บทที่ 3
วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีและอุปกรณ์

สารเคมีที่ใช้ในการศึกษานี้ประกอบด้วย ไคโตซาน (Chitosan) (Commercial grade) จาก Eland Corporation Ltd., ซีโอไลต์ เอ (Linde type A) (Commercial grade) จาก Thai Silicate Ltd., กรดแอซีติก (CH_3COOH) ความเข้มข้นร้อยละ 99.5 โดยน้ำหนัก (Commercial grade), กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) ความเข้มข้นร้อยละ 98 โดยน้ำหนัก (Commercial grade), โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก (Commercial grade), แก๊สไฮโดรเจน (H_2) ความเข้มข้นร้อยละ 99.99 ของ PRAXAIR, แก๊สไนโตรเจน (N_2) ความเข้มข้นร้อยละ 99.99 ของ PRAXAIR, แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) ความเข้มข้นร้อยละ 99.99 ของ PRAXAIR, แก๊สมีเทน (CH_4) ความเข้มข้นร้อยละ 99.99 ของ PRAXAIR

การทดสอบสมบัติ ได้แก่ ความสามารถทนต่อแรงดึงด้วยเครื่องทดสอบ Universal Testing, ลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscopy, วิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนของซีโอไลต์ด้วยเครื่อง Surface Area Analyzer, โครงสร้างทางเคมีของเมมเบรนด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectroscopy, ชุดทดสอบค่าการซึมผ่านแก๊ส

3.2 วิธีดำเนินการวิจัย

3.2.1 ชนิดของเมมเบรนที่เตรียมในงานวิจัย

เมมเบรนที่เตรียมขึ้นในงานวิจัยนี้ ประกอบด้วย 5 ชนิด ดังนี้

1) เมมเบรนไคโตซานไม่เชื่อมขวาง
2) เมมเบรนไคโตซานเชื่อมขวางด้วยสารละลายกรดซัลฟิวริกร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก
3) เมมเบรนไคโตซานไม่เชื่อมขวาง–ซีโอไลต์เอ ที่มีปริมาณซีโอไลต์เอร้อยละ 10–40 โดยน้ำหนักของน้ำหนักไคโตซาน
4) เมมเบรนไคโตซานเชื่อมขวาง–ซีโอไลต์เอ ที่มีปริมาณของซีโอไลต์เอร้อยละ10–40 โดยน้ำหนักของน้ำหนักไคโตซาน
5) เมมเบรนไคโตซานแบบเชื่อมขวาง และเมมเบรนไคโตซานแบบเชื่อมขวาง–ซีโอไลต์เอ ที่บวมตัวด้วยน้ำ

3.2.2 วิธีการเตรียมเมมเบรน

1) เมมเบรนไคโตซานไม่เชื่อมขวาง

- เตรียมสารละลายไคโตซานร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ในสารละลายกรดแอซีติกเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก
- เทสารละลายพอลิเมอร์ปริมาณ 17–18 กรัมบนแผ่นกระจกขนาด 15×15 ตารางเซนติเมตร เพื่อให้ได้ความหนาของเมมเบรนเมื่อแห้งแล้วประมาณ 30 ไมครอน
- อบในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
- แช่เมมเบรนในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 4 โดยน้ำหนักเป็นเวลา 20 นาที ล้างด้วยน้ำกลั่นจนเป็นกลาง แล้วอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จะได้เมมเบรนไคโตซานไม่เชื่อมขวาง

2) เมมเบรนไคโตซานเชื่อมขวางด้วยสารละลายกรดซัลฟิวริกร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก

มีขั้นตอนเช่นเดียวกับการเตรียมเมมเบรนไคโตซานไม่เชื่อมขวางในข้อ 1) แต่จะเพิ่มขั้นตอนของการนำเมมเบรนไปแช่ในสารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้น ร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ล้างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งเป็นกลาง อบในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จะได้เมมเบรนไคโตซานแบบเชื่อมขวาง

3) เมมเบรนไคโตซานคอมโพซิตแบบไม่เชื่อมขวาง และแบบเชื่อมขวาง

มีวิธีการเช่นเดียวกับการเตรียมเมมเบรนไคโตซานแบบไม่เชื่อมขวางและแบบเชื่อมขวาง ในข้อ 1) และ 2) ตามลำดับ แต่จะเพิ่มขั้นตอนการผสมผงซีโอไลต์เอ โดยจะแบ่งกรดแอซีติกเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ปริมาณหนึ่งมาผสมกับผงซีโอไลต์เอให้อยู่ในลักษณะที่เป็นสารแขวนลอย จากนั้นทำการผสมส่วนของสารละลายไคโตซานกับสารแขวนลอยของผงซีโอไลต์เอ ในอ่างอัลทราโซนิก (Ultrasonic water bath) แล้วทำตามขั้นตอนเดิม

4) เมมเบรนอิ่มตัวด้วยน้ำ

แช่เมมเบรนไคโตซานแบบเชื่อมขวาง และเมมเบรนไคโตซานแบบเชื่อมขวาง–ซีโอไลต์เอที่เตรียมได้ในน้ำบริสุทธิ์ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ซับสารละลายที่ผิวหน้าเมมเบรนให้แห้งด้วยกระดาษซับ ก่อนนำไปทดสอบสมบัติต่าง ๆ

3.2.3 การทดสอบปริมาณการดูดซับน้ำในเมมเบรน

1) ชั่งน้ำหนักของเมมเบรนแห้ง
2) แช่ในน้ำกลั่นที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
3) ซับน้ำที่ผิวหน้าเมมเบรนออกให้แห้งด้วยกระดาษซับแล้วนำไปชั่งน้ำหนักอย่างรวดเร็วเพื่อป้องกันการระเหยของน้ำในเมมเบรน

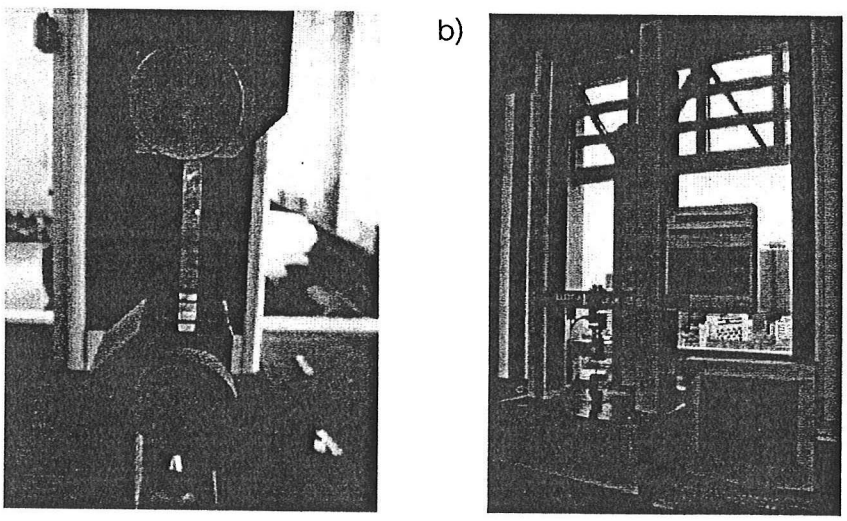
4) นำค่าน้ำหนักของเมมเบรนแห้งและหลังการดูดซับน้ำ มาคำนวณปริมาณการดูดซับน้ำในเมมเบรน ตามสมการที่ 3.1

$$\text{water uptake} = \frac{\text{weight}_{wet} - \text{weight}_{dry}}{\text{weight}_{dry}} \qquad (3.1)$$

3.2.4 ความสามารถทนต่อแรงดึง (Tensile strength)

1) ตัดเมมเบรนให้มีขนาด 5X150 ตารางมิลลิเมตร ดังแสดงในรูปที่ 3.1 a)
2) วัดความหนาของเมมเบรนด้วยไมโครมิเตอร์
3) ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D882 ด้วยเครื่อง Universal testing machine ตามรูปที่ 3.1 b) โดยใช้ความเร็วในการทดสอบเท่ากับ 5 มิลลิเมตร/นาที

a) b)



รูปที่ 3.1 เครื่อง Universal Testing LLOYD Instruments LR 5K

3.2.5 การทดสอบค่าการซึมผ่านของแก๊ส

เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบค่าการซึมผ่านแก๊สของเมมเบรน โดยทั่วไปสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ระบบ คือ การวัดโดยใช้ความดันคงที่ และการวัดโดยใช้ปริมาตรคงที่ สำหรับงานวิจัยนี้เป็นการวัดแบบความดันคงที่โดยใช้เครื่องมือที่พัฒนาขึ้นเองดังรูปที่ 3.2 โดยผ่านแก๊สที่ต้องการทดสอบเข้าไปทางด้านบนของเมมเบรน ควบคุมความดันขาเข้าของแก๊สให้คงที่ ส่วนด้านขาออกเปิดสู่บรรยากาศ และทำการวัดอัตราการไหลของแก๊สขาออก เพื่อนำไปคำนวณค่าการซึมผ่านแก๊ส ดังสมการที่ 3.2 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเมมเบรนที่ทดสอบ คือ 3.1 เซนติเมตร

$$P = \frac{QL}{A\Delta P} \qquad (3.2)$$

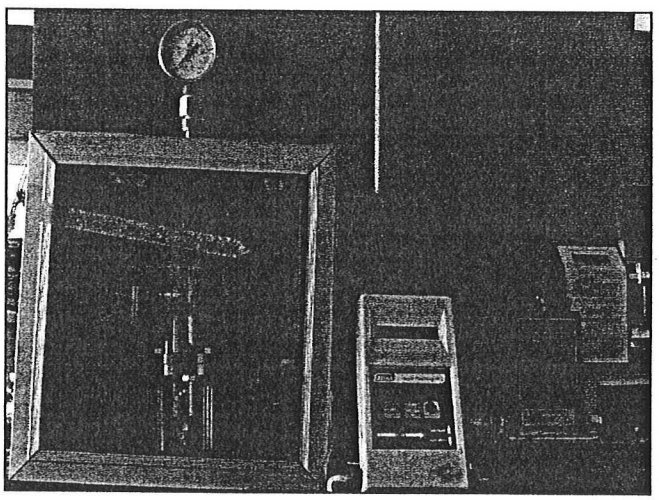
P = ค่าการซึมผ่านแก๊ส $(cm^3 \cdot cm)/(s \cdot cm^2 \cdot cmHg)$ และแปลงเป็นหน่วยแบเรอร์ (Barrer) โดย 1 Barrer = 10^{-10} $(cm^3 \cdot cm)/(s \cdot cm^2 \cdot cmHg$

Q = อัตราการไหลของแก๊สผ่านเมมเบรน (cm^3/s)

L = ความหนาของเมมเบรน (cm)

A = พื้นที่ของเมมเบรนที่ตั้งฉากกับทิศทางการถ่ายโอนมวล (cm^2)

ΔP = ความดันต่าง (cmHg)



รูปที่ 3.2 ชุดทดสอบค่าการซึมผ่านของแก๊ส

จากค่าการซึมผ่านแก๊สที่ได้ นำมาคำนวณค่าการเลือกสรรคู่แก๊ส ตามสมการที่ 3.3

$$\alpha_{A/B} = \frac{P_A}{P_B} \qquad (3.3)$$

$\alpha_{A/B}$ = ค่าการเลือกสรรแก๊ส A ต่อ B

P_A และ P_B คือค่าการซึมผ่านแก๊ส A และ B (แบเรอร์) ตามลำดับ