



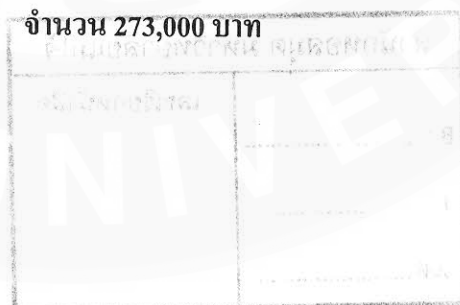
รายงานผลการวิจัย

เรื่อง การเตรียมเยื่อเลือกผ่านพอลิซัลโฟนและพอลิไอมิด์ที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอนสำหรับการแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ออกจากก๊าซมีเทน

**Preparation of Polysulfone/Polyimide Carbonnanotube
Nanocomposite Membranes for CO₂/CH₄ Separation**

ได้รับการจัดสรรงบประมาณวิจัย ประจำปี 2558

จำนวน 273,000 บาท



หัวหน้าโครงการ วัฒณ์ สร้อยทอง

งานวิจัยเสร็จสิ้นสมบูรณ์

30 สิงหาคม 59

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยเรื่อง การเตรียมเยื่อเลือกผ่านพอลิซัลโฟนและพอลิไอมิด์ที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอนสำหรับการแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ออกจากก๊าซมีเทน (Preparation of Polysulfone/Polyimide Carbonnanotube nanocomposite Membranes for CO₂/CH₄ Separation) ได้ดำเนินการ และสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี โดยได้รับทุนอุดหนุนการทำวิจัยจากสำนักวิจัยและส่งเสริมวิชาการการเกษตร มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ประจำปีงบประมาณ 2558 ผู้วิจัยขอขอบคุณ สาขาวิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ที่อนุเคราะห์เรื่องสถานที่และอุปกรณ์ที่ใช้ในการดำเนินการวิจัยให้เสร็จสมบูรณ์

ธวัฒน์ สร้อยทอง
ผู้วิจัย

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	
สารบัญ	ก
สารบัญภาพ	ข
สารบัญตาราง	ง
บทคัดย่อ	1
คำนำ	4
วัตถุประสงค์ของการวิจัย	7
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	7
การตรวจเอกสาร	8
ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	20
อุปกรณ์และวิธีการวิจัย	22
ผลการวิจัยและวิจารณ์ผลการวิจัย	33
สรุปผลการวิจัย	45
เอกสารอ้างอิง	46
ภาคผนวก	50

ภาพที่	เนื้อหา	หน้า
ภาพที่ 1	สูตรโครงสร้างของพอลิซัลโฟน	8
ภาพที่ 2	สูตรโครงสร้างของพอลิไอไมด์	9
ภาพที่ 3	แสดงโครงสร้างของ (a) แกรไฟต์ (b) ท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังชั้นเดียว (c) ท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น	10
ภาพที่ 4	แสดงการแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์จากก๊าซมีเทนด้วยเทคนิคเมมเบรน	11
ภาพที่ 5	แสดงการแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์จากก๊าซมีเทนด้วยเทคนิคเมมเบรน พฏิกิริยาความเค้นความเครียดของพอลิเมอร์กราฟ A แสดงพฤติกรรมแบบเปราะกราฟ B แสดงพฤติกรรมแบบพลาสติกและกราฟ C แสดงพฤติกรรมแบบอิลาสติกทั้งหมด (อิลาสโตเมอร์)	13
ภาพที่ 6	การเปลี่ยนแปลงของยูนิตเซลล์เมื่อได้รับแรงกระทำ	13
ภาพที่ 7	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นกับความเครียดของวัสดุทั่วไป	15
ภาพที่ 8	แผนภาพส่วนประกอบหลักที่สำคัญที่ประกอบขึ้นเป็น	16
ภาพที่ 9	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	17
ภาพที่ 10	อันตรกิริยาที่สำคัญที่เกิดขึ้นบนชิ้นงานที่จะนำมาใช้ในการแปรสัญญาณ	17
ภาพที่ 11	ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	17
ภาพที่ 12	เทอร์โมแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย DSC	18
ภาพที่ 13	แผนภาพแสดงส่วนประกอบหลักของเครื่อง DSC	19
ภาพที่ 14	แผนภาพแสดงส่วนประกอบของเครื่อง FT-IR	20
ภาพที่ 15	ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน 6FDA-ODA พอลิไอไมด์	24
ภาพที่ 16	4,4'-(เฮกซะฟลูออโรไอโซโพรพิลิดีน)ดิฟาลิกแอนไฮไดร (6FDA)	24
ภาพที่ 17	4, 4'-ออกซิดิแอนนาซีน (ODA)	25
ภาพที่ 18	1-เมทิล-2-ไพโรไลดีโนน (NMP)	25
ภาพที่ 19	การกวนผสมสารละลายภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน	26
ภาพที่ 20	สารละลายกรดพอลิเอมิก (polyamic acid (PAA))	26
ภาพที่ 21	สารละลายพอลิซัลโฟน	27
ภาพที่ 22	สารละลายพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอไมด์ (PSF/PI)	27
ภาพที่ 23	หล่อแผ่นฟิล์ม	29
ภาพที่ 24	แผ่นฟิล์มเมมเบรน	30
ภาพที่ 25	เครื่อง Fourier Transform-Infrared Spectroscopy-Microscope (FTIR- Microscope)	30

สารบัญภาพ (ต่อ)

	หน้า
ภาพที่ 24 เครื่อง Differential Scanning Calorimetry (DSC)	31
ภาพที่ 25 เครื่องทดสอบความทนแรงดึง	32
ภาพที่ 26 เครื่องทดสอบลักษณะพื้นผิวของฟิล์มวัสดุ	32
ภาพที่ 27 กราฟ DSC แสดงอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของฟิล์มพอลิไอมิด์ พอลิซัลโฟน และพอลิเมอร์ผสม	33
ภาพที่ 28 กราฟ TGA ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัย คุณสมบัติทางความร้อนฟิล์มพอลิไอมิด์ พอลิซัลโฟนและพอลิเมอร์ผสม	34
ภาพที่ 29 แสดงผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของเมมเบรนพอลิซัลโฟน พอลิไอมิด์ และพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอมิด์	35
ภาพที่ 30 แสดงผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของเมมเบรนพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอมิด์ และเมมเบรนพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอมิด์ที่เสริมด้วยท่อนาโนคาร์บอน	36
ภาพที่ 31 แสดงลักษณะภาพพื้นผิวและภาพตัดขวางของเมมเบรน (ก) พอลิไอมิด์ และ (ข) พอลิซัลโฟน	37
ภาพที่ 32 แสดงลักษณะภาพพื้นผิวและภาพตัดขวางของเมมเบรนพอลิซัลโฟนผสมพอลิ ไอมิด์	38

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 1 สารเคมี และวัสดุที่ใช้ในการวิจัย	22
ตารางที่ 2 แสดงอัตราส่วนผสมของสารตั้งต้นในการสังเคราะห์พอลิไอไมด์	25
ตารางที่ 3 แสดงอัตราส่วนผสมของสารละลายพอลิซิลโฟนต่อพอลิไอไมด์	28
ตารางที่ 4 แสดงอัตราส่วนสารละลายพอลิซิลโฟนผสมพอลิไอไมด์ (80:20) ที่เสริมด้วยท่อนาโนคาร์บอน	28
ตารางที่ 5 แสดงผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อน	34
ตารางที่ 6 แสดงผลการวิเคราะห์อุณหภูมิการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน	36
ตารางที่ 7 ผลการทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ CO_2 และ CH_4	43
ตารางที่ 8 ค่าการทนแรงดึงและเปอร์เซ็นต์การยืดของแผ่นฟิล์มเมมเบรน	44

การเตรียมเยื่อเลือกผ่านพอลิซัลโฟนและพอลิไอมิด์ที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโน
คาร์บอนสำหรับการแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ออกจากก๊าซมีเทน
Preparation of Polysulfone/Polyimide Carbonnanotube
nanocomposite Membranes for CO₂/CH₄ Separation

ธวัฒน์ สร้อยทอง
Tawat Soitong

คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ จังหวัดเชียงใหม่

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้เป็นการเป็นการศึกษาการสังเคราะห์พอลิไอมิด์จาก 4,4-(hexafluoroisopropylidene) diphthalic anhydride (6FDA) และ 4,4-Oxydianiline (ODA) ใช้ 1-Methyl-2-pyrrolidone (NMP) เป็นตัวทำละลาย โดยมีขั้นตอนดังนี้ ขั้นตอนแรกละลาย ODA ด้วย NMP ในขวดสามคอภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน คนจนละลาย เติมสาร 6FDA คนตลอดเวลาเป็นเวลา 24 ชั่วโมงเพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์จะได้สารละลายพอลิกรดเอมิก หลังจากนั้นนำไปกรองด้วยตัวกรองขนาด 0.45 ไมโครเมตร และหล่อฟิล์มบนแผ่นแก้ว สำหรับพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอมิด์ ในอัตราส่วน 90:10, 80:20, 70:30 โดยน้ำหนักเตรียมโดยใช้สาร NMP เป็นตัวทำละลาย สำหรับเมมเบรนผสมพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอมิด์ ที่เสริมด้วยท่อนาโนคาร์บอนจะทำการผสมท่อนาโนคาร์บอนในปริมาณ 0.1-1.0 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ขั้นตอนสุดท้ายเป็นขั้นตอนการให้ความร้อนใช้ความร้อนที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง 115 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 210 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และ 270 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ก็จะได้แผ่นฟิล์มเมมเบรนที่มีลักษณะใส นำแผ่นฟิล์มเมมเบรนที่ได้ไปศึกษาหาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FTIR) การศึกษาสัญญาณวิทยาด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (DSC) การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (TGA) การศึกษาการซึมผ่านของก๊าซ และการศึกษาสมบัติเชิงกล ผลจากเทคนิค FTIR พบว่าพอลิไอมิด์ที่สังเคราะห์ได้มีการดูดกลืนแสงในช่วง 1783 cm^{-1} (C=O การยืดแบบไม่สมมาตร) 1726 cm^{-1} (C=O การยืดแบบสมมาตร) 1370 cm^{-1} (C-N การยืด) and 721 cm^{-1} (C=O การงอ) โดยพอลิซัลโฟนจะมีการดูดกลืนแสงเด่นชัดในช่วง $1000-1100\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นส่วนของพันธะ O=S=O ในพอลิซัลโฟน สำหรับพอลิซัลโฟน/พอลิไอมิด์มีอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว และการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักด้วยความร้อนสูงขึ้นเนื่องจากพอลิไอมิด์ที่เติมลงไปมีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดี นอกจากนั้นการเติมท่อนาโนคาร์บอนยังทำให้เสถียรภาพทางความร้อนของเมมเบรนเพิ่มขึ้น สำหรับค่าการซึมผ่านของก๊าซ CH₄ ของพอลิซัลโฟนมีค่าลดลงจาก 0.613 Barrer

เหลือ 0.542 Barrer เมื่อเติมพอลิไอไมด์ลงไป 20% โดยน้ำหนัก แต่เมื่อเสริมด้วยท่อนาโนคาร์บอนพบว่าอัตราการซึมผ่านของก๊าซเพิ่มขึ้น แต่อย่างไรก็ตามอัตราการแยกของก๊าซน้อยลง สำหรับความทนแรงดึงพบว่าค่าความทนแรงดึงของเมมเบรนผสมมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับพอลิซิลิโคน อย่างไรก็ตามเมื่อเสริมด้วยท่อนาโนคาร์บอนพบว่าค่าแรงดึงลดลง อาจเกิดจากการที่มีช่องว่างระหว่างพอลิเมอร์และท่อนาโนคาร์บอน

คำสำคัญ: พอลิไอไมด์, พอลิซิลิโคน, เมมเบรน, มีเทน, ท่อนาโนคาร์บอน

Abstract

In this work, Copolyimides were prepared from one-step polymerization of 6FDA (4,4'-(Hexafluoroisopropylidene)diphthalic anhydride) and ODA (4-Aminophenyl ether). The typical procedure is as follow: firstly, ODA and NMP (N-Methyl-2-pyrrolidone) were added in a three-necked round-bottomed flask equipped with a nitrogen balloon. After the ODA had been fully dissolved, 6FDA was added to the mixture. The reaction lasted 24 hours under a nitrogen atmosphere at room temperature and formed a viscous transparent poly(amic acid) intermediate. Then, the poly(amic acid) was filtrated using a 0.45 μm filter and coated onto a clean glass plate. Different blends of polyimide/polysulfone (90:10, 80:20, 70:30 by weight) were prepared in NMP. Mix matrix membrane were prepare form polyimide/poysulfone (80:20 by weight) solution filled with 0.1-1.0 weight percent of carbon nanotube .Finally, the film was heated through various stages in oven to remove the solvent and the water formed. The heating procedure was 85 °C for 0.5 h, 115 °C for 0.5 h, 150 °C for 0.5 h, 180 °C for 1 h, 210 °C for 1 h, and 270 °C for 1 h. A tough transparent film was obtained. The membranes were characterized by using Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), Scanning electron microscopy (SEM), Differential scanning calorimetry (DSC), Thermal gravimetric analysis (TGA), gas permeation measurements CO₂ and CH₄ and tensile properties. The structure of the polyimides was confirmed by using FTIR spectroscopy. The FTIR spectra of the polyimide films showed the absorption bands at about 1783 cm^{-1} (C=O asymmetric stretching), 1726 cm^{-1} (C=O symmetric stretching), 1370 cm^{-1} (C-N stretching) and 721 cm^{-1} (C=O bending), which are characteristic for imide rings. The structure of the polysulfone/polyimide showed the bands at 1000–1100 cm^{-1} is related to O=S=O bound of polysulfone. The glass transitions temperature and degradation temperature was increased by increasing the polyimide to polysulfone because of high thermal stability of polyimide. The membrane containing carbon nanotube thermal properties was increased. With pure sulfone membrane, CH₄ permeability decreased from 0.613 Barrer for membrane without polyimide to 0.542 Barrer for membranes polyiminde/polysulfone 80:20 by weight. However the CH₄ permeability of membranes polyiminde/polysulfone increased by increasing the carbon nanotube with low selectivity. Tensile properties was investigated. It was found that tensile strength of membranes polyiminde/polysulfone was increased compared with polysulfone. However in the membranes polyiminde/polysulfone with carbon nanotube the strength was decreased because of the interfacial void between polymer and corbon nanotube.

Key words: Polyimide, Polysulphone, Membrane, Methane, Carbon nanotube

คำนำ

การใช้พลังงานในปัจจุบันนี้กำลังเป็นปัญหาใหญ่สำคัญสำหรับโลกของเราเนื่องจากเชื้อเพลิงฟอสซิล หรือน้ำมันปิโตรเลียม ซึ่งเป็นแหล่งพลังงานหลักกำลังจะหมดไปในไม่ช้า (Dewil และคณะ 2006) ซึ่งพลังงานหมุนเวียนเป็นแหล่งพลังงานที่ได้รับความสนใจในการนำมาใช้ทดแทน ไม่ว่าจะเป็นพลังงานจากแสงอาทิตย์ พลังงานจากลม หรือชีวมวล ซึ่งต้องอาศัยเทคโนโลยีในการเปลี่ยนรูป หรือปรับปรุงให้เหมาะสมสำหรับการนำไปใช้ประโยชน์ต่อไป ก๊าซชีวภาพ (Biogas) เป็นพลังงานสะอาดที่เกิดจากการนำของเสียจากสัตว์ โรงงานอุตสาหกรรม โดยก๊าซชีวภาพ หมายถึงก๊าซที่ได้จากการย่อยสลายสารอินทรีย์ในสภาวะที่ไม่ใช้อากาศด้วยแบคทีเรีย โดยแบคทีเรียจะทำหน้าที่ย่อยสลายสารอินทรีย์ให้มีขนาดเล็กลง (Ryckebosch และคณะ 2011, Hagen และคณะ 2001) โดยขั้นตอนสุดท้ายของการย่อยสลายจะได้ผลผลิตเป็น ก๊าซมีเทน (methane, CH_4) ประมาณ 40-75% ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (carbon dioxide, CO_2) ประมาณ 15-60% และก๊าซอื่นๆ เช่น ไอน้ำ (water vapor) 5-10% ก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ (hydrogen sulfide, H_2S) 0.005-2% แอมโมเนีย (ammonia, NH_3) <1% และอื่นๆ ในปริมาณเล็กน้อย โดยก๊าซมีเทนซึ่งเป็นก๊าซติดไฟ และสามารถนำไปใช้เป็นพลังงานทดแทนได้ โดยก๊าซชนิดอื่นๆเป็นก๊าซที่ไม่ติดไฟ (กรมโรงงานอุตสาหกรรม, 2553) โดยก๊าซมีเทนจะเป็นก๊าซที่ให้พลังงานความร้อนสูง แต่อย่างไรก็ตามเมื่อมีปริมาณก๊าซชนิดอื่นๆอยู่มากจะทำให้เมื่อนำไปใช้งานเป็นเชื้อเพลิงสำหรับหม้อน้ำ หรือน้ำร้อน เป็นเชื้อเพลิงสำหรับรถยนต์ก๊าซโซลีน จะส่งผลให้การจุดติดไฟยาก อายุการใช้งานของอุปกรณ์จะสั้นลงเนื่องจากการกัดกร่อน เครื่องยนต์สตาร์ทติดยาก และน้ำมันเครื่องสกปรก ดังนั้นจึงมีความจำเป็นต้องกำจัดก๊าซชนิดต่างๆ และความชื้นก่อนการนำก๊าซชีวภาพไปใช้งาน

โดยเฉพาะปริมาณคาร์บอนไดออกไซด์ผสมอยู่มากจะทำให้พลังงานความร้อนของก๊าซชีวภาพลดลง การติดไฟยากขึ้น และลูกไหม้ข้างลงจนเป็นเหตุให้เกิดการเผาไหม้ไม่หมดในห้องเผาไหม้ (Cavenati และคณะ, 2006) การกำจัดหรือแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ออกจากระบบเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของก๊าซชีวภาพ และลดการกัดกร่อนของท่อ หรือภาชนะบรรจุก๊าซเมื่อมีความชื้นในระบบ เนื่องจากก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์เมื่อละลายน้ำจะมีสภาพเป็นกรดคาร์บอนิก (H_2CO_3) (Baker, 2002) ซึ่งมีฤทธิ์ในการกัดกร่อนวัสดุต่างๆ โดยการกำจัดก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์สามารถทำได้หลายวิธีได้แก่

1. *Water Scrubber Technology* เป็นกระบวนการแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์โดยการโดยการดูดซับก๊าซชีวภาพผ่านหอดูดซับด้วยน้ำความดันสูงและอุณหภูมิต่ำ ในการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ใช้หลักการด้านความสามารถในการละลายน้ำที่ดีของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ในน้ำความดันสูงและอุณหภูมิต่ำ ข้อดีของกระบวนการนี้คือ การได้ก๊าซมีเทนที่มีความบริสุทธิ์สูง แต่ต้องใช้น้ำมากและพลังงานในการลดอุณหภูมิของน้ำ ต้องต้องการความดันที่สูง

2. *Pressure Swing Adsorption (PSA) Technology* เป็นกระบวนการแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ออกจากก๊าซมีเทนด้วยการเปลี่ยนความดัน ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์จะถูกดูดซับบนพื้นผิวของของแข็งที่มีรูพรุน ที่บรรจุอยู่ในกระบอกดูดซับโดยอาศัยความแตกต่างของแรงดัน ระบบจะดูดซับก๊าซ

คาร์บอนไดออกไซด์ และน้ำไว้ที่พื้นผิววัสดุดูดซับได้ดีเป็นพิเศษ ข้อดีของกระบวนการนี้คือ การได้ก๊าซมีเทนที่มีความบริสุทธิ์สูง แต่ขั้นตอนการดำเนินการยุ่งยาก ต้องมีการใช้พลังงานในการ เพิ่มและลดความดันของก๊าซชีวภาพ

3. *Chemical Absorption Technology* เป็นเทคโนโลยีการแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ โดยให้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ละลายในสารละลายต่าง Amine อาศัยความแตกต่างด้านความสามารถในการละลายของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และก๊าซมีเทนในสารละลายต่าง Amine เช่น Monoethanolamine (MEA, R-NH₂) หรือ Diethanolamine (DEA) เป็นต้น

ปฏิกิริยาดังสมการ



ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์จะทำปฏิกิริยากับต่างเอมีน ดังสมการที่แสดงข้างต้น ระหว่างการดูดซึมก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ข้อดีของกระบวนการนี้คือ การกักเก็บก๊าซได้อย่างจำเพาะเจาะจง โดยไม่ต้องใช้ความดันสูง และทำให้ได้ก๊าซที่บริสุทธิ์สูงกว่าทุกๆกระบวนการ แต่อย่างไรก็ตามค่าสารเคมีก็มีราคาสูง และต้องใช้พลังงานสูงในการเปลี่ยนอุณหภูมิของต่างให้เกิดการดูดและคายก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์

4. *Membrane Separation Technology* เป็นเทคโนโลยีการกักเก็บก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์โดยการเลือกซึมผ่านและแพร่ผ่านเมมเบรน หลักการโดยทั่วไปของเทคนิคการแยก คือ การเลือกซึมผ่าน (Selective Permeation) ในกระบวนการกักเก็บก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์นั้น ก๊าซชีวภาพจะถูกเพิ่มความดันและกักเก็บสิ่งเจือปน อื่น เช่น น้ำ ความชื้น และก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ออกก่อน และป้อนเข้าสู่ชุดเมมเบรน (ส่วนใหญ่เป็นชนิด Hollow fiber) โดยก๊าซชีวภาพที่ความดันสูงจะอยู่ด้านในของ Hollow fiber ซึ่ง CO₂ และ H₂S จะสามารถแพร่ผ่านแผ่นเมมเบรนได้ดีกว่า CH₄ N₂ และ O₂ ดังนั้น ด้านใน Hollow fiber จะมีก๊าซมีเทนที่เข้มข้นขึ้น ขณะที่ด้านนอกของ Hollow fiber ซึ่งอยู่ในฝั่งความดันต่ำ (เกือบความดันบรรยากาศ) จะมีความเข้มข้นของ CO₂ สูงกว่า และจะถูกปล่อยทิ้งไป โดยข้อดีของวิธีนี้คือใช้พื้นที่น้อย ใช้พลังงานในการเพิ่มความดันไม่มาก เพราะสามารถใช้ความดันของระบบได้ มีอายุการใช้งานยาวนาน แต่อย่างไรก็ตามการได้ผลผลิตก๊าซมีเทนต่ำกว่าวิธีอื่นๆ ลง (Ryckebosch และคณะ 2011, Hagen และคณะ 2001) โดยผลผลิตของก๊าซชีวภาพที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพเราจะเรียกว่า ไบโอแก๊ส (Biogas) ซึ่งจะมีปริมาณก๊าซมีเทนประมาณ 95-97% ซึ่งจะเหมาะกับการนำไปใช้ประโยชน์ได้โดยไม่เกิดปัญหาต่อระบบ

พอลิเมอร์เมมเบรน (Polymer membrane) หรือ เยื่อเลือกผ่านชนิดพอลิเมอร์มีความสามารถในการเลือกผ่านองค์ประกอบหนึ่งจากองค์ประกอบที่ผสมรวมกันอยู่ซึ่งได้รับความสนใจจากนักวิจัยจำนวนมาก

เนื่องจากก๊าซชีวภาพที่ผลิตได้ มีจะมีความดันสูง 2000-3600 kPa (Ryckebosch และคณะ 2011) โดยสารผสม CO_2/CH_4 จำเป็นจะต้องถูกแยกออกจากกัน (หรือการกำจัดก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์) ที่ความดันนี้ ซึ่งก๊าซ CO_2 จะมีพฤติกรรมคล้ายสาร plasticizer ซึ่งจะส่งผลให้พอลิเมอร์เมมเบรนแปรสภาพจากแข็งเปราะเป็นเหนียวยืดหยุ่น ทำให้ความแข็งแรงของเมมเบรนเปลี่ยนไป และจะลดประสิทธิภาพในการคัดแยกก๊าซออกจากกัน (Baker, 2002) มีพอลิเมอร์หลายๆ ชนิดที่นักวิจัยนิยมนำมาสร้างเป็นเมมเบรนสำหรับการคัดแยกก๊าซชีวภาพ โดย Polyimide (PI) เป็นพอลิเมอร์ที่มีคุณสมบัติเหมาะสมในการนำมาใช้เป็นพอลิเมอร์เมมเบรนเนื่องจากเป็นพอลิเมอร์ที่มีค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g) และอุณหภูมิหลอมเหลว (T_m) ที่สูง ซึ่งเหมาะกับการสร้างเมมเบรนที่มีประสิทธิภาพสูง แต่อย่างไรก็ตาม PI จะเกิดการเปลี่ยนสภาพเป็นวัสดุเหนียวยืดหยุ่นเมื่อสัมผัสกับก๊าซ CO_2 ที่ความดันมากกว่า 800 kPa (Scholes และคณะ, 2003) ปรากฏการณ์การเปลี่ยนสภาพจากวัสดุแข็งเปราะเป็นเหนียวยืดหยุ่นจะส่งผลต่อประสิทธิภาพการคัดแยกก๊าซออกจากกันทำให้เกิดการซึมผ่านของก๊าซ CH_4 ออกไปกับก๊าซ CO_2 ซึ่งเป็นการลดความสามารถในการเลือกซึมผ่านของเมมเบรน (Bos และคณะ, 1998, Bos และคณะ, 2001) ซึ่งเป็นปัญหาที่ต้องทำการปรับปรุง โดยพบว่า Polysulfone (PSF) เป็นพอลิเมอร์ที่มีสมบัติเชิงกล ประสิทธิภาพการแยกก๊าซ และอัตราการซึมต่ำกว่า PI แต่มีสมบัติความทนต่อการเปลี่ยนสภาพเป็นวัสดุเหนียวยืดหยุ่นที่เกิดจากก๊าซ CO_2 ได้ที่ความดันสูงถึง 3000 kPa ซึ่งเหมาะสมในการนำมาพัฒนาเป็นพอลิเมอร์เมมเบรน ดังนั้นพอลิเมอร์ผสมระหว่าง PI/PSF อาจลดแนวโน้มการเกิดปรากฏการณ์การเปลี่ยนสภาพจากวัสดุแข็งเปราะเป็นเหนียวยืดหยุ่นด้วยการเตรียมเมมเบรนแบบเนื้อผสม (mixed matrix membranes (MMM) (Bos และคณะ, 2001, Xiao และคณะ 2007)

วิธีการในการปรับปรุงประสิทธิภาพการแยกก๊าซ และอัตราการซึมผ่านของก๊าซ คือการเตรียมพอลิเมอร์ที่เติมด้วยสารเสริมแรง โดย MMM เมื่อเสริมแรงด้วยสารอนินทรีย์เมมเบรนก็จะได้ จะเป็นเมมเบรนที่มีสมบัติเชิงกลดีขึ้น และจะได้ความสามารถในการคัดแยก (sieving) ในระดับโมเลกุลของสารอนินทรีย์ (Chung และคณะ 2007) โดยปัจจุบันสารเสริมแรงที่ได้รับความสนใจคือสารขนาดอนุภาคระดับนาโน (nano particles) ซึ่งจะช่วยปรับปรุงสมบัติความเร็วในการคัดแยกที่ดีขึ้น แต่อย่างไรก็ตามสมบัติของเมมเบรนที่ดีก็จะต้องมีประสิทธิภาพการแยกก๊าซ CO_2/CH_4 และอัตราการซึมผ่านของก๊าซที่สมดุลกัน เนื่องจากพบว่าพอลิเมอร์เมมเบรนที่มีประสิทธิภาพการแยกก๊าซได้ดี มักจะมีความเร็ว (อัตราการซึมผ่าน) ในการแยกก๊าซที่ต่ำ ซึ่ง MMM ที่ผ่านการปรับปรุงโดยการเสริมแรงด้วยอนุภาคนาโนมีความเป็นไปได้ที่จะได้เมมเบรนที่มีประสิทธิภาพการแยกก๊าซ และอัตราการซึมผ่านของก๊าซ โดยพบว่าท่อนาโนคาร์บอน(carbon nanotubes) มีความเหมาะสมในการปรับปรุงประสิทธิภาพการแยกก๊าซ และอัตราการซึมผ่านของก๊าซให้ดีขึ้น (Sanip และคณะ, 2011) แต่อย่างไรก็ตามการที่จะทำให้ MMM ที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอนสามารถใช้งานได้ดีขึ้นอยู่ความสามารถในการกระจายตัวที่สม่ำเสมอของท่อนาโนคาร์บอนในเมมเบรน และความสามารถในการยึดติดของท่อนาโนคาร์บอนกับพอลิเมอร์เมทริกซ์ ซึ่งหลายๆ งานวิจัยได้รายงานผลการวิจัยประสิทธิภาพการแยกก๊าซ และอัตราการซึมผ่านของก๊าซ CO_2 ออกจาก CH_4 ได้ดีขึ้น เมื่อมีการปรับปรุงเมมเบรนด้วยท่อนาโนคาร์บอน แต่อย่างไรก็ตามยังไม่มีผลการวิจัยเมมเบรนที่เกิดการพอลิเมอร์ผสมระหว่าง PI/PSF ที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอนแต่อย่างใด

ในงานวิจัยนี้เราสนใจที่จะเตรียมเมมเบรนที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอนสำหรับการผลิตไบโอแก๊สที่มีคุณภาพ โดยการเตรียมเมมเบรนจาก Polysulfone และ polyimide โดยการศึกษาทำการผสมพอลิเมอร์ทั้งสองเพื่อผลิตเป็นเมมเบรน และทำการศึกษากลไกของการเติมท่อนาโนคาร์บอนต่อประสิทธิภาพการแยกแก๊สและอัตราการซึมผ่านของแก๊สของพอลิเมอร์เบรระหว่าง Polysulfone/Polyimide

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. ศึกษาความเป็นไปได้ในการเตรียมเมมเบรน polysulfone/polyimide ด้วยเทคนิค casting solution
2. ศึกษาผลของการเติมอนุภาคนาโนในเมมเบรน polysulfone/polyimide ที่มีผลต่ออัตราการซึมผ่านของแก๊ส และประสิทธิภาพการแยกแก๊ส
3. ศึกษาสมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อนของวัสดุเมมเบรนที่เตรียมได้
4. เพื่อตีพิมพ์เผยแพร่ด้วยการนำเสนอในที่ประชุมวิชาการหรือตีพิมพ์เผยแพร่ในวารสารทางวิชาการระดับชาติหรือนานาชาติ

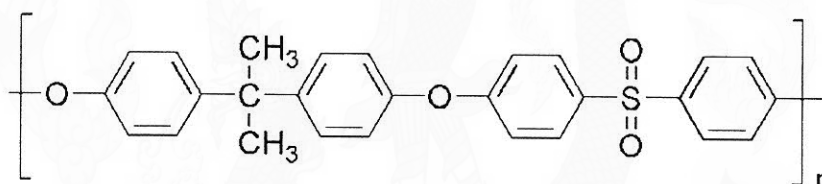
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. เป็นองค์ความรู้ในการวิจัยต่อไป จะได้ประโยชน์จากองค์ความรู้ที่ได้จากการทดลอง ซึ่งสามารถสร้างงานวิจัย และพัฒนาบัณฑิต และบุคลากรให้มีความรู้ความสามารถในการวิจัยเกี่ยวกับวัสดุพอลิเมอร์เมมเบรน และการพัฒนาไบโอแก๊สให้มีคุณสมบัติที่ดีขึ้น นอกจากนี้องค์ความรู้ที่ได้สามารถนำมาพัฒนาผลิตภัณฑ์ในเชิงพาณิชย์ โดยวัสดุที่ผลิตได้จะต้องมีสมบัติต่างๆไม่ด้อยกว่าวัสดุที่มีใช้อยู่ในปัจจุบัน
2. เป็นประโยชน์ต่อประชากรกลุ่มเป้าหมาย ผลงานวิจัยนี้บางส่วนจะถูกนำไปประยุกต์ใช้เพื่อพัฒนาการเรียนการสอนสำหรับนักศึกษาใน ระดับปริญญาตรี สาขาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ใช้เป็นส่วนประกอบหนึ่งของ การเรียนการสอนใน รายวิชา วศ ๓๒๑ พอลิเมอร์และการประยุกต์ และ วศ ๓๒๓ พฤติกรรมการไหล และการแปรรูปพอลิเมอร์
3. บริการความรู้แก่ประชาชน ผลงานวิจัยที่ได้รับจากโครงการวิจัยนี้จะถูกนำมา เผยแพร่ ในรูปแบบการนำเสนอในที่ประชุมวิชาการในระดับชาติหรือนานาชาติ พร้อมนำผลการวิจัยที่ได้ตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับชาติ หรือนานาชาติ

การตรวจเอกสาร

1. พอลิซัลโฟน (Polysulfone)

เป็นพลาสติกที่ทนความร้อนได้สูง ทนแรงดึง แรงอัดได้สูง ทนต่อกรด-ด่าง และฉนวนไฟฟ้าที่ดีมาก นำมาใช้ทำฝาครอบ หรือตัวเครื่องและอุปกรณ์ไฟฟ้าและยังนำมาทำน้ำยาเคลือบผิวไฟฟ้า (Wire Coating) และยังสามารถทนปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation) พอลิซัลโฟนเป็นพอลิเมอร์แบบกึ่งโปร่งใส ชนิดเทอร์โมพลาสติกทนความร้อนได้สูงสุดชนิดหนึ่งจะคงสภาพทั้งด้านกายภาพ และไฟฟ้าได้ในการใช้งานภายใต้อุณหภูมิระหว่าง -100 ถึง 150 องศาเซลเซียส มีทั้งชนิดใสและทึบ สามารถทำเป็นสีต่างๆ ได้โดยการย้อม พอลิซัลโฟนทนแรงดึงและแรงอัดได้สูง ทนกรดด่างและสารเคมีอื่น ๆ ได้ ทนความชื้น แสง ไร้อ่อน กรดและเบส ละลายในตัวทำละลายประเภทแอโรแมติกไฮโดรคาร์บอน และคลอรีเนเตดไฮโดรคาร์บอน นิยมนำมาทำเป็นผลิตภัณฑ์ชิ้นส่วนประกอบเครื่องคอมพิวเตอร์ อุปกรณ์ทางการแพทย์ประเภทฆ่าเชื้อ เลนส์ ชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ และใช้ผลิตโครงดำนนอกของอุปกรณ์และเครื่องใช้ไฟฟ้าในบ้านเรือนเพราะเป็นฉนวนไฟฟ้าได้ดีมาก มีสูตรโครงสร้างดังภาพที่ 1

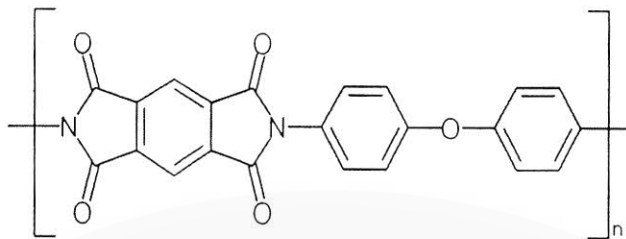


ภาพที่ 1 สูตรโครงสร้างของพอลิซัลโฟน

พอลิซัลโฟนเป็นพอลิเมอร์ที่มีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดี มีความแข็งแรงเชิงกลสูง มีคุณสมบัติเป็นฉนวนที่ดีมากและความต้านทานต่อการย่อยสลาย และความต้านทานรังสีสูง (David และคณะ, 2002)

2. พอลิไอมิด์ (Polyimide)

เป็นพอลิเมอร์ที่เตรียมได้จากปฏิกิริยาระหว่าง dianhydride และ diamine (เป็นวิธีการที่ใช้มากที่สุด) และปฏิกิริยาระหว่าง dianhydride และ diisocyanate มีโครงสร้างดังภาพที่ 2



ภาพที่ 2 สูตรโครงสร้างของพอลิไอมิด์

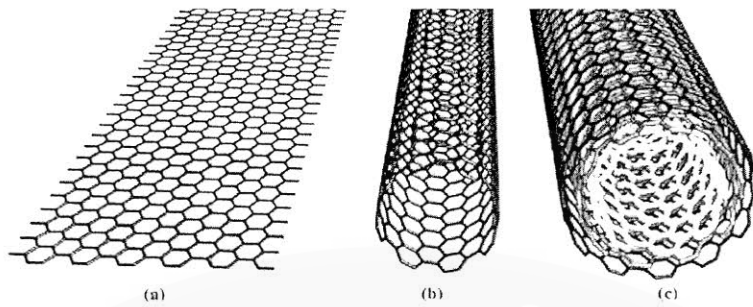
ได้รับผลิตมาตั้งแต่ 1955 มีความต้านทานความร้อนสูง ทนต่อสารเคมีที่ดี สมบัติเชิงกลที่ดี และมีลักษณะสีส้มเหลือง ไม่ทนต่อต่าง มีน้ำหนักเบายืดหยุ่นสูง สามารถใช้งานได้ตั้งแต่อุณหภูมิ -70 ถึง 260 องศาเซลเซียส นิยมนำมาใช้ในอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ อุปกรณ์ทางการแพทย์ ใช้ทำเมมเบรนในการกรองก๊าซไอเสีย และแยกฝุ่นในโรงงาน อุปกรณ์ในยานอวกาศ เนื่องจากมีสมบัติที่เหมาะสมหลายด้านทั้งสมบัติเชิงกล สมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติทางความร้อน พอลิไอมิด์ยังมีข้อจำกัด ในการนำไปใช้งาน ด้านแสง ซึ่งต้องการความใสของของวัสดุ เนื่องจากสีธรรมชาติของพอลิไอมิด์เป็นสีเหลืองอมน้ำตาลเข้ม ซึ่งเกิดจากผลของการส่งผ่านอิเล็กตรอนระหว่างกลุ่มเอมีนกับวงแหวนเบนซีนภายในโมเลกุลของพอลิไอมิด์ การจำแนกประเภทของพอลิไอมิด์ จะจำแนกตามองค์ประกอบของสายโซ่หลัก ซึ่งจำแนกออกเป็น 2 ประเภท ได้แก่

ก) อะลิฟาติก เป็นแบบพอลิเมอร์แบบเชิงเส้น

ข) อะโรมาติก พอลิไอมิด์ประเภทนี้นิยมใช้มากที่สุดเพราะทนต่อความร้อน (Walter และคณะ, 2002)

3. ท่อนาโนคาร์บอน (Carbon Nanotube)

นักวิทยาศาสตร์ได้ให้ความสนใจศึกษาเกี่ยวกับการศึกษาคุณสมบัติของ fullerenes โมเลกุลที่มีโครงสร้างประกอบไปด้วยอะตอมของคาร์บอน ซึ่งมีการจัดเรียงตัวของอะตอมอย่างเป็นระเบียบและมีโครงสร้างอยู่ระหว่างโครงสร้างของเพชรและแกรไฟต์ และมีการค้นพบโครงสร้างใหม่ของ fullerenes ที่มีลักษณะเป็นลูกบอลที่มีโครงสร้างเหมือนกรงปิดที่เป็นรูปทรงกลมซึ่งประกอบไปด้วย 60 อะตอมของคาร์บอนที่มีลักษณะสมมาตร (C60) นอกจากนี้นักวิจัยได้ทำการดัดแปลงโมเลกุลที่ค้นพบนั้นให้ขยายยาวออกไปเป็นโครงสร้างที่เป็นท่อเรียวยาวเล็กได้สำเร็จและเรียกโครงสร้างนั้นว่า ท่อนาโนคาร์บอน โครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอน มีโครงสร้างเป็นแบบโมเลกุลเดี่ยวที่มีลักษณะเป็นแถวยาวของคาร์บอนเรียงตัวกันเป็นแนวยาวนับล้านๆ เท่าของขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อคาร์บอน โครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอน จะโค้งตัวม้วนเป็นแกนจากด้านหนึ่งไปบรรจบอีกด้านหนึ่ง แสดงดังภาพที่ 3



Source: Kreupl *et al.* (2004)

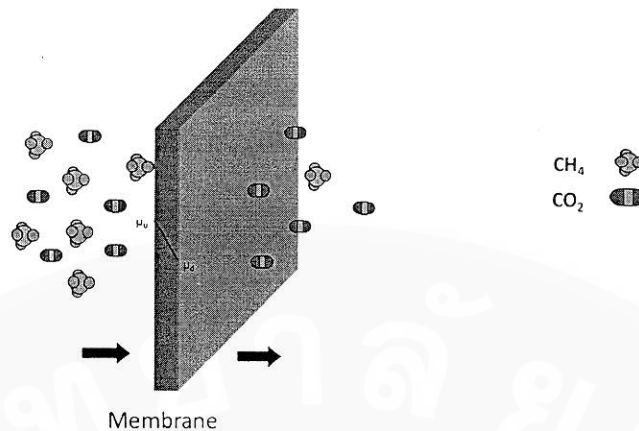
ภาพที่ 3 แสดงโครงสร้างของ (a) แกรไฟต์ (b) ท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังชั้นเดียว
(c) ท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น

ท่อนาโนคาร์บอนสามารถนำไปประยุกต์ในหลายๆ ด้าน เช่น หัวจ่ายอิเล็กทรอนิกส์ วัสดุผสมพลาสติกให้น้ำไฟฟ้า ตัวกักเก็บเชื้อเพลิงไฮโดรเจน ตัวผสมกาวต่อเชื่อมชนิดนำไฟฟ้า อิเล็กทรอนิกส์ระดับโมเลกุล หัววัดแก๊ส หัววัด AFM ขั้วอิเล็กโตรดของแบตเตอรี่ชนิดลิเทียมในโทรศัพท์มือถือ วัสดุถ่ายเทความร้อน วัสดุเสริมความแข็งแรงในนาโนคอมพอสิต เส้นใยและสิ่งทอ ตัวรองรับคະຕະลิสต์ และการประยุกต์ทาง biomedical เป็นต้น (Gullapalli และคณะ, 2011)

4. เมมเบรน (Membrane)

เมมเบรน (membrane) คือ เยื่อสังเคราะห์บางๆ ของสารอินทรีย์หรือสารอนินทรีย์ ที่จะทำให้เกิดการแยกสถานะของสารออกจากกัน ซึ่งอาจอยู่ในรูปแก๊สและของเหลว หรือ ของแข็งกับของเหลว และของเหลวกับของเหลว การแยกเมมเบรน (Membrane Separation) คือเยื่อหุ้มเซลล์ก๊าซเทคโนโลยีการแยก เทคโนโลยีการแยกก๊าซหลักการ คือความดันที่ขับเคลื่อนโดยใช้วิธีการส่วนประกอบของก๊าซบนพื้นผิวของฟิล์มพอลิเมอร์และความสามารถในการดูดซับ การสลายตัวของฟิล์ม-การแพร่กระจาย เป็นสื่อตัวกรองที่ทำจากวัสดุที่เป็นเนื้อเดียวกันการกรองพอลิเมอร์ทางกายภาพอย่างต่อเนื่อง กระบวนการแยกไม่มีการเปลี่ยนแปลงคุณภาพ เช่น ไม่ส่งผลกระทบต่อโครงสร้างโมเลกุลของวัสดุ อัตราการซึมผ่านกลายเป็นเทคโนโลยีที่มีการใช้กันอย่างแพร่หลายในการแยกก๊าซจำนวนมาก (Cheryan, 1998)

การกำจัดก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์โดยใช้การเลือกซึมผ่านและแพร่ผ่านเมมเบรน ที่ทำจากพอลิเมอร์ในการแยกสารใช้หลักการความแตกต่างของขนาดโมเลกุลหรือความจำเพาะต่อโมเลกุลของก๊าซแต่ละชนิดในการดึงดูดกัน (Affinity) ทำงานภายใต้ความดัน ประสิทธิภาพของการแยกขึ้นอยู่กับชนิดของเมมเบรนหลักการโดยทั่วไปของเทคนิคการแยก คือ การเลือกซึมผ่าน (Selective Permeation) ดังภาพที่ 4



ภาพที่ 4 แสดงการแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์จากก๊าซมีเทนด้วยเทคนิคเมมเบรน

กลไกการแยกก๊าซสำหรับเมมเบรนสามารถแบ่งตามลักษณะทางกายภาพออกเป็น เมมเบรนแบบมีรูพรุน (Porous membranes) ที่มีรูพรุนกระจายตัวอย่างต่อเนื่อง (Inter-connected pores) อยู่ในเมมเบรน และ เมมเบรนแบบความหนาแน่นสูง (Dense membranes) โดยจะมีความหนาแน่นมากกว่าร้อยละ 96 ของความหนาแน่นทางทฤษฎีของวัสดุแต่ละชนิด โดยกลไกการแยกแก๊ส (Separation mechanism) ของเมมเบรนทั้งสองชนิดนี้จะแตกต่างกัน กลไกการแยกแก๊สของเมมเบรนแบบมีรูพรุนสามารถแบ่งได้เป็น 3 ลักษณะ

ก) การแยกโดยการแพร่แบบนูดเซน (Knudsen diffusion) การแยกแบบนี้เกิดขึ้นเมื่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนในเมมเบรนมีขนาดเล็กกว่าวิถีเสรีเฉลี่ย (Mean free path) ซึ่งเป็นระยะที่โมเลกุลของแก๊สสามารถเคลื่อนที่ได้โดยไม่ชนกัน ทำให้โมเลกุลของแก๊สเคลื่อนที่ชนผนังรูพรุนมากกว่าชนกันเอง ดังนั้น โมเลกุลที่มีขนาดเล็กและเบากว่า จึงสามารถซึมผ่านเมมเบรนออกมาได้มากกว่า

ข) การแยกโดยการแพร่บนพื้นผิว (Surface diffusion) เป็นการแยกที่เกิดขึ้นเมื่อโมเลกุลของแก๊ส ถูกดูดซับบนพื้นผิวของรูพรุน แล้วเกิดการแพร่เคลื่อนที่ไปบนพื้นผิวของรูพรุนเนื่องจากความแตกต่าง ของความเข้มข้น โดยแก๊สที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของรูพรุนได้ดีกว่าจะสามารถซึมผ่านเมมเบรน ออกมาได้มากกว่า

ค) การแยกโดยการคัดขนาดโมเลกุล (Molecular sieving) เป็นการแยกแก๊สตามขนาดโมเลกุลที่แตกต่างกันโดยใช้เมมเบรนเป็นตัวคัดขนาด ดังนั้นเฉพาะแก๊สที่มีโมเลกุลขนาดเล็กกว่ารูพรุนเท่านั้น ที่จะสามารถซึมที่ผ่านเมมเบรนออกมาได้ (Lu และคณะ, 2007)

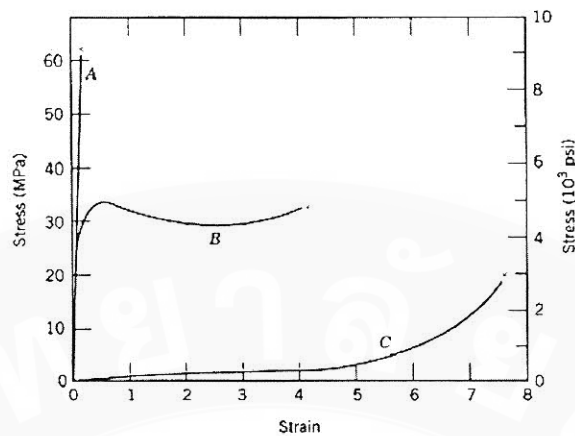
5. สมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ (Mechanical Properties of Polymers)

สมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์จะมีพารามิเตอร์หลายอย่างเหมือนกับโลหะได้แก่ โมดูลัสความยืดหยุ่น (modulus of elasticity) ความแข็งแรงดึง (tensile strength) ความแข็งแรงอัด (compressive strength) และความแข็งแรงการล้า (fatigue strength) โดยค่าพารามิเตอร์ทางกลต่างๆ เหล่านี้จะหาค่าด้วยการทดสอบความเค้นความเครียดลักษณะทางกลของพอลิเมอร์ส่วนใหญ่จะอ่อนไหวมากต่ออัตราการเสียรูป (อัตราความเครียด) อุณหภูมิและธรรมชาติ ทางเคมีของสิ่งแวดล้อมเช่นในสภาวะที่มีน้ำออกซิเจนตัวทำละลาย

อินทรีย์เป็นต้นบางครั้งในการทดสอบวัสดุพอลิเมอร์จำเป็นต้องดัดแปลงเทคนิคการทดสอบรวมทั้งรูปทรงของชิ้นทดสอบวัสดุที่มีความยืดหยุ่นสูงเช่นยาง (ณรงค์ศักดิ์, 2549)

พอลิเมอร์บนพื้นฐานพฤติกรรมความเค้นความเครียดโดยทั่วไปจะสามารถแบ่งออกได้เป็น 3 กลุ่มคือ แข็งเปราะนิ่มเหนียวและยืดหยุ่นอย่างมาก วัสดุเหล่านี้มีความแข็งแรงและความต้านทานของวัสดุต่อการเสียรูปภายใต้แรงกระทำในช่วงยืดหยุ่นน้อยกว่าโลหะและมีสมบัติทางกลที่ว่องไวต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ พอลิเมอร์กึ่งผลึกที่มีโครงสร้างแบบสเฟียรูไลต์ (spherulite) จะมีกลไกของการเสียรูปแบบพลาสติก โดยการเสียรูปจากแรงดึงจะเกิดขึ้นหลายขั้นตอนทั้งส่วนของไท-เชน (tie chain) ในบริเวณอสัณฐานและส่วนโพลด์-เชน (chain-folded) ในบริเวณผลึกที่แยกออกจากส่วนที่ซ้อนทับกัน (lamellae) ซึ่งจะเกิดการจัดเรียงทิศทางในแนวของแรงดึงความแข็งแรงของวัสดุเหล่านี้ อาจเพิ่มขึ้นจากการที่พอลิเมอร์ที่เป็นร่างแหมีสายหลายสายเชื่อมต่อกันรวมทั้งความเป็นผลึกที่เพิ่มขึ้นและการเพิ่มขึ้นของน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย เทคนิคของการเกิดผลึก การหลอมเหลวและการเปลี่ยนสภาพจากเหนียวเป็นเปราะของโมเลกุลพิจารณาได้โดยการวัดอุณหภูมิการเปลี่ยนสภาพจากเหนียวเป็นเปราะและอุณหภูมิการหลอมเหลวเป็นสำคัญอุณหภูมิเหล่านี้มีความสำคัญต่อช่วงอุณหภูมิการนำไปใช้งานและการขึ้นรูปผลิตภัณฑ์ของพอลิเมอร์ค่าอุณหภูมิสภาพแก้วและอุณหภูมิการหลอมจะเพิ่มขึ้นตามค่าความต้านทานของวัสดุต่อการเสียรูปภายใต้แรงกระทำในช่วงยืดหยุ่น (stiffness) ของสายโซ่ที่เพิ่มขึ้นโดย stiffness นี้จะสูงขึ้นตามปริมาณของพันธะคู่ในสายโซ่ (วิลเลียมส์, 2548)

พฤติกรรมทางกลในสภาวะที่มีการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิจะทำให้สามารถแยกประเภทของพอลิเมอร์ว่าเป็นเทอร์โมพลาสติกหรือเทอร์โมเซตกล่าวคือเทอร์โมพลาสติกจะอ่อนตัวเมื่อได้รับความร้อนและแข็งเปราะเมื่อลดอุณหภูมิโดยพฤติกรรมทั้งสองสามารถเกิดสลับกันไปมาได้ในขณะที่เทอร์โมเซตจะแข็งเปราะเมื่อลดอุณหภูมิแต่ไม่อ่อนตัวเมื่อได้รับความร้อนส่วนพฤติกรรมทางกลแบบยืดหยุ่นหนืดเป็นพฤติกรรมที่อยู่ระหว่างยืดหยุ่นกับไหลหนืดซึ่งจะมีอยู่ในวัสดุพอลิเมอร์บางชนิดโดยจะแสดงค่าในรูปของมอดูลัสการคลายตัว (relaxation modulus) ซึ่งเป็นโมดูลัสความยืดหยุ่นที่ขึ้นกับเวลาขนาดของโมดูลัสการคลายตัวจะว่องไวมากต่ออุณหภูมิดังนั้นการใช้งานวัสดุอีลาสโตเมอร์จึงขึ้นอยู่กับอุณหภูมิช่วงนี้และวัสดุอีลาสโตเมอร์ที่โครงสร้างอสัณฐานและมีโครงสร้างแบบร่างแหเล็กน้อยจะสามารถยืดออกอย่างมากโดยการเสียรูปเกิดจากการคลายตัวของสายโซ่ที่พับงอหรือวนเป็นขดตามขนาดของแรงที่กระทำการเมื่อพอลิเมอร์ที่เป็นร่างแหมีสายหลายสายเชื่อมต่อกันจะเกิดในระหว่างกระบวนการที่มอนอเมอร์ทำปฏิกิริยากับสารเร่งให้เกิดการแข็งตัว (curing agent) ในปริมาณที่พอเหมาะที่อุณหภูมิสูงที่เหมาะสมอีลาสโตเมอร์ส่วนใหญ่จะเป็นโคพอลิเมอร์ส่วนอีลาสโตเมอร์ที่เป็นวัสดุอินทรีย์ ได้แก่อีลาสโตเมอร์ซิลิคอนเป็นต้นความแข็งแรง (strength) ของวัสดุพอลิเมอร์จะมีค่าต่ำเมื่อเทียบกับโลหะและเซรามิกโดยสามารถเกิดการแตกหักทั้งในรูปของการแตกเปราะและแตกเหนียว นอกจากนั้นวัสดุเทอร์โมพลาสติกบางชนิดยังสามารถเปลี่ยนสภาพจากเหนียวเป็นเปราะได้ด้วยวิธีการลดอุณหภูมิเพิ่มอัตราความเครียดหรือการเปลี่ยนรูปทรงหรือความหนาของชิ้นงานเทอร์โมพลาสติกคล้ายแก้วบางชนิด กระบวนการเกิดการแตกหักอาจเป็นแบบร่างแหเล็กๆ (crazing) ซึ่งการแตกแบบนี้จะสามารถเพิ่มความแข็งแรงและความเหนียวของวัสดุ (วิลเลียมส์, 2548)



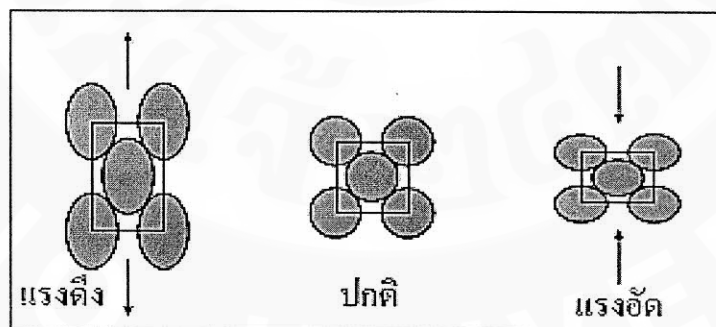
ภาพที่ 5 พฤติกรรมความเค้นความเครียดของพอลิเมอร์กราฟ A แสดงพฤติกรรมแบบเปราะกราฟ B แสดงพฤติกรรมแบบพลาสติกและกราฟ C แสดงพฤติกรรมแบบอลาสติกทั้งหมด (อิลาสโตเมอร์)

การทดสอบแรงดึง (Tensile Test)

การเปลี่ยนแปลงแบบยืดหยุ่น

เมื่อมีแรงใด ๆ มากกระทำต่อวัสดุ อาจส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงรูปร่างของวัสดุได้ สามารถจำแนกประเภทของการเปลี่ยนแปลงรูปร่างของวัสดุแบ่งได้ เป็น 2 ประเภทคือการเปลี่ยนแปลงแบบยืดหยุ่น (elastic deformation) และการเปลี่ยนแปลงแบบถาวร (plastic deformation)

ในกรณีที่วัสดุมีการเปลี่ยนแปลงแบบยืดหยุ่น หมายความว่า ถ้าวัสดุได้รับความเค้นดึง (tensile stress) จะมีการยืดออกเล็กน้อย แต่ถ้าได้รับความเค้นกด (compression stress) วัสดุจะหดลงเล็กน้อย และเมื่อเอาแรงกระทำออก วัสดุจะกลับคืนสู่สภาพเดิม ภาพที่ 6 แสดงการเปลี่ยนแปลงของยูนิตเซลล์เมื่อได้รับแรงกระทำ (เสกศักดิ์, 2550)



ภาพที่ 6 การเปลี่ยนแปลงของยูนิตเซลล์เมื่อได้รับแรงกระทำ

ความเค้นและความเครียด

ถ้าออกแรงดึงวัสดุที่มีความยาว l_0 พื้นที่หน้าตัด A_0 ด้วยแรง F แล้วทำให้วัสดุยืดออก ความเค้น stress (σ) ที่เกิดขึ้นจะมีค่าเท่ากับ

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad (1)$$

เมื่อ σ คือ ความเค้น (N/m^2)

F คือ แรงกระทำ (N)

A_0 คือ พื้นที่หน้าตัดรับแรง (m^2)

เมื่อวัสดุได้รับแรงกระทำจะเกิดการเปลี่ยนรูป ในกรณีที่วัสดุได้รับแรงดึงจะเกิดการยืดออก โดยอัตราส่วนของความยาวที่เปลี่ยนไปต่อความยาวเดิมเรียกว่า ความเครียด (strain, ϵ) และสามารถหาได้จากสมการ

$$\epsilon = \frac{l-l_0}{l_0} = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (2)$$

เมื่อ ϵ คือ ความเครียด

$l-l_0$ คือ ความยาวที่เปลี่ยนไป (m)

l_0 คือ ความยาวเดิม (m)

จากค่าความเครียด สามารถหาค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัว (elongation) ได้จากสมการ

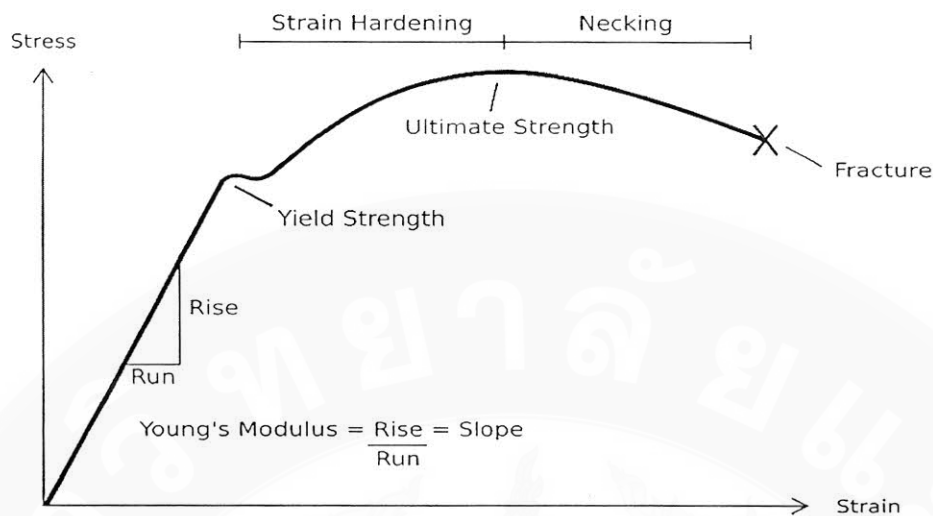
$$\%Elongation = \epsilon \times 100\% \quad (3)$$

เปอร์เซ็นต์การยืดตัวเป็นตัวบอกค่าความอ่อนตัว (ductile) ของวัสดุ วัสดุใดที่มีค่าเปอร์เซ็นต์ความยาวที่เปลี่ยนแปลงมาก แสดงว่ามีความอ่อนตัวมากกว่าการยืดตัว ณ จุดที่ขาด (elongation at break) มีความสำคัญในการศึกษาคุณภาพของวัสดุ เช่นถ้ามีค่าเปอร์เซ็นต์ความยาวที่เปลี่ยนแปลงต่ำกว่าปกติ แสดงว่าอาจมีรูพรุนหรือรอยแตกภายในวัสดุนั้น

ในช่วงการเปลี่ยนแปลงแบบยืดหยุ่น ค่าความเค้นและความเครียดมีความสัมพันธ์กันเป็นเส้นตรงดังที่อธิบายได้ด้วยกฎของฮุก (Hooke's law) (ณรงค์ศักดิ์, 2549)

$$\sigma = E\epsilon \quad (4)$$

เมื่อ E คือค่ามอดูลัสของความยืดหยุ่นหรือมอดูลัสของยัง (Young's Modulus) มีหน่วยเป็น ปาสกาล (Pa) หรือ นิวตันต่อตารางเมตรค่า E นี้สัมพันธ์กับความแข็งแรงของพันธะระหว่างอะตอมของวัสดุและอุณหภูมิ ถ้าพันธะมีความแข็งแรงมาก วัสดุนั้นก็จะมีค่า E สูง และเมื่อ อุณหภูมิเพิ่มขึ้นค่า E จะลดลง (วิลเลียมส์, 2548)

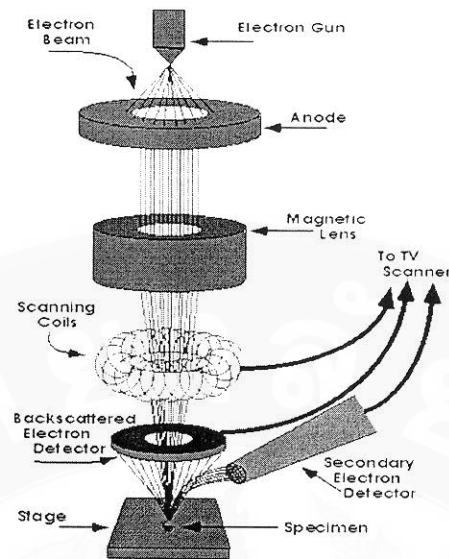


ภาพที่ 7 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นกับความเครียดของวัสดุทั่วไป

ความสัมพันธ์แบบทั่วไประหว่างความเค้นกับความเครียดแสดงดังภาพที่ 7 จากรูปจะเห็นได้ว่าตอนแรกความเค้นกับความเครียดมีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรง หรือว่าวัสดุมีการเปลี่ยนแปลงแบบยืดหยุ่นสามารถหาค่า E ได้จากความชันของกราฟในช่วงนี้ จากนั้นเมื่อเพิ่มความเค้นให้กับวัสดุขึ้นเรื่อยๆ จนถึงจุดคราก (yield point) ความเค้น ณ จุดนั้นคือความเค้น ณ จุดคราก (yield stress) หรือบางครั้งอาจเรียกว่าความแข็งแรง ณ จุดคราก (yield strength) ซึ่งมีค่าเท่ากับค่าความเค้นสูงสุดที่วัสดุนั้นจะทนได้ก่อนที่จะมีการเปลี่ยนรูปถาวร และในช่วงของการเปลี่ยนรูปถาวรนี้ เมื่อให้แรงเพิ่มขึ้นวัสดุจะมีการเปลี่ยนรูปไปเรื่อยๆ จนถึงจุดๆหนึ่งวัสดุจะเกิดการแตกหักหรือขาดออกจากกัน เรียกค่าความเค้นที่วัสดุทนได้สูงสุดก่อนการแตกหักว่าค่าความแข็งแรงสูงสุด (ultimate strength) (ณรงค์ศักดิ์, 2549)

6. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนเป็นอุปกรณ์ที่ใช้ในการศึกษาที่ผิวหรือบริเวณส่วนลึกใกล้ผิวของวัสดุ โดยจะมีส่วนประกอบสำคัญ คือ ปืนอิเล็กตรอนซึ่งจะมีการเร่งอิเล็กตรอนให้มีพลังงานประมาณ 20 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ถึง 40 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ จากนั้นจะมีเลนส์คอนเดนเซอร์ เลนส์ใกล้วัตถุ และที่สำคัญมีส่วนที่เรียกว่า ขดลวดแสกน (scanning coil) ซึ่งคอยส่องกราดลำอิเล็กตรอนลงบนชิ้นงาน แสดงดังภาพที่ 8 และเมื่ออิเล็กตรอนตกกระทบพื้นผิวของชิ้นงาน จะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ อิเล็กตรอนสะท้อนกลับหรือรังสีอื่นๆ ที่ปลดปล่อยออกมาจากผิว ซึ่งจะถูกรวบรวมด้วยหัววัดแบบต่างๆ โดยจะทำการวัดแต่ละจุดที่มีการสแกน ซึ่งหลักการของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จะมีบางส่วนที่มีลักษณะการทำงานคล้ายการสแกนภาพในโทรทัศน์ สำหรับกำลังขยายภาพนั้นจะพิจารณาจากกรอบสี่เหลี่ยม ซึ่งประกอบด้วยกลุ่มของเส้นตรงที่เรียกว่าเรสเตอร์ (raster) จะพบว่าเรสเตอร์ที่ถูกสแกนด้วยอิเล็กตรอนจะเล็กกว่าเรสเตอร์ที่ปรากฏบนจอภาพ



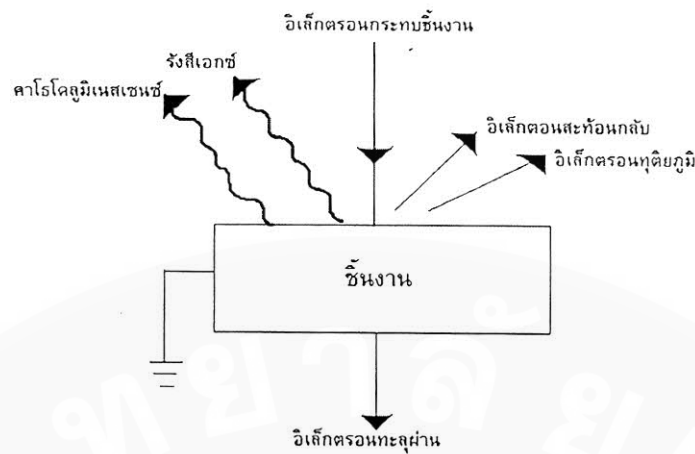
ภาพที่ 8 แผนภาพส่วนประกอบหลักที่สำคัญที่ประกอบขึ้นเป็น
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ในการสร้างภาพในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จะใช้การตรวจจับอิเล็กตรอนที่หลุดออกจากผิว ซึ่งได้จากอันตรกิริยาของลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิต่อชิ้นงานดังปรากฏในภาพที่ 8 ซึ่งแสดงแผนภาพของสิ่งที่เกิดขึ้น หรือลำอิเล็กตรอนตกกระทบชิ้นงาน โดยแปรเป็นสัญญาณต่างๆ ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

สำหรับการสร้างภาพส่วนใหญ่แล้ว ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะใช้สัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ และอิเล็กตรอนสะท้อนกลับ นอกจากนั้นแล้วสัญญาณของรังสีเอกซ์ที่ถูกปลดปล่อยสามารถนำมาวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีของวัสดุได้ (กอบวุฒิ, 2549)

ส่วนประกอบหลักของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่สำคัญมีดังต่อไปนี้

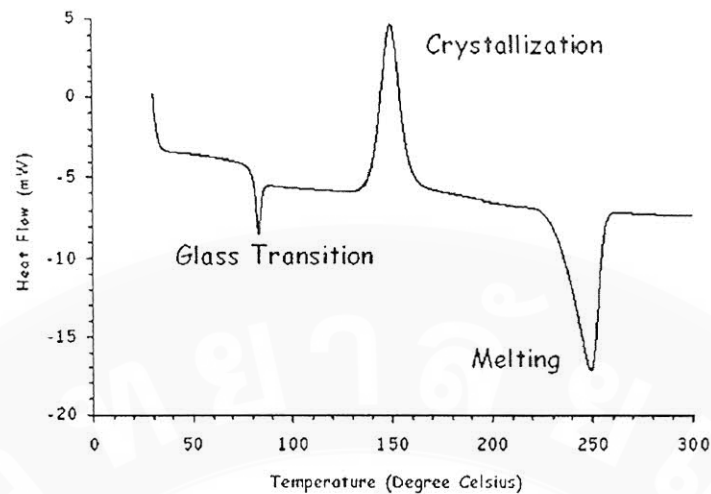
1. แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron source)
2. อิเล็กตรอนแมกเนติกเลนส์ (electromagnetic lens) หรือขดลวดทำหน้าที่ควบคุมการส่องกราดของลำอิเล็กตรอน
3. ปัมระบบสุญญากาศและควบคุมความดัน (control pressure lens system)
4. ช่องใส่ตัวอย่าง (specimen chamber)
5. ตัวตรวจวัดสัญญาณอิเล็กตรอน (electron signal detector)
6. อุปกรณ์สร้างภาพ (imaging devices)



ภาพที่ 9 อันตรกิริยาที่สำคัญที่เกิดขึ้นบนชิ้นงานที่จะนำมาใช้ในการแปรสัญญาณ
ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

7. ดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimetry)

DSC เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ทดสอบวัสดุโดยการวัดค่าพลังงานความร้อนและอุณหภูมิของสารตัวอย่างเปรียบเทียบกับสารมาตรฐาน เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพ หรือการเปลี่ยนแปลงทางเคมี เช่น การหลอมเหลว การเปลี่ยนสถานะ การเปลี่ยนรูปผลึก การเกิดปฏิกิริยาเคมี เป็นต้น โดยที่พื้นที่ใต้กราฟที่เกิดขึ้นจะมีความสัมพันธ์โดยตรงกับการเปลี่ยนแปลงความร้อนของตัวอย่าง มีหลักการทำงาน คือ สารตัวอย่างและสารอ้างอิงที่เชื่อมต่อการเกิดปฏิกิริยา ที่บรรจุในถ้วยอะลูมิเนียมขนาดเล็ก (ทองแดง หรือ แกรไฟต์ใช้สำหรับการวิเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียส) จะถูกให้ความร้อนในบรรยากาศไนโตรเจน จากนั้นสมบัติทางความร้อนของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิในตัวอย่างจะถูกตรวจวัด และแปรผลปริมาณของตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์อยู่ในช่วง 0.5 - 1.0 มิลลิกรัมเทคนิค DSC สารตัวอย่าง และสารอ้างอิงจะถูกให้ความร้อนจากแหล่งพลังงานสองแหล่งที่แยกกันค่าพลังงานความร้อน ที่ใช้ในการรักษาอุณหภูมิของตัวอย่าง และสารอ้างอิงให้เท่ากันจะถูกบันทึกไว้เพื่อให้อุณหภูมิมีค่าเท่ากันตลอด เครื่อง DSC จะต้องใช้หลักการให้อุณหภูมิเท่ากัน คือถ้าสารตัวอย่างเกิดการเปลี่ยนแปลงแบบดูดความร้อน มีการดูดกลืนพลังงานทำให้อุณหภูมิของตัวอย่าง (T_s) ลดลงเมื่อเทียบกับอุณหภูมิของอ้างอิง (T_R) ดังนั้นเครื่องจะทำการชดเชยโดยการให้ความร้อนพลังงานไฟฟ้าให้กับสารตัวอย่างซึ่งเท่ากับจำนวนที่ดูดกลืนเข้าเปลี่ยนแปลงสถานะทำให้ $T_s = T_R$ ดังเดิมและค่าพลังงานการชดเชยถูกบันทึกไว้ ถ้าตัวอย่างเกิดการเปลี่ยนแปลงแบบคายความร้อนมีการคายพลังงานทำให้ T_s เพิ่มขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับ T_R ดังนั้นเครื่องจะทำการชดเชยโดยให้ความร้อนจากพลังงานไฟฟ้าแก่สารอ้างอิง $T_s = T_R$ ดังนั้นกราฟ DSC หรือ Thermogram ได้จากความสัมพันธ์ระหว่าง heat flow rate และอุณหภูมิแสดงในภาพที่ 10 (ธีรพล, 2556)



ภาพที่ 10 เทอร์โมแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย DSC

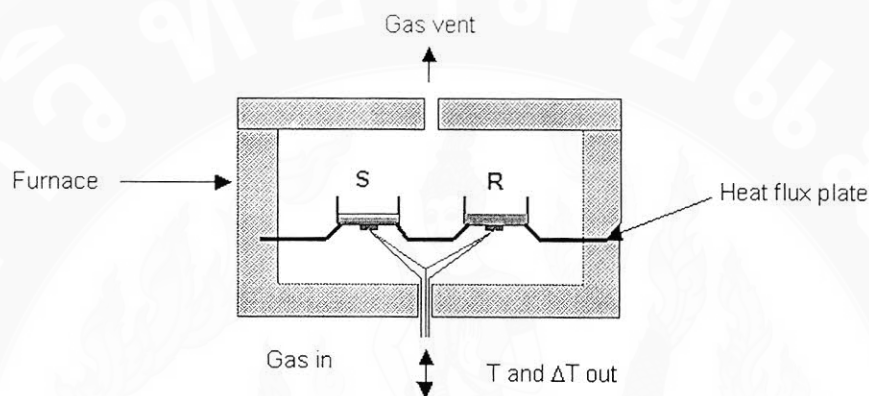
จากเทอร์โมแกรมจะเห็นว่าอุณหภูมิเปลี่ยนแปลงของพลาสติก เกิดขึ้นเป็นช่วงมากกว่าที่จะเป็นค่าใดค่าหนึ่ง อย่างไรก็ตามในการรายงานผลจะรายงานเป็นอุณหภูมิค่าหนึ่งดังนี้ คือ อุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g) จะใช้ mid-point temperature ค่าอุณหภูมิการเกิดผลึก (T_c) และอุณหภูมิการหลอมผลึก (T_m) เป็น peak temperature เทคนิค DSC เป็นเทคนิคที่มีประโยชน์และมีประยุกต์ในการใช้งานทางด้านพลาสติก ทั้งทางด้านวิเคราะห์ทางคุณภาพ และปริมาณ เช่น

- ก. หาอุณหภูมิการเปลี่ยนแปลงสถานะคล้ายแก้ว
- ข. ศึกษาการหลอมเหลว หาค่า T_m และ ΔH_m
- ค. ศึกษาการเกิดผลึกหาค่า T_c และ ΔH_c
- ง. หาค่า % ความเป็นผลึก

เทคนิค DSC เป็นเทคนิคการวัดพลังงานที่แตกต่างจากการใส่พลังงานเข้าไปในสารตัวอย่างกับสารอ้างอิง เป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิโดยที่พลังงานที่ใส่เข้าไปจะต้องควบคุมด้วย temperature program DSC curve แสดงดังภาพที่ 10 เมื่อเกิด thermal transition คือการเปลี่ยนแปลงทางเคมีหรือทางกายภาพจะมีผลทำให้เกิดความร้อนขึ้น (emission of heat หรือ exothermic) หรือดูดกลืนความร้อน (absorption of heat หรือ Endothermic) กับสารตัวอย่าง พลังงานความร้อนที่ต้องใส่เข้าไปกับสารตัวอย่างหรือกับสารอ้างอิงเพื่อให้อุณหภูมิของสารตัวอย่างและสารอ้างอิงเท่ากัน DSC จะวัดได้โดยตรงทั้งอุณหภูมิ และผลรวมของพลังงานของการเปลี่ยนแปลง (transition) หรือ heat of reaction (ธีรพล, 2556)

หลักการพื้นฐานของ DSC คือ จะมีถาด (Pan) อยู่ 2 ถาด แสดงดังภาพที่ 11 ถาดแรกเป็นถาดที่บรรจุสารตัวอย่าง (sample pan) ส่วนถาดที่สองเป็นถาดอ้างอิง (reference pan) ซึ่งเป็นถาดเปล่าไปวางอยู่บนอุปกรณ์ให้ความร้อน (furnace) ชนิดเดียวกัน ซึ่งวางอยู่ข้างๆ กันเมื่อเริ่มการทดลองจะเริ่มให้ความร้อนแก่ถาดทั้งสอง โดยเครื่อง DSC จะควบคุมอัตราการเพิ่มอุณหภูมิให้คงที่ (เช่น 10 องศาเซลเซียส ต่อ 1 นาที) แต่ที่สำคัญที่สุดก็คือเครื่อง DSC จะควบคุมให้อุณหภูมิทั้งสอง (การให้ความร้อนของถาดที่บรรจุสารตัวอย่างและของถาดอ้างอิง) เพิ่มอุณหภูมิถาดทั้งสองที่วางแยกกันด้วยอัตราการเพิ่มความร้อนที่เท่ากันตลอดทั้งการทดลอง (ธีรพล, 2556)

สาเหตุที่ความร้อนของถาดทั้งสองจะเพิ่มด้วยอัตราที่ไม่เท่ากันก็คือถาดทั้งสองมีความแตกต่างกัน นั่นคือ ถาดตัวอย่างมีตัวอย่างพอลิเมอร์อยู่ข้างใน แต่ถาดอ้างอิงไม่มีสารตัวอย่างอยู่ข้างในทำให้ถาดตัวอย่างมีสารในปริมาณที่มากกว่าถาดอ้างอิงนั่นหมายความว่า อุปกรณ์ให้ความร้อนต้องให้ความร้อนกับถาดตัวอย่างมากกว่าเพื่อให้ถาดอ้างอิงเพื่อที่จะคงอัตราการเพิ่มอุณหภูมิให้เท่ากัน ดังนั้นอุปกรณ์ให้ความร้อนที่อยู่ใต้ถาดตัวอย่างจะต้องทำงานหนักกว่าอุปกรณ์ให้ความร้อนที่อยู่ใต้ถาดอ้างอิงคือมันต้องให้ความร้อนมากกว่าและการวัดความแตกต่างของปริมาณความร้อนจาก อุปกรณ์ให้ความร้อนทั้งสองนี้ ก็คือหน้าที่หลักของเครื่อง DSC (บรรเลง, 2533)



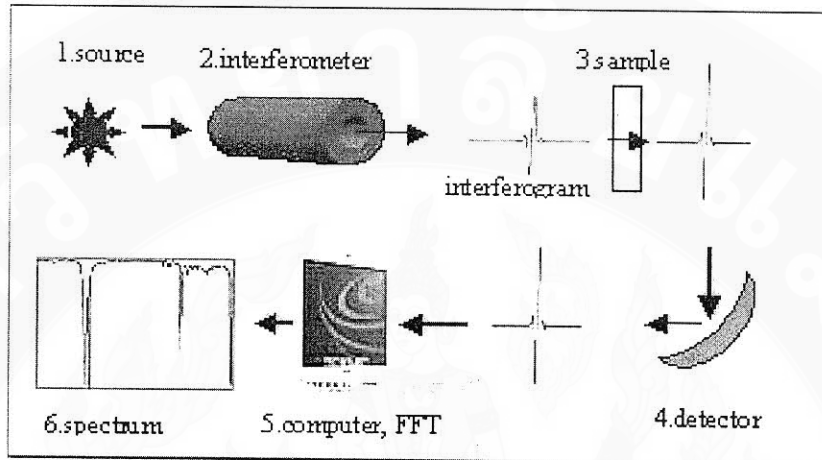
ภาพที่ 11 แผนภาพแสดงส่วนประกอบหลักของเครื่อง DSC

8. ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy)

FT-IR เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์วัสดุที่เป็นสารอินทรีย์ และอนินทรีย์ เทคนิคนี้เป็นวิธีการทาง spectroscopy ชนิดหนึ่งที่ใช้ศึกษาการดูดกลืนแสงของสารในย่านความถี่ของแสงโดยการวิเคราะห์โครงสร้างสารจะอาศัยการดูดกลืนที่แตกต่างกันของแต่ละโมเลกุลซึ่งโมเลกุลแต่ละชนิดจะมีการดูดกลืนช่วงคลื่นอินฟราเรดที่ต่างกันโดยช่วงเลขคลื่น (wavenumbers) 4000 - 1500 ต่อเซนติเมตร จะเป็นช่วงที่บ่งบอกถึงหมู่ฟังก์ชันของโมเลกุล เช่น -OH, C=O, N-H, CH₃ เป็นต้น และในช่วงเลขคลื่น 1500 - 400 ต่อเซนติเมตร เป็นช่วง the fingerprint region ซึ่งจะมีลักษณะของสเปกตรัมที่เฉพาะเจาะจงของสารแต่ละตัวแต่เนื่องจากจะมีพิกัดค่อนข้างเยอะดังนั้นการวิเคราะห์สเปกตรัมช่วงนี้ค่อนข้างยาก การนำเทคนิคนี้จะนำไปประยุกต์ใช้กับอุตสาหกรรมที่เกี่ยวข้องกับด้านวัสดุศาสตร์ เช่น พอลิเมอร์ช่วยในการจำแนกชนิดของพอลิเมอร์ และในด้านอุตสาหกรรมปิโตรเคมี เนื่องจากเทคนิคนี้มีค่าใช้จ่ายค่อนข้างไม่แพงและรวมไปถึงชนิดของตัวอย่างสามารถวิเคราะห์ได้เกือบทุกชนิดดังนั้นจึงการนิยมที่ใช้เทคนิคนี้ในการตรวจวิเคราะห์หาโครงสร้างและองค์ประกอบของโมเลกุลรวมกับเทคนิคอื่นๆ

ส่วนประกอบเครื่อง FT-IR spectroscopy ที่สำคัญ แสดงดังภาพที่ 12 คือ เมื่อรังสีอินฟราเรดที่มีหลายความถี่จากแหล่งคลื่นรังสีอินฟราเรด ผ่านเข้าไปยังอินเทอร์โพโมเตอร์ ลำแสงจะถูกแบ่งเป็น 2 ส่วน ส่วนที่เป็น beamsplitter ลำแสงครึ่งหนึ่งจะผ่านไปยังกระจกที่ตรึงอยู่กับที่ และกระจกที่เคลื่อนที่ได้ด้วยความเร็วคงที่เมื่อลำแสงสะท้อนกลับมาที่ beamsplitter จะเกิดการแทรกสอดแบบเสริมกันหรือการแทรก

สอดแบบหักล้างของแต่ละความยาวคลื่น เมื่อแสงผ่านสารตัวอย่างไปยังตัววัดสัญญาณ ที่อ่านได้ทุกความถี่ พร้อมกันกับช่วงสแกนของกระจก โดยที่อัตราการสแกนวัดสัญญาณและความเร็วของกระจกที่เคลื่อนที่ได้จะถูกควบคุมให้มีความถูกต้องและคงที่เรียกสัญญาณอ้างอิงจากตัววัดสัญญาณที่เกิดจากหลอด He - Ne laser ว่า internal reference laser สัญญาณที่ตัววัดสัญญาณอ่านได้จะอยู่ในรูปอินเทอร์โฟแกรม



ภาพที่ 12 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของเครื่อง FT-IR

ข้อดีข้อเสีย FT-IR ให้ผลการวิเคราะห์ที่รวดเร็วและมีความไวสูง (โดยส่วนใหญ่จะใช้เวลาในการวิเคราะห์ประมาณ 1-5 signal-to-noise; S/N) อัตรา S/N จะแปรผันกับรากที่สองของปริมาณสัญญาณที่ตรวจวัดได้ทั้งหมดความไวของเครื่องตรวจวัดสามารถเพิ่มขึ้นได้ด้วยการเพิ่ม S/N ร่วมกับการเพิ่มจำนวนรอบของสแกนมีการใช้ circular optical aperture แทนที่ entrance slit ทำให้ลำรังสีมีขนาดมากกว่าแบบ dispersive ถึง 75-100 เท่ามีกำลังแสงสูงขึ้นเหมาะสำหรับตัวอย่างหรือเทคนิคบางเทคนิคที่มีข้อจำกัดของกำลังแสง นอกจากนี้ FTIR ยังให้ประสิทธิภาพในการแยกสูงรวมทั้งมีความถูกต้องไม่ต่ำกว่า 0.01 ต่อเซนติเมตร มีกลไกการทำงานที่ง่าย แต่ FT-IR มีข้อจำกัดในการเตรียมตัวอย่างซึ่งในบางเทคนิคที่ต้องใช้สารละลายที่ยินยอมให้รังสีทะลุผ่านและตัวอย่างจะต้องดูดกลืนแสงในช่วงอินฟราเรด นอกจากนี้ เครื่องมือที่ใช้มีราคาค่อนข้างสูงและมีค่าใช้จ่ายในการบำรุงรักษาสูง (Brian, 2011)

ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

พอลิเมอร์เมมเบรนเป็นวัสดุที่ได้รับความสนใจในการนำมาแยกก๊าซ CO₂ ออกจากก๊าซชีวภาพที่ได้จากการย่อยสลายของเสียจากอินทรีย์สารด้วยแบคทีเรียที่ไม่ใช้ออกาศ โดยนักวิจัยหลายๆคนได้ศึกษาประสิทธิภาพการแยกก๊าซ และอัตราการซึมผ่านของก๊าซของพอลิเมอร์เมมเบรน (Bos และคณะ 2001, Baker, 2002, Scholes และคณะ 2003, Chung และคณะ, 2007) Xiao และคณะ, 2007)

Polyimides เป็นพอลิเมอร์ที่มีความน่าสนใจในการนำมาเตรียมเป็นเมมเบรนสำหรับเทคโนโลยีการแยกก๊าซ โดย Kanehashi ได้รายงานผลการทดลองการเตรียม Polyimides ที่ประกอบด้วย 4,4-(hexafluoroisopropylidene) diphthalic anhydride (6FDA) มีประสิทธิภาพการแยกก๊าซได้ดีกว่าพอลิเมอร์ชนิดอื่นๆ แต่อย่างไรก็ตามเมมเบรนที่เตรียมได้จะเกิดการเปลี่ยนสภาพยืดหยุ่นเมื่อต้องแยกก๊าซ CO_2 ที่ความดันสูง (Kanehashi และคณะ, 2007) ซึ่งเหมือนกับ Polyimide ที่ Ismail ดำเนินการศึกษา (Ismail และคณะ, 2002) จากงานวิจัยประสิทธิภาพการแยกก๊าซ CO_2 จากก๊าซ CH_4 เป็นผลมาจาก polyimides มีสายโซ่โมเลกุลที่มีความแข็งตึง (stiffness) และความสามารถในการยึดเกาะกันของสายโซ่หลักในโมเลกุลซึ่งทำให้ประสิทธิภาพการแยกก๊าซเกิดได้ดี (Stern, 1989) อย่างไรก็ตามการที่ต้องอยู่ในสถานะที่มีก๊าซ CO_2 ทำให้ประสิทธิภาพการแยกก๊าซ CO_2 มีค่าลดลงจากการเปลี่ยนสภาพไปอยู่ในสถานะเหนียวยืดหยุ่น โดยพบว่าจะเกิดขึ้นเมื่อก๊าซ CO_2 มีความดันมากกว่า 8 bar (Rafiq และคณะ, 2011) โดยการดูดซับก๊าซ CO_2 ของเมมเบรนส่งผลให้เกิดการบวม (swell) ของพอลิเมอร์เมทริกซ์ ซึ่งจะทำให้ก๊าซ CO_2 ซึมผ่านเข้าไปแทรกอยู่ในบริเวณ free volume ของเมมเบรนซึ่งจะส่งผลให้อัตราการซึมผ่านเพิ่มขึ้น แต่ประสิทธิภาพการแยกก๊าซด้อยลง ส่งผลให้ก๊าซ CH_4 ไหลออกจากระบบไปด้วย (Wind และคณะ, 2002) Bos ได้รายงานการเปลี่ยนสถานะของเมมเบรนไปเป็นเหนียวยืดหยุ่นเมื่อเมมเบรน Polyimide ทำงานที่ความดัน 8-10 bar ที่อุณหภูมิห้อง โดยพบว่าการผสมพอลิเมอร์อาจทำให้ความเป็นสารพลาสติกไซเซอร์ของก๊าซ CO_2 ส่งผลต่อเมมเบรนน้อยลง (Bos และคณะ, 2001) โดย Rafiq พบว่า เมื่อเตรียมเมมเบรนจากของผสม Polysulfone และ Polyimide ประสิทธิภาพการแยกก๊าซมีค่าสูง ขึ้นกับชนิดของตัวทำละลายที่นำมาเตรียม และค่าอุณหภูมิ T_g มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 185 เป็น 210 องศาเซลเซียส เมื่อปริมาณ PSF/PI เป็น 80/20 wt.% แต่อย่างไรก็ตามเมื่อทำการเพิ่มความดันค่าประสิทธิภาพการแยกก๊าซจะมีค่าลดลง นอกจากนี้ผลการวิจัยของ Hosseini ได้ยืนยันผลของค่าประสิทธิภาพการแยกก๊าซเพิ่มมากขึ้นเมื่อทำเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่าง Polyimide และ polybenzimidazole โดยค่า selectivity for CO_2/CH_4 มีค่าเท่ากับ 30.50-56.41 (Hosseini และคณะ, 2009) นอกจากนี้ Suzuki ยังพบว่า พอลิเมอร์ผสมระหว่าง polyimide/polysulfone มีความสามารถในการทนต่อการเปลี่ยนสถานะไปสู่สถานะเหนียวยืดหยุ่น และเมมเบรนผสมมีอัตราการซึมผ่านที่สูง โดยส่งผลกระทบต่อประสิทธิภาพการแยกก๊าซไม่มากนัก (Suzuki และคณะ 2012)

แต่อย่างไรก็ตามค่าประสิทธิภาพการแยกก๊าซที่สูงมักจะมีอัตราการซึมผ่านที่ต่ำซึ่งเป็นข้อจำกัดแสดงดังการอธิบายของ Roeson (Robeson, 2008) [20] mixed matrix membranes ที่ทำการปรับปรุงด้วยอนุภาคนาโนอาจเป็นทางเลือกหนึ่งในการลดข้อจำกัดของวัสดุเมมเบรนที่มีค่าประสิทธิภาพการแยกก๊าซที่สูงมักจะมีอัตราการซึมผ่านที่ต่ำลงได้ และนอกจากนี้ยังเป็นที่ยอมรับกันว่าเมื่อเติมอนุภาคนาโนในพอลิเมอร์จะส่งผลให้วัสดุมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นด้วย Coleman ได้ทำการเตรียมเมมเบรน polyimides และ silica 32 wt.% ด้วยวิธี tape casting พบว่าเมมเบรนยอมให้ก๊าซ CO_2 ซึมผ่านได้ดี โดยไม่ลดประสิทธิภาพการแยกก๊าซชนิดอื่นๆ ปนออกมา (Colemana, 2008) Weng ได้ทำการเตรียมเมมเบรน PBNPI ที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอน 1- 15 wt.% ด้วยวิธี solution casting โดยจากผลการทดลองการซึมผ่านของก๊าซสามารถแยกก๊าซ CO_2 และ CH_4 ออกจากกันได้โดยที่มีอัตราการซึมผ่านที่สูง และประสิทธิภาพการแยกก๊าซที่

ดีเมื่อปริมาณท่อนาโนคาร์บอนมากกว่า 5 wt.% (Weng และคณะ, 2009) ซึ่งสอดคล้องกับการทดลองของ Aroon ที่ได้ศึกษาสมบัติของเมมเบรน polyimide/ท่อนาโนคาร์บอน ซึ่งพบว่า 1 wt.% ท่อนาโนคาร์บอนพอลิเมอร์เมมเบรนจะมีค่าอัตราการซึมผ่านของก๊าซ CO₂ และ CH₄ เป็น 20.48 และ 0.71 Barrer ตามลำดับ ซึ่งพบว่าประสิทธิภาพการแยกก๊าซ CO₂ และ CH₄ เพิ่มขึ้น 51.4% (จาก 10.9 เป็น 16.5) (Aroon และคณะ 2010) แต่อย่างไรก็ตามผลของท่อนาโนคาร์บอนที่มีผลต่อเลือกผ่านของเมมเบรนขึ้นกับความสามารถในการกระจายตัวของท่อนาโนคาร์บอนในเนื้อเมทริกซ์

อุปกรณ์และวิธีการวิจัย

1. สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้

สารเคมีต่างๆ ที่ใช้ในวิจัย แสดงในตารางที่ 1 ดังนี้
ตารางที่ 1 สารเคมี และวัสดุที่ใช้ในการวิจัย

ลำดับ	ชื่อสาร	บริษัท	รุ่น
1	4,4-(เฮกซะฟลูออโรไอโซโพรไพไลดีน) ไดฟาลิค แอนไฮไดร (6FDA)	Chriskey Co., Ltd.	-
2	4, 4-ออกซีไดแอนนาลีน (ODA)	Sigma-Aldrich Pte., Ltd.	-
3	1-เมทิล-2-ไพโรไลดีโนน (NMP)	TCI America	-
4	พอลิซัลโฟน (PSF)	Sigma-Aldrich Pte., Ltd.	-
5	ท่อนาโนคาร์บอน (CNTs)	Chiang Mai University	-
6	เครื่อง Fourier Transform Infra- Red Spectroscopy Microscope (FTIR-Microscope)	Thermo Scientisic	Nicolet 6700
7	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope :SEM)	Jeol Techniecs Co., Ltd.	JMS 5410-LV

ตารางที่ 1 สารเคมี และวัสดุที่ใช้ในการวิจัย (ต่อ)

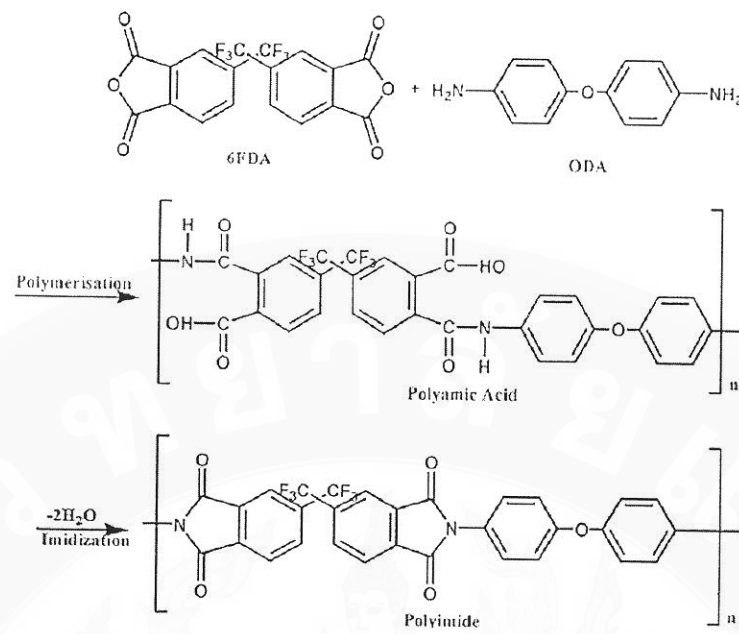
8	เครื่องทดสอบความแข็งแรงของวัสดุ (Universal testing machine)	Lloyd Co., Ltd.	LRX
9	วิเคราะห์สมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric analysis; TGA)	METTLER TOLEDO Switzerland	DSC822e
10	วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อน สารตัวอย่าง (Differential scanning calorimetry; DSC)	METTLER TOLEDO Switzerland	DSC822e
11	เครื่องทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ	Home made	-
12	เครื่องปั่นเหวี่ยง (Centrifuge)	Hettich Centrifuge Co., Ltd.	MIKRO 220R
13	เครื่องชั่งน้ำหนัก 4 ตำแหน่ง	Scientific Promotion Co., Ltd.	BP210
14	เตาอบไฟฟ้า	Edu System Co., Ltd.	Binder

2. การดำเนินการวิจัย

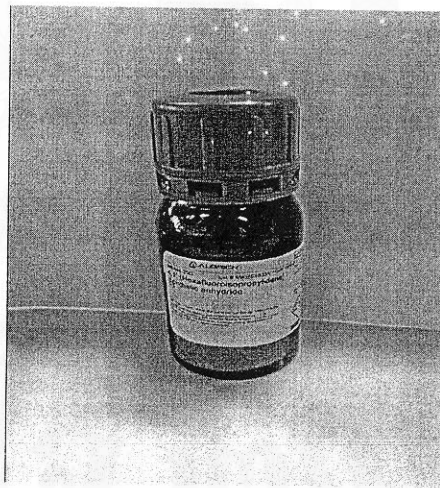
ในการเตรียมแผ่นฟิล์มสำหรับการทดลองนี้จะมีการแบ่งเป็นขั้นตอนต่างๆ คือ การเตรียมสารละลายพอลิไอไมด์ สารละลายพอลิซิลโฟน เตรียมสารละลายพอลิไอไมด์/พอลิซิลโฟน และการเติมท่อนาโนคาร์บอนก่อนทำการขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มเพื่อนำไปวิเคราะห์และทดสอบ

ก) การเตรียมพอลิไอไมด์

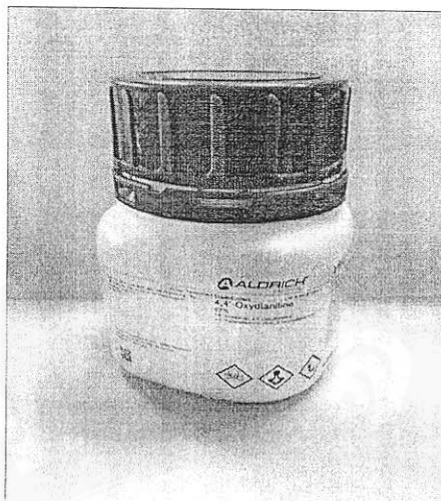
การเตรียมพอลิไอไมด์โดยจะนำ 4,4-(เฮกซะฟลูออโรไอโซโพรไพไลดีน) ไดฟาลิกแอนไฮไดร (6FDA) , 4,4-ออกซีไดแอนนาลีน (ODA) เป็นสารตั้งต้น และมี 1-เมทิล-2-ไพโรไลดีโนน (NMP) เป็นตัวละลาย แสดงดังรูปที่ 14-16 ตามลำดับ นำมาผสมกันในอัตราส่วนต่างๆ แสดงดังตารางที่ 2 ซึ่งมีการเติมสารตั้งต้นเกินพอเพื่อสังเกตว่าสามารถเกิดได้สมบูรณ์หรือไม่ โดยสมการการเกิดปฏิกิริยาเคมีของการเกิดพอลิไอไมด์จะเป็นภาพที่ 13



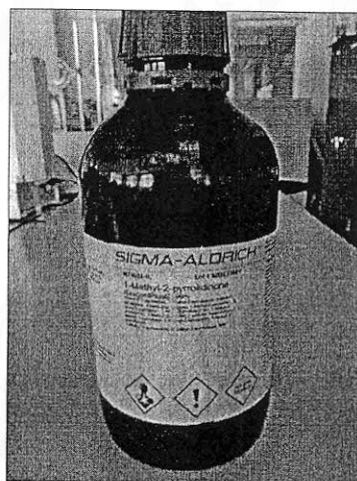
ภาพที่ 13 ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน 6FDA-ODA พอลิไอมิด



ภาพที่ 14 4,4-(เฮกซะฟลูออโรไอโซโพรไพไลดีน)ดิฟาลิกแอนไฮไดร (6FDA)



ภาพที่ 15 4, 4-ออกซีไดแอนนาซีน (ODA)



ภาพที่ 16 1-เมทิล-2-ไพโรไลดีโนน (NMP)

ตารางที่ 2 แสดงอัตราส่วนผสมของสารตั้งต้นในการสังเคราะห์พอลิไอมิด

ตัวอย่าง (สูตร)	ODA		6FDA		NMP
	โมล	กรัม	โมล	กรัม	มิลลิลิตร
PI 1:1	0.00175	0.351	0.00175	0.780	10
PI 1:x	0.00175	0.351	0.00351	1.560	10
PI y:1	0.00351	0.702	0.00175	0.780	10

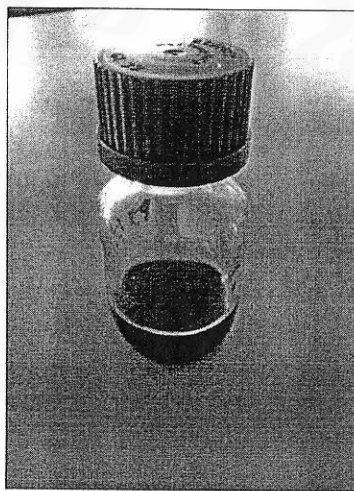
* X และ Y คือการเติมสารเกินพอสำหรับการเกิดปฏิกิริยา

ในการเตรียมพอลิไอมิด์สูตร PI 1:1 จะใช้อัตราส่วนของ ODA 1 โมล ต่อ 6FDA 1 โมล โดยขั้นแรกจะนำ 4,4-(เฮกซะฟลูออโรไอโซโพรไพลีน) ไดฟาลิกแอนไฮไดร (6FDA) 0.780 กรัม และ 4, 4-ออกซีไดแอนนาซีน (ODA) 0.351 กรัม ละลายใน 1-เมทิล-2-ไพโรไลดีโนน (NMP) 10 มิลลิลิตร นำมาทวนผสมกันภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน แสดงดังภาพที่ 17 ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ซึ่งในส่วนสูตร PI 1:X และ PI Y:1 จะใช้วิธีการเตรียมที่เหมือนกับสูตร PI 1:1 ดังกล่าวไว้ข้างต้น โดยใช้อัตราส่วนแสดงดังตารางที่ 2



ภาพที่ 17 การทวนผสมสารละลายภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

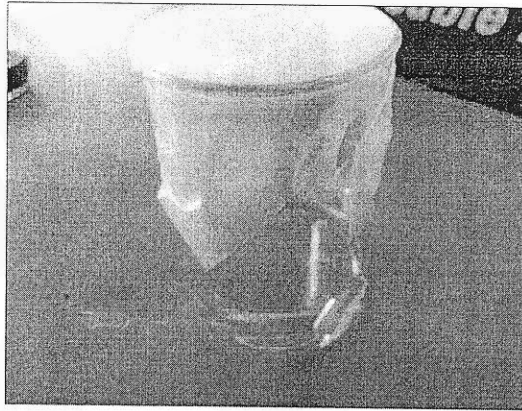
หลังจากทวนผสมเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนแล้ว จะได้เป็น polyamic acid (PAA) ที่มีลักษณะเป็นของเหลวสีน้ำตาล แสดงดังภาพที่ 18



ภาพที่ 18 สารละลาย polyamic acid (PAA)

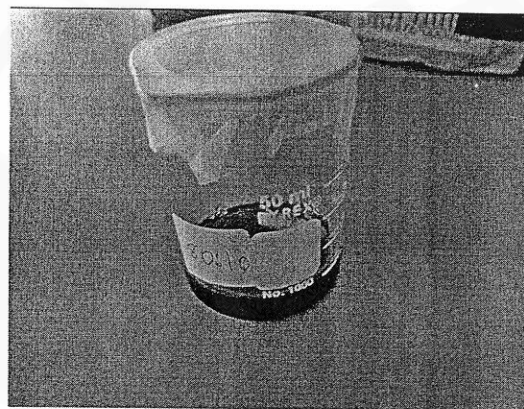
ข) การเตรียมพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอไมด์

การเตรียมสารละลายพอลิซัลโฟน จะทำโดยการนำพอลิซัลโฟน 1 กรัม ละลายใน NMP 4 มิลลิลิตร กวนผสมจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน จะได้สารละลายใสไม่มีสี แสดงดังภาพที่ 19



ภาพที่ 19
สารละลายพอลิซัลโฟน

นำสารละลายพอลิซัลโฟนและพอลิไอไมด์ที่สังเคราะห์ไว้ข้างต้น มาผสมกันที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยยกตัวอย่าง พอลิซัลโฟนผสมพอลิไอไมด์ในอัตราส่วน 80:20 โดยใช้พอลิซัลโฟน 4.8 มิลลิลิตร ผสมกับพอลิไอไมด์ 1.2 มิลลิลิตร กวนผสมเป็นเวลา 24 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง จะได้เป็นของเหลวหนืดสีน้ำตาลใส แสดงดังภาพที่ 20 ซึ่งในส่วนของอัตราส่วนพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอไมด์ 90:10 และ พอลิซัลโฟนผสมพอลิไอไมด์ 70:30 จะใช้วิธีการเตรียมที่เหมือนกับอัตราส่วนพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอไมด์ 80:20 ดังกล่าวไว้ข้างต้น โดยใช้อัตราส่วนแสดงดังตารางที่ 3



ภาพที่ 20 สารละลายพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอไมด์ (PSF/PI)

ตารางที่ 3 แสดงอัตราส่วนผสมของสารละลายพอลิซัลโฟนต่อพอลิไอมิด

ตัวอย่าง (โดยปริมาตร)	พอลิซัลโฟน	พอลิไอมิด
	มิลลิลิตร (ml)	มิลลิลิตร (ml)
พอลิซัลโฟน/พอลิไอมิด (PSF/PI) 90:10	5.4	0.6
พอลิซัลโฟน/พอลิไอมิด (PSF/PI) 80:20	4.8	1.2
พอลิซัลโฟน/พอลิไอมิด (PSF/PI) 70:30	4.2	1.8

ค) การเตรียมสารละลายพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอมิดที่เสริมด้วยท่อนาโนคาร์บอน

การเตรียมสารละลายพอลิซัลโฟน/พอลิไอมิดจะเลือกใช้อัตราส่วนในการเตรียมคือ พอลิซัลโฟน/พอลิไอมิด 80:20 มาเสริมด้วยท่อนาโนคาร์บอนในอัตราส่วน 0.1-1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก แสดงอัตราส่วนดังตารางที่ 4

ตารางที่ 4 แสดงอัตราส่วนสารละลายพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอมิด (80:20) ที่เสริมด้วยท่อนาโนคาร์บอน

ตัวอย่าง	พอลิซัลโฟน (PSF)		พอลิไอมิด (PI)		ท่อนาโนคาร์บอน (CNT)
	%wt	ml.	%wt	ml	g.
PSF	100	3	-	-	-
PSF/PI	80	2.4	20	0.6	-
PSF/PI/CNT 0.1 %	80	2.4	20	0.6	0.003
PSF/PI/CNT 0.3 %	80	2.4	20	0.6	0.009
PSF/PI/CNT 0.5 %	80	2.4	20	0.6	0.015
PSF/PI/CNT 0.7 %	80	2.4	20	0.6	0.021
PSF/PI/CNT 1.0 %	80	2.4	20	0.6	0.030

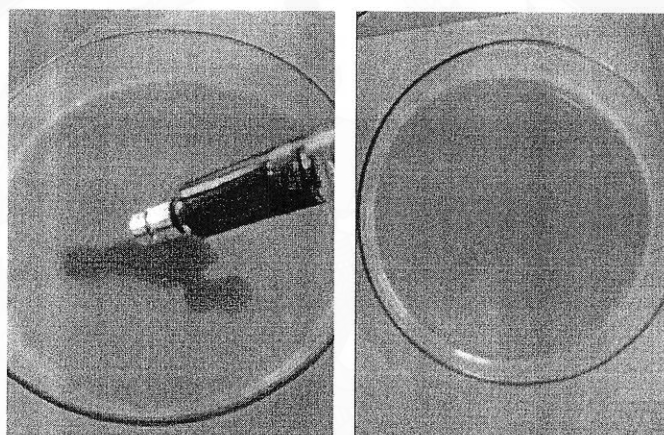
* ใช้อัตราส่วนของพอลิซัลโฟน/พอลิไอมิด (PSF/PI) 80:20

การเตรียมสารละลายพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอมิด ที่เสริมด้วยท่อนาโนคาร์บอนมีขั้นตอนดังนี้ คือ เตรียมสารละลายพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอมิดโดยวิธีการที่กล่าวมาในหัวข้อที่ผ่านมา หลังจากกวนผสมสารละลายเป็นเวลา 24 ชั่วโมงนำสารละลายที่ได้มากรองโดยใช้กระดาษกรองขนาด 0.45 ไมครอน นำท่อนา

โนคาร์บอนในปริมาณที่กำหนดไว้มาเติมในสารละลายและกวนสารละลายต่ออีกเป็นเวลา 24 ชั่วโมงก่อนนำสารละลายที่ได้ไปเตรียมฟิล์มต่อไป

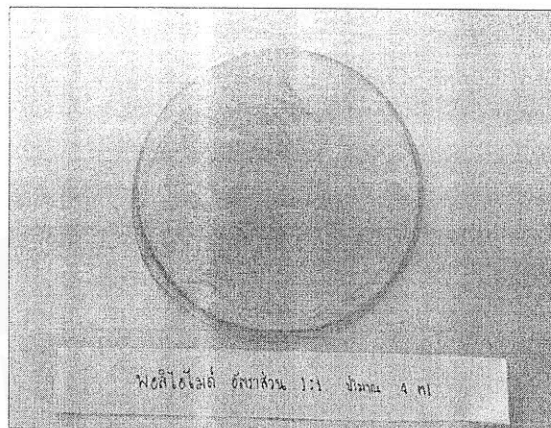
ง) การขึ้นรูปแผ่นฟิล์มเมมเบรน

ในการขึ้นรูปแผ่นฟิล์มจะนำพอลิไธไมด์ หรือพอลิซัลโฟนผสมพอลิไธไมด์ หรือพอลิซัลโฟนผสมพอลิไธไมด์ที่เสริมมาด้วยท่อนาโนคาร์บอนที่กล่าวไว้ข้างต้น ปริมาณ 4 มิลลิลิตร มากรองโดยใช้กระดาษกรองขนาด 0.45 ไมครอน (ยกเว้นสารละลายที่เติมท่อนาโนคาร์บอน) นำมาหล่อลงบนแผ่นกระจกนาฬิกา ขนาด 15x15 เซนติเมตร จากนั้นเกลี่ยให้ของเหลวไหลกระจายให้ทั่วแผ่นกระจกนาฬิกา และทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้แผ่นฟิล์มเซตตัว แสดงดังภาพที่ 21



ภาพที่ 21 หล่อแผ่นฟิล์ม

จากนั้นนำแผ่นฟิล์มที่ได้ไปอบด้วยความร้อนเพื่อกำจัดตัวทำละลาย โดยขั้นตอนการให้ความร้อนมีดังนี้ที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง 115 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 210 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงและ 270 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทั้งให้เย็นตัวลงในเตาจนถึงอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส นำออกจากเตาแล้วทิ้งไว้ให้แผ่นฟิล์มเย็นตัวที่อุณหภูมิห้องจะได้แผ่นฟิล์มออกมา แสดงดังรูปที่ 22 จากนั้นนำแผ่นฟิล์มไปทดสอบลักษณะเฉพาะต่อไป

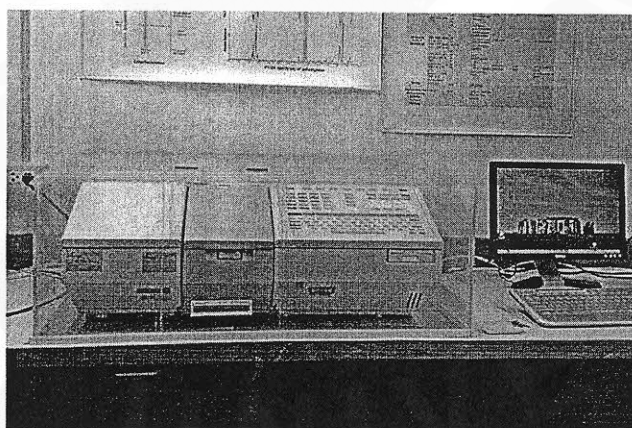


ภาพที่ 22 แผ่นฟิล์มเมมเบรน

3. การศึกษาสมบัติของแผ่นฟิล์มเมมเบรน

ก) การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันเคมี (Chemical Functional Group) ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี

การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันเคมีของฟิล์มตัวอย่างด้วยเครื่อง Fourier Transform-Infrared Spectroscopy-Microscope (FTIR-Microscope) แสดงดังภาพที่ 23 ในช่วงเลขคลื่น (wave number) 4000-800 ต่อเซนติเมตรค่าความละเอียดของภาพ (resolution) 4 ต่อเซนติเมตรเพื่อศึกษาหมู่ฟังก์ชันเคมีของฟิล์มพอลิเอไมด์ที่ทำการสังเคราะห์ได้



ภาพที่ 23 เครื่อง Fourier Transform-Infrared Spectroscopy-Microscope (FTIR- Microscope)

ข) การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน

ในการทดสอบหาอุณหภูมิหลอมเหลวของแผ่นฟิล์ม ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อน ซึ่งเป็นเครื่องวัดปริมาณพลังงานความร้อนจากการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของสารตัวอย่างโดยสามารถ

กำหนดช่วงอุณหภูมิการวิเคราะห์และอัตราการเพิ่มหรือลดอุณหภูมิได้ภายใต้การควบคุมการทำงานด้วยระบบคอมพิวเตอร์แสดงดังภาพที่ 24 ทดสอบโดยการนำตัวอย่างฟิล์มใส่ลงในภาชนะบรรจุ จากนั้นปิดฝาแล้วนำใส่เตาสารตัวอย่างส่วนเตาสารอ้างอิงให้ใส่ถ้วยอะลูมิเนียมเปล่าในการทดสอบกำหนดให้อุณหภูมิเริ่มต้นที่อุณหภูมิห้องถึงอุณหภูมิสุดท้าย 200 องศาเซลเซียสด้วยอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนโดยสนใจศึกษาอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (glass transition temperature, T_g) และเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกได้จากสมการ 5 (Kato, Y.,2009)

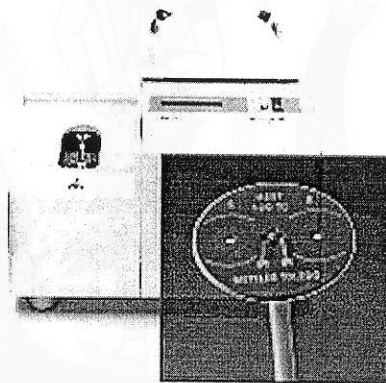
$$\%X_c = \Delta H_f / \Delta H^0 \quad (5)$$

เมื่อ ΔH_f คือ พื้นที่ใต้กราฟที่บอกถึงปริมาณความร้อนที่ใช้ในการหลอมผลึก

ΔH^0 คือ ปริมาณความร้อนที่ใช้หลอม PP ที่มีความเป็นผลึก 100 เปอร์เซ็นต์

มีค่า

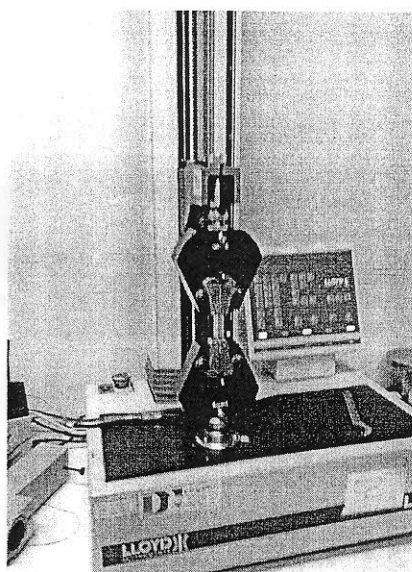
เท่ากับ 209 จูลต่อกรัม



ภาพที่ 24 เครื่อง Differential Scanning Calorimetry (DSC)

ค) การทดสอบความทนแรงดึง

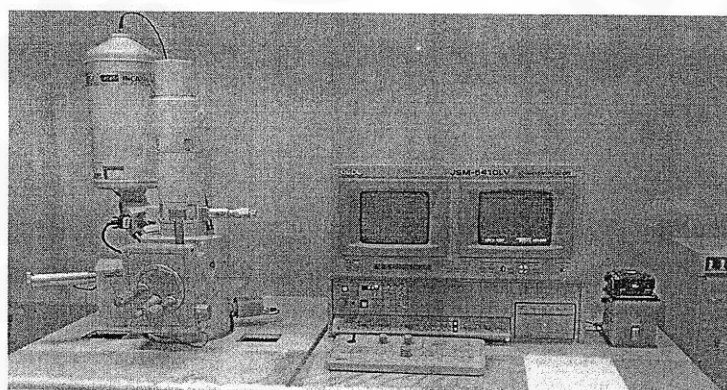
การทดสอบความทนแรงดึงของฟิล์มตัวอย่าง ทำการทดสอบโดยใช้เครื่องทดสอบความแข็งแรงของวัสดุ (universal testing machine) ดังแสดงในภาพที่ 25 โดยทำการวัด ณ อุณหภูมิห้อง เมื่อมีการดึงเกิดขึ้นชิ้นงานที่ทดสอบจะถูกยืดออกและเกิดการต่อต้านแรงที่กระทำจากคาน ดังนั้นหัววัดแรงที่ติดกับคานจะทำหน้าที่วัดแรงแล้วส่งข้อมูลไปยังหน่วยแสดงผลเป็นตัวเลขและกราฟซึ่งควบคุมการทำงานด้วยโปรแกรมสำเร็จรูปสามารถทดสอบและแสดงผลของสมบัติความทนแรงดึงของชิ้นงานทดสอบชิ้นทดสอบมีความยาวพิกัด (gauge length: L_0) 20 มิลลิเมตรทำการวัดความกว้างและความหนาของชิ้นทดสอบที่หลายๆตำแหน่ง เพื่อนำค่าไปคำนวณพื้นที่หน้าตัดเริ่มต้น (cross sectional area: A_0) กำหนดอัตราเร็วในการดึง 20 มิลลิเมตรต่อนาทีใช้หัววัดแรง (load cell) 50 นิวตันเครื่องจะดึงชิ้นทดสอบจนขาดโปรแกรมจะแสดงผลค่าความทนแรงดึงของชิ้นงานทดสอบ



ภาพที่ 25 เครื่องทดสอบความทนแรงดึง

ง) การศึกษาลักษณะพื้นผิวการแตกหักของฟิล์มตัวอย่างด้วยเทคนิค SEM

นำแผ่นฟิล์มตัวอย่างมาทำการทดสอบโดยตัดให้มีขนาด 0.5×0.5 เซนติเมตร² จากนั้นนำชิ้นงานมาติดกับแท่นวางตัวอย่างซึ่งทำมาจากทองเหลืองมีลักษณะเป็นแท่งกลมเมื่อทำการติดตั้งงานเรียบร้อยแล้วจะนำฟิล์มตัวอย่างที่ติดตั้งเรียบร้อยแล้วมาทำการฉาบผิวด้วยสารตัวนำไฟฟ้าจำพวกประเภทโลหะในการทดสอบในครั้งนี้ใช้ทองในการฉาบผิวเพื่อเพิ่มสมบัติการนำไฟฟ้าให้กับชิ้นทดสอบโดยกระทำภายใต้สภาวะสุญญากาศ โดยใช้กำลังการขยายภาพที่ 2,000– 50,00 เท่า เครื่องทดสอบลักษณะพื้นผิวของฟิล์มวัสดุแสดงในภาพที่ 26



ภาพที่ 26 เครื่องทดสอบลักษณะพื้นผิวของฟิล์มวัสดุ

จ) การทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ

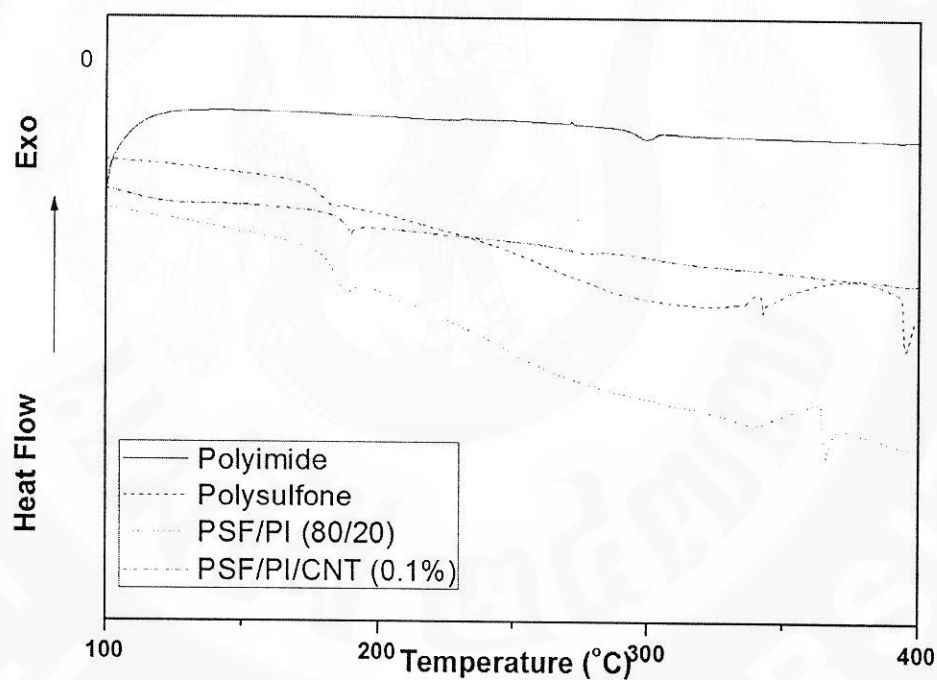
การทดสอบการซึมผ่านก๊าซ เตรียมได้โดยนำฟิล์มมาประกบระหว่างวงแหวนโลหะ ที่ภายในมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 mm ด้วยกาวอีพอกซีส่วนประกอบนี้ เรียกว่าเซลล์เมมเบรน (Membrane cell) ใช้

ก๊าซเอทิลีน และก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ที่ความดันที่ใช้ในการทดลองอยู่ที่ 1.5 บรรยากาศ และอุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส ในช่วงระยะเวลาการทดสอบได้รับการประเมินและแสดงผลด้วยคอมพิวเตอร์

ผลการวิจัยและวิจารณ์ผลการวิจัย

ก) ผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน

ผลการศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของเมมเบรนพอลิไอมิด์ และพอลิซัลโฟน ทำการทดสอบด้วยเครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อน (Differential Scanning Calorimeter; DSC) โดยใช้อัตราเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน แสดงดังภาพที่ 27



ภาพที่ 27 กราฟ DSC แสดงอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของฟิล์มพอลิไอมิด์ พอลิซัลโฟน และพอลิเมอร์ผสม

จากภาพที่ 27 แสดงผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของเมมเบรนพอลิซัลโฟนและพอลิไอมิด์ (6FDA:ODA เป็น 1:1) โดยใช้อัตราในการเพิ่มอุณหภูมิที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ศึกษาในช่วงอุณหภูมิ 100-400 องศาเซลเซียส แสดงอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วซึ่งบอกถึงการที่โมเลกุลมีการขยับตัวเริ่มเปลี่ยนสถานะจากของแข็งเปราะเป็นวัสดุที่มีความเหนียว โดยเส้นที่บ่งชี้จะแสดงผลของพอลิไอมิด์ที่ได้ทำการสังเคราะห์ขึ้น และเส้นประเป็นผลของพอลิซัลโฟน โดยพบว่าพอลิ

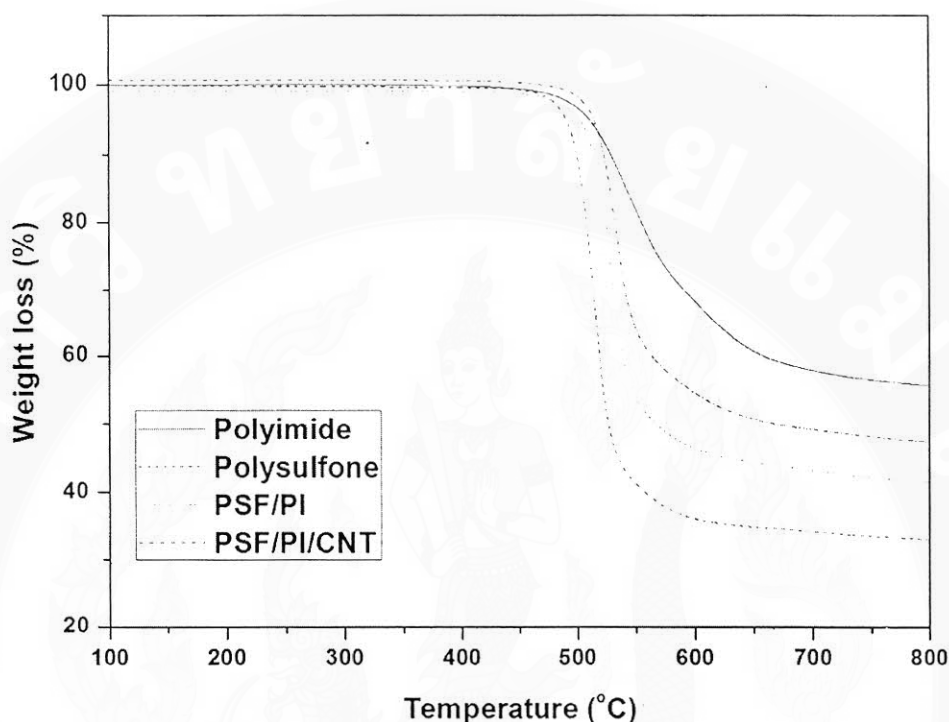
ลิโอมด์ที่สังเคราะห์ได้มีค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วที่ 292.4 องศาเซลเซียส ซึ่งค่าที่ได้ใกล้เคียงกับงานวิจัยที่เคยมีการศึกษาไว้ โดย Shude (Shude และคณะ, 2007) โดย Shude ซึ่งทำการศึกษการสังเคราะห์ 6FDA-ODA เมมเบรนพอลิโอมด์สำหรับแยกก๊าซ โดยพบว่าพอลิโอมด์ที่สังเคราะห์ได้มีอุณหภูมิคล้ายแก้วที่ 293.5 องศาเซลเซียส นอกจากนี้ยังสอดคล้องกับงานวิจัยของ Kyoung (Kyoung และคณะ, 2000) ซึ่งได้ทำการทดลองการสังเคราะห์พอลิโอมด์ด้วย 6FDA-ODA ด้วยตัวทำละลาย DMA ในน้ำ พบว่าผลที่ได้มีค่าใกล้เคียงกับการทดลองนี้ แสดงให้เห็นว่าพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้เป็นพอลิเมอร์ที่มีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดี และจากกราฟแสดงอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของพอลิซัลโฟนที่ 174.4 องศาเซลเซียส สำหรับพอลิซัลโฟนผสมพอลิโอมด์อัตราส่วน 80:20 โดยน้ำหนัก พบว่าค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วมีค่าเพิ่มขึ้นเป็น 180.61 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลมาจากเมื่อเติมพอลิโอมด์ลงไปพอลิซัลโฟนส่งผลให้โครงสร้างของพอลิซัลโฟนอยู่ห่างกันมากขึ้นเนื่องจากการแทรกตัวของพอลิโอมด์ในโครงสร้างทำให้การยับตัวของโครงสร้างของพอลิซัลโฟนได้ยากขึ้น รวมถึงการที่โครงสร้างโดยรวมมีการจัดเรียงตัวกันแน่นขึ้นด้วย (Shude และคณะ, 2007) ซึ่งผลการทดลองการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนแสดงดังตารางที่ 5

ตารางที่ 5 แสดงผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อน

ตัวอย่าง	อุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (องศาเซลเซียส)
พอลิซัลโฟน	174.4
พอลิโอมด์	292.4
พอลิซัลโฟน/พอลิโอมด์ (PSF/PI) 90:10	175.2
พอลิซัลโฟน/พอลิโอมด์ (PSF/PI) 80:20	180.6
พอลิซัลโฟน/พอลิโอมด์ (PSF/PI) 70:30	181.3
PSF/PI/CNT 0.1 %	187.8
PSF/PI/CNT 0.3 %	186.4
PSF/PI/CNT 0.5 %	188.6

สำหรับค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของพอลิซัลโฟนผสมพอลิโอมด์ที่เสริมด้วยท่อนาโนคาร์บอนมีค่าเปลี่ยนแปลงเพิ่ม ค่าเพิ่มขึ้นเนื่องจากการถ่ายเทความร้อนจากพอลิเมอร์ไปสู่ท่อนาโนคาร์บอน ซึ่งจะช่วยดูดซับพลังงานบางส่วนเข้ามาก่อนทำให้เกิดการเปลี่ยนค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วส่งผลให้มีค่าเพิ่มขึ้น แต่อย่างไรก็ตามปริมาณท่อนาโนคาร์บอนมีปริมาณน้อยเลยทำให้อุณหภูมิเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยเท่านั้น และเมื่อใส่คาร์บอนมากกว่า 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักจะไม่สามารถขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มได้เนื่องจากเกิดการเกาะกลุ่มของท่อนาโนคาร์บอน

ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน ด้วยเครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักโดยใช้ความร้อน (Thermogravimetric Analyzer) โดยใช้อัตราเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน แสดงดังภาพที่ 28



ภาพที่ 28 กราฟ TGA ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อนฟิล์มพอลิไอมิด์ พอลิซัลโฟนและพอลิเมอร์ผสม

จากภาพที่ 28 แสดงผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อนของแผ่นฟิล์มตัวอย่างภายใต้สภาวะบรรยากาศไนโตรเจน และให้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ตั้งแต่ 100-900 องศาเซลเซียส โดยที่อุณหภูมิไม่เกิน 200 องศาเซลเซียสไม่พบการสูญเสียน้ำหนักของฟิล์มตัวอย่างยืนยันได้ว่าการทดลองแผ่นฟิล์มที่เตรียมได้ถูกกำจัดตัวทำละลายจนหมดแล้ว โดยพบว่าอัตราการสูญเสียน้ำหนักของแผ่นฟิล์มตัวอย่างอยู่ในช่วง 500-600 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นช่วงการสลายตัวของพอลิไอมิด์ และพอลิซัลโฟน (Sikander และคณะ, 2012) โดยอุณหภูมิการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อนแสดงดังตารางที่ 6

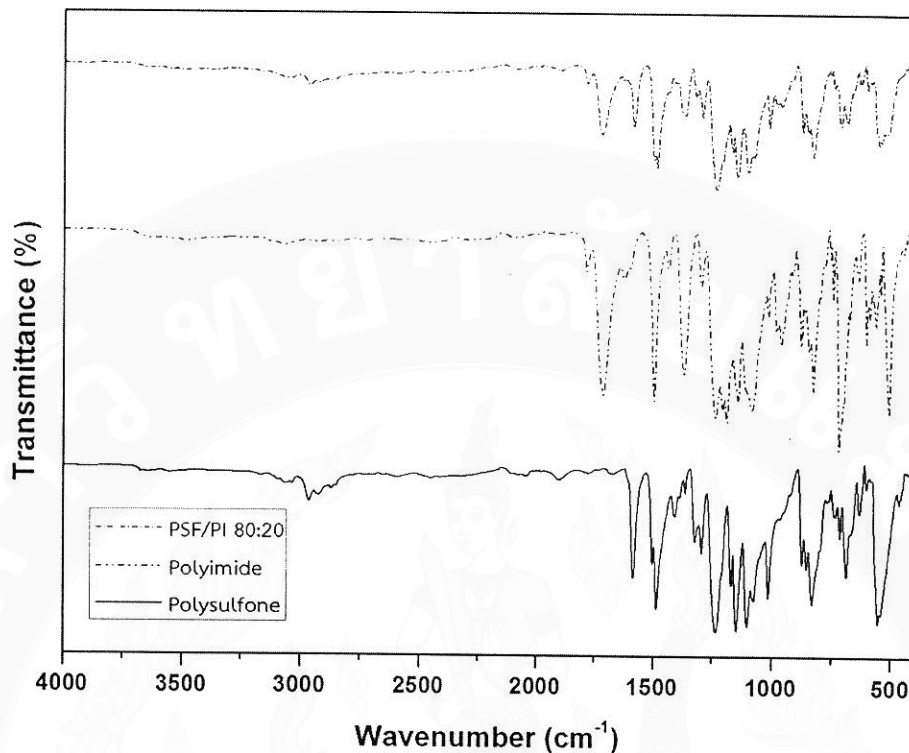
ตารางที่ 6 แสดงผลการวิเคราะห์อุณหภูมิการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน

ตัวอย่าง	อุณหภูมิสลายตัว (องศาเซลเซียส)
พอลิซัลโฟน	495.7-538.6
พอลิไอมิด์	498.9-608.6
พอลิซัลโฟน/พอลิไอมิด์ (PSF/PI) 90:10	509.2-551.8
พอลิซัลโฟน/พอลิไอมิด์ (PSF/PI) 80:20	508.9-551.8
พอลิซัลโฟน/พอลิไอมิด์ (PSF/PI) 70:30	508.8-553.18
PSF/PI/CNT 0.1 %	508.7-553.2
PSF/PI/CNT 0.3 %	508.6-555.9
PSF/PI/CNT 0.5 %	509.3-554.6

จากตารางที่ 6 พบว่าอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิไอมิด์และพอลิซัลโฟนมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับพอลิซัลโฟนเนื่องจากพอลิไอมิด์มีเสถียรภาพทางความร้อนที่สูงเมื่อเติมพอลิไอมิด์ลงไปพอลิซัลโฟนส่งผลให้ค่าแนวโน้มอุณหภูมิการสลายตัวสูงขึ้นตามปริมาณที่เติมลงไปซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Sikander ซึ่งศึกษาผลกระทบต่อการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบโดยแสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาและคุณสมบัติการซึมผ่านก๊าซ CO₂ ของเมมเบรนผสม จากการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของพอลิซัลโฟน/พอลิไอมิด์ แสดงให้เห็นแนวโน้มของ T_d ที่มีค่าเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากการเพิ่มขึ้นของพอลิไอมิด์ และพอลิไอมิด์สามารถผสมเข้ากับพอลิซัลโฟนได้เป็นอย่างดี และมีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดีขึ้น (Sikander และคณะ, 2012) นอกจากนี้การเติมท่อนาโนคาร์บอนก็ส่งผลให้เสถียรภาพทางความร้อนเพิ่มขึ้นเนื่องจากผลของความแข็งแรงระหว่างการยึดเหนี่ยวของพอลิเมอร์และสารเติมแต่งที่ใส่เข้าไป (Rafiq, 2011)

ข) การศึกษาหุ้ฟังก์ชันเคมีของแผ่นฟิล์มเมมเบรน

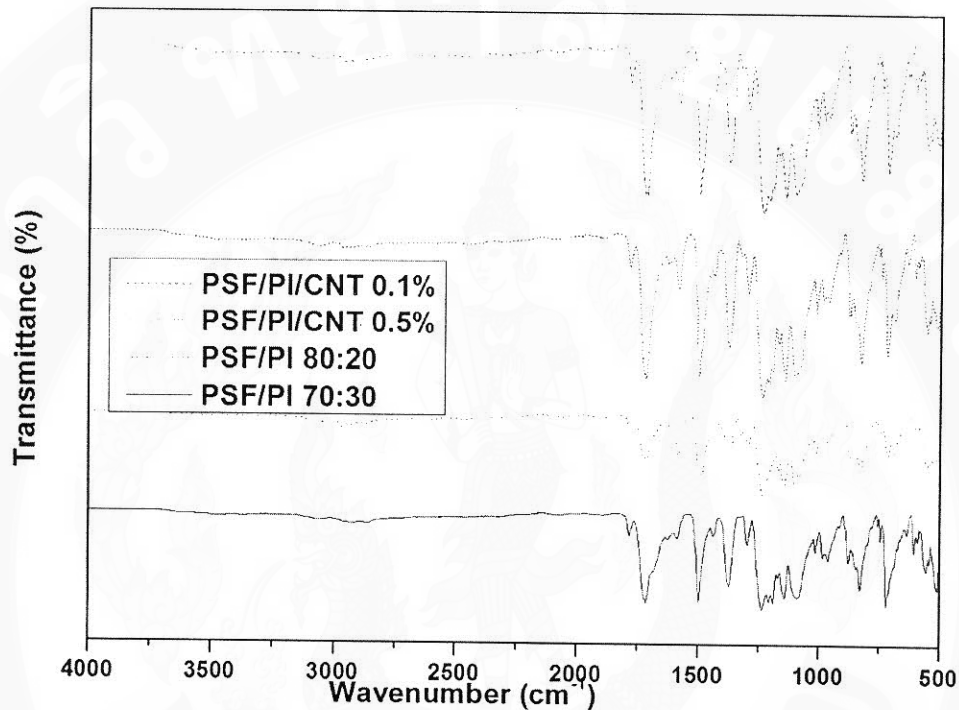
ผลการศึกษาหุ้ฟังก์ชันเคมีของแผ่นฟิล์มเมมเบรนพอลิไอมิด์สังเคราะห์ และแผ่นฟิล์มเมมเบรนผสมพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอมิด์ทำการทดสอบด้วยเครื่องวิเคราะห์หาชนิด และปริมาณของสารด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี แสดงดังภาพที่ 29-30



ภาพที่ 29 แสดงผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของเมมเบรนพอลิซัลโฟน พอลิไอมิด์ และพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอมิด์

จากภาพที่ 13 แสดงโครงสร้างการสังเคราะห์พอลิไอมิด์จาก 6FDA-ODA ซึ่ง 6FDA เป็นสารที่มีสีเหลืองอ่อนถ้าเป็นของเหลวจะออกเป็นสีส้ม และไวต่อความชื้น มีสูตรเคมีคือ $C_{19}H_6F_6O_6$ มีหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญคือ หมู่คาร์บอนิล หมู่อัลคิลเฮไลด์ และหมู่เอสเทอร์ และ ODA เป็นสารที่มีผลึก ไม่มีสีไม่มีกลิ่น ไม่ละลายในน้ำ มีสูตรเคมีคือ $C_{12}H_{12}N_2O$ มีหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญคือ หมู่เอมีน และหมู่อีเทอร์ เมื่อ 6FDA-ODA ทำปฏิกิริยากันระหว่างหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิล และ หมู่เอไมด์ เมื่อทำปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์จึงปรากฏเป็นหมู่ฟังก์ชันคาร์บอนิล หมู่อัลคิลเฮไลด์ หมู่เอมีน และ หมู่อีเทอร์ ซึ่งยืนยันผลจากเครื่องวิเคราะห์หาชนิด และปริมาณของสารด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีจะปรากฏหมู่ฟังก์ชันต่างๆแสดงดังภาพที่ 29 ซึ่งการเติมสารตั้งต้น 6FDA หรือ ODA ไม่ทำให้หมู่ฟังก์ชันที่แสดงเปลี่ยนไปดังนั้นในการเตรียมพอลิไอมิด์ในการทดลองนี้จึงใช้อัตราส่วนของสาร 6FDA:ODA เป็น 1:1 โดยโมลในการทดลองทั้งหมด โดยกราฟพอลิไอมิด์ทั้งสามอัตราส่วนแสดงหมู่ฟังก์ชันที่เหมือนกันซึ่งการเกิดปฏิกิริยาทำให้ปรากฏหมู่ฟังก์ชันของ อะโรมาติกไฮโดรคาร์บอน ซึ่งจะปรากฏพิกในบริเวณย่านความถี่ 3072 ต่อเซนติเมตร หมู่คาร์บอนิลปรากฏพิกในบริเวณย่านความถี่ 1783 1714 และ 719 ต่อเซนติเมตร โดยพิกของหมู่คาร์บอนิลเป็นพิกที่มีความแข็งแรง พิกของหมู่เอสเทอร์ปรากฏพิกในบริเวณย่านความถี่ 1235 ต่อเซนติเมตร และหมู่เอมีนปรากฏพิกในบริเวณย่านความถี่ 1370 ต่อเซนติเมตร ซึ่งมีความเข้มของพิกปานกลาง และยังพบการสั่นแบบยืดและแบบงอของหมู่อัลคิลเฮไลด์ ปรากฏพิกในบริเวณย่านความถี่ 1248 ต่อเซนติเมตร จากหมู่ฟังก์ชันที่ปรากฏในแต่ละพิกยืนยันได้ว่าสามารถสังเคราะห์พอลิไอมิด์ออกมาได้จริง เนื่องจากกลไกปฏิกิริยาจะเกิดเพียง 1:1 แต่ในการ

ทดลองปฏิบัติจริงพบว่าใส่ 6FDA หรือ ODA เกินพอก็ไม่ส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาไปข้างหน้ามาก โดยยืนยันจากบทความวิจัยของ Shixiang (Shixiang X. และคณะ, 2007) ซึ่งศึกษาการสังเคราะห์และคุณสมบัติของพอลิเอไมด์พบว่าโครงสร้างของพอลิเอไมด์ ได้รับการยืนยันโดยใช้เทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีแสดงให้เห็นการดูดกลืนคลื่นความถี่ของแผ่นฟิล์ม 6FDA/ODA โดยปรากฏพีกที่ตรงกับพอลิเอไมด์ที่สังเคราะห์ทุกพีก และพบหมู่ฟังก์ชันที่เหมือนกัน



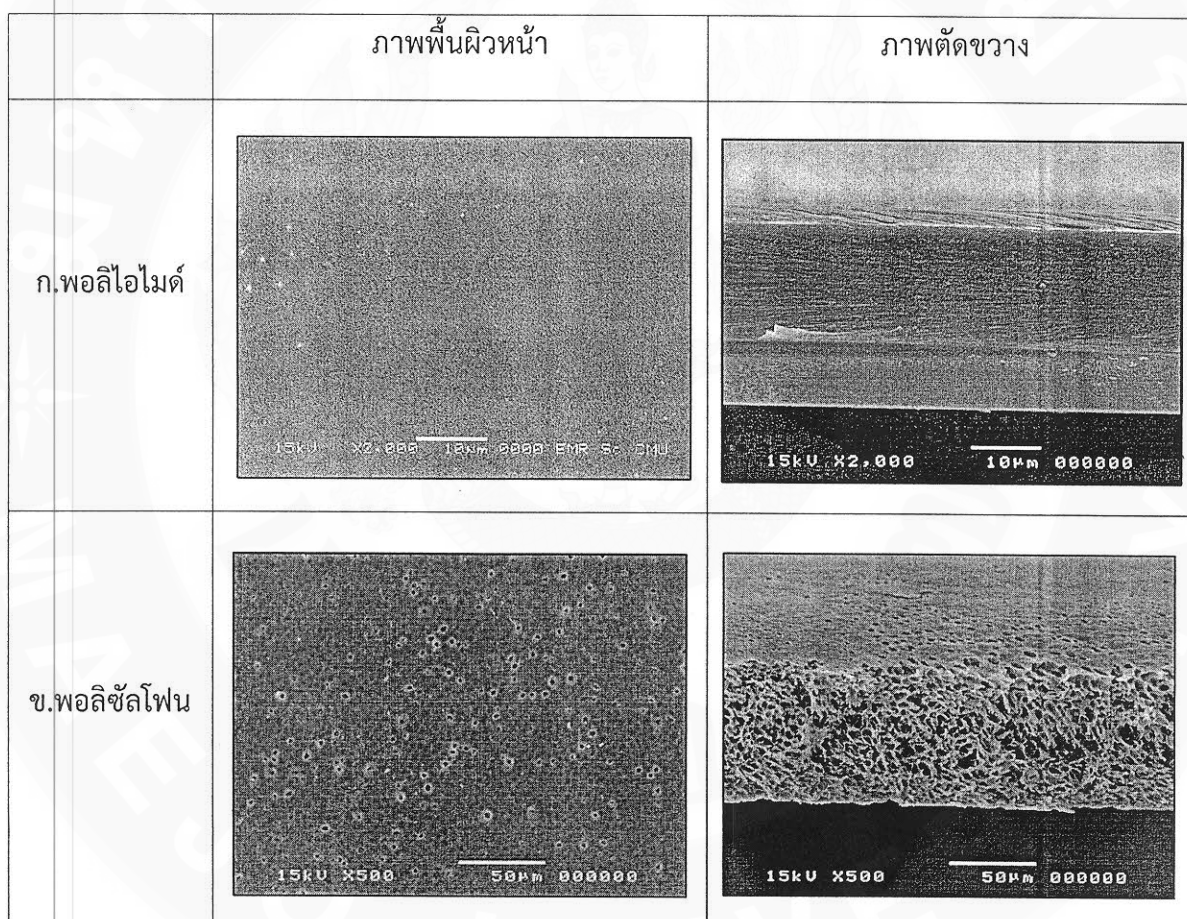
ภาพที่ 30 แสดงผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของเมมเบรนพอลิซัลโฟนผสมพอลิเอไมด์ และเมมเบรนพอลิซัลโฟนผสมพอลิเอไมด์ที่เสริมด้วยท่อนาโนคาร์บอน

จากภาพที่ 30 แสดงผลการวิเคราะห์หาชนิดของสารด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีของแผ่นฟิล์มเมมเบรนพอลิซัลโฟน และพอลิซัลโฟนผสมพอลิเอไมด์ในอัตราส่วน 80:20 โดยปริมาตร ซึ่งปรากฏพีกของหมู่ฟังก์ชันของสารที่เตรียมได้โดยพีกของพอลิเอไมด์ แสดงกลุ่มอะโรมาติกไฮโดรคาร์บอน ซึ่งจะปรากฏพีกในบริเวณย่านความถี่ 3072 ต่อเซนติเมตร และปรากฏการสั่นแบบไม่สมมาตรของพีกหมู่ฟังก์ชันกลุ่มคาร์บอนิล ปรากฏที่ย่านคลื่นความถี่ 1581 และ 1726 ต่อเซนติเมตร แสดงการดูดกลืนที่แข็งแรง และหมู่เอมีน ซึ่งปรากฏที่ย่านคลื่นความถี่ 1292 ต่อเซนติเมตร พีกของพอลิซัลโฟนจะปรากฏหมู่ฟังก์ชัน 3 กลุ่มคือ กลุ่มซัลโฟเนต จะปรากฏที่ย่านคลื่นความถี่ 1144 ต่อเซนติเมตร กลุ่มของวงแหวนเบนซีน ซึ่งปรากฏที่ย่านคลื่นความถี่ 1600 - 1475 ต่อเซนติเมตร และกลุ่มของอีเทอร์ ซึ่งปรากฏที่ย่านคลื่นความถี่ 1012 ต่อเซนติเมตร พบว่าพอลิซัลโฟนและพอลิเอไมด์สามารถผสมเข้ากันได้ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Kapantaidakis (Kapantaidakis และคณะ, 1996) ซึ่งศึกษาการซึมผ่านของก๊าซผ่านเมมเบรนผสมพอลิซัลโฟนผสมพอลิเอไมด์ได้รับการยืนยันโดยใช้เทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีแสดงให้เห็นการดูดกลืนคลื่นความถี่ของเมมเบรนผสมพอลิซัลโฟนผสมพอลิเอไมด์โดยปรากฏพีกที่ตรงกันทุกพีก และจากผลวิเคราะห์พบ

หมู่ฟังก์ชันที่เหมือนกัน เมื่อเปลี่ยนแผ่นฟิล์มเมมเบรนพอลิซัลโฟน และพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอมิดในอัตราส่วน 90:10 และ 70:30 โดยปริมาตร ก็จะแสดงพิกachuฟังก์ชัน ณ ตำแหน่งเดียวกัน สำหรับฟิล์มที่เสริมด้วยท่อนาโนคาร์บอนพบว่าไม่ปรากฏพิกachuที่ชัดเจน โดยพิกachuของท่อนาโนคาร์บอนจะปรากฏบริเวณ 1630 และ 3340 ต่อเซนติเมตร (Zahra และคณะ, 2014) เป็นไปได้ว่าปริมาณท่อนาโนคาร์บอนที่เติมลงไปมีปริมาณน้อยเกินไป

ค) การศึกษาลักษณะพื้นผิวหน้าและภาพตัดขวางของแผ่นฟิล์มเมมเบรน

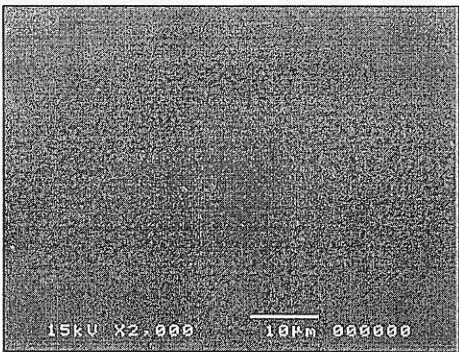
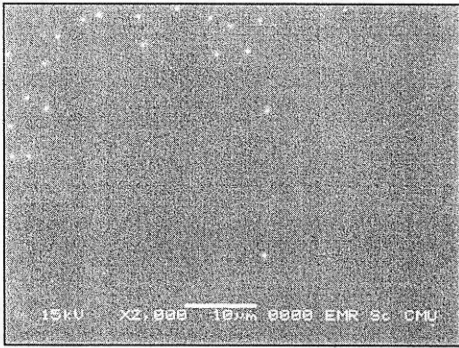
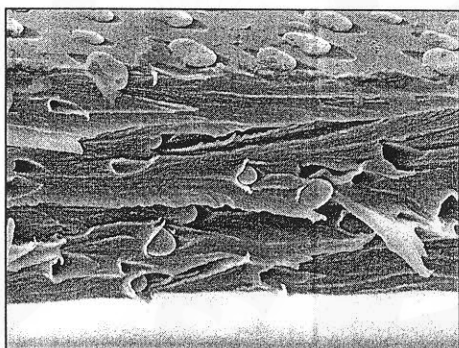
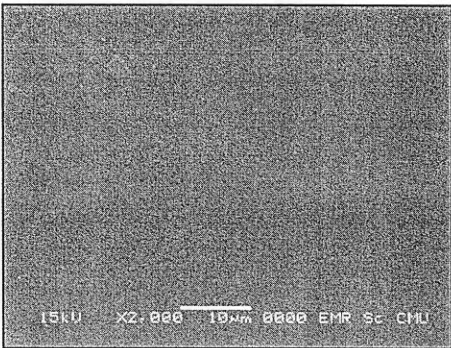
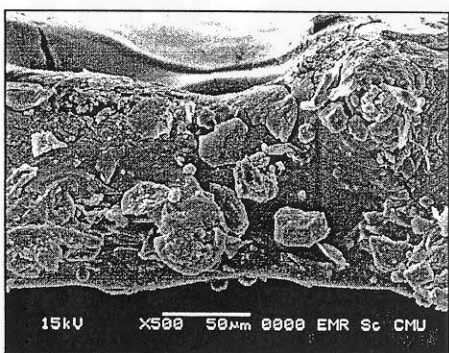
ผลการศึกษาลักษณะพื้นผิวหน้าและภาพตัดขวางของแผ่นฟิล์มเมมเบรนพอลิไอมิด และ แผ่นฟิล์มเมมเบรนผสมพอลิซัลโฟน/พอลิไอมิด ทำการทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงดังภาพที่ 31



ภาพที่ 31 แสดงลักษณะภาพพื้นผิวและภาพตัดขวางของเมมเบรน (ก) พอลิไอมิด และ (ข) พอลิซัลโฟน

จากภาพที่ 36 แสดงลักษณะพื้นผิวหน้าและภาพตัดขวางของเมมเบรนพอลิไอมิดที่กำลังขยาย 2,000 เท่า พบว่าภาพพื้นผิวของพอลิไอมิดมีลักษณะพื้นผิวที่ค่อนข้างเรียบ ไม่มีรอยขีดข่วน พบการกระจายของรูพรุนขนาดเล็ก แสดงดังภาพ (ก.1) และจากภาพตัดขวางของพอลิไอมิดเห็นได้ว่ามีพื้นผิวที่ค่อนข้างเรียบมีกลุ่มก้อนเล็กน้อย พบรอยยึดซึ่งจากการดึงแผ่นฟิล์มขณะเตรียมตัวอย่าง พบการกระจายตัวของรูพรุนขนาดเล็กเกิดขึ้น

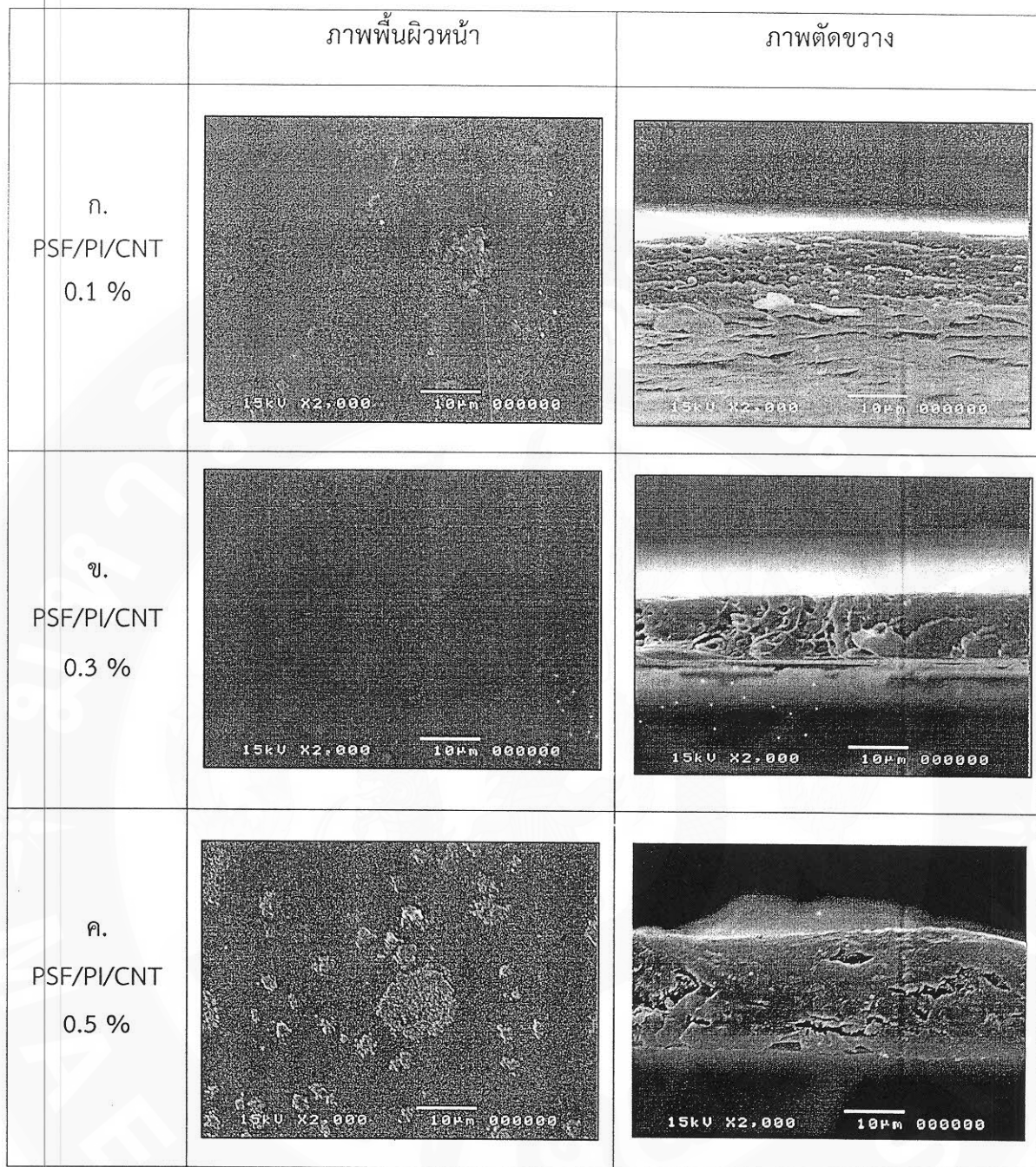
เพียงเล็กน้อยโดยแสดงดังภาพ (ก.2) พื้นผิวที่ขรุขระเกิดการไม่เข้ากันเกาะเป็นกลุ่มก้อนซึ่งจะส่งผลต่อการซึมผ่านของก๊าซได้สำหรับลักษณะผิวหน้าและภาพตัดขวางของเมมเบรนของพอลิซัลโฟนพบว่ามีรูพรุนเป็นจำนวนมาก มีความเชื่อมโยงต่อกันทั่วทั้งแผ่นฟิล์ม โดยมีขนาดรูพรุนประมาณ 200-300 นาโนเมตร ซึ่งส่งผลให้เกิดการซึมผ่านของก๊าซได้ดี

	ภาพพื้นผิวหน้า	ภาพตัดขวาง
ก.พอลิซัลโฟน/ พอลิไอมิด 90:10		
ข.พอลิซัลโฟน/ พอลิไอมิด 80:20		
ค.พอลิซัลโฟน/ พอลิไอมิด 70:30		

ภาพที่ 32 แสดงลักษณะภาพพื้นผิวและภาพตัดขวางของเมมเบรนพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอมิด

จากภาพที่ 32 แสดงลักษณะพื้นผิวและภาพตัดขวางของเมมเบรนพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอมิด ในอัตราส่วน พอลิซัลโฟนผสมพอลิไอมิด 90:10 80:20 และ 70:30 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ จากภาพที่ 31

แสดงให้เห็นว่าภาพพื้นผิวของพอลิซิลิโคนมีผิวเรียบและมีรูพรุนกระจายทั่วแผ่นเมื่อดูภาพตัดขวางพบรูพรุนจำนวนมากเกิดขึ้นทั่วทั้งแผ่นฟิล์ม เมื่อนำพอลิซิลิโคนและพอลิไอโม่มาผสมกันในอัตราส่วนต่างๆ พบว่าพื้นผิวของทั้งสามอัตราส่วนมีลักษณะพื้นผิวที่เรียบ แสดงให้เห็นว่าพอลิซิลิโคนผสมพอลิไอโม่สามารถผสมเข้าด้วยกันได้เป็นอย่างดี และจากภาพตัดขวางของพอลิซิลิโคนผสมพอลิไอโม่ในอัตราส่วน 90:10 โดยน้ำหนักพบว่า มีลักษณะพื้นผิวเป็นชั้นๆ และพบรูพรุนขนาดเล็กเกิดขึ้นจำนวนมากแสดงดังภาพที่ 32 ก. และที่อัตราส่วนพอลิซิลิโคนผสมพอลิไอโม่ 80:20 โดยน้ำหนัก พบว่ามีพื้นผิวมีลักษณะเป็นชั้นๆ และพบรูพรุนจำนวนมากเกิดขึ้น ซึ่งลักษณะของมีก้อนลักษณะทรงรีแทรกเข้าไปอยู่ในรูพรุนเห็นได้อย่างชัดเจน ซึ่งเป็นก้อนของพอลิไอโม่ เพราะพอลิไอโม่ที่ผสมเข้าไปอาจเข้าไปปิดรูพรุนของตัวพอลิซิลิโคน เพราะพอลิไอโม่จะทำให้เกิดความแข็งแรงเพิ่มมากขึ้น แสดงดังภาพที่ 32 ข. และพอลิซิลิโคนผสมพอลิไอโม่อัตราส่วน 70:30 โดยน้ำหนัก แสดงให้เห็นถึงการไม่เข้ากันของพอลิไอโม่และพอลิซิลิโคน เกิดการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนเนื่องจากปริมาณของพอลิไอโม่เพิ่มขึ้นส่งผลให้แผ่นเมมเบรนเกิดความขรุขระ แสดงดังภาพที่ 32 ค. ดังนั้นพอลิซิลิโคนผสมพอลิไอโม่ในอัตราส่วน 80:20 เป็นอัตราส่วนที่เหมาะสมที่สุดซึ่งสามารถนำไปทดสอบการซึมผ่านก๊าซได้เนื่องจากพบรูพรุนเกิดขึ้นจำนวนมากและพอลิซิลิโคนสามารถผสมเข้ากันได้ดีกับพอลิไอโม่ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Sikander (Sikander และคณะ, 2007) ซึ่งศึกษาการแยก CO₂ จาก CH₄ โดยใช้เยื่อเลือกผ่านพอลิซิลิโคนผสมพอลิไอโม่ พบว่าแผ่นเมมเบรนสามารถผสมเข้ากันได้และเกิดเป็นชั้นบางๆ และมีรูพรุนเกิดขึ้นกระจายทั่วแผ่นเมมเบรน เป็นโครงสร้างคล้ายฟองน้ำ ซึ่งเหมาะสมสำหรับการนำไปใช้งานทางด้านการแยกก๊าซ



ภาพที่ 33 แสดงลักษณะภาพพื้นผิวและภาพตัดขวางของเมมเบรนพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอมิดที่เสริมด้วย
ท่อคาร์บอนนาโนในอัตราส่วนต่างๆ

จากภาพที่ 33 แสดงลักษณะของภาพพื้นผิวและภาพตัดขวางของเมมเบรนพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอมิด (80:20) ที่เสริมด้วยท่อคาร์บอนนาโนในอัตราส่วนต่างๆ เมื่อเทียบกับเมมเบรนผสมจะเห็นการเกาะกลุ่มของท่อคาร์บอนมากขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณท่อคาร์บอนซึ่งการเพิ่มท่อคาร์บอนเข้าไปทำให้การซึมผ่านของก๊าซดีขึ้นแต่อย่างไรก็ตามความสามารถในการแยกก๊าซลดต่ำลง เนื่องจากการเกาะกลุ่มทำให้เกิดช่องว่างระหว่างท่อคาร์บอนและเมทริกซ์ส่งผลให้ก๊าซไหลผ่านไปได้ง่าย ดังนั้นการกระจายตัวของท่อคาร์บอนที่ดีจึงเป็นสิ่งที่น่าสนใจในการปรับปรุงเมมเบรนสำหรับการแยกก๊าซต่อไป

ง) การศึกษาการซึมผ่านของก๊าซของแผ่นฟิล์มเมมเบรน

ผลการศึกษาการซึมผ่านของก๊าซ ของแผ่นฟิล์มเมมเบรนพอลิไอไมด์สังเคราะห์ และแผ่นฟิล์มเมมเบรนผสม โดยใช้ก๊าซ CO₂ และ CH₄ ที่อุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส ทดสอบด้วยเครื่องวิเคราะห์ประสิทธิภาพการซึมผ่านก๊าซ (Gas permeation test) แสดงดังตารางที่ 7

ตารางที่ 7 ผลการทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ CO₂ และ CH₄

ตัวอย่าง	CO ₂ (Barrer)	CH ₄ (Barrer)	CO ₂ / CH ₄ selectivity
พอลิซิลิโคน	1.903	0.613	3.140
พอลิไอไมด์	0.704	0.201	3.502
พอลิซิลิโคน /พอลิไอไมด์ (90:10)	1.487	0.603	2.466
พอลิซิลิโคน /พอลิไอไมด์ (80:20)	1.462	0.542	2.697
PSF/PI/CNT 0.1 %	1.710	0.664	2.575
PSF/PI/CNT 0.3 %	1.725	0.712	2.422
PSF/PI/CNT 0.5 %	1.750	0.731	2.393

*Barrer = $10^{-10} \text{ cm}^3 \text{ (STP) cm} / (\text{cm}^2 \text{ s cmHg})$

จากตารางที่ 7 การทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ CO₂ และ CH₄ โดยการซึมผ่านก๊าซ CO₂ และ CH₄ ของพอลิไอไมด์ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.704 และ 0.201 Barrer ตามลำดับ พบว่าอัตราการแยกก๊าซ (gas selectivity) ของพอลิไอไมด์มากแต่มีค่าการซึมผ่านของก๊าซที่น้อย เนื่องจากพอลิไอไมด์มีโครงสร้างที่แข็งแรงและมีลักษณะทางกายภาพที่มีลักษณะผิวหน้าเรียบพบการกระจายของรูพรุนเล็กน้อยและจากภาพตัดขวางพบรูพรุนขนาดเล็กกระจายเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อย 31 ก. ทำให้ก๊าซสามารถผ่านไปได้ยากกว่าพอลิซิลิโคน ซึ่งพอลิซิลิโคนมีค่าการซึมผ่านของก๊าซที่ค่อนข้างสูงโดยการซึมผ่านก๊าซ CO₂ และ CH₄ ของพอลิซิลิโคนมีค่าเท่ากับ 1.903 และ 0.613 Barrer เนื่องจากพอลิซิลิโคนมีรูพรุนจำนวนมากแสดงดังภาพ 31 ข. แต่อย่างไรก็ดีอัตราการแยกก๊าซต่ำกว่าพอลิไอไมด์ทำให้ก๊าซสามารถซึมผ่านไปได้ง่ายและเมื่อนำพอลิไอไมด์ไปผสมกับพอลิซิลิโคนอัตราส่วน ต่างๆ พอลิไอไมด์จะเข้าไปเพิ่มความแข็งแรงให้กับเมมเบรนโดยการเข้าไปปิดรูพรุนของพอลิซิลิโคนและโครงสร้างยึดเกาะกันแน่นขึ้น โดยแสดงดังภาพ 32 ข. ส่งผลให้พอลิเมอร์ผสมมีค่าอุณหภูมิล้ำยแก้วมีค่าสูงขึ้น ซึ่งส่งผลให้ประสิทธิภาพในการซึมผ่านของก๊าซลดลง ในส่วนของพอลิเมอร์ผสมที่เสริมด้วยท่อนาโนคาร์บอนค่าการซึมผ่านของก๊าซเพิ่มขึ้นตามปริมาณท่อนาโนคาร์บอนที่เติมลงไปแต่อย่างไรก็ตามอัตราการแยกกลับน้อยลงซึ่งเป็นไปได้ว่าอาจเกิดจุดบกพร่องเป็นช่องว่างระหว่างรอยต่อของท่อนาโนคาร์บอนและตัวพอลิเมอร์เมทริกซ์ ดังรายงานของ Moore (Moore และคณะ, 2005) ดังนั้นเมื่อมีปริมาณท่อนาโนคาร์บอนมากจึงอาจทำให้จุดบกพร่องมากตามไปด้วยส่งผลให้อัตราการแยกก๊าซลดลง

จ) การทดสอบสมบัติความทนแรงดึงของแผ่นฟิล์มเมมเบรน

การทดสอบสมบัติความทนแรงดึงของฟิล์มวัสดุผสม จะทดสอบโดยใช้เครื่องทดสอบความแข็งแรงของวัสดุ โดยผลที่ได้ดังตารางที่ 8

ตารางที่ 8 ค่าการทนแรงดึงและเปอร์เซ็นต์การยืดของแผ่นฟิล์มเมมเบรน

ตัวอย่าง	Tensile Stress (MPa)	Elongation (%)	Young's modulus (MPa)
พอลิซัลโฟน	8.32	9.04	1.06
พอลิไอไมด์	10	8.30	1.16
พอลิซัลโฟน/พอลิไอไมด์ (PSF/PI) 90:10	14.29	7.25	1.33
พอลิซัลโฟน/พอลิไอไมด์ (PSF/PI) 80:20	14.64	8.37	1.40
พอลิซัลโฟน/พอลิไอไมด์ (PSF/PI) 70:30	15.18	7.54	1.79
PSF/PI/CNT 0.1 %	13.83	6.67	2.12
PSF/PI/CNT 0.3 %	12.54	5.60	1.87
PSF/PI/CNT 0.5 %	13.67	3.43	1.78

จากตารางที่ 8 กราฟแสดงค่าการทนแรงดึง เปอร์เซ็นต์การยืด และค่ามอดุลัสของยังของแผ่นฟิล์มเมมเบรนพอลิไอไมด์และแผ่นฟิล์มเมมเบรนพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอไมด์ อัตราส่วน 90:10 80:20 และ 70:30 โดยปริมาตร และแผ่นฟิล์มผสมที่เสริมด้วยท่อคาร์บอน จากตารางพบว่าแผ่นฟิล์มเมมเบรนพอลิไอไมด์มีความทนแรงดึง 8.32 เมกะปาสคาล มีค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัวอยู่ที่ 9.04 และเมื่อนำพอลิซัลโฟนมาผสมกับพอลิไอไมด์ทำให้แผ่นฟิล์มเมมเบรนมีความต้านทานแรงดึงเพิ่มมากขึ้น เป็นผลมาจากความแข็งแรงของพอลิไอไมด์ที่ผสมเข้าไป นอกจากนี้ค่ามอดุลัสของยังเพิ่มขึ้นเนื่องจากพอลิไอไมด์ส่งผลให้ค่าอณูโมดูลัสแก้วเพิ่มขึ้น ส่งผลให้วัสดุมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น ในขณะที่อัตราส่วนพอลิซัลโฟนมาผสมกับพอลิไอไมด์ 70:30 มีเปอร์เซ็นต์การยืดตัวลดลง เนื่องจากปริมาณของพอลิไอไมด์เพิ่มมากขึ้นส่งผลให้การผสมที่ไม่เข้ากันของพอลิซัลโฟนและพอลิไอไมด์ เกิดการกระจายตัวที่ไม่ดีเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนแสดงดังภาพที่ 32 ค ทำให้ความสามารถในการยืดตัวมีค่าที่ลดลง นอกจากนี้พบว่า การเติมท่อคาร์บอนส่งผลให้ค่าความทนแรงดึงและค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัวลดลง แต่ค่ามอดุลัสของยังเพิ่มขึ้น เนื่องจากการเติมสารเสริมแรงลงไปในพลาสติก โดยสารที่เสริมลงไปจะส่งผลให้ความแข็งแรงเพิ่มขึ้น หรือลดลง โดยทั่วไปถ้ามีการผสมที่เข้ากันได้ มีการกระจายตัวที่ดีจะทำให้ความแข็งแรงเพิ่มขึ้น และในกรณีที่สารตัวเติมเพิ่มขึ้นผสมไม่เข้ากันกระจายตัวที่ไม่ดีทำให้ความสามารถในการรับแรงและการยืดตัวลดลง ทำให้ขาดง่าย และมีค่าการทนแรงดึงลดลง

สรุปผลการวิจัย

ในการวิจัยนี้เป็นการศึกษาการเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของเมมเบรนผสมพอลิไอมิดและพอลิซิลโฟน เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนและการวิเคราะห์ทางความร้อนของวัสดุ ตรวจสอบหุ้ฟังก์ชันทางเคมี ทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ และทดสอบสมบัติเชิงกลของแผ่นฟิล์มเมมเบรน

พบว่าสามารถสังเคราะห์พอลิไอมิดจาก 6FDA และ ODA ในอัตราส่วน 1:1 โดยโมล โดยพอลิไอมิดที่สังเคราะห์ได้มีค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วเท่ากับ 292.4 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของพอลิซิลโฟนเท่ากับ 174.4 องศาเซลเซียส และมีอุณหภูมิการสลายตัวอยู่ในช่วง 500-600 องศาเซลเซียส โดยในการเตรียมเมมเบรนผสมระหว่างพอลิซิลโฟนและพอลิไอมิดพบว่าเมื่อปริมาณพอลิไอมิดเมื่อเพิ่มปริมาณพอลิไอมิดจะส่งผลให้อุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วเพิ่มขึ้น และเสถียรภาพทางความร้อนเพิ่มขึ้นตามปริมาณพอลิไอมิดด้วยเช่นกัน นอกจากนี้การเติมท่อนาโนคาร์บอนยังส่งผลให้สมบัติทางความร้อนของแผ่นฟิล์มเมมเบรนดีขึ้นด้วย โดยผลการตรวจสอบด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีสามารถยืนยันหุ้ฟังก์ชันของสารที่สังเคราะห์ได้ และสารผสม นอกจากนี้การในการทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ CO_2 และ CH_4 พบว่า พอลิไอมิดมีค่าการซึมผ่านของก๊าซที่น้อย เนื่องจากมีโครงสร้างที่แข็งแรงและมีรูพรุนเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อย และเมื่อนำไปผสมกับพอลิซิลโฟนทำให้ค่าการซึมผ่านของก๊าซ CO_2 และ CH_4 มีค่าเพิ่มขึ้นเนื่องจากพอลิซิลโฟนทำให้รูพรุนเกิดขึ้นจำนวนมากส่งผลให้การซึมผ่านสามารถผ่านไปได้ง่ายขึ้น เมื่อเติมท่อนาโนคาร์บอนเข้าไปในแผ่นฟิล์มส่งผลให้การซึมผ่านของก๊าซเพิ่มขึ้นแต่การแยกก๊าซมีประสิทธิภาพต่ำลงซึ่งอาจเกิดจากจุดบกพร่องระหว่างพอลิเมอร์เมทริกซ์กับท่อนาโนคาร์บอน โดยผลการทดสอบสมบัติเชิงกลของฟิล์มเมมเบรนพบว่ามีความเมมเบรนผสมพอลิซิลโฟนและพอลิไอมิดมีความทนแรงดึง และค่ามอดุลัสของยังเพิ่มขึ้น แต่มีค่าเปอร์เซ็นต์การยืดลดลงเป็นผลมาจากกันขัดขวางกันของสายโซ่ภายในโครงสร้างผสมทำให้ฟิล์มมีความแข็งเพิ่มขึ้น

เอกสารอ้างอิง

- กอบวุฒิ รุจจินากุล. 2549.การวิเคราะห์ของแข็งเชิงฟิสิกส์. มหาวิทยาลัยเชียงใหม่: เชียงใหม่.
- กวี หวังนิเวศน์กุล. 2554.วัสดุวิศวกรรม. สำนักพิมพ์ซีเอ็ดยูเคชั่น. กรุงเทพฯ: 384 น.
- กรมโรงงานอุตสาหกรรม, คู่มือการปฏิบัติงาน เกี่ยวกับการออกแบบ การผลิต การควบคุมคุณภาพ และการใช้ ก๊าซชีวภาพ (Biogas) สำหรับโรงงานอุตสาหกรรม, ed. 1.
- ณรงค์ศักดิ์ ธรรมโชติ. 2549.วัสดุวิศวกรรม. สำนักพิมพ์ซีเอ็ดยูเคชั่น: กรุงเทพฯ. 548 น.
- ธีรพงษ์ วงศ์ชนะไพบูลย์. 2556. เคมีพอลิเมอร์. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย: กรุงเทพฯ. 274 น.
- นิทัศน์ จิระอรุณ. 2540.วัสดุพอลิเมอร์. คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่: เชียงใหม่.
- นวลแข ปาลินิช. 2542.ความรู้เรื่องผ้าและเส้นใย. บริษัท ซีเอ็ด ยูเคชั่น จำกัด(มหาชน): กรุงเทพฯ. 352 น.
- บรรเลง ศรีนิล. 2533.เทคโนโลยีพลาสติก.พิมพ์ครั้งที่ 6.สมาคมส่งเสริมเทคโนโลยี. กรุงเทพฯ. 230 น.
- พิชิต เลี่ยมพิพัฒน์. 2542.พลาสติก.พิมพ์ครั้งที่15. สำนักพิมพ์สัมพันธ์พาณิชย์: กรุงเทพฯ. 311 น.
- วิลเลียมส์ ดี คาลิสเตอร์ เจ อาร์. 2548.วัสดุศาสตร์และวิศวกรรมวัสดุพื้นฐาน :Materials Science and Engineering. ท็อป จำกัด: กรุงเทพฯ. 752 น.
- เสกศักดิ์ อัสวาวลีทรัพย์. 2550. Tensile Test. โรงพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย: กรุงเทพฯ. 98 น .
- Aroon, M.A., et al., *Effect of chitosan as a functionalization agent on the performance and separation properties of polyimide/multi-walled carbon nanotubes mixed matrix flat sheet membranes*. *Journal of Membrane Science*, 2010. 364(1 2): p. 309-317.
- Baker, R.W., *Future Directions of Membrane Gas Separation Technology*. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 2002. 41(6): p. 1393-1411.
- Bos, A., et al., *Plasticization-resistant glassy polyimide membranes for CO₂/CO₄ separations*. *Separation and Purification Technology*, 1998. 14: p. 27-39.
- Bos, A., et al., *Suppression of gas separation membrane plasticization by homogeneous polymer blending*. *AIChE Journal*, 2001. 47(5): p. 1088-1093.
- Cavenati, S., C.A. Grande, and A.E. Rodrigues, *Removal of Carbon Dioxide from Natural Gas by Vacuum Pressure Swing Adsorption*. *Energy & Fuels*, 2006. 20(6): p. 2648-2659.

- Cheryan, M (1998). *Ultrafiltration and Microfiltration Handbook*. Lancaster, PA.: echnomic Publishing Co., Inc.
- Chung, T.S., et al., *Mixed matrix membranes (MMMs) comprising organic polymers with dispersed inorganic fillers for gas separation*. *Polymer Science*, 2007. 32: p. 483-507.
- Colemana, J.N. and W.J. Blau, *Improving the mechanical properties of single-walled carbon nanotube sheets by intercalation of polymeric adhesives*. *Applied Physics Letters*, 2003. 82(11): p. 1682-1684.
- David Parker, Jan Bussink, Hendrik T. van de Grampel, Gary W. Wheatley, Ernst-Ulrich Dorf, Edgar Ostlinning, Klaus Reinking, "Polymers, High-Temperature" in *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, 2002, Wiley-VCH: Weinheim
- Dewil, R., L. Appels, and J. Baeyens, *Energy use of biogas hampered by the presence of siloxanes*. *Energy Conversion and Management*, 2006. 47(13-14): p. 1711-1722.
- Gullapalli, S.; Wong, M.S. "Nanotechnology: A Guide to Nano-Objects". *Chemical Engineerings*, 2011. 107 (5): 28–32.
- Hagen, M.G., E.L. Lascher, and J.F. Camobreco, *Response to Matsusaka: Estimating the Effect of Ballot Initiatives on Policy Responsiveness*. *The Journal of Politics*, 2001. 63(04): p. 1257-1263.s
- Hosseini, S.S. and T.S. Chung, *Carbon membranes from blends of PBI and polyimides for N_2/CH_4 and CO_2/CH_4 separation and hydrogen purification*. *Journal of Membrane Science*, 2009. 328(12): p. 174-185.
- Ismail, A.F. and W. Lorna, *Penetrant-induced plasticization phenomenon in glassy polymers for gas separation membrane*. *Separation and Purification Technology*, 2002. 27(3): p. 173-194.
- Kanehashi, S., et al., *Effects of carbon dioxide-induced plasticization on the gas transport properties of glassy polyimide membranes*. *Journal of Membrane Science*, 2007. 298(1-2): p. 147-155.

- Lu, G.Q., Diniz da Costa, J.C., Duke, M., Giessler, S., Socolow, R., Williams, R.H. and Kreutz, T., 2007. Inorganic membranes for hydrogen production and purification: A critical review and perspective. *Journal of Colloid and Interface Science*, 314(2), 589-603.
- Moore T.T., and W.J. Koros, Non-ideal effects in organic-inorganic materials for gas separation membranes, *Journal Molecular Structure*, 2005. 739, p. 87-98.
- Rafiq, S., et al., *Preparation of asymmetric polysulfone/polyimide blended membranes for CO₂/CH₄ separation*. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 2011. 28(10): p. 2050-2056.
- Robeson, L.M., *The upper bound revisited*. *Journal of Membrane Science*, 2008. 320(12): p. 390-400.
- Ryckebosch, E., M. Drouillon, and H. Vervaeren, *Techniques for transformation of biogas to biomethane*. *Biomass and Bioenergy*, 2011. 35(5): p. 1633-1645.
- Sanip, S.M., et al., *Gas separation properties of functionalized carbon nanotubes mixed matrix membranes*. *Separation and Purification Technology*, 2011. 78(2): p. 208-213.
- Scholes, C.A., S.E. Kentish, and G.W. Stevens, *Carbon dioxide separation through polymeric membrane systems for flue gas applications*. *Recent Patents on Chemical Engineering*, 2003. 1: p. 52-66.
- Shixiang X., Z. Zhijian, and W. Wei., *Synthesis and Properties of Polyimide-Based Optical Materials*. *Journal of the Korean Physic Society*, 2007. 51(4), p. 1536-1541.
- Shude X., R. Y.M. Huang, and X. Feng, *Synthetic 6FDAeODA copolyimide membranes for gas separation and pervaporation: Functional groups and separation properties*. *Polymer*, 2007. 48: p. 5355-5368.
- Sikander R., et.al., *Separation of CO₂ from CH₄ using polysulfone/polyimide silica nanocomposite membranes*. *Separation and Purification Technology*, 2012. 90: p.162-172.
- Stern, S.A., et al., *Structure/permeability relationships of polyimide membranes. Applications to the separation of gas mixtures*. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 1989. 27(9): p. 1887-1909.

- Suzuki, T., M. Miki, and Y. Yamada, *Gas transport properties of hyperbranched polyimide/hydroxy polyimide blend membranes*. *European Polymer Journal*, 2012. 48(8): p. 1504-1512.
- Kapantaidakis G.C, S.P. Kaldis, X.S. Dabou, and G.P. Sakellarpoulos, Gas permeation through PSF-PI miscible blend membranes. *Journal of Member Science*, 1996. 110, p. 239-247.
- Kyoung-Yong C. et.at., Effects of solvent on the pore formation in asymmetric 6FDA-4,40ODA polyimide membrane: terms of thermodynamics, precipitation kinetics, and physical factors. *Journal of Membrane Science*, 2000. 169: p. 197-214
- Walter W. Wright and Michael Hallden-Abberton "Polyimides" in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 2002, Wiley-VCH, Weinheim
- Weng, T.-H., H.-H. Tseng, and M.-Y. Wey, *Preparation and characterization of multi-walled carbon nanotube/PBNPI nanocomposite membrane for H₂/CH₄ separation*. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2009. 34(20): p. 8707-8715.
- Wind, J.D., et al., *The Effects of Crosslinking Chemistry on CO₂ Plasticization of Polyimide Gas Separation Membranes*. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 2002. 41(24): p. 6139-6148.
- Xiao, Y., et al., *Chemical Composition of Hydrilla verticillata (L. f.) Royle in Taihu Lake*. *ChemInform*, 2007. 38(38): p.
- Zahra A., M.A. Rouhollah, S.N. Masoud, and S. Saeed, *Preparation and characterization of a novel hetero-nanostructure of zirconium diboride nanoparticle-coated multi-walled carbon nanotubes*, *RSC Advances*, 2014. 106, p. 61409-61414.

ภาคผนวก



การเตรียม และศึกษาสมบัติของเมมเบรนผสมพอลิซัลโฟน/พอลิไอมิด์
 ที่เสริมด้วยท่อคาร์บอนนาโน
 Fabrication and characterization mixed matrix Membrane of
 polysulfone/polyimide-carbon nanotube

วนิดา วนอนสุข¹, ธวัชณ์ สร้อยทอง¹

¹คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ 63 หมู่ 4 ตำบลหนองหาร อำเภอ สันทราย จังหวัดเชียงใหม่ 50290

*Corresponding author. E-mail: wanidatanamsuk@hotmail.com , 0945184440

1. บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้จะศึกษาประสิทธิภาพการแยกก๊าซของเมมเบรน พอลิซัลโฟน/พอลิไอมิด์ (PSF/PI) ที่เสริมด้วยท่อคาร์บอนนาโน (CNTs) มีขั้นตอนดังนี้ ขั้นแรก ผสมท่อคาร์บอน 0.1–0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักในตัวทำละลาย 1-เมทิล-2-ไพโรไลดีโนน (NMP) และทำให้กระจายตัวโดยใช้เทคนิคโซนิเคชัน 4 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำสารละลายพอลิซัลโฟนและพอลิไอมิด์มาเติมในสารละลายที่เตรียมไว้ คนด้วยความเร็วเป็นเวลา 36 ชั่วโมง เพื่อให้ท่อคาร์บอนกระจายตัวในสารละลายพอลิเมอร์ นำสารละลายที่ได้ไปขึ้นรูปด้วยวิธีการหล่อแผ่นฟิล์ม นำแผ่นฟิล์มที่ได้ไปอบด้วยความร้อนอบเพื่อกำจัดตัวทำละลาย โดยขั้นตอนการให้ความร้อนมีดังนี้ ที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง 115 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 210 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงและ 270 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง การศึกษาลักษณะของเมมเบรนใช้การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พูเรียอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FTIR) ซึ่ง FTIR แสดงผลของหมู่ ฟังก์ชัน กลุ่มคาร์บอกซิล และ ไฮดรอกซี ที่ 1231.11 cm^{-1} , 1011.62 cm^{-1} จากการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน (TGA) แสดงอุณหภูมิการสลายตัว (T_d) ที่ 495.72 องศาเซลเซียส และการทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ

คำหลัก : พอลิซัลโฟน; พอลิไอมิด์; เมมเบรน; คาร์บอนนาโนทิวป์



ABSTRACT

In this study the gas separation performance of polysulfone/polyimide/ (PSF/PI) mixed matrix membranes filled with carbon nanotubes (CNTs) was investigated. The preparation of CNTs-PSF/PI membranes was as follows; firstly, the specific percentage of CNTs were added in 1-Methyl-2-pyrrolidone (NMP) ($\sim 0.1-0.5$ wt. %) and dispersed by sonication for 4 hours to improve the homogeneity. Then the PSF/NMP and PI/NMP solution were immediately added to the slurry and stirred at high velocity for 36 h to make sure CNTs dispersed uniformly in the polymer matrix. The solution was prepared by solution casting method. The film was heated through various stages in the oven to remove the solvent. The heating procedure was 85°C for 0.5 h, 115°C for 0.5 h, 150°C for 0.5 h, 180°C for 1 h, 210°C for 1 h, and 270°C for 1 h. The membranes were characterized by using scanning electron microscopy (SEM), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). The FTIR Spectar shows the carboxyl and hydroxyl group at 1231.11 cm^{-1} , 1011.62 cm^{-1} , thermo gravimetric analysis (TGA) shows the degradation temperature (T_d) of 495°C . and gas permeation measurements CO_2 and CH_4 .

Keywords: Polysulfone; Polyimide; Membranes; Carbon nanotubes

1. บทนำ

ปัจจุบันพลังงานที่ใช้กันในโลกนี้มีมากกว่าร้อยละ 80 มาจากการเผาไหม้เชื้อเพลิงซากดึกดำบรรพ์ ซึ่งอยู่ในรูปของถ่านหิน น้ำมันดิบ และก๊าซธรรมชาติ จากรายงานของธนาคารโลกระบุว่าในปี พ.ศ. 2553 ประเทศไทยใช้พลังงานที่มาจากถ่านหินเผาไหม้เชื้อเพลิงซากดึกดำบรรพ์ถึงร้อยละ 80 ของพลังงานทั้งหมด [1] ซึ่งจากแนวโน้มการใช้พลังงานที่เพิ่มมากขึ้นทั้งในภาคครัวเรือนอุตสาหกรรมและการขนส่งควบคู่ไปกับปริมาณที่มีจำกัดของทรัพยากรเชื้อเพลิงซากดึกดำบรรพ์ส่งผลให้ภาวะขาดแคลนพลังงานในอนาคตเป็นสิ่งที่หลีกเลี่ยงไม่ได้ นอกเหนือไปจากนั้นการเผาไหม้เชื้อเพลิงซากดึกดำบรรพ์ซึ่งมีองค์ประกอบหลักเป็นสารไฮโดรคาร์บอนทำให้เกิดการปลดปล่อยก๊าซมลพิษ ได้แก่ คาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (SO_2) และไนโตรเจนไดออกไซด์ (NO_2) ก๊าซเหล่านี้เป็นสาเหตุให้เกิดปรากฏการณ์เรือนกระจก (Greenhouse effect) และการเปลี่ยนแปลงฤดูกาลที่ผิดปกติ เช่น ภาวะโลกร้อนและฤดูหนาวที่ยาวนาน ด้วยเหตุนี้การแสวงหาพลังงานทางเลือกใหม่ซึ่งเป็นพลังงานสะอาด (Clean energy) ที่ไม่ส่งผลเสียต่อสิ่งแวดล้อมเพื่อทดแทนการใช้พลังงานจากการเผาไหม้เชื้อเพลิงซากดึกดำบรรพ์จึงได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก [2]

ก๊าซธรรมชาติและก๊าซชีวภาพเป็นแหล่งพลังงานทางเลือกที่มีมีเทน (CH_4) เป็นองค์ประกอบหลัก ในการนำไปใช้งานจำเป็นต้องมีการแยกก๊าซเจือปนซึ่งมีคาร์บอนไดออกไซด์เป็นหลักและไฮโดรเจนซัลไฟด์ (H_2S) เพื่อป้องกันปัญหาในการเผาไหม้และเพื่อเพิ่มค่าความร้อน เทคโนโลยีปัจจุบันที่ใช้กันอย่างกว้างขวาง (ประมาณ 90%) คือ การดูดกลืนด้วยสารละลายอะมีนสามารถให้ประสิทธิภาพสูง การสูญเสียมีเทนต่ำ แต่ระบบมีขนาดใหญ่ มีราคาสูง ควบคุมยาก ตลอดจนมีการใช้พลังงานสูง ทางเลือกที่มีการใช้งานในเชิง พาณิชย์แต่ยังไม่แพร่หลายมากนัก คือระบบการแยกด้วยเมมเบรนที่เลือกผ่านคาร์บอนไดออกไซด์และ ไฮโดรเจนซัลไฟด์ภายใต้ความดันสูง ซึ่งพบว่าเมมเบรนยังมีประสิทธิภาพต่ำ มีการสูญเสียมีเทนสูง เทคโนโลยีเมมเบรนคอนแทคเตอร์ใช้หลักการดูดกลืนร่วมกับการใช้เมมเบรน ที่สามารถแยก คาร์บอนไดออกไซด์พร้อม ๆ กับไฮโดรเจนซัลไฟด์ที่ช่วยลดขนาดของระบบ ลดการสูญเสียมีเทน แต่ยังไม่มีการประยุกต์ใช้ในเชิงพาณิชย์ [3]

ปัจจุบันเทคโนโลยีการย่อยสลายแบบไม่ใช้ออกซิเจน (Anaerobic Digestion) เริ่มมีบทบาทมากขึ้นใน การบำบัดน้ำเสียอินทรีย์ ซึ่งอาจมาจากขยะมูลฝอย หรือโรงงานอุตสาหกรรมทางการเกษตร หรือฟาร์ม สัตว์เลี้ยง เนื่องจากการบำบัดด้วยวิธีนี้ มีผลพลอยได้จากกระบวนการย่อยสลายแบบไม่ใช้ออกซิเจน คือ ก๊าซชีวภาพ (Biogas) โดยองค์ประกอบของก๊าซชีวภาพ ได้แก่ ก๊าซมีเทน ประมาณ 60-70 % ก๊าซ คาร์บอนไดออกไซด์ ประมาณ 28-38 % ก๊าซอื่น ๆ เช่น ไฮโดรเจนซัลไฟด์ และไนโตรเจน เป็นต้น ประมาณ 2% ซึ่งก๊าซมีเทน เป็นก๊าซที่ให้ค่าพลังงานความร้อนสูงถึงประมาณ 21,000 kJ/m^3 ดังนั้น ก๊าซชีวภาพ (Biogas) จึงสามารถนำไปใช้ประโยชน์เป็นพลังงานทดแทนได้ แต่ในการนำก๊าซชีวภาพ (Biogas) ไปใช้งาน จริงอาจต้องพิจารณาถึงระดับการนำไปใช้งานด้วย เนื่องจากก๊าซชีวภาพ (Biogas) มีก๊าซอื่นประกอบอยู่ ด้วย การนำก๊าซไปใช้ประโยชน์อาจไม่เหมาะสม ดังนั้นต้องผ่านการบำบัดก๊าซชีวภาพ เพื่อกำจัดก๊าซบาง ชนิดออกไปก่อน เทคโนโลยีการแยกก๊าซหลักการ คือใช้ความดันที่ขับเคลื่อนโดยใช้วิธีการส่วนประกอบของ ก๊าซบนพื้นผิวของฟิล์มพอลิเมอร์และความสามารถในการดูดซับ การสลายตัวของฟิล์ม การแพร่กระจาย เป็นสื่อตัวกรองที่ทำจากวัสดุที่เป็นเนื้อเดียวกันการกรองพอลิเมอร์ทางกายภาพอย่างต่อเนื่อง กระบวนการ แยกไม่มีการเปลี่ยนแปลงคุณภาพ เช่น ไม่ส่งผลกระทบต่อโครงสร้างโมเลกุลของวัสดุ อัตราการซึมผ่าน กลายเป็นเทคโนโลยีที่มีการใช้กันอย่างแพร่หลายในการแยกก๊าซจำนวนมาก เช่น ก๊าซออกซิเจน ไนโตรเจน และการประยุกต์ใช้งานที่ต้องการความเข้มข้นของออกซิเจนสูง [4]

ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาการเตรียมแผ่นฟิล์มเมมเบรนพอลิซัลโฟเน/พอลิไธไมด์ ที่เสริมด้วย ท่อคาร์บอนนาโน พบว่าฟิล์มพอลิซัลโฟเนมีอัตราการแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ออกจากก๊าซมีเทน ได้มาก จากนั้นเติมพอลิไธไมด์เพื่อเพิ่มความแข็งแรง พบว่า อัตราการแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ลดลง มี การสูญเสียมีเทนสูง ซึ่งได้นำท่อคาร์บอนนาโนมาเสริมลงในฟิล์มพอลิซัลโฟเนผสมพอลิไธไมด์ เพื่อเพิ่ม



NSF 2561
The NS Foundation of Thailand

การประจักษ์วิชาการและนำเสนอผลงานวิจัยระดับชาติ ราชบัณฑิตยสภา ครั้งที่ 1
"สร้างเสริมสหวิทยาการ ผสมผสานวัฒนธรรมไทย ก้าวอย่างมั่นใจเข้าสู่ AC"

ประสิทธิภาพในการแยกก๊าซ พบว่า ปริมาณการแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ออกจากมีเทนได้ค่อนข้างมาก และมีการสูญเสียมีเทนน้อยลง เมื่อเทียบกับฟิล์มพอลิซัลโฟน และฟิล์มพอลิซัลโฟนผสมพอลิไธไมด์

2. วิธีการทดลอง

2.1 ขั้นตอนการเตรียมสารละลาย

เตรียมสารละลายพอลิซัลโฟน (PSF) โดยนำเม็ดพอลิซัลโฟน 3 กรัม ในตัวทำละลาย 1-Methyl-2-pyrrolidone (NMP) ปริมาณ 20 มิลลิลิตร (ml) จากนั้นปั่น PSF ให้ละลาย คนด้วยความเร็วเป็นเวลา 36 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง จะได้สารละลาย PSF ที่มีสีใส เตรียมสารละลายพอลิไธไมด์ (PI) โดยนำ 4,4-(hexafluoroisopropylidene) diphthalic anhydride (6FDA) ปริมาณ 0.780 กรัม และ 4,4-Oxydianiline (ODA) ปริมาณ 0.351 กรัม ใน NMP ปริมาณ 10 ml คนผสมภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนเพื่อทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง จะได้ของเหลว PI สีน้ำตาลใส นำ PSF/PI ในอัตราส่วน 80:20 ลงในบีกเกอร์ จากนั้นนำมาคนด้วยเครื่องคนสารประมาณ 3 ชั่วโมง เพื่อให้สารละลายเข้ากัน

หลังจากนั้น เตรียมสารละลาย PSF/PI และท่อคาร์บอนนาโน(CNT_s) โดยนำ CNT_s ที่ผ่านการเผาด้วยอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส[5] เพื่อให้สารอินทรีย์ต่างๆหายไป ทำให้โครงสร้างภายในเกิดรูพรุน ปริมาณ 0.1, 0.3 และ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (%wt.) ของสารละลาย PSF/PI ที่เตรียมไว้ นำไปคนด้วยความเร็วอีกครั้งเป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อให้ CNT_s กระจายตัวในสารละลายพอลิเมอร์

2.2 ขึ้นรูปแผ่นฟิล์มเมมเบรน

นำสารแขวนลอยที่ได้ปริมาณ 4 มิลลิลิตร นำมาหล่อลงบนแผ่นกระจกนาฬิกาขนาด 15x15 เซนติเมตร เมื่อหล่อเสร็จนำไปใส่ในโถดูดความชื้นเป็นเวลา 10 นาที เพื่อไล่ฟองอากาศภายในสารละลาย จากนั้นกักตัวทำละลาย NMP โดยให้ความร้อนประมาณ 80 องศาและปรับระดับเพื่อให้แผ่นฟิล์มมีความหนาเท่ากัน เมื่อสารละลาย NMP ระเหยออกไปหมดแล้วนำแผ่นฟิล์มเข้าไปอบด้วยความร้อน โดยขั้นตอนการให้ความร้อนมีดังนี้ ที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง 115 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 210 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงและ 270 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง [6]

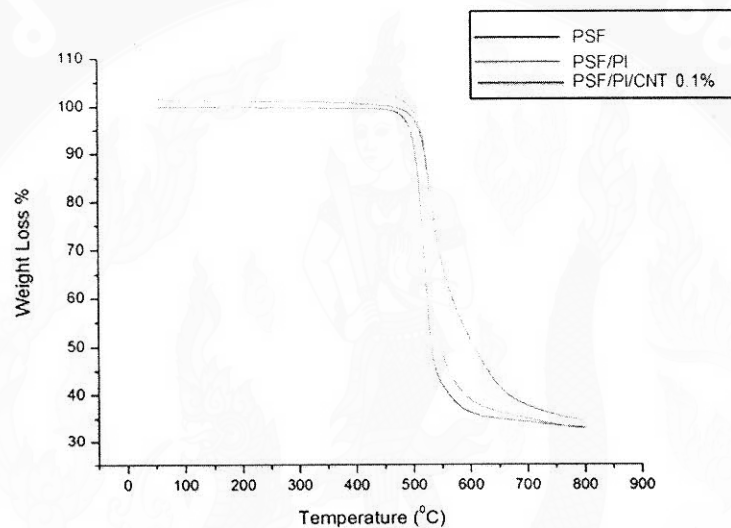
2.3 การทดสอบ

ทำการทดสอบแผ่นฟิล์มเมมเบรนโดยศึกษาและวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC และ TGA โดยใช้อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 100–500 องศาเซลเซียส วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันทางเคมีด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FTIR) ศึกษาและวิเคราะห์ลักษณะพื้นฐานวิทยาของพื้นผิวฟิล์มโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM)

และทดสอบการซึมผ่านของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์(CO_2) และมีเทน (CH_4) โดยใช้ความดันก๊าซที่ 1.5 atm. ที่อุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส $\text{Barrer} = 10^{-10} \text{ cm}^3 \text{ (STP) cm} / (\text{cm}^2 \text{ s cmHg})$

3. ผลการทดลอง

3.1 ศึกษาและวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของฟิล์มเมมเบรนพอลิซัลโฟน ด้วยเทคนิค TGA



รูปที่ 1 ผลของการทดสอบการวิเคราะห์ทางความร้อนของเมมเบรนพอลิซัลโฟนผสมพอลิไธไมด์ และท่อคาร์บอนนาโน

จากรูปที่ 1 แสดงผลการทดสอบการวิเคราะห์ทางความร้อนของเมมเบรนพอลิซัลโฟน โดยใช้ rate 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ศึกษาในช่วงอุณหภูมิ 50-800 องศาเซลเซียส พบว่าฟิล์มพอลิซัลโฟน เริ่มมีอุณหภูมิการสลายตัว (T_d) ที่อุณหภูมิ 495.72 องศาเซลเซียส เกิดการยับยั้งของสายโซ่ ซึ่งบ่งบอกถึงลักษณะทางสัณฐานวิทยาของกลุ่มซัลโฟนที่มีปฏิสัมพันธ์กับหมู่ไฮดรอกซิล เมื่อเติมพอลิไธไมด์เข้าไปจะพบว่า ฟิล์มพอลิซัลโฟนผสมพอลิไธไมด์มีอุณหภูมิการสลายตัวที่สูงขึ้นกว่าแผ่นฟิล์มพอลิซัลโฟน ที่อุณหภูมิ 520.99 องศาเซลเซียส และนำท่อคาร์บอนนาโนมาเติมในแผ่นฟิล์มผสมพอลิซัลโฟนผสมพอลิไธไมด์ จะพบว่า ฟิล์มมีอุณหภูมิการสลายตัวที่อุณหภูมิ 506.76 องศาเซลเซียส มีความเสถียรทางความร้อนที่ดี ซึ่งจากกราฟจะเห็นได้ว่าอุณหภูมิ T_d มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเรื่อย เมื่อทำการเติมพอลิไธไมด์



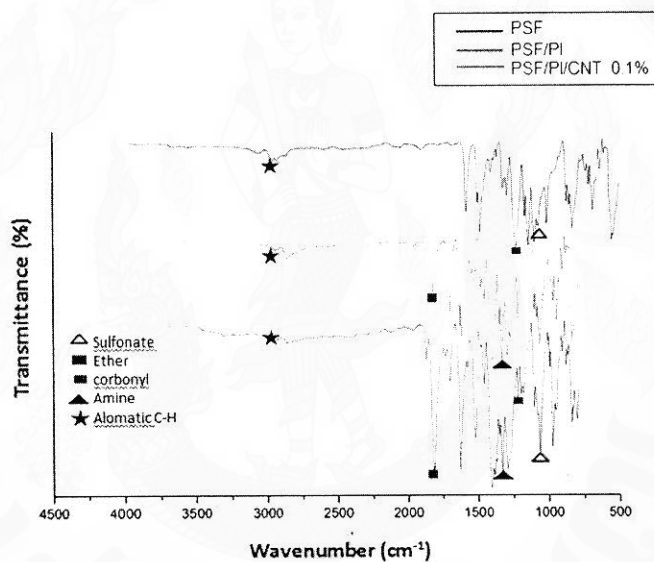
RTSUNG 2008
The 1st International Symposium
on Surface Science and Catalysis

การประชุมวิชาการและนำเสนอผลงานวิจัยระดับชาติ ราชธานีวิชาการ ครั้งที่ 1
"สร้างเสริมสหวิทยาการ ผสมผสานวัฒนธรรมไทย ก้าวอย่างมั่นใจเข้าสู่ AC"

และท่อคาร์บอนนาโนลงไปในพื้นที่ การเพิ่มขึ้นของ T_g เป็นผลมาจากการถ่ายเทความร้อนภายในวัสดุ ส่งผลให้เสถียรภาพทางความร้อนขึ้น [7]

3.2 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันเคมีของฟิล์มเมมเบรนพอลิซัลโฟนาไพนบิสูทรี และฟิล์มเมมเบรนพอลิซัลโฟนาผสมพอลิไธไมด์ที่เสริมด้วยท่อคาร์บอนนาโน

การศึกษาหมู่ฟังก์ชันเคมีของฟิล์มเมมเบรนพอลิซัลโฟนาไพนบิสูทรีและฟิล์มเมมเบรนพอลิซัลโฟนาผสมพอลิไธไมด์ที่เสริมด้วยท่อคาร์บอนนาโน ปริมาณ 0.1, 0.3 และ 0.5 %wt. ทำการทดสอบ ด้วยเทคนิค FTIR แสดงดังรูป 2



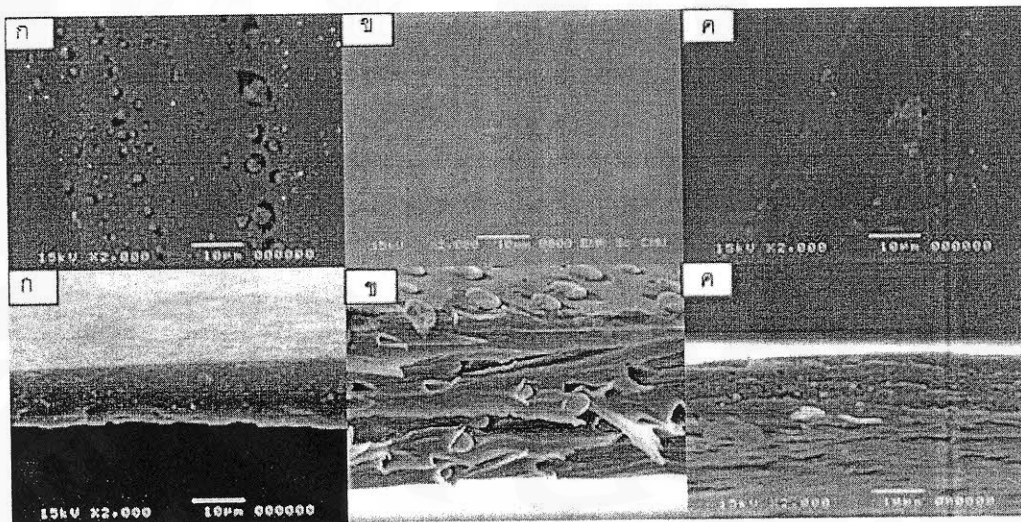
รูปที่ 2 ผลของหมู่ฟังก์ชันเคมีของฟิล์มเมมเบรนพอลิซัลโฟนาไพนบิสูทรี และฟิล์มเมมเบรนพอลิซัลโฟนาผสมพอลิไธไมด์ เสริมด้วยท่อคาร์บอนนาโน

จากการทดสอบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของแผ่นฟิล์มเมมเบรนพอลิซัลโฟนาไพนบิสูทรี ซึ่งศึกษาในการศึกษาการแยกก๊าซของแผ่นฟิล์ม ในงานวิจัยนี้ศึกษาในช่วงการดูดกลืนแสงของหมู่ซัลโฟเนตของพอลิซัลโฟนา ซึ่งจะปรากฏในบริเวณย่านความถี่ 1152 cm^{-1} ปฏิสัมพันธ์ของ C-O ยึดออกเกิดขึ้นในย่านความถี่ 1250-1014 cm^{-1} ขณะที่มีการดูดกลืนรังสีที่เข้ม จะเกิดการเชื่อมโยงของวงแหวนเบนซินยึดออกมา

[8] การดูดกลืนแสงของหมู่คาร์บอนิลของพอลิไธไมด์ ซึ่งจะปรากฏพิกัดในบริเวณย่านความถี่ 1740 cm^{-1} ในขณะที่ C-N ชนิดปฐมภูมิและทุติยภูมิมีการสั่นสะเทือนในย่าน $1250\text{--}1350\text{ cm}^{-1}$ เมื่อนำสารประกอบบริสุทธิ์ทั้งสองมาผสมกัน จะสังเกตการเปลี่ยนแปลงของความถี่และความเข้มของการดูดกลืนแสงของพอลิเมอร์บริสุทธิ์ PI โดยปรากฏพิกัดที่เกิดจากการสั่นแบบยืดของหมู่คาร์บอนิลที่ $1740\text{--}1727\text{ cm}^{-1}$ หมู่อะโรมาติกคาร์บอนออกซิเจนที่ $1250\text{--}1245\text{ cm}^{-1}$ วงแหวนเบนซีนที่ $1581\text{--}1588\text{ cm}^{-1}$ และอะโรมาติกไฮโดรเจนที่ $1376\text{--}1374\text{ cm}^{-1}$ การเปลี่ยนแปลงความเข้มของการดูดกลืนรังสีของปฏิสัมพันธ์และการผสมในระดับโมเลกุลของซัลโฟเนตกับคาร์บอนิลเพิ่มขึ้นมาในย่านความถี่ 1152 และ 1489 ตามลำดับ เมื่อเติมท่อคาร์บอนนาโนลงในสารผสม PSF/PI จะเกิดการดูดกลืนแสงของหมู่ C-H ในย่านความถี่ $3070\text{--}2970\text{ cm}^{-1}$ เพิ่มขึ้นมา [9]

3.3 ผลการศึกษาลักษณะพื้นผิวของแผ่นฟิล์มเมมเบรน

ผลการศึกษาลักษณะพื้นผิวของแผ่นฟิล์มเมมเบรนพอลิซัลโฟน พอลิซัลโฟนผสมพอลิไธไมด์ และพอลิซัลโฟนผสมพอลิไธไมด์ที่เสริมด้วยท่อคาร์บอนนาโนปริมาณ 0.1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งทำการทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด โดยใช้กำลังขยาย $2000\times$ ดังรูปที่ 3



รูปที่ 3 การศึกษาลักษณะพื้นผิวหน้าและพื้นผิวด้านตัดขวางแผ่นฟิล์มเมมเบรนของตัวอย่าง
 (ก) PSF (ข) PSF/PI และ (ค) PSF/PI + CNTs 0.1 %wt.



THAI SCIENCE
TECHNOLOGY FAIR 2018

การประชุมวิชาการและนำเสนอผลงานวิจัยระดับชาติ ราชภัฏวชิรวิทยาดำรงที่ 1
"สร้างเสริมสหวิทยาการ ผสมผสานวัฒนธรรมไทย ก้าวอย่างมั่นใจเข้าสู่ AC"

จากการศึกษาลักษณะพื้นผิวหน้าและพื้นผิวด้านตัดขวางของแผ่นฟิล์มเมมเบรน PSF พบว่าในตัวอย่างฟิล์ม PSF แสดงดังในรูป 3 (ก) มีพื้นผิวที่ขรุขระ มีปริมาณรูพรุนมากและมีขนาดใหญ่ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าแผ่นฟิล์ม PSF มีอัตราการซึมผ่านของก๊าซได้มาก และในตัวอย่างฟิล์ม PSF/PI อัตราส่วน 80:20 ดังแสดงในรูป 3 (ข) จะพบว่าผิวหน้าของแผ่นฟิล์มค่อนข้างเรียบ เนื่องจาก PI เข้าไปแทรกกระหว่างรูพรุนของฟิล์ม ทำให้ฟิล์ม PSF/PI มีความแข็งแรงขึ้น แต่ปริมาณและขนาดของรูพรุนลดลง ส่งผลให้ฟิล์ม PSF/PI มีอัตราการซึมผ่านของก๊าซน้อยกว่าฟิล์ม PSF เมื่อเติม CNTs ลงไปในฟิล์ม PSF/PI ปริมาณ 0.1 %wt. ดังแสดงรูปที่ 3 (ค) จะพบว่าผิวฟิล์ม PSF/PI+CNTs 0.1 %wt. ค่อนข้างขรุขระ มีรูพรุนขนาดเล็กจำนวนมาก เนื่องจาก CNTs ที่เติมลงไปเข้าไปขัดขวางการแทรกตัวของ PI บริเวณรูพรุนเกิดเป็นรูพรุนขนาดเล็กภายในฟิล์ม PSF/PI+CNTs 0.1 %wt. ซึ่งส่งผลให้ฟิล์ม PSF/PI+CNTs 0.1 %wt. มีอัตราการซึมผ่านของก๊าซมากกว่าฟิล์ม PSF/PI แต่น้อยกว่าฟิล์ม PSF

3.4 การซึมผ่านก๊าซของฟิล์มเมมเบรนพอลิซัลโฟน และฟิล์มเมมเบรนพอลิซัลโฟนผสมพอลิไอมิดที่เสริมด้วยท่อคาร์บอนนาโน 0.1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

ศึกษาและทดสอบการซึมผ่านของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) และมีเทน (CH_4) โดยใช้ความดันก๊าซที่ 1.5 atm. ที่อุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 1 อัตราการซึมผ่านของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) และมีเทน (CH_4) ของฟิล์มเมมเบรน PSF Pure, PSF/PI และ PSF/PI/CNTs 0.1 %wt.

ตัวอย่างฟิล์ม	CO_2 (Barrer)	CH_4 (Barrer)	CO_2/CH_4
PSF	1.903	0.613	3.104
PSF/PI	1.462	0.542	2.697
PSF/PI/CNTs 0.1 %wt.	1.71	0.664	2.575

Barrer = $10^{-10} \text{ cm}^3 \text{ (STP) cm} / (\text{cm}^2 \text{ s cmHg})$

จากตารางที่ 1 อัตราการซึมผ่านของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) และมีเทน (CH_4) ของฟิล์มเมมเบรน PSF Pure, PSF/PI และ PSF/PI/CNTs 0.1 %wt. แสดงการซึมผ่านของแผ่นฟิล์ม PSF/PI ต่ำที่สุดเนื่องจาก PI มีโครงสร้างที่แข็งแรงและมีลักษณะทางกายภาพที่ลักษณะผิวหน้าเรียบมีการกระจายของรู

พูนน้อยและจากภาพตัดขวางของฟิล์ม PSF/PI พบว่ามีรูพูนขนาดเล็กกระจายในฟิล์มเพียงเล็กน้อย แสดงดังภาพ 3(ข) มีความเฉื่อยต่อก๊าซซึ่งทำให้อัตราการซึมผ่านของก๊าซได้ยากกว่าฟิล์มพอลิซัลโฟน เมื่อเติมเข้าไปจึงส่งผลให้ฟิล์มมีความหนาแน่นขึ้น มีความเสถียรภาพทางความร้อนที่ดีขึ้นกว่าฟิล์มบริสุทธิ์[10-11] ฟิล์ม PSF มีค่าอัตราการซึมผ่านของก๊าซได้ปริมาณมากที่สุดถึง 1.903 เนื่องจากพอลิซัลโฟนมีรูพูนขนาดใหญ่และกระจายบนฟิล์มจำนวนมาก ดังแสดงรูป 3(ก) ทำให้อัตราการซึมผ่านของก๊าซ CO_2 มากกว่าก๊าซ CH_4 มีอัตราการแยกของก๊าซมาก และเมื่อนำพอลิซัลโฟนผสมพอลิไธไมด์และท่อคาร์บอนนาโนในปริมาณ 0.1 %wt. แสดงดังภาพ 3(ค) จะพบว่าปริมาณรูพูนมีขนาดเล็กกระจายในฟิล์มเพียงเล็กน้อย เนื่องจากพอลิไธไมด์และท่อคาร์บอนนาโนเข้าไปปิดรูพูนภายในฟิล์มลดลง ส่งผลให้อัตราการแยกก๊าซลดลง แต่อัตราการซึมผ่านของก๊าซมีปริมาณเพิ่มขึ้น[12]

4. สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาอัตราการซึมผ่านของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) และมีเทน (CH_4) ของฟิล์มเมมเบรนพอลิซัลโฟนผสมพอลิไธไมด์ และท่อคาร์บอนนาโน พบว่าฟิล์มพอลิซัลโฟนมีอัตราการซึมผ่านของก๊าซ CO_2 มากกว่าก๊าซ CH_4 มีอัตราการแยกของก๊าซมาก เนื่องจากมีปริมาณรูพูนมาก และเมื่อนำพอลิซัลโฟนมาผสมกับพอลิไธไมด์ อัตราส่วน 80:20 โดยปริมาตร พบว่า ค่าการซึมผ่านของก๊าซในเมมเบรนผสมมีค่าลดลงเมื่อเทียบกับค่าการซึมผ่านของก๊าซของพอลิซัลโฟน เนื่องจากพอลิไธไมด์จะเข้าไปเพิ่มความแข็งแรงให้กับเมมเบรนโดยการเข้าไปปิดรูพูนของพอลิซัลโฟน ส่งผลให้อัตราการซึมผ่านของก๊าซและอัตราการแยกก๊าซลดลง จึงเติมท่อคาร์บอนนาโนลงในฟิล์มพอลิซัลโฟนผสมพอลิไธไมด์ปริมาณ 0.1 %wt. เพื่อเพิ่มอัตราการแยกก๊าซ จะพบว่าอัตราการแยกก๊าซลดลง แต่อัตราการซึมผ่านของก๊าซมีปริมาณเพิ่มขึ้น

5. กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้ได้รับทุนอุดหนุนงานวิจัยประจำปีงบประมาณ 2558 จากสำนักวิจัยและส่งเสริมวิชาการเกษตร และคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้

6. เอกสารอ้างอิง

- [1] World bank report, 2013. Fossil fuel energy consumption. [online] Available at: http://www.science.kmitl.ac.th/links/journal_th/files. [Accessed 10 August 2013].



- [2] Midilli A. and Dincer I. (2007) Key strategies of hydrogen energy systems for sustainability. *Int. J. Hydrogen Energy*, 32(5), 511
- [3] TOP RICH Corporation, 2013. Characterization of membrane. [online] Available at: <http://www.toprich.co.th/th/knowledge/the-features-of-membrane>, [Accessed 10 Au 2015].
- [4] Witoon T. (2015) Capture and Separation Technologies of CO₂ from Combustion of Fossil Fuel, *Eng. J*, 4 453.
- [5] Singjai P, Wongjamras A, Tunkasiri T. (2002) Production and characterization of beaded nanofibers from current heating of charcoal, *Chemical physics letters* 366 (1), 51–55
- [6] Shixiang X, Zhijian Z. and Wei W. (2007). Synthesis and Properties of Polyimide-Based Optical Materials. *J. of the Korean Phy Soci*, Vol. 51, No. 4, October 2007, pp. 1536–1541.
- [7] Mohr .I.M. Paul D.R. Pinnau I. and Koros W.J. (1991) Surface fluorination of polysulfone asymmetric membranes and films, *J. Membrane Sci.*, 56 77.
- [8] Kiadehi A. D. Jahanshahi M. and Rahimpour A. (2015) The effect of functionalized carbon nano-fiber (CNF) on gas separation performance of polysulfone (PSf) membranes., *Chem. Eng. Process.* 90 41–48
- [9] Kiadehi A. D. Rahimpour A. Jahanshahi M. and Ghoreyshi A. A. (2015) Novel carbon nano-fibers (CNF)/ polysulfone (PSf) mixed matrix membranes for gas separation., *Ind. Eng. Chem.* 22 199–207
- [10] Rousseau R.W. *Handbook of Separation Process Technology*, Wiley- Interscience, New York, 1987.
- [11] Houde A.Y. Kulkarni S.S. and Kulkarni M.G. (1992) Permeation and plasticization behavior of glassy polymers: a WAXD Interpretation, *J. Membrane Sci.*, 71 117.
- [12] Semsarzadeh M.A. and Ghalei B. (2013) Preparation, characterization and gas permeation properties of polyurethane–silica/polyvinyl alcohol mixed matrix membranes, *J. Membr. Sci.* 432 115–125.

การเตรียม และศึกษาสมบัติของเมมเบรนผสมพอลิไธไมด์และพอลิซัลโฟน

Fabrication and properties of polysulfone/polyimide membrane

ปิยฉัตร ม่วงวัน¹, ชวิวัฒน์ สร้อยทอง¹

¹ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ 63 หมู่ 4 ตำบลหนองหาร อำเภอ สันทราย จังหวัดเชียงใหม่ 50290

*ผู้ติดต่อ: piyachad.mooan@gmail.com , 0852273108

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้จะศึกษาประสิทธิภาพการแยกก๊าซของเยื่อเลือกผ่านพอลิไธไมด์ที่ผสมกับพอลิซัลโฟนโดยเตรียมพอลิไธไมด์จาก 4,4-(hexafluoroisopropylidene) dipthalic anhydride (6FDA) และ 4,4-Oxydianiline (ODA) ใน 1-Methyl-2-pyrrolidone (NMP) ทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิห้อง เตรียมส่วนผสมของพอลิซัลโฟน/พอลิไธไมด์ ในอัตราส่วน 80 : 20 และขึ้นรูปโดยวิธีการหล่อแผ่นฟิล์ม นำแผ่นฟิล์มที่ได้ไปอบด้วยความร้อนเพื่อกำจัดตัวทำละลาย โดยใช้ความร้อนที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง 115 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 210 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงและ 270 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง การศึกษาลักษณะของเมมเบรนใช้การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM) อินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FTIR) ซึ่ง FTIR แสดงผลของหมู่ฟังก์ชันกลุ่มคาร์บอนิล และกลุ่มเอมีน ที่ 1714.39 cm^{-1} , 1497.02 cm^{-1} จากการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของวัสดุ (TGA) แสดงอุณหภูมิการสลายตัว (T_d) ที่ 498.86 องศาเซลเซียส การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อน (DSC) แสดงอุณหภูมิกลายแก้ว (T_g) ที่ 292.43 องศาเซลเซียส และ การทดสอบการซึมผ่านของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และก๊าซมีเทนพบการซึมผ่านของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์มากกว่าก๊าซมีเทน

คำหลัก : พอลิซัลโฟน พอลิไธไมด์ เมมเบรน

ABSTRACT

In this study the gas separation performance of polyimide/polysulfone (PI/PSF) membranes was investigated. Polyimides were prepared from polymerization of 4,4-(hexafluoroisopropylidene) dipthalic anhydride (6FDA) and 4,4-Oxydianiline (ODA) in 1-Methyl-2-pyrrolidone (NMP). The reaction lasted 24 hours under a nitrogen atmosphere at room temperature. Blends of polysulfone/polyimides were



25th
The Faculty of Science

การวิจัยทางวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีระดับชาติ วารสารวิชาการ ครั้งที่ 1
"สร้างเสริมสหวิทยาการ พัฒนาสังคมอย่างยั่งยืน อย่างมั่นใจ ใส่ใจ AC"

prepared in the ratio of 80: 20 by solution casting method. The film was heated through various stages in the oven to remove the solvent. The heating procedure was 85 °C for 0.5 h, 115 °C for 0.5 h, 150 °C for 0.5 h, 180 °C for 1 h, 210 °C for 1 h, and 270 °C for 1 h. The membranes were characterized by using scanning electron microscopy (SEM), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). The FTIR spectra show the carbonyl group and amines group at 1714.39 cm^{-1} , 1497.02 cm^{-1} . Thermal gravimetric analysis (TGA) shows the degradation temperature (T_d) of 498.86 °C. Differential scanning calorimeter (DSC) shows the glass transition temperature (T_g) of 292.43 °C. and gas permeation measurements CO_2 and CH_4 . Found the permeation of carbon dioxide rather than methane.

Keywords: Polysulfone, Polyimide, Membranes

1. บทนำ

ปัจจุบันพลังงานที่ใช้กันในโลกนี้มากกว่าร้อยละ 80 มาจากการเผาไหม้เชื้อเพลิงซากดึกดำบรรพ์ (Fossil fuel) ซึ่งอยู่ในรูปของถ่านหิน น้ำมันดิบ และก๊าซธรรมชาติ จากรายงานของธนาคารโลกระบุว่าในปี พ.ศ. 2553 ประเทศไทยใช้พลังงานที่มาจากจากการเผาไหม้เชื้อเพลิงซากดึกดำบรรพ์ถึงร้อยละ 80 ของพลังงานทั้งหมด ซึ่งจากแนวโน้มการใช้พลังงานที่เพิ่มมากขึ้นทั้งในภาคครัวเรือน อุตสาหกรรมและการขนส่ง ควบคู่ไปกับปริมาณที่มีจำกัดของทรัพยากรเชื้อเพลิงซากดึกดำบรรพ์ส่งผลให้ภาวะขาดแคลนพลังงานในอนาคตเป็นสิ่งที่หลีกเลี่ยงไม่ได้ นอกเหนือไปจากนั้นการเผาไหม้เชื้อเพลิงซากดึกดำบรรพ์ซึ่งมีองค์ประกอบหลักเป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนทำให้เกิดการปลดปล่อยก๊าซมลพิษอันได้แก่ คาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (SO_x) และ ไนโตรเจนออกไซด์ (NO_x) สู่สิ่งแวดล้อมเป็นจำนวนมาก เป็นต้นเหตุให้เกิดปรากฏการณ์เรือนกระจก (Greenhouse effect) และการเปลี่ยนแปลงฤดูกาลที่ผิดปกติ เช่น ภาวะโลกร้อนและฤดูหนาวที่ยาวนาน ด้วยเหตุนี้การแสวงหาพลังงานทางเลือกใหม่ซึ่งเป็นพลังงานสะอาด (Clean energy) ที่ไม่ส่งผลเสียต่อสิ่งแวดล้อมเพื่อทดแทนการใช้พลังงานจากการเผาไหม้เชื้อเพลิงซากดึกดำบรรพ์จึงได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก [1]

ก๊าซธรรมชาติและก๊าซชีวภาพเป็นแหล่งพลังงานทางเลือกที่มีมีเทนเป็นองค์ประกอบหลัก ในการนำไปใช้งานเนื่องจากเมื่อก๊าซ ไฮโดรเจนซัลไฟด์ถูกออกซิไดซ์เป็นก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์จะทำให้เกิดกร่อนเครื่องมือเครื่องจักร ทั้งยังส่งผลเสียต่อสิ่งแวดล้อม ส่วนก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์จะทำให้ประสิทธิภาพการให้ความร้อน ของก๊าซชีวภาพลดลง[2] จำเป็นต้องมีการแยกก๊าซเจือปนซึ่งมีคาร์บอนไดออกไซด์เป็นหลัก และไฮโดรเจนซัลไฟด์ เพื่อป้องกันปัญหาในการเผาไหม้และเพื่อเพิ่มค่าความร้อน เทคโนโลยีปัจจุบันที่ใช้กันอย่างกว้างขวาง (ประมาณ 90%) คือ การดูดกลืนด้วยสารละลายเอมีนสามารถให้ประสิทธิภาพสูง การ

สูญเสียมีเทนต่ำ แต่ระบบมีขนาดใหญ่ มีราคาสูง ควบคุมยาก ตลอดจนมีการใช้พลังงานสูง มีการใช้งานในเชิงพาณิชย์แต่ยังไม่แพร่หลาย คือระบบการแยกด้วยเมมเบรนที่เลือกผ่านคาร์บอนไดออกไซด์และไฮโดรเจนซัลไฟด์ภายใต้ความดันสูง ซึ่งพบว่าเมมเบรนยังมีประสิทธิภาพต่ำ มีการสูญเสียมีเทนสูง เทคโนโลยีเมมเบรนคอนแทคเตอร์ใช้หลักการดูดกลืนร่วมกับการใช้เมมเบรนที่สามารถแยกคาร์บอนไดออกไซด์พร้อมกับไฮโดรเจนซัลไฟด์ที่ช่วยลดขนาดของระบบ ลดการสูญเสียมีเทน แต่ยังไม่มีการประยุกต์ใช้ในเชิงพาณิชย์ [3] วิธีในการแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ คือการใช้การเลือกผ่านโดยใช้เมมเบรน ซึ่งเมมเบรนสามารถแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ออกจากก๊าซผสมจากการกักเก็บหลังการเผาไหม้ การแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์จากก๊าซธรรมชาติและการแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์จากก๊าซไฮโดรเจนใน กระบวนการกักเก็บก่อนการเผาไหม้ การแยกโดยเมมเบรนใช้กลไกหลายอย่างได้แก่ การละลาย/การแพร่ การดูดซับ/การแพร่ การเลือกผ่าน/ การถ่ายโอนด้วยไอออน โดยใช้วัสดุได้หลากหลาย เช่น ออร์แกนิก (พอลิเมอร์) อินออร์แกนิก (คาร์บอน ซีโอไลท์ เซรามิก หรือโลหะ) ซึ่งเป็นได้ทั้งวัสดุที่มีรูพรุนและไม่มีรูพรุนการศึกษาการแยกก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์จากก๊าซไนโตรเจนพบว่า ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์สามารถซึมผ่านได้ดีและมีค่าการเลือกผ่านก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ต่อก๊าซไนโตรเจนที่สูง[4]

ในงานวิจัยนี้จะศึกษากระบวนการสังเคราะห์และสมบัติของเมมเบรน และศึกษาประสิทธิภาพการซึมผ่านของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และก๊าซมีเทนของเมมเบรนพอลิไอไมด์และพอลิไอไมด์ที่ผสมกับพอลิซัลโฟน ซึ่งสามารถสังเคราะห์เมมเบรนได้และปรับปรุงสมบัติโดยการนำสารผสมทั้งสองมาผสมกันซึ่งทำให้มีสมบัติและประสิทธิภาพที่ดีขึ้น

2. วิธีการทดลอง

2.1 การสังเคราะห์พอลิไอไมด์

การสังเคราะห์พอลิไอไมด์ เตรียมโดยการนำ 4,4-(hexafluoroisopropylidene) diphthalic anhydride (6FDA) ผสมกับ 4,4-Oxydianiline (ODA) ในตัวทำละลาย 1-Methyl-2-pyrrolidone (NMP) ในอัตราส่วน 1:1 1:2 และ 2:1 มิลลิโมล อัตราส่วนในการผสมแสดงดังตารางที่ 1


NSRF 2560
 Thai National Science Foundation

การประชุมวิชาการและนำเสนอผลงานวิจัยระดับชาติ ราชภัฏวชิรฯ ครั้งที่ 1

“สร้างเสริมมหาวิทยาลัยการ พัฒนาผลงานวัฒนธรรมไทย อย่างยั่งยืนเข้าสู่ AC”

ตารางที่ 1 อัตราส่วนการสังเคราะห์พอลิไอไมด์

ตัวอย่าง	ODA		6FDA		NMP
	โมล	กรัม	โมล	กรัม	มิลลิลิตร
PI 1:1	0.00175	0.351	0.00175	0.780	10
PI 1:2	0.00175	0.351	0.00351	1.560	10
PI 2:1	0.00351	0.702	0.00175	0.780	10

นำส่วนผสมมาทวนผสมภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ให้ทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง จะได้พอลิไอไมด์ ซึ่งมีลักษณะเป็นของเหลวสีน้ำตาลใส

2.2 การเตรียมเมมเบรนผสม พอลิไอไมด์/พอลิซัลโฟน

นำพอลิซัลโฟน และ พอลิไอไมด์สังเคราะห์ ในอัตราส่วน 90:10, 80:20 และ 70:30 โดยปริมาตร ซึ่งอัตราส่วนในการผสมแสดงดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 อัตราส่วนผสมของพอลิซัลโฟนต่อพอลิไอไมด์

ตัวอย่าง	พอลิซัลโฟน	พอลิไอไมด์
	มิลลิลิตร (ml)	มิลลิลิตร (ml)
พอลิซัลโฟน/พอลิไอไมด์ 90:10	5.4	0.6
พอลิซัลโฟน/พอลิไอไมด์ 80:20	4.8	1.2
พอลิซัลโฟน/พอลิไอไมด์ 70:30	4.2	1.8

จากนั้นนำมากวนผสมกันเป็นเวลา 24 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง จะได้ของเหลวเหนียวสีน้ำตาลใส

2.3 การขึ้นรูปแผ่นฟิล์ม

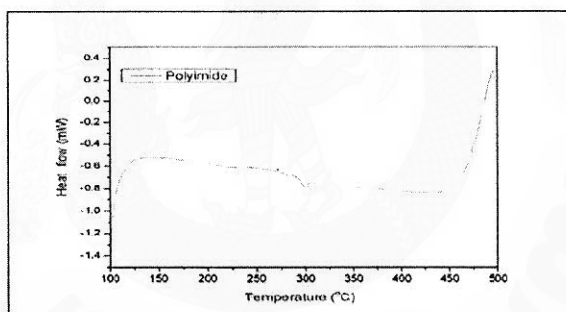
นำพอลิไอไมด์ที่สังเคราะห์ได้หรือ PSF/PI ปริมาณ 4 มิลลิลิตร มากรองโดยใช้กระดาษกรองขนาด 0.45 ไมครอน นำมาหล่อลงบนแผ่นกระจกนาฬิกา ขนาด 15x15 เซนติเมตร จากนั้นทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำแผ่นฟิล์มที่ได้ไปอบด้วยความร้อนเพื่อกำจัดตัวทำละลาย โดยใช้ความร้อนที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง 115 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 210 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงและ 270 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง [4] ทิ้งให้เย็นตัวลงภายในเตาจนถึงอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส นำออกจากเตาแล้วทิ้งไว้ให้แผ่นฟิล์มเย็นตัวที่อุณหภูมิห้องจะได้แผ่นฟิล์มออกมา

2.4 การทดสอบ

นำแผ่นฟิล์มเมมเบรนที่สังเคราะห์ได้ไปทำการศึกษาโดยศึกษา การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อน (DSC) โดยใช้อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของวัสดุ (TGA) โดยใช้อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FTIR) ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาโดยการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และ การทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ CO_2 และ CH_4 โดยใช้ความดันก๊าซ 1.5 atm ที่อุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส วัดความเข้มข้นของก๊าซโดย Barrer = $10^{-10} \text{ cm}^3 (\text{STP}) \text{ cm} / (\text{cm}^2 \text{ s cmHg})$

3. ผลการทดลอง

3.1 ผลการศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนและการวิเคราะห์ทางความร้อนของวัสดุของ เมมเบรนพอลิไอมิด์

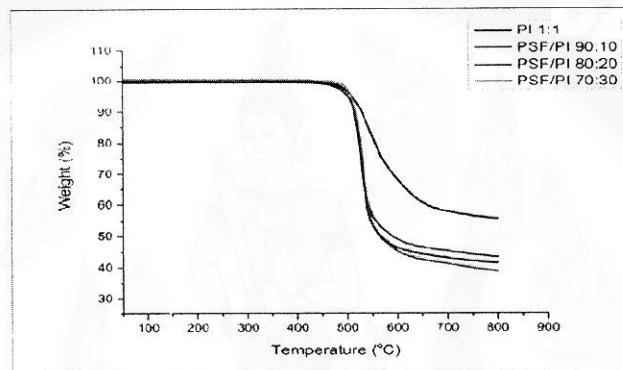


รูปที่ 1 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของเมมเบรนพอลิไอมิด์

จากรูปที่ 1 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของเมมเบรนพอลิไอมิด์ในอัตราส่วน 1:1 โดยใช้อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ศึกษาในช่วงอุณหภูมิ 100–500 องศาเซลเซียส แสดงอุณหภูมิคล้ายแก้ว (T_g) ซึ่งบ่งชี้ถึงการที่โมเลกุลมีการขยับตัวเริ่มเปลี่ยนสถานะ ซึ่งเมมเบรนพอลิไอมิด์แสดง T_g ที่ 292.4 องศาเซลเซียส ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Shude. X. และคณะ [5] ซึ่งทำการศึกษาการสังเคราะห์ 6FDA-ODA เมมเบรนพอลิไอมิด์ สำหรับแยกก๊าซและกระบวนการแยกด้วยเมมเบรนรวมถึงหมู่ฟังก์ชันและสมบัติในการแยก พบว่าจาก



ทฤษฎีปริมาณอัตราสัสมันสมบัติคล้ายแก้วเกิดขึ้นเมื่ออัตราการขยายตัวของปริมาณอัตราสัสมันมีการเปลี่ยนแปลงและสะท้อนให้เห็นการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของวัสดุขณะที่อยู่ในภาวะการวิเคราะห์ความร้อน ซึ่งในงานวิจัยนี้การเปลี่ยนแปลงคล้ายแก้วของ 6FDA-ODA พอลิไอไมด์ในการวิเคราะห์ DSC ในครั้งที่ 1 และครั้งที่ 2 พบว่า มี T_g ที่ 293.5 และ 285.6 องศาเซลเซียส จากผล T_g ของพอลิไอไมด์สังเคราะห์บอกได้ว่าสามารถสังเคราะห์พอลิไอไมด์ได้จริง และมีความเสถียรภาพทางความร้อนที่ดี

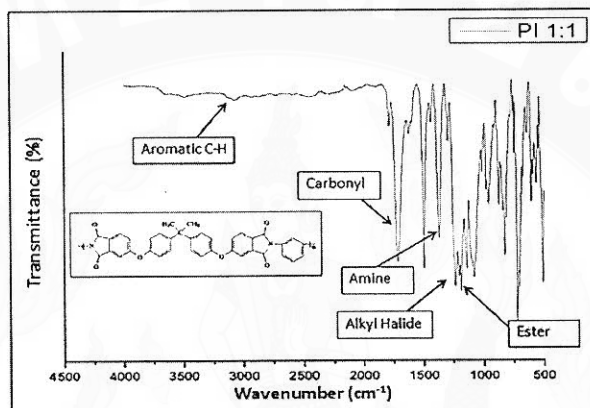


รูปที่ 2 ผลการทดสอบการวิเคราะห์ทางความร้อนของวัสดุของเมมเบรนพอลิไอไมด์และ PSF/PI อัตราส่วน 90:10 80:20 และ 70:30 โดยปริมาตร ตามลำดับ

จากรูปที่ 2 ผลการทดสอบการวิเคราะห์ทางความร้อนของวัสดุของเมมเบรน PI และ PSF/PI โดยใช้ อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ศึกษาในช่วง อุณหภูมิ 100-900 องศาเซลเซียส โดยเส้นสีดำเป็นเส้นของพอลิไอไมด์ อัตราส่วน 1:1 เส้นสีแดง สีนํ้าเงิน และสีชมพู เป็นเส้นของ PSF/PI อัตราส่วน 90:10 80:20 และ 70:30 โดยปริมาตร ตามลำดับ จากกราฟ จะเห็นได้ว่า พอลิไอไมด์แสดงอุณหภูมิการสลายตัว (T_d) ที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส ในส่วนของ PSF/PI อัตราส่วน 90:10 80:20 และ 70:30 โดยปริมาตร แสดง T_d ที่ 512 506 และ 510 องศาเซลเซียสตามลำดับ จะเห็นได้ว่าแนวโน้มของ T_d มีค่าเพิ่มมากขึ้น เมื่อปริมาณของพอลิไอไมด์ เพิ่มขึ้น มีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดี ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Sikander R. และคณะ [6] ศึกษาผลกระทบต่อการเปลี่ยนแปลง องค์ประกอบโดยแสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาและคุณสมบัติการซึมผ่านก๊าซ CO_2 ของเมมเบรนผสม จากการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของ PSF/PI แสดงให้เห็นแนวโน้มของ T_d ที่มีค่าเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากการเพิ่มขึ้นของพอลิไอไมด์ และพอลิไอไมด์ สามารถผสมเข้ากับพอลิซิลิโคน ได้เป็นอย่างดี ซึ่งการเพิ่มขึ้น

ของ T_g นี้เป็นผลมาจากการถ่ายเทความร้อนในวัสดุ หรือการเพิ่มขึ้นของพอลิไอไมด์ ส่งผลให้มีการปรับปรุงเสถียรภาพทางความร้อนที่ดีขึ้น

3.2 ผลการศึกษาหมู่ฟังก์ชันเคมีของแผ่นฟิล์มเมมเบรนพอลิไอไมด์สังเคราะห์ และแผ่นฟิล์มเมมเบรนผสม



รูปที่ 3 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของสารด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี ของเมมเบรนพอลิไอไมด์ในอัตราส่วน 1:1

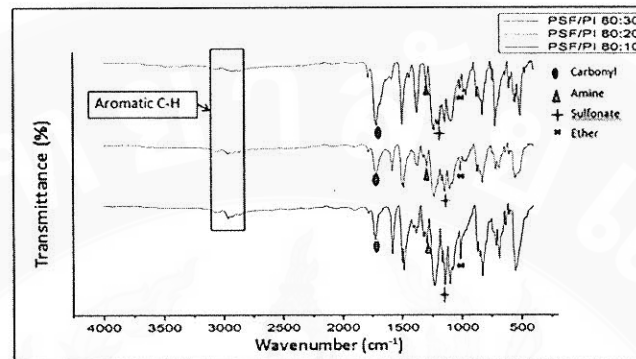
จากรูปที่ 3 แสดงผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของเมมเบรนพอลิไอไมด์ในอัตราส่วน 1:1 พบว่าปรากฏพีคของหมู่อะโรมาติกคาร์บอนไฮโดรเจน ซึ่งจะปรากฏพีคในบริเวณย่านความถี่ 3072 cm⁻¹ หมู่คาร์บอนิลที่ 1783 , 1714 และ 719 cm⁻¹ โดยพีคของหมู่คาร์บอนิลเป็นพีคที่มีความแข็งแรงจะทำให้ปรากฏพีคของหมู่เอสเทอร์ที่ 1235 cm⁻¹และหมู่เอมีนที่ 1370 cm⁻¹ ซึ่งมีความเข้มของพีคปานกลาง และยังพบการสั่นแบบยืดและแบบงอของหมู่อัลคิลเฮไลด์ที่ 1248 cm⁻¹จากหมู่ฟังก์ชันที่ปรากฏในสเปกตรัมอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีสามารถสังเคราะห์พอลิไอไมด์ออกมาได้จริง โดยยืนยันจากบทความวิจัยของ Shixiang X. และคณะ [7] ซึ่งศึกษาการสังเคราะห์และคุณสมบัติของพอลิไอไมด์พบว่าโครงสร้างของพอลิไอไมด์ได้รับการยืนยันโดยใช้เทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีแสดงให้เห็นการดูดกลืนคลื่นความถี่ของแผ่นฟิล์ม 6FDA/ODA โดยปรากฏพีคที่ตรงกับพอลิไอไมด์สังเคราะห์ทุกพีค และพบหมู่ฟังก์ชันที่เหมือนกัน



THONG 2316
The 94th Anniversary

การประชุมวิชาการและนำเสนอผลงานวิจัยระดับชาติ ราชภัฏมหาวิทยาลัย ครั้งที่ 1

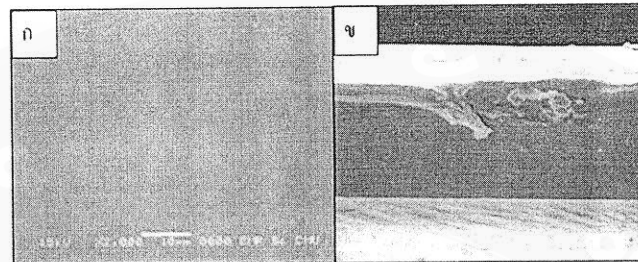
มหาวิทยาลัยราชภัฏวชิรเวศน์นครราชสีมา จังหวัดนครราชสีมา



รูปที่ 4 ผลการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของสารด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีของ เมมเบรน PSF/PI ในอัตราส่วน 90:10 80:20 และ 70:30 โดย ปริมาตร ตามลำดับ

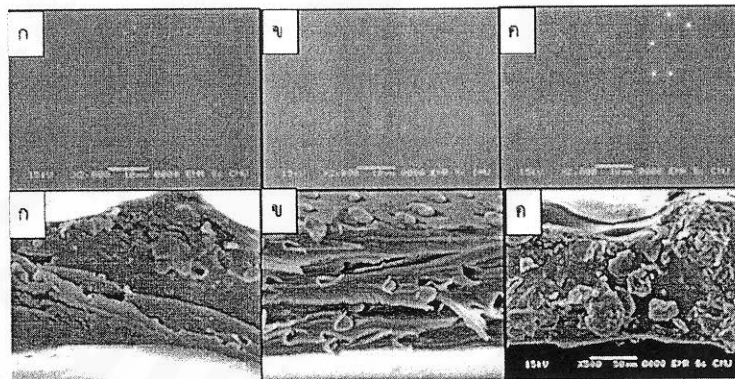
จากรูปที่ 4 ผลการวิเคราะห์หาชนิดของสารด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีของ เมมเบรน PSF/PI ในอัตราส่วน 90:10 , 80:20 และ 70:30 โดยปริมาตร ซึ่งเส้นสีดำเป็นเส้นของ PSF/PI อัตราส่วน 90:10 เส้นสีแดงเป็นเส้นของ PSF/PI อัตราส่วน 80:20 และเส้นสีน้ำเงินเป็นเส้นของ PSF/PI อัตราส่วน 70:30 ซึ่งปรากฏพีคของหมู่ฟังก์ชันที่เหมือนกันทั้งสามเส้น ซึ่งพีคของพอลิไอไมด์ ปรากฏพีคของหมู่อะโรมาติกคาร์บอนไฮโดรเจนที่ 3072 cm^{-1} และ ปรากฏพีคของหมู่คาร์บอนิลที่ 1581 และ 1726 cm^{-1} ปรากฏการสั่นแบบไม่สมมาตรของพีคเป็นพีคที่มีความแข็งแรง ทำให้ปรากฏหมู่เอมีนที่ 1292 cm^{-1} พีคของพอลิซัลโฟนจะปรากฏหมู่ฟังก์ชัน 3 หมู่ คือ ปรากฏหมู่ของซัลโฟเนตที่ 1144 cm^{-1} หมู่ของวงแหวนเบนซีนที่ $1600 - 1475\text{ cm}^{-1}$ และปรากฏหมู่ของอีเทอร์ที่ 1012 cm^{-1} พบว่าพอลิซัลโฟนและพอลิไอไมด์สามารถผสมเข้ากันได้ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Kapantaidakis G.C. และคณะ [8] ซึ่งศึกษาการซึมผ่านของก๊าซผ่านเมมเบรนผสม PSF/PI ได้รับการยืนยันโดยใช้เทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีแสดงให้เห็นการดูดกลืนคลื่นความถี่ของเมมเบรนผสม PSF/PI โดยปรากฏพีคที่ตรงกันทุกพีค และจากผลวิเคราะห์พบหมู่ฟังก์ชันเหมือนกัน

3.3 ผลการศึกษาลักษณะพื้นผิวหน้าและภาพตัดขวางของเมมเบรนพอลิไอไมด์ และเมมเบรนผสมพอลิซัลโฟน/พอลิไอไมด์



รูปที่ 5 ลักษณะพื้นผิวและภาพตัดขวางของเมมเบรนพอลิไธไมด์ อัตราส่วน 1:1
(ก) ภาพพื้นผิว (ข) ภาพตัดขวาง

จากรูปที่ 5 ลักษณะพื้นผิวและภาพตัดขวางของเมมเบรนพอลิไธไมด์ที่กำลัษาย 2,000 เท่า พบว่าภาพพื้นผิวของพอลิไธไมด์ มีลักษณะพื้นผิวที่ค่อนข้างเรียบ ไม่มีรอยขีดข่วน พบการกระจายของรูพรุนขนาดเล็ก แสดงดังภาพ (5ก) จากภาพตัดขวางเห็นได้ว่ามีพื้นผิวที่ค่อนข้างเรียบมีความแข็งแรง พบรอยยิดซึ่งจากการดึงแผ่นฟิล์มขณะเตรียมตัวอย่าง พบการกระจายตัวของรูพรุนขนาดเล็กเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อยโดยแสดงดังภาพ (5ข)



รูปที่ 6 ลักษณะพื้นผิวและภาพตัดขวางของเมมเบรน PSF/PI (ก) 90:10 (ข) 80:20 (ค) 70:30

จากรูปที่ 6 ลักษณะพื้นผิวและภาพตัดขวางของเมมเบรนพอลิซัลโฟน/พอลิไธไมด์ ในอัตราส่วน PSF/PI 90:10 80:20 และ 70:30 ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่า พื้นผิวของทั้งสามอัตราส่วนมีลักษณะพื้นผิวที่เรียบ แสดงให้เห็นว่าพอลิซัลโฟน/พอลิไธไมด์ สามารถผสมเข้าด้วยกันได้เป็นอย่างดี ซึ่งแสดงดังภาพ (6ก)



(6ข) และ (6ค) และจากภาพตัดขวางของ PSF/PI 90:10 พบว่ามีลักษณะพื้นผิวเป็นชั้นๆ และพบรูพรุนขนาดเล็กเกิดขึ้นจำนวนมากดังแสดงภาพ (6ก) และที่อัตราส่วน PSF/PI 80:20 พบว่ามีพื้นผิวมีลักษณะเป็นชั้นๆ และพบรูพรุนจำนวนมากเกิดขึ้น ซึ่งลักษณะของมีก่อนลักษณะทรงรีแทรกเข้าไปอยู่ในรูพรุนเห็นได้อย่างชัดเจน ซึ่งเป็นก่อนของพอลิไอไมด์ เพราะพอลิไอไมด์ที่ผสมเข้าไปอาจเข้าไปปิดรูพรุนของตัวพอลิซิลิโคน เพราะพอลิไอไมด์จะทำให้เกิดความแข็งแรงเพิ่มมากขึ้น ดังแสดงภาพ (6ข) และ PSF/PI 70:30 แสดงให้เห็นถึงการไม่เข้ากันของพอลิไอไมด์และพอลิซิลิโคน เกิดการรวมตัวกันของอนุภาค เนื่องจากปริมาณของพอลิไอไมด์เพิ่มขึ้นส่งผลให้แผ่นเมมเบรนเกิดความขรุขระ ดังแสดงภาพ (6ค)

3.4 ผลการศึกษาการซึมผ่านก๊าซของแผ่นฟิล์มเมมเบรนพอลิไอไมด์สังเคราะห์และแผ่นฟิล์มเมมเบรนผสม

ผลการทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ CO_2 และ CH_4 โดยคำนวณค่าการซึมผ่านก๊าซดังสมการที่ 1 [9] ซึ่งจะได้ค่าการซึมผ่านก๊าซดังตารางที่ 3

$$P = \frac{22414}{A} \times \frac{V}{RT} \times \frac{l}{\Delta P} \times \frac{dp}{dt} \quad (1)$$

ตารางที่ 3 ผลการทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ CO_2 และ CH_4

ตัวอย่าง	CO_2 (Barrer)	CH_4 (Barrer)	CO_2/CH_4
พอลิไอไมด์ 1:1	0.704	0.201	3.502
พอลิซิลิโคน	1.903	0.613	3.104
พอลิซิลิโคน /พอลิไอไมด์ 80:20	1.462	0.542	2.697

Barrer = $10^{-10} \text{ cm}^3 \text{ (STP) cm} / (\text{cm}^2 \text{ s cmHg})$

จากตารางที่ 3 ผลการทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ CO_2 และ CH_4 พบว่าอัตราการแยกก๊าซของพอลิไอไมด์มากแต่มีค่าการซึมผ่านของก๊าซที่น้อย เนื่องจากพอลิไอไมด์มีโครงสร้างที่แข็งแรงและมีลักษณะทางกายภาพที่มีลักษณะผิวหน้าเรียบพบการกระจายของรูพรุนเล็กน้อยและจากภาพตัดขวางพบรูพรุนขนาดเล็กกระจายเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อย ดังแสดงภาพ (5ก) ซึ่งทำให้ก๊าซสามารถผ่านไปได้อย่างยากกว่า พอลิซิลิโคน และ PSF/PI 80:20 ซึ่งพอลิซิลิโคนมีค่าการซึมผ่านของก๊าซที่ค่อนข้างสูงเนื่องจากพอลิซิลิโคนมีรูพรุนจำนวนมากทำให้ก๊าซสามารถซึมผ่านไปได้ง่ายและเมื่อนำพอลิไอไมด์ไปผสมกับพอลิซิลิโคน ทำให้เกิด

รูพรุนเพิ่มมากขึ้น และเนื่องจากพอลิไอไมด์เมื่อนำไปผสมกับพอลิซิลโฟนจะเข้าไปเพิ่มความแข็งแรงให้กับเมมเบรนโดยการเข้าไปปิดรูพรุนของพอลิซิลโฟน โดยแสดงดังภาพ (6ข) จึงทำให้การซึมผ่านของก๊าซลดลง เป็นเหตุมาจากเมมเบรนสามารถเกิดปฏิกิริยากับก๊าซ CO_2 และ CH_4 ที่มีอยู่ในองค์ประกอบของแก๊สผสม ทำให้เมมเบรนเสื่อมสภาพโดยเกิดการบวมตัว (Swelling) หรือการอัดตัว (Compaction) ส่งผลให้ประสิทธิภาพในการซึมผ่านของก๊าซลดลง[10]

4. อภิปรายผลและสรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้สามารถสังเคราะห์พอลิไอไมด์ได้ด้วย 6FDA:ODA ในอัตราส่วน 1:1 โดยยืนยันผลจากหมู่ฟังก์ชันที่ปรากฏด้วยการทดสอบเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีและในการวิเคราะห์ทางความร้อนพบว่ามีค่า T_g 292.4 °C และ T_d 550 °C และในการทดสอบการซึมผ่านของก๊าซ CO_2 และ CH_4 พบว่าอัตราการแยกก๊าซของพอลิไอไมด์มีค่าที่ดีแต่มีค่าการซึมผ่านก๊าซที่น้อย เนื่องจากพอลิไอไมด์มีโครงสร้างที่แข็งแรงทางกายภาพมีผิวหน้าเรียบและพบรูพรุนขนาดเล็กกระจายเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อย ทำให้ก๊าซสามารถผ่านไปได้อย่างช้าเมื่อเทียบกับพอลิซิลโฟนจะเห็นได้ว่าอัตราการแยกของพอลิไอไมด์มีอัตราการแยกที่มากกว่าพอลิซิลโฟนแต่มีค่าการซึมผ่านได้น้อยกว่าพอลิซิลโฟนเนื่องจากโครงสร้างของพอลิซิลโฟนมีจำนวนรูพรุนเกิดขึ้นจำนวนมาก และเมื่อนำพอลิซิลโฟนมาผสมกับพอลิไอไมด์ อัตราส่วน 80:20 โดยปริมาตรพบว่าค่าการซึมผ่านของก๊าซในเมมเบรนผสมมีค่าลดลงเมื่อเทียบกับค่าการซึมผ่านก๊าซของพอลิซิลโฟน เนื่องจากพอลิไอไมด์จะเข้าไปเพิ่มความแข็งแรงให้กับเมมเบรนโดยการเข้าไปปิดรูพรุนของพอลิซิลโฟน ส่งผลให้อัตราการซึมผ่านของก๊าซและอัตราการแยกก๊าซลดลง

5. กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้ได้รับทุนอุดหนุนงานวิจัยประจำปีงบประมาณ 2558 จากสำนักวิจัยและส่งเสริมวิชาการเกษตร และคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้

6. เอกสารอ้างอิง

- [1] Seeharaj P. (2007). Membranes for Hydrogen Separation. Chem. Rev. 2007, pp. 4078–4110.
- [2] ไกรฤทธิ นิลคุหา, มยุรพันธุ์ สัจจกุลนุกิจ และ เตโช จันทร์หอม. (2010). การ พัฒนาระบบผลิตพลังงานไฮโดรเจนจากแหล่ง พลังงานทดแทนโดยกระบวนการปฏิรูปด้วยไอน้ำ.ฉบับที่ 72 ปีที่ 23 พฤษภาคม – กรกฎาคม



- [3] Aggar M. and Bruhin D. (2007). Key Strategies of Hydrogen Energy Systems for Sustainability. *International J. of Hydr. Ener.* No.5 April 2007, pp. 511–524.
- [4] Witton T.. (2015). Capture and Separation Technologies of CO₂ from Combustion of Fossil Fuel, *Eng. J.* 2015, pp. 1568–1571
- [5] Shude. X. Robert. H. and Xianshe. F. (2007). Synthetic 6FDA–ODA Copolyimide Membranes for Gas Separation and Pervaporation: Functional Groups and Separation Properties. *Polymer*. 13, July 2007, pp. 5355–5368.
- [6] Sikander R. Zakaria M., Abdulhalim M., Nawshad M. and Saikat M. (2011). Effect of Varying solvents Compositions On Morphology and Gas Permeation Properties On Membranes Blends for CO₂ Separation From Natural Gas. *J. of Membr. Sci.* 15 May 2011, pp. 444–452.
- [7] Shixiang X. , Zhijian Z. and Wei W (2007). Synthesis and Properties of Polyimide– Based Optical Materials. *J. of the Korean Phy Soci*, Vol. 51, No. 4, October 2007, pp. 1536–1541.
- Kinetics, And Physical Factors. (2000). *J. of Membr Sci.* 1 May 2000, pp. 197–214.
- [8] Kapantaidakis G. C , Kaldis S. P , Dabou X. S . and Sakellaropoulos G. P. (1996). Gas permeation through PSF–PI miscible blend membranes. *J. of Membr Sci.* 110 (1996), pp. 239–247.
- [9] Omid Ghaffari N., Xiao Yuan C. and Serge K. Functionalized metal organic framework–polyimide mixed matrix membranes for CO₂/CH₄ separation. *J. of Membr Sci.* 413– 414 (2012). Pp. 48– 61
- [10] Panpailin S. (2013). Membranes for Hydrogen Separation. No. December 2013, pp. 1–17