บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 สารเคมีที่ใช้

3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมเมมเบรน

1. พอลิซัลโฟน ($C_{27}H_{22}O_4S$) น้ำหนักโมเลกุลเชิงจำนวน (Mn) เท่ากับ 16,000 (AR grade): ALDRICH
2. ไทรเมทิล-ไซริล-คลอโรซัลฟอเนต (TMSCS) ($(CH_3)_3SiSO_3Cl$) (AR grade): ALDRICH
3. นอร์มัล-เมทิล-2-ไพโรลิโดน (C_5H_9NO) (AR grade): LAB-SCAN
4. 1, 2 - ไดคลอโรอีเทน ($C_2H_4Cl_2$) (AR grade): LAB-SCAN
5. โซเดียมเมทอกไซด์ (CH_3NaO) (AR grade): FLUKA
6. เมทานอล (CH_3OH) (commercial grade)
7. แก๊สไนโตรเจน (N_2): PRAXAIR

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการสกัดไลโคพีน

1. เฮกเซน (C_6H_{14}) (commercial grade)
2. แอซีโทน (CH_3COCH_3) (commercial grade)
3. เอทานอล (C_2H_5OH) (commercial grade)
4. มะเขือเทศพันธุ์ท้อ ซื้อจากซุปเปอร์มาเก็ต ในกรุงเทพมหานคร

3.1.3 สารเคมีที่ใช้ในการทดสอบสมรรถนะของเมมเบรน

1. ไนโตรเจนเหลว (liquid N_2): บริษัทไทยอินดัสเตรียลแก๊สจำกัด (มหาชน)
2. สารมาตรฐานไลโคพีนจากมะเขือเทศ ($C_{40}H_{56}$): ALDRICH
3. เฮกเซน (C_6H_{14}) (AR grade): CARLO ERBA

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

3.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมเมมเบรน

1. เครื่องกวนระบบแม่เหล็ก (magnetic stirrer): IKA RCT basic
2. เครื่องชั่ง (analytical balance): METTLER TOLEDO รุ่น PB 3002-S
3. เตาอบ (hot air oven): BINDER รุ่น ED 115
4. แผ่นกระจกขนาด 25 x 25 เซนติเมตร
5. ขวดสามคอ
6. กรวยหยด (Dropping funnel with equalization arm)
7. Glove box: LABCONCO รุ่น 5080002

3.2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบสมบัติของเมมเบรน

1. ไมโครมิเตอร์
2. ชุดทดสอบเพอร์แวปเพอเรชันแบบแผ่นและกรอบ
3. ปั๊มสูญญากาศ: EDWARDS รุ่น RV-3
4. Peristaltic pump: Masterflex

3.2.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการสกัดไลโคพีน

1. เครื่องเขย่า (shaker): PNP รุ่น OS3
2. เครื่องสกัดน้ำผักและผลไม้: ฟิลิปส์ รุ่น Juicer HR 1861
3. ขวดสีชา

3.3 เครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์

3.3.1 เครื่องวิเคราะห์ที่มีในภาควิชาเคมีเทคนิค จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

1. เครื่อง Universal testing: LLOYD Instruments LR 5K
2. เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectroscopy: Thermo รุ่น DF3C206A
3. เครื่อง UV-Visible Spectrophotometer: Jasco รุ่น V-530

3.3.2 เครื่องวิเคราะห์นอกภาควิชาเคมีเทคนิค

1. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope): JEOL รุ่น JSM-6400 จากศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
2. เครื่อง Thermogravimetric analyzer จากศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.4 วิธีดำเนินการวิจัย

3.4.1 การเตรียมเมมเบรน

3.4.1.1 วิธีเตรียมเมมเบรนพอลิซัลโฟน

1. ละลายพอลิซัลโฟนให้มีความเข้มข้นร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ในนอร์มัล-เมทิล-2-ไพโรลิโดน (NMP) กวนด้วยเครื่องกวนระบบแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้อง จนละลายหมด
2. นำสารละลายพอลิซัลโฟนมาขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มบนแผ่นกระจกที่ติดเทปกาว เพื่อกำหนดความหนา
3. ระเหยตัวทำละลายบางส่วนในตู้อบลมร้อน ที่อุณหภูมิ 40, 50 และ 60 องศาเซลเซียส นาน 8 - 18 ชั่วโมง
4. แช่น้ำที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส นาน 45, 60 และ 90 นาทีเพื่อทำให้เกิดการเปลี่ยนเฟส
5. ทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง ตามรูปที่ 3.1

3.4.1.2 การเตรียมซัลฟอเนเตดพอลิซัลโฟน

ทำตามวิธีการในเอกสารอ้างอิง [5] ดังนี้

1. ละลายเม็ดพอลิซัลโฟนชนิดน้ำหนักโมเลกุลเชิงจำนวน (Mn) เท่ากับ 16,000 ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักใน 1, 2-ไดคลอโรอีเทน ใส่ในขวดสามคอ กวนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ณ อุณหภูมิห้อง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน
2. เตรียมสารละลายผสมของไทรเมทิลไซริลคลอโรซัลฟอเนต (TMSCS) กับ 1, 2-ไดคลอโรอีเทน ในอัตราส่วนเท่ากับร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก บรรจุลงในกรวยหยด (Dropping funnel) ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

3. ประกอบเข้ากับขวด 3 คอ ค่อยๆ หยดสารละลายผสมไทรเมทิลไซริลคลอโรซัลฟอเนตลงในสารละลายพอลิซัลโฟน กวนสารละลายภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
4. เติมสารละลายโซเดียมเมทอกไซด์ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก ในเมทานอล
5. เติมสารละลายเมทานอลในปริมาณที่มากเกินพอ ตะกอนที่ได้คือ ซัลฟอเนเตดพอลิซัลโฟน ล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออน (deionize water)
6. กรองตะกอนและอบแห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 24 ชั่วโมง ตามรูปที่ 3.2

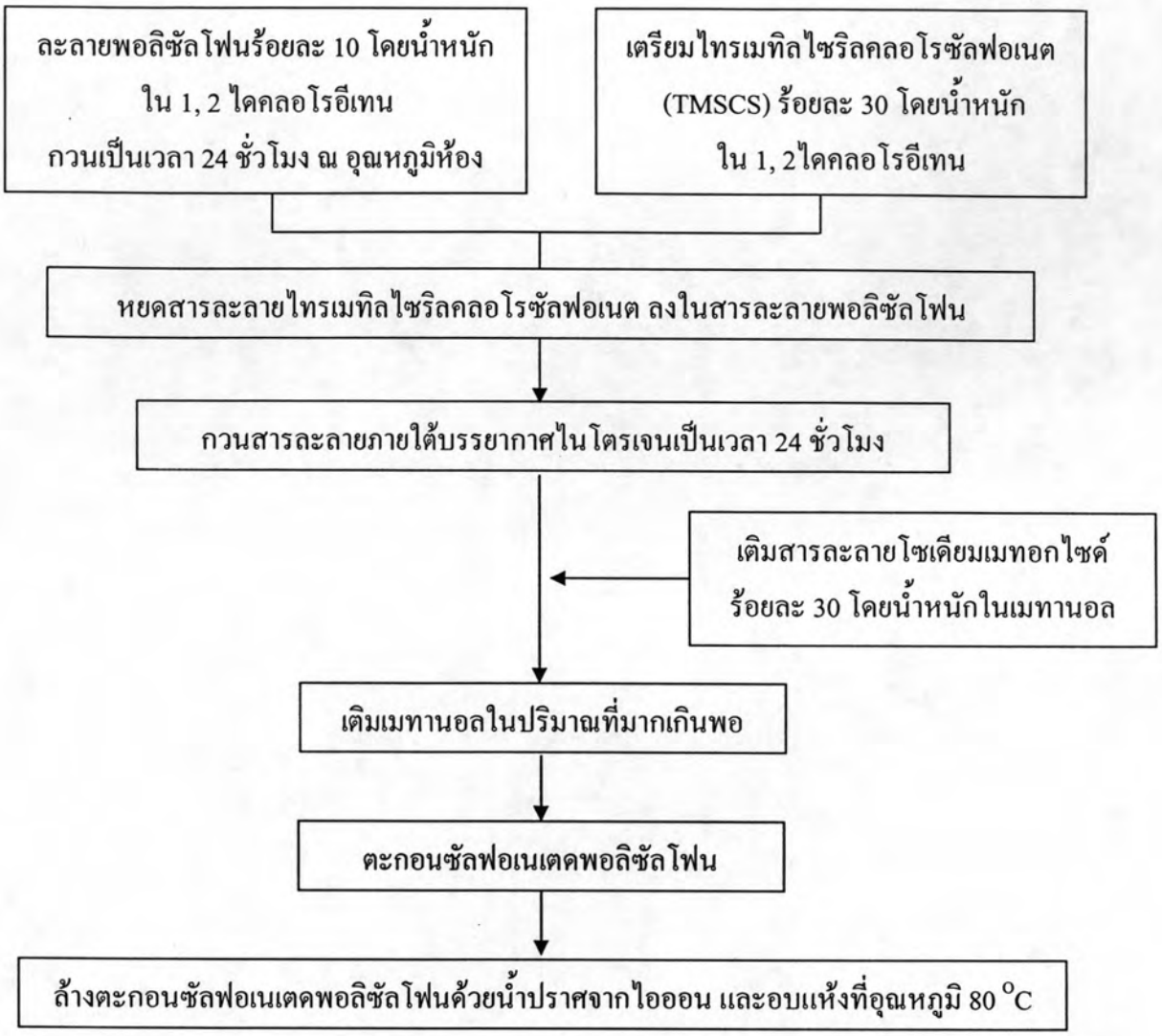
3.4.1.3 การเตรียมเมมเบรนซัลฟอเนเตดพอลิซัลโฟน

1. ละลายซัลฟอเนเตดพอลิซัลโฟนที่เตรียมได้ ให้มีความเข้มข้นร้อยละ 20 โดยน้ำหนักในนอร์มัล-เมทิล-2-ไพโรลิโดน (NMP) กวนจนละลายหมด
2. นำสารละลายซัลฟอเนเตดพอลิซัลโฟนมาขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มบนแผ่นกระจก
3. ระเหยตัวทำละลายบางส่วนตามสภาวะที่เหมะสมที่ได้จากการศึกษาเมมเบรนพอลิซัลโฟน
4. ทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง ตามรูปที่ 3.3

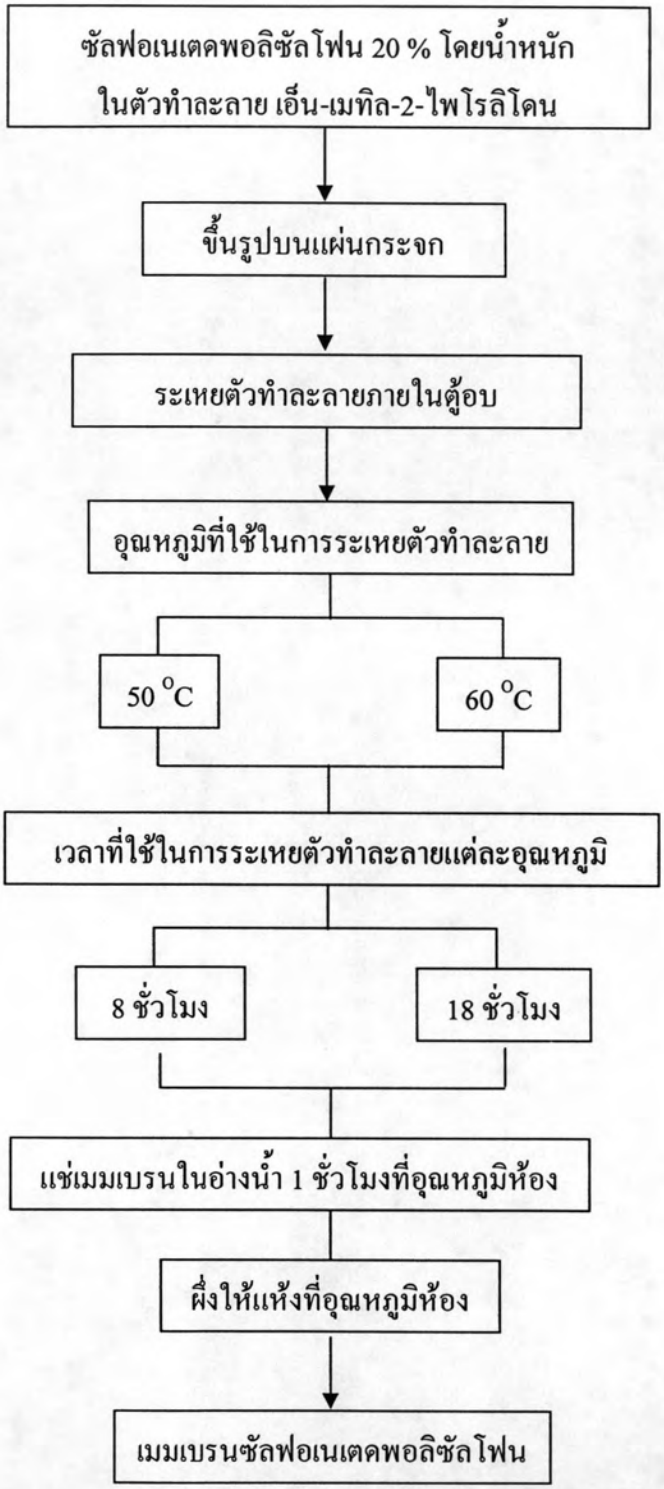
3.4.2 การสกัดสารไลโคพีน

1. คั้นมะเขือเทศสด 100 กรัม ด้วยเครื่องสกัดน้ำผักและผลไม้ ใส่ในขวดป้องกันแสง
2. เติมตัวทำละลายผสมที่ใช้สกัด ซึ่งในงานวิจัยนี้ใช้สารละลายผสมของ เฮกเซน: แอซีโทน:เอทานอล ในอัตราส่วน 50: 25: 25 โดยปริมาตร ตามสภาวะที่เหมาะสมของเอกสารอ้างอิง [6] ปริมาณ 300 มิลลิลิตร เขย่าด้วยเครื่องเขย่าเป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิห้อง
3. ตั้งทิ้งไว้ให้เกิดการแยกชั้น สารตัวอย่างไลโคพีนจะอยู่ในชั้นเฮกเซน
4. วิเคราะห์ไลโคพีนทั้งเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ เปรียบเทียบกับสารละลายไลโคพีนมาตรฐาน ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์

รูปที่ 3.1 แผนภาพการเตรียมเมมเบรนพอลิซัลโฟน



รูปที่ 3.2 แผนภาพการเตรียมอนุภาคซัลฟอเนเตดพอลิซัลโฟน



รูปที่ 3.3 แผนภาพการเตรียมเมมเบรนซัลฟอเนเตดพอลิซัลโฟน

3.4.3 การทดสอบสมบัติของเมมเบรน

3.4.3.1 ความสามารถทนต่อแรงดึง (Tensile strength)

1. ตัดเมมเบรนให้มีขนาด 5x100 มิลลิเมตร
2. วัดความหนาของเมมเบรนด้วยไมโครมิเตอร์
3. ทดสอบตาม ASTM D882 ด้วยเครื่อง Universal testing machine (Load cell 5K, Test speed 50 mm/min)

3.4.3.2 การทดสอบสัณฐานวิทยา

ตัดเมมเบรนด้วยใบมีดโกนให้มีขนาดประมาณ 0.5 x 1 เซนติเมตร แล้วนำไปติดบนที่รองรับด้วยกาวสองหน้าอย่างบาง นำตัวอย่างไปเคลือบทอง แล้วทำการตรวจสอบภาคตัดขวางของเมมเบรนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.4.3.3 การศึกษาสมรรถนะในการแยกของเมมเบรน

ใช้ชุดทดสอบเพอร์แวปเพอเรชันแบบแผ่นและกรอบดังรูปที่ 3.4 โดยมีแผนผังของชุดทดสอบดังรูปที่ 3.5

1. ตัดเมมเบรนเป็นวงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4.5 เซนติเมตร
2. วางเมมเบรนลงบนหน้าแปลนของชุดทดสอบดังรูปที่ 3.6
3. ป้อนสารละลายไลโคพีนที่สกัดจากมะเขือเทศด้วย Peristaltic pump ด้วยอัตราการไหล 75 มิลลิลิตรต่อนาที
4. ใช้ปั๊มสูญญากาศเป็นแรงขับดัน (driving force) ทางฝั่งเพอร์มิเอต โดยใช้ความดันเท่ากับ -1 บรรยากาศ
5. เก็บตัวอย่างในฝั่งเพอร์มิเอตโดยควบแน่นด้วยไนโตรเจนเหลว
6. นำไปวิเคราะห์ปริมาณไลโคพีนด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์
7. คำนวณค่าแฟกเตอร์การแยก (Separation factor) และค่าฟลักซ์ ตามสมการที่ (3.1) และ (3.2)

$$\alpha_{i/j} = \frac{c_{ip}/c_{jp}}{c_{if}/c_{jf}} \qquad (3.1)$$

เมื่อ $\alpha_{i/j}$ = ค่าแฟกเตอร์การแยกขององค์ประกอบ i เทียบกับองค์ประกอบ j

c_{ip} = ความเข้มข้นขององค์ประกอบ i ในเพอร์มิเอต (พีพีเอ็ม)

c_{jp} = ความเข้มข้นขององค์ประกอบ j ในเพอร์มิเอต (พีพีเอ็ม)

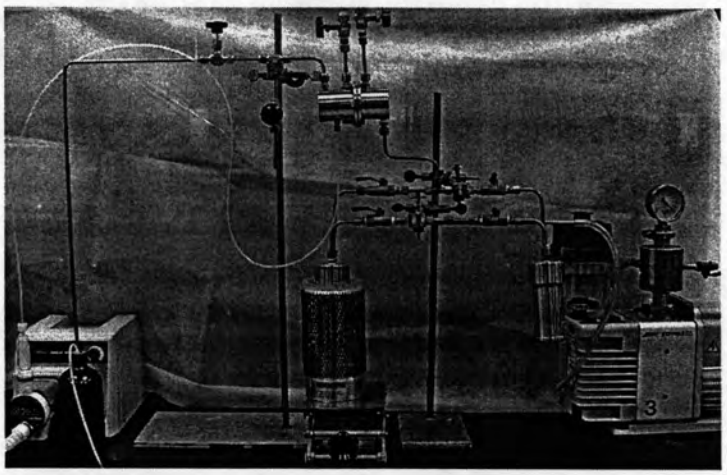
c_{if} = ความเข้มข้นขององค์ประกอบ i ในสารป้อน (พีพีเอ็ม)

c_{jf} = ความเข้มข้นขององค์ประกอบ j ในสารป้อน (พีพีเอ็ม)

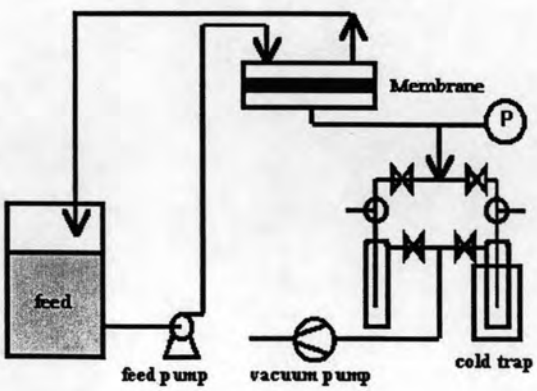
$$\text{Flux} = \frac{Q}{A} \qquad (3.2)$$

เมื่อ Q = ปริมาณเพอร์มิเอตต่อเวลา (ลิตร/ชั่วโมง)

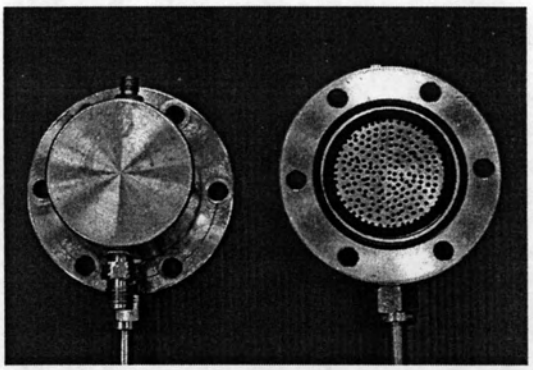
A = พื้นที่หน้าตัดของเมมเบรน ($ม^2$)



รูปที่ 3.4 ชุดทดสอบเพอร์แวปเพอเรชันแบบแผ่นและกรอบ



รูปที่ 3.5 แผนผังชุดทดสอบเพอร์แวปเพอเรชันแบบแผ่นและกรอบ [3]



รูปที่ 3.6 หน้าแปลนของชุดทดสอบเพอร์แวปเพอเรชันแบบแผ่นและกรอบ

8. นำค่าฟลักซ์และค่าแฟกเตอร์การแยกที่ได้ไปคำนวณหาค่าดัชนีการแยกตามสมการที่ (3.3)

ดัชนีการแยก = ฟลักซ์ x แฟกเตอร์การแยก (3.3)