

การหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์มบางนาโนคอมโพสิตที่มีการเติมสารละลายคอลลอยด์ของ
ไทเทเนียมออกไซด์ด้วยวิธีการพื้นผิวตอบสนอง



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี
คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2564
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

OPTIMIZATION FOR THIN-FILM NANOCOMPOSITE MEMBRANE FABRICATION WITH
ADDITION OF TiO₂ COLLOIDAL USING RESPONSE SURFACE METHODOLOGY



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Engineering in Chemical Engineering

Department of Chemical Engineering

FACULTY OF ENGINEERING

Chulalongkorn University

Academic Year 2021

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์มบางนาโนคอมโพสิตที่มีการเติมสารละลายคอลลอยด์ของไทเทเนียมออกไซด์ด้วยวิธีการปั่นผิวดอบสนอง
โดย	นายปรมินทร์ อัจหาญ
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชลิตา คล้ายโสม

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

.....	คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.สุพจน์ เตชวรสินสกุล)	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	ประธานกรรมการ
.....	(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พงศ์ธร เจริญสุขานิมิตร)
.....	อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชลิตา คล้ายโสม)	กรรมการ
.....	(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปารวี วาสน์อำนวย)
.....	กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริระ ศรีนิเวศน์)	

ปรมินทร์ อาจหาญ : การหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์มบางนาโนคอมโพสิตที่มีการเติมสารละลายคอลลอยด์ของไทเทเนียมออกไซด์ด้วยวิธีการพื้นผิวตอบสนอง. (

OPTIMIZATION FOR THIN-FILM NANOCOMPOSITE MEMBRANE FABRICATION WITH ADDITION OF TiO_2 COLLOIDAL USING RESPONSE SURFACE METHODOLOGY) อ.ที่

ปรึกษาหลัก : ผศ. ดร.ชลิตา คล้ายโสม

เทคโนโลยีการแยกด้วยเยื่อเลือกผ่านเป็นเทคโนโลยีที่ได้รับความนิยมสำหรับกระบวนการทำน้ำบริสุทธิ์ด้วยการแยกเกลือออกจากน้ำทะเล และระบบบำบัดน้ำ ปัญหาทั่วไปของการใช้งานเยื่อเลือกผ่านคือฟาวลิงที่ยึดเกาะบนพื้นผิวเยื่อเลือกผ่าน โดยพบว่าแนวโน้มของการเกิดคราบบนผิวเยื่อเลือกผ่านมีความสัมพันธ์กับสัณฐานวิทยาของพื้นผิว และความสามารถในการชอบน้ำหรือไม่ชอบน้ำของเยื่อเลือกผ่าน แนวทางในการพัฒนาเพื่อแก้ไขปัญหานี้คือการแต่งเติมอนุภาคนาโนที่จะช่วยเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติของพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านทั้งทางเคมี และทางกายภาพ หนึ่งในอนุภาคที่ได้รับการศึกษาคือไทเทเนียมออกไซด์ (TiO_2) เนื่องจากมีคุณสมบัติที่โดดเด่น ทั้งด้านการทำความสะอาดตัวเอง การฆ่าเชื้อด้วยตนเอง และความสามารถในการสร้างพื้นผิวเยื่อเลือกผ่านที่ชอบน้ำมาก ในงานนี้จะเตรียมเยื่อเลือกผ่านนาโนคอมโพสิตฟิล์มบางโพลีเอไมด์ที่มีการเติมคอลลอยด์ของ TiO_2 โดยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันระหว่างวัฏภาค เพื่อหาสภาวะการเตรียมที่เหมาะสมที่สุด ที่จะทำได้เยื่อเลือกผ่านที่มีการซึมผ่านสูง การกักกันเกลือ และความทนทานต่อเกิดฟาวลิงสูง โดยได้ประยุกต์ใช้วิธีการพื้นผิวการตอบสนอง ประกอบกับการออกแบบการทดลองแบบ Box-Behnken ทำการศึกษาตัวแปรประกอบด้วยสารเติมแต่ง 3 ชนิดในสารละลาย m-phenylenediamine (MPD) ได้แก่ TiO_2 คอลลอยด์ โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) และไตรเอทิลเอมีน (TEA) และทดสอบความต้านทานการเกิดฟาวลิงบนพื้นผิวเยื่อเลือกผ่าน โดยโซเดียมแอลจีเนต (SA) เป็นตัวแทนสิ่งสกปรก จากการศึกษาวิเคราะห์ RSM พบว่าปริมาณที่เหมาะสมของคอลลอยด์ TiO_2 , SDS และ TEA คือ 18.48 wt%, 0.15 wt% และ 1.9 wt.% ตามลำดับ ซึ่งได้จุดที่เหมาะสมที่สุดที่ค่าการผัน คือ การซึมผ่านของน้ำที่ $2.48 \text{ Lm}^{-2}\text{h}^{-1}\text{bar}^{-1}$, การกักกันเกลือ 78.83 % และ 92.51%

สาขาวิชา วิศวกรรมเคมี

ปีการศึกษา 2564

ลายมือชื่อนิสิต

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก

6272050621 : MAJOR CHEMICAL ENGINEERING

KEYWORD: Thin-film Nanocomposite Membrane, TiO₂ Colloid, Response Surface
Methodology, Box-Behnken Design

Poramin Arthan : OPTIMIZATION FOR THIN-FILM NANOCOMPOSITE MEMBRANE
FABRICATION WITH ADDITION OF TiO₂ COLLOIDAL USING RESPONSE SURFACE
METHODOLOGY. Advisor: Asst. Prof. CHALIDA KLAYSOM

The membrane separation technology has been the preferred technology for the desalination and water purification process. However, the common problems of this membrane application are surface fouling. The fouling tendency of membranes was found to correlate with surface morphology, pore size, and hydrophobicity of the membrane. An effective strategy to overcome these problems is the incorporation of nanoparticles that alter the surface physicochemical property of the membrane. Titanium dioxide (TiO₂) has been widely studied due to its outstanding properties such as self-cleaning, self-sterilizing, and its ability to create a super hydrophilic membrane surface. In this work, polyamide thin-film nanocomposite membrane with addition of TiO₂ colloid was fabricated by interfacial polymerization. To obtain the optimal preparation conditions to achieve membrane with high permeability, salt rejection, and fouling resistance, the response surface methodology was applied, and the design of experiments was conducted using the Box-Behnken design. The studies variables include the amount of 3 additives in m-phenylenediamine (MPD) solution: TiO₂ colloid, sodium dodecyl sulfate (SDS), and triethylamine (TEA). The fouling resistance on this membrane surface was investigated by sodium alginate (SA) as foulant. The RSM analysis has found that the optimal amount of TiO₂ colloidal, SDS, and TEA is 18.48 wt%, 0.15 wt%, and 1.9 wt.%, respectively. The water permeance at 2.48 Lm⁻²h⁻¹bar⁻¹, 78.83 % salt rejection and 92.51% were obtained at the predicted optimal point.

Field of Study: Chemical Engineering Student's Signature

Academic Year: 2021 Advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

การดำเนินการจัดทำวิทยานิพนธ์ เรื่อง การหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์มบางนาโนคอมโพสิตที่มีการเติมสารละลายคอลลอยด์ของไทเทเนียมออกไซด์ด้วยวิธีการพ่นผิวตอบสนอง ฉบับนี้นั้นสามารถสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี โดยได้รับความช่วยเหลือและคำแนะนำจากหลายฝ่าย จึงขอขอบพระคุณบุคคลทุกท่านที่มีส่วนให้ความช่วยเหลือและสนับสนุนไว้ ณ โอกาสนี้

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ชลิตา คล้ายโสม อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก ที่มอบความรู้ทางวิชาการ และคอยให้คำแนะนำ เสนอแนะอันเป็นประโยชน์แก่การดำเนินการจัดทำวิทยานิพนธ์เล่มนี้ ตลอดจนการตรวจทาน ให้คำแนะนำ แนวทางในการแก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ เพื่อให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สมบูรณ์

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.พงศธร เจริญศุภนิมิต ที่ให้ความอนุเคราะห์เป็นประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ปารวี วาศน์อำนวย และ ผศ.ดร.ศิริระ ศรีนิเวศน์ ที่ให้ความอนุเคราะห์เป็นกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ และกรุณาสละเวลาร่วมเป็นกรรมการสอบ ตลอดจนให้คำแนะนำต่าง ๆ เพื่อให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สมบูรณ์มากขึ้น

ขอขอบพระคุณเพื่อนพี่น้องสมาชิกศูนย์เชี่ยวชาญเฉพาะทางด้านเทคโนโลยีอนุภาคและกระบวนการวัสดุ ที่ให้ความช่วยเหลือในด้านต่างๆ ส่งผลให้การดำเนินการวิจัยสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ปรมินทร์ อัจหาญ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ง
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูปภาพ.....	ซ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์	3
1.3 ขอบเขตงานวิจัย	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
2.1 เทคโนโลยีเยื่อเลือกผ่าน	5
2.2 การสังเคราะห์เยื่อเลือกผ่านชนิดฟิล์มบางคอมโพสิต.....	9
2.3 การเกิดความเปราะเปื้อนบนผิวเยื่อเลือกผ่าน	14
2.4 แนวทางการป้องกันและลดการเกิดฟาวลิงบนพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่าน	17
2.5 การเสริมประสิทธิภาพเยื่อเลือกผ่านด้วยการเติมอนุภาคนาโน	18
2.6 วิธีการพื้นผิวตอบสนอง	21
2.9 การประยุกต์ใช้วิธีการพื้นผิวตอบสนองกับการพัฒนาเยื่อเลือกผ่าน	23
บทที่ 3 ระเบียบงานวิจัย	25
3.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัยนี้	25
3.2 การวิธีการเตรียมเยื่อเลือกผ่านชนิดฟิล์มบาง.....	26

3.3 การออกแบบการทดลองสำหรับการศึกษาวิธีการเตรียมเยื่อเลือกผ่านชนิดฟิล์มบาง.....	26
3.4 การศึกษาคุณลักษณะเฉพาะของเยื่อเลือกผ่านฟิล์มบาง	28
3.5 การทดสอบประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่าน.....	28
3.6 การศึกษาความต้านทานการเกิดฟาวลิงบนเยื่อเลือกผ่าน	29
บทที่ 4 ผลและการวิเคราะห์ผลการวิจัย.....	30
4.1 ผลการทดสอบประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่าน	30
4.2 การวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยระเบียบวิธีทางสถิติ.....	31
4.3 การหาสภาวะที่เหมาะสมด้วยวิธีการพื้นผิวตอบสนอง	38
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย.....	55
5.1 สรุป	55
5.2 ข้อเสนอแนะ	55
บรรณานุกรม.....	56
ประวัติผู้เขียน.....	68

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 ผลการศึกษาการสังเคราะห์ชั้นฟิล์มบางจากการใช้คู่สารโมโนเมอร์โมโนเมอร์ ที่แตกต่างกัน	11
ตารางที่ 2.2 ผลการศึกษาการเติมอนุภาคขนาดนาโนเมตรในเยื่อเลือกผ่าน.....	18
ตารางที่ 3.1 รายละเอียดสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย	25
ตารางที่ 3.2 ตัวแปรที่ใช้ในการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเยื่อเลือกผ่านฟิล์มบาง...	27
ตารางที่ 3.3 การออกแบบและลำดับการทดลองในการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสม	27
ตารางที่ 4.1 ผลการทดสอบประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่านที่เตรียมได้จากแต่ละ ลำดับการทดลอง.....	31
ตารางที่ 4.2 ค่า F-value และ P-value ของแต่ละตัวแปรปัจจัยจากการวิเคราะห์ ความแปรปรวนของการทดลอง.....	35
ตารางที่ 4.3 ค่า R ² , R ² adj และระดับค่านัยสำคัญ Lack of Fit ของแบบจำลองความสัมพันธ์ ตัวแปรตอบสนอง	38
ตารางที่ 4.4 ค่าการทดสอบคุณสมบัติเฉพาะของเยื่อเลือกผ่านลำดับการทดลองที่ 2, 4 และ 8 ...	40
ตารางที่ 4.5 ค่าการทดสอบคุณสมบัติเฉพาะของเยื่อเลือกผ่านลำดับการทดลองที่ 5, 15 และ 8 .	47
ตารางที่ 4.6 ค่าการทดสอบคุณสมบัติเฉพาะของเยื่อเลือกผ่านลำดับการทดลองที่ 1, 5 และ 15 .	51
ตารางที่ 4.7 ผลการหาสภาวะที่เหมาะสมโดยซอฟต์แวร์สถิติ Minitab®	54
ตารางที่ 4.8 ผลการทวนสอบประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่านที่เตรียมด้วยสภาวะที่เหมาะสม.....	54
ตารางที่ ก.1 สรุปคุณสมบัติเฉพาะของเยื่อเลือกผ่านลำดับการทดลองที่ 1 – 15.....	58

สารบัญรูปภาพ

	หน้า
ภาพที่ 2.1 ลักษณะโครงสร้างของเยื่อเลือกผ่านแต่ละชนิด	5
ภาพที่ 2.2 แบบจำลองกลไกการ	6
ภาพที่ 2.3 ขนาดรูพรุนโดยทั่วไปของการกรองชนิดต่างๆ และแบบจำลองที่เหมาะสม	7
ภาพที่ 2.4 ปฏิกริยาโพลีเมอไรเซชันระหว่างวัฏภาคของ MPD และ TMC.....	12
ภาพที่ 2.5 รูปแบบการปิดกั้นรูพรุนของเยื่อเลือกผ่านจากอนุภาคขนาดเล็ก	14
ภาพที่ 2.6 ตัวอย่างกราฟพื้นผิวตอบสนอง	21
ภาพที่ 2.7 จุดที่ทดลองทั้งหมดการออกแบบ Box-Behnken สำหรับระบบสามปัจจัย.....	22
ภาพที่ 3.1 แผนภาพชุดการทดลอง Dead-end Module	29
ภาพที่ 3.2 แผนภาพชุดการทดลอง Cross Flow Module.....	29
ภาพที่ 4.1 แผนภูมิการกระจายของค่าส่วนเหลือกับลำดับการทดลอง	33
ภาพที่ 4.2 แผนภูมิการทดสอบความน่าจะเป็นของการแจกแจงแบบปกติของค่าส่วนเหลือ.....	33
ภาพที่ 4.3 แผนภูมิของค่าพยากรณ์กับค่าส่วนเหลือ สำหรับการทดลอง	33
ภาพที่ 4.4 แผนภูมิพาเรโตของอิทธิพลมาตรฐานของตัวแปรตอบสนองของ	36
ภาพที่ 4.5 แผนภูมิพื้นผิวตอบสนอง 3 มิติ แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าการซึมผ่านกับตัวแปรปัจจัยปริมาณคอลลอยด์ TiO_2 และ SDS	39
ภาพที่ 4.6 แผนภูมิพื้นผิวตอบสนอง 3 มิติ แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าการซึมผ่านกับตัวแปรปัจจัย ปริมาณ SDS และ TEA.....	39
ภาพที่ 4.7 แผนภูมิพื้นผิวตอบสนอง 3 มิติ แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าการซึมผ่านกับตัวแปรปัจจัย ปริมาณคอลลอยด์ TiO_2 และ TEA.....	40
ภาพที่ 4.8 ภาพพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเยื่อเลือกผ่าน.....	42
ภาพที่ 4.9 สเปกตรัม ATR-FTIR ของเยื่อเลือกผ่านจากลำดับการทดลองที่ 2, 4 และ 8	43
ภาพที่ 4.10 โครงสร้างฟิล์ม PA แบบเชื่อมขวาง และแบบเส้นตรง.....	43
ภาพที่ 4.11 แผนภาพของการแพร่กระจายโมโนเมอร์สำหรับปฏิกิริยา IP.....	43
ภาพที่ 4.12 ภาพการกระจายตัวของธาตุ Ti บนผิวเยื่อเลือกผ่านที่มีการเติม TEA.....	44
ภาพที่ 4.13 แผนภูมิพื้นผิวตอบสนอง 3 มิติ แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าการกักกันเกลือกับตัวแปรปัจจัยปริมาณคอลลอยด์ TiO_2 และ SDS.....	44

ภาพที่ 4.14	แผนภูมิพื้นผิวตอบสนอง 3 มิติ แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าการกักกันเกลือกับตัวแปรปัจจัยปริมาณ SDS และ TEA	45
ภาพที่ 4.15	แผนภูมิพื้นผิวตอบสนอง 3 มิติ แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าการกักกันเกลือกับตัวแปรปัจจัยปริมาณคอลลอยด์ TiO ₂ และ TEA	45
ภาพที่ 4.16	ภาพพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM.....	47
ภาพที่ 4.17	แผนภูมิพื้นผิวตอบสนอง 3 มิติ แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าการกักกันฟลักซ์กับตัวแปรปัจจัย ปริมาณคอลลอยด์ TiO ₂ และ SDS.....	49
ภาพที่ 4.18	แผนภูมิพื้นผิวตอบสนอง 3 มิติ แสดงความสัมพันธ์ ระหว่างค่าการกักกันฟลักซ์กับตัวแปรปัจจัยปริมาณ SDS และ TEA	49
ภาพที่ 4.19	แผนภูมิพื้นผิวตอบสนอง 3 มิติ แสดงความสัมพันธ์ ระหว่างค่าการกักกันฟลักซ์กับตัวแปรปัจจัยปริมาณคอลลอยด์ TiO ₂ และ TEA.....	50
ภาพที่ 4.20	ภาพพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM, SEM-EDS และ AFM ของเยื่อเลือกผ่าน ลำดับการทดลองที่ 9, 5 และ 6	51
ภาพที่ 4.21	ภาพพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM, SEM-EDS และ AFM ของเยื่อเลือกผ่าน ลำดับการทดลองที่ 13, 15 และ 10.....	52
ภาพที่ 4.22	ผลการทดสอบที่เหมาะสมโดยซอฟต์แวร์สถิติ Minitab®	53
ภาพที่ ก.1	สเปกตรัม ATR-FTIR ของพื้นผิวเยื่อเลือกผ่านของลำดับการทดลองที่ 1 – 15.....	57
ภาพที่ ก.2	ลักษณะพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านในลำดับการทดลองที่ 1 – 5	59
ภาพที่ ก.3	ลักษณะพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านในลำดับการทดลองที่ 6-10	60
ภาพที่ ก.4	ลักษณะพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านในลำดับการทดลองที่ 11-15	61
ภาพที่ ก.5	การกระจายตัวของธาตุ Ti บนผิวเยื่อเลือกผ่านลำดับการทดลองที่ 5, 6, 9, 10, 13 และ 15 ด้วยเทคนิค SEM-EDS ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า	62
ภาพที่ ก.6	ลักษณะพื้นผิวเยื่อเลือกผ่านที่วิเคราะห์ AFM ของลำดับการทดลองที่ 5, 6, 9, 10, 13, และ 15	63
ตารางที่ ก.1	สรุปคุณสมบัติเฉพาะของเยื่อเลือกผ่านลำดับการทดลองที่ 1 – 15.....	58

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

ปัจจุบัน มีการคาดการณ์ความต้องการในการใช้น้ำทั่วโลกจะเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง โดยตั้งแต่ปี ค.ศ. 1980 ถึงปี 2050 จะเพิ่มขึ้นปีละประมาณร้อยละ 1 หรือสูงกว่าปริมาณการใช้น้ำในปัจจุบัน ร้อยละ 20 ถึง 30 อันเป็นผลมาจากอุปสงค์ของภาคอุตสาหกรรมและครัวเรือนที่เพิ่มขึ้น สืบเนื่องจากแรงกดดันด้านการเติบโตของประชากร การพัฒนาทางเศรษฐกิจและสังคม และรูปแบบการบริโภคที่เปลี่ยนแปลงไป [1] ถึงแม้ว่าพื้นผิวโลกจะถูกปกคลุมด้วยน้ำมากกว่าร้อยละ 70 แต่ส่วนใหญ่ไม่สามารถนำมาใช้สำหรับการอุปโภคบริโภคของมนุษย์ได้โดยตรง มีเพียงร้อยละ 3 ของมวลน้ำทั้งหมดเท่านั้นที่เป็นน้ำจืด ในขณะที่น้ำทะเลซึ่งเป็นแหล่งน้ำที่มีมากที่สุดในโลก ยังไม่พร้อมที่จะนำมาใช้เนื่องจากมีความเค็มสูง กระบวนการแยกเกลือออกจากน้ำทะเลจึงเป็นทางเลือกหนึ่งในการแก้ปัญหาการขาดแคลนน้ำ ซึ่งในปัจจุบันพื้นที่ชายฝั่งหลายแห่ง เริ่มมีการนำน้ำทะเลมาผ่านกระบวนการแยกเกลือออก (Desalination) เพื่อผลิตเป็นน้ำจืดสำหรับการอุปโภคบริโภค [2]

ปัจจุบันกระบวนการทำน้ำบริสุทธิ์ด้วยการใช้เยื่อเลือกผ่านเป็นหนึ่งในทางเลือกที่ถูกนำมาใช้อย่างแพร่หลาย เนื่องจากเป็นกระบวนการที่สามารถดำเนินการได้ง่าย ใช้พลังงานต่ำ เป็นการประสานข้อดีของการใช้เยื่อเลือกผ่านที่มีความสามารถในการผ่านของน้ำ และการกักกันเกลือได้สูง อีกทั้งมีการใช้งานในหลายหลายกลุ่มอุตสาหกรรม อาทิ อุตสาหกรรมน้ำบริสุทธิ์ อุตสาหกรรมระบบบำบัดน้ำเสีย ตัวอย่างระบบการกรองโดยใช้เยื่อเลือกผ่านเช่น Nanofiltration (NF), Microfiltration (MF), Ultrafiltration (UF), Reverse Osmosis (RO), และ Forward Osmosis (FO) โดยเยื่อเลือกผ่านชนิดที่นิยมนำมาใช้ในกระบวนการกรองให้น้ำบริสุทธิ์คือชนิดฟิล์มบางคอมโพสิตซึ่งมีโครงสร้างประกอบด้วยชั้นโพลีเอไมด์ 2 ชั้น คือ ส่วนชั้นรองรับที่มีรูพรุนและชั้นฟิล์มบาง โดยหนึ่งในวัสดุรองรับที่ได้รับความนิยมมากที่สุดตัวหนึ่งคือ Polysulfone (PSF) เนื่องจากมีประสิทธิภาพสูง มีคุณสมบัติในการดูดซับน้ำ มีความเสถียรทางเคมี ความแข็งแรงเชิงกลสูง และสามารถใช้งานกับสภาพการทำงานที่หลากหลาย [3]

แต่ถึงแม้เทคโนโลยีการกรองด้วยเยื่อเลือกผ่านจะมีข้อดีมาก ก็ยังมักพบปัญหาการเปราะเปื้อนบนพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านหรือการเกิดฟาวลิง (Fouling) จากสารประเภทคอลลอยด์และสารคอลลอยด์ชีวภาพ พื้นผิวเยื่อเลือกผ่านมักถูกปกคลุมด้วยตัวอนุภาคที่เจือปนจากสารละลายที่ป้อนเข้าระบบ ดังนั้นประสิทธิภาพของการกรองจึงลดลง กลไกการเกิดคราบบนเยื่อเลือกผ่านขึ้นอยู่กับ

ลักษณะสัณฐานวิทยา ขนาดรูพรุน และความชอบน้ำ ซึ่งในปัจจุบันมีการพัฒนาปรับเปลี่ยนลักษณะพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่าน เช่น การกราฟต์โพลีเมอร์ลงบนพื้นผิว การเติมแต่งอนุภาคบางชนิดลงบนพื้นผิว [4] เพื่อแก้ปัญหาเหล่านี้ วิธีการหนึ่งที่ใช้ในการปรับปรุงคุณสมบัติในการต้านการเกิดฟาวลิงได้อย่างมีประสิทธิภาพก็คือการใช้อนุภาคโลหะออกไซด์ขนาดนาโนเมตรในการประกอบแต่งพื้นผิวชั้นเลือกผ่าน โดยอนุภาคที่นิยมนำมาใช้ในการประกอบแต่งพื้นผิวเยื่อเลือกผ่านได้แก่ คาร์บอนนาโนทิวป์ (CNTs) [5], อนุภาคไทเทเนียมออกไซด์ ขนาดนาโนเมตร (TiO_2 NPs) [6], อนุภาคซิลิกา ขนาดนาโน (SiNPs) [7] และกราฟีนออกไซด์ (GO) [8] จากการศึกษาพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ซึ่งเป็นอนุภาคที่มีคุณสมบัติที่โดดเด่น เช่น ความสามารถในการทำความสะอาดตัวเอง การทำให้ปราศจากเชื้อ และสร้างพื้นผิวที่ชอบน้ำ ซึ่งช่วยเพิ่มค่าฟลักซ์ของน้ำ การกักกันเกลือ และการต้านการเกิดฟาวลิง [9]

จากการศึกษาที่ผ่านมาวิธีการพัฒนาพื้นผิวเยื่อเลือกผ่านโดยการเติม TiO_2 ในรูปแบบต่างๆ อาทิ การเติมผง TiO_2 โดยตรงลงในสารละลายในขั้นตอนการสังเคราะห์ฟิล์มบางโพลีเอไมด์ โดยสามารถเติมได้ทั้งผง TiO_2 เชิงการค้า [10] และผงที่ได้จากการสังเคราะห์ผง TiO_2 จากสารละลายคอลลอยด์ของ TiO_2 หรือการเติมในรูปสารละลายคอลลอยด์ โดยจากการศึกษาของ Kedchaikulrat, P. และคณะพบว่าการเติม TiO_2 โดยตรงในรูปแบบสารละลายคอลลอยด์ลงในสารละลายเอมีนในน้ำเพื่อทำปฏิกิริยาเป็นโพลีเอไมด์ระหว่างวฏภาค (Interfacial polymerization) กับโมโนเมอร์ของไตรมีโซอิลโครไรด์ (TMC) เป็นวิธีที่ดีเนื่องจากเกิดการกระจายตัวของอนุภาคที่เสถียรสูง และให้การกักกันเกลือสูง (Salt Rejection) และมีคุณสมบัติป้องกันการเปื้อนได้ดี (Fouling Resistance) เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการอื่นๆ ทั่วไป ที่ใช้ผงแห้งของ TiO_2 ทั้งที่ได้จากการสังเคราะห์เอง และละลาย TiO_2 ในสารละลายโมโนเมอร์ [11] แต่ในการศึกษาที่ผ่านมาส่วนใหญ่จะมุ่งเน้นไปที่การศึกษาอิทธิพลที่ละเอียดถี่ถ้วน แต่ยังคงขาดการศึกษาอิทธิพลร่วมของหลายปัจจัยเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสม (Optimum Condition) ในการเตรียมเยื่อเลือกผ่าน

ดังนั้นจุดประสงค์ในการศึกษาครั้งนี้ จะเป็นการเลือกศึกษาอิทธิพลร่วมด้วยวิธีการพื้นผิวตอบสนอง (Response surface methodology, RSM) เพื่อหาปริมาณที่เหมาะสมในการเติมแต่งสาร TiO_2 สารลดแรงตึงผิว และสารควบคุม pH ในขั้นตอนการเตรียมเยื่อเลือกผ่านชนิดฟิล์มบาง PA-TFC เพื่อให้ได้เยื่อเลือกผ่านที่มีฟลักซ์ของน้ำ ค่าการกักกันเกลือ และการต้านทานการเกิดการเปื้อนที่สูง

1.2 วัตถุประสงค์

เพื่อหาสัดส่วนที่เหมาะสมในการเตรียมเยื่อเลือกผ่านประเภทฟิล์มบางนาโนคอมโพสิตของ TiO_2 และโพลีเอมีน ที่มีคุณสมบัติด้านการเกิดฟาวลิง

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

ขอบเขตของการวิจัยครั้งนี้แบ่งออกเป็น 3 ส่วนหลัก โดยมีรายละเอียดดังนี้

1) การผลิตเยื่อเลือกผ่านและการหาสภาวะการเตรียมฟิล์มบางที่เหมาะสม

สำหรับในส่วนนี้จะใช้โพลีซัลโฟน (Polysulfone, PSF) เป็นชั้นรองรับ โดยสังเคราะห์ได้จากวิธีการเปลี่ยนเฟส (Phase Inversion) โดยเตรียมสารละลาย PSF ร้อยละ 20 โดยมวลในตัวทำละลาย n-methyl-2-pyrrolidone (NMP)

ในส่วนของชั้นฟิล์มบางโพลีเอไมด์ของเยื่อเลือกผ่าน จะสังเคราะห์ผ่านปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชันระหว่างภูมิภาคของสารละลายโมโนเมอร์ของเอมีน (m-phenylenediamine, MPD) ที่มีการเติมสารเติมแต่งของสารละลายคอลลอยด์ของ TiO_2 สารลดแรงตึงผิวชนิดโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (Sodium dodecyl sulfate, SDS) และตัวรับกรดชนิดไตรเอทิลเอมีน (Triethylamine, TEA) ในปริมาณต่างๆ ทำปฏิกิริยากับสารละลายโมโนเมอร์ของไตรเมทิลคลอไรด์ (Trimesoyl chloride, TMC) ในเฮกเซน บนแผ่นรองรับ โดยออกแบบการทดลองโดยใช้รูปแบบ Box-Behnken Design เพื่อศึกษาปริมาณของ TiO_2 , SDS และ TEA ที่เหมาะสมในขั้นตอนการเตรียมสารละลาย MPD และวิเคราะห์ด้วยวิธีการตอบสนองพื้นผิวผ่านซอฟต์แวร์ทางสถิติ Minitab® โดยตัวแปรในการทำปฏิกิริยาที่จะทำการศึกษาประกอบไปด้วย

ตัวแปรต้น

ชนิดสารเติมแต่ง (สารเติมแต่งในสารละลาย MPD)	ช่วงความเข้มข้นที่ทำการศึกษา
(1) สารละลายคอลลอยด์ของ TiO_2	10 – 30 % โดยมวล
(2) สารลดแรงตึงผิว SDS	0.1 – 0.3 % โดยมวล
(3) ตัวรับกรด TEA	0 – 2 % โดยมวล

ตัวแปรควบคุม

ตัวแปรควบคุม	ค่าควบคุม
(1) ปริมาณสาร MPD ในสารละลาย MPD	2 % โดยมวล
(2) ปริมาณ TMC ในเฮกเซน	0.15 % โดยมวล
(3) ระยะเวลาแช่แผ่นรองรับในสารละลาย MPD	30 นาที
(4) ระยะเวลาทำปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชันระหว่างวัฏภาค	80 วินาที
(5) อุณหภูมิการบ่ม	60 องศาเซลเซียส
(6) ระยะเวลาการบ่ม	5 นาที

2) การวิเคราะห์คุณสมบัติของวัสดุ

เยื่อเลือกผ่านที่เตรียมได้จะมีการทดสอบคุณสมบัติพื้นผิวโดยใช้เทคนิคต่างๆ ต่อไปนี้ คือ การทดสอบมุมสัมผัส (Contact angle) จะถูกใช้เป็นที่เทคนิคในการประเมินความชอบน้ำของผิวของเยื่อเลือกผ่าน การทดสอบทางสัณฐานวิทยาของพื้นผิวเยื่อเลือกผ่านโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และการตรวจสอบความขรุขระของพื้นผิวโดยใช้กล้องจุลทรรศน์กำลังอะตอม (AFM) สำหรับลักษณะทางเคมีพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านจะทำการทดสอบโดยใช้ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดแบบลดทอนแสงทั้งหมด (ART-FTIR) และใช้ X-ray spectroscopy (EDS) เพื่อตรวจสอบการกระจายของอนุภาค TiO_2 บนผิวของเยื่อเลือกผ่าน

3) การทดสอบความสามารถในการแยกและการต้านทานการเปราะเปื้อนบนพื้นผิวเยื่อเลือกผ่าน

เยื่อเลือกผ่านที่เตรียมได้จะถูกทดสอบความสามารถในการแยกของเยื่อเลือกผ่านฟิล์มบางที่เตรียมได้ โดยใช้สารละลายน้ำเกลือเข้มข้น 2000 ppm เป็นสารละลายป้อน จากนั้นวัดค่าการซึมผ่านของน้ำ (Water Permeance) และค่าการกักกันเกลือ (Salt Rejection)

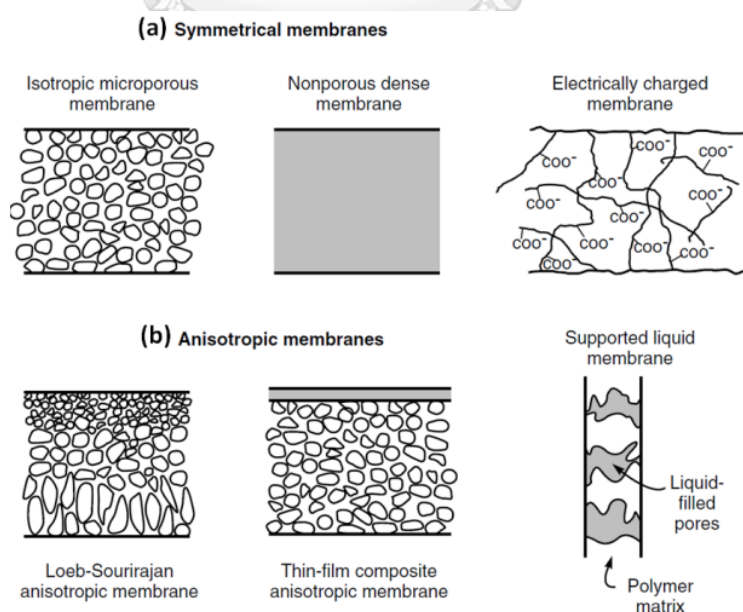
สำหรับการทดสอบความสามารถในการต้านการเกิดการเปราะเปื้อน (Anti-fouling) จะทำการทดสอบโดยใช้สารละลายที่ประกอบด้วยสารทำให้เกิดคราบสกปรก Sodium alginate (SA) 1000 ppm และวัดค่าอัตราการกู้คืนฟลักซ์ (Flux Recovery Ratio) หลังการทำความสะอาดเยื่อเลือกผ่านด้วยน้ำกลั่น

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 เทคโนโลยีเยื่อเลือกผ่าน

เทคโนโลยีเยื่อเลือกผ่าน (Membrane Technology) เป็นหนึ่งในเทคโนโลยีที่สำคัญในกระบวนการทางเคมี ลักษณะสำคัญของเยื่อเลือกผ่านคือความสามารถในการควบคุมอัตราการซึมผ่านของสารจำเพาะบางชนิดที่จะยอมให้ผ่านหรือกักกันสารบางชนิดเอาไว้ เยื่อเลือกผ่านจึงเป็นเทคโนโลยีที่นิยมและนำไปประยุกต์ใช้ในกระบวนการแยก ในปัจจุบันมีเยื่อเลือกผ่านหลากหลายรูปแบบ หากแบ่งชนิดตามลักษณะการสังเคราะห์และโครงสร้างของเยื่อเลือกผ่าน สามารถจำแนกได้ 2 ประเภทหลักคือ เยื่อเลือกผ่านสมมาตร (Symmetrical Membrane) และเยื่อเลือกผ่านไม่สมมาตร (Anisotropic Membrane) โดยเยื่อเลือกผ่านแบบสมมาตรยังสามารถแบ่งได้เป็น เยื่อเลือกผ่านชนิดรูพรุน (Porous Membrane) เยื่อเลือกผ่านชนิดหนาแน่น (Dense Membrane) และเยื่อเลือกผ่านชนิดประจุไฟฟ้า (Electrically Charged Membrane) ในส่วนของเยื่อเลือกผ่านชนิดไม่สมมาตร สามารถแบ่งแยกย่อยได้เป็น ชนิด Loeb-Sourirajan Membrane ชนิดฟิล์มบางคอมโพสิต (Thin-film Composite Membrane) และแบบ Supported Liquid Membrane โดยโครงสร้างของเยื่อเลือกผ่านแต่ละชนิดแสดงดังภาพที่ 2.1

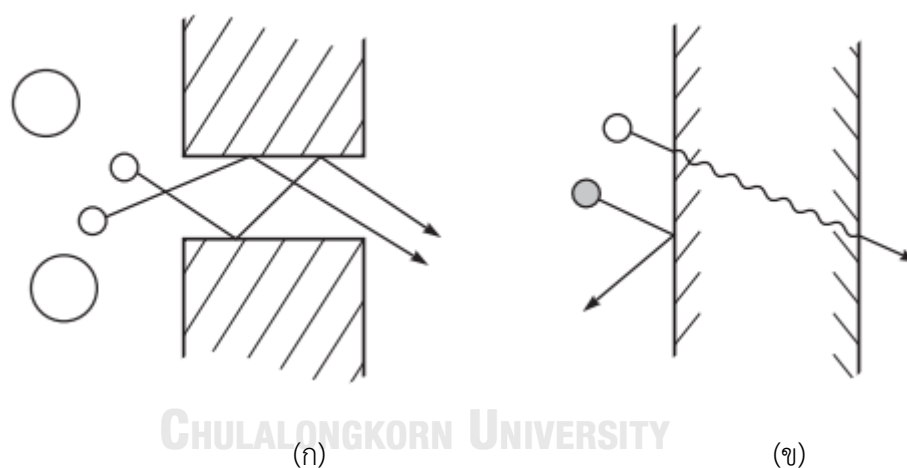


ภาพที่ 2.1 ลักษณะโครงสร้างของเยื่อเลือกผ่านแต่ละชนิด [12]

เยื่อเลือกผ่านชนิดฟิล์มบางคอมโพสิต (Thin-film composite, TFC) เป็นเยื่อเลือกผ่านที่มีการใช้อย่างแพร่หลายในกระบวนการบำบัดน้ำ และการทำน้ำบริสุทธิ์ ทั้งในกระบวนการกรองระดับนาโน (Nanofiltration, NF) และการกรองแบบออสโมซิสผันกลับ (Reverse Osmosis, RO) โดยเยื่อเลือกผ่านชนิดฟิล์มบางคอมโพสิต ประกอบด้วยชั้นฟิล์มบางเยื่อเลือกผ่าน (Selective Layer) เคลือบอยู่บนชั้นรองรับที่มีรูพรุน โดยอาจมีชั้นเสริมความแข็งแรงด้านล่างอีกชั้น โดยสามารถเลือกสังเคราะห์ชั้นฟิล์มบางให้มีลักษณะจำเพาะตามวัตถุประสงค์ที่จะนำไปใช้งานผ่านการควบคุมตัวแปรในการเกิดปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชันระหว่างภูมิภาค ซึ่งจะกล่าวอย่างละเอียดในหัวข้อถัดไป

กลไกการแยกและการวัดประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่าน

คุณสมบัติที่สำคัญที่สุดของเยื่อเลือกผ่านคือความสามารถในการควบคุมอัตราการซึมผ่านของสารชนิดต่างๆ โดยมีการอธิบายกลไกการซึมผ่านได้ 2 รูปแบบดังแสดงในภาพที่ 2.2 คือ แบบจำลองการไหลผ่านรูพรุน และแบบจำลองการละลาย-การแพร่ผ่านของสารผ่านเยื่อเลือกผ่าน



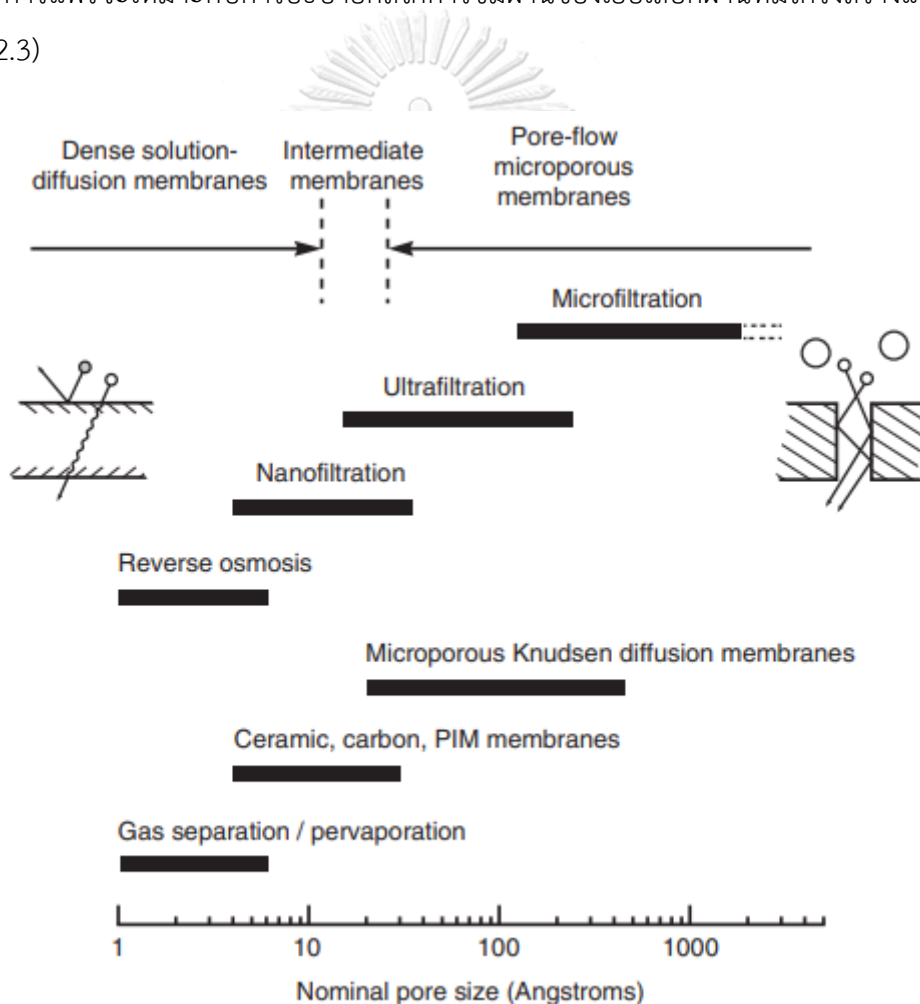
ภาพที่ 2.2 แบบจำลองกลไกการแยก (ก) ทฤษฎีการไหลผ่านรูพรุน และ (ข) ทฤษฎีการการละลาย-การแพร่ [12]

แบบจำลองการไหลผ่านรูพรุน (Pore-flow Model) ซึ่งเป็นการอธิบายโดยอาศัยทฤษฎีการถ่ายโอนมวลสารที่อาศัยแรงดันเป็นตัวขับให้สารไหลผ่านรูพรุนขนาดเล็กของเยื่อเลือกผ่าน (Pressure-driven convective flow) โดยจะเกิดการแยกเนื่องจากจะมีสารบางส่วนเท่านั้นที่สามารถไหลผ่านรูพรุนขนาดเล็กออกไปได้

แบบจำลองการละลาย-การแพร่ (Solution-diffusion Model) โดยอาศัยทฤษฎีการแพร่ที่สารจะสามารถแพร่ผ่านจากที่หนึ่งไปยังอีกที่หนึ่งได้ด้วยความแตกต่างของความเข้มข้น ดังนั้นเมื่อเกิด

ความแตกต่างของความเข้มข้นระหว่าง 2 ด้านของเยื่อเลือกผ่านก็จะเกิดการถ่ายโอนมวลสารจากที่ความเข้มข้นสูงไปที่ความเข้มข้นต่ำซึ่ง โดยจะเกิดการแยกเมื่อความสามารถในการละลายและการแพร่ของสารแต่ละชนิดผ่านเยื่อเลือกผ่านของสารมีความแตกต่างกัน

โดยแบบจำลองทั้ง 2 ชนิด เหมาะสำหรับอธิบายกลไกการแพร่ผ่านของเยื่อเลือกผ่านที่แตกต่างกันโดยขึ้นอยู่กับขนาดรูพรุนและชนิดของเยื่อเลือกผ่าน แบบจำลองการไหลผ่านรูพรุนจะเหมาะกับเยื่อเลือกผ่านที่มีรูพรุนขนาดใหญ่และคงที่ ไม่มีการเปลี่ยนแปลงของขนาดและตำแหน่งเมื่อมีการซึมผ่านของสาร และมีการเชื่อมต่อกันระหว่างรูพรุนในเยื่อเลือกผ่าน ส่วนแบบจำลองการการละลาย-การแพร่จะเหมาะกับการอธิบายกลไกการซึมผ่านของเยื่อเลือกผ่านที่มีโครงสร้างแน่น (ตามภาพที่ 2.3)



ภาพที่ 2.3 ขนาดรูพรุนโดยทั่วไปของการกรองชนิดต่างๆ และแบบจำลองที่เหมาะสม [12]

จากภาพที่ 2.3 จะเห็นได้ว่าในกระบวนการกรองขนาดนาโน และการกรองแบบผันกลับ (RO) นั้นสามารถอธิบายได้ด้วยแบบจำลองการการละลาย-การแพร่ โดยในกระบวนการทำน้ำบริสุทธิ์

ด้วยการกรองผ่านเยื่อเลือกผ่านฟิล์มบางนั้น โมเลกุลของน้ำจะแพร่ผ่านเยื่อเลือกผ่าน ในขณะที่โมเลกุลของสารอื่นจะถูกกักกันเนื่องจากความแตกต่างในความสามารถในการละลายและการแพร่ผ่าน โดยประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่านสามารถแสดงผ่านปริมาณของน้ำที่แพร่ผ่านเยื่อเลือกผ่านซึ่งอยู่ในรูปค่าการซึมผ่านของน้ำ และความสามารถในการป้องกันการซึมผ่านของโมเลกุลไอออนที่ละลายในน้ำ สามารถแสดงในรูปของค่าการกักกันเกลือ ซึ่งอธิบายได้ดังต่อไปนี้

การซึมผ่านของน้ำ (Water Permeance หรือ Water Permeability) เป็นการวัดความสามารถในการซึมผ่านเยื่อเลือกผ่านของน้ำ โดยคำนวณได้จากอัตราการไหลของน้ำที่ซึมผ่านเยื่อเลือกผ่าน ดังสมการ (2.1)

$$A = \frac{V}{A_m \Delta t (\Delta P - \Delta \pi)} = \frac{J_w}{(\Delta P - \Delta \pi)} \quad (2.1)$$

เมื่อ	A	=	การซึมผ่านของน้ำ (Lm ² h ⁻¹ bar ⁻¹)
	V	=	ปริมาตรน้ำที่ซึมผ่านเยื่อเลือกผ่าน (L)
	A _m	=	พื้นที่ผิวสัมผัสของเยื่อเลือกผ่าน (m ²)
	ΔT	=	ระยะเวลาที่ใช้ในการกรอง (h)
	ΔP	=	แรงดันในระบบ (bar)
	Δπ	=	แรงดันออสโมติกของสารป้อน
	J _w	=	ฟลักซ์ของน้ำ (Lm ² h ⁻¹)

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การกักกันเกลือ (Salt Rejection) เป็นค่าที่แสดงถึงความสามารถในการกักกันเกลือที่อยู่ในสารละลายไม่ให้ซึมผ่านเยื่อเลือกผ่านได้ดีเพียงใด โดยสามารถคำนวณได้จากสมการ 2

$$R = \left(1 - \frac{C_p}{C_f}\right) \times 100 \quad (2.2)$$

เมื่อ	R	=	การกักกันเกลือ (%)
	C _f	=	ความเข้มข้นเกลือในสารละลายป้อน (ppm)
	C _p	=	ความเข้มข้นเกลือในสารละลายซึมผ่าน (ppm)

การใช้งานเยื่อเลือกผ่านเมื่อผ่านไประยะหนึ่งแล้วแล้วจะเกิดการสะสมของสิ่งสกปรกหรือฟาวลิงบนพื้นผิวหรือในเนื้อของเยื่อเลือกผ่าน ซึ่งจะส่งผลให้การซึมผ่านของน้ำลดลง และมีคุณภาพน้ำ

หลังการกรองที่แย่งลง ดังนั้นความสามารถในการต้านทานการต้านทานการเกิดการเปราะเปื้อน (Anti-fouling) จึงเป็นหนึ่งในตัวแปรที่สามารถบ่งชี้ประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่าน โดยสามารถวัดได้จากค่าการลดลงของฟลักซ์ (Flux Reduction, FR) ซึ่งเป็นการวัดอัตราส่วนการลดลงของฟลักซ์การซึมผ่านเทียบกับฟลักซ์เริ่มต้นแสดงดังสมการ (2.3) และค่าการกู้คืนฟลักซ์ (Flux Recovery Ratio, FRR) ซึ่งเป็นการเปรียบเทียบความสามารถในการกู้คืนฟลักซ์การซึมผ่านหลังการทำความสะอาดเยื่อเลือกผ่านกับค่าเริ่มต้นคำนวณได้จากสมการ (2.4)

$$FR = \frac{(PWF_o - PWF_f)}{PWF_o} \times 100 \quad (2.3)$$

$$RFR = \frac{PWF_f}{PWF_o} \times 100 \quad (2.4)$$

เมื่อ	FR	=	การลดลงของฟลักซ์
	RFR	=	อัตราการกู้คืนฟลักซ์
	PWF _o	=	ฟลักซ์น้ำจากเยื่อเลือกผ่านใหม่
	PWF _f	=	ฟลักซ์น้ำจากเยื่อเลือกผ่านหลังการทำความสะอาด

2.2 การสังเคราะห์เยื่อเลือกผ่านชนิดฟิล์มบางคอมโพสิต

ดังที่ได้กล่าวไปแล้วข้างต้นว่า เยื่อเลือกผ่านชนิดฟิล์มบางคอมโพสิตเป็นมีลักษณะโครงสร้างที่ประกอบไปด้วยชั้นรองรับและชั้นฟิล์มบางซึ่งทำจากวัสดุต่างชนิดกัน ดังนั้นการเตรียมเยื่อเลือกผ่านชนิดนี้จึงประกอบไปด้วยสองส่วน ซึ่งข้อดีของเยื่อเลือกผ่านที่โครงสร้างลักษณะนี้คือ สามารถที่จะปรับปรุงคุณสมบัติของแต่ละชั้นองค์ประกอบได้อย่างง่ายดาย เนื้อหาในหัวข้อนี้จะกล่าวถึงเทคนิคการเตรียมชั้นองค์ประกอบของเยื่อเลือกผ่านผ่านชนิดฟิล์มบางคอมโพสิต โดยจะเน้นไปที่การปรับตัวแปรที่ส่งผลต่อชั้นเลือกผ่านเป็นหลัก

2.2.1 การเตรียมชั้นรองรับด้วยการเปลี่ยนเฟส

เทคนิคการเปลี่ยนเฟส (Phase Inversion) เป็นหนึ่งในวิธีที่นิยมใช้ในการสร้างสังเคราะห์ส่วนรองรับที่มีรูพรุน โดยอาศัยหลักการเปลี่ยนสถานะโพลีเมอร์ จากสถานะของเหลว (โพลีเมอร์ในตัวทำละลาย) เป็นของแข็ง โดยมีขั้นตอน 3 ขั้นตอนหลักคือ

- (1) การทำโพลีเมอร์ให้อยู่ในรูปของเหลว ด้วยการละลายในตัวทำละลาย หรือให้ความร้อน

- (2) การขึ้นรูปให้อยู่ให้เป็นแผ่นหรือเป็นเส้นใย ผ่านวิธีการปาดเคลือบเป็นแผ่น (Casting) หรือ ฉีดผ่านหัวฉีด
- (3) ขั้นตอนการเปลี่ยนเฟส ซึ่งสามารถทำได้หลายวิธี อาทิ การตกตะกอนจากวัฏภาคไอ การตกตะกอนโดยการควบคุมการระเหย การแยกเฟสด้วยความร้อน และการตกตะกอนด้วยการแช่ [13]

การตกตะกอนจากวัฏภาคไอ (Precipitation from the vapor phase) เปลี่ยนเฟสของสารละลายเฟสโพลิเมอร์ไปเป็นของแข็ง ภายใต้บรรยากาศไออิ่มตัวของตัวไม่ทำละลาย (Nonsolvent) โดยรูพรุนของเยื่อเลือกผ่านจะเกิดการแพร่ของสารที่ไม่ใช่ตัวทำละลายลงในเนื้อฟิล์ม โดยวิธีการนี้มักใช้ในการสังเคราะห์เยื่อเลือกผ่านชนิดเส้นใยกลวง

การตกตะกอนโดยการควบคุมการระเหย (Precipitation by Controlled Evaporation) เป็นการทำให้ตัวทำละลายระเหยออกจากสารละลายโพลิเมอร์ ทำให้ความเข้มข้นของโพลิเมอร์สูงขึ้น จนเกิดการตกตะกอนแข็งตัว

การแยกเฟสด้วยความร้อน (Thermally Induced Phase Separation) โดยลดอุณหภูมิของสารละลายโพลิเมอร์ลง เพื่อให้เกิดการแยกเฟส จากนั้นทำให้เกิดการระเหยของตัวทำละลาย ซึ่งจะทำให้เกิดรูพรุนบนผิวของโพลิเมอร์ วิธีการนี้จะนิยมใช้ในการสังเคราะห์เยื่อเลือกผ่านในการกรองขนาดไมโครเมตร (Microfiltration)

การตกตะกอนด้วยการแช่ (Immersion Precipitation) เป็นวิธีการที่นิยมใช้อย่างแพร่หลายในการสังเคราะห์เยื่อเลือกผ่าน โดยเปลี่ยนเฟสของโพลิเมอร์ด้วยการแช่ในตัวไม่ทำละลาย สารละลายของเหลวจะเปลี่ยนเป็นของแข็งเนื่องจากการแลกเปลี่ยนระหว่างของเหลวที่เป็นตัวทำละลาย และสารไม่ทำละลาย ซึ่งในงานวิจัยนี้จะใช้วิธีการเตรียมส่วนรองรับด้วยวิธีนี้

ลักษณะของโครงสร้างที่เกิดขึ้นจะขึ้นอยู่กับชนิดและความเข้มข้นของโพลิเมอร์และตัวทำละลาย สารเติมแต่ง และสภาวะในการสังเคราะห์ โดยโพลิเมอร์ที่นิยมนำมาใช้ในการสังเคราะห์เป็นส่วนรองรับคือ โพลีอะคริลาไมด์ โพลีไวนิลิดีนฟลูออไรด์ และโพลีซิลิโคน [13]

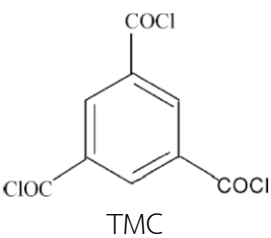
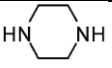
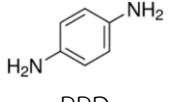
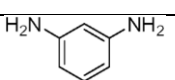
2.2.2 การสังเคราะห์ชั้นฟิล์มบางด้วยปฏิกิริยาโพลิเมอไรเซชันระหว่างวัฏภาค

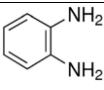
หนึ่งในกระบวนการที่นิยมใช้ในการสังเคราะห์เยื่อเลือกผ่านชนิดฟิล์มบางนาโนคอมโพสิตคือ เทคนิคปฏิกิริยาโพลิเมอไรเซชันระหว่างวัฏภาค (Interfacial Polymerization) [14] โดยการสร้างชั้นฟิล์มบางโพลิเอไมด์ (Polyamide, PA) บนส่วนรองรับ เกิดจากการทำปฏิกิริยาของคู่สารโมโนเมอร์ที่มีองค์ประกอบของกลุ่มฟังก์ชันเอมีนซึ่งละลายอยู่วัฏภาคน้ำ และสารประกอบอะซิลคลอไรด์ (Acyl Chloride) ซึ่งละลายในวัฏภาคอินทรีย์ เนื่องด้วยตัวทำละลายของสารตั้งต้น 2 ชนิดเป็นสารที่ไม่ละลายผสมกันจึงเกิดการแยกชั้นขึ้น ปฏิกิริยาระหว่างคู่สารโมโนเมอร์จะเกิดที่บริเวณผิวสัมผัสระหว่าง 2 วัฏภาค จึงเกิดเป็นฟิล์มบาง PA บนพื้นผิวส่วนรองรับ โดยตัวแปรที่ส่งผลต่อคุณสมบัติของฟิล์มบางที่สังเคราะห์ได้ ประกอบไปด้วย คู่โมโนเมอร์ที่ใช้ในปฏิกิริยา ความเข้มข้นของโมโนเมอร์ ระยะเวลาการอบแห้ง และระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยา

(1) คู่โมโนเมอร์ที่ใช้ในปฏิกิริยา

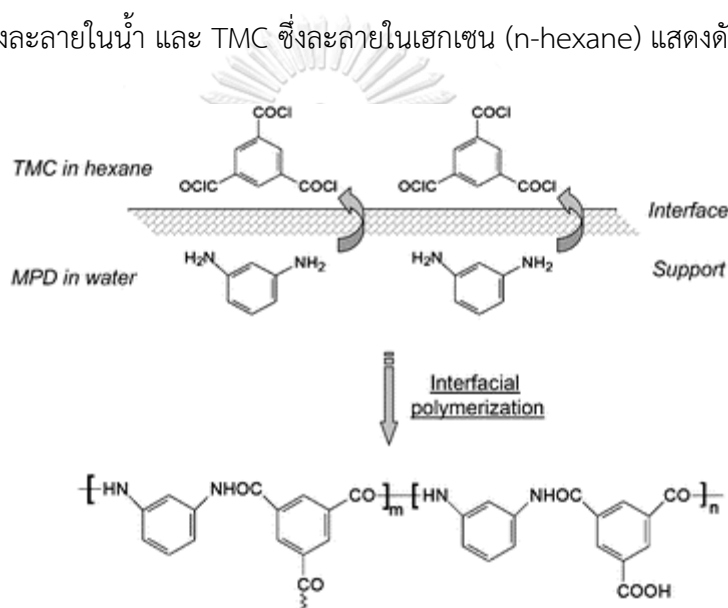
ที่ผ่านมาได้มีการศึกษาปฏิกิริยาโพลิเมอไรเซชันระหว่างวัฏภาคระหว่างคู่โมโนเมอร์ชนิดต่างๆ ที่หลากหลายทั้งด้านสารประกอบอะซิลคลอไรด์ และสารประกอบเอมีน โดยในด้านของสารประกอบเอมีน พบว่าการใช้เอมีน ที่มีโครงสร้างอะโรมาติก จะให้ค่าการกักกันเกลือที่สูงกว่าที่มีโครงสร้างแบบอะลิไซคลิก [15] โดยการศึกษาการสังเคราะห์ชั้นฟิล์มบางด้วยปฏิกิริยาระหว่างไตรมีโซอิลคลอไรด์ (Trimesoyl chloride, TMC) กับสารละลายเอมีน ชนิดต่างๆ เช่น พิเพอราซีน (Piperazine, PIP) พาราฟีนิลีนไดอะมีน (p-phenylenediamine, PPD), เมตาฟีนิลีนไดอะมีน (m-phenylenediamine, MPD), และ ออร์โธฟีนิลีนไดอะมีน (o-phenylenediamine, OPD) บนชั้นรองรับจากโพลีอะคริไนด์ไตรล์ (Polyacrylonitrile, PAN) พบว่าเยื่อเลือกผ่านที่เตรียมด้วยคู่โมโนเมอร์ TMC/MPD ให้ค่าการกักกันเกลือและการซึมผ่านน้ำที่สูง ดังตารางที่ 2.1.1

ตารางที่ 2.1 ผลการศึกษาการสังเคราะห์ชั้นฟิล์มบางจากการใช้คู่สารโมโนเมอร์โมโนเมอร์ที่แตกต่างกัน [15]

คู่สารโมโนเมอร์		การกักกันเกลือ (%)	ฟลักซ์ของน้ำ ($Lm^{-2}h^{-1}$)
Acyl Chloride	Amine		
 <p>TMC</p>	 <p>PIP</p>	53	50
	 <p>PPD</p>	90	25
		99	22.5

คู่สารโมโนเมอร์		การกักกันเกลือ (%)	ฟลักซ์ของน้ำ ($Lm^{-2}h^{-1}$)
Acyl Chloride	Amine		
	MPD		
	 OPD	63	20

ซึ่ง TMC/MPD เป็นคู่โมโนเมอร์โมโนเมอร์ที่นิยมใช้ในการสร้างชั้นฟิล์มบาง PA ที่ให้ค่าการกักกันเกลือ และการซึมผ่านของน้ำที่สูงเมื่อเทียบกับคู่โมโนเมอร์โมโนเมอร์อื่นๆ [16] ปฏิกริยาระหว่าง MPD ซึ่งละลายในน้ำ และ TMC ซึ่งละลายในเฮกเซน (n-hexane) แสดงดังภาพที่ 2.4



ภาพที่ 2.4 ปฏิกริยาโพลีเอไมด์ระหว่างวัฏภาคของ MPD และ TMC [16]

นอกจากสารตั้งต้นหลักในปฏิกริยาแล้ว ยังมีการเติมสารเติมแต่งชนิดต่างๆ เพื่อเสริมประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่านฟิล์มบาง โดยในงานวิจัยนี้จะมีการใช้สารเติมแต่ง 3 ประเภทคือ โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต ไตรเอทิลเอมีน และไทเทเนียมไดออกไซด์ซึ่งจะกล่าวถึงอย่างละเอียดในหัวข้อถัดไป

โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (Sodium dodecyl sulfate, SDS) เป็นสารลดแรงตึงผิวชนิดประจุลบ ที่ใช้เติมลงในวัฏภาคของสารละลาย Amine ซึ่งละลายในน้ำ เพื่อเป็นส่วนช่วยให้เกิดการถ่ายเทโมโนเมอร์ไปยังบริเวณที่เกิดปฏิกริยาโพลีเอไมด์ไรเซชันที่บริเวณรอยต่อระหว่างวัฏภาค ส่งเสริมให้เกิดปฏิกริยาได้ดีขึ้น อย่างไรก็ตามการเติม SDS ในปริมาณที่มากเกินไปอาจจะทำให้เกิดจุดบกพร่อง

(defect) บนผิวฟิล์มบาง Polyamide โดยมีการศึกษาพบว่าความเข้มข้นที่เหมาะสมของการใช้ SDS คือ ร้อยละ 0.1 – 0.2 โดยมวล [17]

ไตรเอทิลเอมีน (Triethylamine, TEA) นิยมใช้เป็นตัวควบคุม pH ของสารละลายในวัฏภาค น้ำให้อยู่ในช่วงที่เหมาะสมที่ประมาณ 9.0 และเป็นตัวกำจัดกรดที่เกิดจากผลพลอยได้ของปฏิกิริยาโพลีเมโรเซชันระหว่างวัฏภาค โดยการเกิดกรดในระหว่างการดำเนินของปฏิกิริยาจะกระตุ้นให้เกิด Diamine Monomer และลดอัตราการเกิดปฏิกิริยาของ TMC [18] โดยทั่วไปแล้วนิยมใช้ปริมาณ TEA ที่ ร้อยละ 0.5 – 2.0 โดยมวล ของสารละลาย MPD [19]

(2) ความเข้มข้นของโมโนเมอร์

ความเข้มข้นของโมโนเมอร์เป็นหนึ่งในปัจจัยสำคัญในการกำหนดการเกิดการเชื่อมโยงข้าม (Cross-linked) ระหว่างสายโพลีเมอร์ของชั้นเยื่อ PA ซึ่งจะส่งผลต่อประสิทธิภาพโดยรวมของเยื่อเลือกผ่าน โดยทั่วไปแล้วในการเตรียมคูลิโมโนเมอร์จะมีการเตรียม MPD ที่มากเกินไปเมื่อเทียบกับ TMC เพื่อเพิ่มอัตราการแพร่กระจายของ MPD และชนะแรงต้านทานการแพร่ในช่วงที่ฟิล์ม PA เริ่มก่อตัวเพื่อทำปฏิกิริยาต่อเนื่องกับ TMC ในบริเวณทำปฏิกิริยา ที่ผ่านมามีการศึกษาถึงอิทธิพลของความเข้มข้นของ MPD โดยพบว่าความเข้มข้นที่เหมาะสมของ MPD ที่จะทำให้เกิดพันธะเชื่อมขวางในชั้นฟิล์ม PA ที่มีประสิทธิภาพอยู่ในช่วง 1 – 2 % โดยมวล ร่วมกับการใช้ TMC ที่ความเข้มข้น 0.1 – 0.2 % โดยมวล โดยจากการศึกษาพบว่าสามารถสร้างเยื่อเลือกผ่านฟิล์มบางที่มีค่าการกักกันเกลือ 94-96 % [20]

(3) ระยะเวลาการระเหยแห้ง และระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยา

ระยะเวลาในการกำจัดสารละลายส่วนเกิน โดยปล่อยให้เกิดระเหยหลังการแช่ส่วนรองรับในสารละลายเอมีนก่อนทำปฏิกิริยาจะส่งผลต่อการเกิดปฏิกิริยาโพลีเมโรเซชันระหว่างวัฏภาค โดยมีการศึกษาพบว่าเมื่อเพิ่มระยะเวลาในการระเหยแห้งสารละลายส่วนเกิน จะช่วยเพิ่มความสามารถในการกักกันเกลือ พื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านมีลักษณะราบเรียบ แต่ความสามารถในการซึมผ่านของน้ำจะลดลง [20]

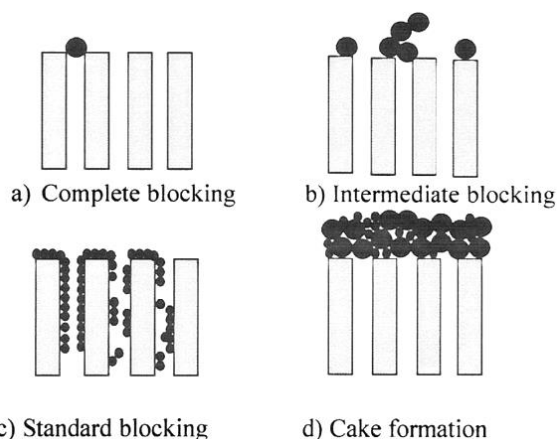
ระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยามีผลต่อการเกิดการเชื่อมขวางของชั้นฟิล์มบาง PA โดยการให้เวลาการทำปฏิกิริยาที่นานจะทำให้เกิดการเชื่อมขวางของชั้นฟิล์มบาง PA ที่มากขึ้น ในทางกลับกัน การให้เวลาการทำปฏิกิริยาที่น้อยเกินไปย่อมทำให้เกิดการเชื่อมขวางที่ไม่เพียงพอ ซึ่งจะส่งผลให้

ความสามารถในการกักกันเกลือของเยื่อเลือกผ่านนั้นแย่งลง อย่างไรก็ตามหากเพิ่มระยะเวลาการทำปฏิกิริยานานมากๆ ไม่ได้ส่งผลต่อประสิทธิภาพอย่างมีนัยสำคัญ เนื่องจากปฏิกิริยาจะถูกจำกัดขึ้นจากฟิล์มบางที่เกิดขึ้นในช่วงแรกที่จะขัดขวางการแพร่ของ MPD ไปยังบริเวณพื้นที่ที่เกิดปฏิกิริยา (รอยต่อระหว่างสองวัสดุ) โดยจากการศึกษาของ Klaysom และคณะพบว่าจากการทำปฏิกิริยาระหว่าง TMC/MPD บนส่วนรองรับ PAN ที่เวลามากกว่า 20 วินาที ค่าการกักกันเกลือมีค่าคงที่ที่ 94% ไม่เพิ่มตามระยะเวลาการทำปฏิกิริยา ในขณะที่ค่าการซึมผ่านของน้ำมีค่าลดลงเล็กน้อยจาก 0.88 เป็น $0.71 \text{ Lm}^{-2}\text{h}^{-1}\text{bar}^{-1}$ [20]

2.3 การเกิดความเปราะเปื้อนบนผิวเยื่อเลือกผ่าน

การเกิดความเปราะเปื้อนบนผิวเยื่อเลือกผ่าน (Membrane Fouling) คือการสะสมของสารอินทรีย์ สารอนินทรีย์ และสารชีวภาพบนพื้นผิวเยื่อเลือกผ่าน ทำให้เกิดชั้นคราบสกปรกพื้นผิว ด้านอัตราการซึมผ่าน หรืออาจมีมากจนสามารถปิดกั้นรูพรุนของเยื่อเลือกผ่าน หรือส่งผลกระทบต่อรวมในด้านอื่นๆ อันส่งผลทำให้เยื่อเลือกผ่านสูญเสียประสิทธิภาพในการแยกสาร โดยมีสารสกปรกหลากหลายชนิดที่มักถูกกล่าวถึงในงานวิจัยที่ผ่านมา อาทิ คอลลอยด์ซิลิกา คอลลอยด์ลาเท็กซ์ โซเดียมอัลจิเนต คอลลอยด์อลูมิเนียมออกไซด์ กรดฮิวมิก กรดไขมัน และเซลลูโลส เป็นต้น

กลไกการเกิดความเปราะเปื้อนขึ้นอยู่กับชนิดและลักษณะของเยื่อเลือกผ่าน ซึ่งเป็นปรากฏการณ์ที่ซับซ้อนอันเป็นผลกระทบบรรวบรวมทั้งในด้านกายภาพและทางเคมีของตัวเยื่อเลือกผ่านเอง และลักษณะของสิ่งสกปรกในสารป้อน โดยทั่วไปการเกิดการเปราะเปื้อนในกลุ่มของเยื่อเลือกผ่านชนิดรูพรุน สารสกปรก (Foulant) ที่มีขนาดอนุภาคเล็กจะแทรกซึมผิวเยื่อเลือกผ่านปิดกั้นรูพรุนและจำกัดการซึมผ่านของน้ำ แต่ในกลุ่มเยื่อเลือกผ่านที่มีลักษณะผิวแน่น จะเกิดการสะสมตัวเป็นชั้นแค้กด้านบนพื้นผิว ซึ่งมีลักษณะการปิดกั้นรูปแบบต่างๆ แสดงในภาพที่ 2.5 ปัจจัยที่มีผลกระทบต่ออัตราการเกิดความเปราะเปื้อน แบ่งเป็น ปัจจัยจากคุณสมบัติของพื้นผิวเยื่อเลือกผ่าน ปัจจัยทางอุทกพลศาสตร์ (Hydrodynamic) และปัจจัยอันเนื่องมาจากคุณสมบัติของสารป้อน



ภาพที่ 2.5 รูปแบบการปิดกั้นรูพรุนของเยื่อเลือกผ่านจากอนุภาคขนาดเล็ก [21]

ปัจจัยด้านพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านที่มีนัยสำคัญในการเกิดความเปรอะเปื้อนคือ ความชอบน้ำ ความขรุขระของพื้นผิว และค่าประจุของพื้นผิว

1) ความชอบน้ำ (Hydrophilicity) โดยทั่วไปพื้นผิวที่มีความชอบน้ำจะมีความต้านทานการเกิดความเปรอะเปื้อนมากกว่าพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำ เนื่องจากพื้นที่ผิวที่ชอบน้ำจะมีแรงดึงผิวสูงจะส่งผลให้เกิดชั้นน้ำบางๆ บนพื้นผิว เกิดพันธะไฮโดรเจนกับโมเลกุลของน้ำ ทำให้สารสกปรกซึ่งเป็นสารไม่ชอบน้ำไม่สามารถซึมผ่าน หรือผ่านชั้นน้ำบางๆ นี้ไปเกาะบนผิวเยื่อเลือกผ่านได้ยาก [22]

2) ความขรุขระของพื้นผิวเยื่อเลือกผ่าน ส่งผลต่อการเกิดการยึดติดกันของสาร โดยพื้นผิวที่มีความขรุขระสูงมีแนวโน้มที่จะสนับสนุนให้เกิดการยึดติดและสะสมของสิ่งสกปรกได้ง่ายกว่าพื้นผิวเรียบ [23]

3) ค่าประจุของพื้นผิว โดยทั่วไปเยื่อเลือกผ่านมักจะถูกปรับค่าประจุของพื้นผิวให้เป็นลบ เพื่อเพิ่มความต้านทานการเกาะติดของเกลือที่ละลายในน้ำ หรือสารสกปรกที่ส่วนมากเป็นประจุลบ ตามหลักไฟฟ้าสถิตย์ที่จะเกิดแรงผลักรวมของอนุภาคสารประจุเหมือนกัน [24]

ปัจจัยทางด้านอุทกพลศาสตร์ (Hydrodynamic) อาทิ อัตราการไหล อัตราการซึมผ่าน แรงดันของเหลว และอุณหภูมิที่ใช้ในการดำเนินการ ล้วนมีผลกระทบต่ออัตราการเกิดความเปรอะเปื้อน การใช้ความเร็วหรืออัตราการไหลที่มากขึ้นมีแนวโน้มที่จะลดอัตราการเกิดความเปรอะเปื้อน เนื่องจากแรงเฉือนที่เกิดขึ้นบริเวณพื้นผิว ดึงเอาสิ่งสกปรกออกจากผิวเยื่อเลือกผ่าน แต่การดำเนินการที่มีปริมาณการซึมผ่านที่มากเกินไป และอุณหภูมิสูงมีแนวโน้มที่จะสนับสนุนให้เกิดความเปรอะเปื้อน จากอัตราการพาสารสกปรกไปยังพื้นผิวเยื่อเลือกผ่านมากขึ้น [21]

ลักษณะขององค์ประกอบของสารป้อนในระบบกรอง โดยความเข้มข้น คุณสมบัติทางกายภาพ และคุณสมบัติทางเคมี รวมไปถึงปฏิกิริยาของสารสกปรกต่างก็ส่งผลกระทบต่ออัตราการเกิดความเปรอะเปื้อนเช่นกัน โดยองค์ประกอบสารที่แตกต่างกันทำให้เกิดลักษณะของความเปรอะเปื้อนที่แตกต่างกัน โดยชนิดของสารเปรอะเปื้อนหรือฟาวแลนต์ (Foulant) สามารถแบ่งออกได้หลายชนิด [21] ดังนี้

1) การเปรอะเปื้อนสารอินทรีย์ (Organic Fouling) มักเกิดจากสารอินทรีย์ธรรมชาติ หรือสาร คาร์โบไฮเดรตเชิงซ้อนซึ่งพบได้โดยทั่วไปจากสิ่งปฏิกูลในแหล่งน้ำธรรมชาติ โดยในการศึกษาสารเกิดความสกปรกกลุ่มนี้มักใช้ สารกลุ่ม Alginate ซึ่งจะเกิดเป็นไบโอฟิล์มบนพื้นผิวเยื่อเลือกผ่านด้านการซึมผ่านของน้ำ

2) การเปรอะเปื้อนคอลลอยด์ (Colloidal Fouling) เกิดจากอิทธิพลร่วมทางอุทกพลศาสตร์ กายภาพ และปฏิกิริยาทางเคมีของสารประกอบคอลลอยด์ที่อยู่ในสารป้อนกับพื้นผิวเยื่อเลือกผ่าน คล้ายกับการเกิดความเปรอะเปื้อนของสารอินทรีย์

3) ตะกรัน (Scaling) หรือการเปรอะเปื้อนของสารอนินทรีย์ เยื่อเลือกผ่านโดยทั่วไปจะมีคุณสมบัติกักกันเกลือชนิดต่างๆ อาทิ แมกนีเซียมซัลเฟต แคลเซียมซัลเฟต เหล็กซัลเฟต แคลเซียมคาร์บอเนต แคลเซียมซัลเฟต ฯลฯ เมื่อเกลือที่ถูกกักกันเหล่านี้สะสมบริเวณผิวของเยื่อเลือกผ่านมากขึ้นจนความเข้มข้นของสารเกินค่าความอิ่มตัว ทำให้เกลือเหล่านี้ไม่สามารถละลายได้และตกตะกอนเกาะบนผิวเยื่อเลือกผ่านด้านทานการไหลของสาร

4) การเปรอะเปื้อนชีวภาพ (Biofouling) เกิดจากการสะสมและเจริญเติบโตของเซลล์แบคทีเรีย หรือจุลินทรีย์บนพื้นผิวเยื่อเลือกผ่าน โดยเมื่อกลุ่มจุลินทรีย์ฝังตัวลงบนผิวเยื่อเลือกผ่านในสภาวะที่เหมาะสม จะเจริญเติบโตและเพิ่มจำนวน สร้างสารโพลิเมอร์ยึดเหนี่ยวระหว่างเซลล์ และยึดติดกับผิวเยื่อเลือกผ่านก่อเกิดเป็นไบโอฟิล์ม

ทั้งนี้ด้วยสภาพของสารละลายที่ป้อนเข้าระบบการกรองของเยื่อเลือกผ่านมักประกอบไปด้วยสารก่อความสกปรกมากกว่า 1 ชนิด ทำให้เกิดลักษณะของความเปรอะเปื้อนที่หลากหลายตามชนิดองค์ประกอบที่ปนเปื้อนในสารป้อน ความเข้มข้น และสภาวะที่ใช้ในการกรอง

2.4 แนวทางการป้องกันและลดการเกิดฟาวลิงบนพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่าน

การเกิดการเปราะเปื้อนของเยื่อเลือกผ่านหรือฟาวลิงเป็นข้อจำกัดของกระบวนการกรองที่ส่งผลกระทบต่อทั้งในด้านต้นทุนการดำเนินการ พลังงานที่สูง และการซ่อมบำรุง รวมไปถึงการลดอายุการใช้งานของเยื่อเลือกผ่าน จึงมีการศึกษาแนวทางการป้องกันและลดการเกิดฟาวลิงในหลายวิธี อาทิ การนำน้ำป้อนมาบำบัดขั้นต้นก่อนป้อนเข้าสู่ระบบ (Pre-treatment) การทำความสะอาดพื้นผิวระหว่างการใช้งานเยื่อเลือกผ่าน การกรองภายใต้ฟลักซ์วิกฤต และการพัฒนาพื้นผิวชอบน้ำของเยื่อเลือกผ่าน

ในระบบที่มีการใช้งานเยื่อเลือกผ่านที่มีรูพรุนขนาดเล็กและง่ายต่อการเกิดฟาวลิง เช่น ระบบการกรองออสโมซิสผันกลับ (RO) จะมีการลดการเกิดฟาวลิงด้วยการบำบัดสารละลายขั้นต้น (Pre-treatment) โดยการกรองที่อนุภาคสกปรกที่มีขนาดใหญ่ โดยอาจมีการเติมสารเคมีช่วยในการจับตัวของอนุภาคแขวนลอยในสารละลาย การใช้ MF หรือ UF กรองสารละลายก่อนป้อนเข้าระบบการกรอง RO เพื่อลดอนุภาคแขวนลอยที่จะเกิดการก่อตัวของฟาวลิงบนผิวเยื่อเลือกผ่าน RO ถึงแม้ว่าการบำบัดขั้นต้นจะช่วยควบคุมดัชนีความหนาแน่นของตะกอน (Slit Density Index, SDI) ของสารละลายที่ผ่านการกรองเบื้องต้นได้ แต่อาจต้องใช้ต้นทุนที่สูงขึ้นในกรณีของเยื่อเลือกผ่านง่ายต่อการเกิดฟาวลิง [21]

การทำความสะอาดผิวเยื่อเลือกผ่านในกระบวนการกรองเป็นอีกหนึ่งที่ยืดอายุการใช้งานของเยื่อเลือกผ่าน โดยการทำความสะอาดสามารถทำได้ทั้งทางกายภาพ โดยการล้างย้อนกลับ (Backwash) และการทำความสะอาดโดยใช้สารเคมี อาทิ การใช้ด่างหรือโซเดียมไฮดรอกไซด์เจือจางในการล้างฟาวลิงที่เกิดจากสารอินทรีย์ (Organic Fouling) การใช้กรดในการล้างทำความสะอาดตะกรัน (Scaling) และการใช้สารกลุ่มไฮโปคลอไรต์ในการทำความสะอาดฟาวลิงชีวภาพ (Biofouling) ซึ่งการแก้ปัญหาด้วยวิธีนี้มีต้นทุนที่จะต้องเพิ่มเติมกระบวนการล้างทำความสะอาด และไม่ได้แก้ปัญหการเกิดฟาวลิง เพียงเป็นการลดปริมาณฟาวลิงบนผิวเยื่อเลือกผ่าน ลดค่าการถดถอยของฟลักซ์ และยืดอายุการใช้งานของเยื่อเลือกผ่านเท่านั้น [25]

อีกหนึ่งวิธีที่เป็นการลดปัญหาการเกิดฟาวลิง คือการปรับปรุงที่คุณสมบัติของตัวเยื่อเลือกผ่าน ทั้งในด้านของขนาดรูพรุน การกระจายตัวของรูพรุน ความราบเรียบของพื้นผิว และความชอบน้ำซึ่งเป็นหนึ่งในปัจจัยสำคัญ ด้วยคุณลักษณะของเยื่อเลือกผ่านโพลีเมอร์โดยทั่วไปจะมีความไม่ชอบน้ำทำให้ง่ายต่อการเกิดฟาวลิง การพัฒนาพื้นผิวเยื่อเลือกผ่านด้วยการเพิ่มการชอบน้ำจึงเป็นที่สนใจที่

จะนำมาช่วยพัฒนาการต้านทานการเกิดฟาวลิง อันจะส่งผลช่วยอัตราการถดถอยของฟลักซ์ [21] ซึ่งในปัจจุบันมีการศึกษาสารประกอบโพลิเมอร์และอนุภาคนาโนเมตร โดยจะกล่าวถึงอย่างละเอียดในหัวข้อถัดไป

2.5 การเสริมประสิทธิภาพเยื่อเลือกผ่านด้วยการเติมอนุภาคนาโน

ในการพัฒนาพื้นผิวเยื่อเลือกผ่านมีหลากหลายวิธี อาทิ การกราฟต์โพลิเมอร์ลงบนพื้นผิว การเติมแต่งอนุภาคบางชนิดลงบนพื้นผิว หนึ่งในวิธีการที่ง่ายที่สุดในการพัฒนาคือการเติมแต่งอนุภาคนอนทรีย์ขนาดนาโนลงบนพื้นผิวเยื่อเลือกผ่าน โดยมีอนุภาคหลากหลายชนิดที่ถูกนำมาใช้ อาทิ ท่อคาร์บอนขนาดนาโนเมตร กราฟีนออกไซด์ ซิลิกาขนาดนาโนเมตร และไทเทเนียมออกไซด์ขนาดนาโนเมตร เป็นต้น โดยสามารถสรุปผลการศึกษาที่ผ่านมาได้ดังตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 ผลการศึกษาการเติมอนุภาคนาโนเมตรในเยื่อเลือกผ่าน

ชนิดเยื่อเลือกผ่าน	ชนิดอนุภาค	ปริมาณเติม (% โดยมวล)	การกักกันเกลือ (%)	ค่าฟลักซ์ของน้ำ ($Lm^{-2}h^{-1}$)	การถดถอยของฟลักซ์ (%)	อ้างอิง
PA-TFC	CNTs	0.001	97	48	17	[5]
		0.002	97	59	15	
		0.005	97	58	17	
		0.01	96	50	22	
PA-TFC	SiNPs	0.005	98	33	10	[7]
		0.01	95	38	16	
		0.05	90	40	13	
		0.1	92	50	15	
PA-TFC	GO	0	-	19	26	[8]
		0.004	-	23	10	
		0.008	-	20	16	
		0.012	-	20	7	
PA-TFC	TiO ₂ (Commercial)	1	89	11	-	[10]
		3	94	8	-	
		5	96	8	-	

ชนิดเยื่อเลือกผ่าน	ชนิดอนุภาค	ปริมาณเติม (% โดยมวล)	การกักกันเกลือ (%)	ค่าฟลักซ์ของน้ำ ($\text{Lm}^{-2}\text{h}^{-1}$)	การถดถอยของฟลักซ์ (%)	อ้างอิง
		7	38	69	-	
		9	27	77	-	
PA-TFC	TiO ₂ - Colloidal	0.3	94	10	10	[11]
	TiO ₂ -สังเคราะห์	0.3	82	9.5	-	
	TiO ₂ -เชิงการค้า	0.3	82	9	-	

ท่อคาร์บอนขนาดนาโนเมตร (Carbon Nanotubes, CNTs) มีคุณสมบัติเฉพาะที่มีความเสถียรภาพทางกลสูง และคุณสมบัติต้านทานการเกิดฟาวลิง และด้วยรูปร่างท่อขนาดนาโนที่เป็นเอกลักษณ์ทำให้เกิดเป็นทางไหลของน้ำ สามารถเพิ่มอัตราการซึมผ่านของน้ำได้โดยไม่ลดความสามารถในการกักกันเกลือ จึงเป็นอนุภาคที่ได้รับความสนใจนำมาเป็นสารเติมแต่งสำหรับเยื่อเลือกผ่านคอมโพสิต Madhavi M. และคณะ ศึกษาการปรับปรุงพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านโดยการเติม CNTs ลงบนพื้นผิวฟิล์มบางโพลีเอไมด์ ร้อยละ 0.005 โดยมวล ช่วยเพิ่มฟลักซ์ของน้ำ โดยมีค่าฟลักซ์ของน้ำเพิ่มขึ้นร้อยละ 45 ของเยื่อเลือกผ่านที่ไม่มีการเติม เพิ่มความชอบน้ำให้กับพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่าน อีกทั้งยังสามารถให้ค่าการกักกันเกลือ Na₂SO₄ สูงที่ร้อยละ 97.9 ซึ่งจากการศึกษาพบว่าอัตราการซึมผ่านของน้ำที่เพิ่มขึ้นเกิดจากผลของช่องว่างขนาดนาโนที่เกิดระหว่าง CNTs และเมทริกซ์ของเยื่อเลือกผ่าน [5] แต่การเติม CNTs มีข้อจำกัดอันเนื่องมาจากลักษณะของ CNTs ที่มีรูพรุนที่มาก ดังนั้นการเติม CNTs ที่มากเกินไปจะส่งผลกระทบต่อในการกักกันเกลือของเยื่อเลือกผ่าน [21]

อนุภาคซิลิกาขนาดนาโนเมตร (Silica nanoparticles, SiNPs) หรือนาโนซิลิกา เป็นสารที่มีลักษณะเด่นที่มีเสถียรภาพสูงทั้งทางด้านเคมี ทางความร้อน และทางกล มีความเป็นพิษต่ำ มีความชอบน้ำ และเป็นสารที่หาซื้อได้ง่าย SiNPs ถูกนำไปประยุกต์ใช้ในหลากหลายด้าน อาทิ ตัวเร่งปฏิกิริยา, ชีวการแพทย์, ตัวเสริมสร้างความแข็งแรงให้กับวัสดุคอมโพสิต และยังคงถูกใช้เป็นสารเติมแต่งเพื่อเสริมประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่าน [7, 21, 25, 26] โดย Peyki A. และคณะ ได้ทำการศึกษา

การเติม SiNPs ร้อยละ 0.005 – 0.5 โดยมวล ลงบนเยื่อเลือกผ่าน Polyamide พบว่าความขรุขระของพื้นผิวจะเพิ่มขึ้นเมื่อมีการเติม SiNPs มากขึ้น โดยพลาซิกซ์ของน้ำจะเพิ่มขึ้นเมื่อมีการเติมในปริมาณเล็กน้อยที่ร้อยละ 0.005 – 0.1 โดยมวล และจะลดลงเมื่อเติมมากกว่าร้อยละ 0.5 โดยมวล การเติม SiNPs ช่วยเพิ่มค่าความชอบน้ำให้กับเยื่อเลือกผ่าน แต่การเติมมากเกินไปจะทำให้อนุภาคไปขัดขวางการซึมผ่านของน้ำ [7]

กราฟีนออกไซด์ (Graphene Oxide, GO) เป็นหนึ่งในอนุภาคนาโนที่ได้รับความนิยมและถูกพูดถึงมากในปัจจุบัน ซึ่ง GO เป็นแผ่นคาร์บอนขนาดนาโนชั้นเดียวประกอบด้วยพันธะโควาเลนต์ของออกซิเจน ซึ่งมีคุณสมบัติที่ดีในด้านความยืดหยุ่นกับการเกิดปฏิกิริยาทางเคมีและมีความชอบน้ำสูง จากการศึกษาที่ผ่านมาพบว่าการเติม GO ลงในเยื่อเลือกผ่าน Polyamide ช่วยเพิ่มความชอบน้ำ และความเรียบให้กับพื้นผิว และเพิ่มคุณสมบัติความเป็นประจุลบ ซึ่งช่วยเสริมสร้างคุณสมบัติต้านทานการเกิดฟาวลิง โดยสามารถเพิ่มพลาซิกซ์ของน้ำได้มากกว่าร้อยละ 60 เมื่อเทียบกับเยื่อเลือกผ่านที่ไม่ได้เติม GO [8] ถึงแม้ว่าการเติม GO จะช่วยส่งเสริมในด้านการต้านทานการเกิดฟาวลิง แต่การเติม GO มีข้อจำกัดในด้านลักษณะของตัว GO เองที่มีลักษณะเป็นแผ่น ทำให้ควบคุมทิศทางการวางตัวและการกระจายตัวของเยื่อเลือกผ่านได้ยาก อีกทั้งการเติม GO ที่มากเกินไปจะขัดขวางการซึมผ่านของน้ำของเยื่อเลือกผ่าน [25]

อนุภาคไทเทเนียมออกไซด์ขนาดนาโนเมตร (Titanium dioxide, TiO_2) เป็นอนุภาคสารอนินทรีย์ที่มีความสามารถที่หลากหลาย เช่น มีความสามารถในการต่อต้านแบคทีเรีย เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง และเป็นสารเติมแต่งที่ทำให้เกิดความชอบน้ำ ซึ่งเป็นคุณสมบัติที่เหมาะสมกับการนำมาเป็นส่วนช่วยในการปรับปรุงพื้นผิวเยื่อเลือกผ่านเพื่อเพิ่มความชอบน้ำ (Hydrophilicity) และต่อต้านการเปราะเปื้อนบนพื้นผิว (Anti-fouling) Rajaeian B. และคณะได้ทำการศึกษาโดยเติมผง TiO_2 เชิงการค้าในสารละลาย TMC ก่อนนำไปใช้เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชันระหว่างวัฏภาคกับสารละลาย MPD พบว่าการเติม TiO_2 ช่วยเพิ่มการชอบน้ำให้กับเยื่อเลือกผ่าน และลดความหยาบของผิว PA ให้ค่าการกักกันเกลือที่สูง 96.42% [10] และการศึกษาของ Kedchaikulrat P. และคณะพบว่าการเติมสาร TiO_2 ลงในสารละลายเอมีนในรูปแบบของสารละลายคอลลอยด์ให้ประสิทธิภาพดีกว่าการเติมในรูปแบบ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ และ TiO_2 เชิงการค้าในท้องตลาดทั้งในด้านของการกระจายตัว และประสิทธิภาพในด้านการซึมผ่าน และการต้านทานการเกิดการเปราะเปื้อน โดยสารละลายคอลลอยด์ TiO_2 สามารถเตรียมได้จากที่อัตราส่วน Titanium (IV)

isopropoxide (TTIP) ต่อ Ethanol ต่อ น้ำ เท่ากับ 1:1.8:17.2 [11] ซึ่งข้อจำกัดของการเติม TiO_2 ที่มากเกินไปอาจทำให้เกิดการเกาะกลุ่มกันของอนุภาค และส่งผลให้พื้นผิวเยื่อเลือกผ่านมีความหนาแน่นมากขึ้น ทั้งนี้จากการทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้องพบว่า การศึกษาการเติม TiO_2 ขนาดนาโนเมตรที่ผ่านมาเป็นการศึกษาในรูปแบบการปรับปริมาณการเติมโดยควบคุมค่าปัจจัยอื่นๆ ให้คงที่ และยังไม่พบการศึกษาที่มีการพิจารณาผลของอิทธิพลร่วมกับสารเติมแต่งอื่นๆ อาทิ SDS และ TEA ซึ่งมีผลกระทบต่อตัวเยื่อเลือกผ่านตามที่ได้กล่าวถึงในหัวข้อก่อนหน้านี้

2.6 วิธีการพื้นผิวตอบสนอง

วิธีการพื้นผิวตอบสนอง (Response Surface Methodology, RSM) เป็นวิธีการวิเคราะห์ที่นิยมใช้ในการหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุด (Optimum Condition) ของกระบวนการ หรือตัวแปรที่สนใจศึกษา โดยอาศัยวิธีการทางคณิตศาสตร์ และสถิติ ในการสร้างรูปแบบเพื่อวิเคราะห์โดยการรวบรวมข้อมูลกับค่าตอบสนอง และตัวแปรนำเข้า หรือปัจจัยที่มีอิทธิพล นำมาสร้างสมการทางคณิตศาสตร์โพลีโนเมียลดีกรี 2 เพื่อใช้เป็นแบบพื้นผิวตอบสนอง และใช้วิธีการหาค่าอนุพันธ์ทางคณิตศาสตร์ในการหาค่าตอบที่ดีที่สุด เช่น การทดลองที่ต้องการศึกษา 2 ปัจจัยคือ x_1 และ x_2 โดยมีผลตอบสนอง y จะสามารถเขียนความสัมพันธ์ได้ดังสมการ (2.5) และสามารถเขียนสมการค่าความคาดหวังของผลตอบสนอง $E(y)$ ได้ดังสมการ (2.6) ซึ่งเท่ากับพื้นผิวตอบสนอง η แสดงดังสมการ (2.7) เมื่อ ε คือ ค่าความผิดพลาด (Error) อันเนื่องมาจากผลรบกวนต่อผลตอบสนอง y จากการทดลอง และกำหนดให้

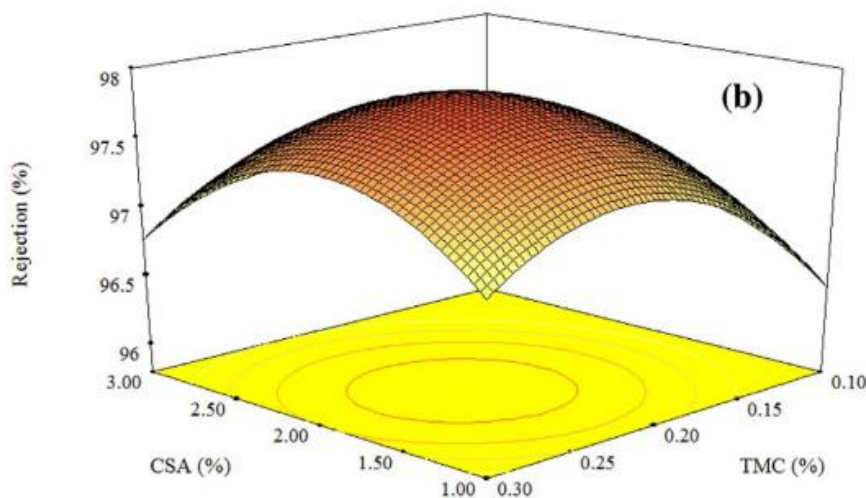
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

$$y = f(x_1, x_2) + \varepsilon \quad (2.5)$$

$$E(y) = f(x_1, x_2) \quad (2.6)$$

$$\eta = f(x_1, x_2) \quad (2.7)$$

โดยทั่วไปแล้วมักแสดงค่าพื้นผิวตอบสนองในรูปแบบกราฟพื้นผิว โดยเป็นการนำค่าพื้นผิวตอบสนอง η มาพล็อตกับค่าปัจจัย x_1, x_2 จะได้ลักษณะกราฟเส้นโครงร่าง ที่จะทำให้เห็นรูปร่างของพื้นผิวตอบสนองได้ชัดเจน ตัวอย่างกราฟพื้นผิวตอบสนองแสดงดังภาพที่ 2.6



ภาพที่ 2.6 ตัวอย่างกราฟพื้นผิวตอบสนอง [27]

ในการสร้างรูปแบบพื้นผิวตอบสนองมักพบปัญหาในการหาลักษณะที่เหมาะสมกับความสัมพันธ์ของผลตอบสนองและปัจจัยที่ทำการศึกษ จึงต้องประมาณค่าความสัมพันธ์ระหว่างผลตอบสนองกับปัจจัยต่างๆ ซึ่งมักใช้สมการพหุนามกำลังต่ำ เช่น สมการพหุนามกำลังหนึ่ง โดยมีรูปแบบดังสมการ (2.8) หรือในกรณีที่พื้นผิวตอบสนองที่ได้มีความโค้งจะประมาณค่าโดยใช้รูปแบบของสมการพหุนามกำลังสอง โดยมีรูปแบบดังสมการ (2.9)

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \varepsilon \quad (2.8)$$

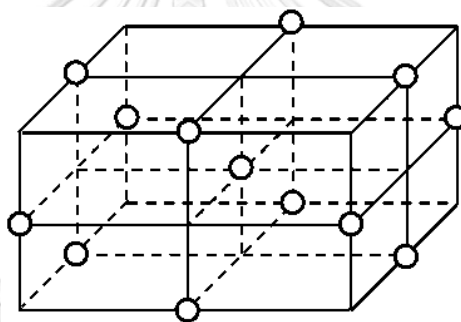
$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^k \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (2.9)$$

ซึ่งการออกแบบด้วยวิธีพื้นผิวตอบสนองอาจมีการใช้วิธีการกำลังสองน้อยที่สุด (Least Square Method) มาประมาณค่าพารามิเตอร์ต่างๆ ในแบบจำลองพหุนาม เพื่อให้ได้แบบจำลองที่เหมาะสมกับความสัมพันธ์ของตัวแปรปัจจัย และผลตอบสนองที่ทำการศึกษาที่สุด

สำหรับการรวบรวมข้อมูลเพื่อใช้ในการวิเคราะห์ด้วยวิธีการพื้นผิวตอบสนอง จะใช้วิธีการออกแบบการทดลองที่มีการศึกษาปัจจัยตั้งแต่ 3 ระดับขึ้นไป เนื่องจากเหมาะสมในการใช้ในการสร้างสมการตัวแบบทางคณิตศาสตร์โพลีโนเมียลดีกรี 2 เช่น 3k, 3k-p การทดลองแฟกทอเรียล แผนการทดลองเซ็นทรัลคอมโพสิต (Central Composite Design, CCD) และการทดลองบ็อกส์เบนเคน (Box-Behnken Design, BBD) [28]

การออกแบบ Box-Behnken

การออกแบบ Box-Behnken จะมุ่งเน้นไปที่การศึกษาที่เกิดขึ้นจากจุดขอบของทุกๆ สอง ปัจจัย ร่วมกับจุดศูนย์กลางของ 1 ปัจจัย ดังนั้นการออกแบบ Box-Behnken จึงเป็นการผสมผสานระหว่างการออกแบบแฟกทอเรียล $2k$ กับการออกแบบบล็อกไม่สมบูรณ์ ที่ทุกการทดสอบมีปัจจัยสองประการที่มีค่าปัจจัยสุดขั้ว (เช่น ระดับบนหรือระดับล่าง) ในขณะที่ปัจจัยอื่นๆ ยังคงอยู่ที่ระดับกลาง ดังนั้น จำนวนการทดสอบทั้งหมดสำหรับการทดสอบปัจจัย i คือ $2i(i-1)$ บวกจำนวนการทดสอบที่ศูนย์กลาง โดยแสดงจุดที่ทำการทดลองในภาพที่ 2.7 ซึ่งการออกแบบ Box-Behnken เป็นการทดลองในขอบเขตที่กำหนด ไม่มีการศึกษานอกขอบเขต และไม่มีการศึกษาในปัจจัยสุดขั้วพร้อมกันทุกปัจจัย ทำให้เป็นวิธีการที่ทำได้ง่าย และนิยมนำมาใช้ร่วมกับการวิเคราะห์ข้อมูลด้วยวิธีการพื้นผิวตอบสนอง [29]



ภาพที่ 2.7 จุดที่ทดลองทั้งหมดการออกแบบ Box-Behnken สำหรับระบบสามปัจจัย [29]

2.9 การประยุกต์ใช้วิธีการพื้นผิวตอบสนองกับการพัฒนาเยื่อเลือกผ่าน

การศึกษาเกี่ยวกับการพัฒนาเยื่อเลือกผ่านที่ผ่านมาส่วนใหญ่มักจะเลือกศึกษาทดลองที่ปรับค่าที่ละปัจจัยในแต่ละการทดลอง ส่งผลให้ต้องใช้เวลานาน และมีค่าใช้จ่ายที่สูง อีกทั้งยังขาดการศึกษาผลกระทบร่วมระหว่างปัจจัยต่างๆ จึงมีการศึกษาบางงานที่เลือกศึกษาโดยวิธีการพื้นผิวตอบสนองซึ่งเป็นเทคนิคทางสถิติที่สามารถนำมาใช้ศึกษาผลกระทบของหลายปัจจัยที่มีต่อกัน

Ani Idris และคณะ ได้นำวิธีการพื้นผิวตอบสนอง (RSM) ร่วมกับการออกแบบการทดลอง เช่น ทรัลคอมโพสิต (CCD) มาใช้ในการศึกษาปัจจัยสัดส่วนของสารละลายโมโนเมอร์ MPD, ไฮโดรควิโนน และโซเดียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวรับกรดในการสังเคราะห์ฟิล์มบางคอมโพสิต (บนชั้นรองรับชนิดโพลีเอทิลีน) และพิจารณาผลตอบสนองค่าการกักกันเกลือ และฟลักซ์ของน้ำ โดยจากการศึกษาพบว่าปริมาณตัวรับกรดส่งผลต่อการกักกันเกลือของเยื่อเลือกผ่านมากที่สุด และรูปแบบ

ความสัมพันธ์ที่สร้างจากวิธีการพื้นผิวตอบสนองมีความแม่นยำที่ความเชื่อมั่น 95% และสามารถใช้ในการทำนายค่าตอบสนองภายในขอบเขตปัจจัยที่ทำการศึกษา โดยมีค่าความคาดเคลื่อน (Error) ระหว่างค่าการทำนายกับค่าจริงจากการทดลองที่ -3.9 ถึง 4.7% สำหรับค่าการกักกันเกลือ และ -10 ถึง 25% สำหรับฟลักซ์ของน้ำ [30]

Vahid Vatanpour และคณะ ได้ศึกษาผลของปัจจัยร่วมในการเตรียมเยื่อเลือกผ่านฟิล์มบางโพลีเอไมด์บนส่วนรองรับโพลีซิลิโคนโดยใช้เทคนิควิธีการพื้นผิวตอบสนอง (RSM) และการออกแบบการทดลอง Box-Behnken ในการทำให้ค่าสัดส่วนที่เหมาะสมในการเตรียมเยื่อเลือกผ่านของสาร MPD, TEA, CSA, และ TMC โดยจากการศึกษาพบว่าการใช้เทคนิค Box-Behnken สามารถสร้างสมการทำนายผลตอบสนองฟลักซ์ของน้ำและค่าการกักกันเกลือได้อย่างมีประสิทธิภาพ โดยมีค่าสัมประสิทธิ์การพยากรณ์ (R^2) เท่ากับ 0.76 และ 0.90 ตามลำดับ สัดส่วนที่เหมาะสมร้อยละโดยมวลคือ MPD 1.75%, TEA 0.3%, CSA 1.89%, และ TMC 0.26% ซึ่งให้ค่าฟลักซ์น้ำ และค่าการกักกันเกลือ $36.3 \text{ Lm}^{-2}\text{h}^{-1}$ และ 98.12% ตามลำดับ [27]

H. Azizi Namaghi และคณะ ได้ทำการศึกษาดูแปรการเตรียมเยื่อเลือกผ่านและอิทธิพลร่วมที่มีนัยสำคัญต่อประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่านฟิล์มบางคอมโพสิต โดยสร้างโมเดลความสัมพันธ์ของผลตอบสนองฟลักซ์ของน้ำและค่าการกักกันเกลือ โดยใช้เทคนิคทางสถิติ 2 รูปแบบคือรูปแบบเส้นตรง (Factorial Design) และวิธีพื้นผิวตอบสนอง (RSM) พบว่าการใช้โมเดลเชิงเส้นตรงไม่สามารถจับความโค้งและทำนายค่าตอบสนองได้อย่างเหมาะสม ซึ่งต่างจากการใช้ RSM ร่วมกับ Box-Behnken ซึ่งเป็นสมการกำลังสอง สามารถสร้างสมการทำนายได้เหมาะสมกว่า โดยเมื่อทำการเปรียบเทียบค่าตอบสนองที่ได้จากสมการทำนายกับค่าการทดลอง ที่สภาวะที่เหมาะสม สามารถทำนายค่าฟลักซ์น้ำและค่าการกักกันเกลือได้อย่างแม่นยำโดยมีค่าความผิดพลาดสัมบูรณ์ (Absolute Average Relative Error) ที่ 4.39% และ 0.578% ตามลำดับ [31]

บทที่ 3 ระเบียบงานวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัยนี้

สารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์เยื่อเลือกผ่าน และสารเคมีที่ใช้ในทดสอบความสามารถในการกักกันเกลือ และการทดสอบความสามารถต้านทานการเปราะเปื้อนของเยื่อเลือกผ่าน แสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 รายละเอียดสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

ชื่อสารเคมี	ชื่อย่อ	คุณสมบัติจำเพาะ	แหล่งที่มาหรือผู้ผลิต
โพลีซัลโฟน (Polysulfone)	PSF	น้ำหนักโมเลกุล 22,000 กรัม/โมล	Sigma-Aldrich
N-เมทิล-2-ไพโรลิโดน (N-Methyl-2-pyrrolidone)	NMP	ความเข้มข้น $\geq 99\%$	Sigma-Aldrich
ไททาเนียมเตตระไอโซโพรพอกไซด์ (Titanium (IV) isopropoxide)	TTIP	ความเข้มข้น $\geq 98\%$	Sigma-Aldrich
M-ฟีนิลีนไดเอมีน (m-phenylenediamine)	MPD	ความเข้มข้น $\geq 99\%$	Sigma-Aldrich
โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (Sodium dodecyl sulfate)	SDS	ความเข้มข้น $\geq 99\%$	Sigma-Aldrich
ไตรเอทิลเอมีน (Triethylamine)	TEA	ความเข้มข้น $\geq 99.5\%$	Sigma-Aldrich
ไตรมีโซอิลคลอไรด์ (Trimesoyl chloride)	TMC	ความเข้มข้น 98%	Sigma-Aldrich
เกลือ (Sodium chloride)	NaCl	เกรดวิเคราะห์	Ajax Finechem
โซเดียมอัลจีเนต (Sodium Alginate)	SA	เกรดวิเคราะห์	Acros Organics
เฮกเซน (n-hexane)	-	เกรดวิเคราะห์	Anapure
เอทานอล (Ethanol)	-	ความเข้มข้น $\geq 99.8\%$	Carlo Erba
กรดไนตริก (Nitric acid)	-	ความเข้มข้น 69.5%	VWR Chemicals

3.2 การวิธีการเตรียมเยื่อเลือกผ่านชนิดฟิล์มบาง

3.2.1 การเตรียมชั้นรองรับ Polysulfone

ชั้นรองรับถูกสังเคราะห์โดยวิธีการเปลี่ยนเฟส (Phase Inversion) โดยการผสม PSF ร้อยละ 20 โดยมวล ในตัวทำละลาย NMP ที่อุณหภูมิ 60 °C และกวนจนได้สารละลายใส แล้วจึงทำให้เย็นลงที่อุณหภูมิห้อง ใช้สารละลายนี้ในการเคลือบเป็นฟิล์มบนแผ่นเสริมความแข็งแรง โดยควบคุมความหนาของการเคลือบที่ 0.25 มม. จากนั้นจุ่มลงในน้ำบริสุทธิ์ทันทีเพื่อให้เกิดการเปลี่ยนเฟส หลังจากนั้นล้างด้วยน้ำ DI ก่อนนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 60 °C เพื่อจัดเก็บก่อนนำไปใช้เป็นชั้นรองรับสำหรับชั้นฟิล์มบางในปฏิกิริยาโพลิเมอไรเซชันระหว่างวัฏภาค

3.2.2 การสังเคราะห์เยื่อเลือกผ่านฟิล์มบาง

การทดลองในส่วนนี้เริ่มจากการเตรียมสารละลายคอลลอยด์ TiO_2 ที่มีปริมาณ TTIP ร้อยละ 5 โดยปริมาตร ด้วยการเติม TTIP ในเอทานอลและหยดลงในน้ำบริสุทธิ์ (Deionized water, DI) ภายใต้สภาวะกวนอย่างรุนแรงที่อุณหภูมิห้อง ในระหว่างการกวนผสมจะควบคุม pH ของสารละลายนี้ที่ 1.5 โดยใช้กรดไนตริกเจือจาง ปั่นกวนจนได้สารละลายใส

สารละลายคอลลอยด์ TiO_2 ที่เตรียมไว้จะถูกเจือจางด้วยน้ำ DI และเติม SDS, TEA และ MPD อีกร้อยละ 2 โดยมวล เพื่อสร้างสารละลายโมโนเมอร์ MPD โดยปริมาณสารละลายคอลลอยด์ของ TiO_2 , SDS และ TEA ขึ้นอยู่กับการออกแบบการทดลองดังรายละเอียดในหัวข้อ 3.3

ส่วนรองรับ PSF ที่แห้งแล้วจะถูกแช่ในน้ำ DI เป็นเวลา 1 ชั่วโมงก่อนนำมาใช้เป็นส่วนรองรับที่มีรูพรุน จากนั้นจุ่มลงในสารละลายโมโนเมอร์ MPD เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นแช่สารละลายส่วนเกินออกจากผิวชั้นรองรับและผึ่งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 80 วินาที ก่อนเทสารละลาย TMC ที่มี TMC ร้อยละ 0.15 โดยมวล ใน n-hexane ราบบนพื้นผิวของส่วนรองรับเพื่อเริ่มต้นปฏิกิริยาโพลิเมอไรเซชันระหว่างวัฏภาคเป็นเวลา 80 วินาที จากนั้นเทสารละลายออกและยุติปฏิกิริยานี้โดย ล้างพื้นผิวด้วย n-hexane หลังจากนั้น อบแห้งที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 5 นาที เพื่อกำจัดตัวทำละลายที่ตกค้าง แล้วนำไปแช่ในน้ำ DI จนกว่าจะนำมาใช้ทดสอบประสิทธิภาพ

3.3 การออกแบบการทดลองสำหรับการศึกษาวิธีการเตรียมเยื่อเลือกผ่านชนิดฟิล์มบาง

ในการศึกษาเพื่อค้นหาสภาวะที่เหมาะสมในขั้นตอนการขึ้นฟิล์มบางเยื่อเลือกผ่าน ตัวแปรที่ศึกษาประกอบไปด้วยปริมาณของสารเติมแต่งในสารละลายโมโนเมอร์ MPD จำนวน 3 ชนิด คือ สารละลายคอลลอยด์ของ TiO_2 , SDS และ TEA โดยใช้ Box-Behnken Design ในการออกแบบ

การทดลอง สำหรับแต่ละตัวแปร จะเลือกศึกษา 3 ระดับ ดังแสดงในตารางที่ 3.2 โดยจะมีการทดลองทั้งหมด 15 ชุดการทดลอง ซึ่งใช้การสร้างและสุ่มลำดับของการทดลองโดยซอฟต์แวร์สถิติ Minitab® ตามตารางที่ 3.3 เยื่อเลือกผ่านชนิดฟิล์มบางที่สังเคราะห์ได้จะนำไปทำการทดสอบประสิทธิภาพและคุณลักษณะเฉพาะต่อไป

การทดสอบประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่านแต่ละชุดการทดลอง คือ การซึมผ่านของน้ำ การกักกันเกลือ และการกักตัวของฟลักซ์ จะถูกนำมาวิเคราะห์เพื่อค้นหาแบบจำลองที่เหมาะสม และสภาวะการเตรียมที่เหมาะสมที่สุดโดยใช้วิธีการของพื้นผิวการตอบสนองผ่านซอฟต์แวร์ทางสถิติ Minitab®

ตารางที่ 3.2 ตัวแปรที่ใช้ในการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเยื่อเลือกผ่านฟิล์มบาง

ตัวแปร	ระดับ			หน่วย
	-1	0	+1	
ปริมาณสารละลายคอลลอยด์ของ TiO_2	10	20	30	% โดยมวล
ปริมาณ SDS	0.1	0.2	0.3	% โดยมวล
ปริมาณ TEA	0	1	2	% โดยมวล

ตารางที่ 3.3 การออกแบบและลำดับการทดลองในการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสม

ลำดับ	ปริมาณสารละลายคอลลอยด์ของ TiO_2 (% โดยมวล)	ปริมาณ SDS (% โดยมวล)	ปริมาณ TEA (% โดยมวล)
1	10	0.3	1
2	30	0.1	1
3	20	0.3	0
4	20	0.2	1
5	10	0.2	0
6	30	0.3	1
7	10	0.1	1
8	20	0.1	2
9	30	0.2	0
10	20	0.2	1

ลำดับ	ปริมาณสารละลาย คอลลอยด์ของ TiO ₂ (% โดยมวล)	ปริมาณ SDS (% โดยมวล)	ปริมาณ TEA (% โดยมวล)
11	30	0.2	2
12	20	0.2	1
13	10	0.2	2
14	20	0.3	2
15	20	0.1	0

3.4 การศึกษาคุณลักษณะเฉพาะของเยื่อเลือกผ่านฟิล์มบาง

เยื่อเลือกผ่านที่เตรียมได้บางส่วนจะมีการทดสอบคุณสมบัติพื้นผิวโดยใช้เทคนิคต่างๆ ต่อไปนี้ คือ การทดสอบมุมสัมผัส (Contact angle) จะถูกใช้เป็นเทคนิคในการประเมินความชอบน้ำของผิวของเยื่อเลือกผ่าน การทดสอบทางสัณฐานวิทยาของพื้นผิวเยื่อเลือกผ่านจะทำการทดสอบโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และใช้กล้องจุลทรรศน์กำลังอะตอม (AFM) สำหรับการตรวจสอบความขรุขระของพื้นผิว สำหรับลักษณะทางเคมีพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านจะทำการทดสอบโดยใช้ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดแบบลดทอนแสงทั้งหมด (ART-FTIR) และใช้ X-ray spectroscopy (EDS) เพื่อตรวจสอบการกระจายของอนุภาค TiO₂ บนผิวของเยื่อเลือกผ่าน

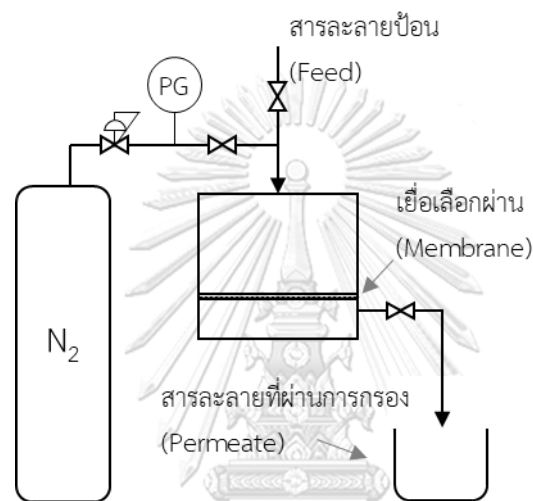
3.5 การทดสอบประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่าน

การวัดประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่านจะศึกษา 2 ตัวแปร คือความสามารถในการกักกันเกลือ (Salt rejection) และความสามารถในการซึมผ่าน (Permeability) โดยใช้ชุดการทดลองชนิด Dead-end filtration

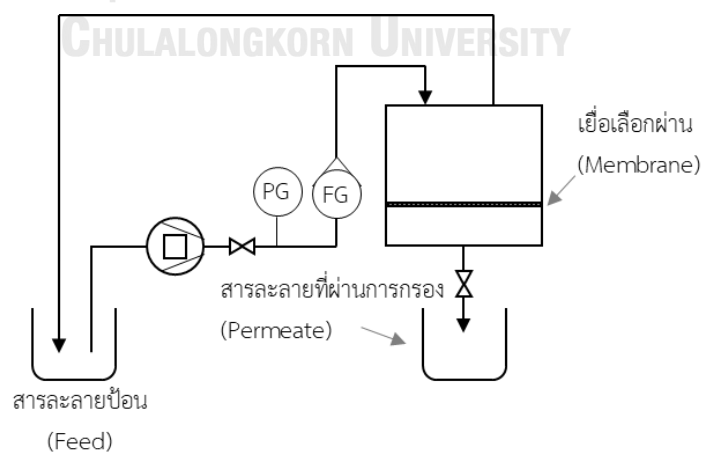
การวัดความสามารถในการซึมผ่าน หรือ Permeability ของเยื่อเลือกผ่านฟิล์มบางที่เตรียมได้ จะทดสอบโดยการใช้สารละลายน้ำเกลือเข้มข้น 2000 ppm เป็นสารละลายป้อนผ่านชุดการทดลอง Dead-end filtration module ที่ความดัน 5 บาร์โดยการอัดด้วย N₂ จากนั้นวัดปริมาณของเหลวที่ซึมผ่านในระยะเวลา 60 นาที และคำนวณ Permeability โดยใช้สมการที่ 2.1 ตามลำดับ จากนั้นทำการวัดความเข้มข้นของสารละลายที่กรองได้เพื่อคำนวณหาความสามารถในการกักกันเกลือ โดยใช้สมการที่ 2.2

3.6 การศึกษาความต้านทานการเกิดฟาวลิงบนเยื่อเลือกผ่าน

การทดสอบการต้านทานการเกิดฟาวลิง (Anti-fouling) จะทำโดยใช้น้ำ DI ที่เติมสารสร้างความสกปรก Sodium Alginate (SA) ในปริมาณ 1000 ppm เป็นสารละลายป้อนผ่านกรรงแบบ Cross Flow Module ด้วยแรงดัน 5 Bar นาน 4 ชั่วโมง และวัดค่าการซึมผ่านโดยเปรียบเทียบเยื่อเลือกผ่านใหม่และเยื่อเลือกผ่านที่ใช้แล้วหลังผ่านการทำความสะอาดด้วยน้ำ DI เพื่อคำนวณอัตราส่วนการฟื้นตัว (RFR) ตามสมการที่ 2.4



ภาพที่ 3.1 แผนภาพชุดการทดลอง Dead-end Module



ภาพที่ 3.2 แผนภาพชุดการทดลอง Cross Flow Module

บทที่ 4

ผลและการวิเคราะห์ผลการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาเพื่อหาสัดส่วนที่เหมาะสมในการเตรียมเยื่อเลือกผ่านประเภทฟิล์มบางนาโนคอมโพสิตของไทเทเนียมออกไซด์และโพลีเอมีน ที่มีคุณสมบัติด้านการเกิดฟาวลิง โดยทำการศึกษาปรับสัดส่วนสารเติมแต่งที่เติมในสารละลาย MPD ในขั้นตอนการสร้างฟิล์มโพลีเอไมด์ สำหรับในบทนี้จะกล่าวถึงผลการทดสอบประสิทธิภาพเยื่อเลือกผ่านที่เตรียมจากการออกแบบการทดลองทั้ง 15 ลำดับการทดลอง และนำผลการทดสอบดังกล่าวมาวิเคราะห์หาค่าสัดส่วนการเติมส่วนเติมแต่งทั้ง 3 ชนิดที่เหมาะสมด้วยวิธีการทางสถิติ ซึ่งจะมีการกล่าวถึงผลการทวนสอบความเหมาะสมของข้อมูลก่อนนำไปวิเคราะห์ความแปรปรวน เพื่อสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ ในการนำไปใช้ในการวิเคราะห์พื้นผิวตอบสนองในแต่ละตัวแปรตอบสนองอันได้แก่ ค่าการซึมผ่าน ค่าการกักกันเกลือ และค่าการกู้คืนฟลักซ์ รวมไปถึงอิทธิพลของแต่ละตัวแปรปัจจัยที่แตกต่างกันจากการเตรียมในแต่ละลำดับการทดลอง และสรุปผลการวิเคราะห์ค่าสัดส่วนที่เหมาะสมของแต่ละตัวแปรปัจจัย

4.1 ผลการทดสอบประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่าน

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมเยื่อเลือกผ่านชนิดฟิล์มบางนาโนคอมโพสิตที่มีการเติมสารเติมแต่งในสารละลาย MPD ได้แก่ สารละลายคอลลอยด์ TiO_2 , SDS, และ TEA ในปริมาณที่แตกต่างกัน และนำเยื่อเลือกผ่านที่เตรียมได้ทำการทดสอบประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่าน ตามลำดับการทดลองที่ได้จากการออกแบบด้วย Box-Behnken Design โดยผลการทดสอบประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่านที่เตรียมได้แสดงดังตารางที่ 4.1 เปรียบเทียบกับประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่านฟิล์มบางคอมโพสิตที่ไม่มีการเติม TiO_2 และเยื่อเลือกผ่านทางการค้า NF270 (จาก DOW FILMTEC™)

จากผลการทดลองจะเห็นได้ว่าเยื่อเลือกผ่านฟิล์มบางคอมโพสิตที่เตรียมได้ในบางลำดับการทดลองมีประสิทธิภาพที่สูงกว่าเยื่อเลือกผ่านที่ไม่ได้ปรับปรุงด้วย TiO_2 และเยื่อเลือกผ่านทางการค้า แสดงให้เห็นถึงว่าการปรับสัดส่วนสภาวะในขั้นตอนทางการเตรียมฟิล์มบางที่เหมาะสมนั้น สามารถใช้ในการปรับคุณสมบัติของเยื่อเลือกผ่านได้ ทั้งนี้ผลการทดสอบความสามารถในการแยกสารของเยื่อเลือกผ่านที่ได้ในตารางที่ 4.1 ถูกนำมาวิเคราะห์เพื่อสร้างสมการในการทำนายความสามารถในการแยกในเทอมของ ค่าการซึมผ่าน (Permeability), ค่าการกักกันเกลือ NaCl (Salt Rejection), และค่าการกู้คืนฟลักซ์ (Flux Recovery) จากตัวแปรปัจจัยในการเตรียมฟิล์มบาง และนำมาพิจารณาหาสภาวะการเตรียมที่เหมาะสมที่สุดโดยใช้วิธีการของพื้นผิวการตอบสนองผ่านซอฟต์แวร์ทางสถิติ Minitab® ซึ่งจะนำเสนอผลการวิเคราะห์ในหัวข้อถัดไป

ตารางที่ 4.1 ผลการทดสอบประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่านที่เตรียมได้จากแต่ละลำดับการทดลอง

ลำดับ การ ทดลอง	ตัวแปรปัจจัย			ตัวแปรตอบสนอง		
	คอลลอยด์ ของ TiO ₂ (% โดยมวล)	SDS (% โดยมวล)	TEA (% โดยมวล)	การซึมผ่าน (Lm ⁻² h ⁻¹ bar ⁻¹)	การกักกัน NaCl (%)	การกู้คืน ฟลักซ์ (%)
1	10	0.3	1	1.06	70.50	47.83
2	30	0.1	1	0.53	76.66	50.50
3	20	0.3	0	2.46	60.29	65.00
4	20	0.2	1	1.64	64.85	96.43
5	10	0.2	0	1.53	25.73	77.19
6	30	0.3	1	2.38	48.19	85.86
7	10	0.1	1	1.55	43.54	86.35
8	20	0.1	2	2.94	80.05	80.72
9	30	0.2	0	0.99	31.96	76.19
10	20	0.2	1	1.84	76.85	94.80
11	30	0.2	2	1.61	34.59	89.29
12	20	0.2	1	1.94	75.73	96.53
13	10	0.2	2	1.76	37.79	89.29
14	20	0.3	2	1.89	50.36	96.00
15	20	0.1	0	1.04	47.97	91.74
เยื่อเลือกผ่านฟิล์มบาง PA ที่ไม่มีการเติม TiO ₂				2.14	70.37	68.01
เยื่อเลือกผ่านทางการค้า NF270				2.46	71.44	82.54

4.2 การวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยระเบียบวิธีทางสถิติ

ผลการทดสอบประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่านถูกนำมาวิเคราะห์ด้วยระเบียบวิธีการทางสถิติ เพื่อนำไปใช้ในการสร้างสมการทำนายประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่าน และหาสัดส่วนตัวแปรปัจจัยที่เหมาะสมในการเตรียมเยื่อเลือกผ่านต่อไป โดยขั้นตอนการวิเคราะห์ประกอบด้วย การทวนสอบความเหมาะสมของข้อมูลการสร้างแบบจำลองความสัมพันธ์ การวิเคราะห์ความแปรปรวนเพื่อเปรียบเทียบนัยสำคัญของอิทธิพลของแต่ละตัวแปรต่อค่าตอบสนอง เพื่อปรับปรุงแบบจำลองสมการทำนายให้เหมาะสมมากยิ่งขึ้น

4.2.1 การทดสอบความเหมาะสมของข้อมูล

เนื่องจากการวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติและการสร้างแบบจำลองนั้นมีเงื่อนไขเบื้องต้นที่ข้อมูลจะต้องมีการกระจายตัวแบบสุ่ม (Random) มีการแจกแจงข้อมูลแบบปกติ (Normal Distribution) และความผันแปรในกลุ่มย่อยมีค่าใกล้เคียงกัน (Equal Variances) โดยจากการพิจารณาผลการทดสอบประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่านพบว่า

1) ข้อมูลมีการกระจายตัวแบบสุ่ม

จากภาพที่ 4.1 (ก-ค) พบลักษณะการกระจายของค่าส่วนเหลือมีพิสัยแบบสุ่มไม่สามารถคาดเดารูปแบบ แสดงให้เห็นว่าในการทดสอบประสิทธิภาพของทั้ง 3 ตัวแปรตอบสนองมีการทดลองอย่างสุ่ม ข้อมูลเป็นไปตามสมมติฐานหรือข้อตกลง (Assumption) ที่วางไว้ตามการวิเคราะห์การถดถอยเชิงเส้น ข้อมูลนี้จึงมีความเหมาะสมที่จะนำไปใช้ได้

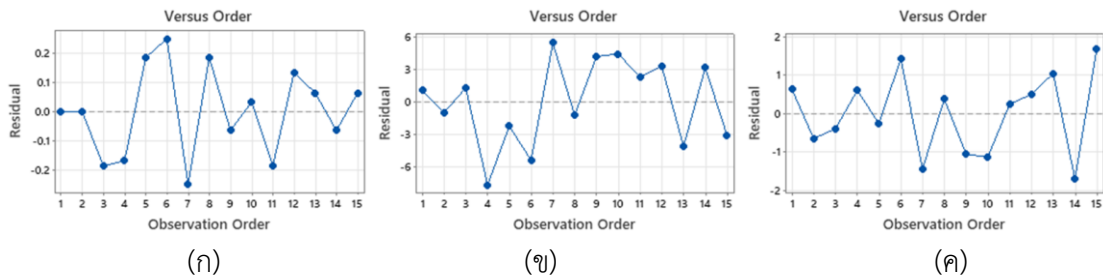
2) ข้อมูลมีการแจกแจงแบบปกติ

เมื่อพิจารณาแผนภาพการทดสอบความน่าจะเป็นของการแจกแจงแบบปกติ (Normal Probability Plot) ของค่าส่วนเหลือจากภาพที่ 4.2 (ก-ค) พบว่าการกระจายตัวของข้อมูลมีการเรียงตัวใกล้เคียงกับเส้นตรง ซึ่งแสดงว่าข้อมูลจากการทดสอบความสามารถในการแยกของเยื่อเลือกผ่านของทั้ง 3 ตัวแปรตอบสนองค่อนข้างมีการแจกแจงแบบปกติ

3) ความผันแปรมีค่าไม่แตกต่างกัน

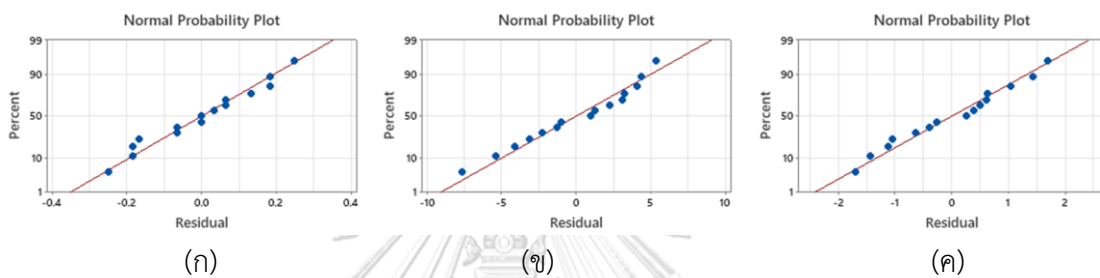
เมื่อพิจารณาจากแผนภาพการกระจายของค่าพยากรณ์ (Fitted value) กับค่าส่วนเหลือ (Residual) จากภาพที่ 4.3 (ก-ค) พบว่ามีการกระจายตัวของค่าส่วนเหลืออย่างสม่ำเสมอทั้งทางบวกและลบที่ใกล้เคียงกัน ซึ่งแสดงว่าข้อมูลจากการทดสอบประสิทธิภาพของทั้ง 3 ตัวแปรนั้น ภายในแต่ละชุดข้อมูลมีความผันแปรที่ใกล้เคียงกัน

ดังนั้น จากการพิจารณาข้างต้นพบว่าข้อมูลที่ได้มีการกระจายตัวอย่างสุ่ม ภายใต้การแจกแจงแบบปกติ และมีความผันแปรที่ใกล้เคียงกัน ตรงตามเงื่อนไขเบื้องต้นจึงสามารถนำไปวิเคราะห์ผลต่อไปได้

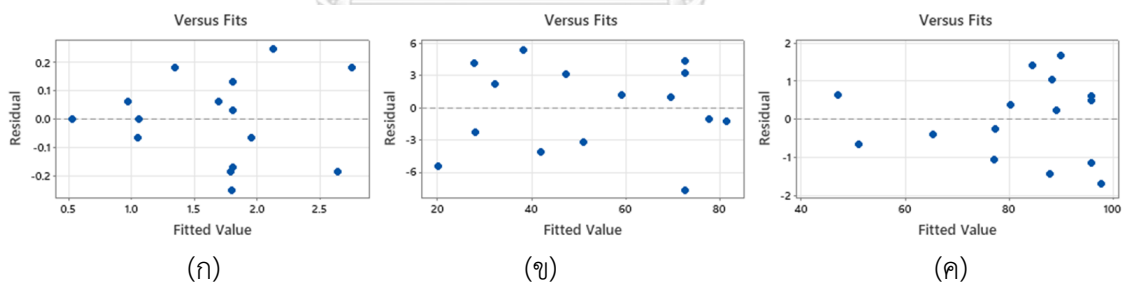


ภาพที่ 4.1 แผนภูมิการกระจายของค่าส่วนเหลือ (Residual) กับลำดับการทดลอง

ก) ค่าการซึมผ่าน ข) ค่าการกักกันเกลือ NaCl และ ค) ค่าการกักน้ำฟลักซ์



ภาพที่ 4.2 แผนภูมิการทดสอบความน่าจะเป็นของการแจกแจงแบบปกติ (Normal Probability Plot) ของค่าส่วนเหลือ: ก) ค่าการซึมผ่าน ข) ค่าการกักกันเกลือ NaCl และ ค) ค่าการกักน้ำฟลักซ์



ภาพที่ 4.3 แผนภูมิ ของค่าพยากรณ์ (Fitted value) กับค่าส่วนเหลือ (Residual)

สำหรับการทดลอง ก) ค่าการซึมผ่าน ข) ค่าการกักกันเกลือ NaCl และ ค) ค่าการกักน้ำฟลักซ์

4.2.2 แบบจำลองความสัมพันธ์ของตัวแปรปัจจัยและตัวแปรตอบสนอง

จากผลการทดสอบประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่านซึ่งเป็นตัวแปรตอบสนองในตารางที่ 4.1 เมื่อนำมาวิเคราะห์เพื่อค้นหาแบบจำลองที่เหมาะสมกับตัวแปรปัจจัยและตัวแปรตอบสนองผ่านซอฟต์แวร์ทางสถิติ Minitab® โดยใช้ฟังก์ชันวิธีการออกแบบพื้นผิวตอบสนอง จะได้สมการที่ 4.1 – 4.3 ซึ่งเป็นสมการอธิบายอิทธิพลของตัวแปรตอบสนองที่ทำการศึกษาคือ ค่าการซึมผ่าน ค่าการกักกัน

เกลือ NaCl และค่าการกักคือฟังก์ชันตามลำดับ ซึ่งประกอบด้วยพจน์ของค่าคงที่ ค่าตัวแปรเชิงเส้นที่แสดงถึงอิทธิพลของแต่ละตัวแปรปัจจัย และค่าตัวแปรพหุนามกำลังสองที่แสดงถึงอิทธิพลร่วมของแต่ละตัวแปรปัจจัย คือ ปริมาณสารละลายคอลลอยด์ของ TiO_2 (% TiO_2 Colloid), ปริมาณ SDS (% SDS) และปริมาณ TEA (% TEA)

$$\begin{aligned} \text{ค่าการซึมผ่าน} &= 0.97 + 0.08 (\% \text{TiO}_2 \text{ Colloid}) - 7.02 (\% \text{SDS}) + 0.94 (\% \text{TEA}) & (4.1) \\ &- 0.005 (\% \text{TiO}_2 \text{ Colloid} * \% \text{TiO}_2 \text{ Colloid}) + 9.2 (\% \text{SDS} * \% \text{SDS}) \\ &+ 0.184 (\% \text{TEA} * \% \text{TEA}) + 0.585 (\% \text{TiO}_2 \text{ Colloid} * \% \text{SDS}) \\ &+ 0.0098 (\% \text{TiO}_2 \text{ Colloid} * \% \text{TEA}) - 6.17 (\% \text{SDS} * \% \text{TEA}) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{ค่าการกักกัน NaCl} &= -128.8 + 14.07 (\% \text{TiO}_2 \text{ Colloid}) + 362 (\% \text{SDS}) + 62.0 (\% \text{TEA}) & (4.2) \\ &- 0.2411 (\% \text{TiO}_2 \text{ Colloid} * \% \text{TiO}_2 \text{ Colloid}) + 304 (\% \text{SDS} * \% \text{SDS}) \\ &- 15.84 (\% \text{TEA} * \% \text{TEA}) - 22.18 (\% \text{TiO}_2 \text{ Colloid} * \% \text{SDS}) \\ &- 0.236 (\% \text{TiO}_2 \text{ Colloid} * \% \text{TEA}) - 105.0 (\% \text{SDS} * \% \text{TEA}) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{ค่าการกักคืนฟลักซ์} &= 77.29 + 2.028 (\% \text{TiO}_2 \text{ Colloid}) + 65.4 (\% \text{SDS}) - 18.67 (\% \text{TEA}) & (4.3) \\ &- 0.14 (\% \text{TiO}_2 \text{ Colloid} * \% \text{TiO}_2 \text{ Colloid}) - 1395.5 (\% \text{SDS} * \% \text{SDS}) \\ &+ 1.401 (\% \text{TEA} * \% \text{TEA}) + 18.472 (\% \text{TiO}_2 \text{ Colloid} * \% \text{SDS}) \\ &+ 0.0251 (\% \text{TiO}_2 \text{ Colloid} * \% \text{TEA}) + 105.04 (\% \text{SDS} * \% \text{TEA}) \end{aligned}$$

4.2.3 การวิเคราะห์ความแปรปรวนและนัยสำคัญของตัวแปรปัจจัย

เพื่อพิจารณานัยสำคัญของอิทธิพลของแต่ละตัวแปรปัจจัยที่ส่งผลต่อตัวแปรตอบสนอง ผลการวิเคราะห์ความแปรปรวนแต่ละตัวแปรปัจจัย ที่ส่งผลต่อตัวแปรตอบสนอง แสดงดังตารางที่ 4.2 และแผนภูมิพาเรโตของอิทธิพลมาตรฐานแสดงดังภาพที่ 4.4 (ก-ค)

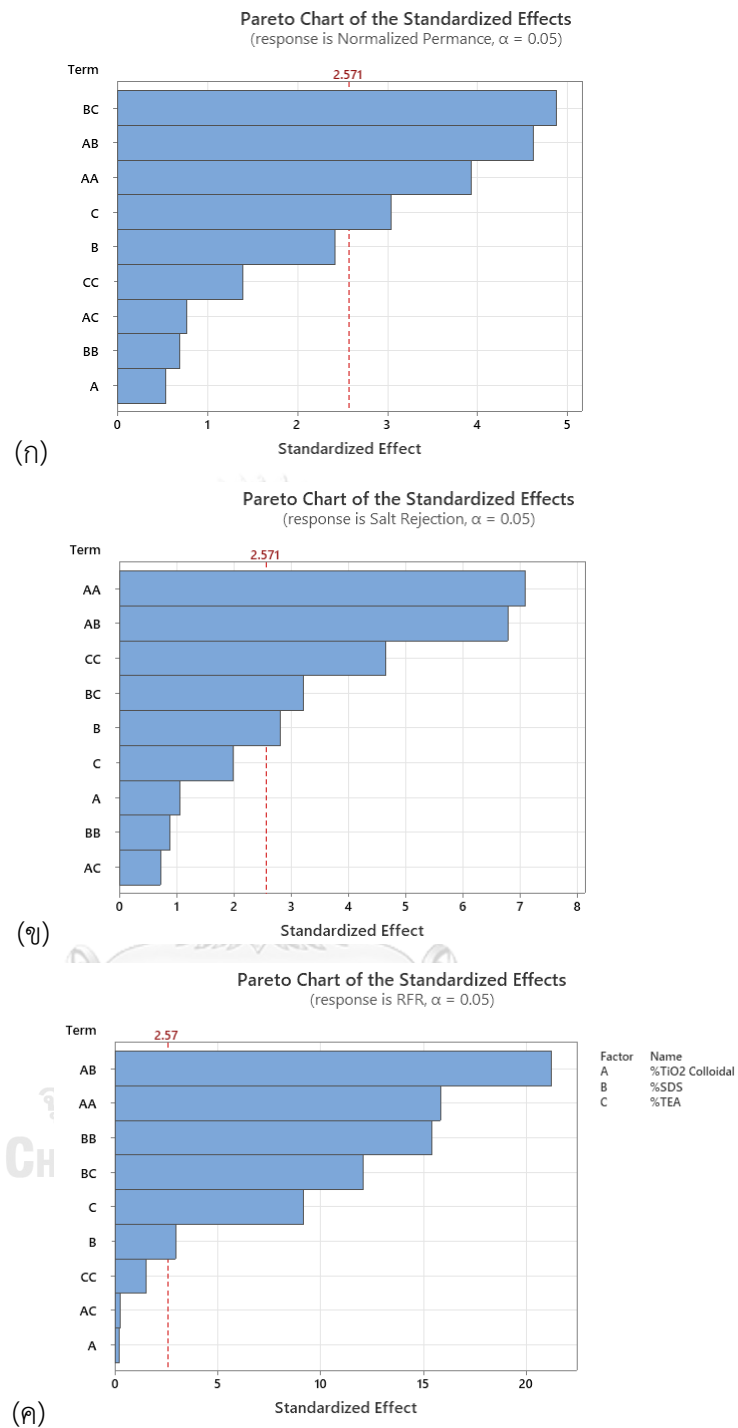
โดยจะสังเกตได้ว่าตัวแปรปัจจัยที่มีผลต่อค่าการซึมผ่าน ซึ่งมีค่า P-value น้อยกว่าระดับนัยสำคัญ 0.05 แบ่งออกได้เป็นอิทธิพลร่วม 2 ปัจจัยของปริมาณ SDS กับ TEA และปริมาณคอลลอยด์ TiO_2 กับ SDS พจน์กำลัง 2 ของปริมาณคอลลอยด์ TiO_2 และพจน์เชิงเส้นของปริมาณ TEA

ตารางที่ 4.2 ค่า F-value และ P-value ของตัวแปรปัจจัยจากการวิเคราะห์ความแปรปรวนของการทดลอง

ตัวแปรปัจจัย	ตัวแปรตอบสนอง					
	ค่าการซึมผ่าน ($\text{Lm}^{-2}\text{hr}^{-1}\text{bar}^{-1}$)		ค่าการกักกัน NaCl (%)		การกักคืนฟลักซ์ (%)	
	F-value	P-value	F-value	P-value	F-value	P-value
Linear	5.13	0.055	4.34	0.074	31.00	0.001
A: %TiO ₂ Colloid	0.29	0.611	1.10	0.341	0.06	0.821
B: %SDS	5.83	0.060	7.94	0.037	8.82	0.031
C: %TEA	9.25	0.029	3.96	0.103	84.13	0.000
Square	6.38	0.037	23.36	0.002	155.66	0.000
AA: %TiO ₂ Colloid*%TiO ₂ Colloid	15.46	0.011	50.11	0.001	250.18	0.000
BB: %SDS*%SDS	0.48	0.518	0.79	0.414	237.19	0.000
CC: %TEA*%TEA	1.95	0.221	21.63	0.006	2.39	0.183
2-Way Interaction	15.22	0.006	18.92	0.004	198.63	0.000
AB: %TiO ₂ Colloid*%SDS	21.31	0.006	45.93	0.001	450.23	0.000
AC: %TiO ₂ Colloid*%TEA	0.59	0.476	0.52	0.504	0.08	0.785
BC: %SDS*%TEA	23.76	0.005	10.30	0.024	145.59	0.000

ในส่วนของตัวแปรปัจจัยที่มีผลต่อค่าการกักกัน NaCl ซึ่งมีค่า P-value น้อยกว่าระดับนัยสำคัญ 0.05 แบ่งออกได้เป็นอิทธิพลร่วม 2 ปัจจัยของปริมาณ SDS กับ TEA และปริมาณคอลลอยด์ TiO₂ กับ SDS พจน์กำลัง 2 ของปริมาณคอลลอยด์ TiO₂ และปริมาณ TEA และพจน์เชิงเส้นของปริมาณ SDS

และตัวแปรปัจจัยที่มีผลต่อค่าการกักคืนฟลักซ์ ซึ่งมีค่า P-value น้อยกว่าระดับนัยสำคัญ 0.05 แบ่งออกได้เป็นอิทธิพลร่วม 2 ปัจจัยของปริมาณ SDS กับ TEA และปริมาณคอลลอยด์ TiO₂ กับ SDS พจน์กำลัง 2 ของปริมาณคอลลอยด์ TiO₂ และปริมาณ SDS และพจน์เชิงเส้นของปริมาณ SDS และปริมาณ TEA



ภาพที่ 4.4 แผนภูมิพารेटอของอิทธิพลมาตรฐานของตัวแปรตอบสนองของ
ก) ค่าการซึมผ่าน ข) ค่าการกักกันเกลือ NaCl และ ค) ค่าการกักคืนฟลักซ์

4.2.4 แบบจำลองความสัมพันธ์ของตัวแปรปัจจัยและตัวแปรตอบสนองหลังการปรับปรุง

จากผลการพิจารณานัยสำคัญของอิทธิพลร่วมของแต่ละตัวแปรปัจจัยที่ส่งผลต่อตัวแปรตอบสนอง จะพบว่าในบางตัวแปรปัจจัยที่มีค่า P-value น้อยกว่าระดับนัยสำคัญ 0.05 กล่าวคือไม่ส่งผลให้ตัวแปรตอบสนองมีค่าแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับนัยสำคัญ จึงสามารถตัดออกจากแบบจำลองความสัมพันธ์ของตัวแปรปัจจัยและตัวแปรตอบสนองนั้นๆ ได้ โดยแบบจำลองความสัมพันธ์หลังการปรับปรุงตัดพจน์ที่ไม่มีนัยสำคัญออกแล้ว แสดงได้ดังสมการที่ 4.4 - 4.6 และผลการวิเคราะห์ค่า R^2 , R^2_{adj} และค่า P-value ของ Lack of Fit แสดงดังตารางที่ 4.3

$$\begin{aligned} \text{ค่าการซึมผ่าน} &= 0.308 + 0.0935 (\%TiO_2 \text{ Colloid}) - 3.36 (\%SDS) \\ &+ 1.508 (\%TEA) - 0.00538 (\%TiO_2 \text{ Colloid} * \%TiO_2 \text{ Colloid}) \\ &+ 0.585 (\%TiO_2 \text{ Colloid} * \%SDS) - 6.17 (\%SDS * \%TEA) \end{aligned} \quad (4.4)$$

$$\begin{aligned} \text{ค่าการกักกัน NaCl} &= -135.6 + 13.93 (\%TiO_2 \text{ Colloid}) + 483.5 (\%SDS) \\ &+ 57.77 (\%TEA) - 0.2435 (\%TiO_2 \text{ Colloid} * \%TiO_2 \text{ Colloid}) \\ &- 16.08 (\%TEA * \%TEA) - 22.18 (\%TiO_2 \text{ Colloid} * \%SDS) \\ &- 105.0 (\%SDS * \%TEA) \end{aligned} \quad (4.5)$$

$$\begin{aligned} \text{ค่าการกักน้ำฟลักซ์} &= 75.38 + 2.096 (\%TiO_2 \text{ Colloid}) + 69.8 (\%SDS) - 15.36 (\%TEA) \\ &- 0.14440 (\%TiO_2 \text{ Colloid} * \%TiO_2 \text{ Colloid}) \\ &- 1406.3 (\%SDS * \%SDS) + 18.472 (\%TiO_2 \text{ Colloid} * \%SDS) \\ &+ 105.04 (\%SDS * \%TEA) \end{aligned} \quad (4.6)$$

เมื่อพิจารณาค่า R^2 ของแต่ละชุดข้อมูลของแต่ละตัวแปรตอบสนอง ซึ่งแสดงในตารางที่ 4.3 พบว่าทุกตัวแปรตอบสนองให้ค่า R^2 ที่มากกว่า 80% นั้นแสดงว่าตัวแปรตอบสนองทั้ง 3 ตัวแปรสามารถอธิบายความแตกต่างได้ด้วยตัวแปรปัจจัยที่เลือกทำการศึกษา และเมื่อพิจารณาค่า R^2_{adj} ของแต่ละแบบจำลองตัวแปรตอบสนองนั้นมีค่าใกล้เคียงกับค่า R^2 แสดงให้เห็นว่าจำนวนข้อมูลมีมากเพียงพอที่จะใช้ในการวิเคราะห์ข้อมูล และเมื่อพิจารณาค่า Lack of Fit พบว่ามีค่า P-value มากกว่าระดับนัยสำคัญ 0.05 ซึ่งแสดงว่ารูปแบบจำลองความสัมพันธ์ตามสมการที่ 4.4 - 4.6 นี้มีความเหมาะสมกับชุดข้อมูลการทดลองข้างต้น

สมการแบบจำลองความสัมพันธ์ตามสมการที่ 4.4 - 4.6 ถูกนำไปใช้ในการพิจารณาหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเยื่อเลือกผ่านด้วยวิธีการพื้นผิวตอบสนองซึ่งจะกล่าวในหัวข้อถัดไป

ตารางที่ 4.3 ค่า R^2 , R^2_{adj} และระดับค่านัยสำคัญ Lack of Fit ของแบบจำลองความสัมพันธ์ตัวแปรตอบสนอง

ตัวแปรตอบสนอง	R^2	R^2_{adj}	Lack of Fit	
			F-value	P-value
ค่าการซึมผ่าน ($Lm^{-2}hr^{-1}bar^{-1}$)	90.73	83.76	3.29	0.252
ค่าการกักกัน NaCl (%)	95.64	91.28	0.83	0.625
ค่าการกักน้ำ (%)	99.36	98.71	4.40	0.195

4.3 การหาสภาวะที่เหมาะสมด้วยวิธีการพื้นผิวตอบสนอง

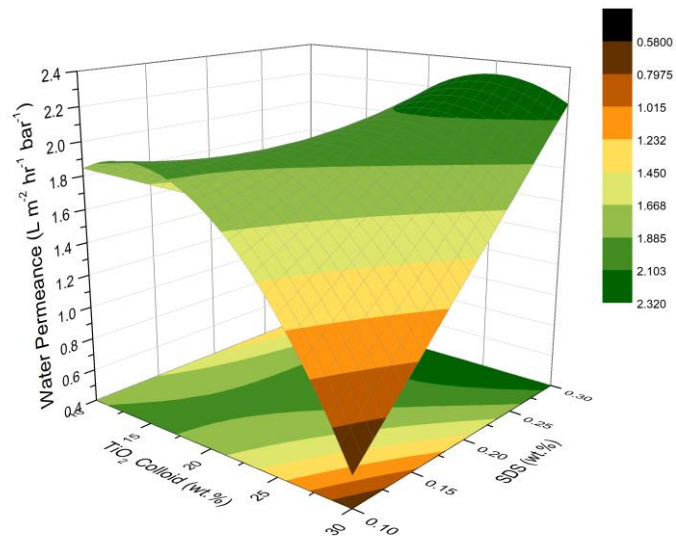
4.3.1 ความสามารถในการซึมผ่าน

จากสมการแบบจำลองตามสมการที่ 4.4 ค่าการซึมผ่าน สามารถนำมาสร้างแผนภูมิพื้นผิวตอบสนอง 3 มิติได้ดังภาพที่ 4.5 – 4.7 ซึ่งจากแผนภูมิพื้นผิวตอบสนองจะสังเกตได้ว่าเมื่อพิจารณาจากความสัมพันธ์ของตัวแปรปัจจัยแต่ละตัวแปรที่ส่งผลต่อตัวแปรตอบสนองค่าการซึมผ่านนั้น จะพบว่าในบริเวณพื้นที่สีเขียวเข้มซึ่งแสดงถึงช่วงของตัวแปรปัจจัยที่ส่งผลให้ได้ค่าการซึมผ่านที่สูงที่สุด โดยจากการประมาณค่าพื้นที่สีเขียวเข้มของแต่ละปัจจัย จะพบว่าช่วงค่าที่เหมาะสมที่จะสามารถเตรียมเยื่อเลือกผ่านที่ให้ค่าการซึมผ่านสูงที่สุด คือ การเติมสารละลายคอลลอยด์ของ TiO_2 ในปริมาณ 15 – 25 % โดยมวล, SDS 0.2 - 0.3 % โดยมวล และ TEA 1.5 - 2.0 % โดยมวล

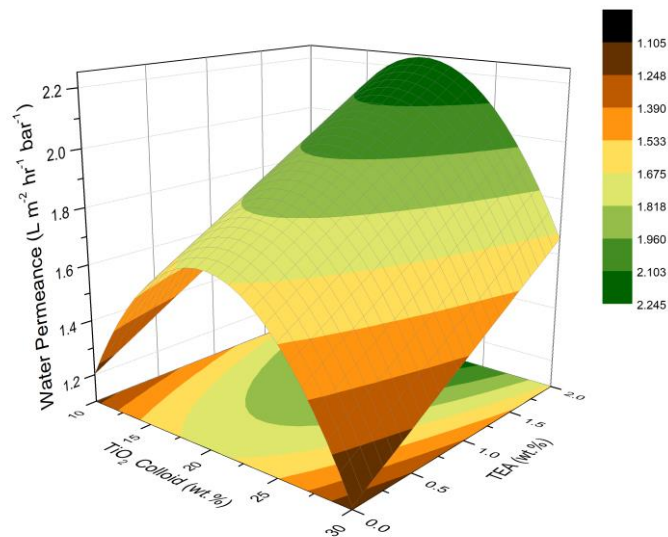
โดยปกติแล้วเยื่อเลือกผ่านที่มีคุณสมบัติทางพื้นผิวที่มีความขรุขระหรือหยาบ และบาง จะให้ค่าการซึมผ่านที่สูงกว่าเยื่อเลือกผ่านที่มีพื้นผิวเรียบและหนา [32] และเยื่อเลือกผ่านที่มีอัตราส่วนของโครงสร้างของฟิล์มบางแบบเชื่อมขวางที่น้อยกว่าเมื่อเทียบกับโครงสร้างแบบเส้นตรง และมีความชอบน้ำสูงก็จะให้ค่าการซึมผ่านที่สูงเช่นเดียวกัน [11]

เมื่อพิจารณาเยื่อเลือกผ่านในลำดับการทดลองที่ 2, 4 และ 8 ซึ่งเป็นเยื่อเลือกผ่านที่ทดสอบได้ค่าการซึมผ่านที่น้อยที่สุด ปานกลาง และมากที่สุด โดยทดสอบได้ค่าการซึมผ่านเท่ากับ 0.53, 1.64 และ 2.94 $Lm^{-2}hr^{-1}bar^{-1}$ ตามลำดับนั้น จากการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านด้วยเทคนิค SEM (แสดงดังภาพที่ 4.8) และค่าการทดสอบคุณสมบัติเฉพาะด้านดังปรากฏในตารางที่ 4.4 พบว่าพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านจากการทดลองทั้งสามมีลักษณะคล้ายกันคือ มีพื้นผิวขรุขระเป็นคลื่นคล้ายสัน

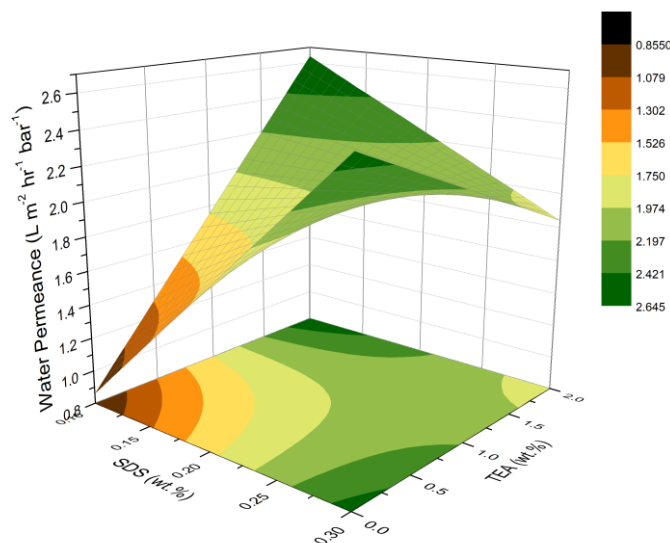
เขาและหุบเขาเตี้ยๆ (ridge-and-valley) อันเป็นลักษณะที่มักพบในเยื่อเลือกผ่านฟิล์มบางคอมโพสิต [11] พบว่าค่าการซึมผ่านน้ำแปรผันตรงกับค่าความชอบน้ำ และค่าสัดส่วน $-\text{COOH}/\text{C-N}$



ภาพที่ 4.5 แผนภูมิพื้นผิวตอบสนอง 3 มิติ แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการซึมผ่านกับตัวแปรปัจจัยปริมาณคอลลอยด์ TiO_2 และ SDS



ภาพที่ 4.6 แผนภูมิพื้นผิวตอบสนอง 3 มิติ แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการซึมผ่านกับตัวแปรปัจจัย ปริมาณ SDS และ TEA



ภาพที่ 4.7 แผนภูมิพื้นผิวดอบนอง 3 มิติ แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการซึมผ่านกับตัวแปรปัจจัย ปริมาณคอลลอยด์ TiO_2 และ TEA

ตารางที่ 4.4 ค่าการทดสอบคุณสมบัติเฉพาะของเยื่อเลือกผ่านลำดับการทดลองที่ 2, 4 และ 8

ลำดับการทดลอง	ตัวแปรปัจจัย			คุณสมบัติเฉพาะของเยื่อเลือกผ่าน		
	คอลลอยด์ของ TiO_2 (% โดยมวล)	SDS (% โดยมวล)	TEA (% โดยมวล)	การซึมผ่าน ($\text{Lm}^{-2}\text{h}^{-1}\text{bar}^{-1}$)	Contact Angle ($^\circ$)	COOH/CN Ratio
2	30	0.1	1	0.53	90.7	0.24
4	20	0.2	1	1.64	81.6	0.29
8	20	0.1	2	2.94	79.0	0.30

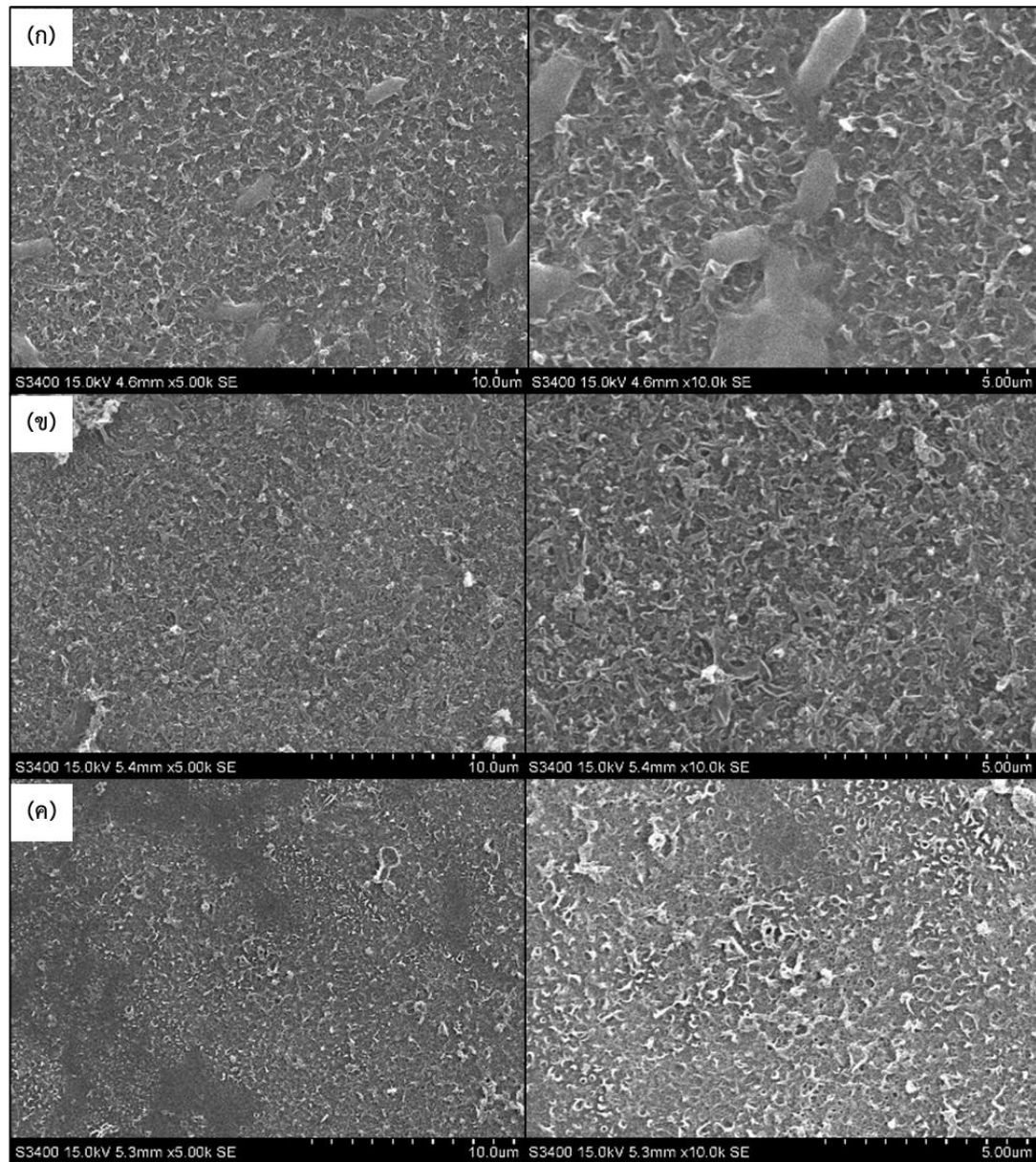
จากผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันในโครงสร้างของฟิล์ม PA ด้วยเทคนิค ATR-FTIR ดังแสดงในภาพที่ 4.9 โดยจะพบพีคที่บริเวณ 1540 cm^{-1} , 1610 cm^{-1} , และ 1660 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน C-N, Aromatic Ring Breathing, และ C=O ของกลุ่มเอไมด์ ตามลำดับ และพีคกว้างที่บริเวณ 3320 cm^{-1} แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน -COOH หมู่คาร์บอกซิลิกของชั้น PA เมื่อพิจารณาพีคของแต่ละลำดับการทดลองจะเห็นได้ว่ามีตำแหน่งของพีคในบริเวณเดียวกัน แต่มีความแตกต่างของสัดส่วนความเข้ม (Intensity) ของหมู่ฟังก์ชัน -COOH เทียบกับ C-N ที่แตกต่างกันดังแสดงในตารางที่ 4.4 ซึ่งการสังเคราะห์ฟิล์ม PA ด้วยปฏิกิริยา IP จากสารละลาย MPD และ TMC จะให้ฟิล์ม PA ที่มีส่วนประกอบของโครงสร้างทั้งแบบเชื่อมขวาง (มีหมู่ C-N มาก) และแบบเส้นตรง (มีหมู่ -COOH มาก) ดังแสดงในภาพที่ 4.10 ดังนั้นจึงสามารถใช้อัตราส่วน -COOH/CN เป็นค่าในการประมาณ

สัดส่วนโครงสร้างของฟิล์ม PA แบบเส้นตรงและแบบเชื่อมขวางทาง [19] นอกจากนี้หมู่ $-COOH$ ยังเป็นหมู่ที่มีความชอบน้ำสูงอีกด้วย โดยจากการทดลองพบว่าเยื่อเลือกผ่านในลำดับการทดลองที่ 2 มีค่าสัดส่วนหมู่ $COOH/C-N$ ต่ำกว่าเยื่อเลือกผ่านลำดับการทดลองที่ 4 และ 8 ซึ่งแสดงว่ามีลักษณะโครงสร้างแบบเส้นตรงน้อยที่สุดทำให้มีค่าการซึมผ่านของน้ำน้อยที่สุด ซึ่งมีความสอดคล้องกับงานวิจัยที่อ้างอิงข้างต้น

สำหรับผลกระทบจากองค์ประกอบการเติมสารเติมแต่งในชั้นฟิล์มบางที่แตกต่างกัน พบว่าในลำดับการทดลองที่ 2 มีการเติมสารละลายคอลลอยด์ของ TiO_2 ที่มากกว่าลำดับการทดลองที่ 4 และ 8 โดยการเติมสารละลายคอลลอยด์ของ TiO_2 ที่มากขึ้นเป็นการเพิ่มปริมาณเอทานอล ในสารละลายมอนอเมอร์ MPD ไปด้วย โดยเอทานอลจะช่วยขยายโชนผสมระหว่างวัฏภาคน้ำ และวัฏภาคอินทรีย์ ซึ่งส่งผลสนับสนุนการแพร่ของ MPD โมโนเมอร์ให้เกิดปฏิกิริยากับ TMC เป็น PA ได้ง่ายขึ้น การเกิดพื้นที่ในการเกิดปฏิกิริยาที่มากขึ้น ส่งผลให้ฟิล์มที่ได้มีความหนาเพิ่มขึ้น แสดงดังภาพที่ 4.11 โดย P. Kedchaikulrat และคณะ ได้เคยศึกษาผลกระทบจากการเติมเอทานอลลงในสารละลาย MPD พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณเอทานอลในสารละลาย MPD จะทำให้ฟิล์มบางที่ได้มีแนวโน้มที่เรียบมากขึ้น และมีลักษณะบวมหนา [11] ซึ่งลักษณะดังกล่าวจะเป็นอุปสรรคต่อการซึมผ่านของน้ำ

และเมื่อพิจารณาการทดลองที่ 8 ซึ่งมีค่าการซึมผ่านสูงสุด พบว่ามีการ TEA ในปริมาณมากที่สุด โดยจากการวิเคราะห์การกระจายตัวของ TiO_2 ด้วยเทคนิค SEM-EDS เมื่อเปรียบเทียบระหว่างเยื่อเลือกผ่านในลำดับการทดลองที่ 15, 10 และ 13 ซึ่งมีการเติม TEA ที่ 0, 1 และ 2 wt.% ตามลำดับนั้น พบว่าการเติม TEA ที่เพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ TiO_2 มีการกระจายตัวที่ดีกว่าการไม่เติม TEA ดังแสดงในภาพที่ 4.12 โดยหากไม่มีการเติม TEA ลงในสารละลายเอมีนโมโนเมอร์นั้นจะทำให้สารละลาย MPD ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา IP มี pH ต่ำกว่า 10 และไม่มีตัวรับกรด HCl ที่เกิดในระหว่างการทำปฏิกิริยาระหว่าง MPD และ TMC นอกจากนี้จากการวิเคราะห์ประจุบนพื้นผิวอนุภาค TiO_2 ที่ได้จากการเตรียมด้วยสารละลายคอลลอยด์ของ TiO_2 เพื่อพิจารณาการกระจายตัวของ TiO_2 โดยจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Zeta Potential นั้นพบว่าอนุภาคของ TiO_2 จะสามารถกระจายตัวได้ดีในช่วงสภาวะกรดหรือเบส ซึ่งจะมีค่า Zeta Potential เป็นบวก และลบ ตามลำดับ ซึ่งในกรณีของสารละลาย MPD ที่ไม่มีการเติม TEA นั้นจะมี pH อยู่ในช่วง 6-7 ซึ่งมีค่าใกล้เคียงศูนย์ ส่งผลกระทบให้เกิดการเกาะกลุ่มกันของอนุภาค TiO_2 (ค่าศักย์ Zeta ของสารละลายคอลลอยด์ TiO_2 แสดงในภาคผนวก ข) ซึ่งการเกาะกลุ่มกันของ TiO_2 จะส่งผลให้เกิดการขัดขวางการซึมผ่าน และจากการศึกษาของ B. Khorshidi และคณะ โดยการเติม TEA ที่ 0 - 2 wt.% ลงในสารละลาย MPD นั้น

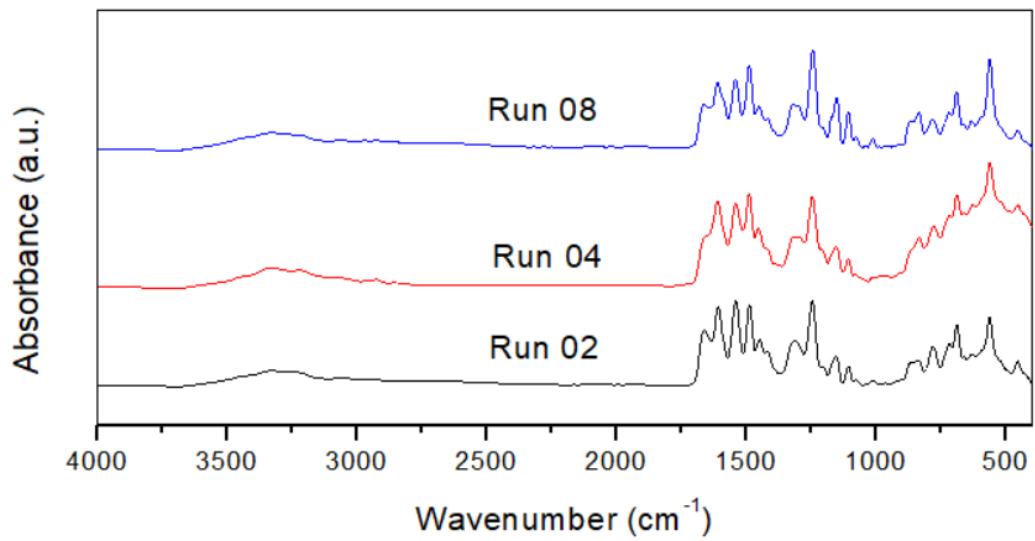
พบว่า การเติม TEA ในปริมาณที่มากขึ้นจะส่งผลช่วยให้เกิดฟิล์มที่มีความขรุขระ และให้ค่าการซึมผ่านที่มากขึ้น [19]



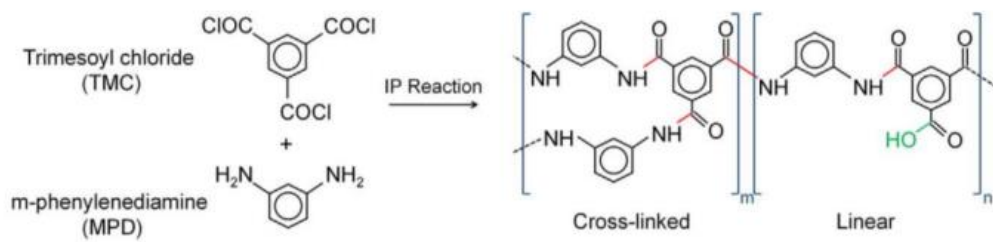
ภาพที่ 4.8 ภาพพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเยื่อเลือกผ่าน

(ก) ลำดับการทดลองที่ 2 (ข) ลำดับการทดลองที่ 4 และ (ค) ลำดับการทดลองที่ 8

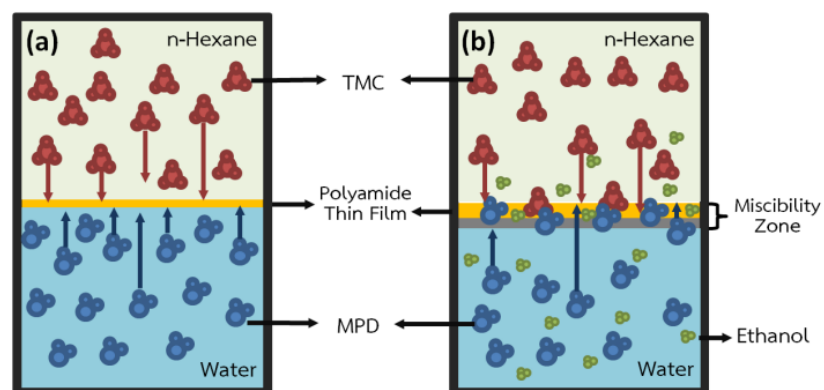
ที่กำลังขยาย 5,000 เท่า (ซ้าย) และ 10,000 เท่า (ขวา)



ภาพที่ 4.9 สเปกตรัม ATR-FTIR ของเยื่อเลือกผ่านจากการเตรียมในลำดับการทดลองที่ 2, 4 และ 8

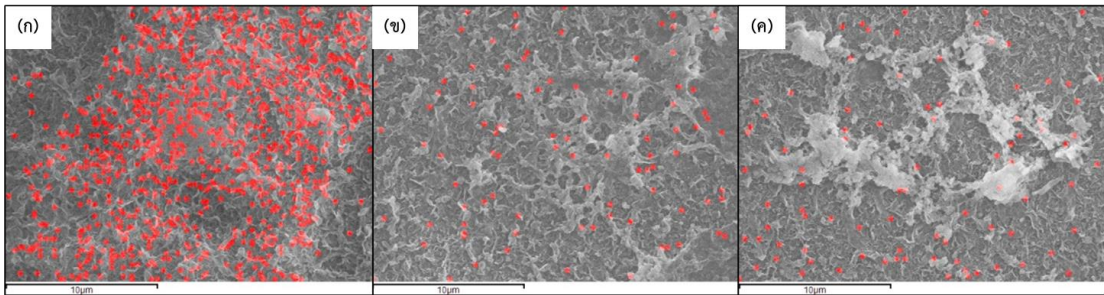


ภาพที่ 4.10 โครงสร้างฟิล์ม PA แบบเชื่อมขวาง และแบบเส้นตรง [19]



ภาพที่ 4.11 แผนภาพของการแพร่กระจายโมโนเมอร์สำหรับปฏิกิริยา IP

(a) ไม่มีเอทานอล (b) กับเอทานอล [11]

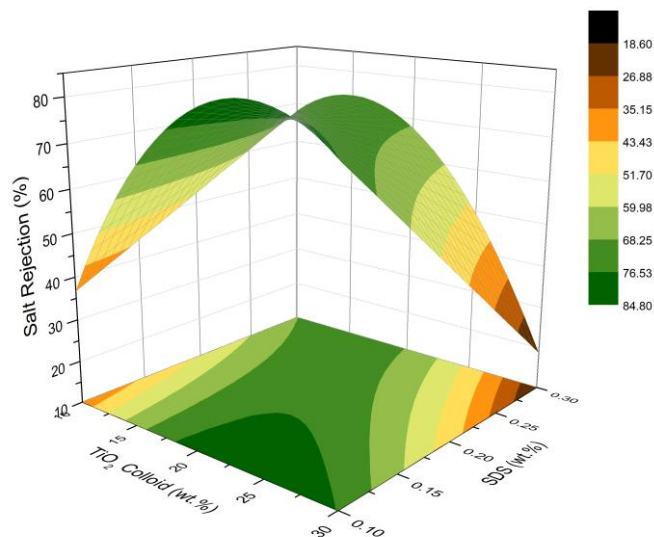


ภาพที่ 4.12 ภาพการกระจายตัวของธาตุ Ti บนผิวเยื่อเลือกผ่านที่มีการเติม TEA

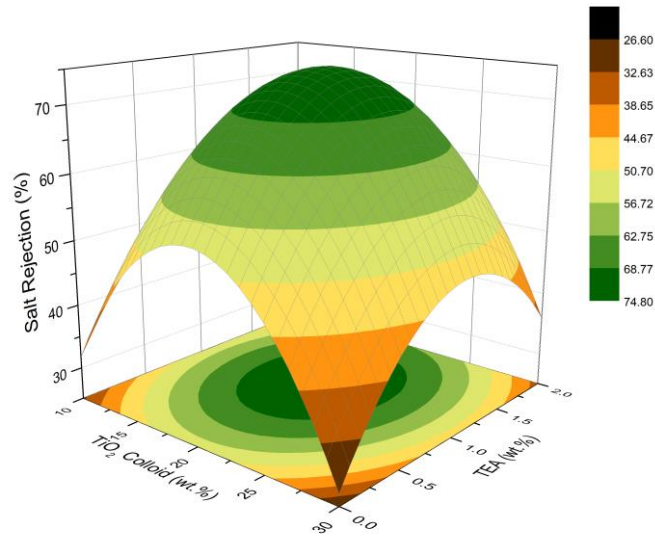
(ก) ลำดับการทดลองที่ 15 (0%) (ข) ลำดับการทดลองที่ 10 (1%) และ (ค) ลำดับการทดลองที่ 13 (2%)

4.3.2 ความสามารถในการกักกันเกลือ

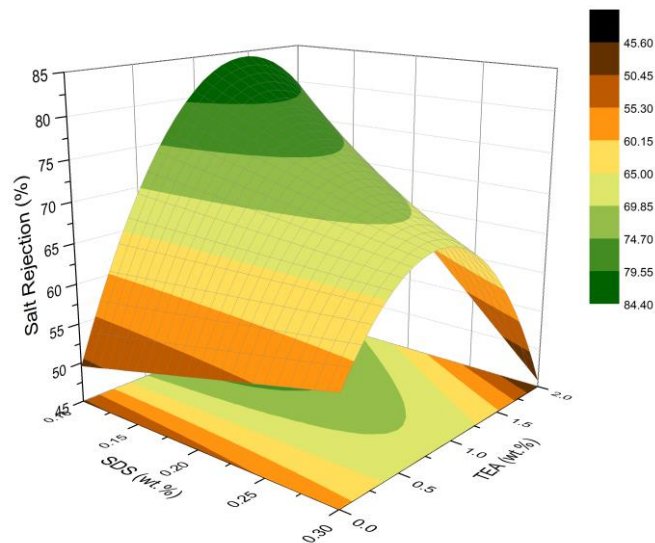
จากสมการแบบจำลองตามสมการที่ 4.5 ค่าการกักกันเกลือ สามารถนำมาสร้างแผนภูมิพื้นผิวตอบสนอง 3 มิติได้ดังภาพที่ 4.13 - 4.15 ซึ่งจากแผนภูมิพื้นผิวตอบสนองนั้นเมื่อประมาณค่าพื้นที่สีเขียวเข้มของแต่ละตัวปัจจัยจะพบว่าช่วงค่าที่เหมาะสมที่จะสามารถเตรียมเยื่อเลือกผ่านที่ให้ค่ากักกันเกลือสูงที่สุด คือ การเติมสารละลายคอลลอยด์ของ TiO_2 ในปริมาณ 17.5 - 22.5 % โดยมวล, SDS 0.1 - 0.2 % โดยมวล และ TEA 0.75 - 1.2 % โดยมวล



ภาพที่ 4.13 แผนภูมิพื้นผิวตอบสนอง 3 มิติ แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการกักกันเกลือกับตัวแปรปัจจัยปริมาณคอลลอยด์ TiO_2 และ SDS



ภาพที่ 4.14 แผนภูมิพื้นผิวตอบสนอง 3 มิติ แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการกักกันเกลือ กับตัวแปรปัจจัยปริมาณ SDS และ TEA



ภาพที่ 4.15 แผนภูมิพื้นผิวตอบสนอง 3 มิติ แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการกักกันเกลือ กับตัวแปรปัจจัยปริมาณคอลลอยด์ TiO_2 และ TEA

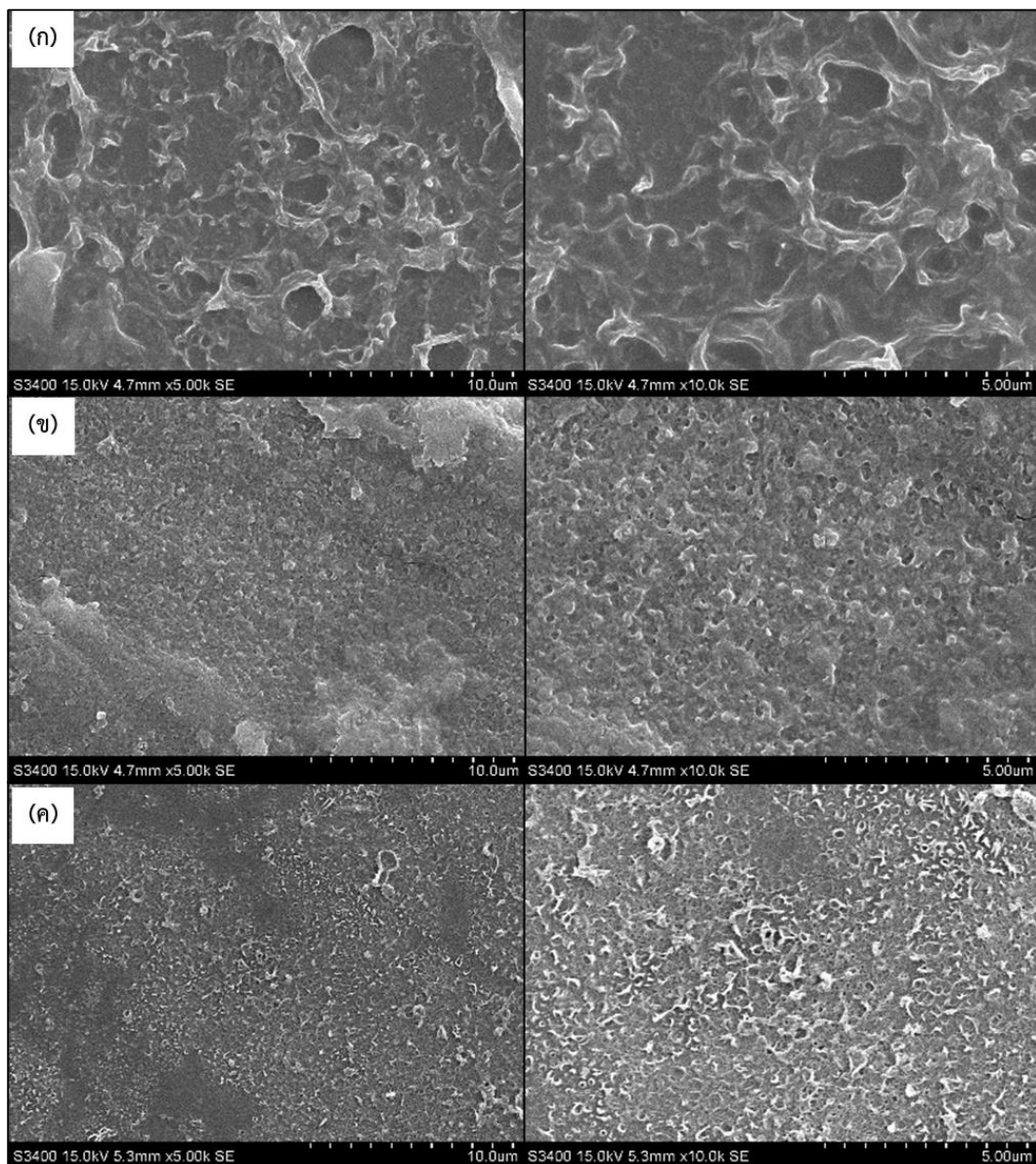
ซึ่งโดยปกติแล้วเยื่อเลือกผ่านที่มีคุณสมบัติทางพื้นผิวที่มีความเรียบ มีความหนา จะให้ค่าการกักกันเกลือที่สูงกว่าเยื่อเลือกผ่านมีพื้นผิวขรุขระและบาง และสำหรับลักษณะโครงสร้างของเยื่อเลือกผ่านที่มีอัตราส่วนของโครงสร้างของฟิล์มบางแบบเชื่อมขวางที่มากกว่าเมื่อเทียบกับโครงสร้างแบบเส้นตรง และมีความขบ้น้ำสูงก็จะให้ค่าการกักกันเกลือที่สูงเช่นเดียวกัน [1]

เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบเยื่อเลือกผ่านในลำดับการทดลองที่ 5, 15 และ 8 ซึ่งเป็นเยื่อเลือกผ่านที่ทดสอบได้ค่าการกักกันเกลือที่น้อยที่สุด ปานกลาง และมากที่สุด โดยทดสอบได้ค่าการกักกันเกลือเท่ากับ 25.73, 47.97 และ 80.5 % ตามลำดับ ซึ่งจากการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านด้วยเทคนิค SEM (ภาพที่ 4.15) และค่าการทดสอบคุณสมบัติเฉพาะในตารางที่ 4.5 พบว่าเยื่อเลือกผ่านในลำดับการทดลองที่ 5 มีลักษณะพื้นผิวฟิล์ม PA ที่หลวมและขรุขระมากที่สุด ซึ่งความไม่สมบูรณ์ของฟิล์มที่เกิดขึ้นอาจไปลดความสามารถในการกักกันเกลือของเยื่อเลือกผ่าน นอกจากนี้พบว่าความสามารถในการกักกันเกลือมีแนวโน้มแปรผันตามค่าความชอบน้ำ และแปรผกผันตามค่าสัดส่วนหมู่ฟังก์ชัน COOH/CN

จากการวิเคราะห์ ATR-FTIR พิจารณาอัตราส่วนหมู่ฟังก์ชัน -COOH เทียบกับ C-N จากสเปกตรัม พบว่ารูปแบบโครงสร้าง PA เช่นเดียวกับที่กล่าวในหัวข้อก่อนหน้า (สเปกตรัมของแต่ละลำดับการทดลองแสดงใน ภาคผนวก ก) โดยเยื่อเลือกผ่านลำดับการทดลองที่ 5 มีค่าสัดส่วนหมู่ฟังก์ชัน COOH/CN มากที่สุด แสดงให้เห็นถึงโครงสร้าง PA ที่เป็นเส้นตรง และมีโครงสร้างที่มีการเชื่อมขวางน้อยกว่าลำดับการทดลองที่ 15 และ 8 ตามลำดับ ทำให้มีความสามารถในการกักกันโมเลกุลของเกลือได้น้อยกว่าอีก 2 ลำดับการทดลอง และเมื่อพิจารณาองค์ประกอบการเติมสารเติมแต่งของแต่ละลำดับการทดลอง จะพบว่าในลำดับการทดลองที่ 15 และ 8 มีการเติม TiO_2 ที่มากกว่าลำดับการทดลองที่ 5 เช่นเดียวกับที่กล่าวในหัวข้อที่ผ่านมา การเติม TiO_2 ในรูปของคอลลอยด์ที่มากขึ้น เป็นการเพิ่มปริมาณเอทานอลในสารละลายมอนอเมอร์ MPD ในขั้นตอนการเตรียมฟิล์ม PA ซึ่งมีส่วนช่วยเพิ่มพื้นที่โซนผสมของ 2 วัสดุภาคในการเกิดปฏิกิริยา ทำให้ได้ชั้น PA ที่มีลักษณะหนามากขึ้น [11] นอกจากนี้การเพิ่มสารละลายคอลลอยด์ TiO_2 ในปริมาณ 20 % ยังช่วยส่งเสริมให้เกิดโครงสร้างเชื่อมขวางได้ดีซึ่งจะเป็นอุปสรรคต่อการซึมผ่านของโมเลกุลเกลือ

เมื่อเทียบการทดลองที่ 8 และ 15 ซึ่งมีตัวแปรปัจจัยต่างกันเพียงปัจจัยเดียวคือ สัดส่วนการเติมสาร TEA ซึ่งการทดลองที่ 15 นั้นไม่มีการเติมสาร TEA ทำให้สารละลาย MPD นั้นมี pH ต่ำกว่า 9.0 ดังแสดงในตารางที่ 4.5 โดยในการทำปฏิกิริยา IP ในการสร้างชั้นฟิล์ม PA นั้นเมื่อไม่มี TEA ซึ่งทำหน้าที่ในการปรับ pH จะทำให้เกิด HCl ซึ่งเป็นตัวกระตุ้นให้เกิดโปรโตรเนตกับสารไดเอมีน ลดอัตราการเกิดปฏิกิริยา IP ที่สร้าง PA ที่มีโครงสร้างแบบเชื่อมขวาง [19] อาจทำให้ได้เยื่อเลือกผ่านที่มีโครงสร้างแบบเส้นและความแน่นน้อยกว่าชั้นฟิล์มบางจากการทดลองที่ 8 สำหรับผลกระทบจากการเติม SDS นั้น S. Hermans และคณะ ได้ทำการศึกษาการเติม SDS ร่วมกับ TEA ในสารละลาย MPD พบว่าเมื่อทำการเติม SDS (ในปริมาณ 0 - .01 wt.%) ซึ่งเป็นสารลดแรงตึงผิว ถึงแม้ว่าจะช่วยให้การยึดติดของ MPD บนพื้นผิวส่วนรองรับไม่ชอบน้ำของ PSF ได้ดีมากขึ้น และเพิ่มประสิทธิภาพ

การเกิดปฏิกิริยา IP ช่วยให้สามารถถ่ายเท MPD ได้ดีมากขึ้น แต่นั่นทำให้ฟิล์มที่ได้มีความหนาที่น้อยลง ซึ่งเป็นผลให้การกักกันเกลือของเยื่อเลือกผ่านนั้นแยลงด้วย [33] อนึ่งในทางตรงกันข้ามหากเติมสาร SDS มากเกินไปอาจส่งผลต่อค่าความสามารถในการกักกันเกลือเนื่องจากสาร SDS อาจไปขวางการเกิดปฏิกิริยาและก่อให้เกิดจุดบกพร่องบนพื้นผิว [33] โดยตัวอย่างที่นำมาเปรียบเทียบนั้นทำการเติมสาร SDS ในช่วงที่เหมาะสม (สรุปข้อมูลจากแผนภูมิ 3 มิติในภาพที่ 4.13) จึงคาดว่าน่าจะไม่ใช่ปัจจัยหลักที่ส่งผลต่อความต่างเรื่องคุณสมบัติความสามารถในการกักกันเกลือของเยื่อเลือกผ่าน



ภาพที่ 4.16 ภาพพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเยื่อเลือกผ่าน

(ก) ลำดับการทดลองที่ 5 (ข) ลำดับการทดลองที่ 15 และ (ค) ลำดับการทดลองที่ 8

ที่กำลังขยาย 5,000 เท่า (ซ้าย) และ 10,000 เท่า (ขวา)

ตารางที่ 4.5 ค่าการทดสอบคุณสมบัติเฉพาะของเยื่อเลือกผ่านลำดับการทดลองที่ 5, 15 และ 8

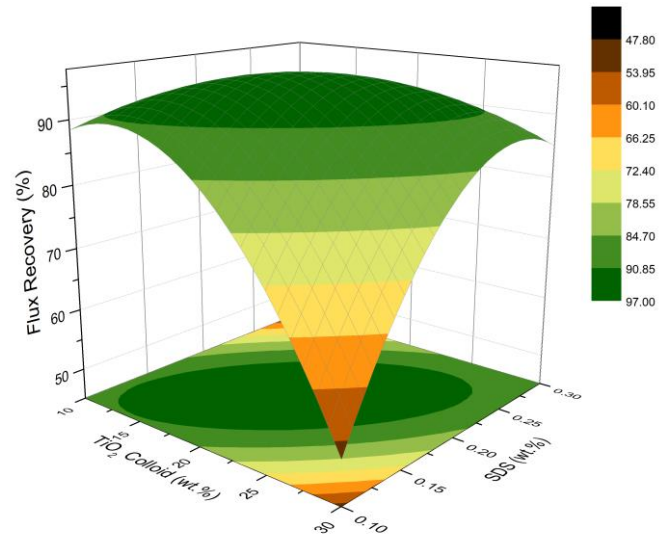
ลำดับ การ ทดลอง	ตัวแปรปัจจัย			pH	คุณสมบัติเฉพาะของเยื่อเลือกผ่าน		
	คอลลอยด์ของ TiO ₂ (% โดยมวล)	SDS (% โดยมวล)	TEA (% โดยมวล)		สารละลาย MPD	การกักกัน NaCl (%)	Contact Angle (°)
	5	10	0.2	0	6.85	25.73	90.7
15	20	0.1	0	6.75	47.97	81.6	0.37
8	20	0.1	2	12.05	80.05	79.0	0.30

4.3.3 ความสามารถในการต่อต้านการเกิดฟาวลิง

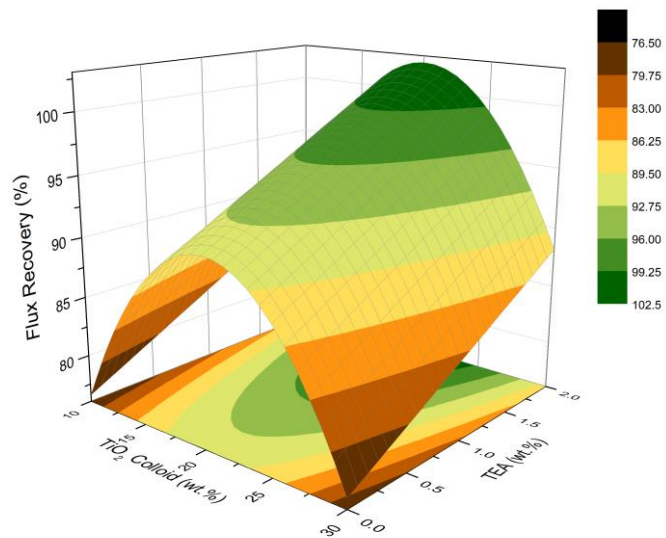
คุณสมบัติด้านการต่อต้านการเกิดฟาวลิงของเยื่อเลือกผ่านในการศึกษาครั้งนี้พิจารณาในเทอมของค่าการคืนฟลักซ์ ซึ่งเป็นการเปรียบเทียบค่าการซึมผ่านของน้ำหลังการทำความสะอาดพื้นผิวเยื่อเลือกผ่านหลังการใช้งานไประยะเวลาหนึ่งกับค่าการซึมผ่านของน้ำของเยื่อเลือกผ่านใหม่ที่ยังไม่มีการเกิดฟาวลิง โดยเยื่อเลือกผ่านที่มีคุณสมบัติด้านการเกิดฟาวลิงจะต้องต้านการเกาะตัวของสารฟาวลิงบนพื้นผิว และสามารถทำความสะอาดออกได้ง่าย ดังนั้นเยื่อเลือกผ่านที่มีค่าการกู้คืนฟลักซ์ที่สูงจึงแสดงถึงคุณสมบัติด้านการเกิดฟาวลิงที่สูงเช่นกัน [11]

จากสมการแบบจำลองตามสมการที่ 4.6 ค่าการกู้คืนฟลักซ์ สามารถนำมาสร้างแผนภูมิพื้นผิวดตอบสนอง 3 มิติได้ดังภาพที่ 4.17 - 4.19 ซึ่งจากแผนภูมิพื้นผิวดตอบสนองจะสังเกตเห็นว่าในบริเวณพื้นที่สีเขียวเข้มของแต่ละตัวปัจจัยนั้น จะพบว่าช่วงค่าที่เหมาะสมที่จะสามารถเตรียมเยื่อเลือกผ่านที่ให้ค่าการกู้คืนฟลักซ์สูงสุด คือ การเติมสารละลายคอลลอยด์ของ TiO₂ ในปริมาณ 17.5 - 23 % โดยมวล, SDS 0.15 - 0.25 % โดยมวล และ TEA 1.0 - 2.0 % โดยมวล

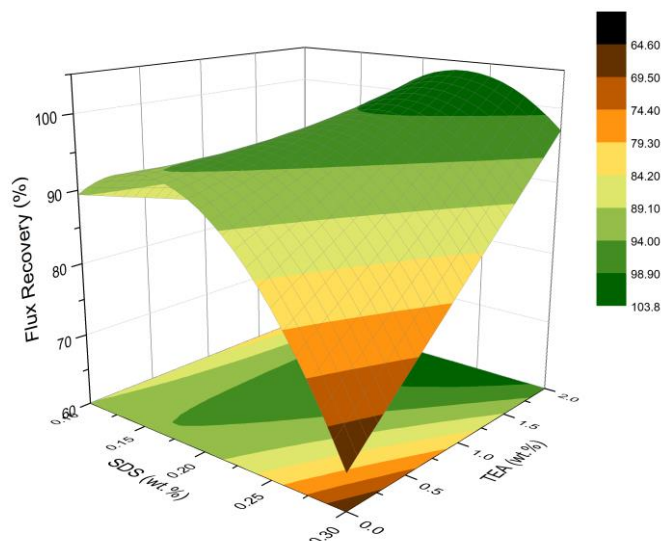
โดยทั่วไปเยื่อเลือกผ่านที่มีพื้นผิวเรียบ มีค่าความชอบน้ำสูงจะมีคุณสมบัติต้านทานการเกิดฟาวลิงที่สูง เนื่องจากสารก่อฟาวลิงส่วนใหญ่เป็นสารไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) โดยพื้นผิวที่มีความชอบน้ำสูงจะส่งผลให้เกิดชั้นฟิล์มน้ำบางๆ บนพื้นผิวเยื่อเลือกผ่านเป็นแนวกันไม่ให้สารก่อฟาวลิงยึดติดกับพื้นผิวเยื่อเลือกผ่าน [22]



ภาพที่ 4.17 แผนภูมิพื้นผิวตอบสนอง 3 มิติ แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการกู้คืนฟลักซ์กับตัวแปรปัจจัย ปริมาณคอลลอยด์ TiO₂ และ SDS



ภาพที่ 4.18 แผนภูมิพื้นผิวตอบสนอง 3 มิติ แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการกู้คืนฟลักซ์กับตัวแปรปัจจัย ปริมาณ SDS และ TEA



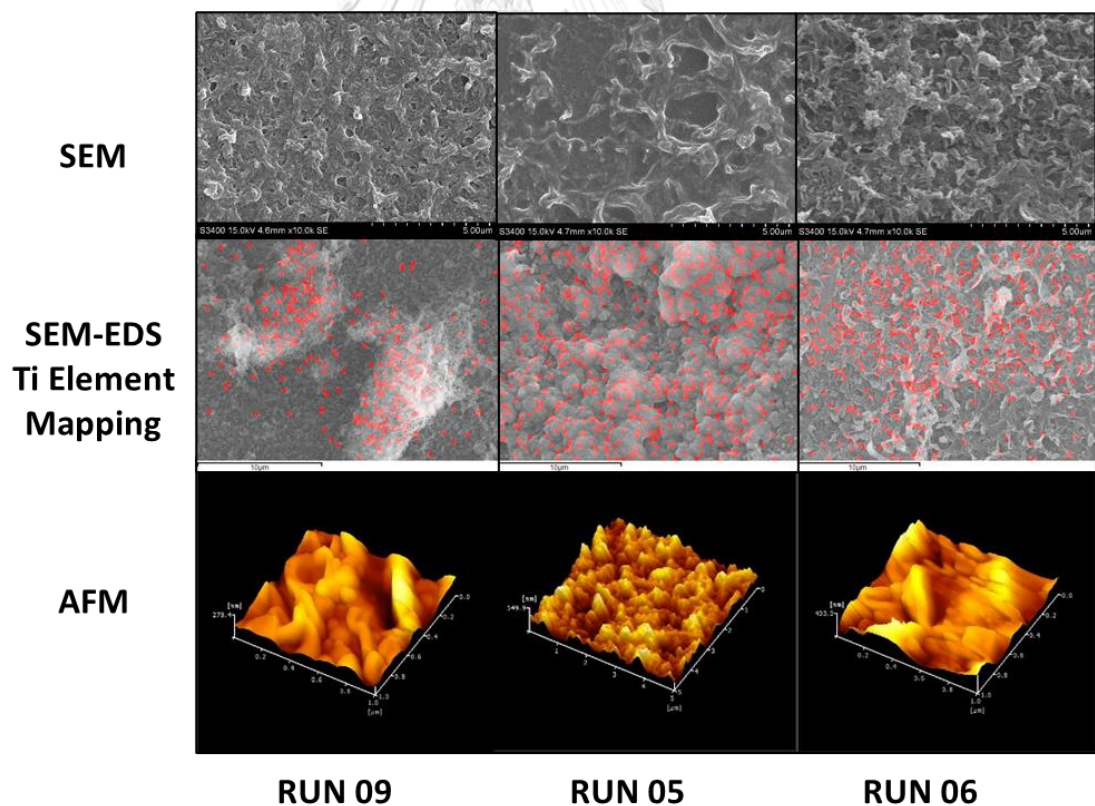
ภาพที่ 4.19 แผนภูมิพื้นผิวตอบสนอง 3 มิติ แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการกู้คืนฟลักซ์กับตัวแปรปัจจัยปริมาณคอลลอยด์ TiO_2 และ TEA

เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบเยื่อเลือกผ่านในลำดับการทดลองที่ 1, 5 และ 15 ซึ่งเป็นเยื่อเลือกผ่านที่ทดสอบได้ค่าการกู้คืนฟลักซ์ที่น้อย ปานกลาง และสูง โดยทดสอบได้ค่าการกู้คืนฟลักซ์เท่ากับ 47.83, 77.19 และ 91.74 % ตามลำดับ การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านด้วยเทคนิค SEM (ดังภาพที่ 4.20) และค่าคุณสมบัติเฉพาะของเยื่อเลือกผ่าน ในตารางที่ 4.6 พบว่าความสามารถในการกู้คืนฟลักซ์แปรผันตรงกับค่าความชอบน้ำและแปรผกผันกับค่าความขรุขระของเยื่อเลือกผ่าน เช่นเดียวกับการศึกษาของ Bowen และคณะ ที่พบว่าแรงยึดเหนี่ยวระหว่างสารก่อฟาวลิงและพื้นผิวเยื่อเลือกผ่านจะลดน้อยลงในเมื่อเยื่อเลือกผ่านมีความขรุขระน้อยลง และพบว่าเยื่อเลือกผ่านที่มีพื้นผิวลักษณะหุบเขา (Valley) จะทำให้สารก่อฟาวลิงยึดติดได้ดีกว่าลักษณะผิวบริเวณสันเขา (Ridge) [24]

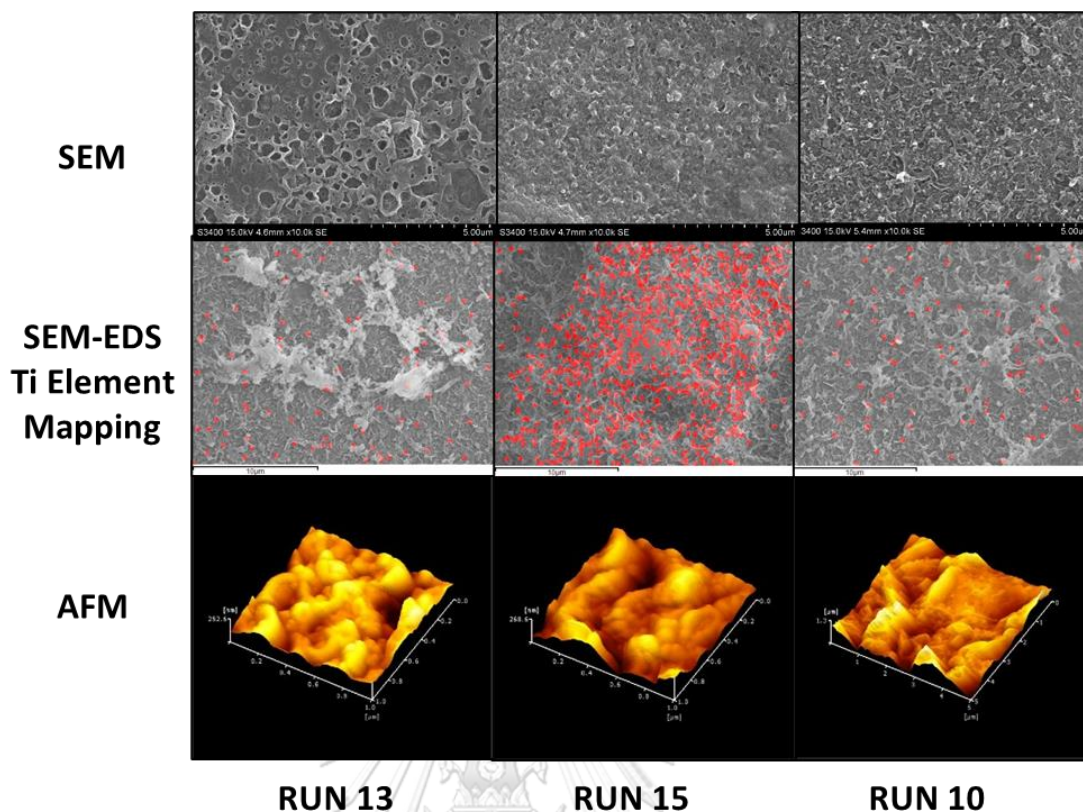
ตารางที่ 4.6 ค่าการทดสอบคุณสมบัติเฉพาะของเยื่อเลือกผ่านลำดับการทดลองที่ 1, 5 และ 15

ลำดับการทดลอง	ตัวแปรปัจจัย			คุณสมบัติเฉพาะของเยื่อเลือกผ่าน			
	คอลลอยด์ของ TiO_2 (% โดยมวล)	SDS (% โดยมวล)	TEA (% โดยมวล)	การกู้คืนฟลักซ์ (%)	Contact Angle (°)	Surface Roughness (nm)	COOH/CN Ratio
1	10	0.3	1	47.83	112.6	-	0.23
5	10	0.2	0	77.19	99.44	56.86	0.36
15	20	0.1	0	91.74	77.30	35.24	0.24

เมื่อสังเกตลักษณะพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านในลำดับการทดลองที่ 9, 5, 6, 13, 15 และ 10 ดังแสดงในภาพที่ 4.20 และ 4.21 ซึ่งเป็นการเรียงลำดับเยื่อเลือกผ่านที่มีค่าการกักคั้นฟลักซ์จากน้อยไปมากจะสังเกตเห็นได้ว่า เยื่อเลือกผ่านที่มีลักษณะพื้นผิวฟิล์ม PA ที่มีลักษณะเป็นหลุม และมีความขรุขระ นั้นจะให้ค่าการกักคั้นฟลักซ์ที่น้อยกว่าเยื่อเลือกผ่านที่มีลักษณะพื้นผิวฟิล์มที่ราบเรียบ ซึ่งการมีพื้นผิวที่ขรุขระนั้นทำให้สารก่อฟาวลิงสามารถยึดเกาะติดได้ง่าย และทำความสะอาดออกได้ยาก เช่นเดียวกับการพิจารณาผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเทคนิค AFM จะพบว่า มีตัวอย่างที่ค่าการกักคั้นฟลักซ์ที่ต่ำนั้นจะมีลักษณะของพื้นผิวที่เป็นลักษณะแบบสันเขาและหุบเขามากกว่า อีกทั้งจากการพิจารณาค่า Contact Angle ซึ่งแสดงถึงความชอบน้ำของพื้นผิว พบว่าเยื่อเลือกผ่านที่มีลักษณะของพื้นผิวที่มีค่า Contact Angle ที่ต่ำ คือมีความชอบน้ำสูง จะให้ค่าการกักคั้นฟลักซ์ได้สูงกว่า เนื่องจากพื้นผิวที่มีความชอบน้ำจะส่งเสริมให้เกิดชั้นฟิล์มบางของน้ำขณะกรอง และลดการยึดติดของสารก่อฟาวลิง และสามารถช่วยกำจัดออกได้ง่ายขึ้น อีกทั้งการเติม TiO_2 ในปริมาณที่เหมาะสมจะส่งเสริมให้เกิดความชอบน้ำของพื้นผิวที่สูงขึ้น และเสริมความสามารถในการต่อต้านการเกิดฟาวลิงบนผิวของเยื่อเลือกผ่าน



ภาพที่ 4.20 ภาพพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM, SEM-EDS และ AFM ของเยื่อเลือกผ่าน ลำดับการทดลองที่ 9, 5 และ 6

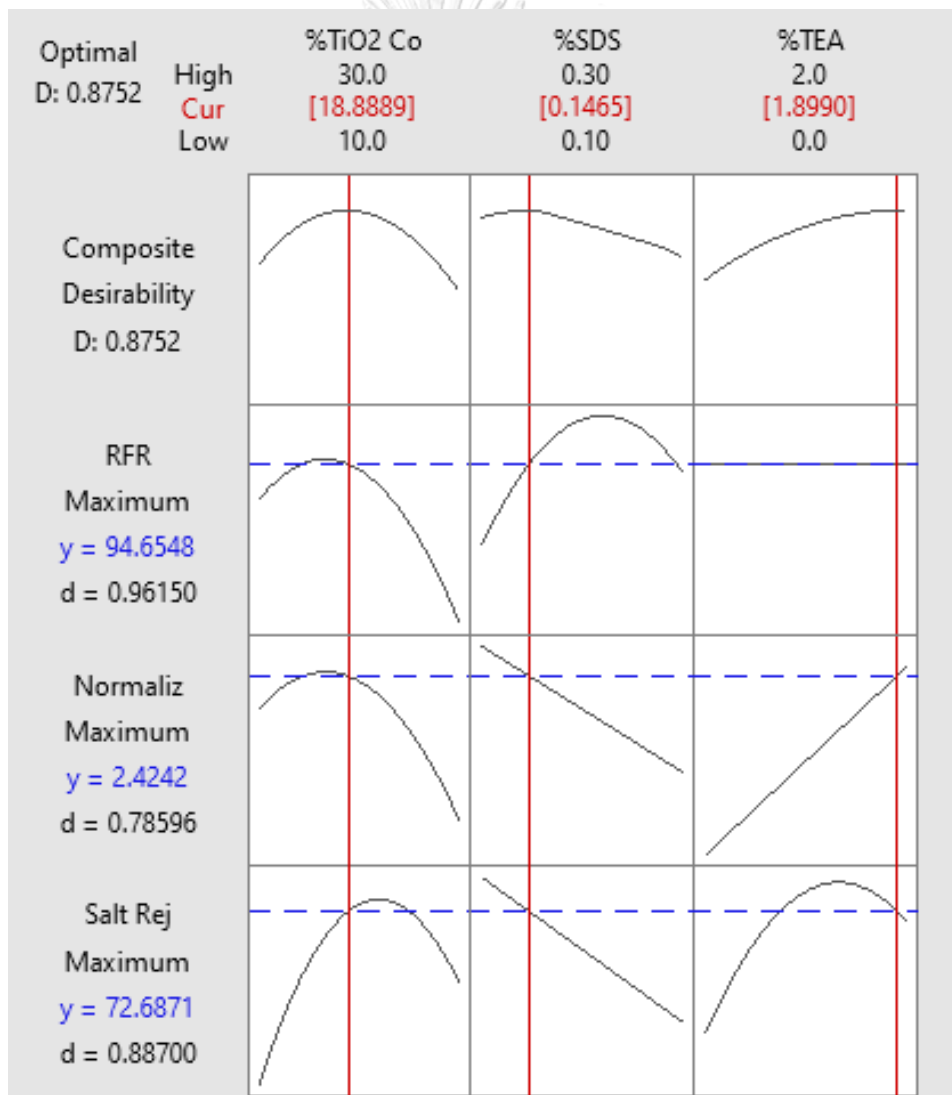


ภาพที่ 4.21 ภาพพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM, SEM-EDS และ AFM ของเยื่อเลือกผ่าน ลำดับการทดลองที่ 13, 15 และ 10

4.3.4 สภาวะที่เหมาะสมจากการวิเคราะห์ด้วยวิธีการพื้นผิวตอบสนอง

จากการวิเคราะห์ผลด้วยวิธีการพื้นผิวตอบสนองผ่านซอฟต์แวร์สถิติ Minitab® เพื่อหาระดับปัจจัยที่เหมาะสมในการเตรียมเยื่อเลือกผ่านฟิล์มบาง PA ของตัวแปรปัจจัยหลักทั้ง 3 ชนิด คือ ปริมาณสารละลายคอลลอยด์ของ TiO_2 , SDS และ TEA ที่เติมลงในสารละลาย MPD ในขั้นตอนการเตรียมชั้นฟิล์มบาง PA เพื่อให้ได้เยื่อเลือกผ่านฟิล์มบางนาโนคอมพอสิตที่มีค่าการซึมผ่าน ค่าการกักกันเกลือ และค่าการกักน้ำที่ที่เหมาะสมได้โดยใช้แบบจำลองตามสมการที่ 4.4 - 4.6 และตั้งข้อกำหนดการหาค่าตัวแปรปัจจัยที่เหมาะสมที่ค่าสูงสุดของทุกตัวแปรตอบสนองที่เป็นไปได้ โดยแสดงผลการหาสภาวะที่เหมาะสมได้ดังภาพที่ 4.14 และตารางที่ 4.7 ซึ่งเมื่อพิจารณาความพึงพอใจโดยรวมของสภาวะที่เหมาะสม (Composite Desirability) ในระดับสูงที่ 0.87 โดยค่าความพึงพอใจโดยรวมของสภาวะที่เหมาะสมนั้น จะมีค่าอยู่ที่ 0 - 1 ซึ่งถ้าค่าความพึงพอใจโดยรวมของสภาวะที่เหมาะสมให้ค่าเป็น 0 แสดงว่าปัจจัยตัวใดตัวหนึ่งหรือมากกว่าอยู่นอกขอบเขตที่ยอมรับได้ แต่ถ้าค่าความพึงพอใจโดยรวมของสภาวะที่เหมาะสมให้ค่าเป็น 1 แสดงว่าสภาวะนั้นได้รับความพึงพอใจอย่างสมบูรณ์ ถึงแม้ว่าในการศึกษาครั้งนี้เป็นการให้ค่าน้ำหนักการพิจารณาค่าตัวแปรตอบสนอง

เท่ากันทุกตัวแปร ทำให้ค่าตอบสนองที่ได้จากการพยากรณ์ไม่ใช่ค่าที่สูงที่สุดจากการทดลอง เนื่องจากในแต่ละตัวแปรตอบสนองมีลักษณะที่แปรผกผัน และเมื่อพิจารณาค่าประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่านในด้านความสามารถในการกักกันเกลือซึ่งเป็นคุณสมบัติพื้นฐานของเยื่อเลือกผ่านนั้น พบว่าค่าที่ได้จากการพยากรณ์นั้นให้ค่าการกักกันเกลือที่สูงกว่าเยื่อเลือกผ่านเชิงการค้าเล็กน้อย และมีค่าการกักกันเกลือที่สูงกว่าอย่างเห็นได้ชัด นั้นแสดงว่าการพยากรณ์เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเยื่อเลือกผ่านครั้งนี้ประสบความสำเร็จ



ภาพที่ 4.22 ผลการหาสภาวะที่เหมาะสมโดยซอฟต์แวร์สถิติ Minitab®

ตารางที่ 4.7 ผลการหาสภาวะที่เหมาะสมโดยซอฟต์แวร์สถิติ Minitab®

คอลลอยด์ของ TiO ₂ (% โดยมวล)	SDS (% โดยมวล)	TEA (% โดยมวล)	การซึมผ่าน (Lm ⁻² h ⁻¹ bar ⁻¹)	การกักกัน NaCl (%)	การกักคืน ฟลักซ์ (%)	Composite Desirability
18.89	0.15	1.90	2.42	72.69	94.65	0.87

และเมื่อนำผลจากการหาสภาวะที่เหมาะสมดังกล่าวไปใช้ในการสังเคราะห์ฟิล์มบาง และทำการทดสอบประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่าน ได้ผลการทดสอบดังตารางที่ 4.8 ซึ่งผลการทดลองที่ได้มีค่าใกล้เคียงกับค่าที่ได้จากการทำนายด้วยแบบจำลองความสัมพันธ์ และมีค่าความคลาดเคลื่อนน้อยกว่า 3% นั้นแสดงว่าสามารถใช้วิธีการพื้นผิวตอบสนองในการหาค่าสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเยื่อเลือกผ่านชนิดฟิล์มบางได้ อีกทั้งเยื่อเลือกผ่านที่เตรียมในสภาวะนี้ยังมีค่าประสิทธิภาพที่สูงกว่า โดยเฉพาะในด้านของความต้านทานการเกิดฟาวลิง เมื่อเปรียบเทียบกับเยื่อเลือกผ่านทางการค้า และเยื่อเลือกผ่านเตรียมโดยไม่มีการเติม TiO₂ อีกด้วย

ตารางที่ 4.8 ผลการทวนสอบประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่านที่เตรียมด้วยสภาวะที่เหมาะสม

ตัวแปรตอบสนอง	ค่าการทำนาย	ค่าที่ได้จาก การทดสอบ	ความคลาดเคลื่อน
การซึมผ่าน (Lm ⁻² h ⁻¹ bar ⁻¹)	2.42	2.48	2.45%
การกักกัน NaCl (%)	72.69	74.83	2.95%
การกักคืนฟลักซ์ (%)	94.65	92.51	2.26%

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย

5.1 สรุป

การศึกษาเพื่อหาสัดส่วนที่เหมาะสมในการเตรียมเยื่อเลือกผ่านประเภทฟิล์มบางนาโนคอมโพสิตของ TiO_2 และโพลีเอมีน ที่มีคุณสมบัติต้านการเกิดฟาวลิง โดยอาศัยระเบียบวิธีทางสถิติด้วยวิธีพื้นที่ผิวตอบสนอง และการออกแบบการทดลองแบบ Box-Behnken ทำการศึกษาตัวแปรปัจจัยหลัก 3 ปัจจัยคือ การเติมสารละลายคอลลอยด์ของ TiO_2 สารลดแรงตึงผิว SDS และสาร TEA ลงในสารละลาย MPD ในขั้นตอนการเตรียมชั้นฟิล์มบาง PA ด้วยปฏิกิริยา IP ในสัดส่วนที่แตกต่างกัน และทำการทดสอบตัวแปรตอบสนอง 3 ตัวแปรคือ ค่าการซึมผ่าน ค่าการกักกันเกลือ โดยใช้ NaCl เป็นตัวแทน และความสามารถต้านทานการเกิดฟาวลิงในเทอมของ ค่าการกู้คืนฟลักซ์ ซึ่งจากการศึกษาพบว่าตัวแปรทั้ง 3 ปัจจัยต่างมีอิทธิพลร่วมต่อตัวแปรตอบสนอง โดยจากการศึกษาพบว่าสภาวะสัดส่วนที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เยื่อเลือกผ่านฟิล์มบาง PA คือ การเติมสารละลายคอลลอยด์ของ TiO_2 ในปริมาณ 18.89 % โดยมวล สาร SDS 0.15 % โดยมวล และสาร TEA 1.90 % โดยมวล ซึ่งจะให้ค่าการซึมผ่านที่ $2.48 \text{ Lm}^{-2}\text{hr}^{-1}\text{bar}^{-1}$ ค่าการกักกันเกลือที่ 74.83% และค่าการกู้คืนฟลักซ์ที่ 92.51% ซึ่งผลการทดสอบที่ได้มีค่าที่ดีกว่า โดยเฉพาะในด้านความต้านทานการเกิดฟาวลิง เมื่อเปรียบเทียบกับเยื่อเลือกผ่านทางการค้า และเยื่อเลือกผ่านที่ไม่ได้ปรับปรุงด้วย TiO_2 ผลการศึกษาครั้งนี้แสดงให้เห็นว่าสามารถประยุกต์ใช้วิธีการพื้นที่ผิวตอบสนองในการพัฒนาเยื่อเลือกผ่าน เพื่อหาสัดส่วนที่เหมาะสม สำหรับการสังเคราะห์เยื่อเลือกผ่านที่ดีที่สุดได้อย่างแม่นยำ โดยผลการทำนายมีความคลาดเคลื่อนจากการทดสอบน้อยกว่า 3%

5.2 ข้อเสนอแนะ

- 1) ควรมีการศึกษาเปรียบเทียบความหนา และลักษณะของฟิล์มบางพอลิเอไมด์ภาคตัดขวางที่ได้จากการเตรียมในแต่ละสภาวะที่แตกต่างกัน
- 2) ควรมีการศึกษาการเกิดฟาวลิงจากสารก่อฟาวลิงที่หลากหลาย อาทิ ฟิล์มชีวภาพ ตะกรัน ไชมัน เป็นต้น
- 3) ในการทดสอบความต้านทานการเกิดฟาวลิงด้วย การวัดค่าการกู้คืนฟลักซ์หลังจากการทำ ความสะอาด ควรมีการศึกษามากกว่า 1 Cycle
- 4) ควรมีการศึกษาความเสถียรของ TiO_2 และสภาพฟิล์ม PA ก่อนและหลัง ผ่านการทดสอบประสิทธิภาพของเยื่อเลือกผ่าน

บรรณานุกรม

1. Richard Connor, S.U.a.E.K., *The United Nations world water development report 2019: leaving no one behind, executive summary*. 2019, UNESCO World Water Assessment Programme.
2. Teow, Y.H. and A.W. Mohammad, *New generation nanomaterials for water desalination: A review*. *Desalination*, 2019. **451**: p. 2-17.
3. Misdan, N., W.J. Lau, and A.F. Ismail, *Seawater Reverse Osmosis (SWRO) desalination by thin-film composite membrane—Current development, challenges and future prospects*. *Desalination*, 2012. **287**: p. 228-237.
4. Nikkola, J., et al., *Surface modification of thin film composite polyamide membrane using atomic layer deposition method*. *Journal of Membrane Science*, 2014. **450**: p. 174-180.
5. Mahdavi, M., M. Delnavaz, and V. Vatanpour, *Fabrication and water desalination performance of piperazine–polyamide nanocomposite nanofiltration membranes embedded with raw and oxidized MWCNTs*. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 2017. **75**.
6. Bae, T.-H., I.-C. Kim, and T.M. Tak, *Preparation and characterization of fouling-resistant TiO₂ self-assembled nanocomposite membranes*. *Journal of Membrane Science*, 2006. **275**: p. 1-5.
7. Peyki, A., A. Rahimpour, and M. Jahanshahi, *Preparation and characterization of thin film composite reverse osmosis membranes incorporated with hydrophilic SiO₂ nanoparticles*. *Desalination*, 2014. **368**.
8. Liu, Q. and G.-R. Xu, *Graphene oxide (GO) as functional material in tailoring polyamide thin film composite (PA-TFC) reverse osmosis (RO) membranes*. *Desalination*, 2016. **394**: p. 162-175.
9. Bet-moushoul, E., et al., *TiO₂ nanocomposite based polymeric membranes: A review on performance improvement for various applications in chemical engineering processes*. *Chemical Engineering Journal*, 2016. **283**: p. 29-46.
10. Rajaeian, B., et al., *Fabrication and characterization of polyamide thin film*

- nanocomposite (TFN) nanofiltration membrane impregnated with TiO₂ nanoparticles*. *Desalination*, 2013. **313**: p. 176-188.
11. Kedchaikulrat, P., et al., *Effects of colloidal TiO₂ and additives on the interfacial polymerization of thin film nanocomposite membranes*. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2020. **601**.
 12. Baker, R.W., *Overview of Membrane Science and Technology*, in *Membrane Technology and Applications*. 2012, John Wiley & Sons. p. 1-14.
 13. Mulder, M., *MEMBRANE PREPARATION | Phase Inversion Membranes*, in *Encyclopedia of Separation Science*, I.D. Wilson, Editor. 2000, Academic Press: Oxford. p. 3331-3346.
 14. Ng, Z.C., et al., *Thin film nanocomposite RO membranes: Review on fabrication techniques and impacts of nanofiller characteristics on membrane properties*. *Chemical Engineering Research and Design*, 2021. **165**: p. 81-105.
 15. Choi, W., et al., *Thin film composite reverse osmosis membranes prepared via layered interfacial polymerization*. *Journal of Membrane Science*, 2017. **527**: p. 121-128.
 16. Li, D. and H. Wang, *Recent developments in reverse osmosis desalination membranes*. *Journal of Materials Chemistry*, 2010. **20**(22).
 17. Mansourpanah, Y., et al., *Using different surfactants for changing the properties of poly(piperazineamide) TFC nanofiltration membranes*. *Desalination*, 2011. **271**(1-3): p. 169-177.
 18. Ahmad, A.L. and B.S. Ooi, *Optimization of composite nanofiltration membrane through pH control: Application in CuSO₄ removal*. *Separation and Purification Technology*, 2006. **47**(3): p. 162-172.
 19. Khorshidi, B., et al., *A parametric study on the synergistic impacts of chemical additives on permeation properties of thin film composite polyamide membrane*. *Journal of Membrane Science*, 2017. **535**: p. 248-257.
 20. Klaysom, C., et al., *Polyamide/Polyacrylonitrile (PA/PAN) thin film composite osmosis membranes: Film optimization, characterization and performance evaluation*. *Journal of Membrane Science*, 2013. **445**: p. 25-33.
 21. Nthunya, L.N., et al., *Fouling, performance and cost analysis of membrane-*

- based water desalination technologies: A critical review. *J Environ Manage*, 2022. **301**: p. 113922.
22. Lalia, B.S., et al., *A review on membrane fabrication: Structure, properties and performance relationship*. *Desalination*, 2013. **326**: p. 77-95.
 23. Bowen, W.R. and T.A. Doneva, *Atomic force microscopy studies of membranes: Effect of surface roughness on double-layer interactions and particle adhesion*. *Journal of colloid and interface science*, 2000. **229**(2): p. 544-549.
 24. Al-Jeshi, S. and A. Neville, *An investigation into the relationship between flux and roughness on RO membranes using scanning probe microscopy*. *Desalination*, 2006. **189**(1-3): p. 221-228.
 25. Saleem, H. and S.J. Zaidi, *Nanoparticles in reverse osmosis membranes for desalination: A state of the art review*. *Desalination*, 2020. **475**: p. 114171.
 26. Yin, J., et al., *Fabrication of a novel thin-film nanocomposite (TFN) membrane containing MCM-41 silica nanoparticles (NPs) for water purification*. *Journal of membrane science*, 2012. **423**: p. 238-246.
 27. Vatanpour, V., M. Sheydaei, and M. Esmaeili, *Box-Behnken design as a systematic approach to inspect correlation between synthesis conditions and desalination performance of TFC RO membranes*. *Desalination*, 2017. **420**: p. 1-11.
 28. อยุธยา, ป.ส.ณ., การออกแบบและการควบคุมคุณภาพเชิงสถิติสำหรับวิศวกร. 2563, กรุงเทพฯ: ท้อป. 464.
 29. Liu, S., *Design of experiment*, in *Bioprocess Engineering*. 2020. p. 885-933.
 30. Idris, A., F. Kormin, and M.Y. Noordin, *Application of response surface methodology in describing the performance of thin film composite membrane*. *Separation and Purification Technology*, 2006. **49**(3): p. 271-280.
 31. Azizi Namaghi, H., A. Haghghi Asl, and M. Pourafshari Chenar, *Identification and optimization of key parameters in preparation of thin film composite membrane for water desalination using multi-step statistical method*. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 2015. **31**: p. 61-73.
 32. Hirose, M., H. Ito, and Y. Kamiyama, *Effect of skin layer surface structures on the flux behaviour of RO membranes*. *Journal of Membrane Science*, 1996. **121**(2):

p. 209-215.

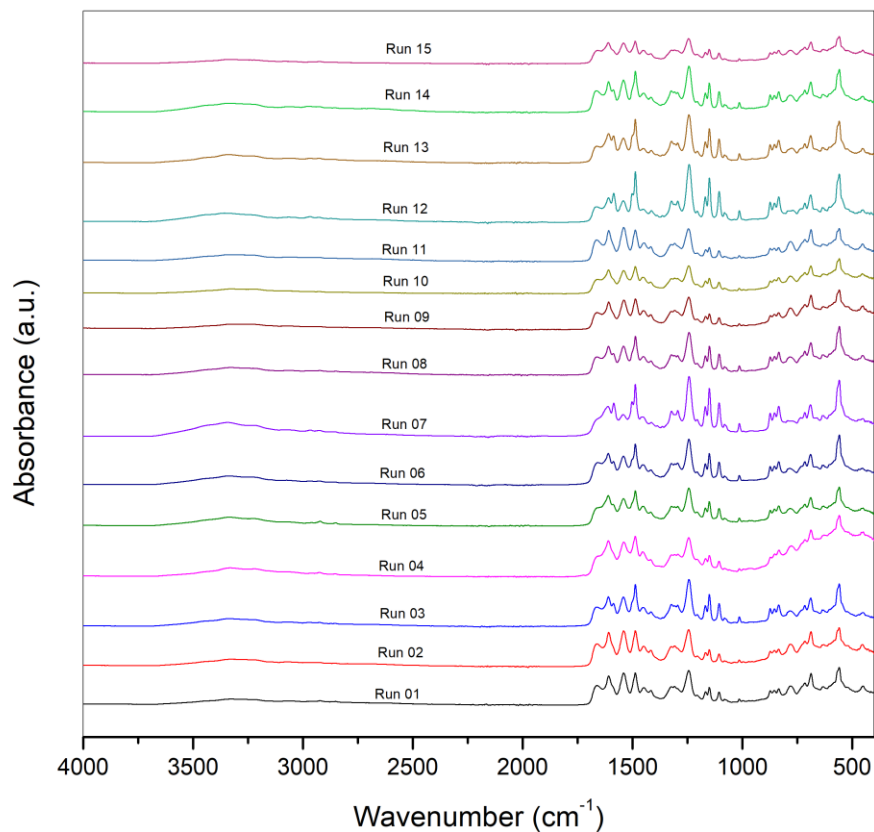
33. Hermans, S., et al., *Study of synthesis parameters and active layer morphology of interfacially polymerized polyamide-polysulfone membranes*. *Reactive and Functional Polymers*, 2015. **86**: p. 199-208.



ภาคผนวก ก

คุณสมบัติเฉพาะของเยื่อเลือกผ่าน

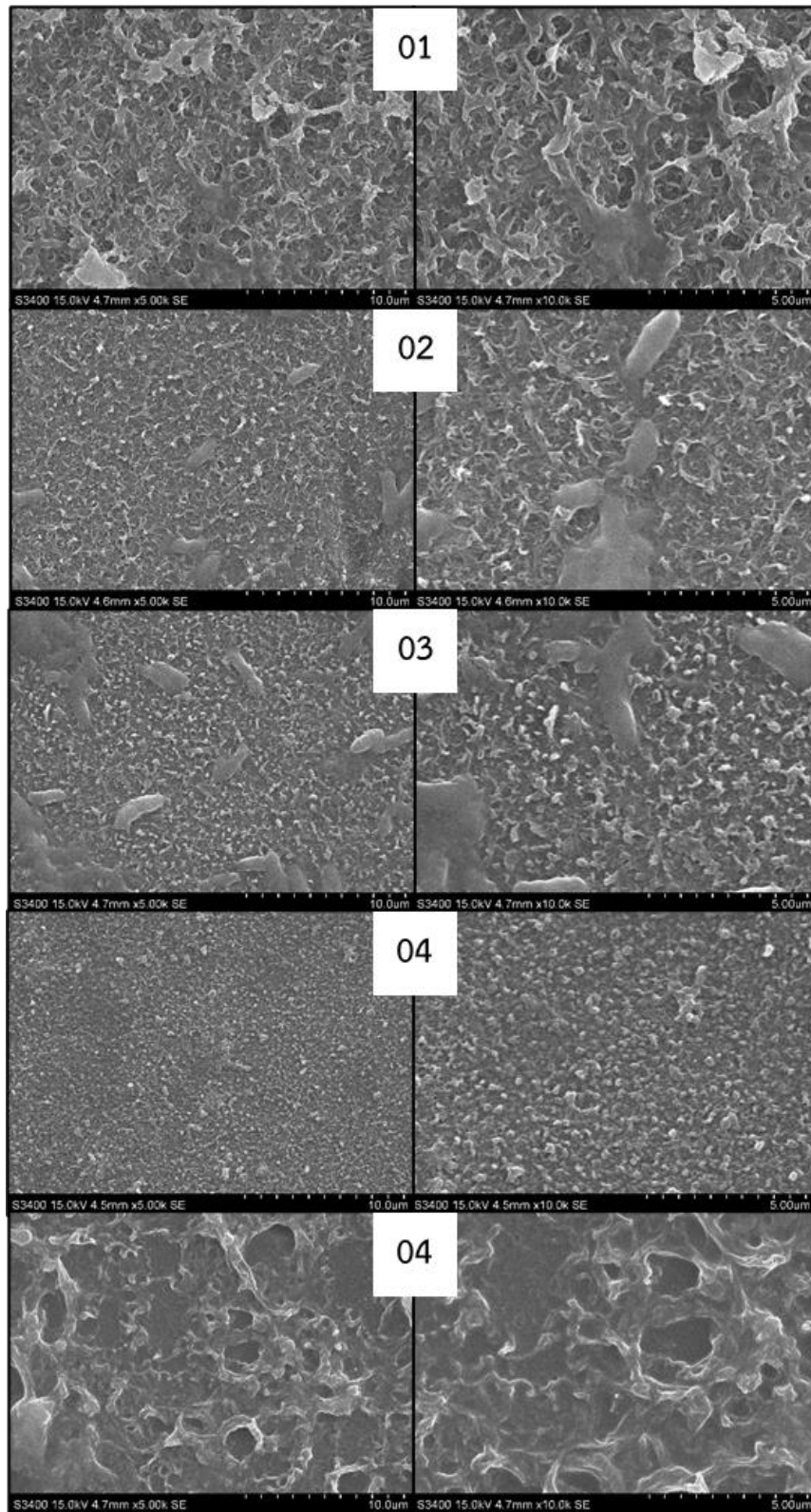
จากการวิเคราะห์คุณสมบัติเฉพาะของเยื่อเลือกผ่านด้วยเทคนิคต่างๆ สามารถสรุปได้ดังตารางที่ ก.1 คือ Contact Angle, ความขรุขระของพื้นผิวผ่านเทคนิค AFM อัตราส่วนของหมู่ฟังก์ชัน COOH/C-N ด้วยเทคนิค FTIR (แสดงสเปกตรัมดังภาพที่ ก.1) ภาพถ่าย SEM ลักษณะสัญญาณของผิวเยื่อเลือกผ่านแสดงดังภาพที่ ก.2 - ก.4 การกระจายตัวของธาตุ Ti บนผิวเยื่อเลือกผ่านของบางลำดับการทดลองจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM-EDS แสดงดังภาพที่ ก.5 - 10 และภาพถ่ายความขรุขระของพื้นผิวจากเทคนิค AFM แสดงดังภาพที่ ก.11



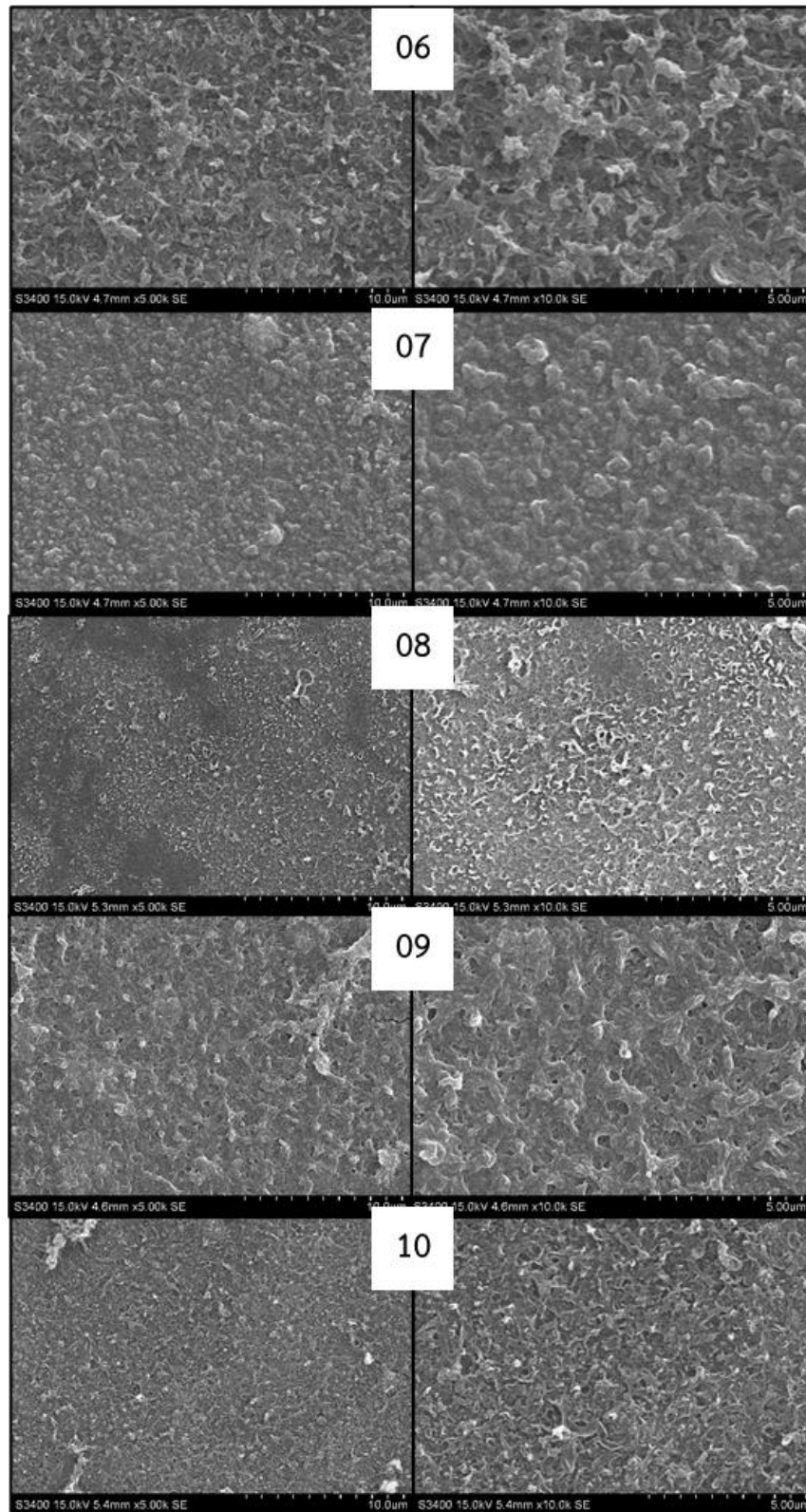
ภาพที่ ก.1 สเปกตรัม ATR-FTIR ของพื้นผิวเยื่อเลือกผ่านของลำดับการทดลองที่ 1 - 15

ตารางที่ ก.1 สรุปคุณสมบัติเฉพาะของเยื่อเลือกผ่านลำดับการทดลองที่ 1 – 15

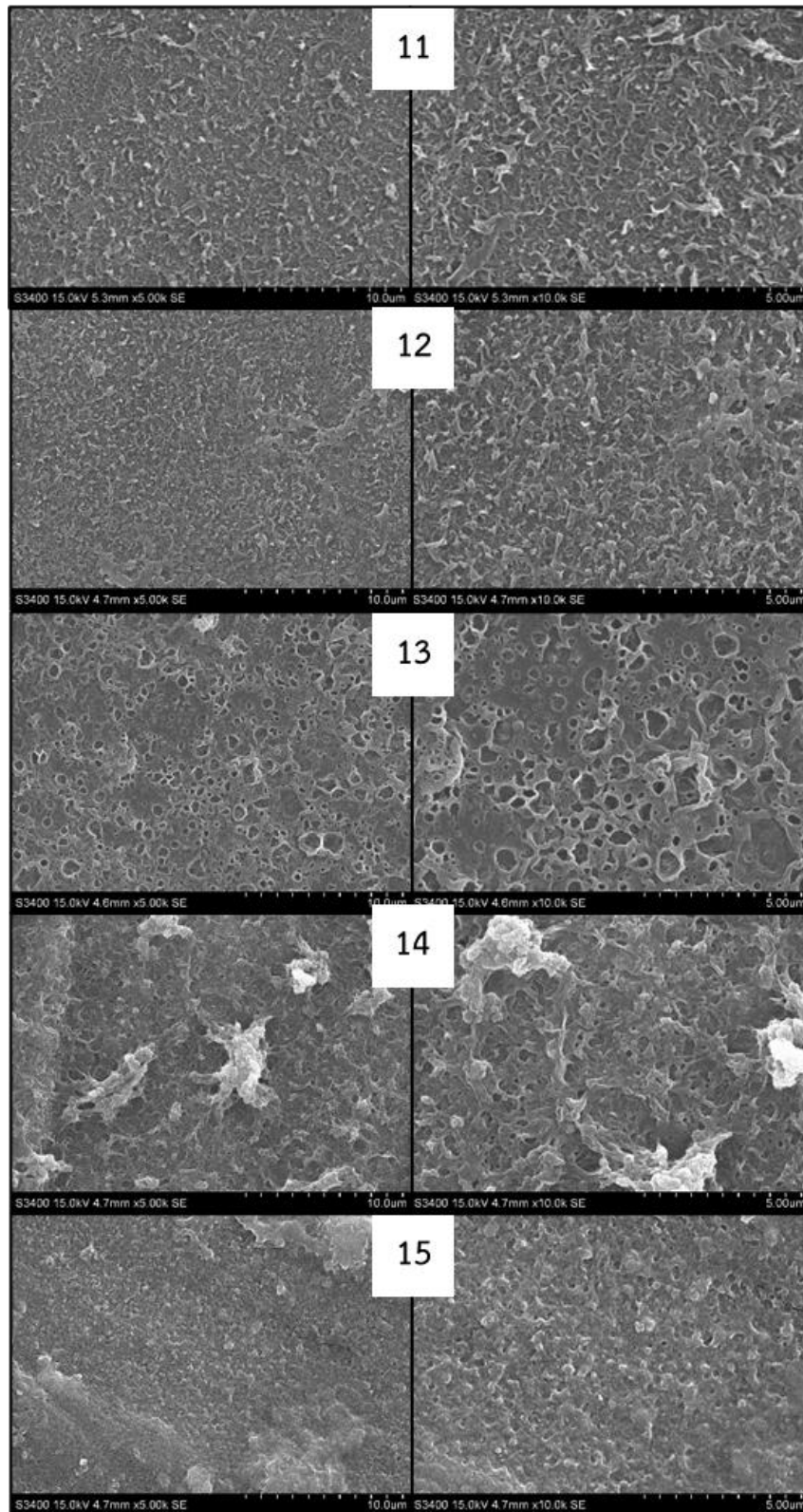
ลำดับ การทดลอง	ตัวแปรปัจจัย			คุณสมบัติเฉพาะ				Ti Element By SEM-EDSSEM (กำลังขยาย 10,000 เท่า) (wt.%)
	คอลลอยด์ของ TiO ₂ (% โดยมวล)	SDS (% โดยมวล)	TEA (% โดยมวล)	pH สารละลาย MPD	Contact Angle (°)	COOH/CN Ratio	Surface Roughness (nm)	
1	10	0.3	1	11.12	112.6	0.23	-	-
2	30	0.1	1	10.54	90.7	0.24	-	-
3	20	0.3	0	6.93	103.2	0.28	-	-
4	20	0.2	1	12.00	81.6	0.29	-	-
5	10	0.2	0	6.85	99.4	0.36	56.86	5.40
6	30	0.3	1	10.12	82.9	0.34	52.08	4.34
7	10	0.1	1	12.07	93.4	0.67	-	-
8	20	0.1	2	12.05	79.0	0.30	-	-
9	30	0.2	0	6.85	101.3	0.23	43.99	2.71
10	20	0.2	1	11.98	83.4	0.24	59.00	0.40
11	30	0.2	2	12.14	90.6	0.24	-	-
12	20	0.2	1	10.89	52.7	0.34	-	-
13	10	0.2	2	12.27	83.7	0.37	46.43	0.43
14	20	0.3	2	12.15	58.4	0.34	-	-
15	20	0.1	0	6.75	77.30	0.24	35.24	7.56



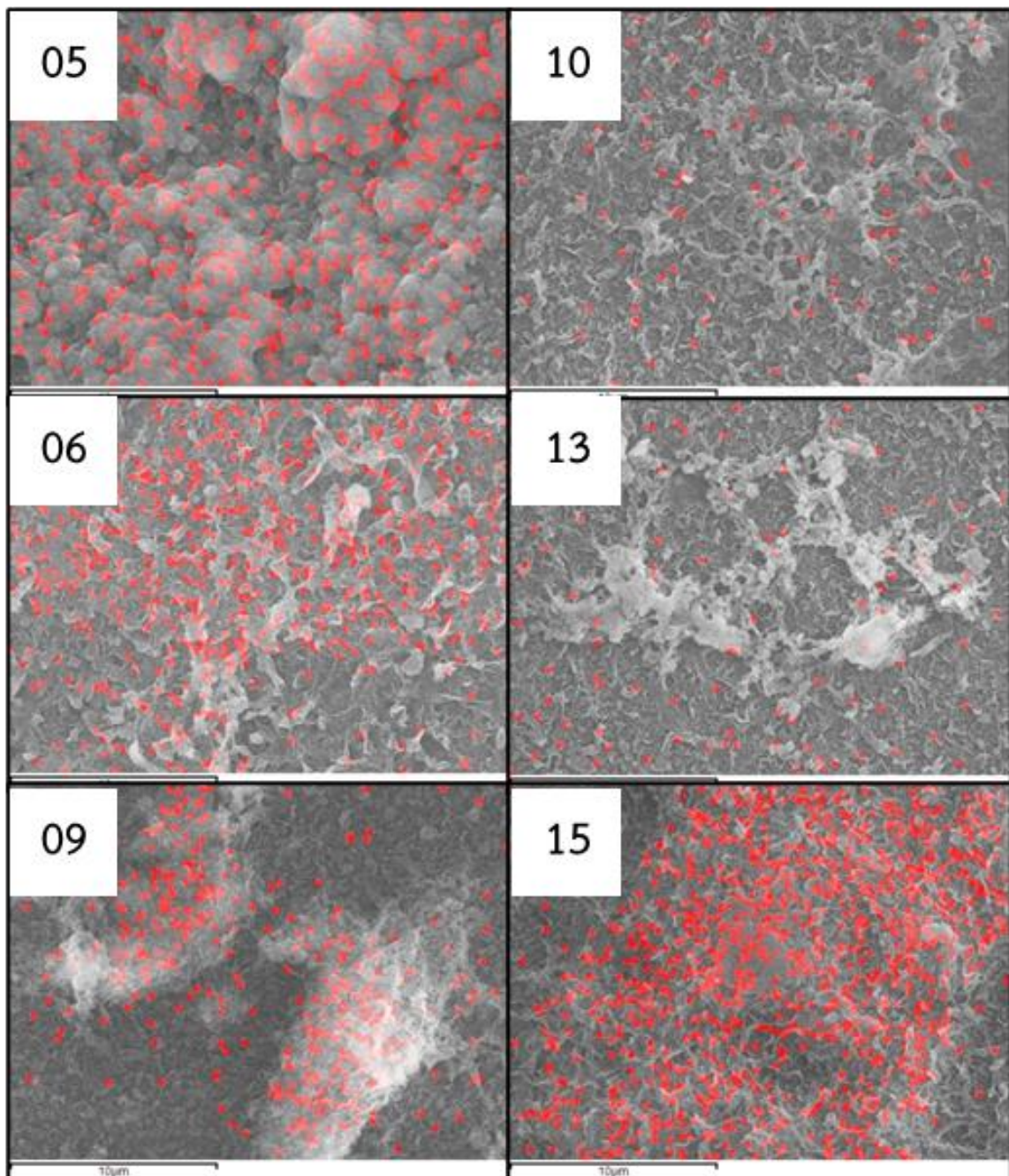
ภาพที่ ก.2 ลักษณะพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านในลำดับการทดลองที่ 1 - 5



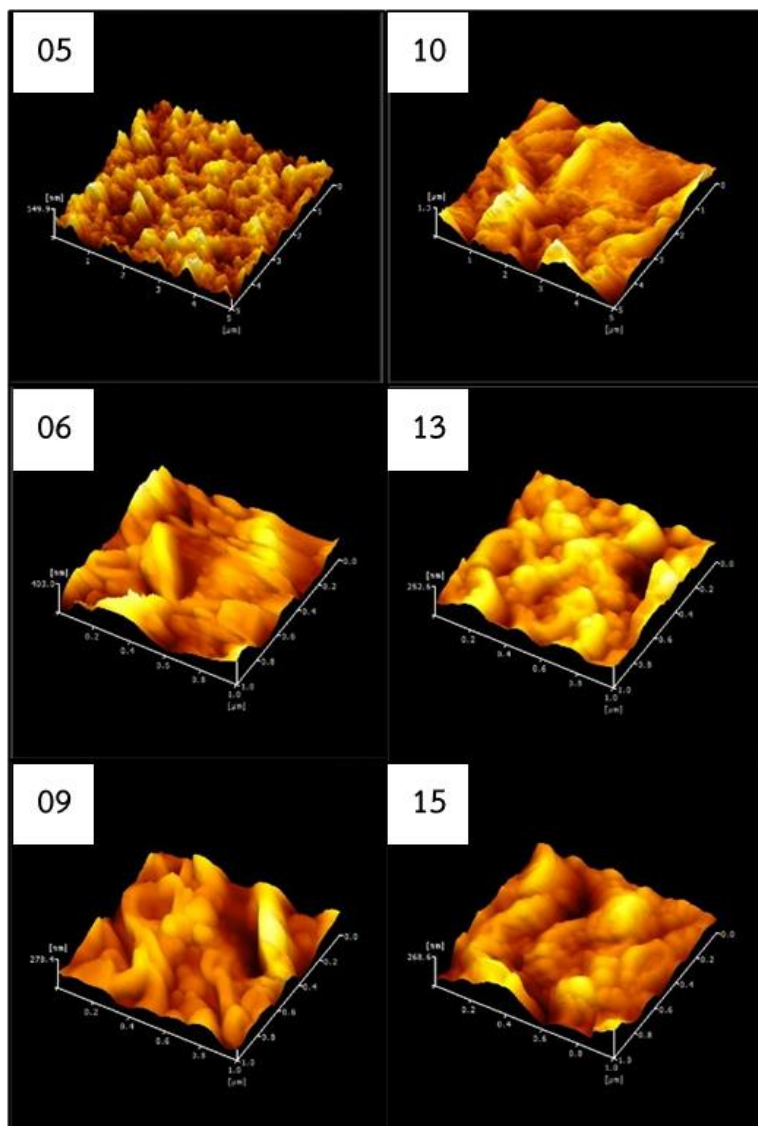
ภาพที่ ก.3 ลักษณะพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านในลำดับการทดลองที่ 6-10



ภาพที่ ก.4 ลักษณะพื้นผิวของเยื่อเลือกผ่านในลำดับการทดลองที่ 11-15



ภาพที่ ก.5 การกระจายตัวของธาตุ Ti บนผิวเยื่อเลือกผ่านลำดับการทดลองที่ 5, 6, 9, 10, 13 และ 15 ด้วยเทคนิค SEM-EDS ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า

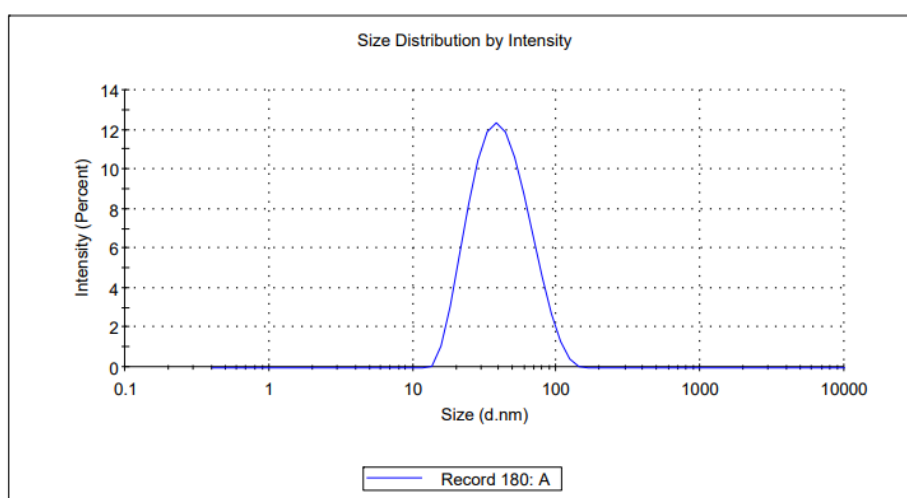


ภาพที่ ก.6 ลักษณะพื้นผิวเยื่อเลือกผ่านที่วิเคราะห์ AFM ของลำดับการทดลองที่ 5, 6, 9, 10, 13, และ 15

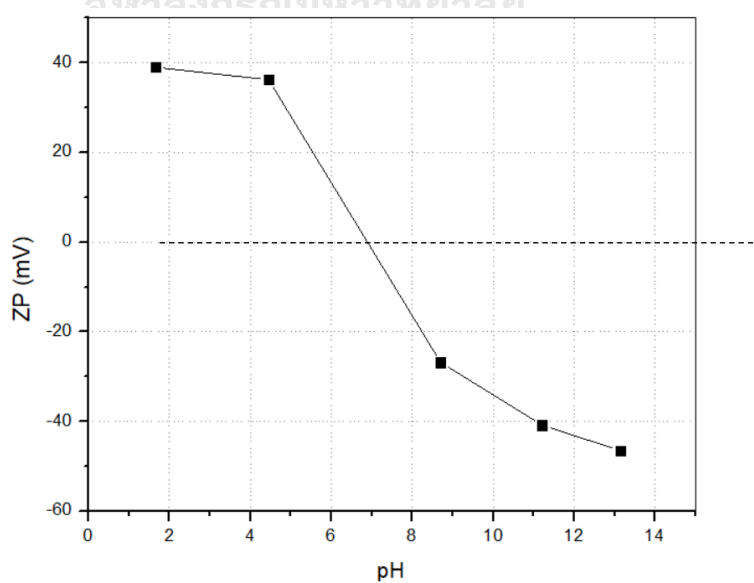
ภาคผนวก ข

คุณสมบัติสารละลายคอลลอยด์ TiO_2

จากการวัดค่าการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของสารละลายคอลลอยด์ของ TiO_2 ที่เตรียมได้ โดยเครื่อง Zetasizer พบว่ามีค่าขนาดเฉลี่ยที่ 36.55 นาโนเมตร แสดงดังภาพที่ ข.1 และค่าศักย์ Zeta ของสารละลายคอลลอยด์ที่ค่า pH ต่างๆ แสดงดังภาพที่ ข.2



ภาพที่ ข.1 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของสารละลายคอลลอยด์ที่เตรียมได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Zetasizer



ภาพที่ ข.2 ค่าศักย์ Zeta ของสารละลายคอลลอยด์ TiO_2 ที่สภาวะ pH ต่างๆ

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	นายปรมินทร์ อัจหาญ
วัน เดือน ปี เกิด	3 กรกฎาคม 2538
สถานที่เกิด	นครปฐม ประเทศไทย
วุฒิการศึกษา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต (วิศวกรรมเคมี) คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
ที่อยู่ปัจจุบัน	62/1205 คอนโดแอสปายเอราวิณ อาคารบี ถนนสุขุมวิท ตำบลปากน้ำ อำเภอเมือง จังหวัดสมุทรปราการ 10270



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY