บทที่ 4

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

วัตถุดิบและสารเคมี

วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลองแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงวัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สาร	ชื่อทางการค้า	เครื่องหมายการค้า
อะลูมินา	Calcined alumina A12	Alcoa
	Calcined alumina A16SG	Alcoa
	Alumina C	-
สารช่วยซินเทอร์	Titanium oxide	Fluka
	Copper oxide	Fluka
	Magnesium oxide	Fluka
ตัวประสาน	Polyvinyl alcohol	-
	Sodium alginate	Fluka
สารช่วยกระจายตัว	Displex N-40	Loxley
	Hydrochloric acid	Merck
สารลดฟอง	Silicone emulsion	
สารเตรียมโซล-เจล	Aluminium sec-butoxide	Aldrich
	Nitric acid	Merck

อุปกรณ์ในการทดลอง

1. เครื่องวัดความหนืดแบบ Brookfiled , Brookfiled Inc., USA

2. เครื่องชั่งทศนิยมสี่ตำแหน่ง

3. เครื่องชั่งสองตำแหน่ง

4. เครื่องปั่น

5. เครื่องบดแบบลูกกลิ้ง (ball mill)

6. เตาเผาอุณหภูมิสูง , Nabertherm รุ่น LHT:16/R17

7. ชุดเตรียมสารละลายโซล-เจล

8. ชุดทดสอบการกรอง

9. เครื่องวิเคราะห์เฟส (X-ray Diffractometer) , Philips , Holland

10. เครื่องวิเคราะห์ความแข็ง(Universal Testing), Lloyd Instrument 2000R, USA

11. เครื่องวิเคราะห์ขนาดรูพรุนด้วยปรอท , Qutachom Autoscan21 , USA

12. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด , Jeol JSM-35 CF , Japan

13.เครื่องวิเคราะห์การกระจายของขนาดอนุภาค, Micromeritics Sedigraph5100

14. เครื่องวัดการดูดกลืนแสง

15. เครื่องวิเคราะห์ความหนาแน่นด้วยแก๊สฮีเลียม , Micromeritics AccuPys1330

วิธีการทดลอง

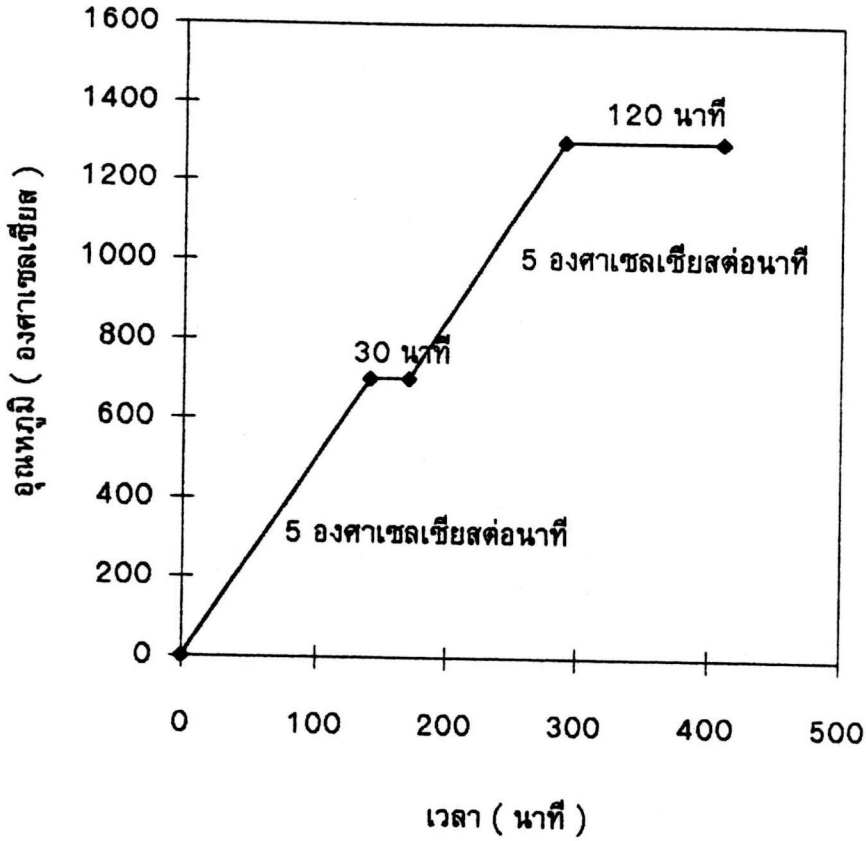
1. ศึกษาสมบัติทางกายภาพของผงอะลูมินา

1.1. วัดการกระจายอนุภาคโดยอาศัยหลักการตกตะกอน วิเคราะห์ด้วยเครื่อง Sedigraph 5100 วิธีการเตรียมตัวอย่างดังนี้ ชั่งผงอะลูมินาประมาณ 1 - 5 กรัม แล้วทำให้แขวนลอยในสารละลายคาลกอน (Calgon) 0.05 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก แล้วนำไปทำอุล

2.2. <u>ศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารช่วยกระจายตัวต่อสมบัติการไหลตัวของน้ำสลิป</u>

เตรียมน้ำสลิปอะลูมินาที่ความเข้มข้นของของแข็งเป็น 55.56 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักที่อัตราส่วน A12 : AlC เป็น 90 : 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และปริมาณโซเดียมแอลจีเนต 0.1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของของแข็ง เมื่อรู้สึกว่าน้ำสลิปหนืดมาก ให้เติมสารละลายดิสเปค 10 เปอร์เซ็นต์ลงในน้ำสลิป หลังจากนั้นนำไปวัดค่าความหนืดด้วยเครื่องวัดความหนืดแบบ Brookfield ที่ความเร็ว 100 รอบต่อนาที และใช้เข็มเบอร์ 3 แล้วนำไปชั่งน้ำหนักสารละลายดิสเปค ทำเช่นนี้ไปเรื่อย ๆ จนกระทั่งได้ค่าความหนืดต่ำสุด

2.3. <u>ศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนที่เหมาะสมของตัวช่วยในการซินเทอร์</u> เตรียมน้ำสลิปที่ความปริมาณของของแข็ง 55.56 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่อัตราส่วน A12 : AlC เป็น 90 : 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก , ปริมาณโซเดียมแอลจีเนต 0.1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของของแข็ง และเติมตัวช่วยในการซินเทอร์ 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของของแข็ง (ดังแสดงในตารางที่ 4.3) แล้วใช้สารละลายดิสเปค 10 เปอร์เซ็นโดยน้ำหนักในการปรับค่าความหนืดของน้ำสลิปให้อยู่ในช่วง 70 - 100 เซนติพอยส์ แล้วนำไปบดเป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปหล่อในแม่แบบที่ใช้ในการทดลองตอนที่ 2.1 แล้วนำชิ้นงานไปซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1300 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำไปทดสอบสมบัติดังนี้ เปอร์เซ็นต์การหดตัว, เปอร์เซ็นต์การดูดซึมน้ำ, ความหนาแน่นและลักษณะอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด สำหรับภาวะที่ใช้ในการซินเทอร์แสดงในรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 แสดงภาวะในการซินเทอร์ของตัวรองรับที่1300 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ตารางที่ 4.3 แสดงอัตราส่วนสารช่วยซินเทอร์ระหว่างคอปเปอร์ออกไซด์และไทเทเนียมไดออกไซด์ (โดยน้ำหนัก)

คอปเปอร์ออกไซด์	ไทเทเนียมไดออกไซด์
2.0	0.0
1.5	0.5
1.0	1.0
0.5	1.5
0.0	2.0

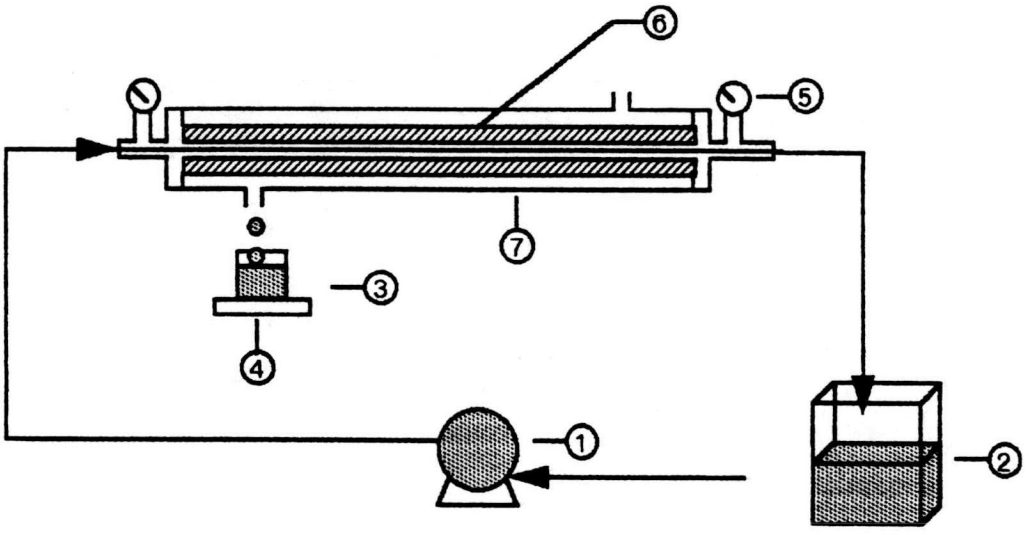
2.4. <u>ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิต่อการซินเทอร์</u> เตรียมน้ำสลิปที่ความปริมาณของของแข็ง 55.56 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่อัตราส่วน A12 : AIC เป็น 90 : 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก , ปริมาณโซเดียมแอลจีเนต 0.1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของของแข็ง และเติมสารช่วยซินเทอร์จำนวน 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของของแข็ง ที่อัตราส่วนระหว่างคอปเปอร์ออกไซด์ต่อไทเทเนียมไดออกไซด์เป็น 1 : 1 แล้วใช้สารละลายดิสเปค 10 เปอร์เซ็นโดยน้ำหนักในการปรับค่าความหนืดของน้ำสลิปให้อยู่ในช่วง 70 - 100 เซนติพอยส์ แล้วนำไปบดเป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปหล่อในแม่แบบที่ใช้ในการทดลองตอนที่ 2.1 แล้วนำชิ้นงานไปซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1100 , 1200 , 1300 , 1400 และ 1500 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และทดสอบเช่นเดียวกับการทดลองที่ 2.3 และภาวะในการเผาเช่นเดียวกับการทดลองที่ 2.3 และนำชิ้นงานหลังการซินเทอร์ไปหาความแข็งแรงและการกระจายของรัศมีรูพรุน

2.5. <u>ศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารช่วยซินเทอร์ที่เหมาะสม</u> เตรียมน้ำสลิปที่ความปริมาณของแข็ง 55.56 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่อัตราส่วน A12 : AIC เป็น 90 : 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก , ปริมาณโซเดียมแอลจีเนต 0.1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของของแข็ง และเติมสารช่วยซินเทอร์ให้มีปริมาณในช่วง 0 - 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของของแข็ง ที่อัตราส่วนระหว่างคอบเปอร์ออกไซด์ต่อไทเทเนียมไดออกไซด์เป็น 1 : 1 แล้วใช้สารละลายดิสเปค 10 เปอร์เซ็นโดยน้ำหนักในการปรับค่าความหนืดของน้ำสลิปให้อยู่ในช่วง 70 - 100 เซนติพอยส์ แล้วนำไปบดเป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปหล่อในแม่แบบที่ใช้ในการทดลองตอนที่ 2.1 แล้วนำชิ้นงานไปซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1300 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และทดสอบเช่นเดียวกับการทดลองที่ 2.4 และภาวะในการเผาเช่นเดียวกับการทดลองที่ 2.3

2.6. <u>ศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาในการหล่อชิ้นงานต่อความหนาของชิ้นงาน</u> เตรียมน้ำสลิปที่ความปริมาณของของแข็ง 55.56 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่อัตราส่วน A12 : AIC

เป็น 90 : 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก , ปริมาณโซเดียมแอลจีเนต 0.1 เปอร์เซ็นต์ของของแข็ง และเติมตัวช่วยในการซินเทอร์ 0.683 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของของแข็ง ที่อัตราส่วนระหว่างคอบเปอร์ออกไซด์ต่อไทเทเนียมไดออกไซด์ต่อแมกนีเซียมออกไซด์เป็น 1 : 1 : 0.05 แล้วใช้สารละลายดิสเปค 10 เปอร์เซ็นโดยน้ำหนักในการปรับค่าความหนืดของน้ำสลิปให้อยู่ในช่วง 70 - 100 เซนติพอยส์ แล้วนำไปบดเป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปหล่อในแม่แบบเป็นระยะเวลา 3 , 6 และ 10 นาที แล้ววัดความหนาของชิ้นงาน

2.7 <u>ทดลองอัตราการกรองของน้ำ</u> นำตัวรองรับที่เตรียมได้ในข้อ 2.5 มาทดสอบการกรองโดยต่อเข้ากับเครื่องทดสอบ ดังแสดงในรูปที่ 4.2 ทำการทดลองที่ความดันต่าง ๆ โดยวัดอัตราการกรองของน้ำ



รูปที่ 4.2 แสดงแผนภาพชุดทดสอบการกรอง

1. เครื่องสูบน้ำ
2. ถังพักน้ำ
3. ถังรองรับเพอร์มิเอต
4. เครื่องชั่งน้ำหนัก
5. เกจวัดความดัน
6. แท่งกรองเซรามิก
7. ชุดรองรับแท่งเซรามิก

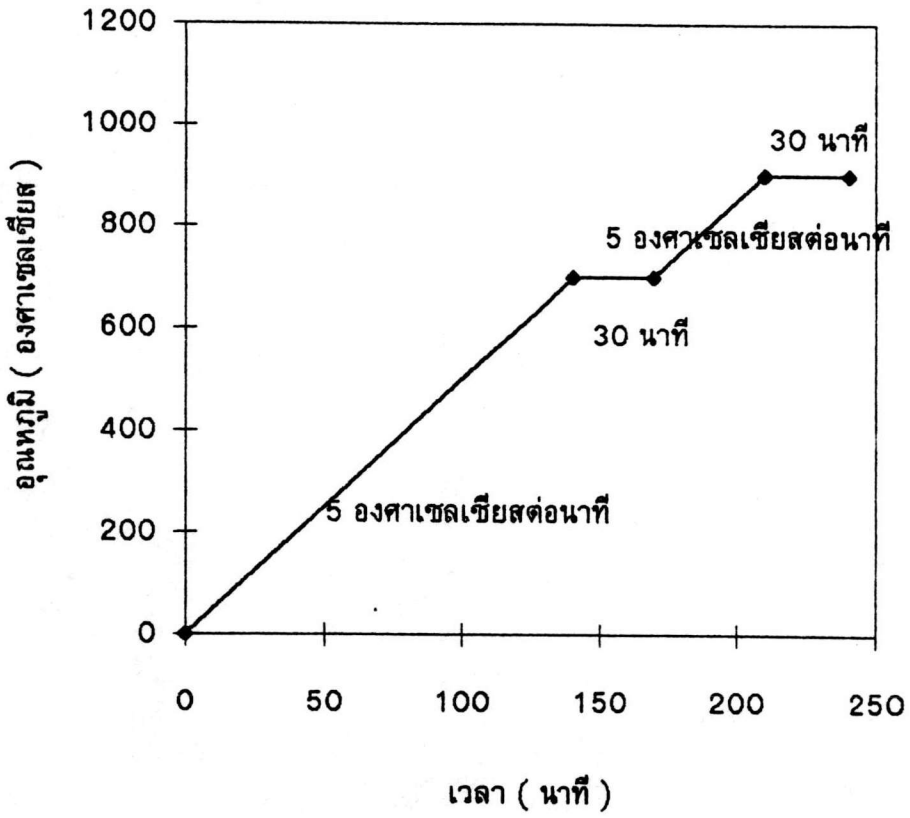
3. ศึกษาการเตรียมและเคลือบชั้นมัธยันตร์ (Intermediate layer) บนตัวรองรับ

3.1 เตรียมน้ำสลิป A16SG ที่ความปริมาณของแข็ง 28.67 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก , ปริมาณพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ 0.1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของของแข็ง แล้วเติมกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 นอร์แมล จำนวน 5 มิลลิลิตร และเติมสารป้องกันการเกิดฟอง 10 หยด แล้วนำไปอุลทราโซนิกส์เป็นเวลา 10 นาที เมื่อเตรียมน้ำสลิปเรียบร้อยแล้วนำไปเคลือบบนตัวรองรับที่เตรียมได้ในข้อ 3.3.2.5 (โดยใช้เวลาในการหล่อตัวรองรับ 10 นาที และทำการซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1300 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง)

3.2 หลังจากเคลือบชั้นมัธยันตร์บนตัวรองรับเรียบร้อยแล้ว นำไปซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 900 , 1000 , 1100 และ 1200 °ซ เป็นเวลา 30 นาที ภาวะในการซินเทอร์แสดงในรูปที่ 4.3 หลังจากนั้นนำชิ้นงานไปทดสอบหาการกระจายของรัศมีรูพรุนและนำชิ้นงานไปส่องดูลักษณะจุลโครงสร้างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และนำไปทดสอบการกรองของน้ำเช่นเดียวกับการทดลอง 2.7

4 ศึกษาการเตรียมสารละลายโซล-เจลและเคลือบเยื่อแผ่น

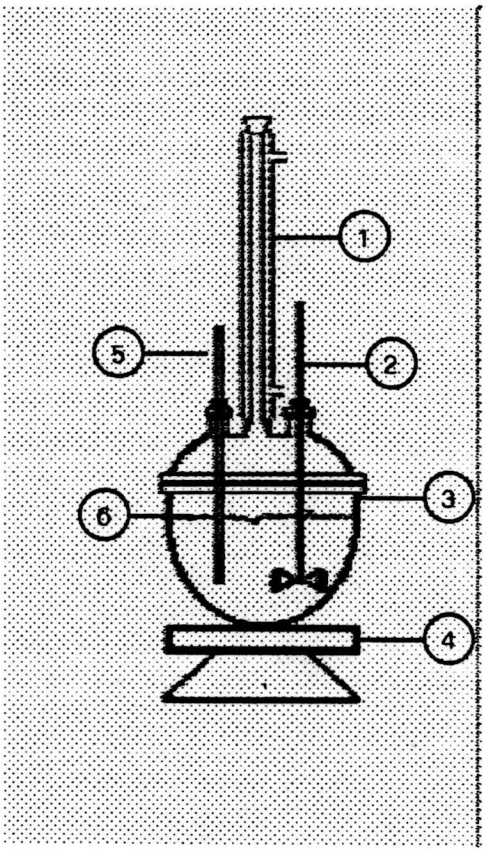
4.1 เตรียมสารละลายโซล-เจล จัดตั้งอุปกรณ์ดังรูปที่ 4.4 แล้วเตรียมน้ำร้อนที่อุณหภูมิอยู่ในช่วง 80-85 °ซ ในปริมาณ 100 โมล แล้วชั่งอะลูมิเนียมเซคคันดารีบิวทอกไซด์ 1 โมล แล้วเติมน้ำร้อนลงไปทันทีและปั่นอย่างเร็ว ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิ 80 - 85 °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้น เติมสารละลายกรดไนตริก 0.07 โมล ลงในสารละลาย แล้วเปิดฝาภาชนะ เพื่อให้เกิดการระเหยของบิวทานอล เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นทำการกลั่นกลับคืนเป็นเวลา 16 ชั่วโมง แล้วนำสารละลายเก็บในขวดสีชา



รูปที่ 4.3 แสดงภาวะในการซินเทอร์ของชั้นมัธยันตร์ที่ 900 °ซ เป็นเวลา 30 นาที

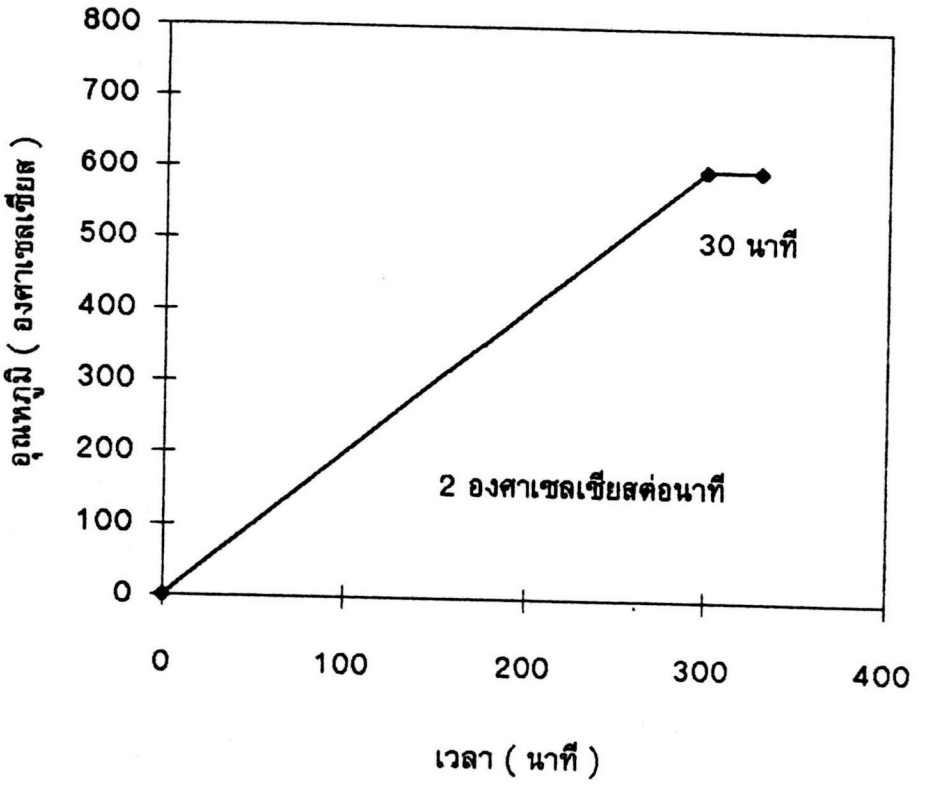
4.2 นำสารละลายโซลมา 100 มิลลิลิตร นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 100 °ซ จนกระทั่งสารละลายแห้ง แล้วนำไปวิเคราะห์เฟสและลักษณะจุลโครงสร้าง นำบางส่วนไปซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 400 และ 600 °ซ เป็นเวลา 30 นาที สำหรับภาวะที่ใช้ในการซินเทอร์แสดงในรูปที่ 4.3

4.3 นำสารละลายโซลไปเคลือบบนชั้นมัธยันตร์เป็นเวลา 30 วินาที หลังจากนั้นปล่อยให้ชั้นเจลแห้งที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำไปซินเทอร์เช่นเดียวกับข้อ 4.2 แล้วนำไปตรวจสอบจุลโครงสร้างของเยื่อแผ่นและทดสอบการกรองของน้ำเปล่าเช่นเดียวกับการทดลอง 2.7



รูปที่ 4.4 แสดงอุปกรณ์ในการเติมสารละลายโซล

1. คอนเดนเซอร์
2. เครื่องกวน
3. ชุดกลั่นกลับ
4. อุปกรณ์ให้ความร้อน
5. เทอร์โมมิเตอร์
6. สารละลายโซล



รูปที่ 4.5 แสดงภาวะในการเผาของชั้นเยื่อแผ่นที่ 600 °ซ เป็นเวลา 30 นาที

5. ศึกษาสมบัติการกรองสารชีวภาพ

นำตัวรองรับ , ตัวรองรับซึ่งเคลือบสารมัธยันตร์ และ ชั้นมัธยันตร์ซึ่งเคลือบเยื่อแผ่นมาทดสอบการกรองเซลล์ยีสต์ (*Saccharomyces cerevisiae*) และเชื้อแบคทีเรีย (*Alcaligenes eutrophus* ATCC17697) โดยการต่อเข้ากับเครื่องทดสอบการกรอง ดังแสดงในรูป 4.2 ทำการทดลองที่ความดันขาออกของสารป้อนเป็น 0.1 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร