

ผลของเวลาในการระเหยของตัวทำละลาย และตัวทำละลายร่วมกับอะซิโตนต่อ
ลักษณะสัณฐานของเยื่อแผ่นในกระบวนการผลิตเยื่อแผ่นพอลิซัลโฟน
Effect of Solvent Evaporation Time and Acetone as Co-Solvent on
Morphology of Polysulfone Membrane Fabrication

ชัยภรณ์ แก้วอ่อน^{1*} อัญนิกา วุ่นคง¹ อภินทร์รัตน์ ชันแกล้ว¹ และโสรัญา เรืองดิษฐ์²
Chaiporn Kaew-on^{1*} Annika Woonkong¹ Apinrat Kankaew¹ and Soraya Ruangdit²

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาผลของเวลาในการระเหยตัวทำละลายและผลของการเติมอะซิโตนเป็นตัวทำละลายร่วมในกระบวนการผลิตเยื่อแผ่นพอลิซัลโฟน ด้วยเทคนิคการผลิตแบบเปลี่ยนเฟสแบบแห้งและเปียก ตรวจสอบลักษณะสัณฐานโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ผลการศึกษาพบว่าไม่ปรากฏรูพรุนบนเยื่อแผ่นที่ผลิตโดยการจุ่มฟิล์มพอลิเมอร์ลงในอ่างตกตะกอนทันที ในขณะที่การเพิ่มเวลาในการระเหยตัวทำละลายทำให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุนและความพรุนของเยื่อแผ่นเพิ่มขึ้น และการศึกษาผลของการเติมอะซิโตนเป็นตัวทำละลายร่วมกับไดเมทิลฟอร์มาไมด์ พบว่าเยื่อแผ่นที่ได้มีขนาดรูพรุนเล็กลงรวมทั้งความพรุนของเยื่อแผ่นลดลงด้วยเมื่อเปรียบเทียบกับการใช้ไดเมทิลฟอร์มาไมด์เป็นตัวทำละลายเพียงชนิดเดียว

คำสำคัญ: เยื่อแผ่นพอลิซัลโฟน เวลาในการระเหยของตัวทำละลาย ตัวทำละลายร่วม อะซิโตน
สัณฐานของเยื่อแผ่น

¹ หน่วยวิจัยเทคโนโลยีพื้นผิว คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏนครศรีธรรมราช

² ศูนย์วิจัยความเป็นเลิศด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีเมมเบรน คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

* Corresponding author e-mail: chaiporn_kae@nstru.ac.th

Received: 28 October 2021, Revised: 2 December 2021, Accepted: 7 December 2021

Abstract

This research investigated the effect of solvent evaporation time and the effect of acetone as a co-solvent on the fabrication process of polysulfone (PSF) membrane using the dry/wet phase inversion technique. The morphology of the sample membrane was verified by using a scanning electron microscope (SEM). The results showed that the immediate immersion of the polymer film in the coagulation bath did not show any porosity. The increasing the evaporation time of the solvent increased the mean diameter of the pores and the porosity of the membrane. The PSF membrane produced by using mixed dimethylformamide (DMF) and acetone as a solvent provided a smaller pore size radius and a lower porosity than that produced by using only DMF.

Keywords: Polysulfone membrane, Solvent evaporation time, Co-solvent, Acetone, Membrane morphology

บทนำ

เทคโนโลยีการกรองด้วยเยื่อแผ่น (membrane) ถูกนำมาใช้ในการแยกสารต่าง ๆ การเพิ่มความเข้มข้นของสารละลาย การกรอง และการสกัดสาร เป็นต้น โดยอาศัยสมบัติในการยอมให้สารบางอย่างผ่านได้แต่ไม่ยอมให้สารบางอย่างผ่าน (Winston and Sirkar, 2001) สารที่ผ่านเยื่อแผ่นได้เรียกว่าเพอมีเอท (permeate) ส่วนสารที่ไม่สามารถผ่านได้เรียกว่ารีเทนเตต (retentate) หรือการทำให้เข้มข้น (concentrate) เทคโนโลยีเยื่อแผ่นถูกนำมาประยุกต์ใช้อย่างกว้างขวางทั้งในด้านอุตสาหกรรมต่าง ๆ เช่น การแยกโปรตีน การแยกสปอร์และแบคทีเรียออกจากน้ำนมด้วยเทคนิคการกรองแบบไมโครฟิวเตรชัน (Hu *et al.*, 2015) ด้านการบำบัดน้ำเสีย (Chaturvedi *et al.*, 2019) และด้านการแพทย์ เช่น การควบคุมอัตราการให้ยาแก่ผู้ป่วย (Shekhawat and Pokharkar, 2017) เป็นต้น เนื่องจากเป็นเทคโนโลยีที่ใช้งานง่าย ต้นทุนต่ำ รวมทั้งไม่ต้องใช้พลังงานมากในกระบวนการทำงาน จึงเป็นเทคโนโลยีที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม รูปแบบการแยกสารออกจากกันขึ้นอยู่กับสมบัติของเยื่อแผ่นและอนุภาคที่ถูกกรองหรือแยก โดยเยื่อแผ่นที่ไม่มีรูพรุน (dense membrane) ใช้กลไกการแพร่ผ่านเยื่อแผ่น การกรองแบบนี้สามารถแยกสารที่มีขนาดใกล้เคียงกันออกจากกันโดยใช้สมบัติการละลาย (solubility) และการแพร่ (diffusivity) ส่วนเยื่อแผ่นที่มีรูพรุน (porous membrane) สามารถแยกอนุภาคออกจากกันโดยใช้ขนาดของรูพรุนเป็นตัวคัดเลือก โดยที่อนุภาคที่มีขนาดโตกว่าขนาดใหญ่สุดของรูพรุนจะไม่สามารถเคลื่อนที่ผ่านเยื่อแผ่นไปได้ ส่วนอนุภาคที่มีขนาดระหว่างขนาดใหญ่สุดและขนาดเล็กสุดของรูพรุนจะเคลื่อนที่ผ่านรูพรุนได้บางส่วน ซึ่งอนุภาคที่สามารถเคลื่อนที่ผ่านรูพรุนได้ดีจะต้องมีขนาดเล็กกว่าขนาดรูพรุนมาก ๆ (Baker, 2012) เยื่อแผ่นที่มีรูพรุนสามารถนำมาประยุกต์ใช้กับการกรองหรือการแยกขนาดของอนุภาคต่าง ๆ ออกจากสารละลายได้ เช่น การกรองแบบไมโคร (micro-filtration) ใช้สำหรับกรองอนุภาคที่มีขนาดโตกว่า 0.1 ไมโครเมตร เช่น

แบคทีเรีย สาหร่าย อนุภาคแขวนลอยต่าง ๆ การกรองแบบอัลตรา (ultra-filtration) ใช้สำหรับการกรองอนุภาคที่มีขนาดโตกว่า 0.01 ไมโครเมตร เช่น ไวรัส หรือคอลลอยด์ขนาดเล็ก และการกรองแบบนาโน (nano-filtration) ใช้สำหรับการกรองอนุภาคที่มีขนาดโตกว่า 0.001 ไมโครเมตร เช่น สารอินทรีย์ที่ละลายน้ำหรือไอออนของแคลเซียม (Ca^{2+}) และแมกนีเซียม (Mg^{2+}) เป็นต้น ดังนั้นการผลิตเยื่อแผ่นโดยการควบคุมขนาดของรูพรุนที่เหมาะสมจะสามารถนำมาประยุกต์ใช้กับการกรองที่เหมาะสมได้ ส่วนเยื่อแผ่นแบบไม่มีรูพรุนสามารถนำมาใช้กับการแยกอะตอมหรือโมเลกุลที่มีขนาดเล็กได้เช่นกันออกจากกันได้ เช่น การแยกแก๊สผสมคาร์บอนไดออกไซด์ออกจากแก๊สมีเทน (Chittrakarn *et al.*, 2016) ปัจจุบันนักวิจัยกำลังให้ความสนใจวัสดุประเภทพอลิเมอร์มาใช้ในการผลิตเยื่อแผ่นเนื่องจากง่ายต่อการขึ้นรูป และมีต้นทุนในการผลิตต่ำ งานวิจัยนี้จึงศึกษาการนำพอลิซัลโฟน (polysulfone: PSF) เป็นวัสดุที่ใช้ในกระบวนการผลิต เนื่องจากเป็นพอลิเมอร์ที่มีความแข็งแรงทนต่อการกัดกร่อนทางเคมีและทนความร้อนได้ดี (Yang and Lin, 2002) โดยใช้เทคนิคการผลิตแบบการเปลี่ยนเฟส (phase inversion) ซึ่งเป็นเทคนิคที่ได้รับความนิยมในการผลิตเยื่อแผ่นด้วยวัสดุประเภทพอลิเมอร์ โดยกระบวนการเปลี่ยนเฟสเกิดขึ้นหลังจากขึ้นรูปเยื่อแผ่นบนวัสดุรองรับ เมื่อพักเยื่อแผ่นในอากาศจะเกิดการระเหยของตัวทำละลาย (evaporation) เป็นการเปลี่ยนเฟสแบบแห้ง และเมื่อจุ่มเยื่อแผ่นในตัวไม่ทำละลาย (non-solvent) เช่น น้ำบริสุทธิ์ เกิดการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายและตัวไม่ทำละลายในอ่างตกตะกอนนำไปสู่การเปลี่ยนเฟสแบบเปียก เมื่อเกิดทั้งสองกระบวนการจึงเป็นการเปลี่ยนเฟสแบบแห้งและเปียก (dry-wet phase inversion) การเปลี่ยนเฟสของพอลิเมอร์ดังกล่าวจะส่งผลต่อลักษณะโครงสร้างของเยื่อแผ่นหรือลักษณะสัณฐานที่แตกต่างกัน (Figoli *et al.*, 2016) เช่น ลักษณะโครงสร้างของรูพรุน (pore structure) และความขรุขระของผิว (surface roughness) เนื่องจากลักษณะสัณฐานของเยื่อแผ่นเป็นปัจจัยสำคัญต่อการนำเยื่อแผ่นไปประยุกต์ใช้งาน (Abdelrasoul *et al.*, 2015) และปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อลักษณะสัณฐานของเยื่อแผ่นในกระบวนการผลิตเยื่อแผ่นด้วยกระบวนการเปลี่ยนเฟสแบบแห้งและเปียกเป็นผลมาจากสมบัติของสารละลายพอลิเมอร์ ซึ่งมาจากการเลือกชนิดของพอลิเมอร์ ชนิดของตัวทำละลาย ชนิดของตัวไม่ทำละลาย และผลจากวิธีการและเงื่อนไขการตกตะกอน ซึ่งส่งผลต่อทั้งอัตราการแพร่ของตัวทำละลายออกจากพอลิเมอร์และอัตราการแพร่ของตัวไม่ทำละลายเข้าสู่พอลิเมอร์ (Bărdacă Urducea *et al.*, 2020) สำหรับเงื่อนไขของการเปลี่ยนเฟส การเพิ่มเวลาในการระเหยตัวทำละลายก่อนจุ่มลงในอ่างตกตะกอนส่งผลให้ขนาดของรูพรุนเฉลี่ยเพิ่มมากขึ้นด้วย ส่วนการเพิ่มความเข้มข้นของพอลิเมอร์จะส่งผลให้ขนาดของรูพรุนเล็กลง ซึ่งความเข้มข้นของพอลิเมอร์สำหรับการเตรียมเยื่อแผ่นเพื่อใช้กับการกรองแบบอัลตราโดยทั่วไปมีค่าอยู่ระหว่าง 15-20 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ส่วนเยื่อแผ่นที่ใช้สำหรับการแยกแก๊สใช้พอลิเมอร์ความเข้มข้นประมาณ 25 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (Baker, 2012) นอกจากนี้สมบัติของตัวทำละลายยังส่งผลต่อสัณฐานของเยื่อแผ่นด้วยเช่นกัน จากผลการศึกษาการใช้ตัวทำละลายไดเมทิลฟอร์มมาไมด์ (dimethylformamide: DMF) ในการผลิตเยื่อแผ่นพอลิซัลโฟน โดยการเติมอะซิโตนลงไป พบว่าผลที่ได้จากการเติมอะซิโตนทำให้ผิวชั้นบนของเยื่อแผ่นมีขนาดรูพรุนเล็กลง ส่งผลให้เยื่อแผ่นชั้นผิวมีความหนาเพิ่มขึ้น (Aryanti *et al.*, 2013)

การวิจัยนี้จึงศึกษาผลของเวลาในการระเหยตัวทำละลายก่อนจุ่มฟิล์มพอลิเมอร์ลงในอ่างตกตะกอน (coagulation bath) และศึกษาผลของตัวทำละลายร่วมอะซิโตนต่อลักษณะทางสัณฐานของเยื่อแผ่นที่ผลิตได้ โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อเปรียบเทียบผลของเวลาในการระเหยตัวทำละลาย และผลของการเติมตัวทำละลายร่วมดังกล่าว ตรวจสอบผลที่เกิดขึ้นโดยใช้กล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope: SEM) ร่วมกับโปรแกรมวิเคราะห์ภาพ ImageJ เพื่อศึกษาสัณฐานของเยื่อแผ่นจากการถ่ายภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด บนผิวหน้าและภาคตัดขวางของเยื่อแผ่น ซึ่งประโยชน์ที่ได้จากงานวิจัยนี้สามารถนำไปเป็นข้อที่ควรคำนึงถึงในการวางแผนการผลิตเยื่อแผ่นเพื่อการประยุกต์ใช้กับการกรองต่อไป

วิธีดำเนินการวิจัย

กระบวนการวิจัยแบ่งออกเป็น 2 วัตถุประสงค์ ได้แก่ การศึกษาผลของเวลาในการระเหยตัวทำละลายต่อสัณฐานของเยื่อแผ่น และการศึกษาผลของการเติมตัวทำละลายร่วมอะซิโตนต่อสัณฐานของเยื่อแผ่น ซึ่งทั้งสองวัตถุประสงค์มีการใช้เม็ดพอลิซิลโฟนที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีการเดียวกัน เริ่มจากการนำเม็ดพอลิซิลโฟนไปอบในตู้อบสุญญากาศ (vacuum oven) ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง เพื่อไล่ความชื้นออกจากเม็ดพอลิซิลโฟน หลังจากนั้นนำเม็ดพอลิซิลโฟน ไปเก็บในโถดูดความชื้นระหว่างรอการนำไปใช้ในกระบวนการทำละลายเพื่อผลิตเยื่อแผ่นต่อไป การดำเนินการเพื่อศึกษาแต่ละวัตถุประสงค์มีรายละเอียด ดังนี้

1. การเตรียมเยื่อแผ่นเพื่อศึกษาผลของเวลาการระเหยตัวทำละลาย

กระบวนการผลิตเยื่อแผ่นพอลิซิลโฟนเริ่มจากการเตรียมสารละลายพอลิเมอร์ที่มีส่วนผสมของเม็ดพอลิซิลโฟนและตัวทำละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์ 22 เปอร์เซ็นต์ และ 78 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ตามลำดับ คนสารละลายให้เป็นเนื้อเดียวกันโดยใช้เครื่องคนสารชนิดแม่เหล็กพร้อมให้ความร้อน (hotplate magnetic stirrer) ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง เพื่อให้ได้สารละลายเนื้อเดียว หลังจากนั้นนำไปเขย่าด้วยเครื่องล้างความถี่สูง (ultrasonic cleaner) เป็นเวลา 30 นาที เพื่อไล่ฟองอากาศออกจากสารละลาย ก่อนนำสารละลายไปเทลงบนแผ่นแก้วสะอาดขนาด 20 เซนติเมตร x 20 เซนติเมตร ที่มีกระดาษทิชชูที่ขบของแผ่นกระจก 2 ด้านตรงข้ามกัน ด้านละ 3 ชั้น ซึ่งทิชชูแต่ละชั้นมีความหนา 50 ไมโครเมตร ทำให้ขอบ 2 ด้านที่อยู่ตรงข้ามกันมีความหนา 150 ไมโครเมตร เมื่อปาดสารละลายด้วยแท่งแก้วที่เคลื่อนไปบนขอบสูงของกระจก จะได้แผ่นฟิล์มที่มีความหนา 150 ไมโครเมตร จากนั้นปล่อยให้ตัวทำละลายระเหยที่อุณหภูมิห้อง (25 องศาเซลเซียส) ความชื้นสัมพัทธ์ 60-65 เปอร์เซ็นต์ โดยมีเงื่อนไขของเวลาในการระเหยตัวทำละลาย 4 เงื่อนไข ได้แก่ 0 นาที (จุ่มทันที) 1 นาที 3 นาที และ 5 นาที หลังจากนั้นนำไปจุ่มในอ่างตกตะกอนที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งใช้น้ำกลั่นเป็นสารตกตะกอนเป็นเวลา 15 นาที เพื่อให้เกิดการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายกับน้ำในอ่างตกตะกอน จากนั้นนำเยื่อแผ่นที่ได้ไปแช่ในอ่างเมทานอลที่มีความเข้มข้น 99.9 เปอร์เซ็นต์เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อไล่น้ำให้ออกจากรูพรุนของเยื่อแผ่น และขั้นตอนสุดท้ายคือการทำให้แห้งโดยการนำเยื่อแผ่นไปผึ่งในอากาศที่อุณหภูมิห้อง ก่อนนำไปทดสอบสมบัติทางกายภาพของเยื่อแผ่นด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

2. การเตรียมเยื่อแผ่นเพื่อศึกษาผลของตัวทำละลายร่วมอะซิโตน

กระบวนการผลิตเยื่อแผ่นคล้ายกับกระบวนการของการศึกษาผลของเวลาระเหยตัวทำละลาย โดยเริ่มต้นจากการเตรียมสารละลายพอลิเมอร์ที่มีส่วนผสมของเม็ดพอลิซิลิโคน และตัวทำละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์ 22 เปอร์เซ็นต์ และ 78 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ตามลำดับ คนด้วยเครื่องคนสารละลายชนิดแม่เหล็กให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง แล้วนำสารละลายไปเขย่าด้วยเครื่องเครื่องล้างความถี่สูงเป็นเวลา 30 นาที เพื่อไล่ฟองอากาศออกจากนั้นเทสารละลายลงบนแผ่นแก้วสะอาดแล้วปาดให้ได้ความหนา 150 ไมโครเมตร แล้วปล่อยให้แห้งเพื่อให้ตัวทำละลายระเหยในอากาศในกรณีนี้ควบคุมเวลาที่ 1 นาที ที่อุณหภูมิห้อง และความชื้นสัมพัทธ์ 60-65 เปอร์เซ็นต์ ก่อนนำไปจุ่มในอ่างตกตะกอนน้ำกลั่นเพื่อให้เกิดกระบวนการเปลี่ยนเฟสเป็นเวลา 15 นาที ต่อด้วยการนำไปแช่ลงในอ่างเมทานอลความเข้มข้น 99.9 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วนำไปฝังในอากาศที่อุณหภูมิห้องก่อนนำไปทดสอบสมบัติของเยื่อแผ่น ส่วนอีกกรณีหนึ่งเป็นการเตรียมเยื่อแผ่นจากสารละลายพอลิเมอร์ที่มีส่วนผสมโดยน้ำหนักของเม็ดพอลิซิลิโคน 22 เปอร์เซ็นต์ ตัวทำละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์ 63 เปอร์เซ็นต์ และตัวทำละลายร่วมอะซิโตน 15 เปอร์เซ็นต์ เพื่อเตรียมสารละลายก่อนการขึ้นรูปเยื่อแผ่น โดยมีวิธีการและเงื่อนไขเกี่ยวกับการเตรียมโดยวิธีแรก ก่อนนำมาทดสอบสมบัติเพื่อเปรียบเทียบผลที่ได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3. การตรวจสอบสมบัติของเยื่อแผ่น

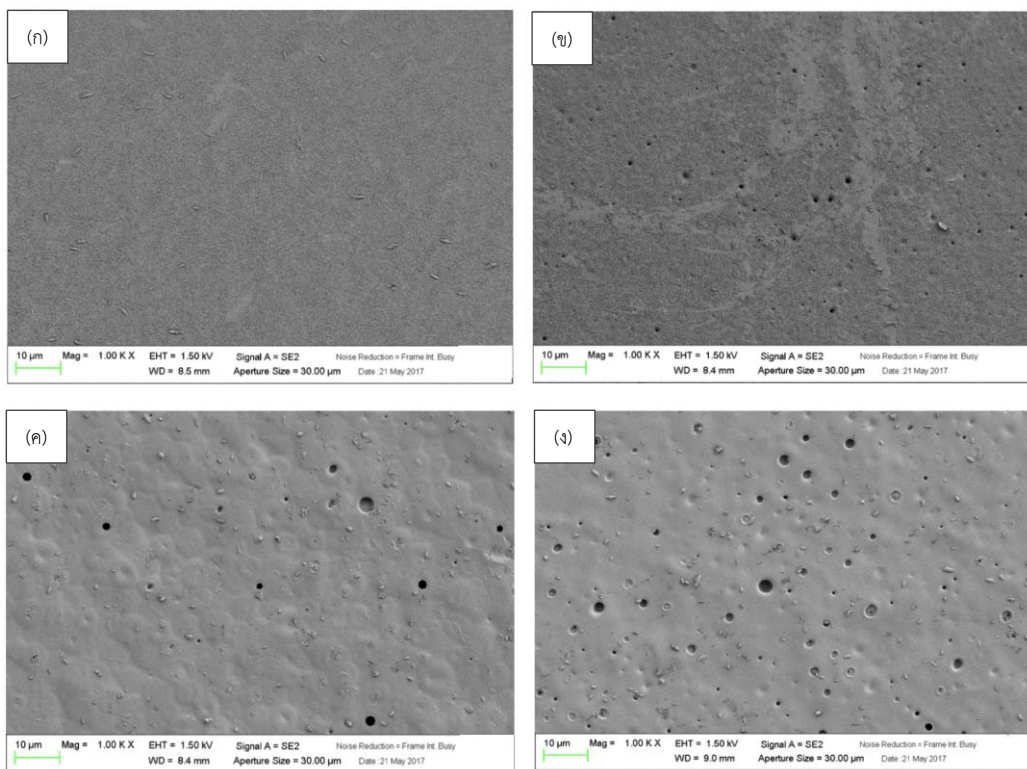
เยื่อแผ่นที่ผลิตได้มีการนำมาตรวจสอบลักษณะพื้นฐานโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด โดยตัดเยื่อแผ่นแต่ละตัวอย่างให้เป็นชิ้นเล็ก ๆ ขนาด 3 มิลลิเมตร x 5 มิลลิเมตร จากนั้นนำตัวอย่างไปเคลือบทองด้วย sputter coater เป็นเวลา 90 วินาที ก่อนนำไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แล้วนำภาพที่ได้มาแปลความหมายตามเงื่อนไขของแต่ละวัตถุประสงค์ โดยการนำภาพที่ได้จากกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด มาหาค่าเฉลี่ยของเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน (pore diameter) ที่ผิวบนของเยื่อแผ่น รวมทั้งหาพื้นที่รวมของรูพรุนและความพรุนของเยื่อแผ่นซึ่งคำนวณจากจากสัดส่วนของพื้นที่ผิวรวมของรูพรุนต่อพื้นที่ผิวทั้งหมดของเยื่อแผ่นด้วยโปรแกรมวิเคราะห์ภาพ ImageJ ซึ่งขั้นตอนการวิเคราะห์ภาพเริ่มจากการเปิดภาพที่ได้จากกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด ด้วยโปรแกรม ImageJ แล้วปรับภาพให้เหมาะสมตามเงื่อนไขของโปรแกรมเพื่อให้สามารถวิเคราะห์ภาพได้ จากนั้นใช้ฟังก์ชันการวิเคราะห์ของโปรแกรมเพื่อวิเคราะห์เส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนเฉลี่ย พื้นที่ผิวของรูพรุนเฉลี่ยและความพรุนของเยื่อแผ่น

ผลการวิจัยและการอภิปรายผลการวิจัย

1. ผลของเวลาการระเหยตัวทำละลายต่อลักษณะพื้นฐานของเยื่อแผ่น

การศึกษาผลของเวลาการระเหยตัวทำละลายต่อลักษณะพื้นฐานของเยื่อแผ่น โดยใช้ภาพที่ได้จากการถ่ายด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด เพื่อเปรียบเทียบผลที่เกิดจากการระเหยตัวทำละลายที่ระยะเวลาแตกต่างกันของเยื่อแผ่นพอลิซิลิโคนที่ผลิตโดยกระบวนการเปลี่ยนเฟสซึ่งสารละลายพอลิเมอร์ที่ใช้ขึ้นรูป (polymer dope solution) มีองค์ประกอบคิดสัดส่วนโดยน้ำหนักประกอบด้วยพอลิซิลิโคน 22 เปอร์เซ็นต์ ในตัวทำละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์ 78 เปอร์เซ็นต์

ภาพพืวด้านบนของเยื่อแผ่นที่ได้จากกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด กำลังขยาย 1,000 เท่า มีลักษณะปรากฏดังภาพที่ 1 โดยภาพที่ 1 (ก) เป็นภาพของเยื่อแผ่นที่จุ่มลงน้ำทันที พบว่าไม่ปรากฏรูพรุนบนเยื่อแผ่นแต่อย่างใด ในขณะที่ภาพของเยื่อแผ่นที่มีการปล่อยให้ตัวทำละลายระเหยเป็นเวลา 1 3 และ 5 นาที ปรากฏรูพรุนที่มีขนาดใหญ่ขึ้นตามเวลาที่เพิ่มขึ้น ดังภาพที่ 1 (ข) (ค) และ (ง) จากผลการวิเคราะห์ภาพที่ได้จากกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด ด้วยโปรแกรม ImageJ ผลปรากฏดังตารางที่ 1 พบว่าเยื่อแผ่นที่มีระยะเวลาในการระเหยตัวทำละลายเพิ่มขึ้นทำให้รูพรุนมีขนาดใหญ่ขึ้น โดยการระเหยตัวทำละลายเป็นเวลา 1 3 และ 5 นาที ได้รูพรุนมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย (pore diameter) 0.628 0.848 และ 0.987 ไมโครเมตร ตามลำดับ การหาค่าพื้นที่รวมของรูพรุนจากเยื่อแผ่นที่มีการระเหยตัวทำละลายเป็นเวลา 1 3 และ 5 นาที มีค่า 21.995 68.566 และ 128.260 ตารางไมโครเมตรตามลำดับ นอกจากนี้ผลการวิเคราะห์ความพรุนจากพื้นที่ของรูพรุนต่อพื้นที่ผิวทั้งหมด พบว่าความพรุนของเยื่อแผ่นเพิ่มขึ้นตามระยะเวลาที่เพิ่มขึ้นของการระเหยตัวทำละลาย โดยเยื่อแผ่นที่ระเหยตัวทำละลาย 1 3 และ 5 นาที มีค่าความพรุน 0.287 0.787 และ 1.725 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ



ภาพที่ 1 ลักษณะสัณฐานของเยื่อแผ่นที่เวลาของการระเหยตัวทำละลายแตกต่างกัน

(ก) 0 นาที (ข) 1 นาที (ค) 3 นาที และ (ง) 5 นาที

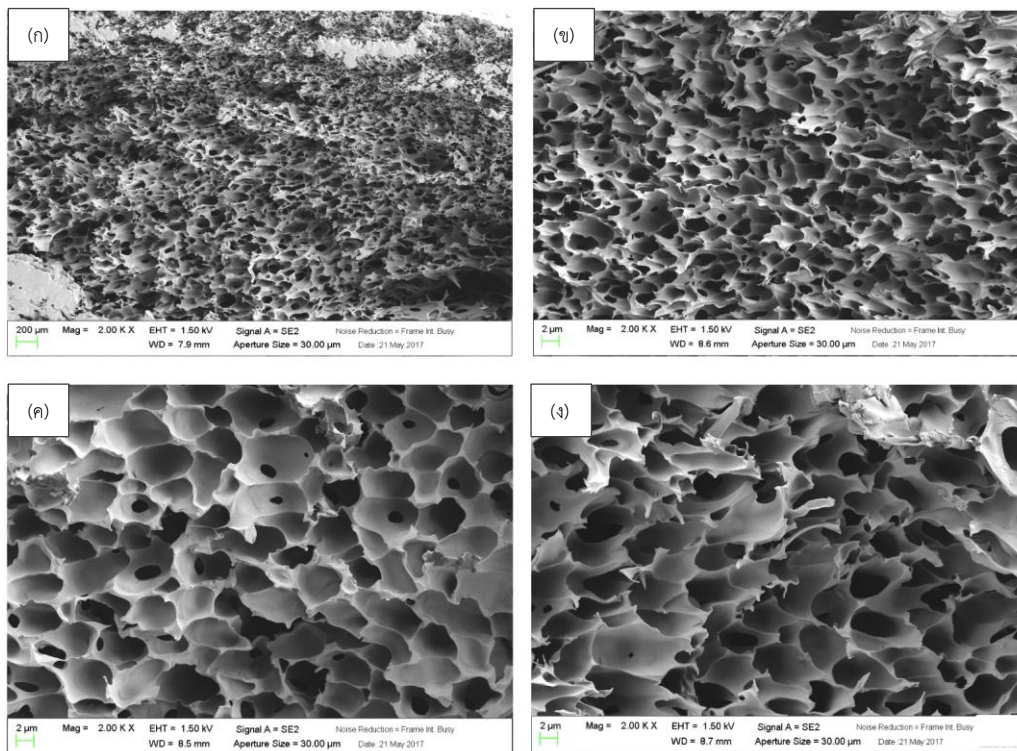
ผลดังกล่าวสามารถอธิบายได้ด้วยกลไกการเปลี่ยนเฟส หลังจากกระบวนการรีดเป็นแผ่นแล้วปล่อยให้แห้ง ตัวทำละลายจะระเหยออกจากฟิล์มพอลิเมอร์และเริ่มเข้าสู่กระบวนการเปลี่ยนเฟส โดยสารละลายพอลิเมอร์เริ่มเปลี่ยนสถานะอย่างช้า ๆ และต่อเนื่องเพื่อก่อให้เกิดเป็นโครงสร้างของ

เยื่อแผ่น ขนาดของรูพรุนที่เป็นผลมาจากการระเหยตัวทำละลายออกไปจากเยื่อแผ่นอย่างรวดเร็ว ในขั้นตอนแรกนี้จะทำให้ได้รูพรุนของเยื่อแผ่นที่มีขนาดเล็กและก่อให้เกิดชั้นผิวขึ้นมา อย่างไรก็ตาม ภายหลังจากการจุ่มลงไปในอ่างตกตะกอนแล้ว จะมีการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายที่อยู่ในสารละลาย พอลิเมอร์กับตัวไม่ทำละลายในอ่างตกตะกอน โดยอัตราการการแลกเปลี่ยนจากการแพร่จะค่อย ๆ เกิดขึ้น ทำให้ได้โครงสร้างของเยื่อแผ่นเป็นแบบอสมมาตร (asymmetric membrane) ที่มีขนาดรูพรุนที่ใหญ่ขึ้นในชั้นรองรับ (Baker, 2012) การเกิดรูพรุนหรือโพรงขนาดใหญ่ที่ส่วนล่างของเยื่อแผ่นเป็นผลมาจากการระเหยตัวทำละลายที่ชั้นผิวที่เกิดขึ้นในช่วงเริ่มต้น ซึ่งทำให้ความเข้มข้นของพอลิเมอร์ที่ชั้นผิวเพิ่มขึ้น กลายเป็นกำแพงที่ขัดขวางการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายในสารละลายพอลิเมอร์กับตัวไม่ทำละลายในอ่างตกตะกอน ทำให้อัตราการแลกเปลี่ยนดังกล่าวเกิดช้าลง การเปลี่ยนเฟสจึงเกิดได้ช้าลงด้วย (Kusworo *et al.*, 2017) ทั้งนี้กระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายจากสารละลายพอลิเมอร์กับตัวไม่ทำละลายในอ่างตกตะกอนจะเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องจนกระทั่งได้เยื่อแผ่น (Das and Gebru, 2018) นอกจากนี้การเกิดลักษณะคล้ายรูพรุนที่ผิวบนของเยื่อแผ่นยังสามารถเกิดขึ้นได้จากเงื่อนไขของการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายกับไม่ทำละลายในอ่างตกตะกอน จากผลของการศึกษาการจุ่มแผ่นฟิล์มพอลิเมอร์ที่รีดแล้วลงในอ่างตกตะกอน กรณีที่ตัวไม่ทำละลายในอ่างตกตะกอนสามารถแพร่เข้าไปในสารละลายพอลิเมอร์ก่อนการแพร่ของตัวทำละลายจากสารละลายพอลิเมอร์สู่อ่างตกตะกอน จะส่งผลให้เกิดรูพรุนบนผิวของเยื่อแผ่นเกิดขึ้นได้ (Chuang *et al.*, 2000)

ตารางที่ 1 เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุน พื้นที่รวมของรูพรุนและความพรุนของเยื่อแผ่นจากการระเหยตัวทำละลายที่เวลาต่างกัน

เวลาระเหยตัวทำละลาย (นาทีก)	เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุน (ไมโครเมตร)	พื้นที่รวมของรูพรุน (ตารางไมโครเมตร)	ความพรุน (เปอร์เซ็นต์)
1	0.628	21.995	0.287
3	0.848	68.566	0.787
5	0.987	128.260	1.725

การศึกษาภาคตัดขวางของเยื่อแผ่นจากกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด กำลังขยาย 2,000 เท่า พบว่าเยื่อแผ่นที่ได้เป็นแบบอสมมาตร ดังภาพที่ 2 (ก) ซึ่งเป็นผลมาจากการอัตราการแลกเปลี่ยนของตัวทำละลายในสารละลายพอลิเมอร์กับตัวไม่ทำละลายในอ่างตกตะกอนที่แตกต่างกันในแต่ละส่วนของฟิล์มพอลิเมอร์ โดยส่วนบนมีโครงสร้างของช่องว่างขนาดเล็กกว่าส่วนล่างของเยื่อแผ่น เนื่องจากส่วนบนของฟิล์มพอลิเมอร์มีอัตราการแลกเปลี่ยนดังกล่าวได้ดีกว่าส่วนล่างของฟิล์ม ทำให้ส่วนบนมีเนื้อพอลิเมอร์มากกว่าส่วนล่าง ทำให้เกิดผนังของรูพรุนที่มีขนาดของรูเล็กกว่าส่วนล่าง นอกจากนี้การเพิ่มของเวลาในการระเหยตัวทำละลายทำให้ยังทำให้ขนาดรูพรุนในชั้นรองรับโตขึ้นตามเวลาด้วย ดังภาพที่ 2 (ข) (ค) และ (ง) ทั้งนี้ผลจากการเพิ่มระยะเวลาในการระเหยตัวทำละลายส่งผลให้ความหนาของชั้นผิวเพิ่มขึ้น ทำให้อัตราการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายในสารละลายพอลิเมอร์กับตัวไม่ทำละลายในอ่างตกตะกอนมีค่าลดลง ส่งผลให้การเปลี่ยนเฟสเกิดขึ้นได้ช้าลง (Hotda and Vankelecom, 2015) จึงทำให้เกิดโพรงขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อเวลามากขึ้น

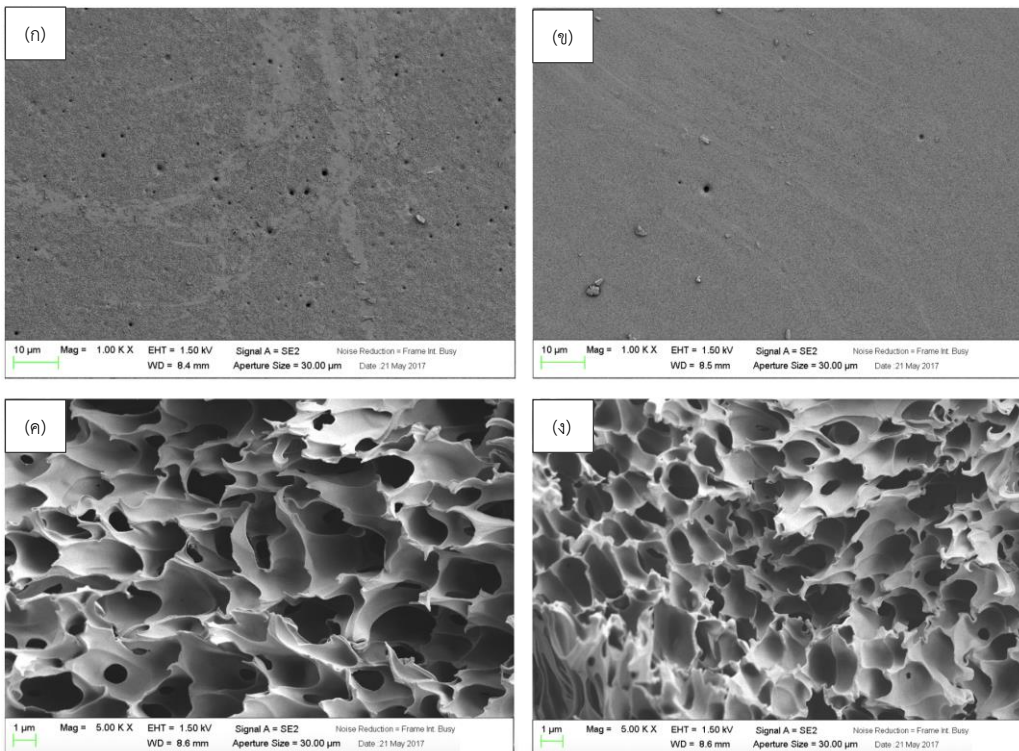


ภาพที่ 2 ภาคตัดขวางของเยื่อแผ่นเมื่อระเหยตัวทำละลาย
(ก) 0 นาที (ข) 1 นาที (ค) 3 นาที และ (ง) 5 นาที

2. ผลของตัวทำละลายร่วมอะซิโตนต่อสัณฐานของเยื่อแผ่น

การศึกษาเพื่อเปรียบเทียบผลจากการเติมอะซิโตนเป็นตัวทำละลายร่วมกับตัวทำละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์ โดยการเปรียบเทียบภาพที่ได้จากกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเยื่อแผ่นที่เตรียมโดยวิธีการเปลี่ยนเฟส โดยเปรียบเทียบภาพของผิวด้านบนและภาพภาคตัดขวาง พบว่าภาพผิวด้านบนของเยื่อแผ่นที่เตรียมจากสารละลายพอลิเมอร์ที่มีส่วนผสมของพอลิซิลิโคน 22 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ 78 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีลักษณะพื้นผิวหยาบและมีรูพรุนอยู่ที่ผิวบนจำนวนมาก ดังภาพที่ 3 (ก) ในขณะที่ภาพที่ได้จากการเตรียมสารละลายพอลิเมอร์ที่ประกอบด้วยพอลิซิลิโคน ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ และตัวทำละลายอะซิโตน มีสัดส่วนเท่ากับ 22 63 และ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ พบว่าลักษณะผิวด้านบนของเยื่อแผ่นมีความเรียบมากกว่า และมีรูพรุนเกิดที่ผิวน้อยกว่าดังภาพที่ 3 (ข) จากผลการวิเคราะห์เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุนพื้นที่รวมของรูพรุนและความพรุนของเยื่อแผ่นทั้งสอง พบว่าเยื่อแผ่นที่เตรียมจากตัวทำละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์ผสมอะซิโตนมีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยพื้นที่ผิวรวมของรูพรุน และความพรุนเท่ากับ 0.570 ไมโครเมตร 9.596 ตารางไมโครเมตร และ 0.111 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ซึ่งน้อยกว่าเยื่อแผ่นที่เตรียมโดยไม่มีส่วนผสมของอะซิโตน ซึ่งมีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย พื้นที่ผิวรวมของรูพรุน และความพรุนเท่ากับ 0.628 ไมโครเมตร 21.995 ตารางไมโครเมตร และ 0.287 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าการเติมอะซิโตนเพื่อใช้เป็นตัวทำละลายร่วมกับไดเมทิลฟอร์มาไมด์ทำให้

ชั้นผิวของเยื่อแผ่นมีขนาดของรูพรุนเล็กกลวง ส่วนภาพภาคตัดขวางของเยื่อแผ่นแสดงให้เห็นโครงสร้างในชั้นรองรับที่มีลักษณะคล้ายฟองน้ำทั้งสองกรณี ดังภาพที่ 3 (ค) และ (ง) อย่างไรก็ตาม เมื่อเปรียบเทียบขนาดของช่องว่างระหว่างผนังของเซลล์พบว่า ภาพที่ 3 (ค) ที่ได้จากการเตรียมสารละลายพอลิเมอร์ที่มีส่วนผสมของพอลิซิลิโคนกับไดเมทิลฟอร์มาไมด์ มีความกว้างของช่องมากกว่าภาพที่ 3 (ง) ซึ่งได้จากการเตรียมสารละลายพอลิเมอร์ที่มีการเติมอะซิโตนลงไปผสมกับพอลิซิลิโคนและไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ทั้งนี้เป็นไปได้ว่าการที่สมบัติของตัวทำละลายอะซิโตนระเหยได้เร็วกว่าไดเมทิลฟอร์มาไมด์ (Gregorio and Borges, 2008) สามารถก่อให้เกิดรูพรุนที่มีขนาดเล็กกว่า นอกจากนี้อะซิโตนยังมีสมบัติในการเกิดอันตรกิริยา (interaction) กับน้ำได้ดี ทำให้สามารถแยกตัวออกจากสารละลายพอลิเมอร์ได้ง่าย ซึ่งการเคลื่อนที่ออกอย่างรวดเร็วของอะซิโตนทำให้ได้พอลิเมอร์ความเข้มข้นสูงในชั้นผิวและก่อให้เกิดรูพรุนขนาดเล็กกลวง ส่วนชั้นรองรับของเยื่อแผ่นที่เตรียมโดยมีส่วนผสมของอะซิโตนพบว่าช่องว่างของเซลล์มีขนาดเล็กกว่าเยื่อแผ่นที่เตรียมโดยไม่มีส่วนผสมของอะซิโตน ทั้งนี้เนื่องจากมีความเป็นไปได้ว่าอะซิโตนเกิดอันตรกิริยากับน้ำได้ดี จึงเกิดการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายและตัวไม่ทำละลายในอ่างตกตะกอนได้ดี ทำให้สามารถเปลี่ยนเฟสได้เร็วกว่าจึงได้ขนาดของเซลล์ในชั้นรองรับเล็กกว่า



ภาพที่ 3 ลักษณะผิวด้านบนของเยื่อแผ่นพอลิซิลิโคนของการระเหยตัวทำละลาย 1 นาทีก่อนจุ่มในอ่างตกตะกอน (ก) ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ (ข) ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ผสมอะซิโตน และลักษณะภาคตัดขวางของเยื่อแผ่น (ค) ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ (ง) ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ผสมอะซิโตน

สรุปผลการวิจัย

การผลิตเยื่อแผ่นจากพอลิเมอร์พอลิซัลโฟนโดยกระบวนการเปลี่ยนเฟสแบบแห้งและเปียก โดยการเตรียมสารละลายพอลิเมอร์ซึ่งประกอบด้วย พอลิซัลโฟน และตัวทำละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์ 22 และ 78 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ แล้วรีดให้เป็นแผ่นบนกระจกสะอาด ปล่อยให้ตัวทำละลายระเหยออกไปก่อนจุ่มลงในอ่างตกตะกอนเพื่อเข้าสู่กระบวนการเปลี่ยนเฟส พบว่าการจุ่มลงในอ่างตกตะกอนทันทีไม่ปรากฏรูพรุนที่ผิวบนของเยื่อแผ่น ส่วนการปล่อยให้ตัวทำละลายระเหยเป็นเวลา 1 3 และ 5 นาที ปรากฏรูพรุนที่ผิวบนของเยื่อแผ่นโดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุนเป็น 0.628 0.848 และ 0.987 ไมโครเมตร ตามลำดับ เยื่อแผ่นมีความพรุน 0.287 0.787 และ 1.725 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ นอกจากนี้การเปรียบเทียบเยื่อแผ่นที่เตรียมโดยใช้ตัวทำละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์อย่างเดียวซึ่งสารละลายประกอบด้วย พอลิซัลโฟน และตัวทำละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์ 22 และ 78 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ กับการเตรียมโดยใช้ตัวทำละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์ร่วมกับอะซิโตน ซึ่งประกอบด้วย พอลิซัลโฟน ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ และอะซิโตน 22 เปอร์เซ็นต์ 63 เปอร์เซ็นต์ และ 15 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ตามลำดับ พบว่าเยื่อแผ่นที่เตรียมโดยใช้ตัวทำละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์ร่วมกับอะซิโตนมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนเฉลี่ยลดลงจาก 0.628 ไมโครเมตร เป็น 0.570 ไมโครเมตร และมีความพรุนลดลงจากค่าเดิม 0.287 เปอร์เซ็นต์ เป็น 0.111 เปอร์เซ็นต์

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณศูนย์วิจัยความเป็นเลิศด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีเมมเบรน (CoE-MST) มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ที่อนุเคราะห์เครื่องมือและสิ่งสนับสนุนอื่น ๆ ในการผลิตเยื่อแผ่นพอลิซัลโฟนที่ใช้สำหรับการวิจัยครั้งนี้

เอกสารอ้างอิง

- Abdelrasoul, A., Doan, H., Lohi, A. and Cheng, C.H. (2015). Morphology control of polysulfone membranes in filtration processes: A critical review. *ChemBioEng Reviews*, 2(1), 22-43.
- Aryanti, P.T., Khoiruddin, K. and Wenten, I.G. (2013). Influence of additives on polysulfone-based ultrafiltration membrane performance during peat water filtration. *Journal of Water Sustainability*, 3, 85-96.
- Baker, R.W. (2012). *Membrane Technology and applications*. doi: <https://doi.org/10.1002/0470020393>.
- Bărdacă Urducea, C., Nechifor, A.C., Dimulescu, I.A., Oprea, O., Nechifor, G., Totu, E.E., Isildak, I., Albu, P.C., and Bungău, S.G. (2020). Control of nanostructured polysulfone membrane preparation by phase inversion method. *Nanomaterials*, 10(12), doi: <https://doi.org/10.3390/nano10122349>.

- Chaturvedi, V.K., Kushwaha, A., Maurya, S., Tabassum, N., Chaurasia, H. and Singh, M.P. (2019). Wastewater treatment through nanotechnology: Role and prospects. *Restoration of Wetland Ecosystem: A Trajectory Towards a Sustainable Environment*, doi: https://doi.org/10.1007/978-981-13-7665-8_14.
- Chittrakarn, T., Tirawanichakul, Y., Sirijarakul, S. and Yuenyao, C. (2016). Plasma induced graft polymerization of hydrophilic monomers on polysulfone gas separation membrane surfaces. *Surface and Coatings Technology*, 296, 157-163.
- Chuang, W.Y., Young, T.H., Chiu, W.Y. and Lin, C.Y. (2000). The effect of polymeric additives on the structure and permeability of poly (vinyl alcohol) asymmetric membranes. *Polymer*, 41(15), 5633-5641.
- Das, C. and Gebru, K.A. (2018). *Polymeric membrane synthesis, modification, and applications: Electro-spun and phase inverted membrane (1st ed.)*. Retrieved 13 August 2021, from: <https://play.google.com/books/reader?id=XEIPAAAAQBAJ&pg=GBS.PA8&hl=en>.
- Figoli, A., Marino, T. and Galiano, F. (2016). *Membrane Technologies for Biorefining*. Retrieved 8 August 2021, from: https://play.google.com/books/reader?id=eMPLBwAAQBAJ&pg=GBS.PA32.w.4.0.6_177&hl=en.
- Gregorio, R. and Borges, D. S. (2008). Effect of crystallization rate on the formation of the polymorphs of solution cast poly (vinylidene fluoride). *Polymer*, 49(18), 4009-4016.
- Hořda, A.K. and Vankelecom, I.F.J. (2015). Understanding and guiding the phase inversion process for synthesis of solvent resistant nanofiltration membranes. *Journal of Applied Polymer Science*, 132(27), doi: <https://doi.org/10.1002/app.42130>.
- Hu, K., Dickson, J. M., & Kentish, S. E. (2015). *Microfiltration for casein and serum protein separation*. Retrieved 7 August 2021, from <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/9781118590331.ch1>.
- Kusworo, T.D., Budiyo, Ikhshan, D., Rokhati, N., Prasetyaningrum, A., Mutiara, F.R. and Sofiana, N.R. (2017). Effect of combination dope composition and evaporation time on the separation performance of cellulose acetate membrane for demak brackish water treatment. *MATEC Web of Conferences*, 101, doi: <https://doi.org/10.1051/matecconf/201710101004>.
- Shekhawat, P. and Pokharkar, V. (2017). Understanding peroral absorption: Regulatory aspects and contemporary approaches to tackling solubility and permeability hurdles. *Acta Pharmaceutica Sinica B*, 7(3), 260-280.

- Winston, H.W.S. and Sirkar, K.K. (2001). *Membrane handbook*. New York: Kluwer Academic Pub.
- Yang, M.C. and Lin, W.C. (2002). The grafting of chitosan oligomer to polysulfone membrane via ozone-treatment and its effect on anti-bacterial activity. *Journal of Polymer Research*, 9(2), 135-140.