บทที่ 4

อุปกรณ์ และวิธีการดำเนินงานวิจัย

4.1 เคมีภัณฑ์

4.1.1 เคมีภัณฑ์ที่ใช้ในการจัดทำตัวกรองเซรามิกส์

4.1.1.1 แคลไซน์ อะลูมินา อาร์จีเอ325 (Calcined alumina RGA325) ของบริษัท Alcoa

4.1.1.2 ไทเทเนียม ออกไซด์ (Titanium oxide) ของบริษัท Fluka

4.1.1.3 คอปเปอร์ ออกไซด์ (Copper oxide) ของบริษัท Fluka

4.1.1.4 แมกนีเซียม ออกไซด์ (Magnesium oxide) ของบริษัท Fluka

4.1.1.5 เมทิล เซลลูโลส (Methyl cellulose) ของบริษัท Dow Chemical

4.1.1.6 พอลีเอทิลีน ไกคอล (Polyethylene glycol) ของบริษัท Sigma

4.1.1.7 อะลูมิเนียม คลอไรด์ (Aluminium chloride) ของบริษัท sigma

4.1.1.8 โพลีไวนิล อัลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol) ของบริษัท Sigma

4.1.1.9 น้ำมันมะพร้าว

4.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

4.2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมตัวกรองเซรามิกส์

4.2.1.1 เครื่องวัดขนาดอนุภาค, Particle size analyzer รุ่น LS230 บริษัท Coulter, สหรัฐอเมริกา

4.2.1.2 เครื่องชั่งทศนิยมสี่ตำแหน่ง, Sortorius analytic, model A200S, เยอรมัน

4.2.1.3 เครื่องชั่งทศนิยมสองตำแหน่ง, Ainsworth, สหรัฐอเมริกา

4.2.1.4 เตาเผาอุณหภูมิสูง, Nabertherm รุ่น LHT:16/R17, เยอรมัน

4.2.1.5 เครื่องรีด (Extruder), บริษัท เพชรเกษมจักรกลซีรามิค จำกัด (EXTRUDER DE AIR รุ่น Hydraulic), ประเทศไทย แสดงดังรูปที่ 4.1

4.2.1.6 เครื่องบดอนุภาค, Jet mill., สหรัฐอเมริกา

4.2.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบเยื่อแผ่นเซรามิกส์

4.2.2.1 เครื่องวิเคราะห์ขนาดรูพรุนด้วยปรอท, Pore Sizer 9320 V2.02., USA

4.2.2.2 เครื่องวิเคราะห์ความพรุนตัว, Pore Sizer 9320 V2.02., USA

4.2.2.3 เครื่องวิเคราะห์ความหนาแน่น, Pore Sizer 9320 V2.02., USA

4.2.2.4 เครื่องมือวิเคราะห์ปริมาตรของรูพรุน, Pore Sizer 9320 V2.02., USA

4.2.2.5 เครื่องวิเคราะห์ความแข็ง (Universal Testing), Lloyol Instrument 2000R, USA

4.2.2.6 กล้องจุลทรรศน์อีเล็คตรอนแบบส่องกราด, Jeol JSM 6400.,Japan

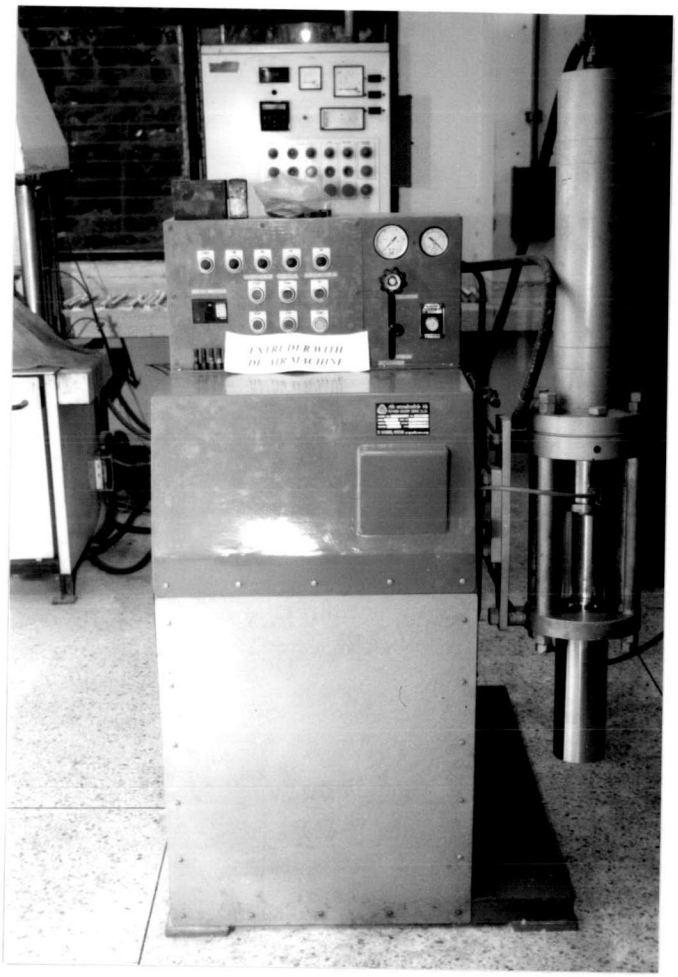
4.2.3 เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบการกรอง

4.2.3.1 เครื่องวัดค่าการดูดกลืนแสง (Spectrophotometer) ใช้เครื่องรุ่น Spectronic 20D ของบริษัท Milton Roy, USA

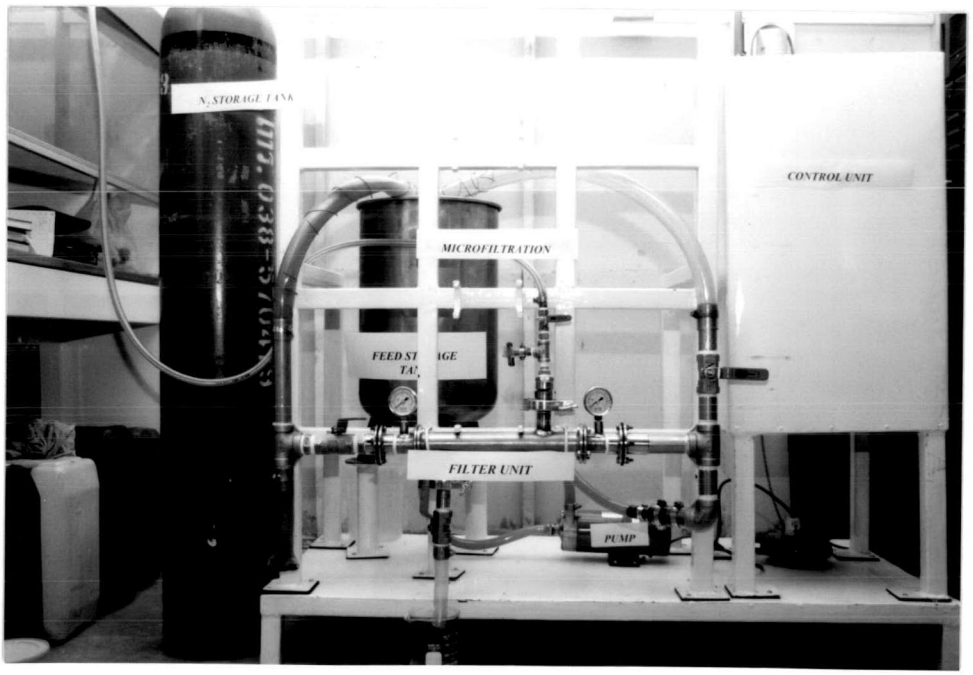
4.2.3.2 แผ่นนับเซลล์ (Haemacytometer)ใช้แผ่นนับเซลล์ของบริษัท Boeco

4.2.3.3 กล้องจุลทรรศน์ใช้เครื่องรุ่น BH-2 ของบริษัท Olympus, Japan

4.2.3.4 ชุดทดสอบการกรอง แสดงดังรูปที่ 4.2 และ 4.5



รูปที่ 4.1 แสดงภาพถ่ายเครื่องรีด (Extruder)



รูปที่ 4.2 แสดงภาพถ่ายชุดทดสอบการกรอง

I20613766

4.3 วิธีการทดลอง

วิธีการดำเนินงานวิจัยแบ่งออกเป็น 3 ส่วนคือ
ส่วนที่ 1 เป็นการเตรียมแท่งกรอง
ส่วนที่ 2 เป็นการทดสอบทางกายภาพของแท่งกรองที่ได้สร้างขึ้น
ส่วนที่ 3 เป็นการทดสอบการกรองโดยใช้แท่งกรองที่สร้างขึ้น

ขั้นตอนการทดลองในแต่ละส่วนมีรายละเอียดดังรูปที่ 4.3 และสามารถอธิบายได้ดังต่อไปนี้

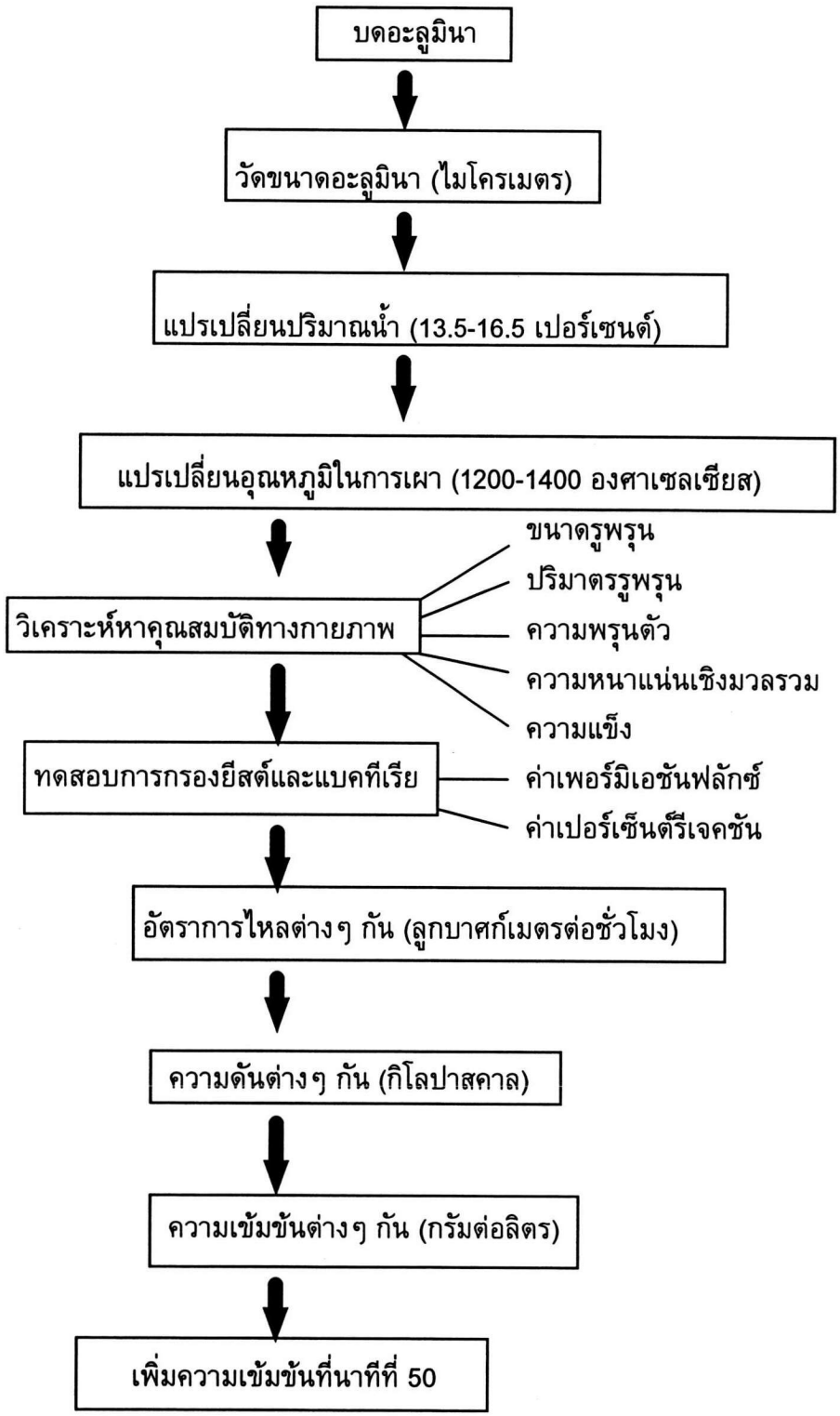
4.3.1 การเตรียมแท่งกรอง

4.3.1.1 การเตรียมขนาดของอะลูมินา

นำอะลูมินาขนาดเล็ก และขนาดใหญ่มาใช้ โดยนำอะลูมินาขนาดเล็กไปบดด้วยเครื่องบดอนุภาค ควรอบอะลูมินาขนาดเล็กที่ อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10-12 ชั่วโมงก่อนเพื่อนำให้ผงอะลูมินาไม่มีความชื้นซึ่งจะทำให้การบดอะลูมินาง่ายขึ้น หลังจากนั้นนำอะลูมินาทั้ง 3 ขนาดไปวิเคราะห์หาขนาดของอนุภาค

4.3.1.2 การทดลองขนาดอนุภาคที่เหมาะสมในการขึ้นรูป

ในหัวข้อนี้จะใช้อะลูมินา 3 ขนาด ที่ได้จากหัวข้อ 4.3.1.1 เพื่อหาขนาดของอนุภาคที่เหมาะสมต่อการขึ้นรูป โดยเริ่มจากการเตรียมส่วนผสมต่างๆ ซึ่ง Zheng และคณะ (24) ได้ทำการศึกษาส่วนผสมต่างๆ แล้วพบว่า ส่วนผสมเหล่านี้ คือ พอลีเอทิลลีนไกคอล 3.5 เปอร์เซ็นต์, เมทิลเซลลูโลส 1 เปอร์เซ็นต์, น้ำ 20 เปอร์เซ็นต์, อะลูมิเนียมคลอไรด์ 0.075 เปอร์เซ็นต์, สเตียริกแอสิด 0.75 เปอร์เซ็นต์ และที่เหลือเป็นอะลูมินาทั้งหมดเหมาะสำหรับการขึ้นรูปโดยการรีดอะลูมินา เนื่องจากจะให้ความแข็งแรงของชิ้นงานดีกว่าส่วนผสมอื่น หลังจากนั้นนำไปอบ เมื่อแห้งแล้วนำมาบด แล้วผสมน้ำ จากนั้นจึงนำไปขึ้นรูปแท่งกรองอะลูมินา



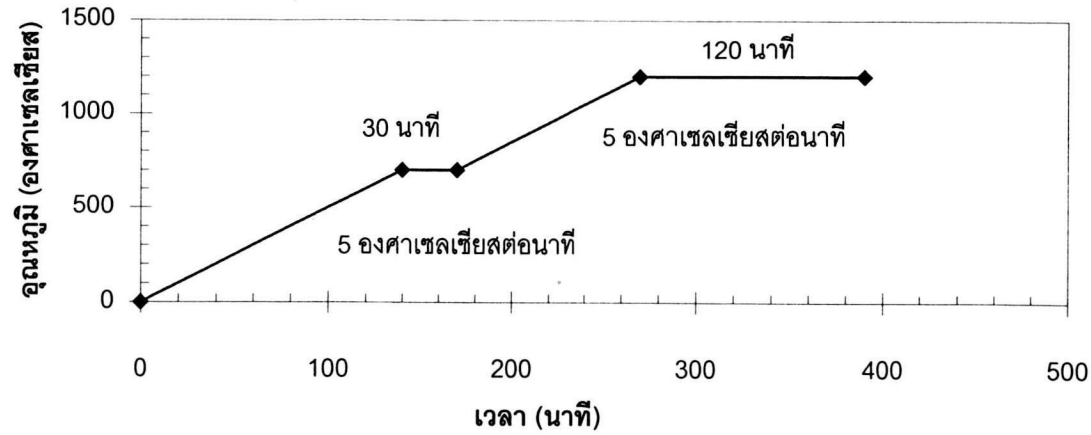
รูปที่ 4.3 แสดงขั้นตอนการดำเนินงาน

4.3.1.3 ทดลองหาปริมาณน้ำที่เหมาะสมในการขึ้นรูปแท่งกรอง

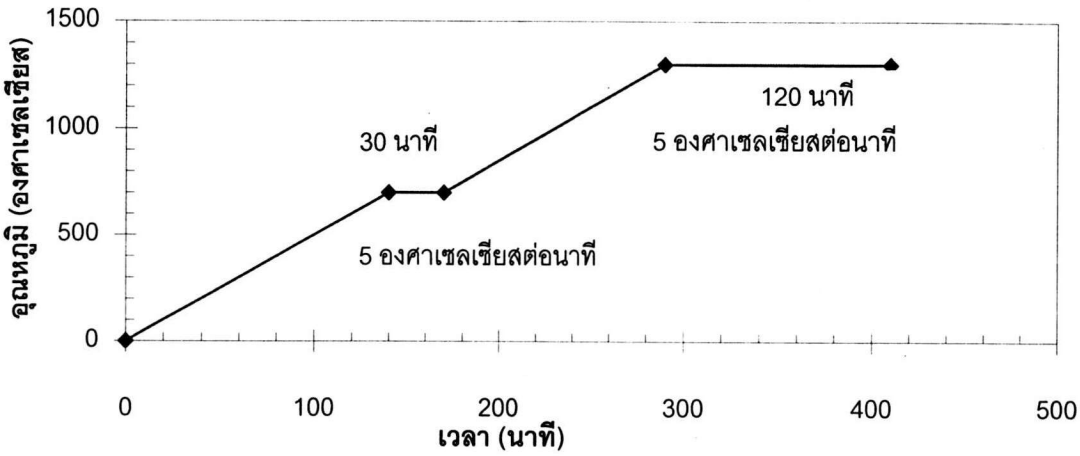
เมื่อได้ขนาดอนุภาคอะลูมินาที่เหมาะสมในการขึ้นรูป จากข้อ 4.3.1.1 แล้ว นำขนาดอะลูมินาที่ได้มาใช้ โดยแปรเปลี่ยนปริมาณน้ำ เพื่อหาความเหมาะสมต่อการขึ้นรูปแท่งกรองอะลูมินา

4.3.1.4 ทดลองหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการขึ้นรูปแท่งกรอง

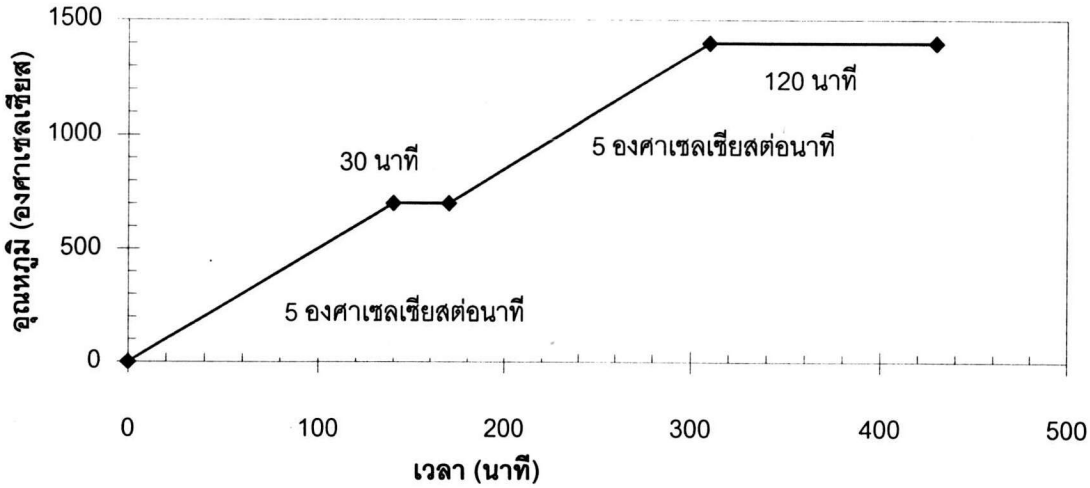
นำแท่งกรองอะลูมินาที่ขึ้นรูปได้มาเผาที่อุณหภูมิต่างๆ คือ 1200, 1300 และ 1400 องศาเซลเซียส โดยทำการเผาตามอุณหภูมิที่แสดงไว้ในรูปที่ 4.4 คือ เริ่มเผาจากอุณหภูมิห้องขึ้นไปด้วยอัตราเร็วของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที เนื่องจากว่าเป็นอัตราที่เหมาะสมในการเผาเพราะ ถ้าเร็วเกินไปจะทำให้สารช่วยการยึดเกาะและสารให้ความเหนียวระเหยหมดช้าเกินไปและอาจทำให้เกิดการแตกหักระหว่างการเผาชิ้นงานได้ หรือถ้าช้าเกินไปจะทำให้สิ้นเปลืองพลังงานโดยเปล่าประโยชน์ หลังจากนั้นก็หยุดที่ 700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที เพื่อทำการไล่เอาสารช่วยการยึดเกาะและสารให้ความเหนียวออกไป จากนั้นก็เผาต่อไปก้วยอัตราเร็วของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาทีจนถึงอุณหภูมิ 1200, 1300 และ 1400 องศาเซลเซียส แล้วหยุดเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตามลำดับ (16)



ก. เผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส



ข. เผาที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส



ค. เผาที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส

รูปที่ 4.4 แสดงภาวะในการเผาแท่งกรองอะลูมินาที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.3.2 การทดสอบทางกายภาพของแท่งกรองที่ได้สร้างขึ้น

4.3.2.1 การทดสอบหาขนาดของรูพรุน โดยนำตัวอย่างแท่งกรองที่ได้มาตัดให้ได้ขนาดประมาณ 3*3 มิลลิเมตร แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดขนาดรูพรุน

4.3.2.2 การทดสอบหาเปอร์เซนต์การกระจายขนาด เหมือนข้อ 4.3.2.1

4.3.2.3 การทดสอบหาความหนาแน่น เหมือนข้อ 4.3.2.1

4.3.2.4 การทดสอบปริมาตรของรูพรุน เหมือนข้อ 4.3.2.1

4.3.2.5 การทดสอบความแข็งโดยนำแท่งกรองอะลูมินามาตัวยา 5 เซนติเมตร 3 ชิ้นแล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดความแข็ง

4.3.2.6 ศึกษาลักษณะรูปร่างของอนุภาคและรูพรุนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เตรียมตัวอย่างโดยนำเอาชิ้นแท่งกรองอะลูมินาวางบนตลับ แล้วนำไปฉาบทอง หลังจากนั้นนำไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

4.3.3 การทดสอบการกรองโดยใช้แท่งกรองที่สร้างขึ้น

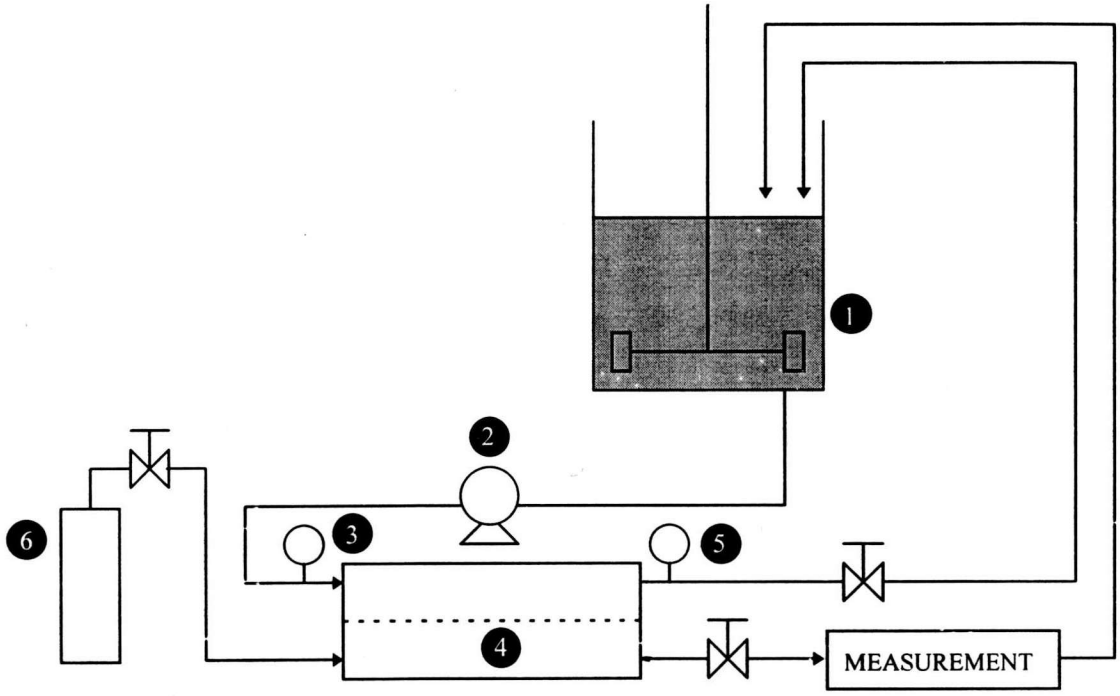
ก่อนทำการกรองทุกครั้งต้องทำการล้างแท่งกรองด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 1.5 เปอร์เซ็นต์ แล้วนำมากรองน้ำกลั่นเพื่อให้ได้ค่าฟลักซ์เท่าเดิมถึงจะนำไปกรองสารและเชื้อจุลินทรีย์ทุกครั้ง (ภาคผนวก ตาราง ก.7-ก.14,คำนวณ ค.1)

จากรูปที่ 4.5 สามารถอธิบายได้คือ ทำการปั๊มสารละลายหรือน้ำหมักจากถังเก็บหมายเลข 1 โดยใช้ปั๊มหมายเลข 2 ผ่านไปยังมาตรวัดความดันขาเข้าหมายเลข 3 แล้วเข้าไปยังโมดูลหมายเลข 4 แล้วสารละลายและน้ำหมักในสายคอนเซนเตรดจะไหลผ่านมาตรวัดขาออกหมายเลข 5 โดยใช้วาล์วเป็นตัวควบคุมแล้วไหลกลับเข้าถังเก็บหมายเลข 1 และจากโมดูลจะมีอีกสายหนึ่งคือสายเพอร์มิเอทที่จะทำการวัดปริมาตรทุกๆ 5 นาทีแล้วไหลกลับเข้าถังเก็บหมายเลข 1 และในถังหมายเลข 6 คือถังไนโตรเจน โดยใช้ไนโตรเจนเป็นตัวขับอนุภาคต่างๆ ที่ติดอยู่ในรูพรุนของแท่งกรองออกมาเพื่อให้แท่งกรองสะอาดขึ้น และสามารถนำมาใช้ต่อไปได้โดยไม่ต้องถอดแท่งกรองออกจากโมดูล

4.3.3.1 การกรองพอลีไวนิลอัลกอฮอล์

นำสารละลายพอลีไวนิลอัลกอฮอล์ (ขนาดน้ำหนักโมเลกุล 70000-100000) ความเข้มข้น 20 มิลลิกรัมต่อลิตร มากรองผ่านเยื่อแผ่นเซรามิกส์ นำสารละลายที่

กรองได้มาวิเคราะห์หาปริมาณพอลีไวนิลอัลกอฮอล์ โดยนำสารละลายที่กรองได้มา 20 มิลลิลิตร ทำให้เจือจางเป็น 25 มิลลิลิตรแล้วเติมสารละลาย 4 เปอร์เซ็นต์ของกรดบอริคลงไป 15 มิลลิลิตร และ 3 มิลลิลิตรของสารละลายไอโอดีน (สารละลายไอโอดีนมีวิธีเตรียมดังนี้ ชั่งไอโอดีน 1.27 กรัม และ โปแตสเซียมไอโอได 25 กรัม ใส่ลงในน้ำปริมาณ 1 ลิตร) และทำให้เจือจางเป็น 50 มิลลิลิตร แล้วเก็บไว้ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส และนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงโดยใช้เครื่องสเปคโทรนิค 20 ดี (Spectronic 20D) ที่ความยาวคลื่น 690 นาโนเมตร แล้วนำไปเปรียบเทียบกับ กราฟมาตราฐาน (ภาคผนวก รูป ข.1) เพื่อหาค่าความเข้มข้นของ พอลีไวนิลอัลกอฮอล์ในสารละลายที่กรองได้



1.ถังเก็บ
2.ปั๊มกระแสเวียนกลับ
3.มาตรวัดความดันขาเข้า
4.ไมโครฟิลเตรชันโมดูล
5.มาตรวัดความดันขาออก
6.ถังก๊าซไนโตรเจน

รูปที่ 4.5 แสดงแผนภาพชุดทดสอบการกรอง

4.3.3.2 การศึกษาการกรองเชื้อจุลินทรีย์

วัตถุประสงค์ในการศึกษานี้ เพื่อหาเชื้อที่เหมาะสมที่แท่งกรองที่สร้างขึ้นสามารถกรองได้ โดยใช้เชื้อ Bacillus subtitis TISTR25 (ขนาด 1-2 ไมโครเมตร)

และยีสต์ (ขนาด 5 ไมโครเมตร) มากรองเพื่อหาค่า เปอร์เซ็นต์รีเจคชัน และค่าเพอร์มิเอชัน ฟลักซ์ เปรียบเทียบกัน

นำเชื้อที่เหมาะสมมากรองโดยกำหนดความเข้มข้นของเชื้อไว้ที่ค่าหนึ่งแล้ว ทำการเปลี่ยนตัวแปรคือ ความเร็วในตัวกรอง ความดัน โดยให้ความเข้มข้นขาป้อนเท่ากัน โดยใช้ตัวกรองที่ขึ้นรูปได้ดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงตัวแปรที่ศึกษาในการกรอง

ความเร็วของสารละลายในแท่งกรอง (เมตรต่อวินาที)	ความดันสายป้อน (กิโลปาสคาล)
1.80	1.7, 6.9, 13.8
1.86	1.7, 6.9, 13.8
1.92	1.7, 6.9, 13.8

(หมายเหตุ 1.7 หมายถึงความดันขาเข้าที่เพิ่มขึ้นมากกว่าที่เกจจะวัดได้ มีค่าประมาณผลต่างของความดันขาเข้าและขาออกจากแท่งกรอง (ภาคผนวก คำนวณ ค.2))

หาตัวแปรที่เหมาะสมกับแท่งกรองแต่ละตัวได้แล้ว นำตัวแปรที่เหมาะสมนี้มาใช้เพื่อศึกษาการกรองที่ความเข้มข้นต่างๆ ของเชื้อในสายป้อน หลังจากนั้นเปรียบเทียบปริมาณเพอร์มิเอชันฟลักซ์กับค่าเปอร์เซ็นต์รีเจคชัน โดยสังเกตว่าที่ความเข้มข้นใดให้ปริมาณเพอร์มิเอชันฟลักซ์และเปอร์เซ็นต์รีเจคชันสูงที่สุดเลือกจุดนั้นไปทำการทดลองแบบแบตชนิดมีการไหลเวียนเซลล์กลับ โดยหาค่าความเข้มข้นของจุดสุดท้ายว่าเป็นเท่าไร และความเข้มข้นสูงขึ้นจากจุดเริ่มต้นกี่เปอร์เซ็นต์