

บทที่ 2

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการ

2.1 วัสดุ

2.1.1 สารเคมี

| | |
|--|--------------------------------|
| เอทานอล (เกรดเชิงวิเคราะห์, ร้อยละ 99.8 โดยน้ำหนัก) | บริษัทผู้ผลิต Merck KGaA |
| เอทานอล (เกรดทางการค้า, ร้อยละ 95 โดยน้ำหนัก) | บริษัทผู้ผลิต องค์การเภสัชกรรม |
| 1-โพรพานอล (เกรดเชิงวิเคราะห์, ร้อยละ 99.4 โดยน้ำหนัก) | บริษัทผู้ผลิต J. T. Baker |
| พาราฟินเหลว (เกรดทางการค้า, ร้อยละ 100 โดยน้ำหนัก) | บริษัทผู้ผลิต Murcur |

2.2 อุปกรณ์

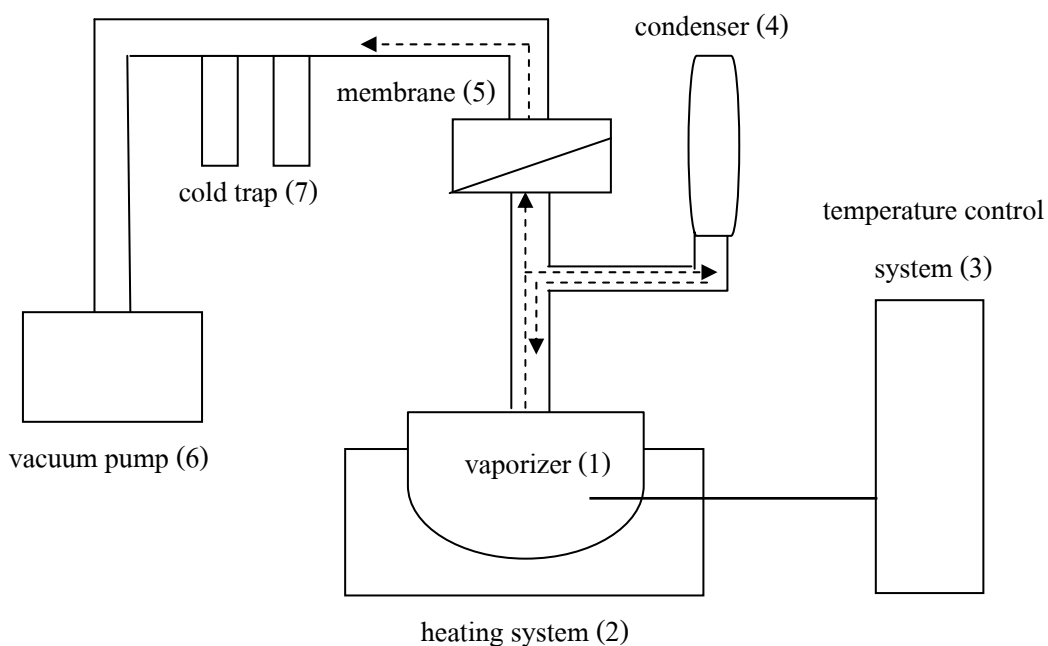
2.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ทั่วไป

| | | |
|--------------------------------|---------------------------------|-------------------------------------|
| เครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี | บริษัทผู้ผลิต Hewlett Packard | รุ่น HP 6890 |
| เครื่อง Karl Fisher Coulometer | บริษัทผู้ผลิต Mettler Toledo | รุ่น DL39 |
| ตู้อบ | บริษัทผู้ผลิต Memmert | รุ่น ULM 500 |
| เครื่องชั่งละเอียด 2 ตำแหน่ง | บริษัทผู้ผลิต Mettler Toledo | รุ่น PG 5002- S |
| เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง | บริษัทผู้ผลิต Denver Instrument | รุ่น TB - 224 |
| ปั๊มสุญญากาศ | บริษัทผู้ผลิต Alcatel | รุ่น 2012A |
| เครื่องอ่านอุณหภูมิ | บริษัทผู้ผลิต Comark | รุ่น A126 |
| อุปกรณ์ให้ความร้อน | บริษัทผู้ผลิต Favorit | รุ่น HS0707V2 |
| ไมโครปิเปต | บริษัทผู้ผลิต Mettler Toledo | รุ่น GmbH (Volumate 10 – 100 µl) |

รายละเอียดเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีและเครื่อง Karl Fisher Coulometer แสดงในภาคผนวก ก

2.2.2 อุปกรณ์เวเปอร์เพอมีเอชัน

ระบบเวเปอร์เพอมีเอชันใช้เมมเบรนสังเคราะห์แบบแผ่น โดยสารละลายจะถูกป้อนเข้าสู่หัวระเหย และทำให้ความร้อนแก่สารละลายเกิดเป็นไอไหลผ่านบริเวณผิวหน้าของเมมเบรน แผ่นผังการจัดอุปกรณ์แสดงดังภาพประกอบ 2.1 มีลักษณะการทำงานดังนี้คือ สารละลายถูกป้อนเข้าสู่หัวระเหย (1) และทำให้ความร้อนแก่สารละลายด้วยอุปกรณ์ให้ความร้อน (2) ซึ่งถูกควบคุมอุณหภูมิด้วยชุดอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ (3) สารละลายเปลี่ยนสถานะจากของเหลวกลายเป็นไอซึ่งไอถูกแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ ส่วนแรกไอจะระเหยไปสู่เครื่องควบแน่น (4) เพื่อลดความดันภายในระบบและไอทั้งหมดจะถูกควบแน่นกลับลงสู่หัวระเหย ส่วนที่สองไอระเหยไปสู่ผิวหน้าเมมเบรนสังเคราะห์ (5) และแพร่ผ่านเมมเบรน (เรียกว่า เพอมีเอท) ในสถานะไอ แรงขับเคลื่อนในการถ่ายเทเป็นผลต่างของความดันโดยปั๊มสุญญากาศ (6) โดยทำการควบคุมความดันทางด้านเพอมีเอทไม่เกิน 20 มิลลิเมตรปรอทและเคลื่อนที่สะสมในภาชนะปิด (cold trap) (7) เป็นเวลาทั้งหมด 4 ชั่วโมงทำการแบ่งเก็บตัวอย่างทุกๆ 1 ชั่วโมงและกลายเป็นของแข็งโดยน้ำแข็งแห้ง (dry ice) ที่อุณหภูมิ -78.5 องศาเซลเซียสและถูกควบแน่นกลับเป็นของเหลวด้วยน้ำ หลังจากนั้นนำเพอมีเอทมาชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งละเอียด 2 ตำแหน่งพร้อมบันทึกผลการทดลอง และทำการวิเคราะห์เพอมีเอทและสารป้อนด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี (GC)



ภาพประกอบ 2.1 แผนผังระบบเวเปอร์เพอมีเอชัน

2.2.3 เมมเบรนสังเคราะห์

2.2.3.1 เมมเบรนที่ใช้ในการทดลองเป็นเมมเบรนชนิด poly (vinyl alcohol) ชนิด (pervap[®] 2211) และ (pervap[®] 2216) ซึ่งมีคุณสมบัติชอบน้ำ (hydrophilic) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 16 เซนติเมตร พื้นที่ผิวของเมมเบรน (effective membrane area) 0.02 ตารางเมตร ผลิตโดยบริษัท Sulzer Chemtech ข้อกำหนดและลักษณะการใช้งานของเมมเบรนทั้งสองชนิดแสดงดังตาราง 2.1

ตาราง 2.1 ตารางแสดงคุณสมบัติของเมมเบรนสำหรับการทดลองเวเปอร์เฟอมีเอชัน

| คุณสมบัติของเมมเบรน | ชนิดของเมมเบรน | |
|---|--|--|
| | poly (vinyl alcohol) (pervap [®] 2211) | poly (vinyl alcohol) (pervap [®] 2216) |
| ลักษณะการใช้งาน | | |
| อุณหภูมิสูงสุดที่ใช้งานในช่วงเวลานาน (องศาเซลเซียส) | 100 | 100 |
| อุณหภูมิสูงสุดที่ใช้งานในช่วงเวลาสั้น (องศาเซลเซียส) | 105 | 105 |
| ปริมาณน้ำสูงสุดในสารป้อน (ร้อยละโดยน้ำหนัก) | ≤ 40 | ≤ 40 |
| ข้อกำหนด | | |
| aprotic solvents (e.q. DMF, DMSO) | ≤ 1% | ≤ 0.1% |
| organic acids (e.q. acetic acid) | ≤ 10% | ≤ 10% |
| formic acid | ≤ 0.1% | ≤ 0.1% |
| mineral acids (e.q. H ₂ SO ₄) | ≤ 1% | ≤ 1% |
| alkali (e.q. NaOH) | ≤ 10 ppm | ≤ 10 ppm |
| aliphatic amines (e.q. triethylamin) | ≤ 1% | ≤ 1% |
| aromatic amines (e.q. pyridine) | ≤ 50% | ≤ 50% |

ที่มา : บริษัท Sulzer Chemtech, 2003

- 2.2.3.2 เมมเบรนชนิด poly (vinyl alcohol) (pervap[®] 2211) และ (pervap[®] 2216) เป็นเมมเบรนเชิงประกอบชนิดพอลิเมอร์ประกอบด้วยวัสดุ 3 ชั้น คือ
- ชั้นผิวหน้า ทำจากวัสดุ PVA (poly (vinyl alcohol))
 - ชั้นกลาง ทำจากวัสดุ PAN (polyacrylonitrile)
 - ชั้นรองรับ ทำจากวัสดุ Ryton (polyphenylene sulfide)

2.3 วิธีการวิจัย

2.3.1 ศึกษาการอิมตัวของเมมเบรนด้วยน้ำกลั่น

นำเมมเบรนชนิด poly (vinyl alcohol) (pervap[®] 2211) และ (pervap[®] 2216) มาแช่น้ำกลั่นทำการบันทึกผลทุกๆ 10 นาที จากนั้นนำเมมเบรนซึ่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งที่มีความละเอียด 4 ตำแหน่งจนกระทั่งน้ำหนักมีค่าคงที่

2.3.2 ศึกษาสัณฐานวิทยา (morphology) ของเมมเบรนทั้งสองชนิดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) รุ่น JSM-5800 LV

ส่งตัวอย่างวิเคราะห์ ที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

2.3.3 การเตรียมสารละลายเอทานอล-น้ำ

เตรียมสารละลายเอทานอลร้อยละ 10 20 30 40 50 60 70 80 90 และ 100 โดยน้ำหนัก ซึ่งเริ่มแรกเตรียมสารละลายเอทานอล-น้ำ ปริมาณ 1,000 กรัม โดยการนำเอทานอลเกรดเชิงวิเคราะห์มาเติมน้ำกลั่น ปริมาตรของเอทานอลและน้ำสำหรับแต่ละความเข้มข้นแสดงดังตาราง 2.2

ตาราง 2.2 ปริมาณของเอทานอลและน้ำสำหรับเตรียมสารละลายเอทานอลที่ความเข้มข้นต่างๆ สำหรับการทดลองระบบเวเปอร์เพอมีเอชัน

| ความเข้มข้นของเอทานอล (ร้อยละ โดยน้ำหนัก) | มวลของเอทานอลเกรดเชิงการค้า (กรัม) | มวลของน้ำ (กรัม) |
|---|------------------------------------|------------------|
| 60 | 632 | 368 |
| 70 | 737 | 263 |
| 80 | 842 | 158 |
| 94 | 1000 | 0 |

2.3.4 ศึกษาประสิทธิภาพการแยกสารละลายเอทานอล - น้ำโดยวิธีเวเปอร์เพอมีเอชันผ่านเมมเบรนชนิด poly (vinyl alcohol) (pervap[®] 2211)

ศึกษาผลของความเข้มข้นและอุณหภูมิในสารละลายป้อน ต่อเพอมีเอทฟลักซ์และค่าการแยกของน้ำเทียบกับเอทานอลผ่านเมมเบรนชนิด poly (vinyl alcohol) (pervap[®] 2211) โดยทำการศึกษาที่ความเข้มข้นของน้ำในสารละลายป้อนร้อยละ 6 20 30 และ 40 โดยน้ำหนัก (อุณหภูมิในการทดลองอยู่ที่ 77.8 ± 1 องศาเซลเซียส 78.8 ± 1 องศาเซลเซียส 79.6 ± 1 องศาเซลเซียส และ 80.0 ± 1 องศาเซลเซียส ตามลำดับ อุณหภูมิและความเข้มข้นของน้ำในสารละลายป้อนสอดคล้องกับสัดส่วนเชิงมวลของสารละลายเอทานอลในรูปของเหลว - ไอที่อุณหภูมิต่างๆ ดังแสดงในตาราง ข.2) ควบคุมความดันทางด้านเพอมีเอทไม่เกิน 20 มิลลิเมตรปรอท เพอมีเอทจะถูกสะสมใน cold trap เป็นเวลาทั้งหมด 4 ชั่วโมงโดยทำการแบ่งเก็บตัวอย่างทุกๆ 1 ชั่วโมง

(1) ก่อนทำการทดลองแช่เมมเบรนในน้ำกลั่น เพื่อให้เมมเบรนอิ่มตัวด้วยน้ำพร้อมทั้งบรรจุสารละลายเอทานอลเข้าสู่หม้อระเหย ซึ่งลักษณะการทำงานแสดงในภาพประกอบ 2.1 โดยมีวิธีการทดลองดังนี้คือ ดำเนินการทดลองที่ความเข้มข้นของน้ำในสารละลายป้อนร้อยละ 6 โดยน้ำหนักปริมาณ 1,000 กรัม (อุณหภูมิในการทดลองอยู่ที่ 77.8 ± 1 องศาเซลเซียส) เป็นเวลาทั้งหมด 4 ชั่วโมงโดยทำการเก็บตัวอย่างสารละลายด้านเพอมีเอททุกๆ 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นจึงนำตัวอย่างด้านเพอมีเอทมาชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งละเอียด 2 ตำแหน่งบันทึกผลการทดลอง วิเคราะห์สารละลายป้อนและเพอมีเอทด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีพร้อมบันทึกผลการทดลอง

(2) ทำซ้ำข้อ (1) โดยเปลี่ยนความเข้มข้นของน้ำในสารละลายป้อนเป็นร้อยละ 20 30 และ 40 โดยน้ำหนัก (อุณหภูมิในการทดลองอยู่ที่ 78.8 ± 1 องศาเซลเซียส 79.6 ± 1 องศาเซลเซียส และ 80.0 ± 1 องศาเซลเซียส ตามลำดับ)

2.3.5 ศึกษาประสิทธิภาพการแยกสารละลายเอทานอล - น้ำโดยวิธีเวเปอร์เพอมีเอชันผ่านเมมเบรนชนิด poly (vinyl alcohol) (pervap[®] 2216)

ศึกษาผลของความเข้มข้นและอุณหภูมิในสารละลายป้อน ต่อเพอมีเอทฟลักซ์และค่าการแยกของน้ำเทียบกับเอทานอลผ่านเมมเบรนชนิด poly (vinyl alcohol) (pervap[®] 2216) กระทำการทดลองเช่นเดียวกับเมมเบรนชนิด poly (vinyl alcohol) (pervap[®] 2211)