

## บทที่ 2

### วิธีการทดลอง

#### 2.1 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

##### 2.1.1 อุปกรณ์

- 2.1.1.1 เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี (gas chromatography) รุ่น 163 พร้อมเครื่องตรวจวัดแบบ Flame-Ionization Detector (FID) บริษัท Hitachi ประเทศญี่ปุ่น
- 2.1.1.2 เครื่องชั่งแบบหยาบ (electronic balance) รุ่น FX-3000 บริษัท A&D ประเทศญี่ปุ่น
- 2.1.1.3 เครื่องชั่งแบบละเอียด (electronic balance) รุ่น FX-180 บริษัท A&D ประเทศญี่ปุ่น
- 2.1.1.4 เครื่องควบแน่น (condenser) รุ่น PD-102 บริษัท Yamato ประเทศญี่ปุ่น
- 2.1.1.5 ตู้อบไมโครเวฟ (microwave) รุ่น MR-6650 บริษัท Hitachi ประเทศญี่ปุ่น
- 2.1.1.6 ปัมสุญญากาศ (vacuum aspirator) รุ่น RE-52 บริษัท Yamato ประเทศญี่ปุ่น
- 2.1.1.7 ปัมป้อนสารป้อนแบบบริด (peristaltic pump) รุ่น pump P-1 บริษัท Pharmacia LKB และ รุ่น 2312-002 บริษัท LKB Bromma ประเทศสวีเดน
- 2.1.1.8 เกจความดันสุญญากาศ (vacuum gauge) ช่วงความดันตั้งแต่ 0 ถึง -760 มิลลิเมตรปรอท
- 2.1.1.9 อ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ (water bath) ช่วงอุณหภูมิ 40-70 องศาเซลเซียส
- 2.1.1.10 เครื่องมือวัดความหนาระดับไมครอน (micrometer) ช่วงที่อ่านได้ 0-25x0.01 มิลลิเมตร
- 2.1.1.11 โมดูลของเยื่อ (membrane module)
- 2.1.1.12 เครื่องทำน้ำบริสุทธิ์ รุ่น Elgastat UHQ II บริษัท Elga ประเทศอังกฤษ

## 2.1.2 สารเคมี

| สารเคมี                      | บริษัทผู้ผลิต          |              |
|------------------------------|------------------------|--------------|
| 2.1.2.1 ฐันผง                | พัฒนาดินเอ็นเตอร์ไพร์ส | ประเทศไทย    |
| 2.1.2.2 เอทานอล 95%          | กรมสรรพสามิต           | ประเทศไทย    |
| 2.1.2.3 เอทานอลสัมบูรณ์      | CARLO ERBA             | ประเทศอิตาลี |
| 2.1.2.4 โพรพานอล             | CARLO ERBA             | ประเทศอิตาลี |
| 2.1.2.5 เซลโลเฟน(กระดาษแก้ว) | STRONGPACK             | ประเทศไทย    |

## 2.2 วิธีการทดลอง

### 2.2.1 การเตรียมเยื่อแผ่น

2.2.1.1 เตรียมสารละลายผงฐัน (แอลจินेट) 1,2 และ 3 % โดยน้ำหนัก โดยละลายผงฐันในน้ำปริมาตร 70 มิลลิลิตร จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปต้มเพื่อให้ฐันละลาย

2.2.1.2 นำเซลโลเฟนไปชุบน้ำแล้วนำมาซึ่งที่สะดึงซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 21.2 ตารางเซนติเมตรให้ตั้งราดสารละลายฐันที่เตรียมไว้ในข้อ 2.2.1.1 ให้ทั่วทั้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้เยื่อแผ่นเซลโลเฟนที่เคลือบด้วยแอลจินेट (ฐัน) ที่ความเข้มข้นต่างๆ

### 2.2.2 การทดลองหาดีกรีการพองตัวของเยื่อแผ่น

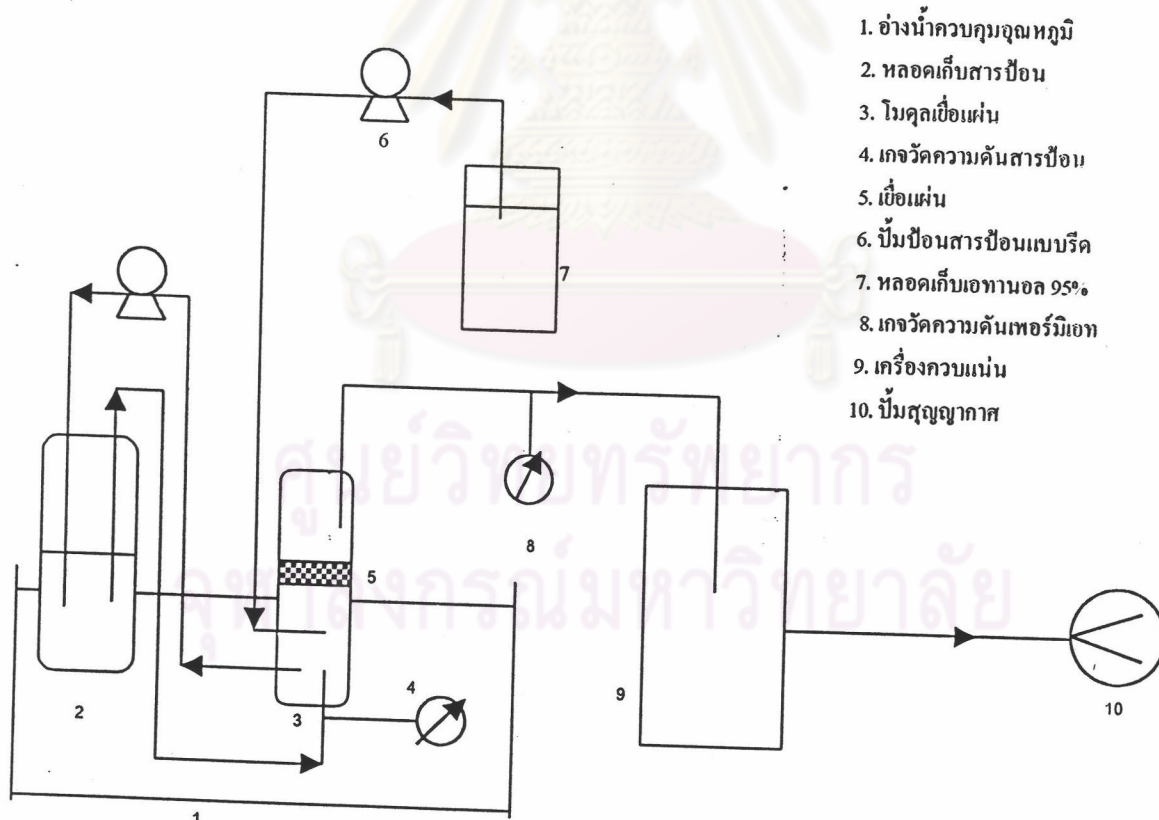
ชั่งน้ำหนักเยื่อแผ่นเริ่มต้น แห่เยื่อแผ่นที่เตรียมไว้ในสารละลายน้ำ-เอทานอลที่ความเข้มข้น 95, 96, 97, 98 และ 99.7% โดยปริมาตรทิ้งไว้จนอยู่ในภาวะสมดุล แล้วนำเยื่อแผ่นไปชั่งน้ำหนักอีกครั้ง คำนวณหาดีกรีการพองตัวของเยื่อแผ่นที่ได้ (ภาคผนวก ค)

### 2.2.3 การทดลองเพอร์แวนเพอร์ซัน (รูปที่ 2.1)

สารป้อนในหลอดเก็บถูกบีบผ่านอ่างน้ำซึ่งควบคุมอุณหภูมิ ในการทดลองจะแปรอุณหภูมิในช่วง 40-70 องศาเซลเซียส เพื่อให้สารป้อนมีอุณหภูมิตามที่กำหนดจากนั้นถูกส่งไปยังโมดูลของเยื่อ ความดันสารป้อนที่ใช้ในการทดลองเท่ากับ 5 พีเอสไอ สารป้อนจะผ่านเยื่อออกจากโมดูลแล้ววกกลับไปยังหลอดเก็บและถูกบีบไปยังโมดูลอีกอย่างต่อเนื่อง ทางด้านบนของโมดูลจะถูกทำให้

เป็นสุญญากาศโดยปั๊มสุญญากาศ โดยที่ความดันระดับต่างๆด้านเพอร์มิเอตที่ใช้ในการทดลองคือ -300, -350, -400, -450 และ -500 มิลลิเมตรปรอท ไอของเพอร์มิเอตจะถูกดึงออกและเก็บไว้ที่เครื่องควบแน่น อุดหนุนของเครื่องควบแน่นตั้งไว้ที่ประมาณ -98 องศาเซลเซียส เพอร์มิเอตที่ได้นำไปชั่งน้ำหนักและวิเคราะห์หาความเข้มข้นของเอทานอลด้วยวิธีก๊าซโครมาโตกราฟี และการเก็บรีเทนเทรต (retentate) ทำโดยนำหลอดเก็บสารป้อนไปแช่ในน้ำแข็งก่อน เพื่อให้อุดหนุนของหลอดเก็บลดลง แล้วจึงทำการเก็บรีเทนเทรตโดยจะไขน็อตซึ่งอยู่ทางด้านล่างของหลอดเก็บ ในการเก็บรีเทนเทรตนี้ ต้องทำอย่างรวดเร็วที่สุด หลังจากนั้นจึงทำการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของเอทานอลด้วยวิธีก๊าซโครมาโตกราฟีเช่นกัน อย่างไรก็ตามเพื่อให้เยื่อแผ่นเกิดสมดุลกับสารป้อนก่อนจะทำการดึงเพอร์มิเอตด้วยปั๊มสุญญากาศ จะทำการป้อนสารป้อนเข้าโมดูลของเยื่อ แล้วให้สารป้อนวนกลับมาที่หลอดเก็บสารป้อนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วจึงเริ่มดึงเพอร์มิเอตด้วยปั๊มสุญญากาศรูปที่ 2.1 แสดงกระบวนการเพอร์แวนเพอเวชันที่ใช้ในการทดลอง

เลือกอุดหนุน, ความดัน และ ความหนาของชั้นแอลจินเนตที่ดีที่สุดเพื่อใช้ในการทดลองขั้นต่อไป



1. อ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ
2. หลอดเก็บสารป้อน
3. โมดูลเยื่อแผ่น
4. เกจวัดความดันสารป้อน
5. เยื่อแผ่น
6. ปั๊มป้อนสารป้อนแบบรีด
7. หลอดเก็บเอทานอล 95%
8. เกจวัดความดันเพอร์มิเอต
9. เครื่องควบแน่น
10. ปั๊มสุญญากาศ

รูปที่ 2.1 กระบวนการเพอร์แวนเพอเวชัน



#### 2.2.4 การเก็บรักษาเยื่อแผ่น

ทดลองแช่เยื่อแผ่นที่เตรียมได้ในเอทานอลที่ความเข้มข้น 95, 96, 97, 98 และ 99.7% โดยปริมาตร และแปรเวลาที่ใช้ในการเก็บรักษาเยื่อแผ่นในแต่ละความเข้มข้นเป็น 5, 10, 15, 20, 25 และ 30 วัน นำเยื่อแผ่นที่เก็บรักษาไว้มาทดลองใช้แยกสารละลายผสมน้ำ-เอทานอลด้วยกระบวนการเพอร์เวพอร์ชัน โดยสภาวะที่ใช้ในการทดลองได้จากสภาวะที่เหมาะสมในข้อ 2.2.3 พร้อมทั้งหาอัตราการฟองตัวของเยื่อแผ่นที่แช่ในเอทานอลที่ความเข้มข้นและเวลาต่างๆกัน เลือกความเข้มข้นของเอทานอลและระยะเวลาที่เหมาะสมในการเก็บรักษาเยื่อแผ่นที่ผลิตได้

#### 2.2.5 ผลของระยะเวลาในการทดลอง (operation time) และ อายุของเยื่อแผ่น (membrane aging)

นำเยื่อแผ่นมาทดลองใช้ในการแยกสารละลายผสมน้ำ - เอทานอลด้วยกระบวนการเพอร์เวพอร์ชัน โดยเวลาที่ใช้ในการทดลองคือ 2, 4, 6 และ 8 ชั่วโมง จากนั้นจะหยุดการทดลองและปิดปั๊มสุญญากาศให้เยื่อแผ่นอยู่ที่ความดันปกติเป็นเวลา 10 ชั่วโมงจากนั้นจะเริ่มการทดลองอีกครั้ง ซึ่งจะทำให้การทดลองนี้ทั้งหมด 3 รอบ ศึกษาผลของระยะเวลาในการทดลอง และอายุของเยื่อแผ่นต่อค่าฟลักซ์และค่าการเลือกของเยื่อแผ่น การคำนวณค่าฟลักซ์และค่าการเลือกดังแสดงในภาคผนวก ค

#### 2.2.6 การนำเยื่อแผ่นที่ใช้แล้วกลับมาใช้ใหม่

นำเยื่อแผ่นที่ผ่านกระบวนการเพอร์เวพอร์ชันและขั้นตอนการ aging มาแช่ในเอทานอลที่ความเข้มข้น 99.7% โดยปริมาตรเป็นเวลาต่างๆคือ 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง จากนั้นนำเยื่อแผ่นที่ได้มาทดลองใช้แยกสารละลายผสมน้ำ-เอทานอลใหม่อีกครั้ง ศึกษาค่าฟลักซ์และค่าการเลือกของเยื่อแผ่นที่นำกลับมาใช้ใหม่

### 2.3 วิธีวิเคราะห์หาปริมาณเอทานอล

การวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลโดยใช้เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี

ปีเปตตัวอย่างของเพอร์มิเอทและริเทนเทรตที่ผ่านกระบวนการเพอร์เวพอร์ชันแล้ว

1.0 มิลลิลิตร ใส่ในหลอดเกลียว เดิมสารละลายโพรพานอล (n-propanol) เข้มข้น 30 มิลลิกรัมต่อ มิลลิลิตร ปริมาตร 1.0 มิลลิลิตร เป็นสารละลายมาตรฐานเปรียบเทียบกับภายใน (internal standard) ผสมให้เข้ากันและฉีดตัวอย่างเข้าเครื่องโครมาโตกราฟี 1.0 ไมโครลิตร คำนวณปริมาณเอทานอลจากกราฟมาตรฐานของสารละลายเอทานอลสัมบูรณ์ช่วงความเข้มข้น 0 - 100 กรัมต่อลิตร ผลการ

วิเคราะห์จะบอกปริมาณเอทานอลโดยน้ำหนักหน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร จากนั้นแปลงหน่วยให้อยู่ในรูปของเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

ภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโตกราฟฟี

|                                |   |   |
|--------------------------------|---|---|
| ชนิดของสารที่ใช้บรรจุในคอลัมน์ | : | Porapak® type Q ขนาด 80-100 mash                |
| ขนาดของคอลัมน์แก้ว             | : | เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 2 มิลลิเมตร<br>ยาว 2 เมตร |
| อุณหภูมิคอลัมน์                | : | 190 องศาเซลเซียส                                |
| อุณหภูมิอินเจกเตอร์ (injector) | : | 220 องศาเซลเซียส                                |
| ดีเทกเตอร์ (detector)          | : | FID (flame-ionize detector)                     |
| ก๊าซพา (carrier gas)           | : | ไนโตรเจน  |
| ความดันเกจ (pressure gauge)    | : | 1.2 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร                   |

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย