บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สมบัติทางกายภาพของผง PZT

นำผง PZT (soft PZT 850 , APC International Ltd., USA.) มาศึกษาโครงสร้างผลึกและองค์ประกอบด้วยเทคนิค X – ray diffraction (Bruker AXS) โดยใช้มุม 2θ จาก 10 ถึง 80 องศา แล้วนำดิฟแฟรกโตแกรมและค่าระยะห่างระหว่างระนาบที่ได้มาเปรียบเทียบกับดิฟแฟรกโตแกรมและข้อมูลมาตรฐานจากฐานข้อมูลของ JCPDS file (Joint Committee on Powder Diffraction Standard file) ในการวิเคราะห์เฟสของสาร , ศึกษาลักษณะรูปร่างของอนุภาคด้วยกล้อง optical microscope (Olympus B60M) , ศึกษาขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค laser scattering (Malvern Instrument 2000) และศึกษาพื้นที่ผิวของอนุภาคด้วยวิธี BET (COULTER SA 300)

3.2 สมบัติของสารแขวนลอย PZT ในน้ำ

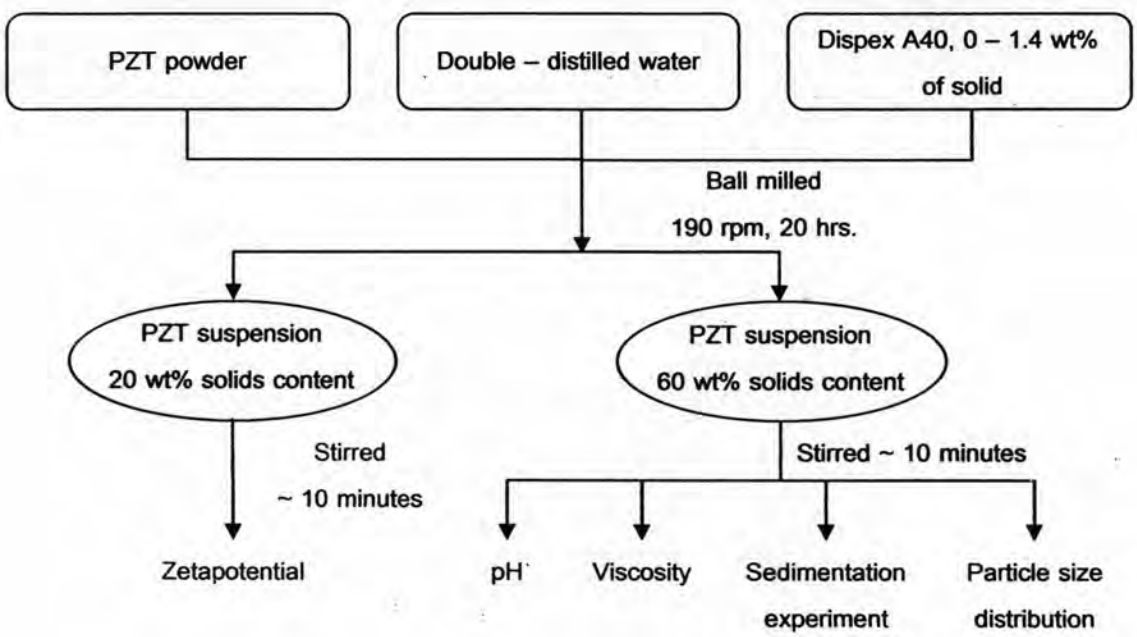
3.2.1 ค่า zeta potential ของสารแขวนลอย PZT ในน้ำ

เตรียมสารแขวนลอยสำหรับวัดค่า zeta potential โดยผสมผง PZT และน้ำกลั่นให้ได้ปริมาณของของแข็ง 20% โดยน้ำหนัก และเติมสารช่วยกระจายตัว Dispex A40 ปริมาณ 0 – 1% โดยน้ำหนักของของแข็ง โดยเพิ่มปริมาณ Dispex A40 ครั้งละ 0.2% โดยน้ำหนักของของแข็ง แล้วนำมาบดผสมด้วย ball mill ในขวด HDPE (high density polyethelene) ด้วยลูกบดเซอร์โคเนียที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5 เซนติเมตร ด้วยเครื่อง TIER MILL (U.S.Stoneware) โดยใช้ความเร็วในการบดผสม 190 รอบต่อนาที เป็นเวลา 20 ชั่วโมง แล้วนำมากวนด้วยแท่งแม่เหล็กประมาณ 10 นาที เพื่อไล่ฟองอากาศ หลังจากนั้นนำสารแขวนลอย PZT มาวัดค่า zeta potential ด้วยเครื่อง Zetasizer Malvern Instrument (Zetasizer 4) โดยปรับค่า pH ด้วย HCl (0.1 M) และ NaOH (0.1 M)

3.2.2 ผลของปริมาณสารช่วยกระจายตัวต่อสมบัติของสารแขวนลอย PZT ในน้ำ

เตรียมสารแขวนลอย PZT ในน้ำสำหรับการศึกษาสมบัติต่าง ๆ โดยผสม PZT และน้ำกลั่นให้ได้ปริมาณของแข็ง 60% โดยน้ำหนัก และเติมสารช่วยกระจายตัว Dispex A40 ปริมาณ 0 – 1.4% โดยน้ำหนักของของแข็ง แล้วนำมาบดผสมเหมือนในข้อ 3.2.1 หลังจากนั้นนำสารแขวนลอย PZT ในน้ำที่ได้มาศึกษาการกระจายของขนาดอนุภาค , ศึกษาสมบัติการไหลตัวโดยวัดค่าความหนืดด้วยเครื่อง Brookfield Viscometer (Model RVDVE230 PV - E) โดยใช้ small sample

adapter และเข็มรูปทรงกระบอกเบอร์ 21 หลังบดผสมและทำการวัดซ้ำเมื่อเวลาผ่านไป 3, 7 และ 14 วัน โดยใช้ความเร็วในการวัด 10, 20, 50 และ 100 รอบต่อนาที ศึกษาค่า pH ด้วยเครื่องวัด pH (Eutech Instruments Waterproof pH Testr10) โดยวัดค่า pH หลังบดผสมและเมื่อเวลาผ่านไป 3, 7 และ 14 วัน และศึกษาพฤติกรรมการตกตะกอนโดยนำสารแขวนลอยเทใส่หลอดทดลองที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตรทิ้งไว้ เพื่อดูลักษณะการตกตะกอนและวัดความสูงของตะกอนเมื่อเวลาผ่านไป 3, 7 และ 14 วัน

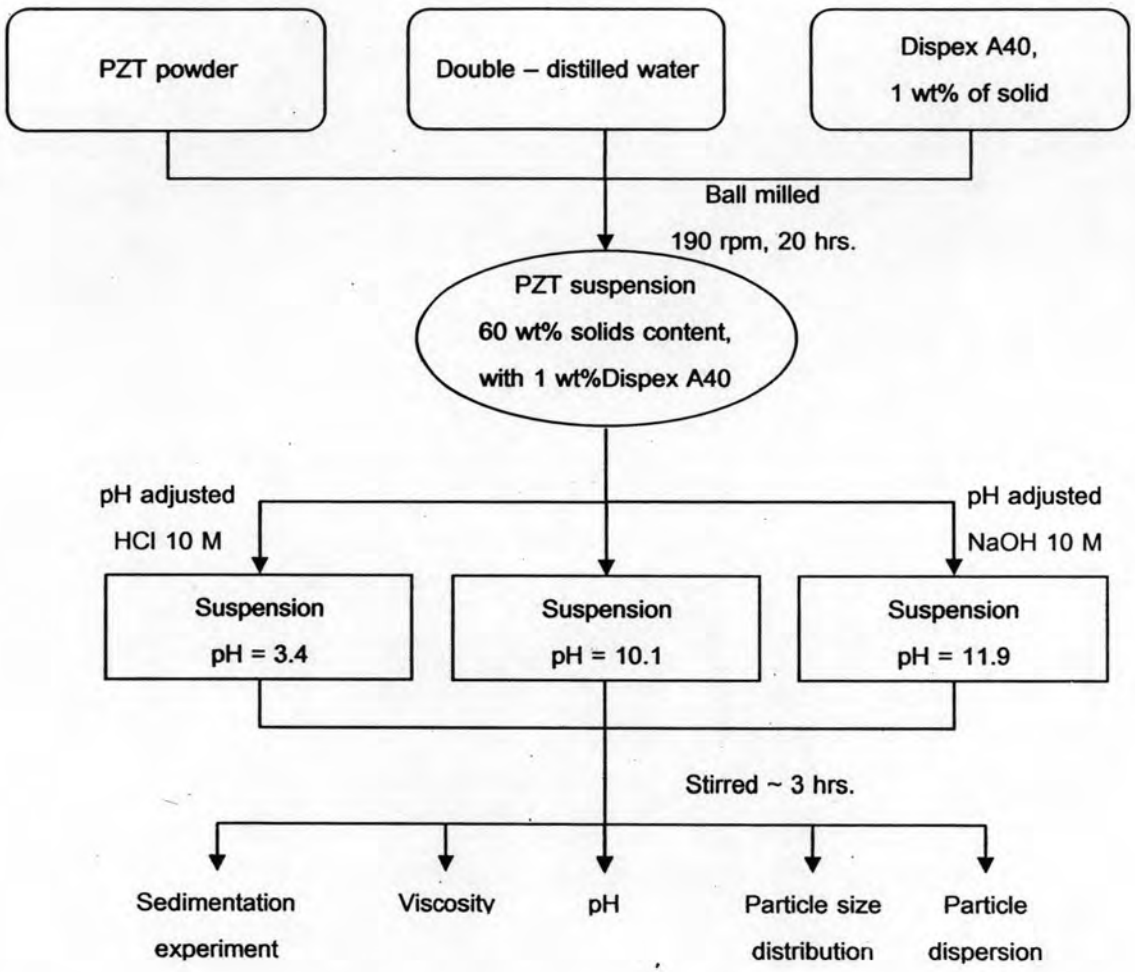


รูปที่ 3.1 แผนผังแสดงขั้นตอนการศึกษาสมบัติของสารแขวนลอย PZT ในน้ำที่ปริมาณสารช่วยกระจายตัวต่าง ๆ

3.2.3 ผลของค่า pH ต่อสมบัติของสารแขวนลอย PZT ในน้ำ

การเตรียมสารแขวนลอยสำหรับศึกษาผลของค่า pH ทำได้โดยผสมผง PZT และน้ำกลั่นให้ได้ปริมาณของแข็ง 60% โดยน้ำหนักและเติม Dispex A40 ปริมาณ 1% โดยน้ำหนักของของแข็ง แล้วนำมาบดผสมเหมือนในข้อ 3.2.1 จากนั้นนำสารแขวนลอย PZT ที่ได้ (จากการเตรียมใน batch เดียวกัน) มาแบ่งเป็น 3 ส่วน คือ ส่วนที่ 1 ไม่ปรับ pH ส่วนที่ 2 ปรับ pH ให้เป็นกรดด้วย HCl 0.09 M และส่วนที่ 3 ปรับ pH ให้เป็นเบสด้วย NaOH 0.09 M โดยใช้ pH Meter วัดค่า pH จากนั้นกวนสารแขวนลอยทิ้งไว้ประมาณ 3 ชั่วโมง เพื่อให้ระบบเข้าสู่สมดุล จึงนำมาวัดค่า pH อีกครั้ง หลังจากนั้นนำสารแขวนลอยที่มีค่า pH ต่างกันมาศึกษาการกระจายของขนาดอนุภาค , วัดค่าความหนืดหลังบดผสมและเมื่อเวลาผ่านไป 3, 7 และ 14 วัน โดยใช้ความเร็วในการหมุน 50

และ 100 รอบต่อนาที จากนั้นวัดค่า pH เมื่อเวลาผ่านไป 3, 7 และ 14 วัน , ศึกษาพฤติกรรมการตกตะกอนและศึกษาลักษณะการกระจายตัวของอนุภาคโดยใช้เทคนิค SEM



รูปที่ 3.2 แผนผังแสดงขั้นตอนการศึกษาผลของค่า pH ต่อสมบัติของสารแขวนลอย PZT ในน้ำ

3.3 การดูดซับของสารช่วยกระจายตัวบนพื้นผิว PZT

3.3.1 การเตรียมตัวอย่างมาตรฐานสำหรับการศึกษาการดูดซับของ ammonium polyacrylate ในรูปของ Dispex A40 บนพื้นผิวของอนุภาค PZT

3.3.1.1 การเตรียมตัวอย่างมาตรฐานสำหรับศึกษาการดูดซับในสารแขวนลอยที่มีค่า pH เป็นเบส

(1) ผสม Dispex A40 และน้ำกลั่นให้ได้สารละลายที่มีความเข้มข้นของ Dispex A40 0.1 – 1% โดยน้ำหนักของของแข็ง สารละลายที่เตรียมได้มีค่า pH อยู่ระหว่าง 8.8 ถึง 9.1

(2) ปิเปตสารละลาย Dispex A40 0.1% โดยน้ำหนักของของแข็ง ปริมาณ 25 มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์

(3) เติม HCl 0.09 M ลงในบิวเรต บันทึกปริมาตรเริ่มต้น

(4) ค่อย ๆ หยดสารละลาย HCl จากบิวเรตลงไปในบีกเกอร์พร้อมทั้งกวนด้วยแท่งแม่เหล็กและจุ่ม pH meter ตลอดเวลา บันทึกปริมาตร HCl ที่เติมในบีกเกอร์และค่า pH ที่เปลี่ยนไป เติม HCl จนกระทั่งค่า pH ไม่เปลี่ยนแปลง

(5) นำค่าปริมาตรและค่า pH จากข้อ (4) มาพลอตกราฟระหว่างค่า pH และปริมาตรสารละลาย HCl เพื่อหาจุดยุติของสารละลายที่ทำการไทเทรต

(6) ทำเช่นเดียวกันกับข้อ (2) ถึง (5) โดยใช้สารละลาย Dispex A40 0.2 – 1% โดยน้ำหนักของของแข็ง กราฟระหว่างค่า pH และปริมาตรสารละลาย HCl ของตัวอย่างมาตรฐานสำหรับศึกษาการดูดซับในสารแขวนลอยที่เป็นเบสแสดงในภาคผนวก ข-1 รูป (ก) - (ญ)

(7) นำค่าที่จุดยุติของสารละลาย Dispex A40 0.1 – 1% โดยน้ำหนักของของแข็งมาพลอตกราฟระหว่าง % Dispex A40 และปริมาตร HCl (ภาคผนวก ข-1 รูป (ฎ)) หาสมการเส้นตรงของกราฟเพื่อนำมาใช้ในการคำนวณปริมาณการดูดซับของ polyelectrolyte บนอนุภาค PZT ต่อไป

3.3.1.2 **การเตรียมตัวอย่างมาตรฐานสำหรับศึกษาการดูดซับในสารแขวนลอยที่มีค่า pH เป็นกรด**

(1) ผสม Dispex A40 และน้ำกลั่น ให้ได้สารละลายที่มีความเข้มข้น Dispex A40 0.1 – 1% โดยน้ำหนักของของแข็ง

(2) ปิเปตสารละลายที่มีความเข้มข้น Dispex A40 0.1% โดยน้ำหนักของของแข็ง 25 มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์และเติม HCl 0.09 M เพื่อปรับค่า pH เป็น 3.4 จากนั้นคำนวณความเข้มข้นใหม่ของ Dispex A40 ในสารละลาย

(3) ปิเปตสารละลายที่ปรับค่า pH แล้วในปริมาณ 25 มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์

(4) เติม NaOH 0.0996 M ลงในบิวเรต บันทึกปริมาตรเริ่มต้น

(5) ค่อย ๆ หยดสารละลาย NaOH จากบิวเรตลงไปในบีกเกอร์พร้อมทั้งกวนด้วยแท่งแม่เหล็กและจุ่ม pH Meter ตลอดเวลา บันทึกปริมาตร NaOH ที่เติมในบีกเกอร์และค่า pH ที่เปลี่ยนไป เติม NaOH จนกระทั่งค่า pH ไม่เปลี่ยนแปลง

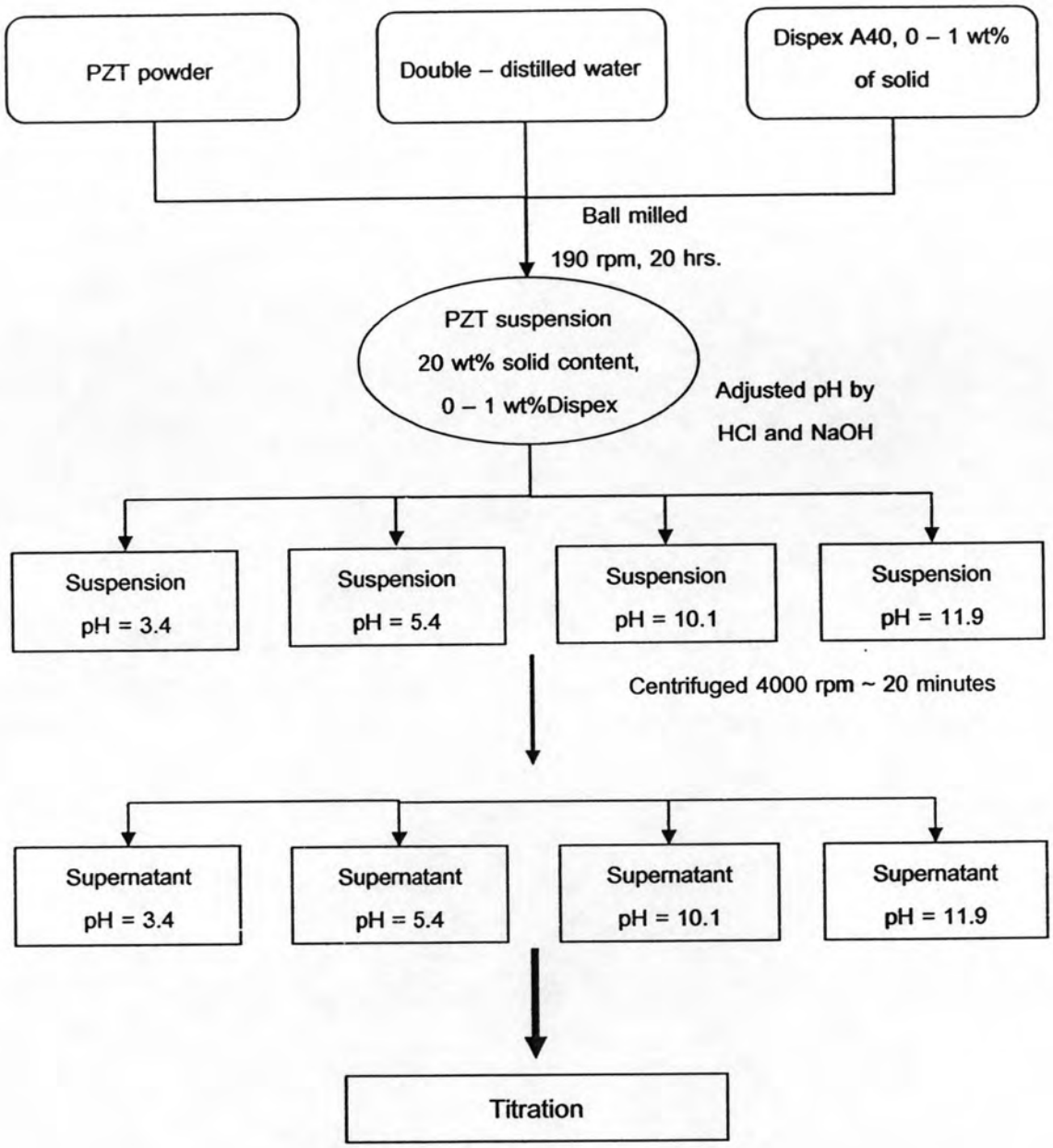
(6) นำค่าปริมาตรและค่า pH จากข้อ (5) มาพลอตกราฟระหว่างค่า pH และปริมาตรสารละลาย NaOH เพื่อหาจุดยุติของสารละลายที่ทำการไทเทรต

(7) ทำเช่นเดียวกันกับข้อ (2) ถึง (6) โดยใช้สารละลาย Dispex A40 0.2 – 1% โดยน้ำหนักของของแข็ง กราฟระหว่างค่า pH และปริมาตรสารละลาย NaOH ของตัวอย่างมาตรฐาน สำหรับศึกษาการดูดซับในสารแขวนลอยที่เป็นกรด แสดงในภาคผนวก ข-2 รูป (ก)-(ซ)

(8) นำค่าที่จุดยุติของสารละลายที่ทำการไทเทรตมาพลอตกราฟระหว่าง % Dispex A40 และปริมาตร NaOH (ภาคผนวก ข-2 รูป (ซ)) หาสมการเส้นตรงของกราฟเพื่อนำมาใช้ในการคำนวณปริมาณการดูดซับของ polyelectrolyte บนอนุภาค PZT ต่อไป

3.3.2 **ผลของค่า pH และปริมาณสารช่วยกระจายตัวต่อการดูดซับของ ammonium polyacrylate (APA) บนพื้นผิวของอนุภาค PZT**

เตรียมสารแขวนลอยโดยผสมผง PZT และน้ำกลั่นให้ได้ปริมาณของแข็ง 20% โดยน้ำหนัก และเติมสารช่วยกระจายตัว Dispex A40 ปริมาณ 0 – 0.8% โดยน้ำหนักของของแข็ง แล้วนำมาบดผสมเหมือนในข้อ 3.2.1 จากนั้นนำสารแขวนลอย PZT ที่ได้ (จากการเตรียมใน batch เดียวกัน) มาแบ่งเป็น 4 ส่วน คือ ส่วนที่ 1 ไม่ปรับ pH ส่วนที่ 2 ปรับ pH เป็น 3 ด้วย HCl 0.09 M ส่วนที่ 3 ปรับ pH เป็น 5 ด้วย HCl 0.09 M และส่วนที่ 4 ปรับ pH เป็น 10 ด้วย NaOH 0.09 M หลังจากนั้นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กทิ้งไว้ประมาณ 24 ชั่วโมง เพื่อให้สารแขวนลอยเข้าสู่สมดุลจึงนำมาวัดค่า pH อีกครั้ง จากนั้นนำสารแขวนลอยไปหมุนเหวี่ยงด้วยเครื่อง Centrifuge (PLC Series) โดยใช้ความเร็ว 4000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที จะได้สารละลายใส (supernatant) หลังจากนั้นนำมาไทเทรตหาปริมาณการดูดซับของ ammonium polyacrylate บนอนุภาคของ PZT ในแต่ละสภาวะของค่า pH และปริมาณ Dispex A40 ที่แตกต่างกันโดยสารละลายใสจากสารแขวนลอยที่มีค่า pH เป็น 3 และ 5 จะไทเทรตด้วย NaOH 0.0996 M ส่วนสารละลายใสจากสารแขวนลอยที่มีค่า pH เป็น 10 และ 12 จะไตเตรตด้วย HCl 0.09 M บันทึกปริมาตรของสารที่ใช้ไทเทรท (NaOH หรือ HCl) และ pH ที่เปลี่ยนแปลงไป เพื่อนำมาพลอตกราฟหาจุดยุติแล้วนำไปคำนวณหาปริมาณการดูดซับของ Dispex A40 บนอนุภาค PZT จากสมการเส้นตรงของกราฟตัวอย่างมาตรฐาน (ภาคผนวก ข)



รูปที่ 3.3 แผนผังแสดงขั้นตอนการศึกษาผลของค่า pH และปริมาณสารช่วยกระจายตัวต่อการดูดซับของ APA บนพื้นผิวของอนุภาค PZT ในสารแขวนลอย PZT ในน้ำ 20% โดยน้ำหนักที่มีปริมาณ Dispex A40 0 – 1% โดยน้ำหนักของของแข็ง