานเนื่องจากมีสิ่งอุดตันช่องของแผ่นเมมเบรน เมื่อเพิ่มเวลาในการแช่กัดเป็น 10 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.5 ค และ 4.6 ก พบว่า เกิดการสร้างตัวของแท่ง Nano-trilobes หักพับรวมตัวโดยเอาส่วนหัวมาประกอบกัน และเกิดแนวสันที่เชื่อมต่อกับ Nano-trilobes แต่ละแท่ง ที่แนวลาดเอียงถัดจากแนวสันเหล่านี้จะเห็นการเรียงตัวของแท่ง Nano-trilobes บางบริเวณยังคงเห็นเป็นลักษณะของช่องหนึ่งมิติอยู่ ความกว้างของแท่ง Nano-trilobes ประมาณ 121 นาโนเมตร ซึ่งอาจกล่าวได้ว่า ที่เวลาการแช่กัดแบบกึ่งกะ 10 นาที นี้ เมมเบรนอะลูมินาบริเวณด้านบนจะเริ่มเกิดเป็น Nano-trilobes ขึ้น เมื่อเพิ่มเวลาการแช่กัดเป็น 15 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.5 ง และ 4.6 ข พบว่าเกิดแนวสันที่เชื่อมต่อกับ Nano-trilobes แต่ละแท่งเข้าด้วยกันที่มีลักษณะเด่นกว่าการแช่กัด 5 นาทีเล็กน้อย ที่แนวลาดเอียงถัดจากแนวสันเหล่านี้จะเห็นการเรียงตัวของแท่ง Nano-trilobes และบางบริเวณยังคงเห็นเป็นลักษณะของช่องหนึ่งมิติอยู่ เช่นเดียวกับการแช่กัดที่เวลา 10 นาที ช่องว่างนี้มีความกว้างประมาณ 416.5 นาโนเมตร ขนาดกว้างกว่าจากก่อนการแช่กัดประมาณ 185.5 นาโนเมตร และกว้างกว่าที่เวลาการแช่กัด 5 นาที ประมาณ 146.5 นาโนเมตร ความกว้างของแท่ง Nano-trilobes ประมาณ 153.5 นาโนเมตร (มีขนาดกว้างกว่าที่เวลาการแช่กัด 10 นาที ประมาณ 32 นาโนเมตร) และเมื่อเพิ่มเวลาการแช่กัดเป็น 20 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.5 จ และ 4.6 ค จะเกิดแนวสันที่เชื่อมต่อกับ Nano-trilobes แต่ละแท่งเข้าด้วยกันที่หนาและตันกว่าเมมเบรนที่เวลาแช่กัด 15 นาที แนวลาดเอียงถัดจากแนวสันเหล่านี้จะเห็นการเรียงตัวของ Nano-trilobes แต่ไม่พบเห็นลักษณะของช่องหนึ่งมิติเนื่องจากแท่ง Nano-trilobes ปิดทับ และความกว้างของแท่ง Nano-trilobes ประมาณ 198 นาโนเมตร (มีขนาดกว้างกว่าที่เวลาการแช่กัด 15 นาที ประมาณ 44.5 นาโนเมตร)

จากรูปที่ 4.7 ก แสดงให้เห็น โครงสร้างบริเวณด้านล่างของแผ่นเมมเบรนก่อนการแช่กัด ซึ่งเส้นที่เห็นเป็นสีขาวจะเป็นส่วนผนังของช่องเมมเบรน และบริเวณพื้นที่ส่วนมืดเป็นช่องว่างของเมมเบรน ช่องว่างเหล่านี้มีรูปร่างไม่กลม ลักษณะคล้ายร่างแห ความกว้างของช่องว่างประมาณ 139 นาโนเมตร มีขนาดเล็กกว่าช่องว่างบริเวณด้านบนของเมมเบรนมาก (ขนาดต่างกันประมาณ 92 นาโนเมตร) หลังการแช่กัดแบบกึ่งกะด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.04 โมล/ลิตร เป็นเวลา 5 นาที โครงสร้างบริเวณด้านล่างของแผ่นเมมเบรนยังคงรักษาลักษณะช่องหนึ่งมิติไม่พบการสร้างตัวของ Nano-trilobes รูปร่างของช่องว่างไม่กลม คล้ายร่างแหเช่นเดียวกับเมมเบรนบริเวณด้านล่างก่อนการแช่กัดดังแสดงในรูปที่ 4.7 ข ความกว้างของช่องว่างประมาณ 248 นาโนเมตร ขนาดกว้างขึ้นจากช่องว่างก่อนการแช่กัดประมาณ 109 นาโนเมตร แสดงว่ามีการสลายตัวของผนังช่องว่างของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

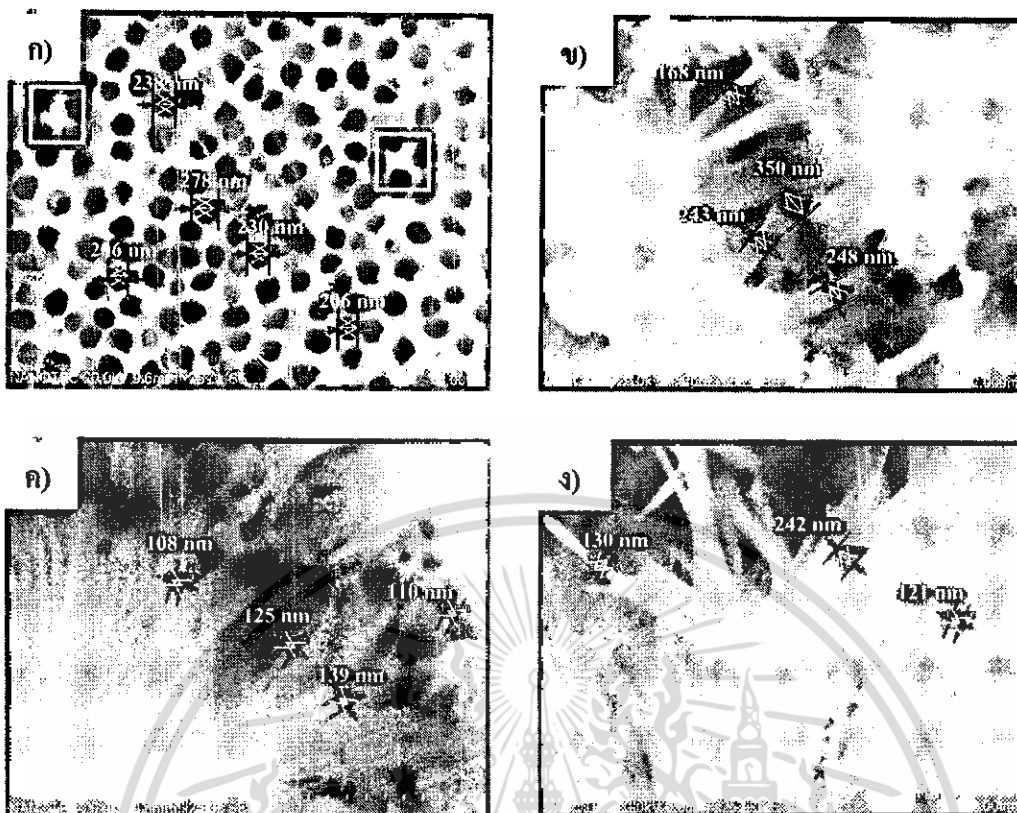
เมมเบรนเกิดขึ้นมากขณะเกิดปฏิกิริยาการแช่กักที่เวลาการแช่กัก 5 นาที ขณะที่ผนังบางส่วนยังเห็นว่าเกิดการสลายยังไม่สมบูรณ์ (ส่วนที่เห็นในกรอบสี่เหลี่ยมสีขาว) เมื่อเพิ่มเวลาการแช่กักเป็น 10 นาที โครงสร้างบริเวณด้านล่างยังคงรักษาลักษณะช่องหนึ่งมิติ รูปร่างของช่องว่างกลมขึ้นกว่าก่อนการแช่กัก ดังแสดงในรูปที่ 4.7 ค ความกว้างของช่องว่างประมาณ 262 นาโนเมตร ขนาดกว้างขึ้นจากช่องว่างก่อนการแช่กักประมาณ 123 นาโนเมตรและที่เวลาการแช่กัก 5 นาที ประมาณ 14 นาโนเมตร แสดงว่ามีการสลายตัวของผนังช่องว่างของแผ่นเมมเบรนเกิดขึ้นน้อยระหว่างช่วงเวลาในการแช่กัก 5 และ 10 นาที และยังพบผนังของช่องว่างบางส่วนเกิดการสลายยังไม่สมบูรณ์ (ส่วนที่เห็นในกรอบสี่เหลี่ยมสีขาว) หลังการแช่กัก 15 นาที ดังรูปที่ 4.7 ง แสดงให้เห็น โครงสร้างบริเวณด้านล่างของแผ่นเมมเบรนที่ยังคงรักษาลักษณะช่องหนึ่งมิติไม่พบการสร้างตัวของ Nano-trilobes รูปร่างของช่องว่างกลมขึ้นกว่าการแช่กัก 10 นาที ความกว้างของช่องว่างประมาณ 289 นาโนเมตร ขนาดกว้างขึ้นจากขนาดของช่องเมมเบรนด้านล่างก่อนการแช่กักประมาณ 150 นาโนเมตรและที่เวลาการแช่กัก 10 นาที ประมาณ 27 นาโนเมตร แสดงว่ามีการสลายตัวของผนังช่องว่างของแผ่นเมมเบรนเกิดขึ้นระหว่างช่วงเวลาในการแช่กัก 10 และ 15 นาที แต่ยังคงมีผนังบางส่วนเกิดการสลายไม่สมบูรณ์ (ส่วนที่เห็นในกรอบสี่เหลี่ยมสีขาว) ที่เวลาการแช่กัก 15 นาทีนี้ เมื่อเพิ่มเวลาการแช่กักเป็น 20 นาที โครงสร้างบริเวณด้านล่างยังคงรักษาลักษณะช่องหนึ่งมิติไม่พบการสร้างตัวของ Nano-trilobes เกิดขึ้นแต่รูปร่างของช่องว่างกลมขึ้นกว่าการแช่กัก 15 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.7 จ ความกว้างของช่องว่างประมาณ 349 นาโนเมตร ขนาดกว้างขึ้นจากช่องว่างบริเวณด้านล่างก่อนการแช่กักประมาณ 210 นาโนเมตรและที่เวลาการแช่กัก 15 นาที ประมาณ 60 นาโนเมตร แสดงว่ามีการสลายตัวของผนังช่องว่างของแผ่นเมมเบรนเกิดขึ้นมากระหว่างช่วงเวลาในการแช่กัก 15 และ 20 นาที และไม่พบผนังที่เกิดการสลายยังไม่สมบูรณ์

ข. ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.02 โมล/ลิตร



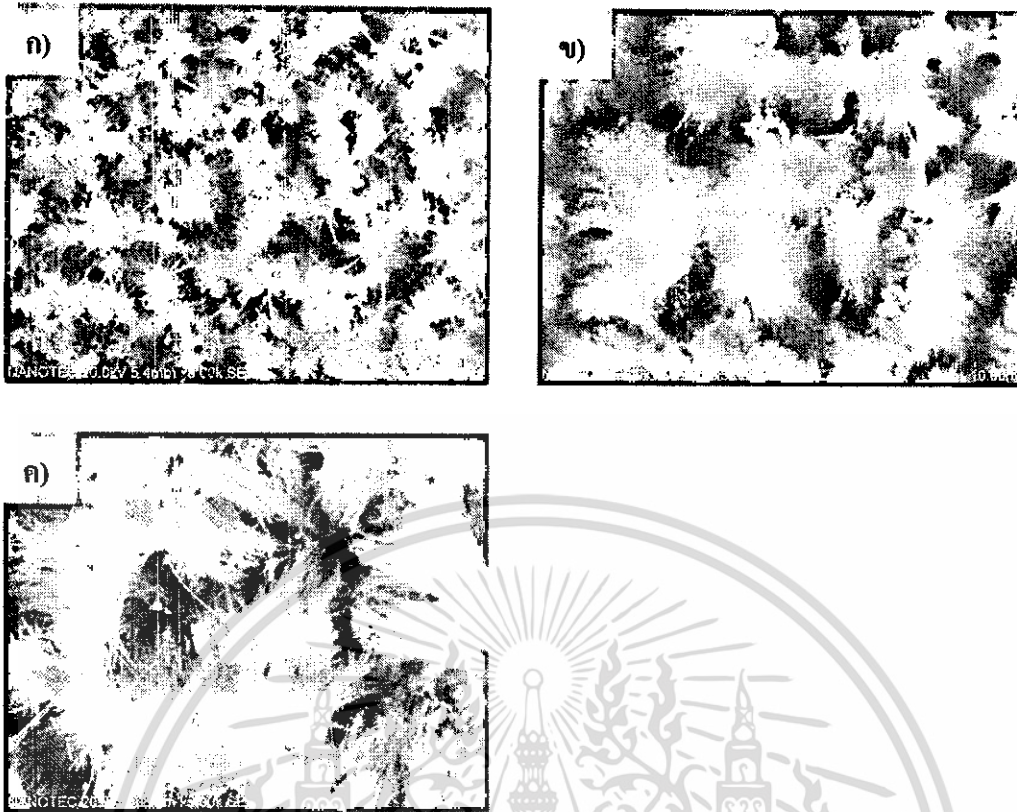
รูปที่ 4.8 ภาพตัดขวางด้านข้างของเมมเบรน ก) ก่อนการแช่กัต ข) หลังการแช่กัต 10 นาที ค) หลังการแช่กัต 15 นาที ง) หลังการแช่กัต 20 นาที ที่กำลังขยาย 1,500 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



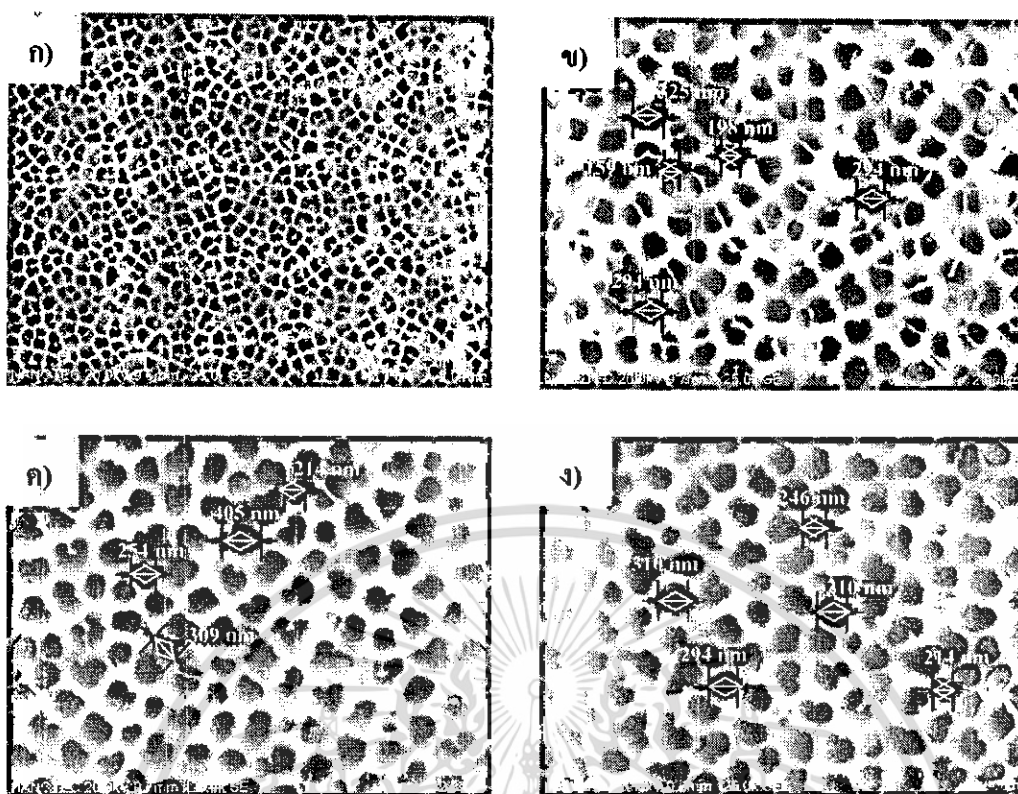
รูปที่ 4.9 ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรน ก) ก่อนการแช่ก๊ัด ข) หลังการแช่ก๊ัด 10 นาที ค) หลังการแช่ก๊ัด 15 นาที ง) หลังการแช่ก๊ัด 20 นาที ที่กำลังขยาย 25,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.10 ภาพตัดขวางด้านบนของเมมเบรน ก) หลังการแช่ก๊ัด 10 นาที ข) หลังการแช่ก๊ัด 15 นาที ค) หลังการแช่ก๊ัด 20 นาที ที่กำลังขยาย 5,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.11 ภาพตัดขวางด้านต่างของเมมเบรน ก) ก่อนการแช่ก๊าด ข) หลังการแช่ก๊าด 10 นาที ค) หลังการแช่ก๊าด 15 นาที ง) หลังการแช่ก๊าด 20 นาที ที่กำลังขยาย 25,000 เท่า

จากรูปที่ 4.8 ก) แสดงให้เห็นโครงสร้างบริเวณด้านข้างของแผ่นเมมเบรนก่อนการแช่ก๊าดเป็นช่องหนึ่งมิติ ความหนาของแผ่นเมมเบรนประมาณ 58 ไมโครเมตร และพื้นผิวทั้งบริเวณด้านข้างและด้านบนของแผ่นเมมเบรนมีลักษณะเรียบคล้ายกัน หลังการแช่ก๊าดแบบกึ่งกะด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.02 โมล/ลิตร เป็นเวลา 10 นาที แผ่นเมมเบรนมีความหนาประมาณ 57 ไมโครเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.8 ข ความหนาลดลงจากก่อนทำการแช่ก๊าดประมาณ 1 ไมโครเมตร แสดงว่ามีการสลายตัวของเมมเบรนเกิดขึ้นน้อยมากในช่วงเวลาการแช่ก๊าด 10 นาที และพบว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงที่บริเวณด้านบนและด้านล่างของแผ่นเมมเบรนเกิดขึ้น คือยังคงลักษณะที่เป็นช่องหนึ่งมิติอยู่ เมื่อเพิ่มเวลาในการแช่ก๊าดเป็น 15 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.8 ค พบว่าบริเวณด้านบนของแผ่นเมมเบรนแยกเป็นสองชั้นเนื่องจากแท่ง Nano-trilobes เกิดการหักพับหลังจากการแช่ก๊าด ความหนาโดยรวมของแผ่นเมมเบรนประมาณ 56 ไมโครเมตร ความหนาลดลงจากก่อนแช่ก๊าดประมาณ 2 ไมโครเมตร และลดลงจากที่เวลาการแช่ก๊าด 10 นาที ประมาณ 1 ไมโครเมตร จากความหนาเริ่มแรกของแผ่นเมมเบรน (58 ไมโครเมตร, รูปที่ 4.8 ก) บริเวณการเกิด Nano-trilobes มีความหนาประมาณ 13 ไมโครเมตร ในแนวตั้งน้อยกว่าแผ่นเมมเบรนในการแช่ก๊าดที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.04 โมล/ลิตร ที่เวลาการแช่ก๊าดเท่ากันประมาณ 7 ไมโครเมตร บริเวณด้านล่างยังคงเห็นเป็นช่องหนึ่งมิติเหมือนก่อนการแช่ก๊าด และเมื่อเพิ่มเวลาการแช่ก๊าดเป็น 20 นาที ดัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แสดงในรูปที่ 4.8 ง พบว่าแท่ง Nano-trilobes เกิดการหักพับล้มนอนมากกว่าการแช่กักที่ 15 นาที ความหนาโดยรวมของแผ่นเมมเบรนประมาณ 51 ไมโครเมตร ลดลงจากก่อนแช่กักประมาณ 7 ไมโครเมตร และลดลงจากที่เวลาการแช่กัก 15 นาที ประมาณ 5 ไมโครเมตร จากความหนาเริ่มแรก ของแผ่นเมมเบรน (58 ไมโครเมตร, รูปที่ 4.8 ก) ความหนาของบริเวณที่เกิด Nano-trilobes ประมาณ 19 ไมโครเมตร ในแนวตั้งมากกว่าแผ่นเมมเบรนแช่กักที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.04 โมล/ลิตร ที่เวลาการแช่กักเท่ากันประมาณ 2 ไมโครเมตร แต่บริเวณด้านล่าง ยังคงเห็นเป็นช่องหนึ่งมิติเหมือนก่อนการแช่กัก ซึ่งกล่าวได้ว่า Nano-trilobes จะเกิดอยู่เฉพาะ บริเวณส่วนบนของเมมเบรนเท่านั้น

จากรูปที่ 4.9 ก แสดงให้เห็น โครงสร้างบริเวณด้านบนของแผ่นเมมเบรนก่อนการแช่กัก ซึ่ง ส่วนที่เห็นเป็นสีขาวจะเป็นส่วนผนังของช่องเมมเบรน และบริเวณพื้นที่ส่วนมืดเป็นช่องว่างของ เมมเบรน รูปร่างของช่องว่างส่วนใหญ่ค่อนข้างกลม บางช่องเกิดการตัน ความกว้างของช่องว่าง ประมาณ 231 นาโนเมตร โดยจุดเชื่อมต่อของการรวมช่องว่างเหล่านี้จะนำไปสู่การสร้างตัวของ แท่ง Nano-trilobes หลังจากการแช่กัก แต่ในบางบริเวณจะเห็นช่องว่างรวมกันในลักษณะคล้ายรูป สี่เหลี่ยม (ส่วนที่เห็นในกรอบสี่เหลี่ยมสีขาว) โดยจุดเชื่อมต่อของกลุ่มสี่ช่องนี้เมื่อเกิดการแช่กักจะ นำไปสู่การสร้างรูปแบบ Quaternary nano-lobes ได้ หลังการแช่กักแบบกึ่งกะด้วยสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.02 โมล/ลิตร เป็นเวลา 10 นาที ดังแสดงในรูป 4.9 ข และ 4.10 ก พบว่า เริ่ม เกิดโครงสร้างของ Nano-trilobes รวมตัวกันโดยเอาส่วนหัวมาประกอบกันเป็นแนวสัน ซึ่งบาง บริเวณยังไม่พบเห็นการแยกเป็นแนวสัน และแนวสันนี้มีความหนาและตันกว่าแผ่นเมมเบรนใน การแช่กักที่ความเข้มข้น 0.04 โมล/ลิตร ที่เวลาการแช่กักเท่ากัน แนวลาดเอียงถัดจากแนวสันเหล่านี้ จะเห็นการเรียงตัวของแท่ง Nano-trilobes และในบางบริเวณยังคงเห็นเป็นลักษณะของช่องหนึ่งมิติ อยู่ ความกว้างของแท่ง Nano-trilobes ประมาณ 252 นาโนเมตร (ขนาดกว้างกว่าเมมเบรนแช่กักที่ ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.04 โมล/ลิตร ที่เวลาการแช่กักเท่ากันประมาณ 131 นาโน เมตร) เมื่อเพิ่มเวลาการแช่กักเป็น 15 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.9 ค และ 4.10 ข จะเห็น Nano-trilobes รวมตัวกันโดยเอาส่วนหัวมาประกอบกันเป็นแนวสันที่เชื่อมต่อ Nano-trilobes แต่ละแท่งชัดเจนกว่า การแช่กักที่ 10 นาที และแนวสันนี้มีความหนาและตันกว่าเมมเบรนแช่กักที่ความเข้มข้น 0.04 โมล/ลิตร ที่เวลาการแช่กักเท่ากัน แนวลาดเอียงถัดจากแนวสันเหล่านี้จะเห็นการเรียงตัวของ Nano-trilobes และในบางบริเวณยังคงเห็นเป็นลักษณะของช่องหนึ่งมิติอยู่ ความกว้างของแท่ง Nano-trilobes ประมาณ 120.5 นาโนเมตร (ความกว้างน้อยกว่าเมมเบรนแช่กักที่ความเข้มข้น 0.04 โมล/ลิตร เวลาการแช่กักเดียวกันประมาณ 33 นาโนเมตร) และเมื่อเพิ่มเวลาการแช่กักเป็น 20 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.9 ง และ 4.10 ค แท่ง Nano-trilobes รวมตัวกันโดยเอาส่วนหัวมาประกอบกันเป็น แนวสันที่เชื่อมต่อ Nano-trilobes แต่ละแท่งชัดเจนกว่าที่ 10 นาทีมากขึ้น แต่แนวสันนี้ไม่ตัน เหมือนแผ่นเมมเบรนในการแช่กักที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.04 โมล/ลิตร ที่เวลา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การแช่กัดเท่ากัน แนวลาดเอียงถัดจากแนวสันเหล่านี้จะเห็นการเรียงตัวของ Nano-trilobes ในบางบริเวณยังคงเห็นเป็นลักษณะของช่องหนึ่งมิติอยู่ และความกว้างของแท่ง Nano-trilobes ประมาณ 164 นาโนเมตร (ขนาดกว้างมากกว่าเมมเบรนแช่กัดที่ความเข้มข้น 0.04 โมล/ลิตร เวลาการแช่กัดเท่ากันประมาณ 44 นาโนเมตร)

จากรูปที่ 4.11 ก แสดงให้เห็นโครงสร้างบริเวณด้านล่างของแผ่นเมมเบรนก่อนการแช่กัด ซึ่งเส้นที่เห็นเป็นสีขาวจะเป็นส่วนผนังของช่องเมมเบรน และบริเวณพื้นที่ส่วนมืดเป็นช่องว่างของเมมเบรน ช่องว่างเหล่านี้มีรูปร่างไม่กลม ลักษณะคล้ายร่างแห ความกว้างของช่องเมมเบรนเฉลี่ยประมาณ 139 นาโนเมตร มีขนาดเล็กกว่าช่องว่างบริเวณด้านบนของเมมเบรนมาก (ขนาดต่างกันประมาณ 92 นาโนเมตร) หลังการแช่กัดแบบกึ่งกะเป็นด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.02 โมล/ลิตร เป็นเวลา 10 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.11 ข เมมเบรนยังคงลักษณะช่องหนึ่งมิติไม่พบการสร้างตัวของ Nano-trilobes รูปร่างของช่องว่างกลมขึ้นกว่าก่อนการแช่กัด ความกว้างของช่องว่างประมาณ 254 นาโนเมตร ขนาดกว้างขึ้นจากช่องว่างบริเวณด้านล่างก่อนการแช่กัดประมาณ 115 นาโนเมตร แสดงว่ามีการสลายตัวของผนังช่องว่างของเมมเบรนเกิดขึ้นที่เวลาการแช่กัด 10 นาที แต่ความกว้างของช่องว่างน้อยกว่าที่เวลาการแช่กัดเท่ากันที่ใช้ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.04 โมล/ลิตร ประมาณ 8 ไมโครเมตร และยังพบผนังที่เกิดการสลายยังไม่สมบูรณ์ (กรอบสี่เหลี่ยมสีขาว) เมื่อเพิ่มเวลาการแช่กัดเป็น 15 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.11 ค เมมเบรนยังคงลักษณะช่องหนึ่งมิติไม่พบการสร้างตัวของ Nano-trilobes เกิดขึ้น (ในกรอบสี่เหลี่ยมสีขาว) รูปร่างของช่องว่างกลมขึ้นกว่าที่แช่กัด 10 นาที ความกว้างของช่องเมมเบรนเฉลี่ยประมาณ 259 นาโนเมตร ขนาดกว้างขึ้นจากช่องว่างบริเวณด้านล่างก่อนการแช่กัดประมาณ 28 นาโนเมตร และขนาดกว้างขึ้นจากการแช่กัด 10 นาที ประมาณ 5 นาโนเมตร ช่องขนาดใหญ่ที่พบนี้เกิดจากการสลายตัวของผนังช่องว่างของเมมเบรนบางส่วนที่พบในภาพการแช่กัด 10 นาที แต่ความกว้างของช่องว่างน้อยกว่าที่เวลาการแช่กัดเท่ากันที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.04 โมล/ลิตร ประมาณ 30 นาโนเมตร และเมื่อเพิ่มเวลาการแช่กัดเป็น 20 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.11 ง ยังไม่พบการสร้างตัวของ Nano-trilobes ที่บริเวณพื้นผิวด้านล่างของแผ่นเมมเบรนเช่นเดียวกัน รูปร่างของช่องกลมขึ้นกว่าที่แช่กัด 15 นาที ความกว้างของช่องเมมเบรนเฉลี่ยประมาณ 275 นาโนเมตร ขนาดกว้างขึ้นจากช่องว่างบริเวณด้านล่างที่แช่กัด 10 นาที ประมาณ 21 นาโนเมตร และกว้างขึ้นจากการแช่กัด 15 นาที ประมาณ 16 นาโนเมตร ไม่พบผนังที่เกิดการสลายยังไม่สมบูรณ์ ช่องขนาดใหญ่ที่พบนี้เกิดจากการสลายตัวของผนังช่องว่างของเมมเบรนส่วนที่พบในภาพการแช่กัด 15 นาที แต่ความกว้างของช่องว่างน้อยกว่าที่เวลาการแช่กัดเท่ากันที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.04 โมล/ลิตร ประมาณ 74 นาโนเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.2 ผลของความเข้มข้นต่อการเกิดโครงสร้าง Nano-trilobes

จากการแช่กัดแบบกึ่งกะเมื่อเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์จาก 0.04 เป็น 0.02 โมล/ลิตร พบว่าที่เวลาในการแช่กัดเท่ากันเมื่อใช้ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.04 โมล/ลิตร โครงสร้างของเมมเบรนอะลูมินาจะเกิดการเปลี่ยนแปลงไปมากกว่าการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.02 โมล/ลิตร ดังตัวอย่างในรูปที่ 4.5 ค กับรูปที่ 4.9 ข ทั้งสองรูปใช้เวลาในการแช่กัดเท่ากัน แต่ในรูปที่ 4.5 ค ที่ใช้ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.04 โมลต่อลิตร จะได้โครงสร้างอะลูมินารูปแบบ Nano-Trilobes เกิดเป็นแท่งที่สมบูรณ์กว่าในรูปที่ 4.9 ข ที่ใช้ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.02 โมล/ลิตร ดังนั้นกล่าวได้ว่าเมื่อใช้ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์มากขึ้นในการแช่กัดจะเกิดเป็นโครงสร้างอะลูมินารูปแบบ Nano-Trilobes ได้เร็วขึ้น

4.3 เปรียบเทียบวิธีการแช่กัดแบบกะกับการแช่กัดแบบกึ่งกะ

โครงสร้างอะลูมินารูปแบบ Nano-Trilobes ที่ได้จากการแช่กัดแบบกึ่งกะโดยทั่วไปจะคล้ายกับโครงสร้างอะลูมินารูปแบบ Nano-Trilobes ที่ได้จากการแช่กัดแบบกะ แต่ในการทดลองแช่กัดแบบกะโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.04 โมล/ลิตร โครงสร้างอะลูมินารูปแบบ Nano-Trilobes จะเริ่มเกิดขึ้น โดยใช้เวลาในการแช่กัดประมาณ 1.5 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 4.2 ค ซึ่งการแช่กัดแบบกึ่งกะใช้เวลาเพียง 10 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.5 ค และ 4.6 ก ซึ่งจะพบว่าใช้เวลาในการเกิดโครงสร้างเป็น Nano-Trilobes น้อยกว่าแบบกะถึง 9 เท่า

4.4 พื้นที่ผิวจำเพาะของเมมเบรนอะลูมินาจากการทำปฏิกิริยาแช่กัดแบบกึ่งกะ

จากผลการทดลองการทำปฏิกิริยาแช่กัดแบบกึ่งกะของเมมเบรนอะลูมินาที่ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.04 โมล/ลิตร ณ เวลาต่างๆ สามารถสรุปโครงสร้างของอะลูมินาเมมเบรนที่ได้ 3 รูปแบบ คือ

แบบที่ 1 โครงสร้างที่เป็นช่องของเมมเบรนก่อนการแช่กัดซึ่งเป็นช่อง 1 มิติ

แบบที่ 2 โครงสร้างที่เป็น Nano-trilobes โดยแท่ง Nano-trilobes จะมีขนาดใหญ่เรียงรวมตัวกันโดยเอาส่วนหัวมาประกอบกัน และเกิดแนวสันที่เชื่อมต่อแต่ละแท่ง (จากการแช่กัดแบบกึ่งกะ 10 นาที)

แบบที่ 3 โครงสร้างที่เป็น Nano-trilobes โดยแท่ง Nano-trilobes จะมีลักษณะเป็นเส้นฝอยเล็กๆ ที่รวมตัวกันโดยเอาส่วนหัวมาประกอบกันเกิดแนวสันที่เชื่อมต่อแต่ละแท่ง และที่แนวลาดเฉียงถัดจากแนวสันจะเห็นการเรียงตัวของ Nano-trilobes ที่ลึมนอนมากกว่าแบบที่ 2 (จากการแช่กัดแบบกึ่งกะ 20 นาที)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการวิเคราะห์คุณสมบัติของพื้นที่ผิวจำเพาะโดยเทคนิค BET ของโครงสร้างที่เกิดขึ้นก่อนและหลังจากทำการแช่กักแบบกึ่งกะ ได้ผลแสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 เปรียบเทียบพื้นที่ผิวจำเพาะของโครงสร้างของเมมเบรนอะลูมินาแบบต่างๆ

โครงสร้างแบบที่	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m^2/g)
1	28.03
2	74.31
3	75.62

จากตารางที่ 4.1 จะเห็นว่า พื้นที่ผิวจำเพาะของโครงสร้างอะลูมินารูปแบบ Nano-trilobes แบบที่ 1 มีค่าน้อยกว่าแบบที่ 2 และ 3 อย่างมาก (น้อยกว่าประมาณ 2.6 เท่า) จึงกล่าวได้ว่าการแช่กักทางเคมีมีส่วนเพิ่มคุณลักษณะที่ดีให้กับเมมเบรนอะลูมินาในการนำไปใช้ประโยชน์ได้ แต่เมื่อเปรียบเทียบพื้นที่ผิวจำเพาะของโครงสร้างแบบที่ 2 และ 3 ที่มีปริมาณใกล้เคียงกันอย่างมากอาจเป็นผลจากเนื้อวัสดุอะลูมินาถูกใช้ไปในการทำปฏิกิริยามากขึ้นเมื่อเวลาแช่กักนานขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

การแช่กัดแบบกะโดยใช้สารละลายแช่กัดโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.04 โมล/ลิตร โครงสร้างอะลูมินารูปแบบ Nano-trilobes จะเริ่มเกิดขึ้นเมื่อเวลาการแช่กัดประมาณ 1.5 ชั่วโมง แต่ในการแช่กัดแบบกึ่งกะที่ใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.04 โมล/ลิตร โครงสร้างอะลูมินารูปแบบ Nano-trilobes จะเริ่มเกิดขึ้นเมื่อใช้เวลาการแช่กัดเพียง 10 นาที จึงกล่าวได้ว่า เวลาที่ใช้ในการเกิดโครงสร้าง Nano-trilobes ในการแช่กัดแบบกึ่งกะนี้น้อยกว่าแช่กัดแบบกะถึง 9 เท่า

สำหรับการแช่กัดแบบกึ่งกะโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.04 โมล/ลิตร เมื่อเพิ่มเวลาที่ใช้ในการแช่กัดให้มากขึ้นทุกๆ 5 นาที บริเวณด้านล่างของเมมเบรนอะลูมินาโครงสร้างที่เป็นช่องหนึ่งมิติจะมีขนาดใหญ่ขึ้นประมาณ 30 นาโนเมตร และบริเวณด้านบนของอะลูมินาเมมเบรนจะเกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นลำดับชั้น โดยเริ่มจากโครงสร้างที่เป็นช่องหนึ่งมิติ เป็น โครงสร้างรูปแบบ Nano-trilobes จนกลายเป็นโครงสร้างที่มีลักษณะเป็นเส้นฝอยๆ เมื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์จาก 0.04 เป็น 0.02 โมล/ลิตร พบว่าที่เวลาในการแช่กัดเท่ากัน โครงสร้างของเมมเบรนอะลูมินาจะเกิดการเปลี่ยนแปลงไปช้ากว่าเมื่อใช้ความเข้มข้น 0.04 โมล/ลิตร และโครงสร้างอะลูมินารูปแบบ Nano-trilobes ที่ได้นี้มีพื้นที่ผิวจำเพาะเพิ่มขึ้นจากพื้นที่ผิวจำเพาะของโครงสร้างอะลูมินาก่อนการแช่กัดถึง 2.6 เท่า จากการทดลองทั้งหมดกล่าวได้สภาวะที่ทำให้เกิดโครงสร้างอะลูมินารูปแบบ Nano-trilobes ที่เหมาะสมคือ การแช่กัดแบบกึ่งกะ โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.04 โมลต่อลิตร ที่เวลาการแช่กัด 15 นาที เนื่องจากใช้เวลาในการเกิดโครงสร้างรูปแบบ Nano-trilobes น้อย โครงสร้างรูปแบบ Nano-trilobes ที่เกิดขึ้นเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบ มีพื้นที่ผิวจำเพาะมาก และไม่เปราะมากเกินไปเพียงพอแก่การนำไปใช้ประโยชน์

5.2 ข้อเสนอแนะ

สำหรับการศึกษาในขั้นถัดไปจากงานวิจัยนี้ ควรทำการทดลองในการสร้างตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในปฏิกิริยาเชิงเร่งที่เหมาะสม โดยการวางองค์ประกอบกันมันต์บนเมมเบรนอะลูมินาที่มีรูปแบบ Nano-trilobes เพื่อศึกษาถึงคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาว่าดีขึ้นอย่างไร และศึกษาการนำเมมเบรนอะลูมินาที่มีรูปแบบ Nano-trilobes ไปใช้ในเครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กในขั้นถัดไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] จตุพร วิทยาคุณ และ นุรักษ์ กฤษดานุรักษ์. การเร่งปฏิกิริยา พื้นฐานและการประยุกต์. กรุงเทพฯ : โรงพิมพ์มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์. 2547.
- [2] MEMS and Nanotechnology Clearinghouse. “Etching Processes.” [Online]. Available : <http://www.memsnet.org/mems/processes/etch.html>. 2549.
- [3] William T. Harris. **Chemical Milling**. Oxford : Clarendon Press. 1976.
- [4] S.M. Liu, W.D. Zhang, Z.L. Liu and L.H. Liu. “Chemical Fabrication of Al₂O₃ Nanotribes” **Applied Catalysis A.**, vol.287.2005. pp. 108-115.
- [5] เบญจวรรณ ทองแผ่, จันจิรา รักษาราช และเอกรัตน์ วงษ์แก้ว. “การพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทแพลทินัมบนตัวรองรับอะลูมินาสำหรับปฏิกิริยาการบอมนอกไซด์ออกซิเดชัน.” [Online]. Available : http://www.irpus.org/project_file/2548_2006-08-28_R14810001.pdf. 2549.
- [6] Department of Chemical Engineering-University of Washington. “Microreactor (General).” [Online]. Available : http://courses.washington.edu/microflo/Group_A/whatmr1.htm. 2549.
- [7] Jennifer Brakel. “Microreactor: An Invention of the Future.” [Online]. Available : http://www.engin.umich.edu/~CRE/web_mod/new/microreactor/microreactor.htm. 2549.
- [8] Wikimedia Foundation, Inc. “Microreactor.” [Online]. Available : <http://en.wikipedia.org/wiki/microreactor>. 2549.
- [9] Ravi srinivasan, I-Ming Hsing, Peter E. Berger and Klavs F. Jensen. “Micromachined Reactions for Catalytic Partial Oxidation Reactions” **AIChE Journal**, vol 43. 1997. pp. 3,059-3,068.
- [10] Hiroyuki Yoshikawa. “Department of a Mutistage-Collision Microreactor.” [Online]. Available : http://www.aist.go.jp/aist_e/latest_research/2006/20060220/20060220.html. 2549.
- [11] ศูนย์บริการเครื่องมือวิทยาศาสตร์ สจล.. “กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM).” [Online]. Available : <http://www.kmitl.ac.th/sisc/SEM/SEMmodel.htm>. 2549.

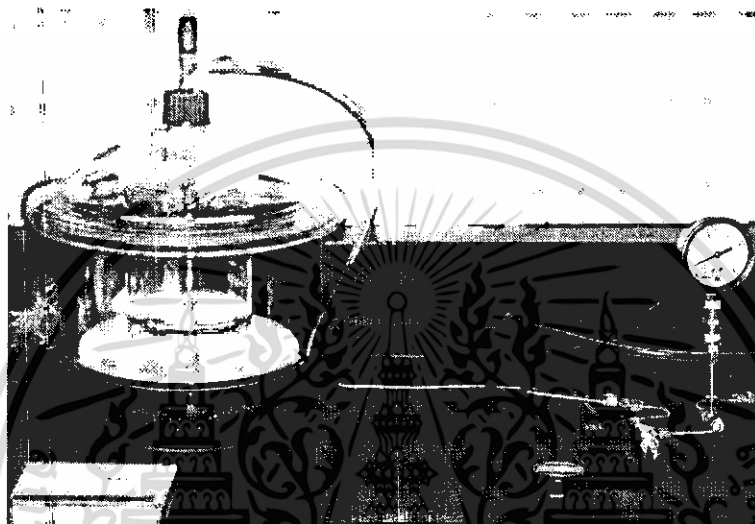
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก.

รูปภาพแสดงอุปกรณ์การทดลองการแช่แข็งแบบกะ



รูปที่ ก.1 เดซิเคเตอร์ต่อกับวาล์วปรับความดันสุญญากาศขณะทดลอง

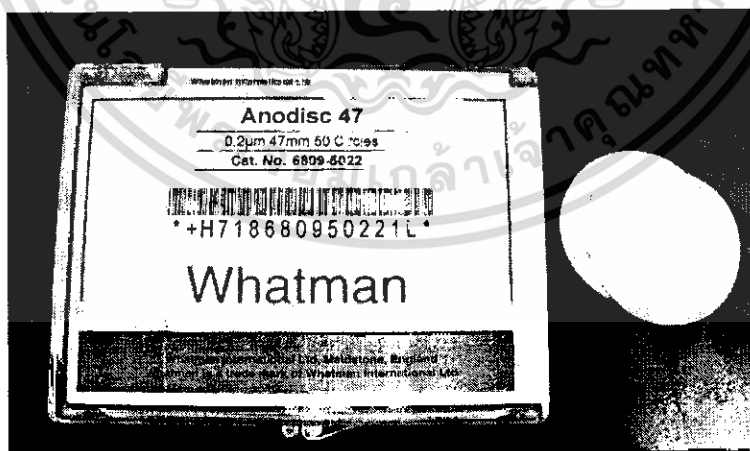


รูปที่ ก.2 ปัมดูดสารละลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก.3 เต้าอบไฟฟ้า



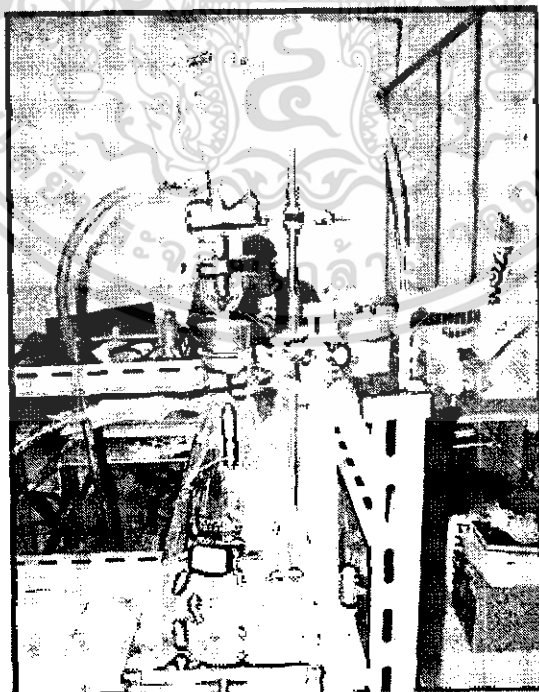
รูปที่ ก.4 เมมเบรนอะลูมินา (Whatman)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปภาพแสดงอุปกรณ์การทดลองการแช่กัดแบบกึ่งกะ



รูปที่ ก.5 ชุดเครื่องกรองต่อกับวาล์วขณะทดลอง



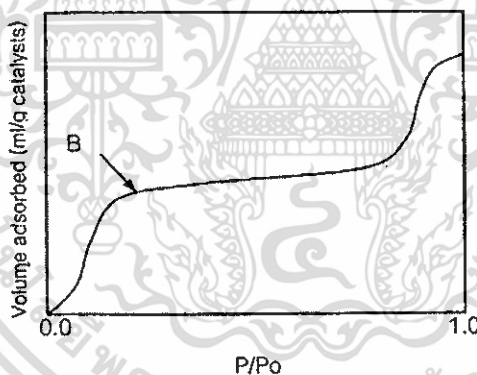
รูปที่ ก.6 ชุดเครื่องกรอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข.

ข.1 การวัดพื้นที่ผิวของอะลูมินาโดยใช้เทคนิค BET (Brunauer-Emmett-Teller Method) [1]

การวัดพื้นที่ผิว เป็นขั้นตอนหนึ่งของการศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา เนื่องจากพื้นที่ผิวจะเป็นบริเวณที่ใช้วางองค์ประกอบกับมันต์ที่จะใช้ในการช่วยเกิดปฏิกิริยา การวัดพื้นที่ผิวภายในของวัสดุที่มีความพรุนทำได้จากการศึกษาการดูดซับของแก๊สไนโตรเจนโดยใช้ประโยชน์จาก ไอโซเทิร์มของการดูดซับทางกายภาพ หรือ BET ที่อุณหภูมิของแก๊สเหลว (เป็นอุณหภูมิของไนโตรเจนเหลว) ซึ่งขึ้นกับชนิดของตัวดูดซับ (อะลูมินา) โดยจะหาจำนวนโมเลกุลที่ใช้เพื่อให้เกิดการดูดซับแบบชั้นเดียว ซึ่งจะทำให้สามารถคำนวณหาพื้นที่ผิวภายในได้ การดูดซับของแก๊สไนโตรเจน ดังกราฟในรูปที่ ข.1 การดูดซับจะเกิดขึ้นเร็วในช่วงแรกโดยจะเพิ่มตามความดันจนกระทั่งถึงจุดเปลี่ยนแปลง (ตำแหน่ง B) เส้นกราฟจะราบ ที่เกิดการดูดซับบนพื้นผิวเป็นแบบชั้นเดียว และเมื่อเพิ่มความดันย่อยของไนโตรเจนมากขึ้นจนถึงจุดที่เป็นการดูดซับแบบชั้นเดียว จะเกิดการควบแน่นของไนโตรเจนเหลวในรูพรุนทำให้ปริมาตรของการดูดซับเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว



รูปที่ ข.1 การวัดพื้นที่ผิวโดยใช้วิธีการดูดซับของแก๊สด้วยเทคนิค BET [1]

สมการที่ ข.1 [1] แสดงความสัมพันธ์ของปริมาตรแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับที่ความดันย่อยต่างๆ และปริมาตรที่ถูกดูดซับแล้วเกิดเป็นการดูดซับชั้นเดียว คือ สมการของ BET

$$\frac{P}{V(P_0 - P)} = \frac{1}{V_M C} + \frac{(C - 1)P}{V_M C P_0} \quad (\text{ข.1})$$

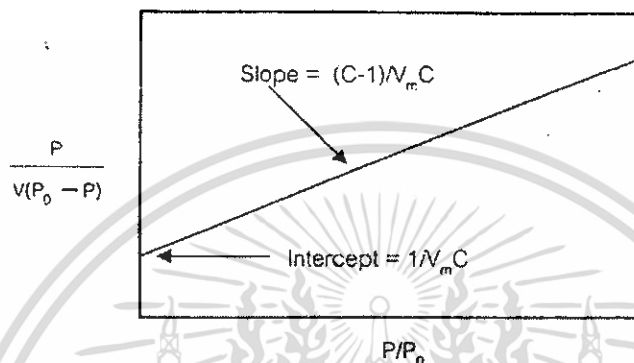
- เมื่อ
- P คือ ความดันย่อยของไนโตรเจน
 - P_0 คือ ความดันไออิ่มตัวของแก๊สไนโตรเจน ณ อุณหภูมิที่ศึกษา
 - V คือ ปริมาตรที่ถูกดูดซับที่ความดัน P

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

V_m คือ ปริมาตรที่ถูกดูดซับที่ทำให้เกิดเป็นการปกคลุมชั้นเดียว

C คือ ค่าคงที่

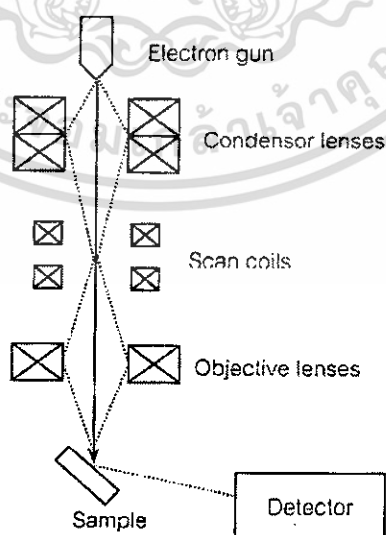
จากสมการที่ ข.1 เมื่อเขียนในรูปของกราฟเส้นตรง $Y = sx + b$ ได้เป็นดังรูปที่ ข.2 กำหนดให้ P/P_0 เป็นตัวแปร x และเทอมทางซ้ายเป็นตัวแปร Y โดยมีจุดตัดแกน Y คือ ค่า b ซึ่งเท่ากับ $1/V_m C$ และความชัน S คือ $(C-1)/V_m$ โดยผลที่เชื่อถือได้ P/P_0 จะมีค่าอยู่ระหว่าง 0.05 และ 0.3



รูปที่ ข.2 การสร้างกราฟในรูปเส้นตรงของสมการ BET ซึ่งมีค่า P/P_0 อยู่ระหว่าง 0.05-0.3 เพื่อใช้คำนวณหาการปกคลุมแบบชั้นเดียว (V_m) [1]

ข.2 การศึกษาลักษณะพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) [1, 11]

ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) ดังแสดงในรูปที่ ข.3 โดยหน้าที่ของแต่ละส่วนประกอบมีดังนี้



รูปที่ ข.3 แผนภาพขององค์ประกอบกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [1]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนแบบปืนอิเล็กตรอน (Electron gun) โดยทั่วไปปล่อยจูลทรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะเกิดอิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับและอิเล็กตรอนทุติยภูมิ
2. เลนส์รวมแสง (Condenser lenses) ทำหน้าที่บังคับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดและความเข้มเหมาะสมกับตัวอย่างเพื่อให้ได้ภาพชัดเจนที่กำลังขยายที่ต้องการ
3. ขดลวดสำหรับการส่องกราด (Scan coils) ทำหน้าที่บังคับให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ในแนวนอนและแกนตั้ง บนระนาบของตัวอย่างที่เป็นพื้นที่สี่เหลี่ยมผืนผ้า
4. เลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lenses) เป็นเลนส์อิเล็กตรอนที่ทำให้เกิดภาพขั้นต้น โดยอาศัยอำนาจของสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็ก สามารถปรับเปลี่ยนกำลังขยายและความคมชัดของภาพได้โดยการปรับปริมาณกระแสไฟฟ้าและขดลวดแม่เหล็กไฟฟ้า
5. ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอน (Detector) ทำหน้าที่เปลี่ยนสัญญาณอิเล็กตรอนให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าหรือสัญญาณภาพ โดยเก็บสัญญาณภาพแต่ละจุดจากปลายอิเล็กตรอนปรากฏเป็นภาพบนจอ

หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด คือ เริ่มจากการผ่านลำอิเล็กตรอนแบบปฐมภูมิขนาดแคบไปบนผิวหน้าตัวอย่างแล้ววัดอิเล็กตรอนแบบทุติยภูมิหรืออิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับเทียบกับตำแหน่งของอิเล็กตรอนแบบปฐมภูมิ ตำแหน่งของตัวอย่างจะทำให้เกิดความแตกต่างบริเวณผิวหน้าที่หันไปทางตัวตรวจวัดจะสว่างกว่าบนผิวหน้าซึ่งอยู่ตรงข้ามกับตัวตรวจวัด อิเล็กตรอนแบบทุติยภูมิที่ออกมาจากส่วนผิวหน้ามักจะมีค่าพลังงานต่ำ (ประมาณ 5-50 eV) ซึ่งอิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับจากส่วนที่ลึกจากผิวหน้าจะให้ข้อมูลเกี่ยวกับลักษณะผิวหน้าและลักษณะของตัวอย่าง ถ้าเป็นธาตุหนักจะทำให้เกิดการกระเจิงได้ดีกว่า จึงปรากฏเป็นภาพที่สว่างกว่า

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด สามารถแบ่งระบบการทำงานออกได้เป็น 2 ประเภท คือ

1. แบบทั่วไป (High vacuum mode) ระบบภายใน Column, Specimen chamber จะเป็นสุญญากาศสูงประมาณ 10^{-8} - 10^{-9} บาร์
2. แบบตัวอย่างไม่นำไฟฟ้า (Variable Pressure mode) ระบบภายใน Column จะมีความเป็นสุญญากาศสูง แต่ภายใน Specimen chamber จะสามารถปรับแรงดันสุญญากาศได้ตั้งแต่ 1 - 400 ปาสคาล

การวิเคราะห์สำหรับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด สามารถวิเคราะห์ได้ 2 ลักษณะ คือ

1. การดูลักษณะของพื้นผิวของตัวอย่าง สามารถดูความแตกต่างของพื้นผิวได้
2. การวิเคราะห์ธาตุที่มีอยู่ในตัวอย่างว่ามีธาตุใดบ้าง สามารถให้ข้อมูลได้เป็น 2 ลักษณะ คือ แสดงออกมาเป็นกราฟ และเป็นเปอร์เซ็นต์ของธาตุนั้นๆ และสามารถบอกเป็นพื้นที่ว่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บริเวณใดมีธาตุใดอยู่บ้าง โดยใช้อุปกรณ์เสริมของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ได้แก่ เครื่องวิเคราะห์ธาตุ โดยใช้เทคนิค Electron microprobe analysis (EMA) หรือ Electron probe microanalysis (EPMA) หรือ Energy dispersive analysis of X-rays (EDAX หรือ EDX) และแบบ Wavelength dispersive analysis of X-rays (WDX)

ประโยชน์ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีระบบการทำงานแบบทั่วไป

สามารถใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดในการดูพื้นผิวของตัวอย่างได้เต็มที่ที่สุด ให้ภาพที่คมชัดกว่าและใช้กำลังขยายที่สูงกว่าแบบตัวอย่างไม่นำไฟฟ้า ซึ่งความคมชัดของภาพขึ้นกับความนำไฟฟ้าของตัวอย่างด้วย

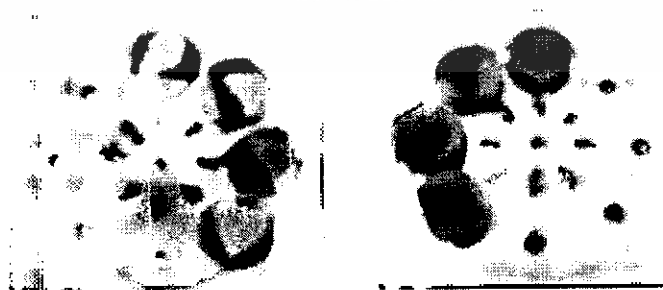
ลักษณะตัวอย่างที่สามารถวิเคราะห์โดยใช้ประเภทความดันสุญญากาศสูง

1. ต้องมีคุณสมบัตินำไฟฟ้า ถ้าตัวอย่างไม่นำไฟฟ้าต้องทำการเตรียมตัวอย่างให้นำไฟฟ้าก่อนนำมาวิเคราะห์
2. ต้องมีลักษณะแห้งไม่มีการระเหยของสารใดๆ
3. ต้องมีขนาดเล็กที่จะสามารถวางบนที่ติดตัวอย่างได้หรือมีลักษณะเป็นผง

การเตรียมตัวอย่างสำหรับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ลักษณะการเตรียมตัวอย่างในแบบทั่วไป (High vacuum Mode)

1. เป็นสถานะของแข็ง เช่น เป็นผง เป็นแผ่น เป็นแท่ง เป็นต้น
2. ตัวอย่างที่มีขนาดใหญ่ต้องตัดให้ขนาดเล็กประมาณ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร
3. ตัวอย่างต้องทำให้แห้งด้วยการอบเพื่อไล่ความชื้น เพราะความชื้นในตัวอย่างจะระเหยออกมาเมื่อนำเข้าสู่ระบบสุญญากาศ ไม่มีการระเหยของสารใดๆ และไม่เกิดการฟุ้งกระจายของตัวอย่าง
4. ตัวอย่างที่มีการนำไฟฟ้าดีทุกส่วนจะสามารถนำมาวิเคราะห์ได้เลย แต่ถ้าตัวอย่างไม่มีการนำไฟฟ้าหรือนำได้เพียงบางจุดต้องมีการนำตัวอย่างไปเคลือบทอง ดังแสดงการนำตัวอย่างเมมเบรนอะลูมินาเคลือบทอง รูปที่ ข.4



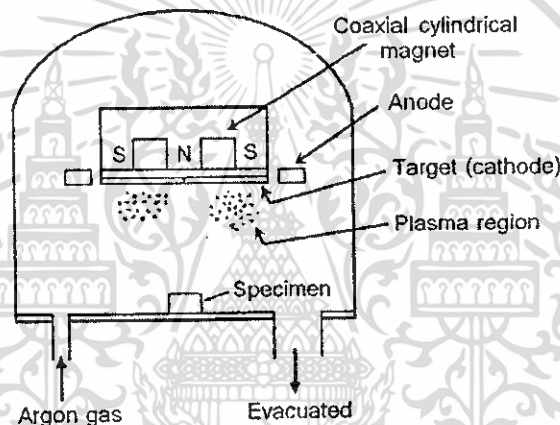
รูปที่ ข.4 ภาพเมมเบรนอะลูมินาที่ไม่มีการนำไฟฟ้าทั้งลักษณะก่อน (ภาพซ้าย) และหลัง (ภาพขวา) การเคลือบทอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลักษณะการเตรียมตัวอย่างในแบบตัวอย่างไม่นำไฟฟ้า (Variable pressure Mode)

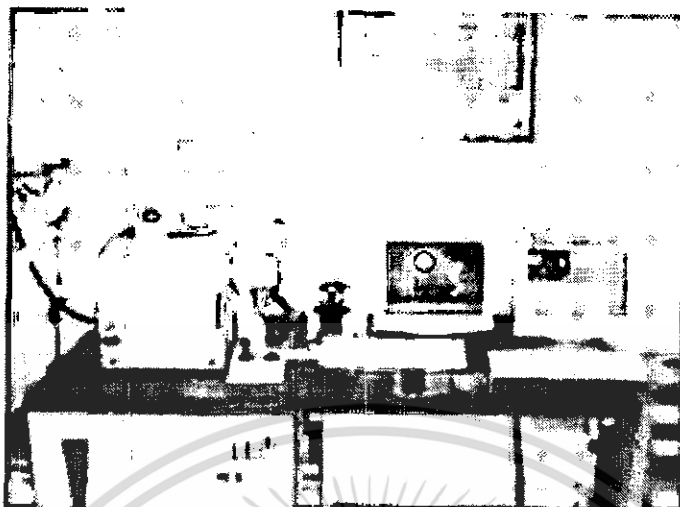
1. คล้ายการเตรียมตัวอย่างแบบทั่วไปแต่ไม่ต้องมีการเคลือบทองก็สามารถนำตัวอย่างไปวิเคราะห์ได้
2. การใช้งานใช้ยากกว่าแบบทั่วไปและเสียเวลามากกว่าแบบปกติ ดังนั้นจึงสามารถทำได้บ้างกรณี

การเคลือบทองตัวอย่างนี้จะช่วยลดการสะสมของประจุและเพิ่มปริมาณของอิเล็กตรอนแบบทุติยภูมิ เทคนิคที่นิยมใช้ได้แก่ การสปัตเตอร์ ซึ่งแผนภาพของเครื่องสปัตเตอร์ แสดงไว้ในรูปที่ ๗.4 การสปัตเตอร์ทำในระบบสุญญากาศ โดยแทนที่อากาศด้วยแก๊สเฉื่อยและดูออกหลายๆ ครั้ง โดยให้ทองเป็นคาโทดทำให้ผิวหน้าของตัวอย่างเคลือบบางๆ ด้วยทอง ความหนาประมาณ 7.5-30 นาโนเมตร



รูปที่ ๗.5 ส่วนประกอบของเครื่องสปัตเตอร์ [1]

รูปภาพอุปกรณ์ที่ใช้วิเคราะห์ผลการทดลอง



รูปที่ ข.6 กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด

(Scanning Electron Microscope: SEM)

ชื่อรุ่น LEO 1455 VP

บริษัท LEO



รูปที่ ข.7 กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดแบบ E-SEM (Environment Scanning Electron Microscope) สำหรับวิเคราะห์และถ่ายภาพพื้นผิวอนุภาคขนาดนาโนเมตร สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้งทางวัสดุศาสตร์ และชีวภาพ

ชื่อรุ่น S-3400N

บริษัท Hitachi