

การผลิตเยื่อแผ่นเซรามิกชนิดไมโครฟิลเตรชันจากอลูมินา

ปฏิมา เทพายน¹ รัตนา จิระรัตนานนท์²

และ ดุษฎี อดุฎาภ³

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาวิธีการผลิตเยื่อแผ่นเซรามิกไมโครฟิลเตรชันแบบทอกลวงจากอลูมินา ผลจากการศึกษาพบว่า สัดส่วนของวัตถุดิบเริ่มต้นที่เหมาะสมในการนำไปขึ้นรูปเป็นทอกลวงโดยวิธีการอัดรีด (extrusion) คือ ผงอลูมินา, sodium carboxymethylcellulose, zinc stearate และน้ำ ในปริมาณ 72.5, 2, 0.5 และ 25 wt% ตามลำดับ เมื่อนำทออลูมินาที่ได้ไปอบเชื่อมที่อุณหภูมิ 1600 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะได้เยื่อแผ่นแบบสมมาตรที่มีความแข็งแรงและใช้งานได้ โดยมีขนาดรูพรุน 0.5-2 μm (เฉลี่ย 1 μm), ปริมาตรรูพรุน 44 % และความต้านทานการไหลของเยื่อแผ่น $1.30 \times 10^9 \text{ m}^{-1}$

จากการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อคุณสมบัติของเยื่อแผ่น พบว่าปริมาณน้ำที่เหมาะสมต่อการคงรูปของทออลูมินา คือ 25 wt% อุณหภูมิและระยะเวลาในการอบเชื่อมไม่ส่งผลกระทบต่อขนาดรูพรุน คือ รูพรุนมีขนาดโดยเฉลี่ย 1 μm เท่ากัน แต่ส่งผลกระทบต่อปริมาตรรูพรุน กล่าวคือ ที่อุณหภูมิอบเชื่อม 1400, 1450 และ 1600 °C ระยะเวลา 1 ชั่วโมง ปริมาตรรูพรุนลดลงจาก 53 % เป็น 44 % และที่อุณหภูมิอบเชื่อม 1450 °C ระยะเวลา 1, 3 และ 5 ชั่วโมง ปริมาตรรูพรุนลดลงจาก 48 % เป็น 46 % นอกจากนี้ยังพบว่า อุณหภูมิการอบเชื่อมยิ่งสูงหรือระยะเวลาในการอบเชื่อมมากขึ้นการกระจายขนาดรูพรุนมีแนวโน้มแคบลง

คำสำคัญ : อลูมินา / เยื่อแผ่นเซรามิก / ไมโครฟิลเตรชัน / วัสดุรูพรุน

¹ นักศึกษาปริญญาโท คณะพลังงานและวัสดุ

² รองศาสตราจารย์ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์

³ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สายวิชาเทคโนโลยีชีวเคมี คณะทรัพยากรชีวภาพและเทคโนโลยี

The Preparation of Microfiltration Ceramic Membrane from Alumina

Patima Teppayayon¹ Ratana Jiratananon² and Dudsadee Uttapap³

King Mongkut's University of Technology Thonburi

Abstract

This research described the preparation of tubular microfiltration ceramic membrane from alumina. The results showed that a suitable composition of raw materials for body forming by extrusion was alumina powder, sodium carboxymethylcellulose, zinc stearate and water in the ratio of 7 2.5, 2, 0.5 and 2.5 wt%, respectively. The symmetric membrane with considerable strength was obtained when sintered at 1600 °C for 1 hour. This membrane has pore sizes in the range of 0.5-2 μm (average 1 μm), 44% porosity and filtration resistance $1.30 \times 10^9 \text{ m}^{-1}$.

Investigation on the parameters affecting the membrane properties indicated that the amount of water in raw material was a very important factor for body forming. The appropriate amount of water was at 2.5 wt%. It was also found that the sintering time and temperature had no significant effect on membrane pore size. The porosity, however, decreased from 53% to 44% when sintering temperature was increased from 1400 to 1600 °C and the decrease was from 4.8% to 4.6% when sintering time was increased from 1 to 5 hours. Moreover, the pore size distribution was observed to be narrower with increasing sintering temperature and time.

Keywords : Alumina/Ceramic Membrane/Microfiltration/Porous Materials

¹ Graduate Student, School of Energy and Materials

² Associate Professor, Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering

³ Assistant Professor, Division of Biochemical Technology, School of Bioresources and Technology

บทนำ

ปัจจุบันมีการนำกระบวนการแยกสารโดยเยื่อแผ่นสังเคราะห์มาใช้ในระดับอุตสาหกรรมกันอย่างกว้างขวาง เช่น ในอุตสาหกรรมนม อุตสาหกรรมเครื่องดื่ม เช่น น้ำผลไม้, เบียร์ และไวน์ ใช้เยื่อแผ่นกรองจุลินทรีย์ออกไปทำให้ผลิตภัณฑ์สะอาด ใส และปราศจากเชื้อ [1] อุตสาหกรรมการผลิตสี ใช้เยื่อแผ่นเพื่อแยกสีและน้ำออกจากกัน [2] อุตสาหกรรมปิโตรเคมีในประเทศสหรัฐอเมริกาใช้เยื่อแผ่นกรองโลหะหนักและน้ำมันออกจากน้ำเสีย [3] เป็นต้น เยื่อแผ่นส่วนใหญ่ที่นำมาใช้ผลิตจากวัสดุกลุ่มอินทรีย์โพลิเมอร์ ซึ่งโดยทั่วไปจะมีความเสถียรต่ออุณหภูมิที่ต่ำกว่า 100 °C ใช้ได้ในช่วง pH ที่จำกัด และไม่ทนทานต่อตัวทำละลายอินทรีย์และจุลินทรีย์ ทำให้ไม่สามารถประยุกต์ใช้กระบวนการเยื่อแผ่นสังเคราะห์ในอุตสาหกรรมบางประเภทได้ เยื่อแผ่นอนินทรีย์โดยเฉพาะกลุ่มที่ทำจากวัสดุเซรามิกกำลังได้รับความสนใจมากขึ้น เนื่องจากมีคุณสมบัติทั้งทางเคมีและกายภาพที่เหนือกว่าเยื่อแผ่นจากสารอินทรีย์โพลิเมอร์หลายๆ อย่าง เช่น ทนทานต่ออุณหภูมิสูง มีโครงสร้างที่แข็งแรงจึงทนต่อแรงดันสูงได้ดี มีความทนทานต่อสารเคมีและสภาพความเป็นกรด-ด่างสูง ไม่ถูกทำลายโดยจุลินทรีย์ เก็บรักษาได้ง่าย มีอายุการใช้งานยาวนาน

ถึงแม้ว่าเยื่อแผ่นเซรามิกจะมีข้อดีหลายประการดังที่กล่าวมา แต่เมื่อเทียบกับเยื่อแผ่นอินทรีย์โพลิเมอร์แล้วยังมีข้อเสียที่เป็นอุปสรรคต่อการตัดสินใจนำมาใช้งาน คือ มีราคาแพงมากกว่าเยื่อแผ่นอินทรีย์โพลิเมอร์ 8-10 เท่าเมื่อเทียบพื้นที่ในการกรองเท่าๆ กัน [4] ทั้งนี้เนื่องจากการผลิตเยื่อแผ่นเซรามิกให้มีรูพรุนขนาดเล็ก มีการกระจายตัวของรูพรุนสม่ำเสมอทั่วชิ้นงานและปราศจากรอยแตกร้าวนั้นทำได้ยาก แม้ว่าเยื่อแผ่นเซรามิกจะมีจำหน่ายทางการค้ามากกว่า 10 ปี แต่ผลงานตีพิมพ์เผยแพร่ที่เกี่ยวข้องกับเทคโนโลยีการผลิตมีออกมาน้อยมาก เนื่องจากข้อมูลส่วนใหญ่เป็นการค้นคว้าวิจัยร่วมกับบริษัทผู้ผลิต ซึ่งผลที่ได้มักจะไม่มี การเปิดเผย ที่มีรายงานเผยแพร่เช่น ผลงานของ Terpstra และคณะ [5] และ Auriol และ Gillot [6] ซึ่งเสนอวิธีการผลิตเยื่อแผ่นเซรามิกชนิดไมโครฟิลเตรชันรูปทรงท่อกว้าง โครงสร้างแบบไม่สมมาตรจากอลูมินา ขึ้นรูปโดยวิธี Extrusion และ Slip Casting ในสภาวะต่างๆ นอกจากนี้ก็มีงานวิจัยอื่นๆ ที่เกี่ยวข้องคุณสมบัติของอลูมินา เช่น การศึกษาผลของตัวประสาน [7] ผลของขนาดอนุภาค [8] และผลของอุณหภูมิ [9] เป็นต้น

จากงานวิจัยที่กล่าวมาข้างต้นแสดงให้เห็นว่าข้อมูลต่างๆ ที่กล่าวถึงรายละเอียดเกี่ยวกับวิธีการผลิตและปัจจัยที่มีผลต่อคุณสมบัติของเยื่อแผ่นเซรามิกโดยตรงนั้น มีจำกัด งานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นเพื่อศึกษาถึงการผลิตเยื่อแผ่นอลูมินาชนิดไมโครฟิลเตรชันแบบท่อกว้างที่มีขนาดรูพรุนในช่วง 0.1-10 μm การที่เลือกใช้อลูมินาเนื่องจากเป็นวัสดุเซรามิกที่หาง่าย ราคาถูก และมีงานวิจัยพื้นฐานที่เกี่ยวข้องกับคุณสมบัติของอลูมินาเป็นจำนวนมาก เยื่อแผ่นชนิดไมโครฟิลเตรชันนี้สามารถนำไปใช้โดยตรงในการแยกสารระดับไมครอน เช่น ใช้แยกจุลินทรีย์ในกระบวนการทางเทคโนโลยีชีวภาพ การแยกน้ำมันในรูปอิมัลชันที่ปนเปื้อนในน้ำทิ้งจากโรงงานอุตสาหกรรมต่างๆ หรืออาจจัดแปลงให้เป็นเยื่อแผ่นชนิดอัลตราฟิลเตรชันโดยการเคลือบทับชั้นผิวด้วยเทคนิค Sol-Gel ซึ่งจะช่วยให้สามารถใช้งานเยื่อแผ่นได้อย่างหลากหลายมากขึ้น โดยสามารถนำไปใช้แยกสารได้ถึงระดับโมเลกุล ซึ่งขอบเขตของงานวิจัยนี้จะรวมถึงการเลือกชนิดและปริมาณส่วนผสมของวัตถุดิบ วิธีการขึ้นรูป การเลือกใช้

เครื่องมือและการออกแบบแม่พิมพ์ รวมทั้งสภาวะการอบเชื่อม โดยเลือกศึกษาถึงปัจจัยที่คาดว่าจะมีผลกระทบต่อคุณสมบัติของเยื่อแผ่น และเปรียบเทียบคุณสมบัติของเยื่อแผ่นที่ผลิตขึ้นกับเยื่อแผ่นทางการค้า

อุปกรณ์และวิธีดำเนินการทดลอง

1. เครื่องมือและสารเคมี

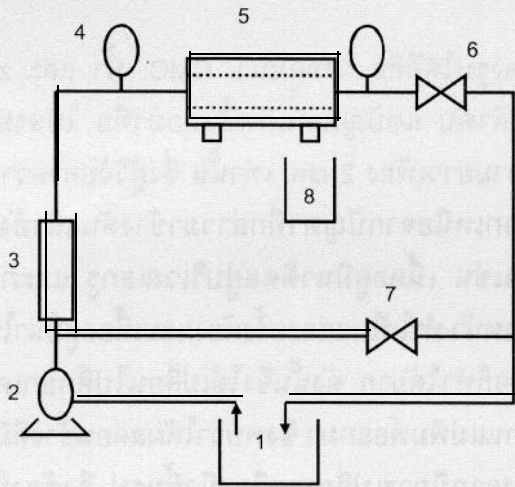
- เครื่อง Particle Size Analyzer รุ่น Mastersizer S 2.11 บริษัท Malvern ประเทศสหรัฐอเมริกา
- เครื่อง Sieve บริษัท Fritsch ประเทศเยอรมัน
- เครื่อง Planetary Mill รุ่น Pulverisette 5 บริษัท Fritsch ประเทศเยอรมัน
- เครื่อง Extruder แบบสกรู ซึ่งสร้างขึ้นโดยเจริญพงษ์ สุขสวัสดิ์และคณะ [10]
- เครื่องอัดไฮดรอลิกขนาด 10 ตัน No. 211 บริษัท T.M.C ประเทศไทย
- เต้าเผา รุ่น DE-IA บริษัท Besttherm ประเทศไทย
- เต้าเผาอุณหภูมิสูง รุ่น HT 1600 บริษัท Linn ประเทศเยอรมัน
- pH meter รุ่น Cyber Scan 20 บริษัท Eutech Cybergetics ประเทศสิงคโปร์
- เครื่อง Mercury Porosimetry รุ่น 9320 บริษัท Micromeritic ประเทศสหรัฐอเมริกา
- เต้าเผาอุณหภูมิสูงรุ่น 59300 บริษัท Thermolyne ประเทศสหรัฐอเมริกา
- กล้อง Optical Microscope รุ่น BHM-112KL บริษัท Olympus ประเทศญี่ปุ่น
- ผงอลูมินา เกรต A-20 Sumitomo Chemical ขนาดอนุภาค 45-75 μm
- Sodium Carboxy Methycellulose (CMC) บริษัท Thai Cellulose Products จำกัด
- Zinc Stearate บริษัท Hoganas ประเทศสวีเดน
- น้ำกลั่น

2. การเตรียมชั้นรองรับ

เตรียมวัตถุดิบเริ่มต้นซึ่งประกอบด้วยผงอลูมินา ตัวประสาน (CMC) ตัวหล่อลื่น (zinc stearate) และน้ำ ในอัตราส่วนต่างๆ นำมาผสมให้เข้ากันโดยใช้เครื่อง Planetary Mill กวนที่ความเร็วรอบ 260 รอบ/นาที ใช้เวลาต่างๆ คือ 20, 30 และ 60 นาที นำส่วนผสมอลูมินาที่ได้อัดผ่านแม่พิมพ์ จะได้ออลูมินากลวง ซึ่งมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายนอก 1.1 cm., ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 0.9 cm. และความหนา 1 mm. เก็บท่อที่ได้ไว้ที่อุณหภูมิห้อง เพื่อให้น้ำค่อยๆ ระเหยออกไปจนท่อแห้งสนิทแล้วจึงนำมาอบในเต้าเผา รุ่น DE-IA เพื่อไล่ตัวประสาน ตัวหล่อลื่น และน้ำที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ต่อจากนั้นนำมาอบเชื่อมในเต้าเผาอุณหภูมิสูง รุ่น HT 1600 ที่อุณหภูมิและระยะเวลาต่างๆ

3. การทดสอบคุณสมบัติของเยื่อแผ่น

เยื่อแผ่นที่ผลิตขึ้นจะถูกนำไปทดสอบคุณสมบัติต่างๆ คือ ขนาดรูพรุน ปริมาตรรูพรุน การกระจายตัวของรูพรุน ความหนาและโครงสร้างจุลภาคของเยื่อแผ่น สำหรับการทดสอบคุณสมบัติการกรองใช้เครื่องมือที่มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 1 โดยวัดความสามารถในการไหลผ่านของน้ำ (water permeability) และความสามารถในการกักสาร (ใช้สารแขวนลอยยีสต์ในน้ำที่มีความเข้มข้น 0.5827 g/L) ของเยื่อแผ่น



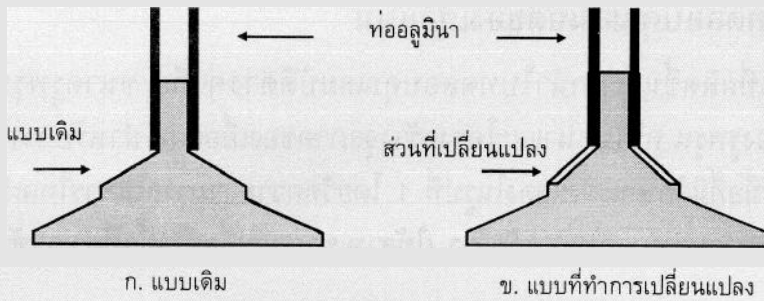
1. ถังใส่สาร
2. ปั๊ม Peristaltic
3. เครื่องวัดอัตราการไหล
4. เกจวัดความดัน
5. โมดูล (Module)
6. วาล์วควบคุมความดัน
7. By pass Valve
8. เพอมีเอท

รูปที่ 1 เครื่องมือสำหรับทดสอบการกรอง

ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

1. การขึ้นรูปโดยใช้เครื่องขึ้นรูปแบบสกรู (Screw) และแบบอัด (Pressing)

เครื่อง Extruder ซึ่งออกแบบโดยเจริญพงษ์ สุขสวัสดิ์และคณะ [10] สามารถขึ้นรูปท่อกลวงจากดินเหนียวให้มีความยาวได้อย่างต่อเนื่อง อย่างไรก็ตามเมื่อนำเครื่อง extruder นี้ มาขึ้นรูปท่อกลวงโดยใช้วัตถุดิบซึ่งมีส่วนผสมของผงอลูมินา, CMC, น้ำ และ zinc stearate ในปริมาณ 57 : 2 : 40 : 1 wt% ตามลำดับ พบว่าเนื้ออลูมินาจะรวมตัวอยู่บริเวณภายในแม่พิมพ์ แต่ไม่สามารถผ่านออกมาได้ นอกจากใช้เนื้ออลูมินาที่มีความเหลวมากๆ เท่านั้น คาดว่าน่าจะมีสาเหตุเนื่องจากความแตกต่างของชนิดของวัตถุดิบ กล่าวคือดินเหนียวมีความยืดหยุ่นหรือมีความเป็น plasticity ในตัวเองสูงแตกต่างจากอลูมินาซึ่งมีความยืดหยุ่นต่ำ ดังนั้น เพื่อให้สามารถใช้งานได้ดีขึ้น จึงได้ทำการเปลี่ยนแปลงขนาดและลักษณะแม่พิมพ์ดังกล่าวดังรูปที่ 2ก และ 2ข จะเห็นว่าแม่พิมพ์ที่มีการเปลี่ยนแปลงจะมีช่องว่างบริเวณส่วนกลางทำให้แม่พิมพ์มีพื้นที่การรองรับเนื้ออลูมินามากขึ้น ซึ่งแตกต่างจากลักษณะแม่พิมพ์แบบเดิม ทั้งนี้เพื่อให้เนื้ออลูมินาสามารถเคลื่อนตัวผ่านแม่พิมพ์ได้มากขึ้นก่อนที่จะถึงส่วนปลายและออกมาเป็นท่อกลวงในที่สุด



รูปที่ 2 ลักษณะของแม่พิมพ์

ส่วนผสมซึ่งทำให้ได้ท่ออลูมินาที่คงรูปได้ดีคือ ผงอลูมินา, CMC, น้ำ และ zinc stearate ในปริมาณ 62 : 2 : 35 : 1 wt% ตามลำดับ แต่ปัญหาที่เกิดขึ้นต่อมาคือ ไม่สามารถผลิตให้ความยาวต่อเนื่องได้โดยท่อที่ผลิตได้นี้มีความยาวเพียง 2 cm. เท่านั้น ซึ่งผู้วิจัยคาดว่าน่าจะเกิดจากการที่แรงอัดของเครื่องมือไม่เพียงพอ นอกเหนือจากปัญหาที่กล่าวมาข้างต้นแล้วยังมีปัญห่อื่นๆ ของเครื่องมือที่เป็นอุปสรรคในการทำงานเช่น เนื้ออลูมินาติดอยู่บริเวณสกรู และภายใน barrel จึงมีเนื้ออลูมินาเพียงส่วนน้อยที่ถูกดันมาด้านหน้า ทำให้ในแต่ละครั้งต้องผสมเนื้ออลูมินาในปริมาณมาก และนอกจากนี้การทำความสะอาดเครื่องมือก็ทำได้ยาก ดังนั้นจึงได้เปลี่ยนไปศึกษาเครื่องมือขึ้นรูปแบบอัด เพื่อช่วยในการดันเนื้ออลูมินาให้ผ่านแม่พิมพ์ออกมา ซึ่งพบว่าให้ผลค่อนข้างดีมีความสะดวกในการทำงานมากกว่าแบบสกรู และเนื่องจากมีการเปลี่ยนเครื่องมือขึ้นรูป จึงต้องมีการเพิ่มเติมอุปกรณ์บางอย่างเช่น จะต้องมีเครื่องมือในการผสมวัตถุดิบเริ่มต้นให้รวมเป็นเนื้อเดียวกันก่อน รวมทั้งมีการเพิ่มอุปกรณ์บางส่วน คือมีการเพิ่มส่วนที่เป็นกระบอกเพื่อใส่เนื้ออลูมินา และส่วนที่เป็นหัวกด (punch) เพื่อดันเนื้ออลูมินาให้ผ่านแม่พิมพ์ออกมา พบว่าเมื่อใช้ส่วนผสมที่เหมาะสมจะได้ท่อที่มีความหนาสม่ำเสมอและความยาวอย่างต่อเนื่อง

2. การศึกษาส่วนผสมที่เหมาะสม

นำวัตถุดิบเริ่มต้นในปริมาณต่างๆ มาบดให้ผสมกันโดยใช้เครื่อง Planetary Mill นาน 20 นาที ซึ่งปริมาณของวัตถุดิบในแต่ละส่วนมีความสำคัญอย่างยิ่งต่อการขึ้นรูปชั้นรองรับ โดยเนื้ออลูมินาควรจะมี ความเหนียวและยึดหยุ่นได้ดีเนื่องจากจะส่งผลต่อการคงรูปของท่ออลูมินา โดยปริมาณน้ำในวัตถุดิบเริ่มต้นเป็นปัจจัยหนึ่งที่มีความสำคัญต่อการขึ้นรูปและความคงตัวของท่อที่ได้ ซึ่งการทดลองในส่วนนี้มีจุดประสงค์ที่จะศึกษาเพื่อเปรียบเทียบลักษณะของชั้นรองรับที่ผลิตได้จากส่วนผสมที่มีปริมาณน้ำต่างๆ กัน ผลการทดลองที่ได้เป็นดังนี้

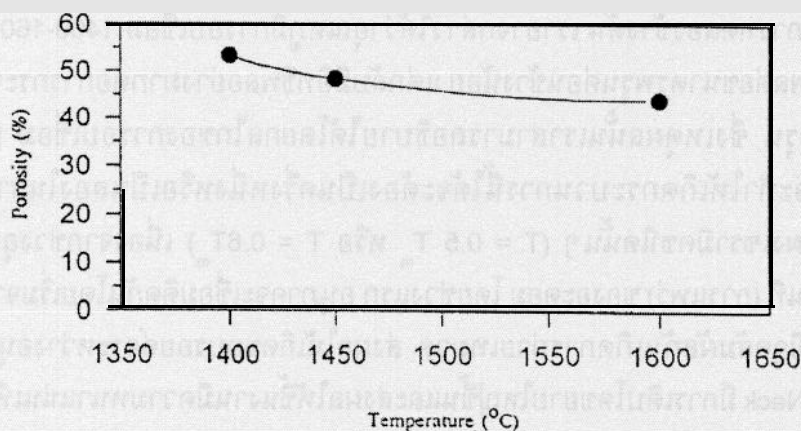
- ก. ส่วนผสมที่มีปริมาณน้ำ 35 และ 40 wt% เนื้ออลูมินามีความเหนียว เกาะตัวกันเป็นก้อนได้ดี แต่เมื่อนำไปขึ้นรูปโดยขณะที่กดเครื่องอัด เพื่อดันให้เนื้ออลูมินา ผ่านแม่พิมพ์นั้นจะเห็นว่า มีน้ำล้นแทรกออกมาระหว่างรอยต่อของอุปกรณ์ส่วนที่เป็นกระบอกและหัวอัด ซึ่งแสดงให้เห็นว่าในเนื้ออลูมินามีปริมาณน้ำที่มากเกินไป ซึ่งเมื่อเนื้ออลูมินาถูกดันผ่านแม่พิมพ์ออกมา จึงเป็นผลให้ท่ออลูมินาไม่สามารถคงรูปได้

- ข. ส่วนผสมที่มีปริมาณน้ำ 30 wt% เนื้ออลูมินามีความเหนียว และเกาะตัวกันดีเมื่อนำไปขึ้นรูปท่ออลูมินามีลักษณะตรง และความหนาสม่ำเสมอ แต่เมื่อเวลาผ่านไปจะสังเกตเห็นว่าท่ออลูมินา คงรูปไว้ได้ไม่ดีนัก เนื่องจากจะเปลี่ยนลักษณะจากท่อทรงกลมมาเป็นทรงรีอย่างเห็นได้ชัด
- ค. ส่วนผสมที่มีปริมาณน้ำ 25 wt% วัตถุดิบเริ่มต้นทั้งสี่ผสมเข้ากันได้ดี เนื้ออลูมินา เหนียวและเกาะตัวกัน ซึ่งเมื่อนำไปขึ้นรูปพบว่าท่อชั้นรองรับที่ผลิตได้มีลักษณะตรง คงรูปไว้ได้ดี
- ง. ส่วนผสมที่มีปริมาณน้ำ 20 wt% หลังจากที่ผ่านมาการบดผสมจะเห็นว่าวัตถุดิบเริ่มต้นทั้งสี่ไม่สามารถรวมตัวกันได้ไม่ว่าจะใช้เวลาในการผสมนานเท่าใด เนื่องมาจากการที่มีปริมาณน้ำน้อยเกินไป ดังนั้นจึงไม่สามารถนำไปทดลองขึ้นรูปได้

ส่วนผสมที่เหมาะสมในการผลิตท่ออลูมินาในที่นี้ คือส่วนผสมของผงอลูมินา, CMC, น้ำ และ Zinc Stearate ในปริมาณ 72.5 : 2 : 25 : 0.5 wt% ตามลำดับ และจากผลการทดลองนี้แสดงให้เห็นว่าปริมาณน้ำมีความสำคัญอย่างมากสำหรับการขึ้นรูป เนื่องจากส่งผลโดยตรงต่อการคงรูปของท่ออลูมินา ซึ่งในที่นี้มีความหนาเพียง 1 mm. เท่านั้น โดยเมื่อเปรียบเทียบส่วนผสมที่มีปริมาณน้ำ 20, 25, 30, 35 และ 40 wt% พบว่าส่วนผสมที่มีปริมาณน้ำ 25 wt% ให้ผลที่ดีที่สุดคือท่ออลูมินาคงรูปอยู่ได้ ซึ่งผลการทดลองนี้เป็นไปในแนวเดียวกับ Yoshida และ Yagi [11] ที่ศึกษาวิธีการขึ้นรูปแท่งแก้วขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 40 mm. โดยวิธีการอัดรีด ซึ่งวัตถุดิบเริ่มต้น คือ Silica, CMC และน้ำ โดยมีการศึกษาการเปลี่ยนแปลงปริมาณน้ำ 22, 24, 26 และ 30 wt% พบว่าปริมาณน้ำ 22-23 wt% ให้ผลดีที่สุดคือเส้นใยแก้วคงรูปได้ดี ต่างจากการใช้ปริมาณน้ำ 26 และ 30 wt% ซึ่งเส้นใยแก้วไม่สามารถคงรูปอยู่ได้

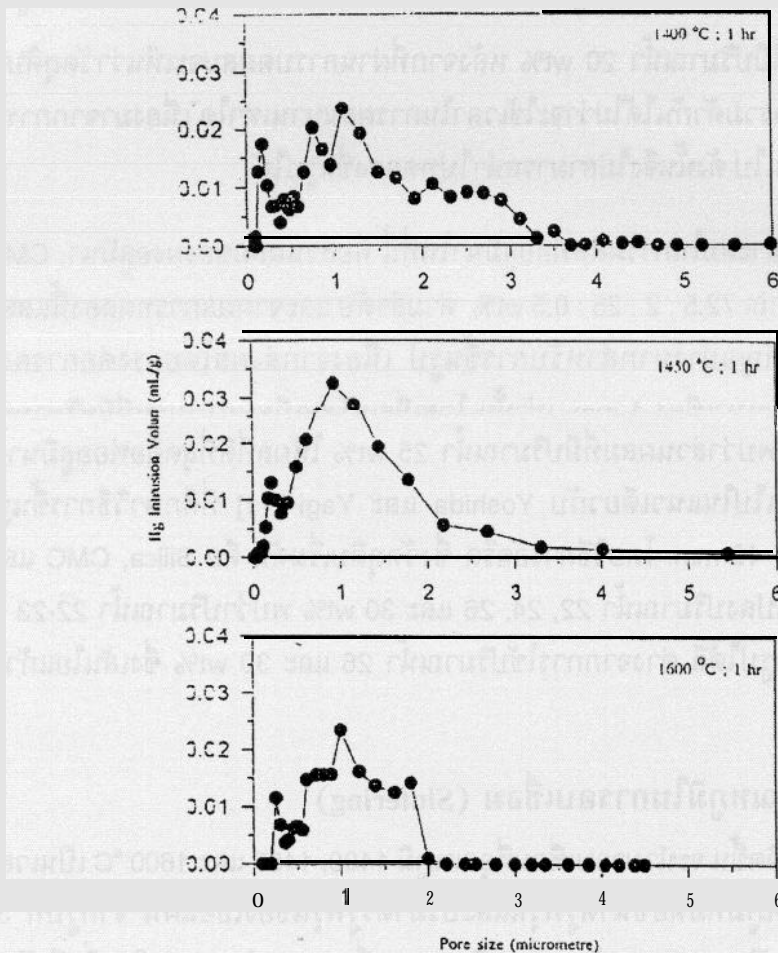
3. ผลของอุณหภูมิในการอบเชื่อม (Sintering)

ท่ออลูมินาที่ผลิตขึ้น จะนำมาอบเชื่อมที่อุณหภูมิ 1400, 1450 และ 1600 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อขนาดรูพรุนและปริมาตรรูพรุนของเยื่อแผ่น จากรูปที่ 3 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรรูพรุนกับอุณหภูมิการอบเชื่อม พบว่าอุณหภูมิสูงยังมีปริมาตรรูพรุนน้อยลงคือ เปลี่ยนอุณหภูมิจาก 1400 °C เป็น 1600 °C พบว่าปริมาตรรูพรุนลดลงจาก 53 % เป็น 44%



รูปที่ 3 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรรูพรุนกับอุณหภูมิการอบเชื่อม

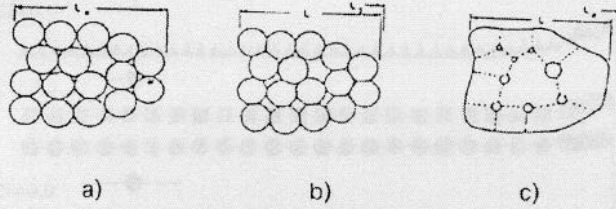
รูปที่ 4 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดรูพรุนและอุณหภูมิในการอบเชื่อมจะเห็นว่าขนาดรูพรุนในแต่ละอุณหภูมิ มีความแตกต่างกันไม่มากนัก ซึ่งโดยเฉลี่ยแล้วมีขนาดรูพรุนประมาณ $1 \mu\text{m}$ แต่การกระจายขนาดรูพรุนมีการเปลี่ยนแปลงที่เห็นได้ชัดกว่า โดยที่อุณหภูมิอบเชื่อม 1600°C นั้นมีขนาดรูพรุนอยู่ในช่วง $0.5-2 \mu\text{m}$ ซึ่งจะเห็นว่าช่วงขนาดรูพรุนค่อนข้างแคบเมื่อเปรียบเทียบกับเยื่อแผ่นที่ผ่านการอบเชื่อมที่อุณหภูมิ 1400 และ 1450°C



รูปที่ 4 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดรูพรุนกับอุณหภูมิอบเชื่อม

จากผลการทดลองข้างต้น เราอาจกล่าวได้ว่าอุณหภูมิการอบเชื่อม $1400-1600^\circ\text{C}$ ระยะเวลา 1 ชั่วโมง มีอิทธิพลต่อขนาดรูพรุนค่อนข้างน้อย แต่กลับมีอิทธิพลอย่างมากต่อการกระจายขนาดรูพรุนและปริมาตรรูพรุน ซึ่งเหตุผลนั้นเราสามารถอธิบายได้โดยกลไกของการอบเชื่อม [12] ดังรูปที่ 5 โดยอุณหภูมิที่จะทำให้เกิดกระบวนการนี้ได้จะต้องเป็นครั้งหนึ่งหรือเป็นสองในสามของอุณหภูมิหลอมเหลวของผงเซรามิกชนิดนั้นๆ ($T = 0.5 T_m$ หรือ $T = 0.6 T_m$) เนื่องจากช่วงอุณหภูมิดังกล่าวจะเกิดการเคลื่อนที่ (การแพร่) ของอะตอม โดยช่วงแรก อะตอมจะเชื่อมติดกันโดยเริ่มจากการที่อุณหภูมิอยู่ชิดกันและมีจุดสัมผัสกันเกิดการถ่ายเทมวล ส่งผลให้เกิดขอบรอยต่อระหว่างอนุภาค ที่เรียกว่า "Neck" จากนั้น Neck มีการเติบโตขยายใหญ่ขึ้นและส่งผลให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น และเกรน

(Grain) ซึ่งเป็นกลุ่มของอนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้น รวมทั้งรูพรุนก็มีขนาดใหญ่ขึ้นด้วยเนื่องจากการมารวมตัวกันแต่จำนวนรูพรุนจะลดน้อยลง ซึ่งในทางทฤษฎีแล้วถ้าเราให้เวลานานมากๆ จะทำให้ไม่มีรูพรุนในชิ้นงานเลย



รูปที่ 5 การเปลี่ยนแปลงในระหว่างการอบเชื่อม [12]

- a) อนุภาคที่อยู่ชิดกันและมีจุดสัมผัสกัน
- b) เกิด Neck และตั้งแนวเพื่อการยึดตัว
- c) รูพรุนที่จุดเชื่อมกันของอนุภาค

การอบเชื่อมที่อุณหภูมิสูงเป็นเสมือนตัวเร่งให้มีการแพร่มากขึ้น ซึ่งก็หมายถึงว่า “neck” มีการเติบโตมากขึ้นเรื่อยๆ ทำให้อนุภาคอลูมินาเกิดการเชื่อมติดกันมากขึ้น นั่นคือรูพรุนขนาดเล็กก็จะถูกปิดไป และถ้าเป็นรูพรุนขนาดใหญ่จะมีขนาดเล็กลง ดังนั้นรูพรุนหรือช่องว่างระหว่างอนุภาคจึงลดน้อยลง ซึ่งกลไกในส่วนนี้จะส่งผลถึงการกระจายรูพรุนให้มีช่วงแคบลงด้วย ผลการทดลองที่กล่าวมาสอดคล้องกับงานวิจัยของ Kondo และคณะ [13]

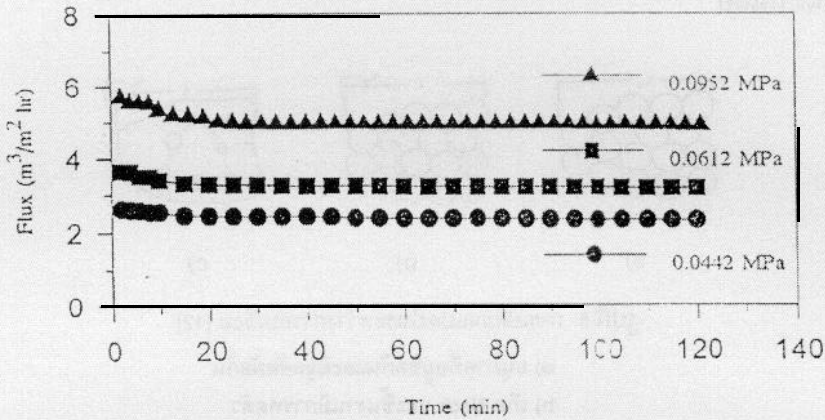
4. ผลของระยะเวลาการอบเชื่อม

ทำการอบเชื่อมที่อุณหภูมิ 1450 °C เป็นระยะเวลา 1, 3 และ 5 ชั่วโมง พบว่าปริมาตรรูพรุนลดลงเล็กน้อยจาก 48% เป็น 46% เมื่อเพิ่มระยะเวลาการอบเชื่อมจาก 1 ชั่วโมงเป็น 5 ชั่วโมง ส่วนผลต่อขนาดรูพรุนก็เป็นไปในทำนองเดียวกันคือ มีผลต่อขนาดรูพรุนค่อนข้างน้อย ขนาดรูพรุนของเยื่อแผ่นที่ระยะเวลาการอบเชื่อมต่างกันมีขนาดรูพรุนโดยเฉลี่ยใกล้เคียงกัน คือประมาณ 1 μm แต่ที่ระยะเวลาของการอบเชื่อมนานมากขึ้นการกระจายขนาดรูพรุนมีแนวโน้มลดลง อย่างไรก็ตามความชัดเจนของการกระจายรูพรุนและปริมาตรรูพรุนในแต่ละช่วงระยะเวลาการอบเชื่อมยังไม่ให้ความแตกต่างอย่างชัดเจนมากนัก อาจเนื่องมาจากสาเหตุหลายประการ เช่น อุณหภูมิอบเชื่อมอาจต่ำเกินไป หรือระยะเวลาการอบเชื่อมอาจน้อยเกินไป

5. คุณสมบัติในการกรองสารของเยื่อแผ่น

ในที่นี้เลือกทดสอบเฉพาะเยื่อแผ่นที่ผ่านการอบเชื่อมที่อุณหภูมิ 1600 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งมีขนาดรูพรุนประมาณ 1 μm ปริมาตรรูพรุน 44 % ซึ่งการที่เลือกเยื่อแผ่นที่ผลิตภายใต้สภาวะนี้เนื่องจากมีความแข็งแรงมากกว่าเยื่อแผ่นที่ผลิตภายใต้สภาวะอื่น จึงมีความเป็นไปได้มากที่สุดหากต้องการนำไปใช้งาน คุณสมบัติในการกรองสารของเยื่อแผ่นที่ทำการทดสอบ คือ ค่าฟลักซ์น้ำ ความสามารถในการกักกันสาร และความต้านทานการไหลของเยื่อแผ่น ซึ่งเป็นคุณสมบัติสำคัญที่บ่งชี้ประสิทธิภาพของเยื่อแผ่น

คุณสมบัติการยอมให้น้ำไหลผ่าน (water permeability) แสดงดังรูปที่ 6 ซึ่งเป็นการทดสอบ ฟลักซ์น้ำที่เวลาต่างๆ โดยใช้ความดัน 0.0442, 0.0612 และ 0.0952 MPa

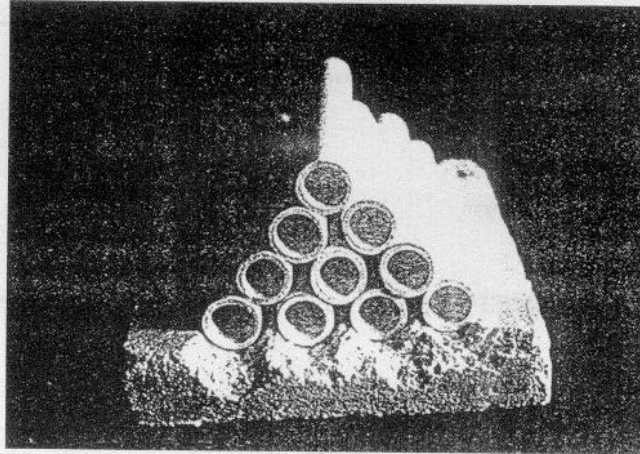


รูปที่ 6 ความสัมพันธ์ระหว่างฟลักซ์น้ำกับเวลา ที่ความดันต่างๆ

จากค่าฟลักซ์น้ำที่สภาวะคงที่ในแต่ละความดันสามารถนำมาคำนวณค่าความต้านทานของเยื่อแผ่น (หน่วยเป็น m^{-1}) ที่ผลิตขึ้นเอง ซึ่งพบว่ามีค่า $1.30 \times 10^9 m^{-1}$ หรือมีค่าการยอมให้น้ำไหลผ่าน $7.63 \times 10^{-10} m$ ที่อัตราการป้อนสาร 1 L/min อุณหภูมิ 25 °C เพื่อให้มั่นใจว่าเยื่อแผ่นที่ผลิตภายใต้สภาวะเดียวกัน แต่ผลิตไม่พร้อมกันจะให้คุณสมบัติเช่นเดิม ผู้วิจัยได้ผลิตเยื่อแผ่นโดยใช้สภาวะเดิมคือ วัตต์ดูบเริ่มต้นที่ปริมาณเท่าเดิมและผ่านการอบเชื่อมที่อุณหภูมิ 1600 °C จากนั้นนำมาทดสอบฟลักซ์น้ำที่สภาวะเดียวกัน พบว่าฟลักซ์น้ำของเยื่อแผ่นทั้งสองมีค่าใกล้เคียงกันมากสำหรับคุณสมบัติในการกักสาร เลือกทดสอบโดยใช้สารแขวนลอยยีสต์ (ขนาด 4-10 μm) ความเข้มข้น 0.58 g/L ทดสอบที่ความดัน 0.0442 MPa อัตราการป้อนสาร 1 L/min อุณหภูมิ 25 °C นำเพอมีเอทที่เวลาต่างๆ ไปวิเคราะห์หาปริมาณยีสต์เพื่อหาค่าการกักกัน (%rejection) พบว่าเยื่อแผ่นมีค่าเพอมีเอทฟลักซ์ของสารแขวนลอยยีสต์ประมาณ 0.3 $m^3/m^2 hr$ และ ค่าการกักกัน = 100%

6. การเปรียบเทียบคุณสมบัติของเยื่อแผ่นที่ผลิตเองกับเยื่อแผ่นทางการค้า

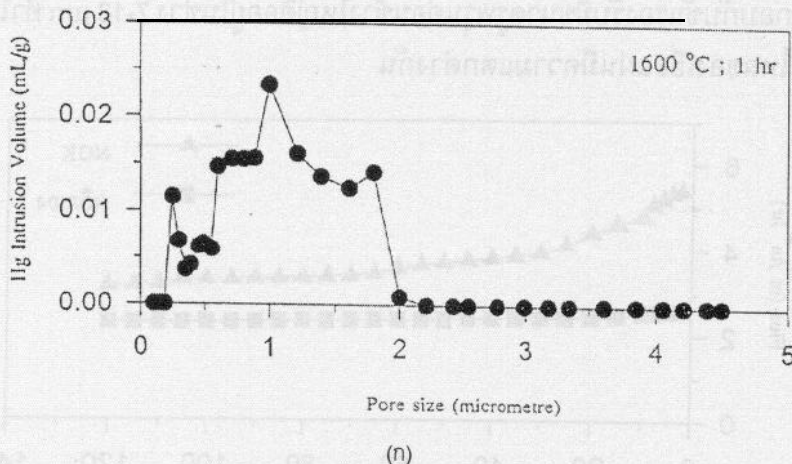
ในหัวข้อนี้จะกล่าวเปรียบเทียบระหว่างเยื่อแผ่นที่ผลิตขึ้นเอง กับเยื่อแผ่นทางการค้า ซึ่งเป็นเยื่อแผ่นอลูมินาของบริษัท NGK โครงสร้างรูพรุนแบบไม่สมมาตร ชั้นผิวมีขนาดรูพรุน 1 μm ส่วนเยื่อแผ่นที่ผลิตขึ้นเอง (ดังรูปที่ 7) เป็นเยื่อแผ่นที่มีโครงสร้างรูพรุนแบบสมมาตร โดยผ่านอุณหภูมิอบเชื่อม 1600 °C มีขนาดรูพรุน (โดยเฉลี่ย) 1 μm โดยเปรียบเทียบคุณสมบัติดังต่อไปนี้



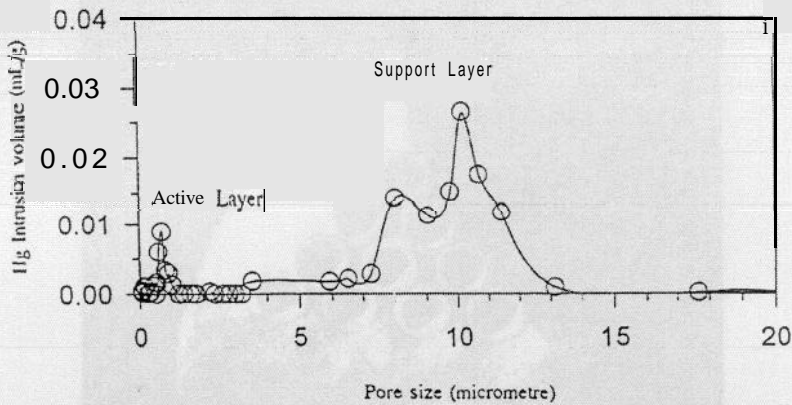
รูปที่ 7 แสดงลักษณะเยื่อแผ่นที่ผลิตขึ้นเอง

ก. ขนาดรูพรุน

เยื่อแผ่นที่ผลิตขึ้นเองจะมีการกระจายขนาดรูพรุนค่อนข้างกว้าง คืออยู่ในช่วง $0.5-2 \mu\text{m}$ ดังแสดงในรูปที่ 8ก ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับเยื่อแผ่น NGK จะเห็นว่าช่วงขนาดรูพรุนไม่กว้างนักและแยกระหว่างชั้นผิวกับชั้นรองรับชัดเจน โดยเฉพาะอย่างยิ่งชั้นผิวมีขนาดรูพรุน $1 \mu\text{m}$ อย่างเห็นได้ชัดและการกระจายขนาดรูพรุนค่อนข้างแคบดังแสดงในรูปที่ 8ข เยื่อแผ่นที่ผลิตเองไม่ว่าจะที่สภาวะใดก็ตามจะเห็นว่า มีช่วงขนาดรูพรุนค่อนข้างกว้าง ซึ่งสาเหตุหลักน่าจะเกิดจากการที่เนื้ออลูมินาก่อนการขึ้นรูปมีฟองอากาศอยู่เมื่อเข้าสู่การอบเชื่อม ฟองอากาศเหล่านี้จะระเหยออกไปทิ้งรูเล็กๆ เหล่านี้ไว้ใ้ในเชิงเงา และอีกประการหนึ่งที่เป็นไปได้คือ ที่ผิวอนุภาคอลูมินาเริ่มต้นเองจะมีลักษณะไม่เรียบ ซึ่งรูพรุนเล็กๆ เหล่านี้อาจเป็นช่องว่างในอนุภาคผองเอง



รูปที่ 8 ขนาดรูพรุนของเยื่อแผ่นที่ผลิตขึ้นเอง (ก) และเยื่อแผ่น NGK (ข)



(ข)

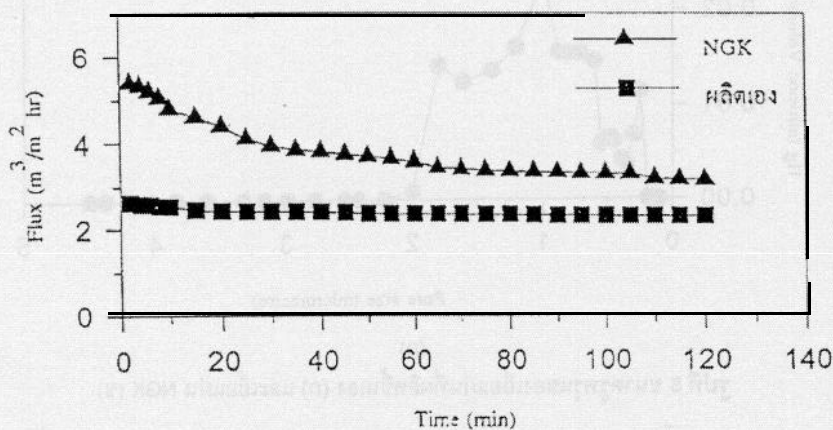
รูปที่ 8 ขงเวลาดูพรุนของเยื่อแผ่นที่ผลิตขึ้นเอง (ก) และเยื่อแผ่น NGK (ข) (ต่อ)

ท. ความต้านทานของเยื่อแผ่น

ความต้านทานของเยื่อแผ่นที่ผลิตขึ้นเอง มีค่าประมาณ $1.30 \times 10^9 \text{ m}^{-1}$ แต่ความต้านทานของเยื่อแผ่น NGK มีค่า $0.94 \times 10^9 \text{ m}^{-1}$ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าความต้านทานของเยื่อแผ่น NGK ต่ำกว่าเยื่อแผ่นที่ผลิตเอง ทั้งนี้ก็เพราะโครงสร้างรูพรุนของเยื่อแผ่นทั้งสองมีความแตกต่างกันคือ เยื่อแผ่นที่ผลิตขึ้นเองมีโครงสร้างรูพรุนแบบสมมาตร แต่เยื่อแผ่นของบริษัท NGK มีโครงสร้างรูพรุนแบบไม่สมมาตร จึงมีความต้านทานต่อการไหลต่ำกว่า

ค. ฟลักซ์น้ำ

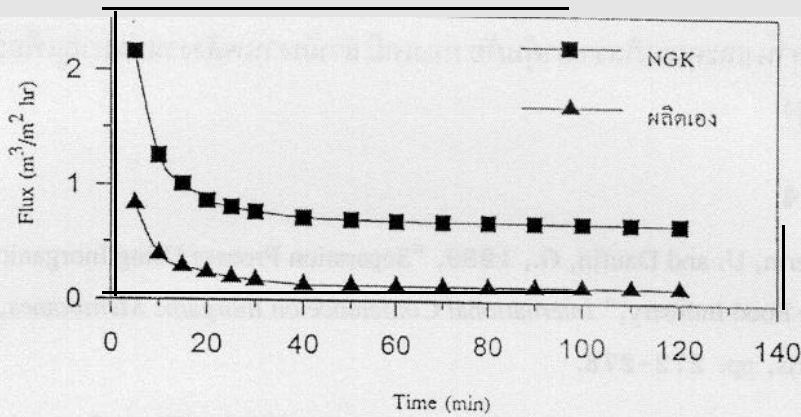
รูปที่ 9 แสดงค่าฟลักซ์น้ำกับเวลาที่ความดัน 0.0442 MPa ฟลักซ์น้ำของเยื่อแผ่น NGK จะสูงกว่าเยื่อแผ่นที่ผลิตเอง ทั้งนี้ก็เนื่องจากเยื่อแผ่นที่ผลิตเองมีความหนาถึง 1 mm. ในขณะที่ชั้นผิวของเยื่อแผ่น NGK มีความหนาเพียง 250 μm และการกระจายขนาดรูพรุนแคบ ประกอบกับชั้นรองรับมีขนาดรูพรุนค่อนข้างใหญ่คืออยู่ในช่วง 7-13 μm ทำให้ความต้านทานการไหลของเยื่อแผ่นมีความแตกต่างกัน



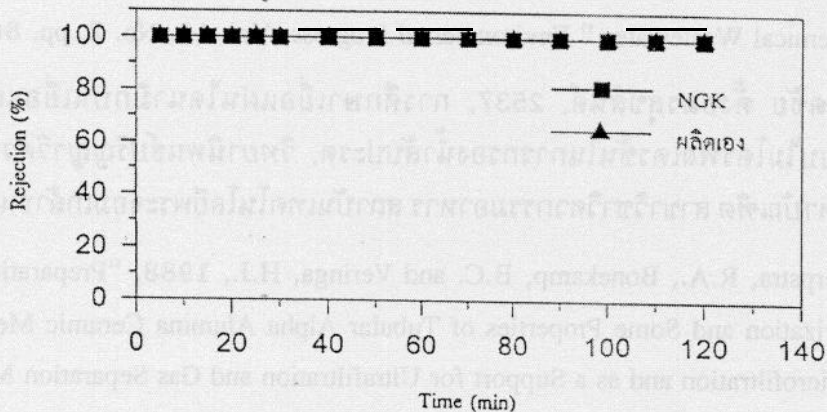
รูปที่ 9 แสดงการเปรียบเทียบฟลักซ์น้ำของเยื่อแผ่นที่ผลิตขึ้นเอง กับเยื่อแผ่น NGK ที่ความดัน 0.0442 MPa

ง. เพลอมีเอทฟลักซ์ของสารแขวนลอยยีสต์

รูปที่ 10 และ 11 แสดงเพลอมีเอทฟลักซ์ของสารแขวนลอยยีสต์ที่ความเข้มข้น 0.58 g/L และค่าการกักกันสารของเยื่อแผ่นทั้งสอง ตามลำดับ ซึ่งเยื่อแผ่น NGK มีฟลักซ์ที่สูงกว่า ทั้งนี้เนื่องมาจากเหตุผลเดียวกันกับฟลักซ์น้ำ แต่สำหรับค่าการกักกันสาร เยื่อแผ่นทั้งสองมีค่า 100% เท่ากันซึ่งอาจเนื่องมาจากว่า ยีสต์ที่นำมาทดสอบมีขนาดอนุภาคประมาณ 5 μm ขึ้นไป ซึ่งเป็นขนาดใหญ่กว่าขนาดรูพรุนของเยื่อแผ่นมากจึงไม่สามารถผ่านเยื่อแผ่นออกไปได้



รูปที่ 10 แสดงการเปรียบเทียบเพลอมีเอทฟลักซ์ของเยื่อแผ่นที่ผลิตขึ้นเองกับเยื่อแผ่น NGK เมื่อใช้สารแขวนลอยยีสต์ที่ความเข้มข้น 0.58 g/L ที่ความดัน 0.0442 MPa



รูปที่ 11 ค่าการกักกันเซลล์ยีสต์ของเยื่อแผ่นที่ผลิตขึ้นเองกับเยื่อแผ่น NGK

สรุป

จากการศึกษาผลิตเยื่อแผ่นเซรามิกชนิดไมโครฟิลเตรชันจากอลูมินาพบว่า สามารถผลิตเยื่อแผ่นรูปแบบท่อกลวง ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 0.9 cm. และภายนอก 1.1 cm. ความหนา 1 mm. โดยมีลักษณะปรากฏภายนอกใกล้เคียงกับเยื่อแผ่นทางการค้า เยื่อแผ่นที่ผลิตเองมีโครงสร้างรูพรุนแบบสมมาตร มีการกระจายขนาดของรูพรุนค่อนข้างกว้างคือ อยู่ในช่วง 0.5-2 μm (โดยเฉลี่ย 1 μm) ส่วนเยื่อแผ่นทางการค้า (NGK) เป็นเยื่อแผ่นที่มีโครงสร้างรูพรุนแบบไม่สมมาตร ซึ่งประกอบด้วย

ชั้นรองรับซึ่งมีขนาดรูพรุนในช่วง 7-13 μm และชั้นผิวมีขนาดรูพรุน 1 μm โดยในชั้นผิวนี้การกระจายขนาดรูพรุนแคบมาก ความต้านทานการไหลของเยื่อแผ่นที่ผลิตขึ้นเองมีค่าสูงกว่าของเยื่อแผ่นทางการค้า คือ $1.30 \times 10^9 \text{ m}^{-1}$ และ $0.94 \times 10^9 \text{ m}^{-1}$ ตามลำดับ

กิตติกรรมประกาศ

ผู้ดำเนินการวิจัยขอขอบคุณ รศ.ดร. ศักรินทร์ ภูมิรัตน ศูนย์พันธุวิศวกรรมและเทคโนโลยีชีวภาพแห่งชาติ และดร. สมนึก ศิริสุนทร ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ ที่ได้กรุณาให้แนวคิดตลอดจนคำแนะนำต่างๆ ขอขอบคุณ คุณขจรเดช สว่างอรุณ บริษัทไทยเซลลูโลสโปรดักส์จำกัด ที่เอื้อเฟื้อตัวประสาน และคุณอภิสร่า ยาคุ่มภัย กองเคมี สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ ที่เอื้อเฟื้อเตาเผาอุณหภูมิสูง

เอกสารอ้างอิง

1. Merin, U. and Daufin, G., 1989, "Separation Process Using Inorganic Membrane in the Food Industry," International Conference on **Inorganic** Membranes, 6 July 1989, Paris, pp. 272-278.
2. Nooijen, W.F.J.M. and Muilwijk, B., 1994, "Paint/Water Separation by Ceramic Microfiltration," *Filtration and Separation*, Vol. 31, No. 3, pp. 227-229.
3. Lahiere, R.J. and Goodboy, K.P., 1993, "Ceramic Membrane Treatment of Petrochemical Wastewater," *Environmental Progress*, Vol. 12, No. 2, pp. 86-96.
4. เชิดชัย ตั้งอมรสขันธ์, 2537, การศึกษาเยื่อแผ่นไดนามิกบนเยื่อแผ่นอนินทรีย์แบบไมโครฟิลเตรชันในการกรองน้ำสับปะรด, วิทยานิพนธ์ปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมอาหาร สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี, หน้า 31.
5. Terpstra, R.A., Bonekamp, B.C. and Veringa, H.J., 1988, "Preparation, Characterization and Some Properties of Tubular Alpha Alumina Ceramic Membranes for Microfiltration and as a Support for Ultrafiltration and Gas Separation Membranes," *Desalination*, Vol. 70, pp. 395-404.
6. Alain Ariol and Jacques Gillot, 1988, US. Patent No. 4,724,078.
7. Sugiura, I., Nomura, H., Shinohara, N. and Tsubaki, J., 1993, "Effect of Preparation Condition on Properties of Green and Sintered Body in Alumina," *J. of the Ceram. Soc. of Japan Int. Edit.*, Vol. 101, No. 8, pp. 911-915.
8. Yeh, T.-S. and Sacks, M.D., 1988, "Effect of Particle Size Distribution on the Sintering of Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 71, No. 12, pp. C484-487.

9. ณัฐพล ทรงประเสริฐ, 2536, การผลิตเยื่อแผ่นเซรามิกโดยวิธีโซล-เจลเทคนิค, *วิทยานิพนธ์ปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี*, หน้า 33.
10. เจริญพงษ์ สุขสวัสดิ์, โฆษิต พุกะทรัพย์ และ ยงค์ บำรุงวงศ์ดี, 2536, เครื่องขึ้นรูปเซรามิก, *วิทยานิพนธ์ปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเครื่องกล สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี*, หน้า 64-77.
111. Yoshida, K. and Yagi, T., 1996, "Hybridized Fabrication of Optical Fibers by Extrusion Forming Process," *J. of the Ceram. Soc. of Jap. Int. Edit.*, Vol. 104, No. 7, pp. 602-604.
12. Cutler, I.B., 1970, *High Temperature Oxide* Part III, New York, Academic Press, pp. 130-135.
- i 3. Kondo, Y., Hashisuka, Y., Nakahara, M. and Yokota, K., 1993, "Slip Casting of Alumina Using Porous Alumina Mold," *J. of the Ceram. Soc. of Jap. Int. Edit.*, Vol. 101, No. 8, p. 904.