

บทที่ 3

การทดลอง

ในงานวิจัยนี้ศึกษาถึงอิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายผสมกรดอะซิติกกับโซเดียมอะซิเตตต่อการสกัดแยกไอออนสังกะสีด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลวง จะเริ่มจากการศึกษาเพื่อเลือกช่วงความเข้มข้นของสารสกัดที่เหมาะสมต่อการสกัดแยกไอออนสังกะสีด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลวง โดยเริ่มศึกษาความเข้มข้นของสารสกัด Di-2-Ethylhexyl Phosphoric Acid ในช่วงความเข้มข้นเท่ากับ 0.1% ถึง 25% โดยปริมาตร ต่อจากนั้นจะใช้ผลของความเข้มข้นของสารสกัดในช่วงที่เหมาะสมนั้นศึกษาถึงปริมาณความเข้มข้นของสารสกัดที่เหมาะสมต่อไป ทั้งนี้ในการทดลองต่อมาจะใช้สารละลายบัฟเฟอร์ซึ่งเป็นสารละลายผสมกรดอะซิติกกับโซเดียมอะซิเตต ในสัดส่วนผสมที่ทำให้ค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 5 เข้าร่วมในการสกัดในช่วงความเข้มข้นของสารสกัดที่เหมาะสมนั้นเช่นกัน การทดลองต่อมาจะศึกษาสัดส่วนของสารละลายบัฟเฟอร์ต่อสารป้อนที่มีผลต่อกระบวนการสกัด จากนั้นจะศึกษาอัตราการไหลที่มีผลต่อกระบวนการและจะเปรียบเทียบผลการศึกษาที่ได้กับงานวิจัยที่ผ่านมา โดยในการทดลองจะมีส่วนประกอบต่างๆ ดังต่อไปนี้

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองศึกษาการสกัดแยกไอออนสังกะสีด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลวง สามารถแสดงได้ดังตาราง 3-1

ชนิด	ชื่อทางเคมี	สูตรเคมี	บริษัทผู้ผลิต
สารป้อน	Zinc Sulfate	$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$	Merck
สารละลายสตรีป	Sulphuric Acid	H_2SO_4 (98%)	BDH Laboratory Supplies
สารสกัด	Di-2-Ethylhexyl Phosphoric Acid	$C_{16}H_{33}O_4P$ (95%)	Sigma Chemicals.
ตัวทำละลายอินทรีย์	Kerosene Jet A-1	-	บริษัท ไทยออยล์ จำกัด (มหาชน)
สารละลายบัฟเฟอร์	Acetic Acid Sodium Acetate	CH_3COOH $CH_3COONa \cdot 3H_2O$	BDH Laboratory Supplies Farmitalia Carlo Erba.
สารทำความสะอาด	Isopropanal	$CH_3CH(OH)CH_3$	Merck

ตาราง 3-1 แสดงรายละเอียดสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- 3.2.1 ตรวจสอบค่าความเป็นกรด-ด่างด้วยเครื่องวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH Meter) รุ่น HI 8417 ของบริษัท Hanna Instruments
- 3.2.2 ตรวจสอบความเข้มข้นของไอออนสังกะสีด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer AA/AE รุ่น AA-670/G V-5 ของบริษัท Shimadzu
- 3.2.3 ทำการทดลองด้วยชุดทดลองเส้นใยกลวง Liqui-Cel[®] Liquid/Liquid Extraction System รุ่น Cat. #5PCM-106 ของบริษัท Hoechst Celanese Corporation โดยใช้ชุดเส้นใยกลวง Celgard[®] X-30 240 Microporous Polypropylene Hollow Fiber ซึ่งมีรายละเอียดคุณสมบัติของชุดเส้นใยกลวง แสดงดังตาราง 3-2

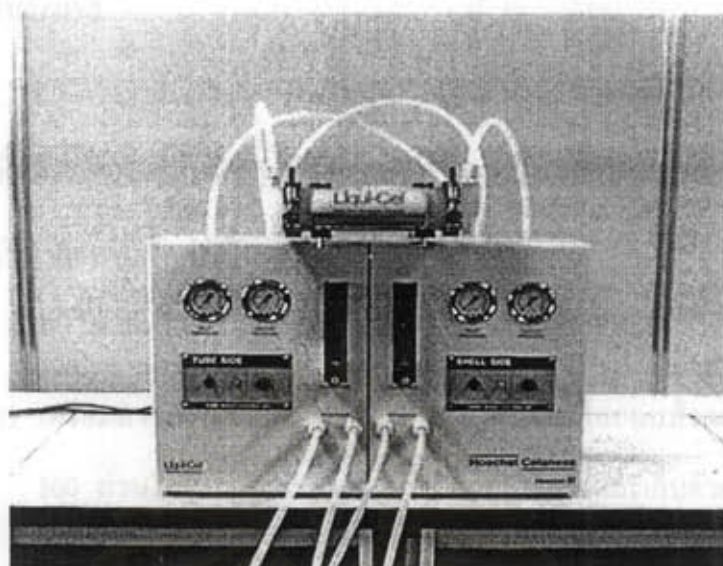
ลักษณะ	คุณสมบัติ
วัสดุเส้นใยถลุง	โพลีโพรไพลีน (Polypropylene)
เส้นผ่านศูนย์กลางภายในของเส้นใยถลุง	240 ไมโครเมตร (μm)
เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกของเส้นใยถลุง	300 ไมโครเมตร (μm)
ขนาดรูพรุนที่มีประสิทธิภาพ	0.05 ไมโครเมตร (μm)
ความพรุนของเส้นใยถลุง	30 %
ความดันแตกต่างสูงสุด	4.2 Kg/cm^2 (60 psi)
พื้นที่ผิวที่มีประสิทธิภาพ	1.4 m^2 (15.2 ft^2)
อัตราส่วนของพื้นที่ต่อปริมาตรที่มีประสิทธิภาพ	29.3 $\text{cm}^2 / \text{cm}^3$ (74.4 m^2 / m^3)
ช่วงอุณหภูมิในการปฏิบัติการสูงสุด	1 $^{\circ}\text{C}$ ถึง 60 $^{\circ}\text{C}$
มิติของชุดเส้นใยถลุง (DXL)	(2.5 \times 8 inch)

ตาราง 3-2 แสดงรายละเอียดของคุณสมบัติของชุดเส้นใยถลุง

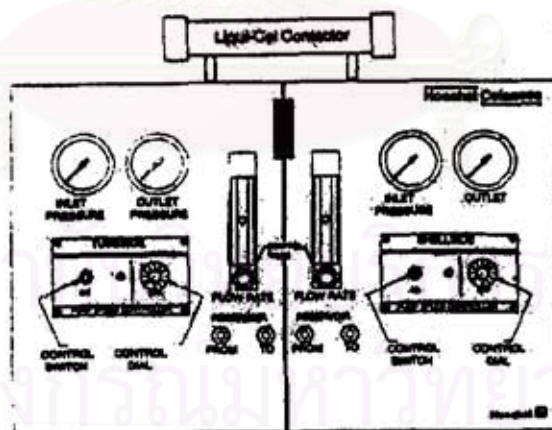
3.2.4 อุปกรณ์เครื่องแก้ว จากบริษัท Pyrex[®]

3.2.5 Variable volume pipettes ขนาด 0.5 ไมโครลิตร ถึง 5,000 ไมโครลิตร ของบริษัท Kartell

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3-1 แสดงชุดการทดลองการสกัด ไอออนสังกะสีด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พองด้วยเต็นไซทอลวง



รูปที่ 3-2 แสดงรายละเอียดของตำแหน่งอุปกรณ์ต่างๆ บนชุดการทดลอง

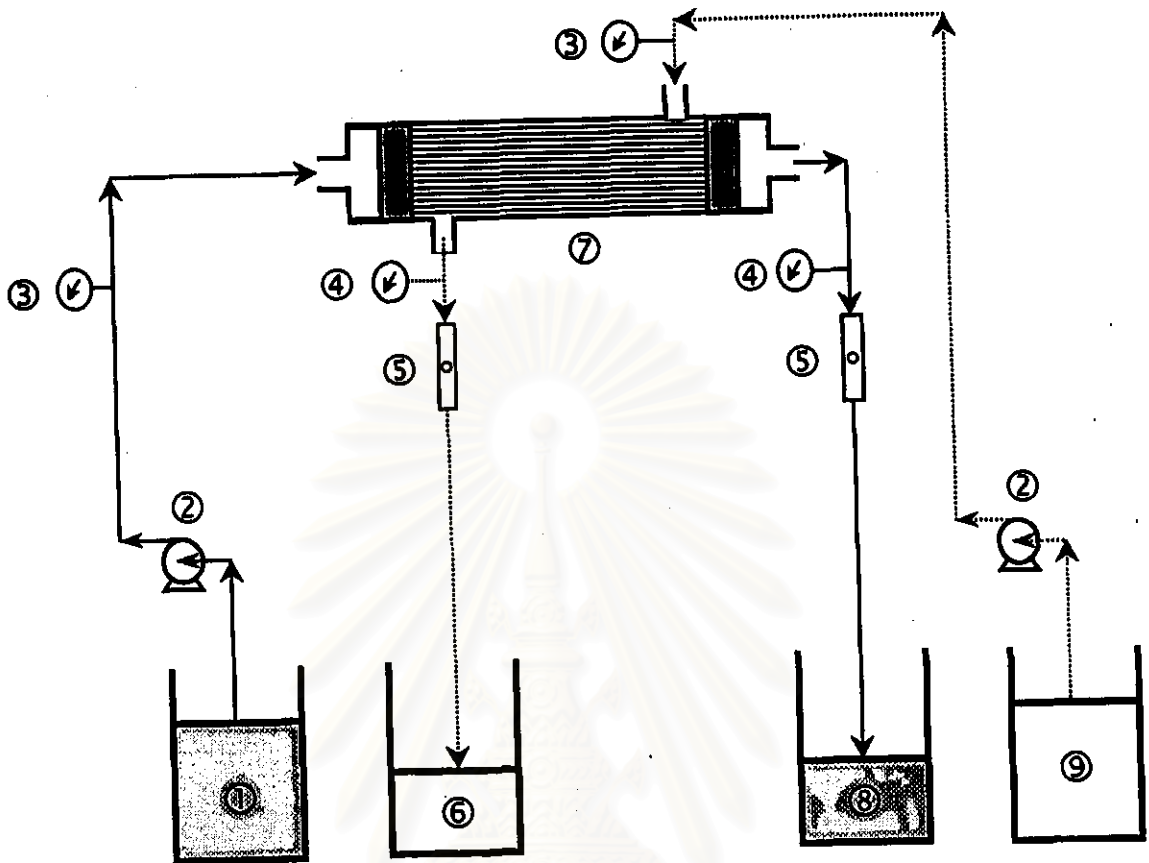
3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 เพื่อศึกษาประสิทธิภาพในการสกัดไอออนสังกะสีด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลาย โดยมีขั้นตอนดังนี้

- (1) เตรียมสารละลายเริ่มต้นที่มีองค์ประกอบของไอออนสังกะสีที่มีความเข้มข้น 100 ส่วนในล้านส่วน (ppm) ปริมาตร 1 ลิตร และเก็บตัวอย่างสารป้อนเข้าเริ่มต้นเพื่อนำไปวิเคราะห์
- (2) เตรียมตัวทำละลายอินทรีย์จากสารสกัด D2EHPA ความเข้มข้น 5% โดยปริมาตร ปริมาณสารอินทรีย์ 200 มิลลิลิตร
- (3) ผสมสารละลายเริ่มต้นและสารละลายอินทรีย์เข้าด้วยกันในสัดส่วนของสารละลายอินทรีย์ต่อสารละลายเริ่มต้นเท่ากับ 1:5 ปั่นกวนด้วยความเร็ว 1,200 รอบต่อนาที พร้อมทั้งเริ่มจับเวลา
- (4) เก็บตัวอย่างตามเวลาทุกๆ 10 วินาทีจนครบ 3 นาที และเก็บตัวอย่างตามเวลาทุกๆ 5 นาทีจนครบ 2 ชั่วโมง
- (5) นำตัวอย่างที่เก็บได้จากการทดลองทั้งหมดนำไปวิเคราะห์ตรวจวัดความเข้มข้นของไอออนสังกะสีด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectro- Photometer

3.3.2 เพื่อศึกษาเลือกช่วงของความเข้มข้นของสารสกัดที่เหมาะสมต่อการศึกษา การสกัดแยกไอออนสังกะสีด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลวง โดยมี ขั้นตอนการดำเนินการดังนี้

- (1) เตรียมสารป้อนซึ่งเป็นสารละลายที่มีองค์ประกอบของไอออนสังกะสีที่มีความเข้มข้น 100 ส่วนในล้านส่วน (ppm) ปริมาตร 5 ลิตรและเก็บตัวอย่างสารป้อนมาเข้าเริ่มต้นเพื่อนำไปวิเคราะห์
- (2) เตรียมสารละลายสตริปซึ่งเป็นสารละลายกรดกำมะถันความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร ปริมาตร 5 ลิตรและเก็บตัวอย่างสารละลายสตริปมาเข้าเริ่มต้นเพื่อนำไปวิเคราะห์
- (3) เตรียมเยื่อแผ่นเหลว ซึ่งเป็นสารละลายผสมของสารสกัดความเข้มข้น 0.1% โดยปริมาตร ใน Kerosene Jet A-1 แล้วฉีดตรงในรูพรมจุลภาคของเส้นใยกลวงในชุดทดลอง
- (4) ป้อนสารป้อนและสารละลายสตริป เข้าสู่ชุดการทดลองเส้นใยกลวงพร้อมกัน โดยมีอัตราการไหลเท่ากันเท่ากับ 100 มิลลิลิตรต่อนาที และมีลักษณะการไหลเป็นแบบสวนทางกัน โดยการทดลองสารป้อนและสารละลายสตริปไหลผ่านชุดทดลองเส้นใยกลวงแบบไหลผ่านครั้งเดียว เก็บตัวอย่างสารป้อนออกและสารละลายสตริปออกสุดท้ายเพื่อนำไปวิเคราะห์
- (5) ทำการทดลองเช่นเดียวกันแต่เพิ่มปริมาณความเข้มข้นของสารสกัดเป็น 0.5, 0.1, 0.5, 10.0, 15.0, 20.0, และ 25.0% โดยปริมาตรตามลำดับ
- (6) นำตัวอย่างที่เก็บได้จากการทดลองทั้งหมดนำไปวิเคราะห์ตรวจวัดความเข้มข้นของไอออนสังกะสีด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectro- Photometer



รูปที่ 3-3 แสดงการปฏิบัติการไหลในลักษณะไหลผ่านครั้งเดียว (One-through-mode) ซึ่งของไหลในกระบวนการมีทิศทางการไหลสวนทางกันในชุดอุปกรณ์เส้นใยกลวง โดยที่ ① คือถังของสารป้อนขาเข้า, ② คือปั๊มสุบ, ③ คือเกจวัดความดันขาเข้า, ④ คือเกจวัดความดันขาออก, ⑤ คือ มาตรวัดอัตราการไหล, ⑥ คือถังของสารละลายสตรีป ขาออก, ⑦ คือชุดอุปกรณ์เส้นใยกลวง, ⑧ คือถังของสารป้อนขาออก, ⑨ คือถังของสารละลายสตรีปขาเข้า

3.3.3 เพื่อศึกษาปริมาณความเข้มข้นของสารสกัดที่เหมาะสมต่อการสกัดและการนำกลับไปไอออนสังกะสีด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลวง โดยมีขั้นตอนการดำเนินการดังนี้

- (1) เตรียมสารป้อนซึ่งเป็นสารละลายที่มีองค์ประกอบของไอออนสังกะสีที่มีความเข้มข้น 100 ส่วนในล้านส่วน (ppm) ปริมาตร 5 ลิตรและเก็บตัวอย่างสารป้อนเข้าเริ่มต้นเพื่อนำไปวิเคราะห์
- (2) เตรียมสารละลายศตริปซึ่งเป็นสารละลายกรดกำมะถันความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร ปริมาตร 5 ลิตรและเก็บตัวอย่างสารละลายศตริปเข้าเริ่มต้นเพื่อนำไปวิเคราะห์
- (3) เตรียมเยื่อแผ่นเหลว ซึ่งเป็นสารละลายผสมของสารสกัดความเข้มข้น 0.1% โดยปริมาตร ใน Kerosene Jet A-1 แล้วยัดครึ่งในรูพรุนจุลกษของเส้นใยกลวงในชุดทดลอง
- (4) ป้อนสารป้อนและสารละลายศตริป เข้าสู่ชุดการทดลองเส้นใยกลวงพร้อมกัน โดยมีอัตราการไหลเท่ากันเท่ากับ 100 มิลลิลิตรต่อนาที และมีลักษณะการไหลเป็นแบบสวนทางกัน โดยการทดลองสารป้อนและสารละลายศตริปไหลผ่านชุดทดลองเส้นใยกลวงแบบไหลผ่านครั้งเดียว
- (5) ทำการทดลองเช่นเดียวกันแต่เพิ่มปริมาณความเข้มข้นของสารสกัดเป็น 0.3, 0.5, 0.7, 0.9 และ 1.0% โดยปริมาตรตามลำดับ
- (6) นำตัวอย่างที่เก็บได้จากการทดลองทั้งหมดนำไปวิเคราะห์ตรวจวัดความเข้มข้นของไอออนสังกะสีด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectro- Photometer

3.3.4 เพื่อศึกษาผลของการใช้สารละลายผสมระหว่างกรดอะซิติกกับโซเดียมอะซิเตต ต่อการสกัดและการนำกลับของไอออนสังกะสีด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยถั่วที่ปริมาณความเข้มข้นของสารสกัดต่างๆ โดยมีขั้นตอนการดำเนินการดังนี้

- (1) เตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ จากการผสมกรดอะซิติกกับ โซเดียมอะซิเตต ความเข้มข้นเท่ากับ 0.2 โมลต่อลิตร อัตราส่วนผสมเท่ากับ 1:2.39 โดยปริมาตร สารละลายบัฟเฟอร์ที่ได้จะมีค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 5
- (2) เตรียมสารป้อน โดยมีสัดส่วนของสารละลายผสมกรดอะซิติกกับโซเดียมอะซิเตต กับสารละลายที่มีองค์ประกอบของไอออนสังกะสีอัตราส่วน 1:50 (0.02) โดยสารละลายผสมรวมจะมีปริมาณไอออนสังกะสีเท่ากับ 100 ส่วนในล้านส่วน (ppm) ปริมาตร 5 ลิตรและเก็บตัวอย่างสารป้อนเข้าเริ่มต้นเพื่อนำไปวิเคราะห์
- (3) เตรียมสารละลายสตริปซึ่งเป็นสารละลายกรดกำมะถันความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร ปริมาตร 5 ลิตรและเก็บตัวอย่างสารละลายสตริปเข้าเริ่มต้นเพื่อนำไปวิเคราะห์
- (4) เตรียมเยื่อแผ่นเหลว ซึ่งเป็นสารละลายผสมของสารสกัดความเข้มข้น 0.1% โดยปริมาตร ใน Kerosene Jet A-1 แล้วฉีดครึ่งในรูปพ่นจุลภาคของเส้นใยถั่วในชุดทดลอง
- (5) ป้อนสารป้อนและสารละลายสตริป เข้าสู่ชุดการทดลองเส้นใยถั่วพร้อมกัน โดยมีอัตราการไหลเท่ากันเท่ากับ 100 มิลลิลิตรต่อนาที และมีลักษณะการไหลเป็นแบบสวนทางกัน โดยการทดลองสารป้อนและสารละลายสตริปไหลผ่านชุดทดลองเส้นใยถั่วแบบไหลผ่านครั้งเดียว
- (6) ทำการทดลองเช่นเดียวกันแต่เพิ่มปริมาณความเข้มข้นของสารสกัดเป็น 0.3, 0.5, 0.7, 0.9 และ 1.0% โดยปริมาตรตามลำดับ

- (7) นำตัวอย่างที่เก็บได้จากการทดลองทั้งหมดนำไปวิเคราะห์ตรวจวัดความเข้มข้นของไอออนสังกะสีด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectro- Photometer

3.3.4 เพื่อศึกษาสัดส่วนโดยปริมาตรของสารป้อนกับสารละลายสไตริปผสมกรดอะซิติกกับโซเดียมอะซิเตตต่อการสกัดแยกไอออนสังกะสีด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลวง โดยมีขั้นตอนการดำเนินการดังนี้

- (1) เตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ จากการผสมกรดอะซิติกกับโซเดียมอะซิเตต ความเข้มข้นเท่ากับ 0.2 โมลต่อลิตร อัตราส่วนผสมเท่ากับ 1:2.39 โดยปริมาตร
- (2) เตรียมสารป้อนโดยมีสัดส่วนโดยปริมาตรของสารละลายผสมกรดอะซิติกกับโซเดียมอะซิเตต กับสารละลายที่มีองค์ประกอบของไอออนสังกะสีอัตราส่วน 1:100 (0.01) โดยสารละลายผสมรวมจะมีปริมาณไอออนสังกะสีเท่ากับ 100 ส่วนในล้านส่วน (ppm) ปริมาตร 5 ลิตรและเก็บตัวอย่างสารป้อนมาเข้าเริ่มต้นเพื่อนำไปวิเคราะห์
- (3) เตรียมสารละลายสไตริปซึ่งเป็นสารละลายกรดกำมะถันความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร ปริมาตร 5 ลิตรและเก็บตัวอย่างสารละลายสไตริปมาเข้าเริ่มต้นเพื่อนำไปวิเคราะห์
- (4) เตรียมเยื่อแผ่นเหลว ซึ่งเป็นสารละลายผสมของสารสกัดความเข้มข้น 0.5% โดยปริมาตร ใน Kerosene Jet A-1 แล้วขีตตรงในรูพรุนจุลภาคของเส้นใยกลวงในชุดทดลอง
- (5) ป้อนสารป้อนและสารละลายสไตริป เข้าสู่ชุดการทดลองเส้นใยกลวงพร้อมกัน โดยมีอัตราการไหลเท่ากันเท่ากับ 100 มิลลิลิตรต่อนาที และมีลักษณะการไหลเป็นแบบสวนทางกัน โดยการทดลองสารป้อนและสารละลายสไตริปไหลผ่านชุดทดลองเส้นใยกลวงแบบไหลผ่านครั้งเดียว

- (6) ทำการทดลองเช่นเดียวกันแต่เปลี่ยนสัดส่วนโดยปริมาตรของสารละลายผสมกรดอะซิติคกับโซเดียมอะซิเตดกับสารละลายที่มีองค์ประกอบของไอออนสังกะสี เป็น 1:50(0.02), 1:25 (0.04), 1: 16.67 (0.06) และ 1:12.50 (0.08) ตามลำดับ
- (7) นำตัวอย่างที่เก็บได้จากการทดลองทั้งหมดนำไปวิเคราะห์ตรวจวัดความเข้มข้นของไอออนสังกะสีด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectro- Photometer

3.3.5 เพื่อศึกษาถึงผลของอัตราการไหลต่อการสกัดแยกไอออนสังกะสีด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลวง โดยมีขั้นตอนการดำเนินการดังนี้

- (1) เตรียมสารป้อนซึ่งเป็นสารละลายที่มีองค์ประกอบของไอออนสังกะสีที่มีความเข้มข้น 100 ส่วนในล้านส่วน (ppm) ปริมาตร 5 ลิตรและเก็บตัวอย่างสารป้อนมาเข้าเริ่มต้นเพื่อนำไปวิเคราะห์
- (2) เตรียมสารละลายสตริป ซึ่งเป็นสารละลายกรดกำมะถันความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร ปริมาตร 5 ลิตรและเก็บตัวอย่างสารละลายสตริปมาเข้าเริ่มต้นเพื่อนำไปวิเคราะห์
- (3) เตรียมเยื่อแผ่นเหลว ซึ่งเป็นสารละลายผสมของสารสกัดความเข้มข้น 0.7% โดยปริมาตร ใน Kerosene Jet A-1 แล้วยัดครึ่งในรูพรุนจุดภาคของเส้นใยกลวงในชุดทดลอง
- (4) ป้อนสารป้อนและสารละลายสตริป เข้าสู่ชุดการทดลองเส้นใยกลวงพร้อมกัน โดยมีอัตราการไหลเท่ากันเท่ากับ 100 มิลลิลิตรต่อนาที และมีลักษณะการไหลเป็นแบบสวนทางกัน โดยการทดลองสารป้อนและสารละลายสตริปไหลผ่านชุดทดลองเส้นใยกลวงแบบไหลผ่านครั้งเดียว

- (5) ทำการทดลองเช่นเดียวกันแต่เปลี่ยนอัตราการใช้ของสารป้อนและสารละลาย
สตริปเป็น 300, 500, 700, และ 900 มิลลิกรัมต่ออนาที ตามลำดับ
- (6) นำตัวอย่างที่เก็บได้จากการทดลองทั้งหมดนำไปวิเคราะห์ตรวจวัดความเข้มข้น
ของไอออนสังกะสีด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectro- Photometer



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย