

บทที่ 3

การดำเนินงานวิจัย

ขั้นตอนการดำเนินการวิจัยครั้งนี้เป็นการศึกษาในห้องปฏิบัติการ โดยทำการทดลองในห้องปฏิบัติการ ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่เพื่อศึกษาถึงปริมาณการเติมพีวีทีที่เหมาะสมต่อเมมเบรนเส้นใยกลวงที่ผลิตจากพีวีดีเอฟ โดยสามารถแบ่งการทดลองออกเป็น 3 ขั้นตอน คือ ขั้นแรกเป็นการผลิตเมมเบรนแบบเส้นใยกลวง ขั้นตอนที่สองเป็นการทดสอบหาคุณสมบัติเบื้องต้นของเมมเบรนแบบเส้นใยกลวงเพื่อใช้บอกคุณสมบัติและสามารถระบุชนิดเมมเบรนที่ผลิตได้ ขั้นตอนที่สามคือการปรับปรุงคุณภาพน้ำผิวดินโดยการนำเมมเบรนมากรองน้ำดิบซึ่งสามารถอธิบายประสิทธิภาพการกรองน้ำของเมมเบรนแบบเส้นใยกลวง ซึ่งขั้นตอนและวิธีการดำเนินงานวิจัยดังแสดงตามลำดับได้ดังต่อไปนี้

3.1 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

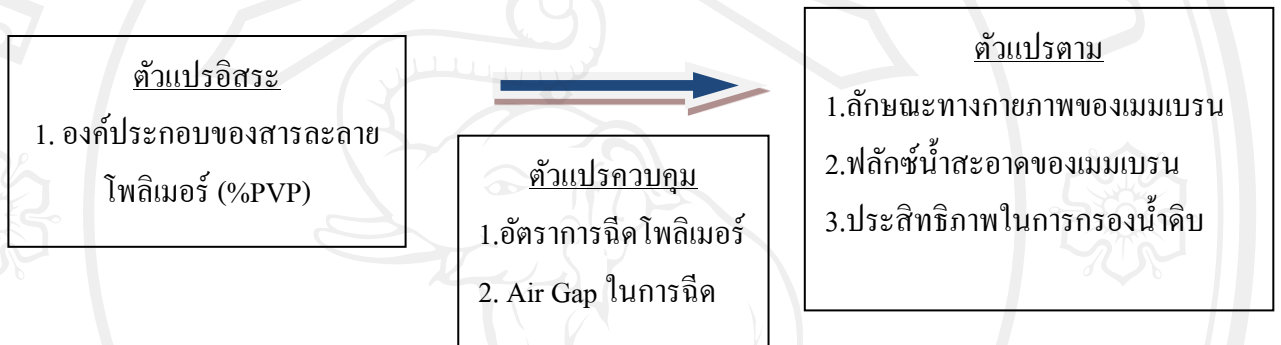
- 1.ขวดแก้วเก็บตัวอย่างสารเคมียี่ห้อ Schott Duran ขนาด 500 มิลลิลิตร
- 2.บิวรีทที่ยี่ห้อ E-mil B.S 846 ขนาด 50 มิลลิลิตร
- 3.ตู้อบ Binder BD 240 ปรับที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส
- 4.เครื่องสูบน้ำ ยี่ห้อ Masterflex Model 77200-60
- 5.Reactor ขนาด 20×20×60 เซนติเมตร ผลิตจากวัสดุอะคริลิกใส
- 6.PVDF (polyvinylidene fluoride) ยี่ห้อ Kynar 720 (supplier: 2 Amconnection)
- 7.สารละลาย DMAc (N-N,Dimethylacetamide) (supplier: Union Science)
- 8.สารเติมแต่ง PVP (Polyvinylpyrrolidone) (supplier: Union Science)
- 9.ถังโพลิเมอร์
- 10.หม้อความดันพร้อมเกจ
- 11.หัวฉีดโพลิเมอร์
- 12.รางตกตะกอนสแตนเลส
- 13.ฟัดโนมิเตอร์ ยี่ห้อ Marienfeld ขนาด 25 มิลลิลิตร
- 14.เครื่องเขย่า ยี่ห้อ Lab. Companion sk 600
- 15.เครื่องวัดพีเอชยี่ห้อ Horiba F-21

16. TOC Model 1010 Wet Oxidation TOC analyser (supplier: O.I Analytical American)

17. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด JEOL: Model JSM -5910 LV 15kV คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

3.2 ขั้นตอนและวิธีการทำการทดลอง

ตัวแปรที่พิจารณาในขั้นตอนการผลิตเมมเบรนแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 0.1 ตัวแปรอิสระ ตัวแปรควบคุม และตัวแปรตาม ที่ใช้ในการศึกษานี้

3.3 การผสมโพลีเมอร์ ตัวทำละลาย และสารเติมแต่ง

วัสดุโพลีเมอร์ที่ใช้ในการผลิตเมมเบรนเส้นใยกลางเป็นชนิดโพลีไวนิลิดีนฟลูออไรด์ปริมาณ 20 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ในตัวทำละลายชนิดไดเมทิลอะเซตาไมด์และมีการปรับเปลี่ยนสัดส่วนของสารเติมแต่งพีวีพีเป็น จากไม่มีการเติมพีวีพี (No-PVP) เติมพีวีพี 1 เปอร์เซ็นต์ (PVP1) เติมพีวีพี 3 เปอร์เซ็นต์ (PVP3) และ เติมพีวีพี 5 เปอร์เซ็นต์ (PVP5) โดยน้ำหนักดังแสดงในตาราง 3.1 เพื่อศึกษาปริมาณการเติมพีวีพีที่มีผลต่อลักษณะทางกายภาพและประสิทธิภาพในการกรองน้ำดิบของเมมเบรน โดยมีการควบคุมอัตราการฉีดโพลีเมอร์และระยะห่างระหว่างหัวฉีดโพลีเมอร์กับสารช่วยตกตะกอนภายนอกให้มีระยะห่างที่เท่ากันทุกการทดลองและทำการศึกษาผลของการเติมพีวีพีที่มีต่อลักษณะทางกายภาพของเมมเบรนและประสิทธิภาพในการกรองน้ำดิบดังแสดงในรูปที่ 3.1 ซึ่งเป็นไดอะแกรมแสดงตัวแปรอิสระ ตัวแปรควบคุม และตัวแปรตาม ของงานวิจัยชิ้นนี้

ตารางที่ 0.1 อัตราส่วนของโพลิเมอร์ที่ใช้ต่อสารละลายต่อสารเติมแต่ง

Membrane	Polyvinylidene fluoride (%wt)	N-N, Dimethylacetamide (%wt)	Polyvinylpyrrolidone (%wt)
No-PVP	20	80	ไม่มีการเติม
PVP1	20	79	1
PVP3	20	77	3
PVP5	20	75	5

เมื่อได้สารละลายโพลิเมอร์ตามอัตราส่วนที่กำหนดแล้วนำขวดเก็บโพลิเมอร์ไปเก็บไว้ในตู้อบปรับอุณหภูมิที่ 70 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้ 4-6 วัน จะได้สารละลายสีเหลืองอ่อนและสีเหลืองสาเหตุที่สีมีความแตกต่างกันเนื่องจากเวลาที่ใช้ในการละลายของพีวีพีที่ไม่เท่ากันทำให้สารละลายมีสีแตกต่างกัน ดังแสดงรูปที่ 3.2 จากนั้นจึงสามารถนำสารละลายโพลิเมอร์ที่ผสมแล้วไปใช้ในขั้นตอนกระบวนการผลิตได้



รูปที่ 0.2 สารละลายผสมที่ประกอบไปด้วย โพลิเมอร์ ตัวทำละลายและสารเติมแต่ง

3.4 การผลิตเมมเบรนแบบเส้นใยกลางใช้วิธีการเปลี่ยนเฟส

การเตรียมสารละลายโพลิเมอร์ซึ่งเป็นส่วนผสมของโพลิเมอร์ ตัวทำละลายและสารแต่งเติมดังแสดงในตารางที่ 3.1 ซึ่งจะมีการปรับเปลี่ยนอัตราการเติมพีวีพี



นำสารละลายมาทำการฉีดขึ้นรูปโดยใช้อุปกรณ์ที่แสดงในรูปที่ 3.3 ซึ่งประกอบด้วยหัวฉีดโพลิเมอร์ (spinneret) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.7/0.5 มิลลิเมตร แสดงในรูปที่ 3.4 ถึงตกตะกอนและเครื่องม้วนเส้นใยเมมเบรน



ซึ่งสารละลายโพลิเมอร์จะถูกฉีดที่แรงดันเท่ากับ 1.8 บาร์เกจ และมีอัตราการไหลของสารช่วยตกตะกอนภายในเท่ากับ 2 มิลลิลิตรต่อนาที โดยมีระยะห่างของหัวฉีด (air gap) เป็น 5 เซนติเมตร



ปล่อยให้โพลิเมอร์ตกตะกอนในรางน้ำสะอาดแสดงในรูปที่ 3.5 ที่อุณหภูมิห้อง



รูปที่ 0.3 ระบบการผลิตเมมเบรนแบบเส้นใยกลางในห้องปฏิบัติการ



รูปที่ 0.4 หัวฉีดโพลิเมอร์ (spinneret)



รูปที่ 0.5 ขั้นตอนการฉีดขึ้นรูปโพลิเมอร์ลงในรางตกตะกอน

เมื่อได้เมมเบรนเส้นใยกลวงแล้วนำไปแช่ในน้ำสะอาดเป็นเวลา 24 ชั่วโมงเพื่อให้เมมเบรนคงตัว เก็บตัวอย่างเมมเบรนที่ผลิตได้ไว้ในน้ำสะอาดอย่างน้อย 7 วันเพื่อให้เมมเบรนมีการคลายตัว จากนั้นนำมาทำการทดสอบคุณสมบัติเบื้องต้นของเมมเบรนต่อไป

3.5 การทดสอบหาคุณสมบัติเบื้องต้นของเมมเบรนเส้นใยกลวง

การทดสอบหาคุณสมบัติเบื้องต้นของเมมเบรนมีวัตถุประสงค์เพื่อใช้ในการอธิบายประสิทธิภาพของเมมเบรนที่ผลิต และใช้ในการอธิบายชนิดของเมมเบรนด้วย รูปแบบในการทำการทดลองสามารถแบ่งออกเป็น 5 รูปแบบ ได้แก่

3.5.1 การทดสอบหาขนาดรูพรุนที่ใหญ่ที่สุดโดยวิธี Bubble Point Test

นำชิ้นเมมเบรนทั้ง 4 แบบ (No-PVP PVP1 PVP3 และ PVP5) มาตัดเป็นเส้นความยาวเส้นละ 10 เซนติเมตร จำนวน 2 เส้น นำมาซัดด้วยกาวอีพ็อกซีในนิปเปิลขนาด $\frac{1}{4}$ นิ้ว ซึ่ปิดหัวและท้ายของชิ้นเมมเบรนทิ้งไว้ 1 วันรอให้ อีพ็อกซีแห้งจนสนิท

นำโมดูลเมมเบรนต่อกับสายก๊าซแล้วนำไปแช่ในภาชนะที่บรรจุ น้ำสะอาดเป็นเวลา 30 นาทีดังแสดงในรูปที่ 3.6 เพื่อให้แน่ใจว่า น้ำนั้นต้องอยู่เต็มภายในรูพรุนของเมมเบรน จากนั้นค่อยๆเพิ่มความดันของก๊าซสังเกตฟองอากาศที่ลอยขึ้นมา

นำค่าความดันที่ได้นี้มาคำนวณหาขนาดรูพรุนที่มีขนาดใหญ่ที่สุดของเมมเบรน โดยการคำนวณขนาดรูพรุนของเมมเบรนสามารถทำได้โดยใช้ Laplace's Equation



รูปที่ 0.6 ขั้นตอนการทำ Bubble Point Test

3.5.2 การทดสอบหารัศมีรูพรุนเฉลี่ยและความพรุนประสิทธิผลโดยวิธี Gas permeation test

นำเมมเบรนทั้ง 4 แบบ (No-PVP PVP1 PVP3 และ PVP5) มาตัดเป็นเส้นความยาวเส้นละ 10 เซนติเมตร จำนวน 2 เส้น นำมาซีลด้วยกาวอีพ็อกซีในนิปเปิลขนาด ¼ นิ้ว ซีลปิดหัวและท้ายของชิ้นเมมเบรนทิ้งไว้ 1 วันรอให้อีพ็อกซีแห้งจนสนิท



นำโมดูลเมมเบรนมาต่อเข้ากับเกจวัดความดันแบบละเอียดและต่อกับวาล์วปรับระดับของถังก๊าซ โดยนำด้านหัวของโมดูลเมมเบรนต่อเข้ากับถังสแตนเลสที่มีท่อลำเลียงก๊าซที่ผ่านจากเส้นเมมเบรนไปยังบิวเรทที่บรรจุน้ำสบู่



ทำการปรับแรงดันด้วยวาล์วถังก๊าซโดยให้เพิ่มขึ้นจาก 0.1 ถึง 1.0 บาร์ เกจ ที่อุณหภูมิห้อง ใช้นาฬิกาจับเวลาความเร็วของฟองน้ำสบู่ที่ลอยตัวอยู่ในบิวเรทในระยะทางที่กำหนด แล้วทำการบันทึกเวลาของเมมเบรนทั้ง 4 แบบ

เมื่อได้ค่าเวลาความเร็วของฟองน้ำสบู่ที่ลอยตัวอยู่ในบิวเรทในระยะทางที่กำหนดแล้ว สามารถนำไปคำนวณหาค่ารัศมีรูพรุนเฉลี่ยได้ดังสมการ (Khayet and Matsuura,2001)

$$B = \frac{4}{3} \left(\frac{2}{\pi MRT} \right) 0.5 \times \frac{r\varepsilon}{Lp} + \frac{Pm}{8\mu RT} \frac{r^2 \varepsilon}{Lp} = I_0 + S_0 Pm$$

โดยที่ B = ค่าการซึมผ่านของก๊าซ (mol/m² s Pa)

S₀ = ความชันของกราฟของค่าการซึมผ่านของก๊าซกับค่าความดันเฉลี่ย (mol/m² s Pa²)

I₀ = ค่าจุดตัดแกน Y (mol/m² s Pa)

R = ค่าคงที่ของก๊าซ (J/mol K)

T = ค่าอุณหภูมิ (K)

M = ค่ามวลโมเลกุล (kg/kmol)

P_m = ค่าความดันเฉลี่ย (Pa)

Lp = ค่าความคดเคี้ยวของเมมเบรน (m⁻¹)

μ = ค่าความหนืดของก๊าซ (kg/m s)

เมื่อคำนวณหาค่าการซึมผ่านของก๊าซได้แล้วนำค่าการซึมผ่านของก๊าซกับค่าความดันเฉลี่ยไปพล็อตกราฟเพื่อหาค่าความชันของกราฟของค่าการซึมผ่านของก๊าซกับค่าความดันเฉลี่ย(S₀) และค่าจุดตัดแกน Y (I₀) ค่าที่ได้สามารถนำมาคำนวณหาค่ารัศมีรูพรุนเฉลี่ยดังสมการ (Khayet and Matsuura,2001)

$$r = \frac{16}{3} \times \frac{S_0}{I_0} \times \left(\frac{8RT}{\pi M} \right)^{0.5} \times \mu$$

ในกรณีความพรุนประสิทธิผลสามารถคำนวณได้ดังสมการ (Khayet and Matsuura,2001)

$$\varepsilon/Lp = \frac{8\mu RT}{r^2} \times S_0$$

3.5.3 การหาความพรุนของเมมเบรน (porosity) ในรูปแบบความพรุนเชิงปริมาตร

ทำได้โดยการชั่งขึ้นเมมเบรนเส้นใยกลวงทั้ง 4 แบบ (No-PVP PVP1 PVP3 และ PVP5) ให้มีน้ำหนักประมาณ 1 กรัม จากนั้นนำขึ้นเมมเบรนเส้นใยกลวงไปแช่ในเอทานอลเป็นเวลา 4 ชั่วโมงภายในขวดวัดความถ่วงจำเพาะ (pycnometer) จากนั้นทำการชั่งน้ำหนักเมมเบรนและทำการบันทึกข้อมูล



นำเมมเบรนที่ชั่งน้ำหนักเสร็จแล้วมาอบที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมงเพื่อให้แน่ใจว่าเอทานอลระเหยออกจากรูพรุนของเมมเบรนหมดแล้วทิ้งไว้ให้เย็นจากนั้นนำเมมเบรนแช่ในน้ำเป็นเวลา 4 ชั่วโมงภายในขวดวัดความถ่วงจำเพาะ (pycnometer) ทำการชั่งน้ำหนักเมมเบรนและทำการบันทึกข้อมูล



นำข้อมูลน้ำหนักของเมมเบรนที่แช่ในน้ำกับข้อมูลน้ำหนักของเมมเบรนที่แช่ในเอทานอลมาหาค่าน้ำหนักที่หายไปของเอทานอล

จากนั้นคำนวณค่าความพรุนเชิงปริมาตรของเมมเบรนได้จากสูตร

$$\varepsilon = \frac{\Delta m}{\rho \cdot \Delta v} \quad (3-1)$$

โดยที่

ρ คือ ความหนาแน่นของเอทานอล(กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

Δm คือ น้ำหนักของเมมเบรนที่เปลี่ยนแปลง (กรัม)

Δv คือ ปริมาตรของเอทานอลที่เปลี่ยนแปลง (มิลลิลิตร)

3.5.4 การทดสอบปลั๊กซ์น้ำสะอาดของเมมเบรนเส้นใยกลวง

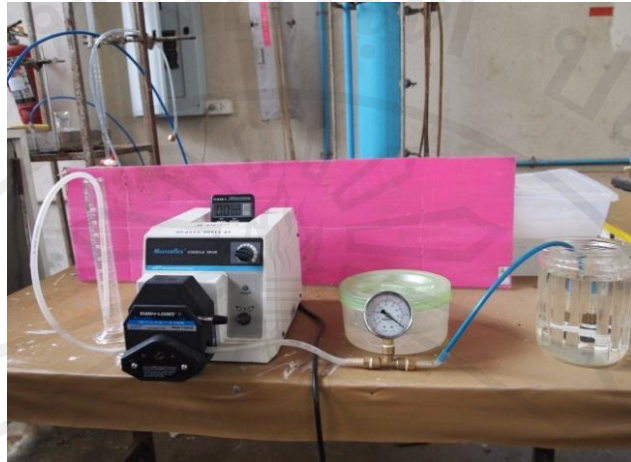
นำเมมเบรนที่ผลิตขึ้นทั้ง 4 แบบจะถูกนำมาชั่งรวมกันเป็นโมดูล โดยที่ 1 โมดูลจะมีเมมเบรนทั้งหมด 9 เส้นแต่ละเส้นยาว 15 เซ็นติเมตร



นำโมดูลเมมเบรนต่อเข้ากับสายยางโดยที่ด้านขวาเป็นถังบรรจุน้ำสะอาด ส่วนด้านซ้ายเป็นกระบอกตวงดังแสดงในรูปที่ 3.7 วัดปริมาตรน้ำที่กรองผ่านเมมเบรน โดยมีปั๊มรีดเป็นตัวเดินระบบ



เดินระบบปั๊มรีดที่ความดัน 26.66 กิโลปาสกาล 29.33 กิโลปาสกาล 33.33 กิโลปาสกาล 36.00 กิโลปาสกาล และ 40.00 กิโลปาสกาล ตามลำดับ จับเวลา 1 ชั่วโมงในการกรองน้ำสะอาดผ่านเมมเบรนแล้ว บันทึกข้อมูล



รูปที่ 0.7 ขั้นตอนการทดสอบหาค่าฟลักซ์น้ำสะอาด

3.5.5 วิเคราะห์พื้นผิวของเมมเบรนโดยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM)

ตัดเมมเบรนเป็นชิ้นเล็กๆ โดยตัดเมมเบรนทั้ง 4 แบบ (No-PVP PVP1 PVP3 และ PVP5) ให้มีความยาวประมาณ 1 เซนติเมตรจากนั้นนำชิ้นเมมเบรนที่ตัดแล้วไปแช่ในไนโตรเจนเหลวประมาณ 30 วินาที และทำการหักชิ้นเมมเบรนให้มีขนาด 0.5 เซนติเมตร



นำชิ้นเมมเบรนมาติดกับวางบนฐานรองด้วยกาว จากนั้นนำไปทำการเคลือบทองแล้วจึงนำไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด โดยจะทำการวิเคราะห์ภาพตัดขวางของเมมเบรน พื้นผิวภายนอกและพื้นผิวภายในของเมมเบรนที่ผลิตทั้ง 4 แบบ

3.5.6 ทดสอบความดันสูงสุดที่เมมเบรนสามารถรับได้

นำเมมเบรนที่ผลิตได้ทั้ง 4 แบบ (No-PVP PVP1 PVP3 และ PVP5) ตัดที่ความยาว 10 เซนติเมตร จำนวน 2 เส้น นำมาซึลด้วยกาวอีพ็อกซี่ในนิตเปิลขนาด ¼ นิ้ว ซึลปิดหัวและท้ายของชิ้นเมมเบรนทิ้งไว้ 1 วันรอให้อีพ็อกซี่แห้งจนสนิท



นำด้านท้ายของโมดูลมาต่อเข้ากับเกจวัดความดันแบบละเอียดและต่อกับวาล์วตั้งก๊าซดังแสดงในรูปที่ 3.8 จากนั้นค่อยๆปรับแรงดันโดยเริ่มจาก 0.1 บาร์เกจ เป็นต้นไป แล้วทำการจดบันทึกความดันที่ทำให้เมมเบรนเกิดการฉีกขาด



รูปที่ 0.8 ขั้นตอนการทดสอบหาความดันสูงสุดที่เมมเบรนรองรับได้

3.6 การนำเมมเบรนไปใช้ในการผลิตน้ำสะอาด

โมดูลเมมเบรนที่มีขนาดความยาว 15 เซ็นติเมตร จำนวน 9 เส้นวางไว้บนโครงสแตนเลสในถังที่บรรจุน้ำดิบ โดยโมดูลเมมเบรนต่อกับสายยางที่มีความยาวประมาณ 1 เมตร เข้ากับปั๊มรีดโดยปรับความดันอยู่ที่ 33.33 กิโลปาสกาล ดังแสดงในรูปที่ 3.9



การเดินระบบใช้เวลา 7 นาที หยุด 1 นาทีเพื่อให้เมมเบรนเส้นใยกลวงมีการคลายตัว และ มีการเติมอากาศมากเกินไปในทุกการทดลอง



รูปที่ 3.9 ขั้นตอนการกรองน้ำดิบจากธรรมชาติ

3.7 การวิเคราะห์คุณภาพน้ำ

ในการนำเมมเบรนมาใช้ในกระบวนการกรองน้ำดิบจากธรรมชาติจำเป็นต้องทำการวัดค่าพารามิเตอร์เพื่อใช้ในการบ่งบอกประสิทธิภาพการกรองของเมมเบรนแบบเส้นใยกลางที่ผลิตขึ้นโดยกำหนดค่าพารามิเตอร์และวิธีที่ทำการวิเคราะห์ตามตารางที่ 3.2

ตารางที่ 0.2 พารามิเตอร์ของระบบกรองไมโครฟิลเตรชันของน้ำที่เข้าและออกจากระบบ

พารามิเตอร์	ความถี่ในการวิเคราะห์	วิธีวิเคราะห์
ความขุ่น (เอ็นทียู)	ทุกการทดลอง	Nephelometric
ของแข็งแขวนลอย (มก./ล.)	ทุกการทดลอง	Gravimetric
สีในน้ำ (Pt-Co unit)	ทุกการทดลอง	Spectrophotometer/single Beam
ซีโอดี(มก./ล.)	ทุกการทดลอง	Open Reflux method
เอฟซีโอดี (มก./ล.)	ทุกการทดลอง	Open Reflux method
ทีโอซี (มก./ล.)	ทุกการทดลอง	Wet-Oxidation Method
พีเอช	ทุกการทดลอง	pH Meter
แคลเซียมไอออน(มก./ล.ในรูปของ หินปูน)	ทุกการทดลอง	Titrimetric Method
คลอไรด์ไอออน (มก./ล.)	ทุกการทดลอง	Argentometric Method
แบคทีเรียกลุ่มโคลิฟอร์ม ทั้งหมดและฟิโคดโคลิฟอร์ม	ทุกการทดลอง	MPN Index

(APHA 1985) *Standard Methods the Examination of Water and Wastewater*