

บทที่ 4

ผล

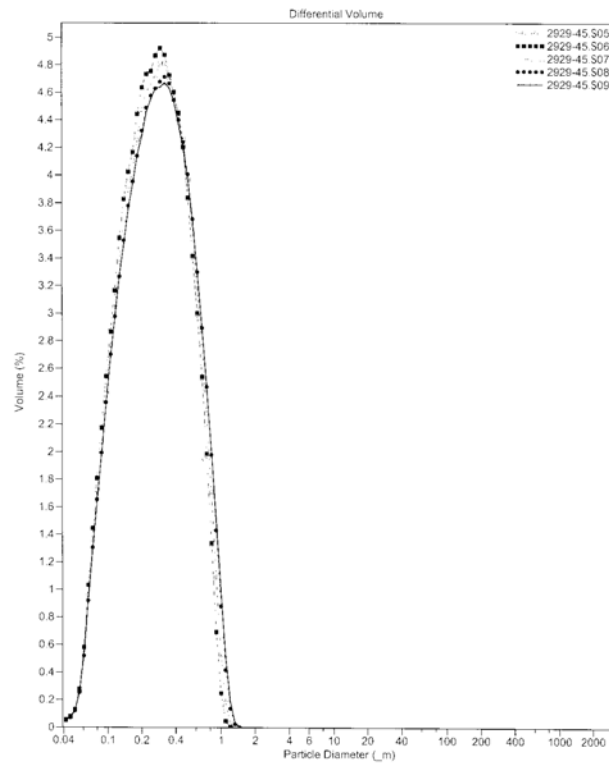
ในบทนี้จะกล่าวถึงผลเยื่อเซรามิก สมบัติของเยื่อบางไคโตแซนที่จะนำไปเคลือบเยื่อเซรามิก และการเตรียมเยื่อคอมโพสิต พร้อมวิธีการทดสอบเยื่อซึ่งแบ่งออกเป็น การทดสอบทางกายภาพและการทดสอบการกรอง

4.1 เยื่อเซรามิก

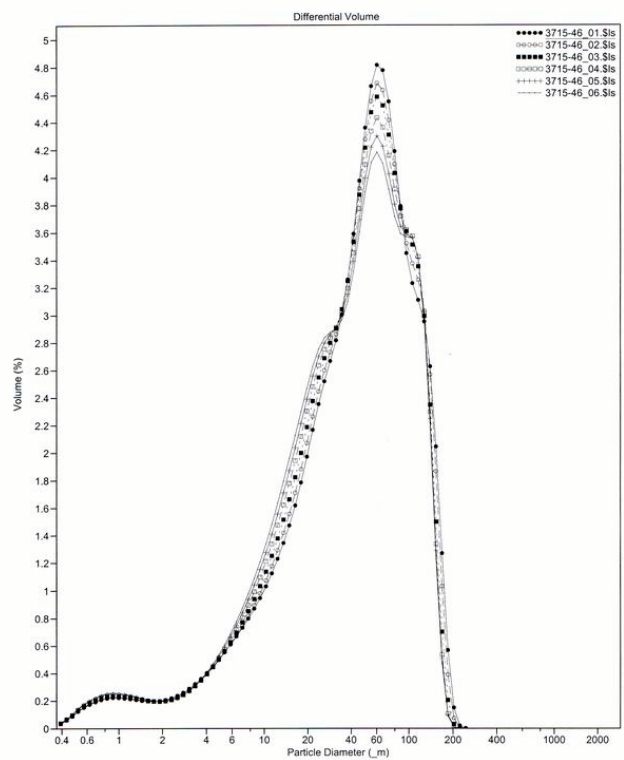
4.1.1 ขนาดอนุภาคของผงไทเทเนียมไดออกไซด์

ก่อนที่จะนำผงไทเทเนียมไดออกไซด์ไปทำเยื่อเซรามิก ได้ศึกษาขนาดอนุภาคของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (TiO_2) และผลิตเอง ($\text{TiO}_2\text{-syn}$) ดังรูปที่ 4.2 (ก) และ (ข) แสดงการกระจายของอนุภาคซึ่งสัมพันธ์กับปริมาตรรวมของอนุภาค พบว่า TiO_2 ขนาดอนุภาคกระจายระหว่าง 0.04-1.38 μm . โดยมีขนาดเฉลี่ยเท่ากับ 0.32 μm . ขณะที่ขนาดอนุภาคของ $\text{TiO}_2\text{-syn}$ อยู่ระหว่าง 0.35-234.00 μm . โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 53.6 μm . จะเห็นได้ว่าขนาดของ $\text{TiO}_2\text{-syn}$ ใหญ่กว่ามากและการกระจายของขนาดอนุภาคค่อนข้างกว้างกว่าผงทางการค้าทั้งนี้เนื่องจากผงมีโครงสร้างอสัณฐาน (amorphous) ขณะที่ TiO_2 ทางการค้ามีโครงสร้างผลึก และเมื่อทำการอัดขึ้นรูปแล้ว ผง TiO_2 ให้เยื่อเซรามิกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4.7 เซนติเมตร หนา 3 มิลลิเมตร ส่วน ผง $\text{TiO}_2\text{-syn}$ ให้เยื่อเซรามิกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4.0 เซนติเมตร หนา 3 มิลลิเมตร

(a)



(b)



รูปที่ 4.1 แสดงการแจกแจงขนาดของผง TiO_2 (a) ผงทางการค้า (b) TiO_2 - syn

การทดสอบสมบัติทางกายภาพและการกรองของเยื่อเซรามิก

4.1.2.1 ความพรุน (Porosity) และความหนาแน่นของเยื่อเซรามิก

(ก) วิธี ASTM C-373

ตารางที่ 4.1 แสดงความพรุนและความหนาแน่นของเยื่อเซรามิกจะเห็นว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาสูงขึ้นความพรุนของเยื่อเซรามิกลดลง และการลดลงของความพรุนมี 2 ระดับ คือในช่วงอุณหภูมิ 1200 ° C – 1280 ° C สำหรับเยื่อเซรามิกที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 เซนติเมตร หนา 1.5 มิลลิเมตรกับ 1300 ° C – 1400 ° C สำหรับเยื่อเซรามิกที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4.7 เซนติเมตร หนา 3 มิลลิเมตร ในขณะเดียวกันความหนาแน่นค่อย ๆ เพิ่มขึ้นซึ่งเป็นผลจากการที่อนุภาคหลอมรวมตัวกันมากขึ้นที่อุณหภูมิสูงขึ้น ส่งผลให้เยื่อเซรามิกมีความพรุนลดลง

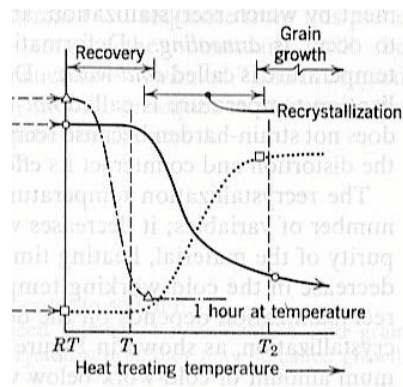
ตารางที่ 4.1 แสดงความพรุนของเยื่อเซรามิกทดสอบด้วยวิธี ASTM C-373

อุณหภูมิ (° C)	ความพรุน (%)	ความหนาแน่น (%)
1200	31.00±3.42	3.12±0.04
1250	29.00±0.26	3.13±0.07
1280	27.00±1.05	3.18±0.02
1300	31.59±8.43	3.29±0.18
1350	25.60±1.67	3.29±0.18
1400	20.07±0.21	3.55±0.19

(ข) วิธี Mercury Pore Seizer

ตารางที่ 4.2 แสดงขนาดรู ความพรุน ความหนาแน่น ของเยื่อเซรามิก TiO₂ และ TiO₂ – syn สำหรับเยื่อเซรามิก TiO₂ พบว่าการเพิ่มอุณหภูมิการเผาสูงขึ้นจะพบขนาดของรูพรุนเล็กลง ขณะที่ความหนาแน่นมีค่าค่อนข้างคงที่ ส่วนเยื่อเซรามิกชนิด TiO₂-syn ซึ่งเผาที่อุณหภูมิ 1300 ° C ค่าเดียว (เนื่องจากมีข้อจำกัดของการผลิตให้ห้องปฏิบัติการ) พบว่ามีค่าความพรุนสูงกว่า TiO₂ ซึ่งเป็นผงทางการค้าที่อุณหภูมิเดียวกัน ขณะที่เผาที่มีรูเล็กลงแสดงว่า TiO₂-syn ซึ่งมีรูปร่างแบบอสัณฐานถูกหลอมได้ง่ายที่อุณหภูมิเดียวกัน ทำให้มีการยุบตัวของเยื่อเซรามิกทำให้ความหนาแน่นสูงขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับ TiO₂ ซึ่งเป็นผงทางการค้า ซึ่งข้อสันนิษฐานสอดคล้องกับผล

ของความหนาแน่นในตารางดังกล่าว และเมื่อเปรียบเทียบผง TiO_2 และผง $\text{TiO}_2\text{-syn}$ พบว่าขนาดรูพรุนใกล้เคียงกันตรงที่ผง TiO_2 จะต้องใช้อุณหภูมิการเผาที่ $1400\text{ }^\circ\text{C}$ ส่วนผง $\text{TiO}_2\text{-syn}$ ใช้อุณหภูมิต่ำกว่าคือ $1300\text{ }^\circ\text{C}$ เนื่องจากว่าผง TiO_2 จะต้องใช้พลังงานค่าหนึ่งเพื่อทำให้เกิดการ Recrystallization ดังรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 แสดงการเจริญเติบโตของเกรนเมื่อทำการเผาอบผง (William, 1979)

ตารางที่ 4.2 แสดงความพรุนของเยื่อเซรามิกทดสอบด้วยวิธี Mercury Pore Seizer

ชนิด/อุณหภูมิ ($^\circ\text{C}$)	ความพรุน (%)	ขนาดรูพรุน ($\mu\text{m.}$)	ความหนาแน่น (g/mL)
TiO_2 / 1300	23.33	2.59	3.25
TiO_2 / 1350	22.10	2.19	3.24
TiO_2 / 1400	23.09	1.90	3.18
$\text{TiO}_2(\text{syn})$ / 1300	30.02	1.87	3.35

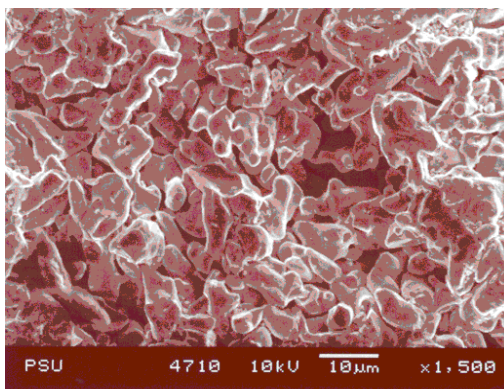
จากตารางที่ 4.1 และ 4.2 พบว่าเยื่อเซรามิกที่เตรียมได้มีรูพรุนระดับไมโครฟิลเตรชั่น

4.1.2.2 ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของเยื่อเซรามิกด้วยภาพถ่ายจากกล้อง

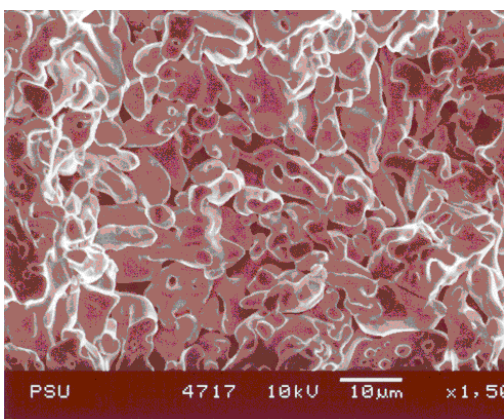
จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่งกราด (SEM)

จากภาพถ่าย SEM ของเยื่อเซรามิกซึ่งเผาอบผนังที่อุณหภูมิเดียวกัน 3 ระดับ รูปที่ 4.1 a b และ c ซึ่งผลการทดลองเกี่ยวกับขนาดรูที่เล็กลงเนื่องจากการเพิ่มของอุณหภูมิอบผนัง แสดงการหลวมรวมกันของอนุภาคหลังการเผาแบบอบผนัง จะเห็นว่าการเพิ่มอุณหภูมิของการเผาอบผนังให้สูงขึ้นอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์หลอมรวมตัวกันมากขึ้นทำให้ขนาดรูของเยื่อเซรามิกเล็กลงดังผลในตารางที่ 4.3 น่าจะเกิดจากการหลอมรวมแน่นขึ้นเมื่อให้อุณหภูมิสูงขึ้น และการอัดแน่นขึ้นส่งผลให้ อนุภาคจะหลอมตัวมากขึ้นส่งผลให้ขนาดรูพรุนของเยื่อเซรามิกลดลง

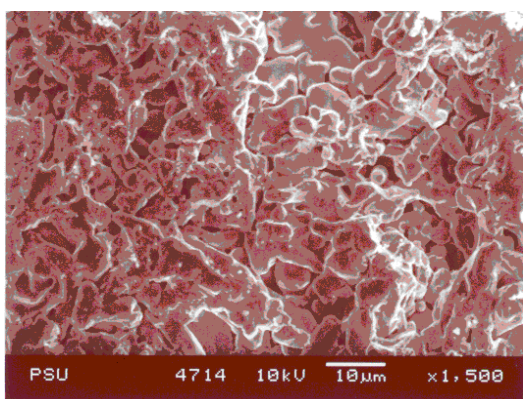
จากรูปที่ 4.4 a b และ c แสดงภาพตัดขวางของเยื่อเซรามิกที่อุณหภูมิอบผนัง 3 ระดับอุณหภูมิ เพื่อศึกษาการหลอมรวมตัวกันของอนุภาคที่อยู่ในระดับเล็กลงจากผิวพบว่า อนุภาคหลอมรวมตัวกันแน่นขึ้นทำนองเดียวกับอนุภาคที่ผิวแสดงว่าการเผานาน 1 ชั่วโมง เพียงพอที่จะทำให้อนุภาคอัดแน่นขึ้นส่งผลให้ขนาดรูระหว่างอนุภาคที่หลอมรวมกันแล้วเล็กลงด้วยและจะเห็นได้ฟองอากาศเกิดขึ้นอาจจะเกิดจากการที่อนุภาคผงติดกันไม่สนิทหรืออาจจะเป็นที่อยู่ของสารอินทรีย์มาก่อน แต่ระเหยไปหมดในช่วง 400-500°C และการระเหิดจากเนื้อในขึ้นมาผิวบนเนื่องจากสารผิวบนและผิวล่างได้รับความร้อนไม่เท่ากัน จึงทิ้งฟองอากาศเอาไว้ (2.4.2 การเผาอบผนัง)



a 1200°C

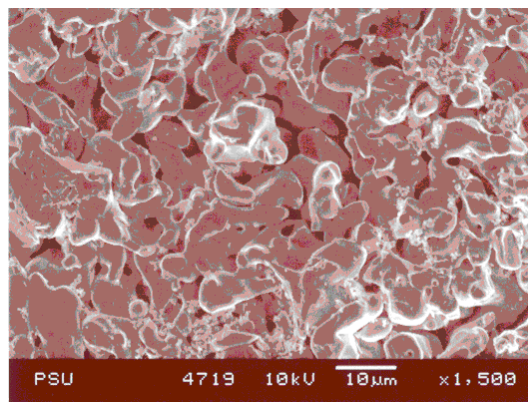


b 1250°C

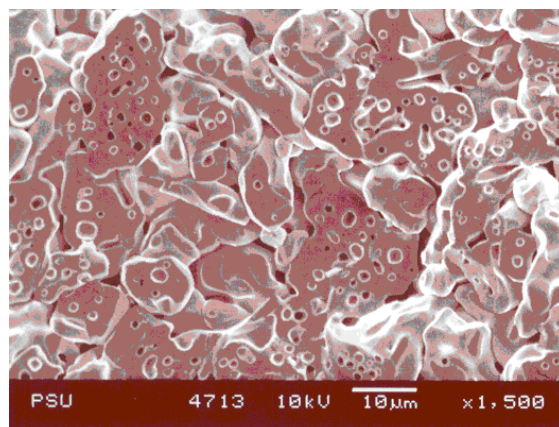


c 1280°C

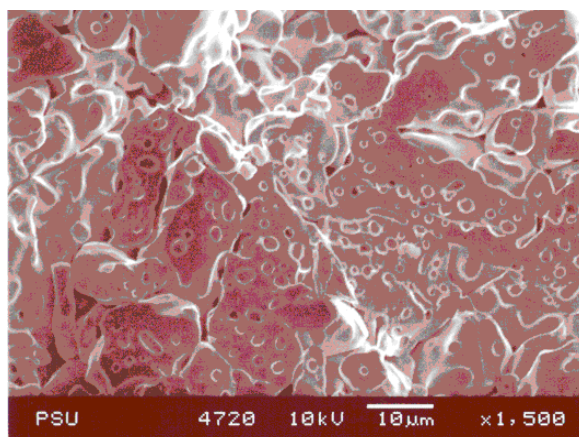
รูปที่ 4.3 แสดงโครงสร้างผิวหน้าทางจุลภาคของเชื้อเซรามิก



a 1200 °C



b 1250 °C

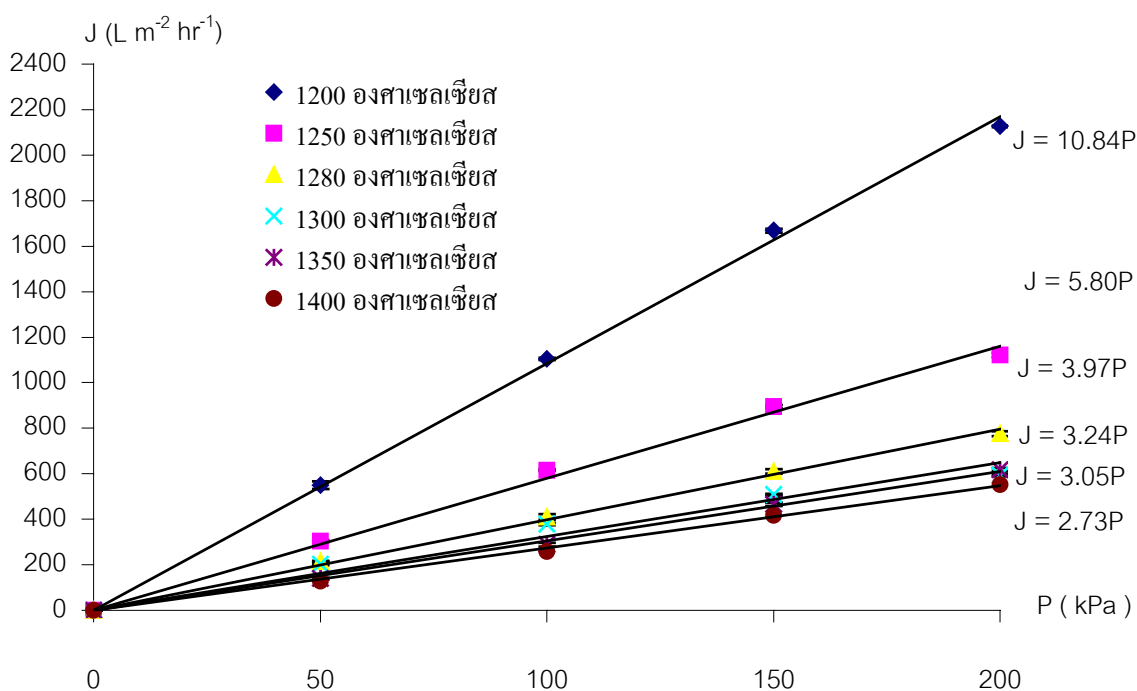


c 1280 °C

รูปที่ 4.4 แสดง โครงสร้างตัดขวางทางจุลภาคของเชื้อเซรามิก

4.1.2.3 เอมิเอทฟลักซ์ของเยื่อเซรามิก

รูป 4.5 เมื่อนำเยื่อเซรามิกไปหาเอมิเอทฟลักซ์ด้วยวิธีในข้อ 3.3.4.2 ก เปรียบเทียบระหว่างเอมิเอทฟลักซ์และความดันของเยื่อเซรามิกที่อุณหภูมิการเผาอบผนังทุกค่า จะเห็นว่า การเพิ่มความดันทำให้เอมิเอทฟลักซ์เพิ่มขึ้นแบบเชิงเส้นและเยื่อเซรามิกที่เตรียม ณ อุณหภูมิการเผาอบผนังสูงกว่าจะมีเอมิเอทฟลักซ์น้อยกว่าเมื่อเยื่อเซรามิกเผาที่อุณหภูมิต่ำ ซึ่งผลการทดลองสอดคล้องกับผลการทดลองการวัดรูพรุนและความพรุนของเยื่อเซรามิก ดังตารางที่ 4.1 ดังนั้นจึงเลือกเยื่อเซรามิกที่เผาที่อุณหภูมิ 1300 ° C เป็นเยื่อฐานเพื่อเคลือบสารละลายไคโตแซน เพื่อเตรียมเยื่อคอมโพสิต เนื่องจากที่อุณหภูมินี้ประหยัดพลังงานในการผลิต



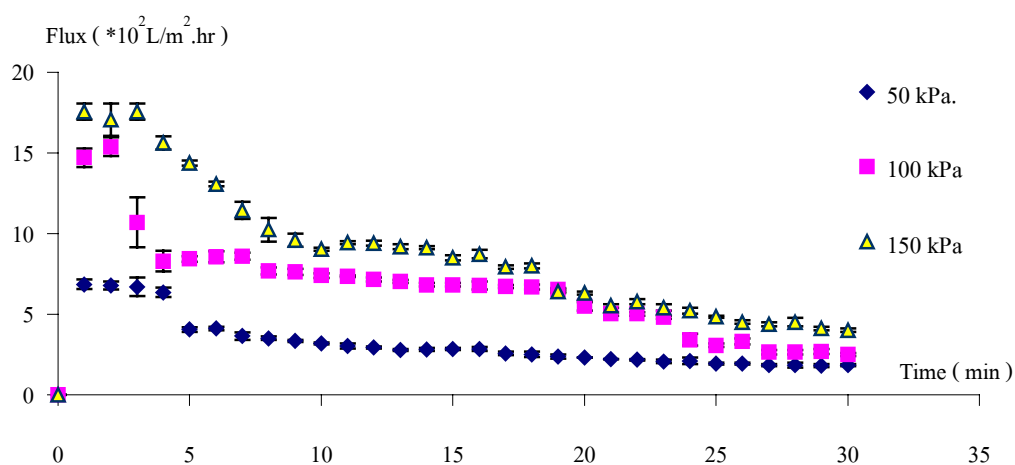
รูปที่ 4.5 แสดงเอมิเอทฟลักซ์ของเยื่อเซรามิกเผาที่อุณหภูมิต่างกัน

ตารางที่ 4.3 แสดงค่าสภาพการยอมให้ผ่านของน้ำ (L_p) ของเยื่อเซรามิก

Sintering Temperature ($^{\circ}\text{C}$)	L_p ($\times 10^{-10} \text{ m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$)
1200 $^{\circ}\text{C}$	29.26
1250 $^{\circ}\text{C}$	15.66
1280 $^{\circ}\text{C}$	10.71
1300 $^{\circ}\text{C}$	8.74
1350 $^{\circ}\text{C}$	8.23
1400 $^{\circ}\text{C}$	7.37

4.1.2.4 การทดสอบกรองไวน์ข้าวเหนียวดำ

จากข้อมูลในหัวข้อ 4.1.2.1 ขนาดรูของเยื่อเซรามิกอยู่ในระดับไมโครฟิลเตรชั่น จึงนำเยื่อเซรามิกเตรียมที่อุณหภูมิ 1300 $^{\circ}\text{C}$ มีขนาดรูพรุน 2.59 μm . ความพรุน 22.33 % รูป 4.5 แสดงการกรองไวน์ข้าวเหนียวดำ จะเห็นได้ว่าเมื่อเวลาผ่านไปฟลักซ์จะค่อย ๆ ลดลงเรื่อย ๆ แสดงว่ามีสารแขวนลอยในไวน์อุดตันในรูของเยื่อเซรามิก และเมื่อพิจารณา 5 นาทีแรกพบว่า ความดันที่ 150 kPa. จะมีฟลักซ์มากกว่าที่ความดัน 100 และ 150 kPa. และอัตราการลดลงของฟลักซ์เร็วกว่าถ้าหากใช้ความดันสูงกว่า การลดลงของเพอมีเอทฟลักซ์แสดงถึงการอุดตัน



รูปที่ 4.6 เพอมีเอทฟลักซ์ของไวน์ข้าวเหนียวดำผ่านเยื่อเซรามิกที่ความดัน 3 ระดับ

เพื่อศึกษาผลของความดันต่อความขุ่นของเพอมีเอท จึงนำเพอมีเอทที่ได้จากความดัน 3 ระดับ ดังกล่าวไปหาค่าความหนาแน่นของแสง (Optical Density ,O.D) (Toshiba,Japan) เพื่อบอกความเข้มข้นไวน์ข้าวเหนียวดำ ผล O.D ของไวน์ข้าวเหนียวดำก่อนและหลังกรองด้วยเยื่อเซรามิกส ได้แสดงในตารางที่ 4.3 จะเห็นว่าพบว่า O.D. ของเพอมีเอทฟลักซ์ค่อย ๆ เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความดัน จาก 50 kPa. ถึง 150 kPa. การที่เพอมีเอทที่ความหนาแน่นของแสงเพิ่มขึ้น แสดงว่าความดันสูงขึ้น ทำให้สารแขวนลอยถูกดันออกมามาก ขณะที่ใช้ความดันต่ำ (50 kPa.) เพอมีเอทมีค่า O.D ต่ำแสดงว่าโอกาสที่สารแขวนลอยจะผ่านเยื่อเซรามิกได้น้อยลงดังนั้นหากต้องการใช้ เยื่อเซรามิกชนิดนี้ กรองไวน์ข้าวเหนียวดำไม่ควรใช้ความดันสูง

ตารางที่ 4.4 แสดงค่า O.D ก่อนและหลังการกรองไวน์ของเยื่อเซรามิก

ΔP (kPa.)	Optical Density (O.D)	
	ก่อนกรอง	หลังกรอง
50	4.49	0.039
100	4.49	0.041
150	4.49	0.045

จะเห็นว่ารูพรุนของเยื่อเซรามิกมีขนาดใหญ่มาก หากต้องการให้มีรูพรุนเล็กลงจะต้องเคลือบด้วยไคโตแซน ในหัวข้อต่อไป จึงต้องศึกษาสมบัติของไคโตแซนที่เตรียมขึ้นก่อนทำการเคลือบเยื่อเซรามิกเพื่อทำเป็นเยื่อคอมโพสิตต่อไป

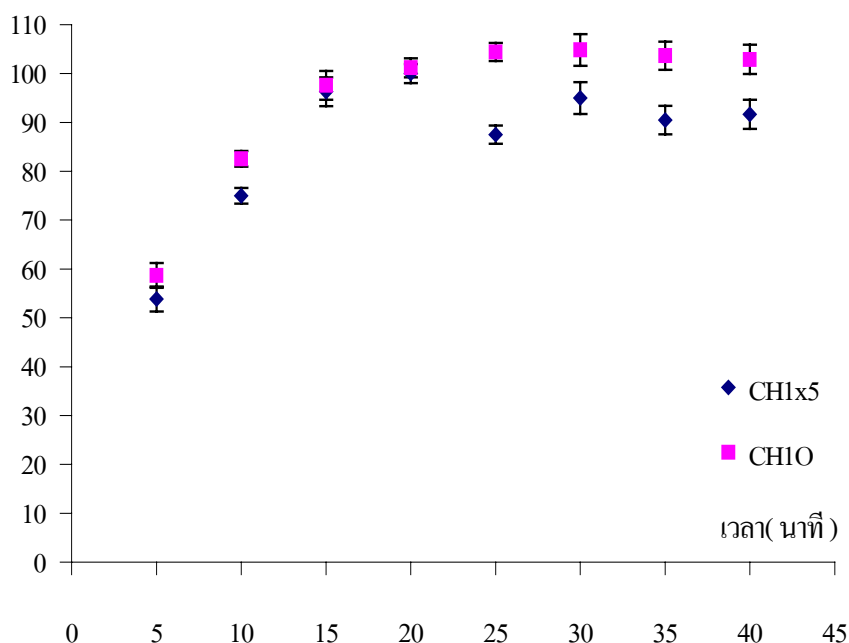
4.2 เยื่อบางไคโตแซน

จากการเตรียมเยื่อบางไคโตแซนด้วยวิธีอบแห้งในหัวข้อ 3.3.2 จะได้ไคโตแซน 2 ชนิดคือไคโตแซนที่มีการเชื่อมขวางด้วยกลูตาราลดีไฮด์ 5 % (CH1X5) และไคโตแซนที่ไม่มีการเชื่อมขวาง (CH1O) ผลการทดสอบเยื่อบางไคโตแซน มีดังนี้

4.2.1 การบวมน้ำของเยื่อบางไคโตแซน

เนื่องจากการทำเยื่อคอมโพสิตโดยใช้ไคโตแซนเคลือบผิว จึงต้องการทราบว่าระหว่างไคโตแซนที่มีและไม่มีการเชื่อมขวางด้วยกลูตาราลดีไฮด์มีการบวมน้ำแตกต่างกันอย่างไร ผลการบวมน้ำแสดงในรูป 4.6 จะเห็นว่าไคโตแซนชนิด CH1X5 มีเปอร์เซ็นต์การบวมน้ำน้อยกว่าเยื่อบางไคโตแซนชนิด CH1O ไม่มีการเชื่อมขวางเล็กน้อย เป็นที่น่าสังเกตว่าเยื่อบางทั้ง 2 ชนิด มีการบวมน้ำเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว ในช่วง 10 นาทีแรก และค่อย ๆ เพิ่มจนกระทั่งบวมน้ำเต็มที่ 20 นาที ผลการทดลองนี้ทำให้ทราบว่าต้องแช่เยื่อบางไคโตแซนอย่างน้อย 20 นาทีก่อนนำเยื่อบางไคโตแซนไปใช้งาน และหากนำไปเคลือบบนเยื่อเซรามิก จะต้องแช่ในสารป้อน 20 นาทีก่อนทำการกรองสารต่าง ๆ

เปอร์เซ็นต์การบวมน้ำ (%)



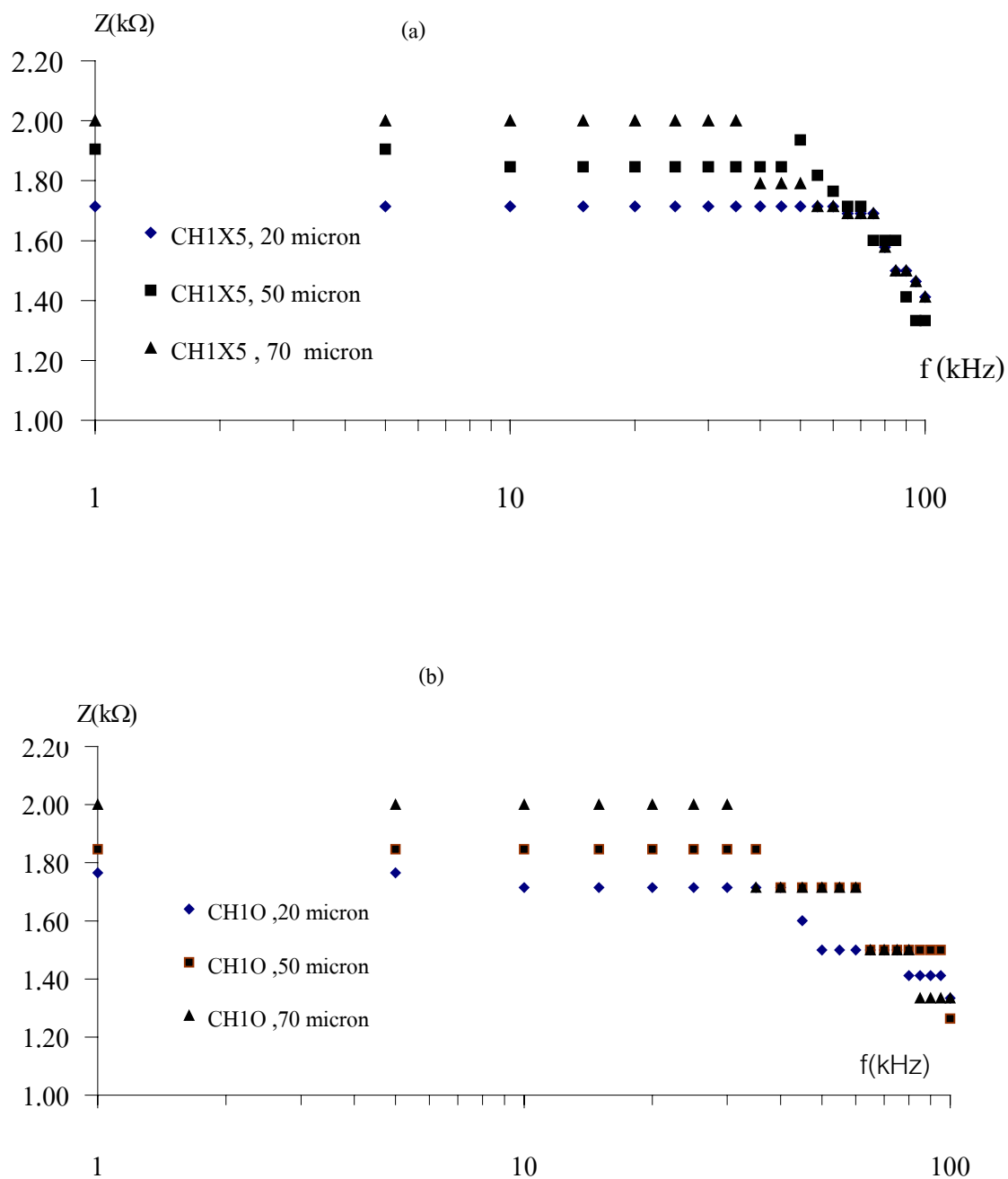
รูปที่ 4.7 แสดงเปอร์เซ็นต์การบวมน้ำของเยื่อบางไคโตแซน

4.3.2 อิมพีแดนซ์สเปกโตรสโกปีของเยื่อบางไคโตแซน

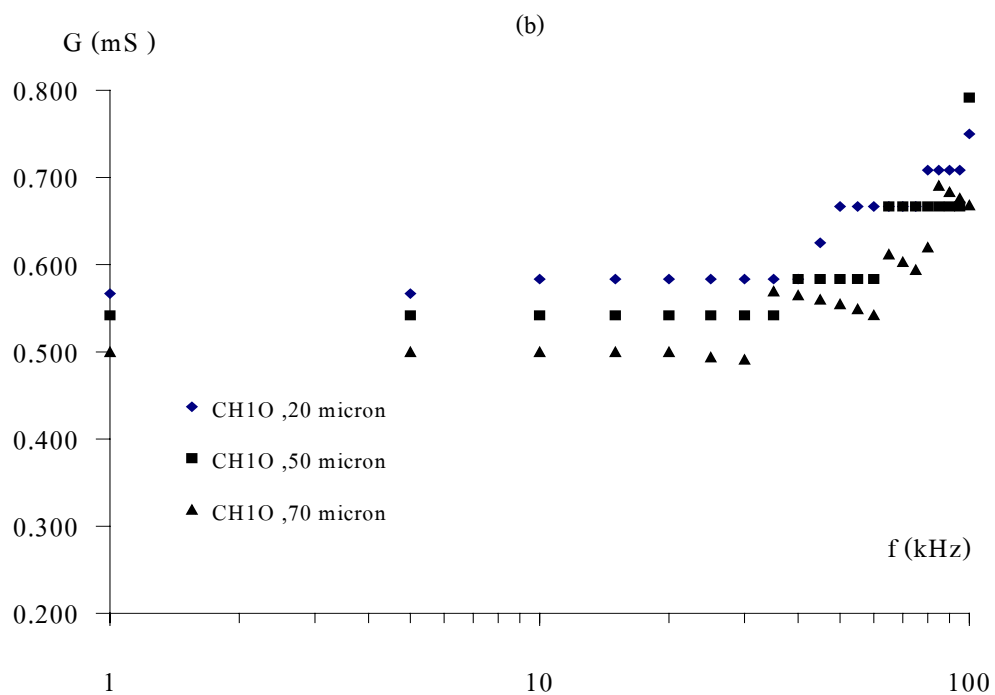
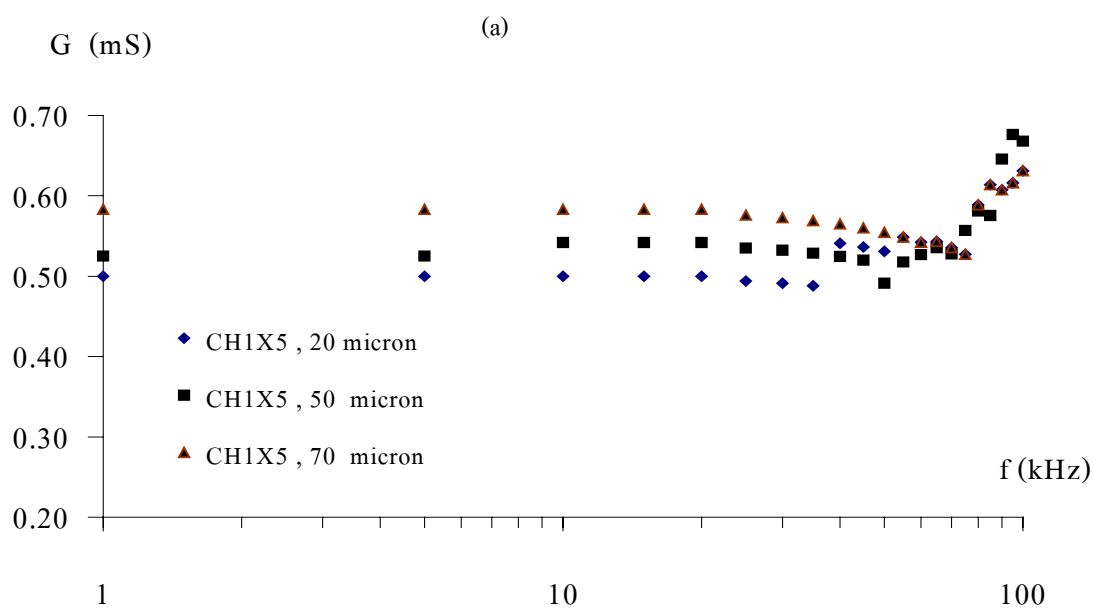
เนื่องจากห้องวิจัยพบว่าการเตรียมไคโตแซนโดยวิธีอบแห้งจะได้เยื่อบางแบบแน่น (Dense membrane) ซึ่งน้ำไม่สามารถผ่านได้ภายใต้ความดัน 900 kPa. การทดลองนี้เพื่อศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของเยื่อบางไคโตแซนที่เตรียมได้ 2 ชนิดคือ ชนิดที่มีการเชื่อมขวาง (CH1X5) และชนิดที่ไม่มีการเชื่อมขวาง (CH1O) ที่ความหนาแตกต่างกัน ดังรูปที่ 4.7 ค่าอิมพีแดนซ์ (Z) และสภาพนำไฟฟ้า (G) ในช่วงความถี่ 1-100 kHz ของเยื่อบางไคโตแซนทั้ง 2 ชนิดจะเห็นว่า เมื่อความถี่มากกว่า 40 kHz ค่า Z มีแนวโน้มลดลงเมื่อพิจารณาที่ความถี่เดียวกันพบว่าเยื่อบางที่มีความหนามากจะมีค่า Z มากกว่าเยื่อบางที่มีความหนาน้อย ค่า Z จะขึ้นกับความหนากว่าคือ หากเยื่อบางมีความหนามากขึ้น ค่า Z จะสูงขึ้นตาม อย่างไรก็ตาม การเชื่อมขวางไม่ทำให้ค่า Z เปลี่ยนแปลงดังรูป 4.8 b

สำหรับค่าสภาพนำไฟฟ้า (G) ในรูปที่ 4.9 จะเห็นว่าผลตรงกันข้ามกับค่า Z กล่าวคือเยื่อบางที่บางกว่าจะมีค่า G สูงกว่า แสดงว่าเยื่อบางที่บางจะช่วยให้ประจุผ่านไปเร็วกว่าและค่า G ของเยื่อบาง ทั้ง 2 ชนิดมีค่าใกล้เคียงกัน

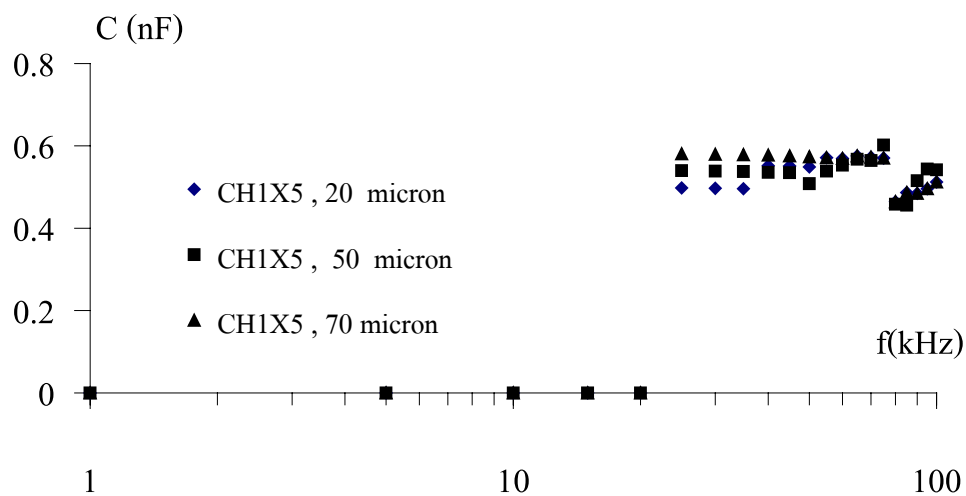
ส่วนความจุไฟฟ้า (C) ของเยื่อบางชนิด CH1O มีค่าต่ำมากไม่สามารถวัดได้ที่ความถี่ระหว่าง 1-100 kHz ดังนั้นรูปที่ 4.10 แสดงเฉพาะค่าความจุทางไฟฟ้าของเยื่อบางชนิด CH1X5 เท่านั้น จะเห็นว่าค่า C ขึ้นกับความหนา กล่าวคือเยื่อบางที่หนามากกว่ามีค่า C สูงกว่าทั้งนี้อาจเป็นเพราะว่าจะมีประจุตรึงในเนื้อเยื่อบางมากกว่าจึงทำให้สามารถดึงดูดประจุต่างชนิดในสารละลายด้วยแรงไฟฟ้าสถิตได้เพิ่มขึ้น และการออกของประจุต่างชนิดที่ผิวเยื่อบางได้มากกว่านี้ทำให้ค่า C เพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.8 แสดงอิมพีแดนซ์ (Z) ของเยื่อบางไคโตแซนที่มีการเชื่อมขวาง CH1X5 (a) และไม่มีกรเชื่อมขวาง CH1O (b) ที่ความหนาต่างกัน 3 ระดับ



รูปที่ 4.9 แสดงสภาพความนำไฟฟ้า (G) เชื่อมบางไลโดแซนที่มีการเชื่อมขวาง CH1X5 (a) และไม่มี การเชื่อมขวาง CH1O (b) ที่ความหนาต่างกัน 3 ระดับ



รูปที่ 4.10 แสดงความจุทางไฟฟ้า (C) ของเยื่อบางไคโตแซนที่มีการเชื่อมขวาง CH1X5 ที่ความหนาต่างกัน 3 ระดับ

4.3.3 การวัดความต้านทานแรงดึง

จากตารางที่ 4.5 ทำให้เราสามารถบ่งบอกได้ว่าเยื่อบางไคโตแซนที่มีการเชื่อมขวางสามารถทนต่อแรงดึงคือพิจารณาจากค่าความเค้น (Stress @ break หรือ Tensile Strength) ซึ่งมีมากกว่าเยื่อบางไคโตแซนที่ไม่มีการเชื่อมขวาง ข้อมูลนี้สามารถบ่งชี้ได้ว่าไคโตแซนที่มีการเชื่อมขวางต้านทานแรงดึงหรือแข็งแรงกว่าไคโตแซนที่ไม่มีการเชื่อมขวาง

ตารางที่ 4.5 แสดงค่าความทนต่อแรงดึงของเยื่อบางไคโตแซน 2 ชนิดที่ความหนาแตกต่างกัน

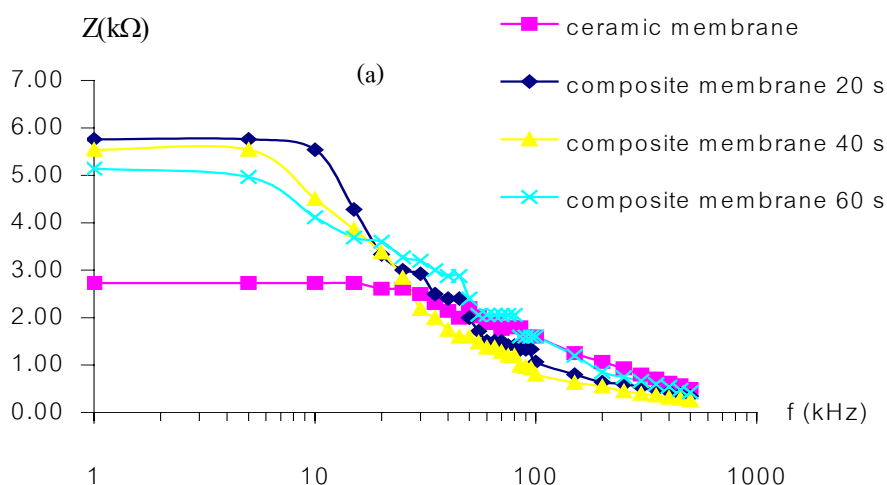
Type of membrane	ความหนา ($\mu\text{m.}$)	Stress @ break (Nmm^{-2})	Strain @ break (%)
CH1X5	10.00 ± 2.50	79.94 ± 3.25	8.03 ± 5.24
	25.25 ± 5.50	85.54 ± 8.56	10.39 ± 5.24
	50.00 ± 8.50	90.89 ± 9.67	12.56 ± 5.58
CH1O	10.00 ± 2.50	66.14 ± 4.28	4.28 ± 5.58
	25.25 ± 5.50	68.14 ± 4.28	6.49 ± 4.58
	50.00 ± 8.50	74.14 ± 2.59	10.39 ± 5.24

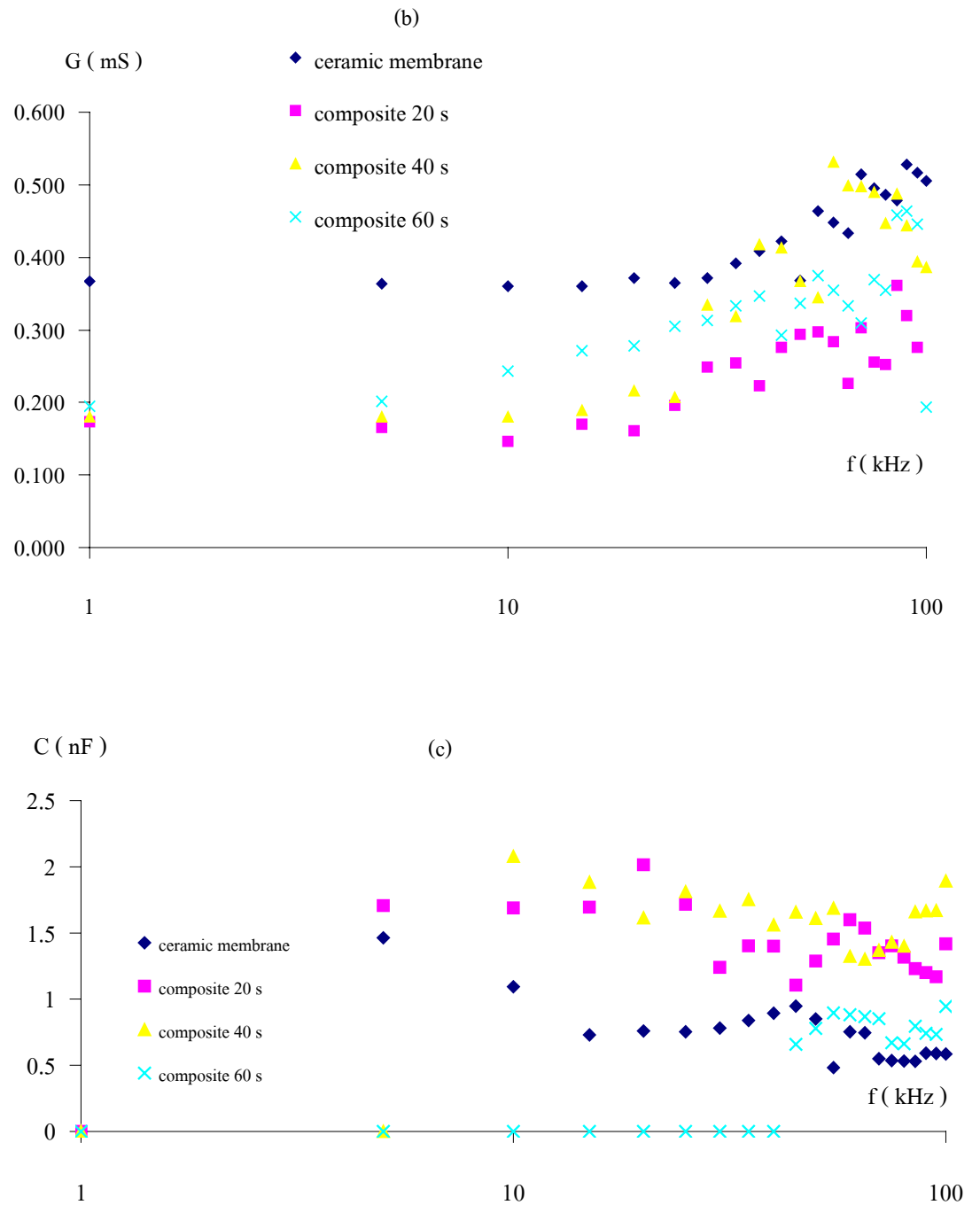
จากการทดสอบสมบัติทางกายภาพของเยื่อบางไคโตแซนจึงเลือกไคโตแซนชนิดที่มีการเชื่อมขวาง (CH1X5) เพื่อเคลือบเยื่อเซรามิกโดยวิธีในข้อ 3.3.3 หลังจากนั้นนำเยื่อคอมโพสิตเตรียมได้ทดสอบสมบัติต่าง ๆ ดังนี้

4.3 เยื่อคอมโพสิต

4.3.1 การทดสอบอิมพีแดนซ์สเปกโตรสโกปีของเยื่อเซรามิกเปรียบเทียบกับเยื่อไคโตแซน

จากรูป 4.11 (a) จะเห็นว่าค่า Z ของเยื่อเซรามิกทุกชนิดขึ้นกับความถี่ของสัญญาณไฟฟ้า โดยมีค่าคงที่ในช่วงความถี่ 1-10 kHz และค่า Z ของเยื่อเซรามิกมีค่าน้อยที่สุดคือ 2.73 k Ω และเริ่มมีค่าลดลงที่ความถี่มากกว่า 10 kHz เมื่อเคลือบด้วยไคโตแซนชนิด CH1X5 พบว่าค่า Z มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 5.14 k Ω 5.54 k Ω และ 5.76 k Ω เกิดจากการผันแปรเวลาของการอัดไคโตแซนในระหว่างการเคลือบผิวเยื่อเซรามิกคือ 20 40 และ 60 วินาทีตามลำดับ สำหรับเยื่อคอมโพสิตที่เคลือบ 60 วินาทีให้ความพรุนสูงกว่าเยื่อคอมโพสิตที่เคลือบนาน 20 วินาที จึงนำไปทดสอบสภาพการยอมให้ผ่านของน้ำ ของเยื่อคอมโพสิตทั้ง 3 ชนิด สำหรับค่าสภาพนำไฟฟ้า (G) มีค่าผันกลับตาม Z และ G มีค่าคงที่อยู่ในช่วงความถี่ 1-10 kHz กล่าวคือ 0.37 mS สำหรับเยื่อเซรามิก และ 0.19 mS 0.18 mS และ 0.17 mS สำหรับเยื่อคอมโพสิต และค่อย ๆ เพิ่มขึ้นเมื่อความถี่เพิ่มขึ้นดังรูป 4.11 (b) ส่วนค่าความจุทางไฟฟ้า (C) พบว่ามีค่าอยู่ในช่วงความถี่มากกว่า 8 kHz ขึ้นไป

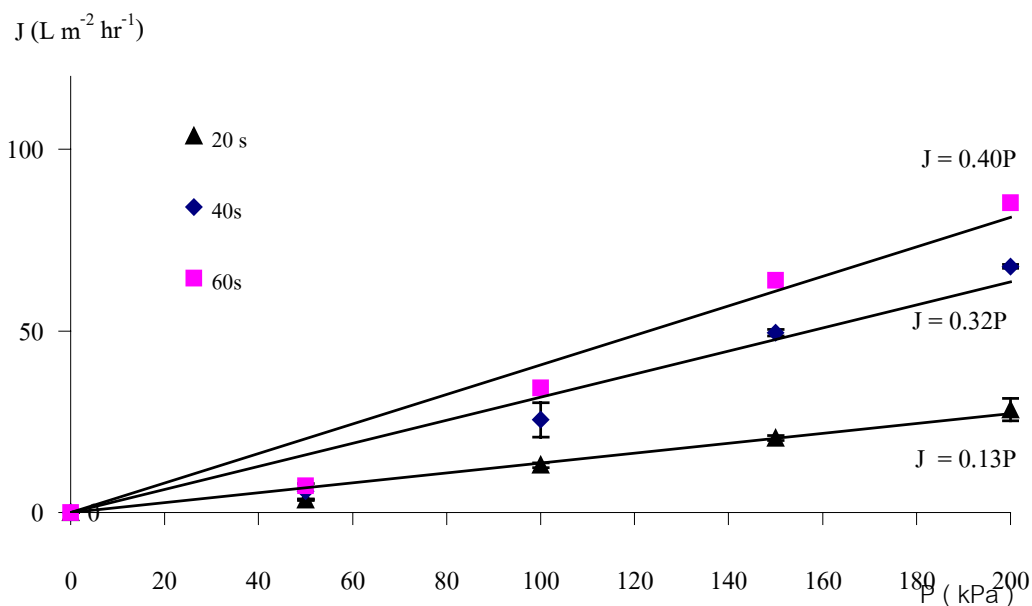




รูปที่ 4.11 แสดงการเปรียบเทียบค่า Z (a) ค่า G (b) และค่า C (c) ของเยื่อเซรามิก และเยื่อคอมโพสิต

4.3.2 ค่าสภาพน้ำของเยื่อคอมโพสิต

รูปที่ 4.12 พบว่าที่เวลาในการเคลือบไคโตแซนน้อยกว่าให้เพอมีเอทฟลักซ์น้อยกว่า เนื่องจากว่าที่เวลาน้อย ๆ ไคโตแซนยังอบบนผิวหน้าเยื่อเซรามิกมากกว่า เมื่ออัดไคโตแซนนานขึ้น ความดันสามารถดันไคโตแซนให้แทรกลงไปอยู่ภายในเยื่อฐานได้ และเมื่อพิจารณาค่าสภาพการยอมให้ผ่านของน้ำ (L_p) เปรียบเทียบกับรูปที่ 4.5 พบว่าเยื่อเซรามิกที่มีการเคลือบด้วยไคโตแซนมีค่าลดลงถึง 10 เท่า



รูปที่ 4.12 แสดงเพอมีเอทฟลักซ์ของ เยื่อคอมโพสิต

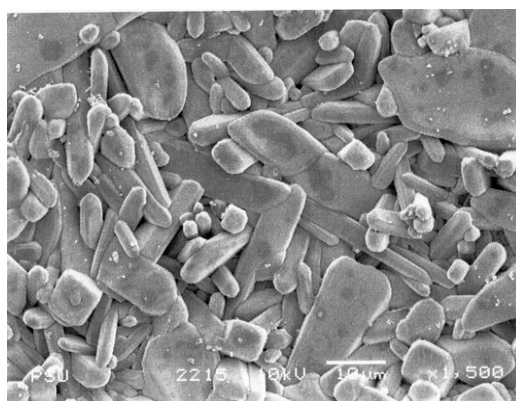
จากกราฟจะได้รับความชันของกราฟซึ่งบอกค่าสภาพให้ผ่านของน้ำของคอมโพสิตซึ่งมีค่าดังตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 แสดงค่าสภาพการยอมให้ผ่านของน้ำ (L_p) ของเยื่อคอมโพสิตทั้ง 3 ชนิด

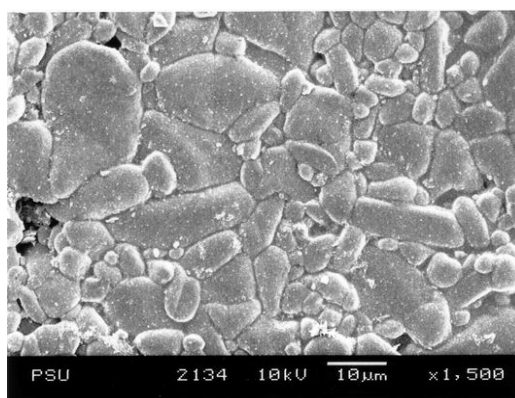
เวลาในการเคลือบไคโตแซน (วินาที)	L_p ($\times 10^{-10} \text{ m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$)
20	0.35
40	0.86
60	1.08

4.3.3 เปรียบเทียบโครงสร้างทางจุลภาคของเยื่อคอมโพสิตจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM)

รูปที่ 4.13 แสดงภาพผิวของเยื่อเซรามิกก่อนและหลังเคลือบด้วยไคโตแซนที่มีการเชื่อมขวาง (CH1X5) โดยใช้เวลาในการเคลือบนาน 60 วินาที ที่ความดัน 100 kPa.พบว่าไคโตแซนเคลือบบนผิวหน้าของเยื่อเซรามิกทำให้ความพรุนของเยื่อเซรามิกลดลงและรูเล็กลงด้วย แสดงว่ารูพรุน TiO_2 (ซึ่งเป็นเยื่อฐาน) ที่มีขนาดเล็กถูกอุดตันด้วยไคโตแซนส่วนที่มีขนาดใหญ่จะถูกทำให้เล็กลงเนื่องจากไคโตแซนเคลือบผิวภายในรู



(a)

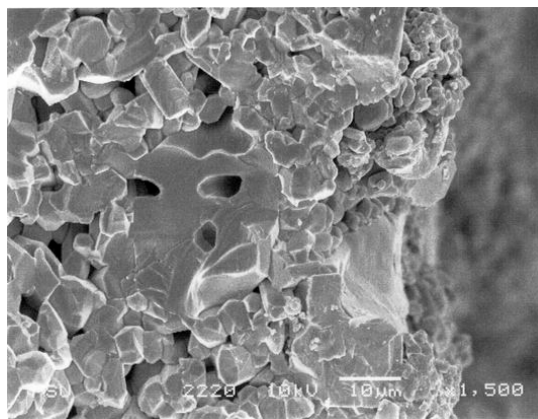


(b)

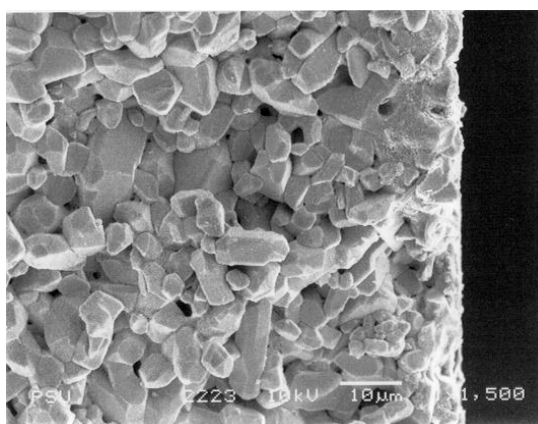
รูปที่ 4.13 แสดงโครงสร้างทางจุลภาคของเยื่อคอมโพสิตที่เวลาในการเคลือบ 60 วินาที

(a) ก่อนการเคลือบ (b) หลังการเคลือบ

จากรูปที่ 4.14 จะเห็นว่าไคโตแซนปริมาณ 1 ml สามารถผ่านเข้าไปในระดับลึก 10 μm . ซึ่งเพียงพอต่อการทำเยื่อคอมโพสิต เนื่องจากเฉพาะที่ผิวบนเยื่อเซรามิกเท่านั้นที่เป็นตัวคัดเลือกอนุภาค (Selective Layer)



(c)

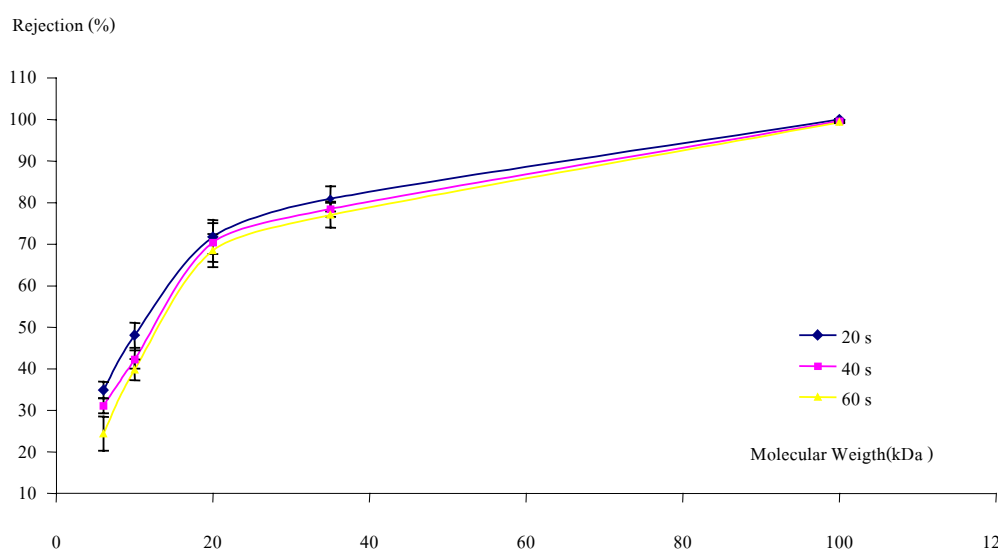


(d)

รูปที่ 4.14 แสดงภาพตัดขวางของเยื่อคอมโพสิต (c) ก่อนการเคลือบ
(d) หลังการเคลือบ

4.3.4 การทดสอบหา MWCO ของเยื่อคอมโพสิต

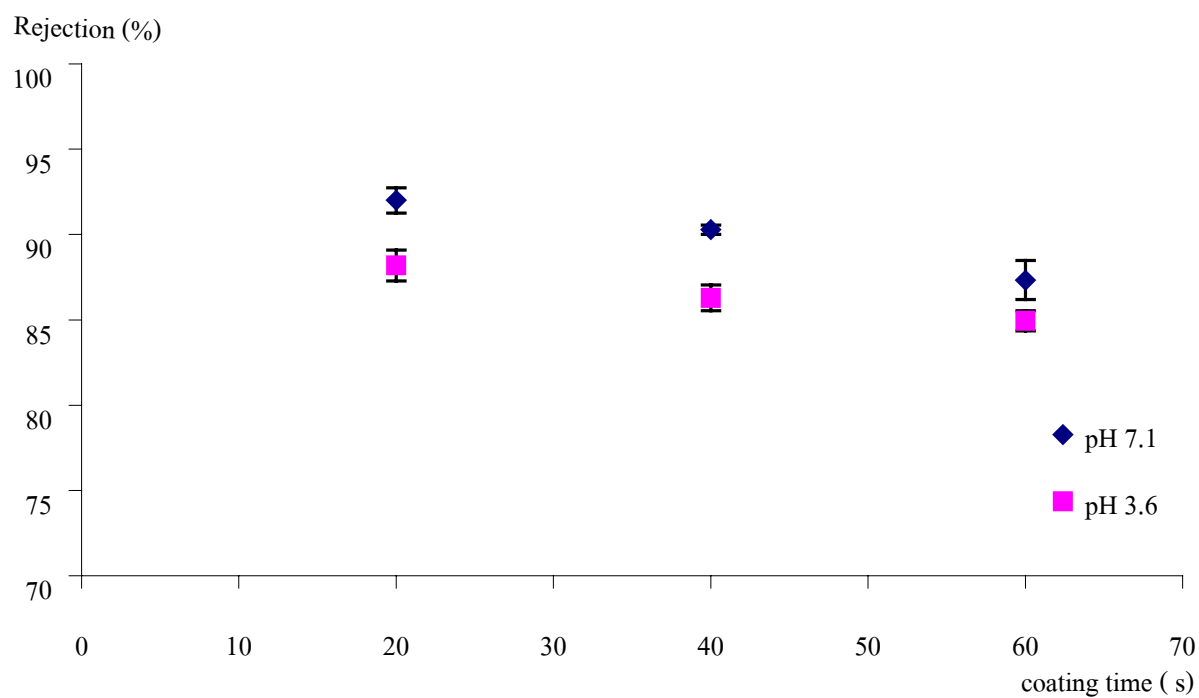
รูปที่ 4.15 แสดงการกักกัน PEG ที่มีมวลโมเลกุลต่าง ๆ จะเห็นว่าเยื่อคอมโพสิตทั้ง 3 ชนิดมีการกักกัน ต่ำกว่า 80 % ถ้าใช้ PEG ที่มีมวลโมเลกุลเล็กกว่า 40kDa เนื่องจากการหา MWCO ของเยื่อคอมโพสิตพิจารณาจากค่าการกักกัน > 90 % ซึ่งประมาณค่า MWCO ตรงจุดตัดขวางของค่ากักกัน พบว่า MWCO ของเยื่อคอมโพสิตทั้ง 3 ชนิดคือ 58 68 70 kDa. ที่เวลาในการเคลือบต่างกัน คือ 20 40 60 วินาทีตามลำดับ



รูปที่ 4.15 แสดง MWCO ของเยื่อคอมโพสิตที่เวลาในการเคลือบโพลีเอทานอลต่างกัน

4.3.5 การทดสอบการกรองโปรตีนชนิด Bovine Serum Albumin (BSA)

จากรูปที่ 4.16 แสดงการกรอง BSA ซึ่งมี pH 7.1 และในสารละลายที่มี pH ในช่วงกรด คือ 3.6 ที่ pH 7.1 ซึ่ง BSA ค่าการกักกัน BSA ของเยื่อคอมโพสิตที่เวลาในการเคลือบ 20 วินาทีที่มีค่ามากกว่าที่เวลาในการเคลือบ 40 และ 60 วินาทีคือมีค่า 92 ± 0.72 90.28 ± 0.28 และ 87.33 ± 1.55 ในทำนองเดียวกันที่ pH 3.6 ซึ่ง ค่าการกักกัน BSA ของเยื่อคอมโพสิตที่เวลาในการเคลือบ 20 วินาทีที่มีค่ามากกว่าที่เวลาในการเคลือบ 40 และ 60 วินาทีคือมีค่า 88.19 ± 0.91 86.28 ± 0.75 และ 84.95 ± 0.59 กล่าวคือเยื่อคอมโพสิตที่ใช้เวลาในการเคลือบน้อยกว่าย่อมมีรูเล็กกว่าซึ่งส่งผลให้ค่าการกักกัน BSA มากกว่าจากการใช้เวลาน้อยกว่าทำให้เพอมีอิตต่ำกว่าด้วยดังผลในข้อ 4.1.2 ดังนั้น BSA ที่ pH 7.1 มีการอุดตันสูงทำให้มีค่าการกักกันสูงกว่า ส่วน BSA ที่ pH 3.6 มีการอุดตันน้อยกว่าซึ่งมีค่าการกักกันน้อย ซึ่งสังเกตได้จากเพอมีอิตที่มีค่ามากกว่า



รูปที่ 4.16 แสดงค่าการกักกันของเยื่อคอมโพสิตที่มีต่อ BSA ที่เวลาในการเคลือบไลโดเซนต่างกัน