

บทที่ 2

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการ

2.1 วัสดุ

2.1.1 สารเคมี

เอทานอล (เกรดเชิงวิเคราะห์, 99.8 %โดยน้ำหนัก)	บริษัทผู้ผลิต	Merck KGaA
เอทานอล (เกรดทางการค้า)	บริษัทผู้ผลิต	องค์การเภสัชกรรม
2-โพรพานอล (เกรดเชิงวิเคราะห์, 100 %โดยน้ำหนัก)	บริษัทผู้ผลิต	J. T. Baker
ซิลิโคน (เกรดซีแลนท์, L6301)	บริษัทผู้ผลิต	Sony Chemicals
เฮกเซน (เกรดเชิงวิเคราะห์, 99.0 %โดยน้ำหนัก)	บริษัทผู้ผลิต	Lab Scan

2.2 อุปกรณ์

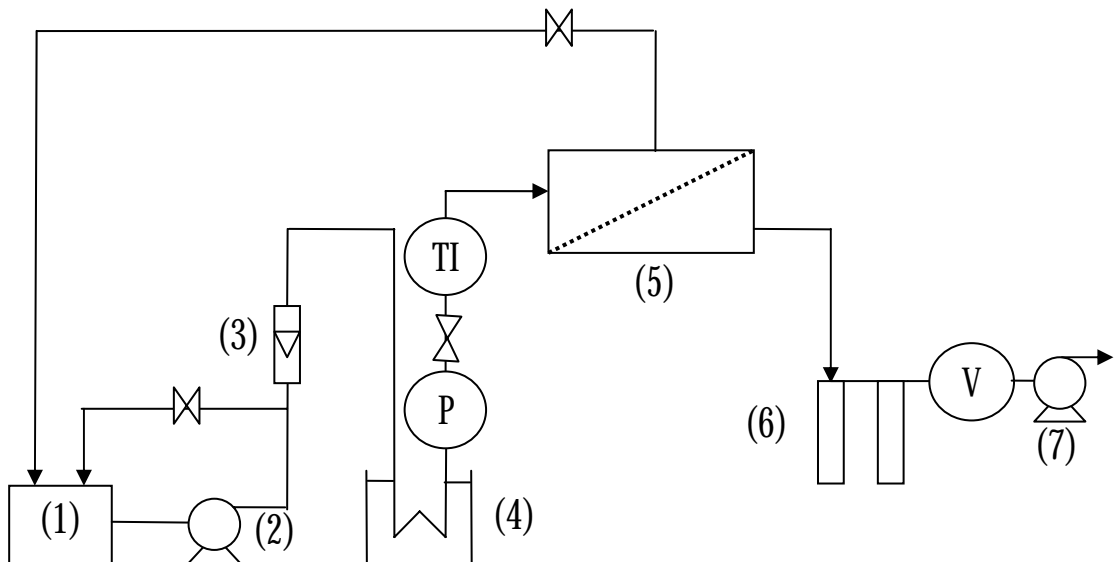
2.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ทั่วไป

เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี	บริษัทผู้ผลิต	Hewlett Packard	รุ่น	5790A
ตู้อบ	บริษัทผู้ผลิต	Memmert	รุ่น	ULM 500
เครื่องชั่งละเอียด 2 ตำแหน่ง	บริษัทผู้ผลิต	Mettler	รุ่น	PG 5002- S
ปั๊มป้อนสารละลาย	บริษัทผู้ผลิต	Tacmina	รุ่น	SXD1-32
ปั๊มสุญญากาศ	บริษัทผู้ผลิต	Alcatel	รุ่น	20 12A
เครื่องวัดอุณหภูมิ	บริษัทผู้ผลิต	Comark	รุ่น	A126
เครื่องกวน (hot plate stirrer)	บริษัทผู้ผลิต	Harikul	รุ่น	HS-115
มอเตอร์กวนพร้อมใบพัด	บริษัทผู้ผลิต	Voss	รุ่น	2020
เครื่อง Karl Fisher Coulometer	บริษัทผู้ผลิต	Mettler	รุ่น	DL39
ตู้อบสุญญากาศ	บริษัทผู้ผลิต	Napco	รุ่น	5831
เดซีเคเตอร์				

2.2.2 อุปกรณ์เพื่อแวนพอเรชัน

เป็นระบบเพื่อแวนพอเรชันซึ่งใช้เมมเบรนสังเคราะห์แบบแผ่น โดยสารละลายจะถูกป้อนเข้าสู่ด้านป้อนและไหลผ่านผิวหน้าเมมเบรน แผ่นผังการจัดอุปกรณ์แสดงดังภาพประกอบ 2.1 มีลักษณะการทำงานดังนี้คือ ปั๊ม (2) จะดูดสารละลายจากถังป้อน (1) ผ่านเครื่องวัดอัตราการไหลของสารละลายป้อน (3) ผ่านถึงน้ำร้อน (4) เพื่อควบคุมอุณหภูมิของสารละลายป้อน แล้วเข้าสู่หน่วยของเมมเบรนสังเคราะห์ (5) รีเทนเททจะไหลกลับเข้าสู่ถังป้อนเพื่อมิเอทในสถานะไอซึ่งผ่านเมมเบรนถูกดูดด้วยปั๊มสุญญากาศ (7) จะถูกควบแน่นในภาชนะ

ปิด (cold trap) (6) กลายเป็นของเหลวโดยน้ำแข็งแห้ง (dry ice) ที่อุณหภูมิ $-78.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ หลังจากนั้นนำเพอมีเอทมาซึ่งโดยเครื่องซึ่งซึ่งมีความละเอียด 2 ตำแหน่ง

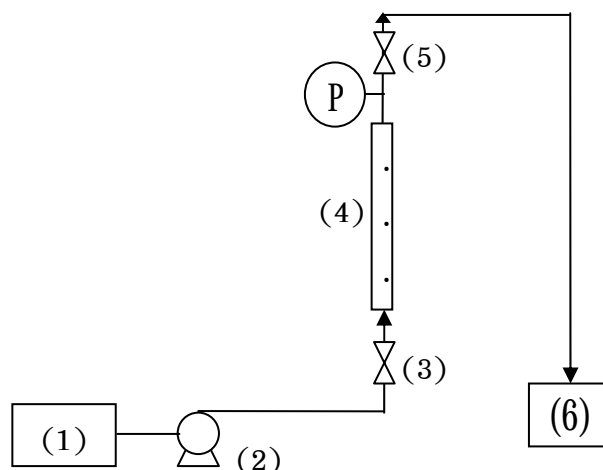


P = Pressure Gauge TI = Temperature Indicator V = Vacuum Gauge

ภาพประกอบ 2.1 แสดงผังเพอแวปพอร์เรชั่น

2.2.3 อุปกรณ์การดูดซับ

เป็นกระบวนการดูดซับในวัฏภาคของเหลว โดยสารละลายจะถูกป้อนเข้าสู่หน่วยดูดซับซึ่งมีลักษณะเป็นท่อแอสตันเลส มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 4.2 เซนติเมตร และยาว 46.5 เซนติเมตร ภายในบรรจุตัวดูดซับซึ่งเป็น molecular sieve ชนิด 3°A zeolite แผนผังการจัดอุปกรณ์แสดงดังภาพประกอบ 2.2 มีลักษณะการทำงานดังนี้คือ ปัม (2) จะดูดสารละลายจากถังป้อน (1) ผ่านวาล์ว (3) เข้าสู่หน่วยดูดซับ (4) และเมื่อสารละลายไหลผ่านวาล์ว (5) เข้าสู่ถังรองรับสารละลาย (6) จึงปิดวาล์ว (5) จนกระทั่งความดันจะค่อยๆ เพิ่มขึ้นจนถึงระดับหนึ่งตามที่ต้องการแล้วจึงทำการปิดวาล์ว (3) ตามลำดับ สารละลายจะถูกสะสมอยู่ในหน่วยดูดซับจนครบเวลาการทดลองตามที่กำหนด หลังจากนั้นจึงนำสารละลายหลังจากผ่านการดูดซับมาวัดปริมาตร



ภาพประกอบ 2.2 แสดงหน่วยดูดซับสำหรับการทดลอง

2.2.4 เมมเบรนสังเคราะห์

เมมเบรนสังเคราะห์แบบแผ่น 2 ชนิด คือ

2.2.4.1 เมมเบรนเชิงประกอบชนิด silicone/polysulfone ซึ่งมีคุณสมบัติความไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) ได้มีการเตรียมในงานวิจัยนี้ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 8.9 เซนติเมตร พื้นที่ผิวของเมมเบรน (effective membrane area) 0.005542 ตารางเมตร

2.2.4.2 เมมเบรนชนิด polyvinyl alcohol (Pervap[®] 2211) ซึ่งมีคุณสมบัติชอบน้ำ (hydrophilic) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 16 เซนติเมตร พื้นที่ผิวของเมมเบรน (effective membrane area) 0.018627 ตารางเมตร ผลิตโดยบริษัท Sulzer Chemtech สามารถใช้งานได้อุณหภูมิสูงสุด 100 °C

2.2.5 ตัวดูดซับ (adsorbent)

เป็น molecular sieve ชนิด 3 °A zeolite มีลักษณะเป็นแท่งทรงกระบอกซึ่งแสดงในภาพประกอบ 2.3 ซึ่งมีความชอบน้ำ (hydrophilic) กล่าวคือจะดูดซับโมเลกุลที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางน้อยกว่า 3 °A เช่น น้ำ และโมเลกุลที่ไม่ถูกดูดซับคือโมเลกุลที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางมากกว่า 3 °A เช่น เอทานอล ผลิตโดยบริษัท UOP ซึ่งมีคุณสมบัติทางกายภาพแสดงดังตาราง 2.1



ภาพประกอบ 2.3 molecular sieve ชนิด 3 °A zeolite

ตาราง 2.1 คุณสมบัติทางกายภาพของ molecular sieve ชนิด 3 °A zeolite

คุณสมบัติทางกายภาพ	1/8" pellets
bulk density (lbs/ft ³)	41
particle diameter (mm)	3.7
Crush strength (lbs)	20
Pore diameter (°A)	3
Heat of adsorption (Btu/lb H ₂ O)	1,800
Equilibrium H ₂ O capacity (wt %)	20
Water content, as shipped (wt %)	น้อยกว่า 1.5

ที่มา: บริษัท UOP, USA

2.3 วิธีการวิจัย

2.3.1 การเตรียมเมมเบรนเชิงประกอบ silicone/polysulfone

เตรียมสารละลายซิลิโคนร้อยละ 3 5 และ 7 โดยน้ำหนักในเฮกเซน และกวนสารละลายโดยใช้เครื่องกวน (hot plate stirrer) ที่อัตราการกวน 300 รอบต่อนาที แสดงดังภาพประกอบ 2.4 จนกระทั่งสารละลายผสมเป็นเนื้อเดียวกัน หลังจากนั้นเคลือบสารละลายลงบนแผ่นพอลิซัลโฟนซึ่งใช้เป็นเมมเบรนชั้นรองรับด้วยวิธีการทา หลังจากนั้นอบที่อุณหภูมิ 65 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



ภาพประกอบ 2.4 การเตรียมสารละลายซิลิโคนในเฮกเซน

2.3.2 ศึกษาสัณฐานวิทยา (morphology) ของเมมเบรน silicone/polysulfone ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) รุ่น JSM-5800 LV

2.3.3 การเตรียมสารละลายเอทานอล-น้ำ

เตรียมสารละลายเอทานอล 5 10 20 30 55 60 70 80 90 และ 95 %โดยน้ำหนัก ซึ่งเริ่มแรกเตรียมสารละลายเอทานอล-น้ำ โดยเศษส่วนเชิงปริมาตร ปริมาณ 4 ลิตร โดยการนำเอทานอลเกรดทางการค้ามาเติมน้ำกลั่น ซึ่งปริมาตรของเอทานอลและน้ำสำหรับแต่ละความเข้มข้นแสดงดังตาราง 2.2

ตาราง 2.2 ปริมาตรของเอทานอลและน้ำสำหรับเตรียมสารละลายเอทานอลที่ความเข้มข้นต่างๆ สำหรับทดลองแพอแพพอเรชัน

ความเข้มข้นของเอทานอล (%โดยน้ำหนัก)	ปริมาตรของเอทานอล เกรดทางการค้า (ลิตร)	ปริมาตรของน้ำ (ลิตร)
5	0.21	3.79
10	0.42	3.58
20	0.84	3.16
30	1.26	2.74
55	2.32	1.68
60	2.53	1.47
70	2.95	1.05
80	3.37	0.63
90	3.79	0.21
95	4.00	0

ก่อนทำการทดลองบรรจุสารละลายเอทานอลความเข้มข้นที่ต้องการทดลองลงในถังป้อน และเปิดปั๊มเพื่อดูดสารละลายป้อนให้ไหลวนภายในระบบเป็นเวลา 30 นาที และก่อนทำการทดลองทุกครั้งจะตรวจสอบความเข้มข้นอีกครั้งโดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (GC) จนได้ความเข้มข้นตามความต้องการ

2.3.4 ศึกษาประสิทธิภาพการแยกสารละลายเอทานอล-น้ำโดยกระบวนการ เพอแวกพอเรชัน

2.3.4.1 ศึกษาประสิทธิภาพการแยกสารละลายเอทานอล-น้ำโดยกระบวนการ เพอแวกพอเรชัน ผ่านเมมเบรนเชิงประกอบชนิด silicone/polysulfone

ก. ศึกษาผลของอุณหภูมิของสารละลายป้อนต่อเพอเมอเทฟลักซ์และค่าการแยกของเอทานอลเทียบกับน้ำ ผ่านเมมเบรนชนิด 3 %โดยน้ำหนักของ silicone/polysulfone โดยทำการศึกษาที่อุณหภูมิ 30 60 และ 70 ± 0.5 °C ที่ความเข้มข้นของเอทานอลในสารละลายป้อน 10 20 30 และ 55 %โดยน้ำหนัก ควบคุมอัตราการไหลของสารละลายป้อนคงที่ คือ 0.1 ลิตร/นาที ความดันทางด้านเพอเมอเทคือ 5.08-12.7 มิลลิเมตรปรอท เพอเมอเทจะถูกสะสมใน cold trap 90 นาที

(1) ก่อนทำการทดลองแช่เมมเบรนในน้ำ 30 นาที เพื่อให้เมมเบรนอิ่มตัวด้วยน้ำ พร้อมทั้งบรรจุสารละลายเอทานอลในถังป้อน ซึ่งลักษณะการทำงานแสดงในภาพประกอบ 2.1 โดยมีวิธีการทดลองดังนี้คือ เปิดปั๊ม ดำเนินการทดลองที่อุณหภูมิ 30 ± 0.5 °C เป็นเวลา 90 นาที ขณะทำการทดลองเก็บตัวอย่างสารละลายป้อน รีเทนเทท พร้อมกันที่ นาทีที่ 75 หลังจากนั้นจึงนำตัวอย่างเพอเมอเทมาชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งละเอียด 2 ตำแหน่ง และบันทึกผล วิเคราะห์สารละลายป้อน รีเทนเททและเพอเมอเทด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (GC)

(2) ทำซ้ำข้อ (1) โดยเปลี่ยนอุณหภูมิของสารละลายป้อนเป็น 60 และ 70 °C

(3) ทำซ้ำข้อ (1)-(2) โดยเปลี่ยนความเข้มข้นของเอทานอลในสารละลายป้อนเป็น 20 30 และ 55 %โดยน้ำหนัก

ข. ศึกษาผลของปริมาณซิลิโคนที่เคลือบลงบนพอลิซัลโฟนต่อเพอเมอเทฟลักซ์และค่าการแยกของเอทานอลเทียบกับน้ำ

ในการศึกษาผลของปริมาณซิลิโคนที่เคลือบลงบนพอลิซัลโฟนต่อเพอเมอเทฟลักซ์และค่าการแยกของเอทานอลเทียบกับน้ำ ผ่านเมมเบรนชนิด 3 5 และ 7 %โดยน้ำหนักของ silicone/polysulfone ทำการทดลองดังภาพประกอบ 2.1 ที่อัตราการไหลของสารละลายป้อนคงที่คือ 0.1 ลิตร/นาที ความดันทางด้านเพอเมอเทคือ 5.08-12.7 มิลลิเมตรปรอท ดำเนินการทดลองที่อุณหภูมิ 70 ± 0.5 °C ที่ความเข้มข้นเอทานอลในสารละลายป้อน 10 20 30 และ 55 %โดยน้ำหนัก เพอเมอเทจะถูกสะสมใน cold trap 90 นาที

วิธีการทดลองเช่นเดียวกับข้อ ก. (1) ควบคุมอัตราการไหลของสารละลายป้อนคงที่คือ 0.1 ลิตร/นาที ความดันทางด้านเพอเมอเทคือ 5.08-12.7 มิลลิเมตรปรอท ปรับเปลี่ยนชนิดของเมมเบรนและความเข้มข้นของสารละลายป้อนจนครบทุกชนิดเมมเบรนและความเข้มข้นของสารละลายป้อน

ค. ศึกษาผลของความเข้มข้นของเอทานอลในสารละลายป้อนต่อ เพอมีเอทฟลักซ์และค่าการแยกของเอทานอลเทียบกับน้ำ

ในการศึกษาผลของความเข้มข้นของเอทานอลในสารป้อนต่อเพอมีเอทฟลักซ์ และค่าการแยกของเอทานอลเทียบกับน้ำ ผ่านเมมเบรนชนิด 3 5 และ 7 % โดยน้ำหนักของ silicone/polysulfone ทำการทดลองดังภาพประกอบ 2.1 ที่อัตราการไหลของสารละลายป้อน คงที่คือ 0.1 ลิตร/นาที ความดันทางด้านเพอมีเอท คือ 5.08-12.7 มิลลิเมตรปรอท ดำเนินการทดลองที่อุณหภูมิ 70 ± 0.5 °C ที่ความเข้มข้นเอทานอลในสารละลายป้อน 5 10 20 30 และ 55 % โดยน้ำหนัก

วิธีการทดลองเช่นเดียวกับข้อ ก. (1) ควบคุมอัตราการไหลของสารละลายป้อน คงที่คือ 0.1 ลิตร/นาที ความดันทางด้านเพอมีเอทคือ 5.08-12.7 มิลลิเมตรปรอท ปรับเปลี่ยนชนิดของเมมเบรนและความเข้มข้นของสารละลายป้อนจนครบทุกชนิดของเมมเบรน และความเข้มข้นของสารละลายป้อน

2.3.4.2 ศึกษาประสิทธิภาพการแยกสารละลายเอทานอล-น้ำโดยกระบวนการ เพอแวปพอเรชัน ผ่านเมมเบรนชนิด polyvinyl alcohol

ก. ศึกษาผลของอุณหภูมิของสารละลายป้อนต่อเพอมีเอทฟลักซ์และค่า การแยกของน้ำเทียบกับเอทานอล ผ่านเมมเบรนชนิด polyvinyl alcohol โดยทำการศึกษาที่ อุณหภูมิ 30 40 50 และ 60 ± 0.5 °C ที่ความเข้มข้นของน้ำในสารละลายป้อน 5 % โดย น้ำหนัก ควบคุมอัตราการไหลของสารละลายป้อนคงที่คือ 0.1 ลิตร/นาที ความดันทางด้าน เพอมีเอทคือ 5.08-12.7 มิลลิเมตรปรอท เพอมีเอทจะถูกสะสมใน cold trap 90 นาที

วิธีการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 2.3.4.1 ก. (1) ควบคุมอัตราการไหลของ สารละลายป้อนคงที่คือ 0.1 ลิตร/นาที ความดันทางด้านเพอมีเอทคือ 5.08-12.7 มิลลิเมตรปรอท ปรับเปลี่ยนอุณหภูมิของสารละลายป้อนจนครบทุกอุณหภูมิ

ข. ศึกษาผลของความเข้มข้นของน้ำในสารละลายป้อนต่อ เพอมีเอทฟลักซ์และค่าการแยกของน้ำเทียบกับเอทานอล ผ่านเมมเบรนชนิด polyvinyl alcohol โดยทำการศึกษาที่อุณหภูมิ 30 40 50 และ 60 ± 0.5 °C ที่ความเข้มข้นของน้ำในสารละลาย ป้อน 5 10 20 30 และ 40 % โดยน้ำหนัก ควบคุมอัตราการไหลของสารละลายป้อนคงที่ คือ 0.1 ลิตร/นาที ความดันทางด้านเพอมีเอทคือ 5.08-12.7 มิลลิเมตรปรอท เพอมีเอท จะถูกสะสมใน cold trap 90 นาที

วิธีการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 2.3.4.1 ก. (1) ควบคุมอัตราการไหลของสาร ละลายป้อนคงที่คือ 0.1 ลิตร/นาที ความดันทางด้านเพอมีเอทคือ 5.08-12.7 มิลลิเมตร ปรอท ปรับเปลี่ยนอุณหภูมิและความเข้มข้นของสารละลายป้อนจนครบทุกอุณหภูมิและความ เข้มข้น

2.3.5 ศึกษาประสิทธิภาพการแยกสารละลายเอทานอล-น้ำโดยกระบวนการดูดซับ

2.3.5.1 Regeneration

ซึ่งน้ำหนักของ molecular sieve ชนิด 3 °A zeolite ประมาณ 427.45 กรัม ด้วยเครื่องชั่ง 2 ตำแหน่ง ใส่ในงานกระຈກ หลังจากนั้นนำไปอบในตู้อบสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 175 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เพื่อขจัดความชื้นที่ตกค้างอยู่ในสารดูดซับ เมื่ออบจนครบเวลาตามที่กำหนดแล้ว วางในตู้อบอีกประมาณ 60 นาที เพื่อให้อุณหภูมิของสารดูดซับลดลงอย่างช้าๆ แล้วจึงนำออกมาเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์ เพื่อป้องกันไม่ให้สารดูดซับดูดความชื้นจากอากาศ ก่อนทำการทดลองจะชั่งสารดูดซับด้วยเครื่องชั่ง 2 ตำแหน่ง พร้อมทั้งจดบันทึก หลังจากนั้นบรรจุลงในทอสแตนเลสซึ่งเป็นหน่วยดูดซับ และวางทิ้งไว้ก่อนทำการทดลองประมาณ 1 วัน

เมื่อทำการทดลองเสร็จไปแล้ว 1 การทดลอง สำหรับการทดลองครั้งถัดไป จะทำการ regenerate สารดูดซับทุกครั้งโดยมีขั้นตอนและวิธีการดังที่ได้กล่าวมาข้างต้น

2.3.5.2 ศึกษาผลของความดันต่อประสิทธิภาพการแยกสารละลายเอทานอล-น้ำ โดยกระบวนการดูดซับในวัฏภาคของเหลว ซึ่งใช้เอทานอลเกรดทางการค้าเป็นสารละลายป้อน โดยทำการทดลองที่อุณหภูมิห้อง (27.8 ± 1.7 °C) เวลาที่ใช้ในการดูดซับ 45 นาที ความดันที่ใช้ศึกษา คือ 0 30 60 และ 90 psi

ก. ลักษณะการทำงานดังภาพประกอบ 2.2 โดยมีวิธีการทดลอง ดังนี้คือ บรรจุสารละลายเอทานอลเกรดทางการค้าลงในถังป้อน ดำเนินการทดลองที่ความดัน 0 psi โดยเปิดวาล์ว (3) และ (5) เปิดปั๊มเพื่อป้อนสารละลายเข้าสู่หน่วยดูดซับ จนสารละลายเต็มหน่วยดูดซับ ซึ่งภายในหน่วยดูดซับจะบรรจุ molecular sieve ชนิด 3 °A zeolite หลังจากนั้นทำการปิดวาล์ว (5), (3) และปิดปั๊ม ตามลำดับ สารละลายจะถูกสะสมอยู่ในหน่วยดูดซับ จนครบเวลาการทดลองตามที่กำหนดคือ 45 นาที แล้วจึงเปิดวาล์ว (5) และ (3) เพื่อนำสารละลายเอทานอลที่ได้จากการทดลองมาวัดปริมาตร บันทึกผล หลังจากนั้นทำการวิเคราะห์ตัวอย่างสารละลายป้อนและสารละลายเอทานอลหลังจากผ่านการดูดซับด้วยเครื่อง Karl Fisher Coulometer

ข. ทำซ้ำข้อ ก โดยเปลี่ยนความดันเป็น 30 60 และ 90 psi ซึ่งในการเพิ่มความดันตามที่ต้องการจะทำการอัดความดันโดยใช้แรงลม

2.3.5.3 ศึกษาผลของเวลาของการดูดซับต่อประสิทธิภาพการแยกสารละลายเอทานอล-น้ำโดยกระบวนการดูดซับในวัฏภาคของเหลว ซึ่งใช้เอทานอลเกรดทางการค้าเป็นสารละลายป้อน ทำการทดลองที่อุณหภูมิห้อง ความดันที่ใช้ในการทดลองคือ 90 psi เวลาของการดูดซับที่ศึกษา คือ 5 15 30 และ 45 นาที

วิธีการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 2.3.5.2 ก. โดยปรับเปลี่ยนเวลาที่ใช้ในการดูดซับจนครบทุกการทดลอง