

## บทที่ 3

### วิธีการทดลอง

ในบทนี้จะได้กล่าวถึง ลักษณะและขั้นตอนในการดำเนินการทดลอง อุปกรณ์ที่ใช้ รวมถึงสารเคมีที่จำเป็นในการดำเนินการ

#### 3.1 สารเคมีที่ใช้

ในการศึกษาครั้งนี้สารเคมีโดยส่วนใหญ่มีคุณภาพในระดับที่ใช้ในห้องทดลอง (analytical reagent grade) ดังนี้

1. โปแตสเซียมโครเมต,  $K_2CrO_4$  (บริษัทเมอร์ค จำกัด) ถูกใช้ในการทำเป็นตัวถูกละลายของโครเมตในสารละลายป้อน
2. โซเดียมไฮดรอกไซด์,  $NaOH$  (บริษัทเมอร์ค จำกัด) ทำหน้าที่เป็นเอเจนต์ของสารสตริปในสารละลายสตริป เพื่อใช้ในการทำปฏิกิริยากับสารประกอบเชิงซ้อนในสารละลายอินทรีย์
3. เมทิลไตรออกทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (methyl trioctylammonium chloride) มีชื่อทางการค้าว่า อะลิควอต (Aliquat) (บริษัทเมอร์ค จำกัด) ทำหน้าที่เป็นสาร สามารถทำปฏิกิริยาได้ดีกับโครเมตและเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนละลายอยู่ในสารละลายอินทรีย์
4. โดเดคทานอล,  $C_{12}H_{25}OH$  (บริษัทเมอร์ค จำกัด) เป็นตัวเติมในสารละลายเยื่อแผ่นเหลว เพื่อป้องกันการเกิดอิมเฟสของสารละลายอินทรีย์เนื่องจากการเกิดสารเชิงซ้อนของสารสกัด
5. เคโรซีน ใช้เป็นตัวทำละลายในสารละลายอินทรีย์ของเยื่อแผ่นเหลว โดยได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัทไทยออยล์ จำกัด (มหาชน)
6. กรดซัลฟูริก (บริษัทคาร์โลเฮอบา จำกัด) นำไปใช้ในการปรับสภาวะความเป็นกรด-ด่างของสารละลายป้อน
7. น้ำกลั่น จากภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## 3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH-meter) จากบริษัทฮันนา (Hanna) รุ่น HI 8417 ใช้ในการวัดความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย
2. เครื่องปั่นกวนด้วยแรงแม่เหล็กไฟฟ้า (magnetic stirrer) ใช้ในการปั่นกวนระบบของกระบวนการการสกัด และกระบวนการการสกัด ความเร็วรอบที่ใช้เป็น 1000 รอบต่อนาที
3. อะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (atomic absorption spectrophotometer, AA.) จากบริษัทชิมัสึ (Shimadzu) รุ่น 670 ใช้ในการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของโครเมียมในสารละลาย โดยได้รับความอนุเคราะห์จากภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
4. เครื่องสกัดระบบของเหลว-ของเหลวในระดับห้องทดลอง (Liqui-Cel Laboratory Liquid/Liquid Extraction System) ประกอบด้วยเกียร์บีมพ์ 2 ชุด มีอัตราการไหลสูงสุด 1.2 ลิตรต่อนาที ปุ่มปรับความเร็วในการไหล 2 ชุด มาตรวัดอัตราการไหล 2 ชุด เกจวัดความดันของของไหลทั้งขาเข้าและขาออกรวม 4 ชุด ลักษณะของเครื่องสกัด แสดงดังในรูปที่ 3.1
5. อุปกรณ์เส้นใยกลวง ตัวรองรับผลิตจากโพลีเมอร์ชนิดโพรโพลีนของ Celgard<sup>®</sup> X-10 คุณสมบัติของอุปกรณ์เส้นใยกลวงแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงคุณสมบัติของอุปกรณ์เส้นใยกลวง

คุณสมบัติ	ข้อกำหนด
เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน	240 ไมโครเมตร
ความหนาของผนัง	30 ไมโครเมตร
ขนาดรูพรุน	0.05 ไมโครเมตร
ความพรุน	30%
พื้นที่ผิวสัมผัส	1.4 เมตร <sup>2</sup>
สัดส่วนพื้นที่ต่อปริมาตร	29.3 เมตร <sup>2</sup> /เมตร <sup>3</sup>
อัตราการไหลโดยปริมาตร	0.95-14 ลิตร/นาที
ขนาดของอุปกรณ์	8*28 เซนติเมตร (2.5*8 นิ้ว)
ความดันลดของของไหล	4.1 บาร์ (60 ปอนด์/นิ้ว <sup>2</sup> )
อุณหภูมิ	1-60 องศาเซลเซียส

### 3.3 ขั้นตอนการดำเนินการทดลอง

#### 3.3.1 ศึกษาผลของความเป็นกรด-ด่าง ในสารละลายป้อนที่มีต่อการสกัดและการสตริป

##### 3.3.1.1 การสกัดแบบกะ

1. เตรียมสารละลายป้อนของโครเมต ความเข้มข้นเริ่มต้นประมาณ 100 ส่วนในล้านส่วน ปรับความเป็นกรด-ด่าง เป็น 2 โดยใช้สารละลายกรดซัลฟูริก 1.0 โมลต่อลิตร
2. เตรียมสารละลายอินทรีย์โดยใช้อะซิควอตเข้มข้น 1% โดยปริมาตร ในเคโรซีน และมีตัวประสานโดเดคคานอลเข้มข้น 20% โดยปริมาตร
3. นำสารละลายอินทรีย์ 10 มิลลิลิตร ใส่ลงในสารละลายป้อนที่เตรียมไว้แล้ว 100 มิลลิลิตร ซึ่งถูกปั่นกวนด้วยเครื่องปั่นกวนด้วยแม่เหล็กไฟฟ้าความเร็วรอบ 1000 รอบต่อนาที เก็บตัวอย่างของสารละลายที่เวลา 0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 10 นาที ตามลำดับ
4. นำตัวอย่างสารละลายที่เก็บมาไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของโครเมต ด้วยเครื่องวิเคราะห์ AA
5. แยกสารละลายอินทรีย์จากข้อ 3 ที่ผ่านกระบวนการการสกัดมาแล้วที่เวลา 10 นาที
6. เตรียมสารละลายสตริปโดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1.0 โมลต่อลิตร
7. นำสารละลายอินทรีย์จากข้อ 5 ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ใส่ลงในสารละลายสตริป ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ซึ่งถูกปั่นกวนโดยใช้เครื่องปั่นกวนด้วยแม่เหล็กไฟฟ้า ความเร็วรอบ 1000 รอบต่อนาที เก็บตัวอย่างของสารละลายที่เวลา 0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 10 นาที ตามลำดับ
8. นำตัวอย่างสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของโครเมียม
9. ทำซ้ำข้อ 1-8 โดยเปลี่ยนความเป็นกรด-ด่างเริ่มต้นของสารละลายป้อนเป็น 3, 4, 5 และ 6 ตามลำดับ

##### 3.3.1.2 การสกัดและการนำกลับในอุปกรณ์เส้นใยกลวง

1. เตรียมสารละลายป้อนของโครเมต ความเข้มข้นเริ่มต้นประมาณ 100 ส่วนในล้านส่วน ปริมาตร 2 ลิตร ปรับความเป็นกรด-ด่าง เป็น 2 โดยใช้สารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น 1.0 โมลต่อลิตร
2. เตรียมสารละลายอินทรีย์ที่มีอะซิควอตเข้มข้น 1% ในเคโรซีน และมีโดเดคคานอลเข้มข้น 5% โดยปริมาตร
3. เตรียมสารละลายสตริป โดยเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1.0 M ปริมาตร 2 ลิตร

4. ทำการฝังสารละลายอินทรีย์เข้าไปในรูพรุนจุลภาค (micropore) โดยป้อนเข้าทางด้าน ภายในท่อของอุปกรณ์เส้นใยกลวง จนแน่ใจว่าสารละลายอินทรีย์ถูกฝังอยู่ในรูพรุนจุลภาคแล้ว โดยดูจากการเริ่มมีสารละลายอินทรีย์ไหลออกมาทางด้านภายนอกท่อของอุปกรณ์เส้นใยกลวง นำส่วนเกินของสารละลายอินทรีย์ที่ยังขังอยู่ในอุปกรณ์เส้นใยกลวง ออกมาเพื่อให้มีเฉพาะสารละลายอินทรีย์ที่อยู่ในรูพรุนจุลภาคเท่านั้น

5. ทำการป้อนสารละลายป้อนเข้าทางด้านภายในท่อของอุปกรณ์เส้นใยกลวง ในขณะที่เดียวกันก็ป้อนสารละลายสตริปเข้าทางด้านภายนอกท่อของอุปกรณ์เส้นใยกลวง ปรับอัตราเร็วทั้งสองกระแสที่ 200 มิลลิลิตรต่อนาที ขาเข้าและขาออกของทั้งสองด้านอยู่คนละด้ง ทิศทางการไหลเป็นแบบไหลในทิศเดียวกัน (co-current flow operation) การปฏิบัติการไหลเป็นแบบไหลผ่านครั้งเดียวดังในรูปที่ 3.2

6. เมื่อสารละลายผ่านอุปกรณ์เส้นใยกลวงไปอยู่ในขาออกหมดแล้ว จึงเก็บตัวอย่างของสารละลายทั้งสองชนิดไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของโครเมียม

7. นำสารละลายขาออกของทั้งสองชนิดที่ได้ก่อนหน้านี้ ป้อนกลับเข้าทางด้านขาเข้า แล้วทำการทดลองเช่นเดิมจนสารละลายผ่านอุปกรณ์เส้นใยกลวงไปอยู่ในขาออกหมด จึงเก็บตัวอย่างของสารละลายทั้งสองชนิดนำไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของโครเมียม

### 3.3.2 ศึกษาผลของความเข้มข้นของตัวประสานโตะคานอลที่มีต่อการสกัดและการสตริป

1. เตรียมสารละลายป้อนของโครเมตความเข้มข้นเริ่มต้นประมาณ 100 ส่วนในล้านส่วน ปรับความเป็นกรด-ด่างเป็น 3 โดยใช้สารละลายกรดซัลฟูริกความเข้มข้น 1.0 โมลต่อลิตร

2. เตรียมสารละลายอินทรีย์โดยเป็นสารละลายของอะลิควอต เข้มข้น 1% ในเคโรซีน

3. นำสารละลายอินทรีย์ 10 มิลลิลิตร ใส่ลงในสารละลายป้อนที่เตรียมไว้แล้ว 100 มิลลิลิตร ซึ่งถูกปั่นกวนด้วย เครื่องปั่นกวนด้วยแม่เหล็กไฟฟ้า ความเร็วรอบ 1000 รอบต่อนาที เก็บตัวอย่างของสารละลายที่เวลา 0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 10 นาที ตามลำดับ

4. นำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของโครเมต

5. แยกสารละลายอินทรีย์จากข้อ 3 ที่ผ่านกระบวนการการสกัดแล้วที่เวลา 10 นาที

6. เตรียมสารละลายสตริปโดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1.0 โมลต่อลิตร

7. นำสารละลายอินทรีย์จากข้อ 5 ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ใส่ลงในสารละลายสตริป ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ซึ่งถูกปั่นกวนด้วย เครื่องปั่นกวนด้วยแม่เหล็กไฟฟ้า ความเร็วรอบ 1000 รอบต่อนาที เก็บตัวอย่างของสารละลายที่เวลา 0.5, 1, 2, 3, 4, 5 และ 10 นาที ตามลำดับ

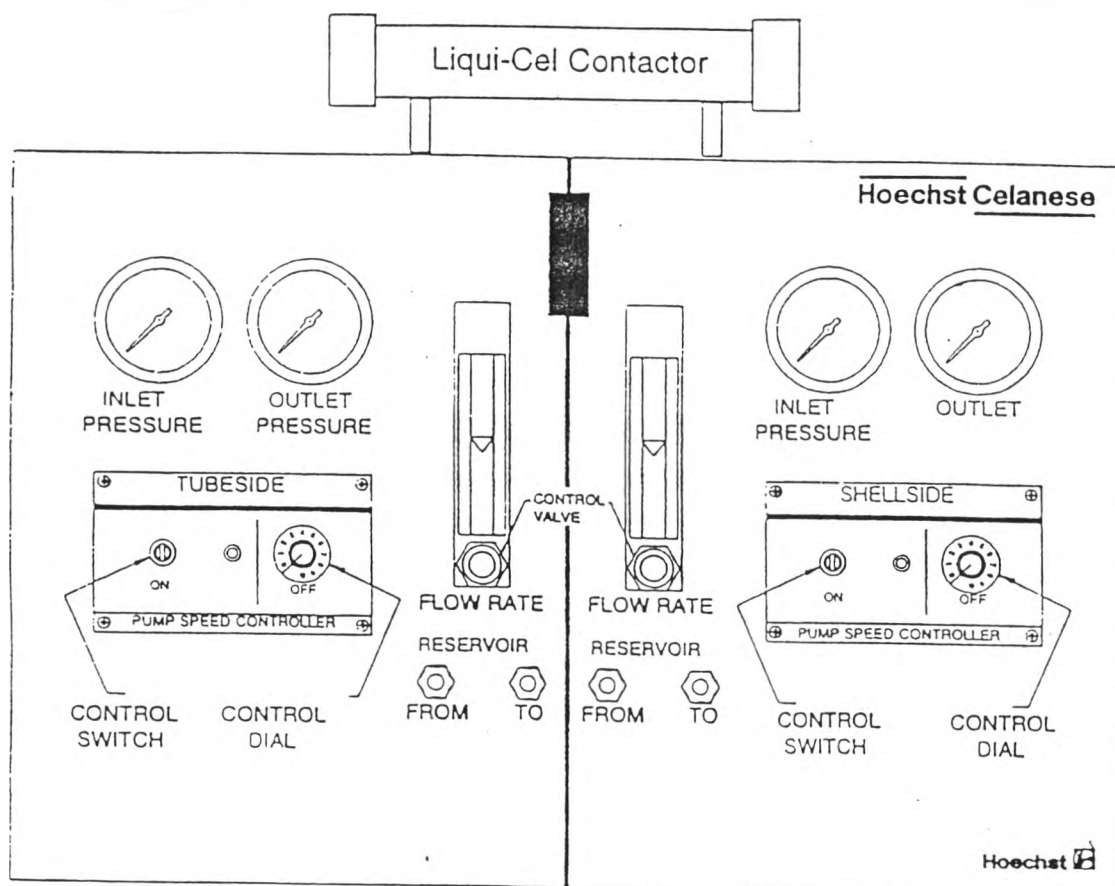
8. นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของโครเมียม
9. ทำซ้ำข้อ 1-8 แต่เปลี่ยนสารละลายอินทรีย์โดยเติมตัวประสานไดเดคคานอล ที่ความเข้มข้น 5%, 10%, 15% และ 20% โดยปริมาตร ตามลำดับ

### 3.3.3 การศึกษาลักษณะการปฏิบัติการที่มีผลต่อการนำกลับ

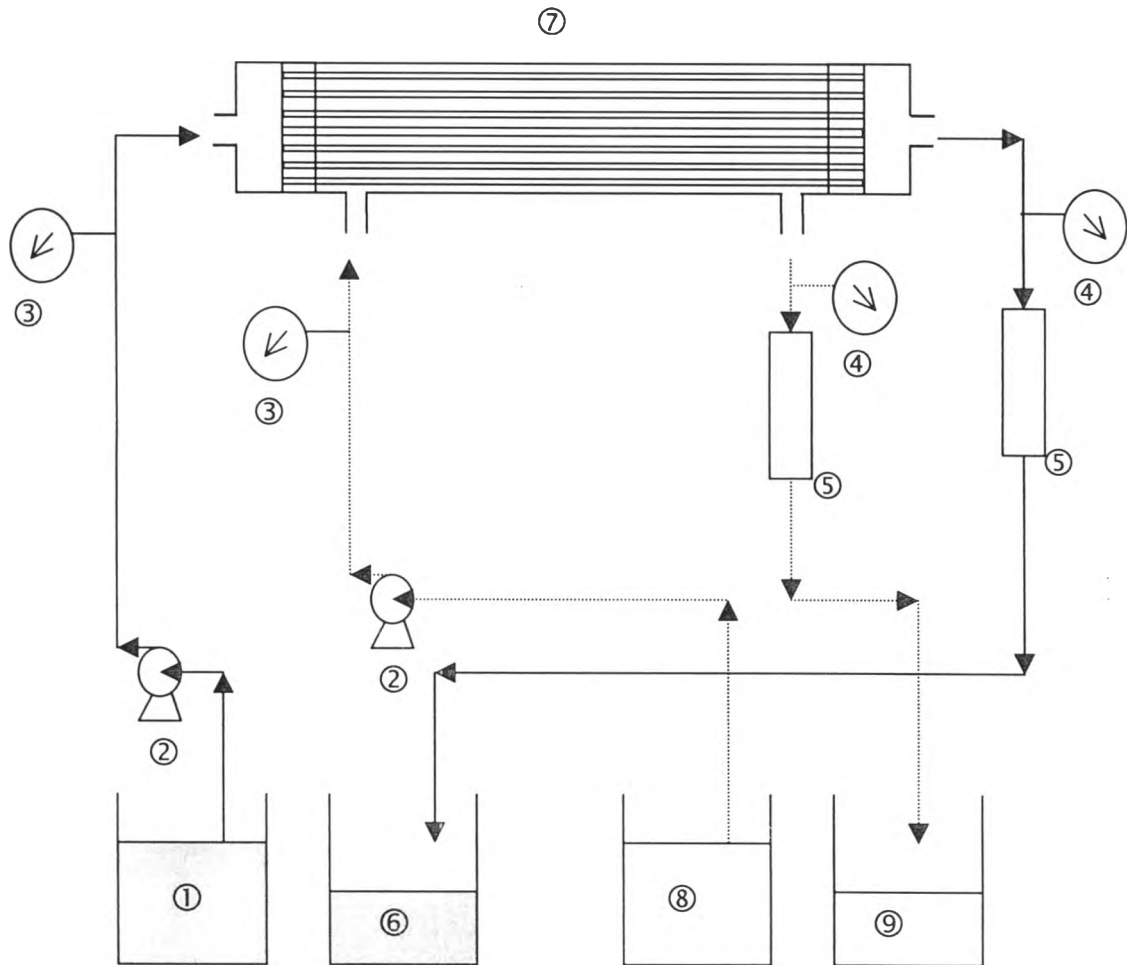
1. เตรียมสารละลายป้อนของโครเมต ความเข้มข้นเริ่มต้นประมาณ 100 ส่วนในล้านส่วน ปริมาตร 2 ลิตร ปรับความเป็นกรด-ด่าง เป็น 3 โดยใช้สารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น 1.0 โมลต่อลิตร
2. เตรียมสารละลายอินทรีย์ที่มีอะลิควอตเข้มข้น 1% ในเคโรซีน และมีไดเดคคานอลเข้มข้น 5% โดยปริมาตร
3. เตรียมสารละลายสตริป โดยเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1.0 โมลต่อลิตร ปริมาตร 2 ลิตร
4. ทำการฝังสารละลายอินทรีย์เข้าไปในรูพรุนจุลภาค โดยป้อนเข้าทางด้านภายในท่อของอุปกรณ์เส้นใยกลวง จนแน่ใจว่าสารละลายอินทรีย์ถูกฝังอยู่ในรูพรุนจุลภาคแล้ว โดยดูจากการเริ่มมีสารละลายอินทรีย์ไหลออกมาทางด้านภายนอกท่อของอุปกรณ์เส้นใยกลวง นำส่วนเกินของสารละลายอินทรีย์ที่ยังค้างอยู่ในอุปกรณ์เส้นใยกลวง ออกมาเพื่อให้มีเฉพาะสารละลายอินทรีย์ที่อยู่ในรูพรุนจุลภาคเท่านั้น
5. ทำการป้อนสารละลายป้อนเข้าทางด้านภายในท่อของอุปกรณ์เส้นใยกลวง ในขณะที่เดียวกันก็ป้อนสารละลายสตริปเข้าทางด้านภายนอกท่อของอุปกรณ์เส้นใยกลวง ปรับอัตราเร็วทั้งสองกระแสที่ 200 มิลลิลิตรต่อนาที ขาเข้าและขาออกของทั้งสองด้านอยู่ในถึงเดียวกัน โดยแต่ละด้านกำหนดให้ไหลในทิศเดียวกัน ลักษณะการปฏิบัติการเป็นแบบไหลวนกลับดังในรูปที่ 3.3
6. เก็บตัวอย่างทั้งสองกระแส ที่เวลา 1, 2, 3, 4, 5, 7, 10, 15, 30, 60 และ 90 นาที ตามลำดับ แล้วจึงนำไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของโครเมียม
7. ทำซ้ำข้อ 1-6 แต่เปลี่ยนทิศทางการไหลเป็นแบบการไหลในทิศสวนทางกัน (counter-current flow operation)

### 3.3.4 ศึกษาผลของอัตราการไหลของสารละลายป้อน และสารละลายสตรีปที่มีต่อความสามารถในการนำกลับ

1. เตรียมสารละลายป้อนของโครเมต ความเข้มข้นเริ่มต้นประมาณ 100 ส่วนในล้านส่วน ปรับความเป็นกรด-ด่างเป็น 3 โดยใช้กรดซัลฟูริก 1.0 โมลต่อลิตร ปริมาตร 3 ลิตร
2. เตรียมสารละลายอินทรีย์โดยใช้อะลิควอต เข้มข้น 1% โดยปริมาตรในเคโรซีน และมีโคเดคคานอล เข้มข้น 5% โดยปริมาตร
3. เตรียมสารละลายสตรีปโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1.0 โมลต่อลิตร ปริมาตร 3 ลิตร
4. ทำการฝังสารละลายอินทรีย์เข้าไปในรูปพุนจุลภาค โดยป้อนเข้าทางด้านภายในท่อของอุปกรณ์เส้นใยกลวง จนแน่ใจว่าสารละลายอินทรีย์ถูกฝังอยู่ในรูปพุนจุลภาคแล้ว โดยดูจากการเริ่มมีสารละลายอินทรีย์ไหลออกมาทางด้านภายนอกท่อของอุปกรณ์เส้นใยกลวง นำส่วนเกินของสารละลายอินทรีย์ที่ยังค้างอยู่ใน อุปกรณ์เส้นใยกลวงออกมาเพื่อให้มีเฉพาะสารละลายอินทรีย์ที่อยู่ในรูปพุนจุลภาคเท่านั้น
5. ทำการป้อนสารละลายป้อนเข้าทางด้าน ภายในท่อของอุปกรณ์เส้นใยกลวง ในขณะที่เดียวกันก็ป้อนสารละลายสตรีปเข้าทางด้าน ภายนอกท่อของอุปกรณ์เส้นใยกลวง ปรับอัตราเร็วทั้งสองกระแสที่ 200 มิลลิลิตรต่ออนาที กระแสเข้าและกระแสออกของทั้งสองด้านอยู่คนละดัง ลักษณะการไหลเป็นแบบการไหลในทิศเดียวกัน (co-current flow operation)
6. เก็บตัวอย่างสารละลายทั้งสองที่ขาออกที่ปริมาตรผ่านไป 167, 333, 500, 750, 1000, 1500, 2000, 3000, 4000 และ 5000 มิลลิลิตร ตามลำดับ แล้วนำไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของโครเมียม
7. นำสารละลายขาออกของทั้งสองชนิดที่ได้ก่อนหน้านี้อ้อนกลับเข้าไปทางด้านขาเข้า แล้วทำการทดลองเช่นเดิมจนสารละลายผ่านอุปกรณ์เส้นใยกลวงไปอยู่ในขาออกหมด จึงเก็บตัวอย่างของสารละลายทั้งสองชนิดนำไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของโครเมียม
8. ทำซ้ำข้อ 7 จนกระทั่งสารละลายป้อนเริ่มใสไม่มีสีของโครเมต จึงหยุดการทดลอง
9. ทำซ้ำข้อ 1-8 แต่เปลี่ยนอัตราเร็วของทั้งสองกระแสเป็น 400, 600, และ 800 มิลลิลิตรต่ออนาที ตามลำดับ

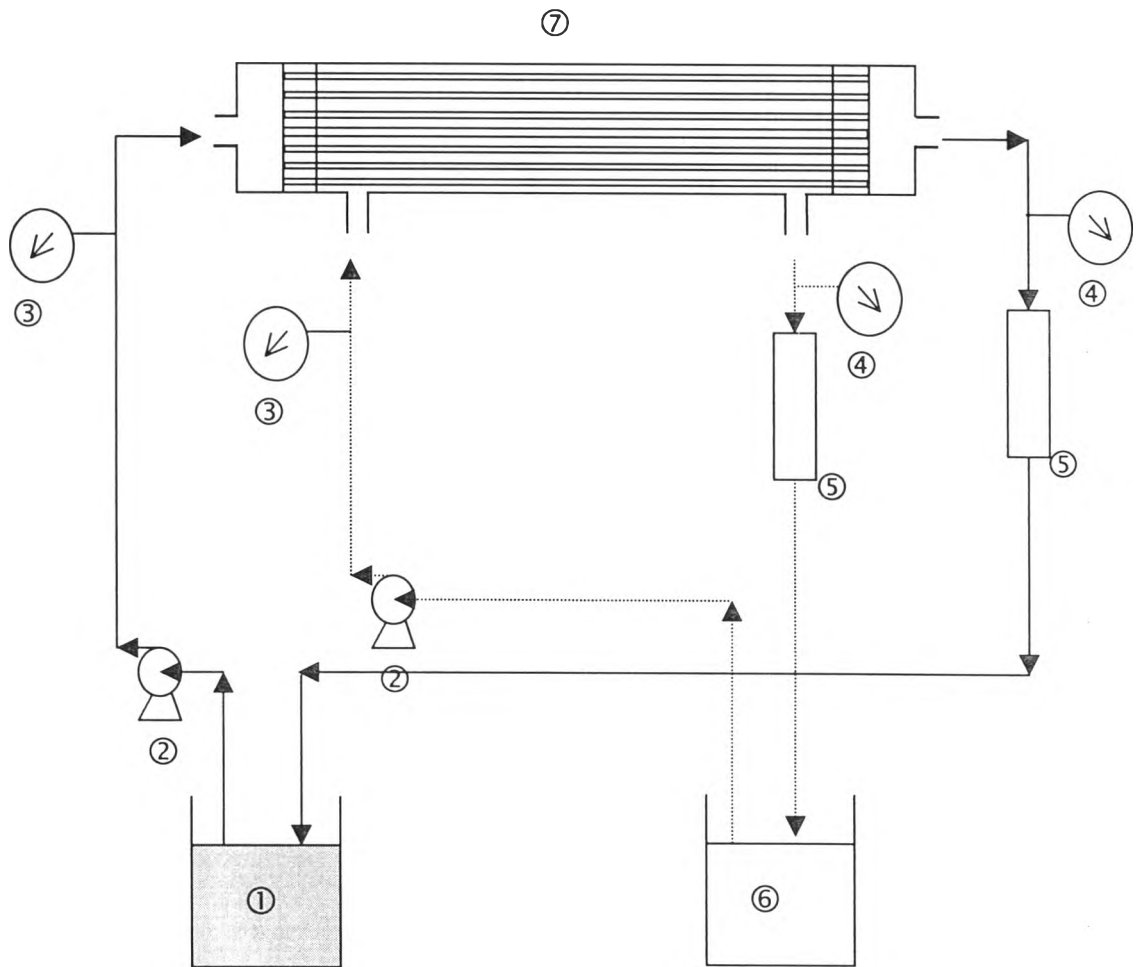


รูปที่ 3.1 ภาพแสดงเครื่องสกัดระบบของเหลว-ของเหลวซึ่งประกอบเข้ากับอุปกรณ์เส้นใยกลวง (The Liquid-Cel Laboratory Liquid/Liquid Extraction System equipped with the Liquid-Cel Membrane Contactor)



รูปที่ 3.2 ภาพแสดงการปฏิบัติการไหลในลักษณะไหลผ่านครั้งเดียว มีทิศทางการไหลสวนทางกันในอุปกรณ์เส้นใยกลวง โดยที่ ① คือถังของสารละลายป้อนขาเข้า ② เกียร์ปั๊ม ③ เกจวัดความดันขาเข้า ④ เกจวัดความดันขาออก ⑤ มาตรวัดอัตราการไหล ⑥ ถังของสารละลายป้อนขาออก ⑦ อุปกรณ์เส้นใยกลวง ⑧ ถังของสารละลายสตรีป ⑨ ถังของสารละลายสตรีปขาออก





รูปที่ 3.3 ภาพแสดงการปฏิบัติการไหลในลักษณะไหลวนกลับ มีทิศทางการไหลสวนทางกันในอุปกรณ์เส้นใยกลวง โดยที่ ① คือถังของสารละลายป้อน ② เกียร์ปั๊ม ③ เกจวัดความดันขาเข้า ④ เกจวัดความดันขาออก ⑤ มาตรวัดอัตราการไหล ⑥ ถังของสารละลายสตริป ⑦ อุปกรณ์เส้นใยกลวง