บทที่ 4

อุปกรณ์และวิธีการดำเนินวิจัย

<u>เคมีภัณฑ์</u>

1. โพลิไวนิลแอลกอฮอล์ ช่วงน้ำหนักโมเลกุลโดยเฉลี่ย 70,000-100,000 ของ SIGMA
2. โซเดียมซัลเฟต (sodium sulfate) ของ CARLO ERBA
3. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide) ของ Eka Nobel ประเทศสวีเดน
4. กรดซัลฟุริก (sulfuric acid)
5. กรดออกซาลิก (oxalic acid) ของ Fluka
6. กรดกลูตาริก (glutaric acid) ของ MERCK
7. กรดซัคซินิค (succinic acid) ของ Eka Nobel ประเทศสวีเดน
8. นอร์มอล-บิวทานอล (n-Butanol) ของ UNIVAR ประเทศออสเตรเลีย
9. น้ำกำจัดแร่ธาตุ (demineral water)

<u>อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง</u>

1. อุปกรณ์สำหรับเตรียมเยื่อแผ่น ประกอบด้วย กระจกขนาด 29.5×20 เซนติเมตร ถาดสแตนเลส ลูกน้ำวัดระดับ
2. เครื่องอัลตร้าโซนิค (ultrasonic bath)
3. ขวดรูปชมพู่ขนาด 5 ลิตร สำหรับเก็บสารป้อน

4. ปั๊มป้อนสารป้อนแบบรีด (peristatic pump) ทำให้สารป้อนไหลโดยรีดสายยาง

5. โมดุลของเยื่อ (membrane module) แบบแผ่นเรียบและกรอบ ประกอบด้วย แผ่นอะไครลิก (acrylic) แผ่นสแตนเลส (stainless) เพื่อควบคุมอุณหภูมิของสารป้อน และสายยางซิลิโคนต่ออยู่กับสายสารป้อน

6. เครื่องให้ความร้อนแบบมีแม่เหล็ก (megnetic stirror hot plate) สำหรับให้ความร้อนแก่สารป้อนก่อนป้อนเข้าสู่โมดุลของเยื่อ

7. เกจความดันสูญญากาศ

8. ชุดควบแน่น จำนวน 2 ชุด ต่อขนานกัน ใช้น้ำแข็งแห้ง (อุณหภูมิ -79 องศาเซลเซียส) เป็นตัวดึงความร้อนออกเพื่อให้เพอร์มิเอตควบแน่น

9. ปั๊มสูญญากาศ (vacuum pump) รุ่น E2M1.5 ของบริษัท EDWARD อัตราการดึงไอ 1.8 ลูกบาก์ศเมตรต่อชั่วโมง

10. เครื่องมือวัดความหนาระดับไมครอน (micrometer)

<u>วิธีการทดลอง</u>

1. การเตรียมเยื่อแผ่นจากโพลิไวนิลแอลกอฮอล์

เตรียมสารละลายโพลิไวนิลแอลกอฮอล์ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก โดยการละลายโพลิไวนิลแอลกอฮอล์ในน้ำที่อุณหภูมิ 70-90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 6 ชั่วโมง นำไปไล่ฟองอากาศโดยใช้เครื่องอัลตร้าโซนิคเป็นเวลา 120 นาที สารละลายโพลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่ได้นำไปขึ้นรูป (cast) บนแผ่นกระจก ทิ้งไว้ในที่ที่มีอุณหภูมิ 7-10 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที แล้วนำไปแช่ในสารละลายสำหรับตกตะกอน (precipitation solution ในตารางที่ 4.1) เป็นเวลา 60 นาที เพื่อให้สารละลายโพลิไวนิลแอลกอฮอล์เกิดเป็นฟิล์ม ซึ่งจะยังสามารถละลายน้ำได้

เพื่อทำให้เยื่อแผ่นที่ได้นั้นมีความเสถียรต่อการละลาย จะนำให้เยื่อแผ่นนั้นมาทำปฏิกิริยากับสารละลายกรดไดคาร์บอกซิลิก ซึ่งใช้เป็นสารเชื่อมโยงโครงสร้าง (ในตารางที่ 4.2) ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ควบคุมปริมาณการเชื่อมโยงโครงสร้างโดยการควบคุมเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

กรดไดคาร์บอกซิลิกที่ใช้ในการทดลองนี้ได้แก่ กรดออกซาลิก กรดกลูตาริก และกรดซัคซินิค

เวลาในการทำปฏิกิริยา 20 40 50 และ 60 นาที

ตารางที่ 4.1 แสดงองค์ประกอบของสารละลายตกตะกอน [29]

ส่วนประกอบ	ความเข้มข้น (โมลต่อลิตร)
โซเดียมซัลเฟต	1.41
โซเดียมไฮดรอกไซด์	0.625

ตารางที่ 4.2 แสดงองค์ประกอบของสารละลายเชื่อมโยง [29]

ส่วนประกอบ	ความเข้มข้น (โมลต่อลิตร)
กรดไดคาร์บอกซิลิก	0.03
กรดซัลฟุริก[1]	0.15
โซเดียมซัลเฟต	0.96

[1] ปริมาณกรดซัลฟุริกในสารละลายเชื่อมโยงจะใช้ในความหมายของการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

เยื่อแผ่นที่ได้นำไปวัดความหนาด้วยเครื่องมือวัดความหนาระดับไมครอน โดยจะวัดความหนาของเยื่อแผ่น 20 จุดแล้วนำมาหาความหนาเฉลี่ย

การวิเคราะห์ดีกรีของการเกิดโครงร่างตาข่าย

ไทเทรตหาปริมาณของกรดไดคาร์บอกซิลิก เริ่มต้นก่อนจะนำไปทำปฏิกิริยา และหลังจากนำไปทำปฏิกิริยากับเยื่อแผ่นที่เวลาต่างๆ โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ ส่วนอินดิเคเตอร์ที่ใช้ในการบอกจุดยุติของการไทเทรตจะใช้ดังนี้

กรดออกซาลิก จะใช้อินดิเคเตอร์เป็น 2,6-ไดไนโตรฟีนอล (2,6-dinitrophenol)

กรดซัคซินิค และกลูตาริก จะใช้อินดิเคเตอร์เป็น ฟีนอลฟ์ทาลีน (phenolphthlein)

2. การทดลองการดูดซึมน้ำและบิวทานอลในเยื่อแผ่น

ชั่งน้ำหนักเยื่อแผ่นและสารละลายเริ่มต้น ความเข้มข้น 72.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก แช่หลอดทดลองที่บรรจุสารละลายน้ำ-บิวทานอลและเยื่อแผ่นในอ่างน้ำที่ควบคุมอุณหภูมิที่ 40 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้จนอยู่ในภาวะสมดุล นำเอาเยื่อแผ่นมาชั่งน้ำหนัก สารละลายที่เหลือนำมาหาความเข้มข้น

การพิจารณาว่าการดูดซึมอยู่ในภาวะสมดุล โดยทำการทดลอง 2 ชุดเปรียบเทียบกันแต่ระยะเวลาในการแช่ต่างกัน ที่ภาวะสมดุลทั้งสองชุดต้องมีเปอร์เซ็นต์การดูดซึมที่เท่ากัน

3. การทดลองเพอร์เวเพอเรชัน

สารป้อนในถังเก็บถูกปั๊มผ่านสายยางซิลิโคนซึ่งแช่อ่างน้ำ ที่ควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ตลอดเวลา เพื่อให้สารป้อนมีอุณหภูมิตามที่ต้องการ แล้วถูกส่งไปยังโมดุลของเยื่อ ซึ่งควบคุมอุณหภูมิด้วยการถ่ายเทความร้อนจากน้ำผ่านแผ่นสแตนเลส เพื่อป้องกันอุณหภูมิเปลี่ยนแปลง สารป้อนจะผ่านเยื่อแผ่นออกจากโมดุลไปยังถังเก็บรีเทนเทต (retentate) ทางท่อออกด้านบนของโมดุล อีกด้านหนึ่งของโมดุลจะถูกทำให้เป็นสูญญากาศโดยปั๊มสูญญากาศ ไอของเพอร์มิเอตจะถูกดึงออกและถูกเก็บไว้ที่เครื่องควบแน่นโดยใช้น้ำแข็งแห้ง (-78 องศาเซลเซียส) เมื่อระบบอยู่ในสภาพคง

ตัว จะเริ่มเก็บเพอร์มิเอต โดยเก็บตัวอย่างที่เครื่องควบแน่นชุดที่ 1 ประมาณ 2 ชั่วโมง และชั่วโมงที่ 3 จะเก็บตัวอย่างโดยใช้เครื่องควบแน่นชุดที่ 2 นำเพอร์มิเอตที่ได้ไปชั่งน้ำหนัก แล้วนำไปหาความเข้มข้นของบิวทานอล โดยวิธีแก๊สโครมาโตกราฟฟี

ภาวะที่ทำการทดลอง : อุณหภูมิสารป้อน 40 องศาเซลเซียส

ความดันด้านเพอร์มิเอต 5 ทอรร์ (torr)

ความเข้มข้นของบิวทานอลในสารป้อน 72.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

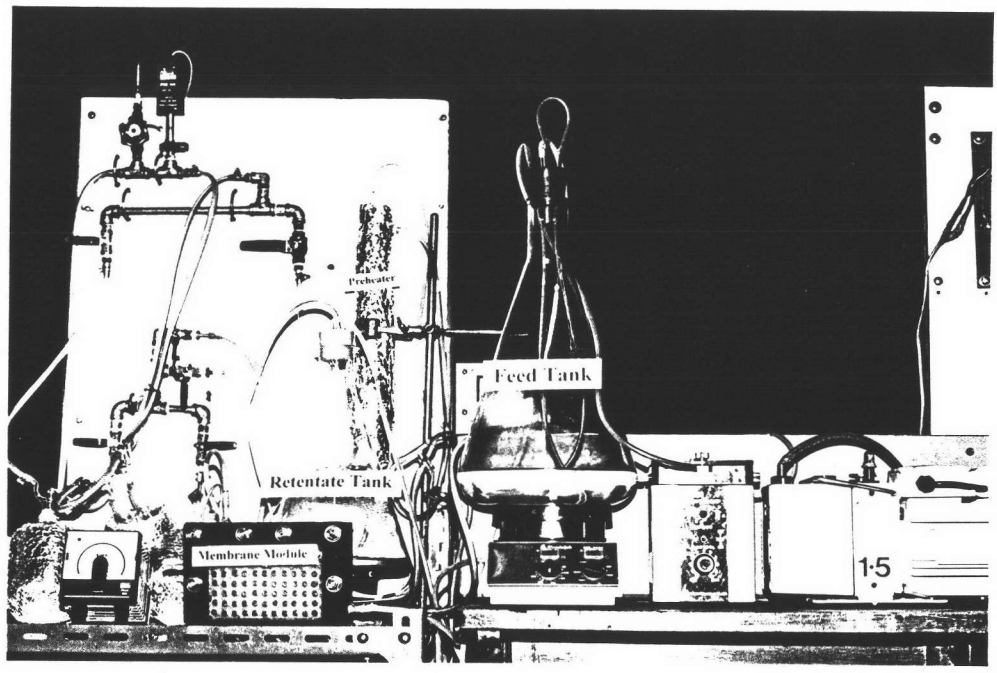
เพื่อให้เยื่อแผ่นเกิดสมดุลกับสารป้อน ก่อนที่จะทำการดึงเพอร์มิเอตด้วยปั๊มสูญญากาศ จะป้อนสารป้อนเข้าโมดุลของเยื่อ แล้วให้สารป้อนวนกลับมาที่ถังเก็บสารป้อนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วจึงเริ่มดึงเพอร์มิเอตด้วยปั๊มสูญญากาศ โดยเปลี่ยนสายที่วนกลับให้ไหลไปยังถังเก็บรีเทนเทต

การวิเคราะห์ปริมาณบิวทานอลโดยวิธีแก๊สโครมาโตกราฟฟี

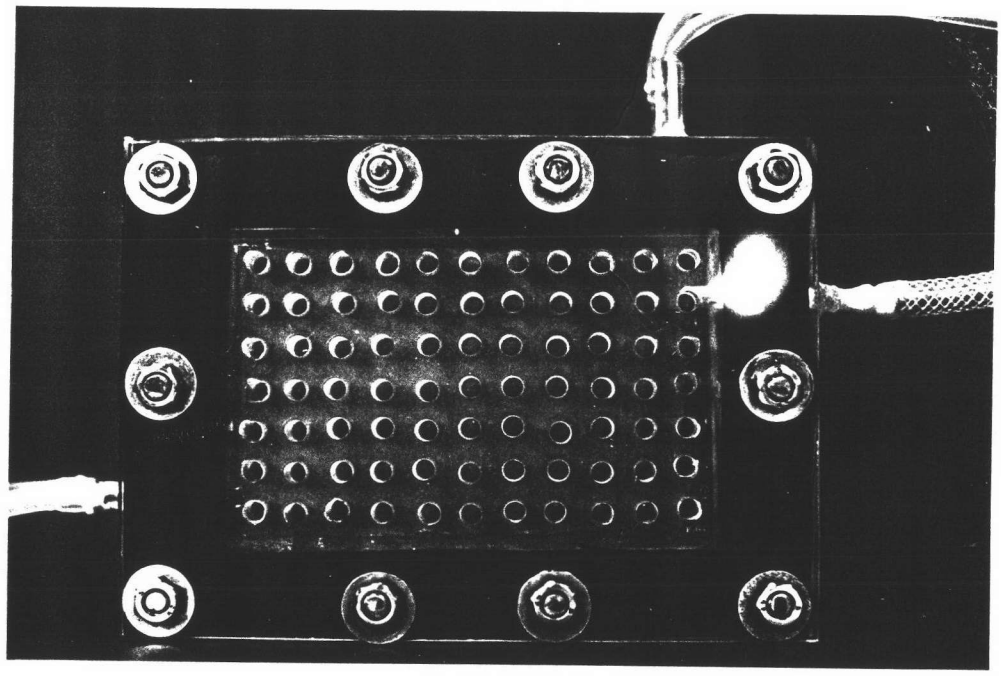
ใช้แก๊สโครมาโตกราฟฟีของ Shimadsu รุ่น GC-14A ร่วมกับ เครื่องบันทึกแบบอินทริเกต (recorder integrator) รุ่น C-R6A CHROMATOPAC

ภาวะในการวิเคราะห์

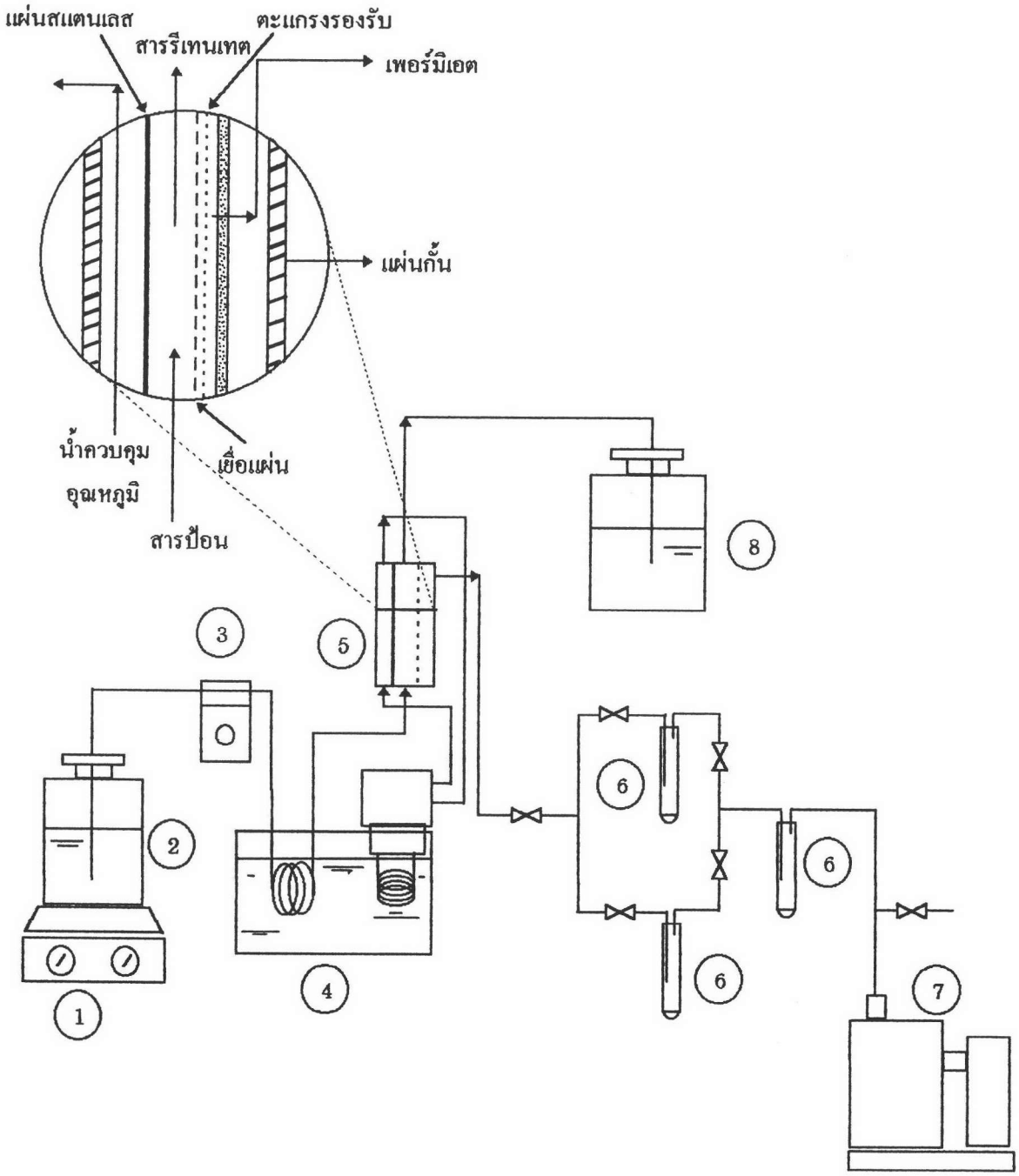
คอลัมน์ยาว 2.5 เมตร เส้นผ่าศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร บรรจุด้วยพาราแพค คิว (parapak Q) 80-100 เมช (mesh) อุณหภูมิคอลัมน์ 185 องศาเซลเซียส อุณหภูมิหัวตรวจ (detector) 210 องศาเซลเซียส อุณหภูมิหัวฉีด (injector) 210 องศาเซลเซียส ใช้หัวตรวจ แบบ FID (Flame ionized detector) ใช้แก๊สไนโตรเจนเป็นตัวพา



รูปที่ 4.1 แสดงชุดเครื่องมือที่ใช้ทำการทดลอง



รูปที่ 4.2 แสดงโมดุลของเยื่อแบบแผ่นเรียบและกรอบที่ใช้ในการทดลอง



1 เครื่องให้ความร้อนที่มีการกวนแบบใช้แท่งแม่เหล็ก

2 ถังเก็บสารป้อน

3 ปั๊มป้อนสารป้อน

4 อ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ

5 โมดุลของเยื่อ

6 ชุดควบแน่น

7 ปั๊มสูญญากาศ

8 ถังเก็บสารรีเทนเทต

รูปที่ 4.3 แสดงแผนภาพของกระบวนการเพอร์เวเพอเรชันในการทดลอง