

บทที่ 3

ผลการทดลองและวิจารณ์

3.1 การละลายตะกอนแคลเซียมซิเตรต

3.1.1 หาความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกและ pH ที่เหมาะสมในการละลายแคลเซียมซิเตรต

– ในการหมักกรดมะนาวโดยยีสต์ และใช้ค่า เช่น แคลเซียมคาร์บอเนต แคลเซียมออกไซด์ ในการปรับค่าความเป็นกรดค่าจะได้ ผลิตภัณฑ์สุดท้ายอยู่ในรูปแคลเซียมซิเตรต ดังนั้นจึงต้องละลายตะกอนแคลเซียมซิเตรตด้วยกรดซัลฟิวริก เพื่อให้ได้กรดมะนาวกลับคืนมา และตะกอนแคลเซียมซัลเฟตที่เกิดขึ้นจะถูกแยกออกไป

ในการทดลองได้นำตะกอนแคลเซียมซิเตรตที่เตรียมได้จากน้ำหมักปริมาณ 100 กรัม (ความชื้น 50 %) มาละลายด้วยกรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 50, 60 และ 70 โดยค่า pH สุดท้ายของสารละลายกรดมะนาวของแต่ละความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกเป็น 1.5, 1.7 และ 2.0 ตามวิธีการทดลองในข้อ 2.3

จากผลการทดลองพบว่า การละลายแคลเซียมซิเตรตด้วยกรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 70 ค่า pH สุดท้ายของสารละลายกรดมะนาวเป็น 1.7 ที่อุณหภูมิห้อง จะเป็นภาวะที่เหมาะสมที่สุด ซึ่งสามารถละลายตะกอนได้กรดมะนาวกลับคืน 94.34 % เมื่อเทียบกับปริมาณกรดมะนาวที่มีอยู่ในแคลเซียมซิเตรต จากการละลายด้วย 4 นอร์มัล กรดไฮโดรคลอริก ใน 100 กรัม แคลเซียมซิเตรต (ความชื้น 50 %) และมีปริมาณซัลเฟต 0.20 กรัม ดังผลที่แสดงรายละเอียดในตารางที่ 3.1 และ 3.2 เปรียบเทียบ % ผลผลิตกลับคืนของกรดมะนาวที่ได้ ดังแสดงในรูปที่ 3.1 ซึ่งผลการทดลองที่ได้ใกล้เคียงกับ Milson รายงานไว้ว่าการละลายตะกอนแคลเซียมซิเตรตด้วยกรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 70 (w/v) ที่อุณหภูมิ 50 °C ได้กรดมะนาวในสารละลาย 96 % โดยเทียบกับปริมาณกรดมะนาวที่มีในน้ำหมักเริ่มต้น (Milson และ Meer, 1985)

ตารางที่ 3.1 ปริมาณกรดมะนาว % ที่ได้จากการเก็บเกี่ยวผลผลิตผลกลับคืน และปริมาณซัลเฟต ที่ได้จากการละลายตะกอนแคลเซียมซิทเรต 100 กรัม (50 % ความเข้มข้น) ด้วยตัวทำละลายกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 50 % , 60 % และ 70 % โดย pH ของสารละลายกรดมะนาวแต่ละความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก เป็น 1.5, 1.7 และ 2.0

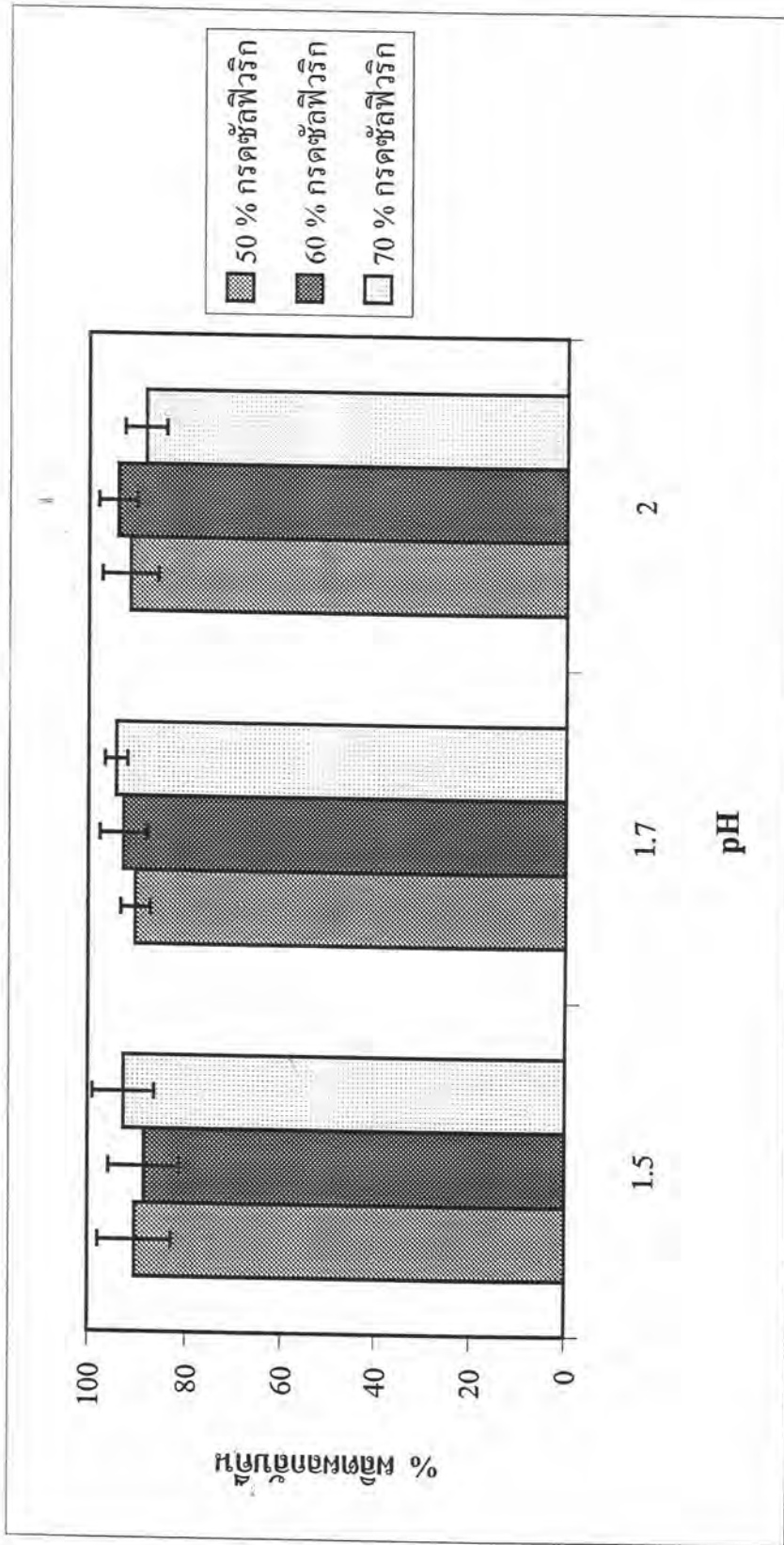
ความเข้มข้นของ H_2SO_4	สารละลายกรดมะนาวที่ pH 1.5		สารละลายกรดมะนาวที่ pH 1.7		สารละลายกรดมะนาวที่ pH 2.0	
	ปริมาณกรดมะนาว (กรัม)	% ผลิตผลกลับคืน* (กรัม)	ปริมาณซัลเฟต (กรัม)	% ผลิตผลกลับคืน* (กรัม)	ปริมาณซัลเฟต (กรัม)	% ผลิตผลกลับคืน* (กรัม)
50%	8.47 ± 0.98	90.43 ± 7.44	0.20 ± 0.02	90.38 ± 2.92	0.20 ± 0.03	91.57 ± 5.70
60%	8.44 ± 1.80	88.50 ± 7.21	0.26 ± 0.08	92.85 ± 4.80	0.24 ± 0.04	94.11 ± 3.88
70%	8.65 ± 1.35	92.70 ± 6.23	0.21 ± 0.03	94.34 ± 2.27	0.20 ± 0.04	88.43 ± 4.22

หมายเหตุ : ข้อมูล ($\bar{X} \pm SD$) ที่ได้จากการทดลอง 5 ซ้ำ

* % ผลิตผลกลับคืนเทียบกับการละลายแคลเซียมซิทเรตด้วย 4 นอร์มัล กรดไฮโดรคลอริกที่ pH ของสารละลายกรดมะนาวเป็น 1.5, 1.7 และ 2.0

ตารางที่ 3.2 ปริมาณกรดมะนาวที่ได้จากการละลายแคลเซียมซิทเรต 100 กรัม (50 % ความเข้มข้น) ด้วยตัวทำละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้น 4 นอร์มัล โดย pH ของสารละลายกรดมะนาวเป็น 1.5, 1.7 และ 2.0

	สารละลายกรดมะนาว	ปริมาณกรดมะนาว (กรัม)
4 N HCl	pH 1.5	9.39 ± 1.57
	pH 1.7	9.45 ± 1.31
	pH 2.0	9.40 ± 1.22

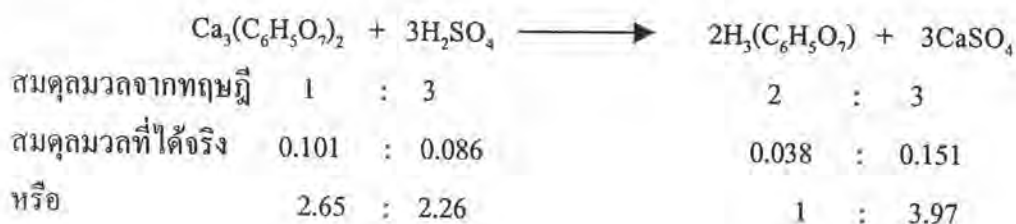


รูปที่ 3.1 % ผลิตผลกลับคืนของกรรมคมนาว่าที่ได้จากการละลายตะกอนแคลเซียมซิมเทรตด้วยกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 50, 60 และ 70 %

โดย pH ของสารละลายกรรมคมนาว่าแต่ละความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกเท่ากับ 1.5, 1.7 และ 2.0

3.1.2 การหาค่าสมมูลมวลของการละลายตะกอนแคลเซียมซิเตรต

จากภาวะที่เหมาะสมของการละลายตะกอนแคลเซียมซิเตรตในข้อ 3.1.1 นำมาหาสมมูลมวลเทียบกับสมมูลมวลจากทฤษฎี ได้ข้อมูลดังนี้ คือ



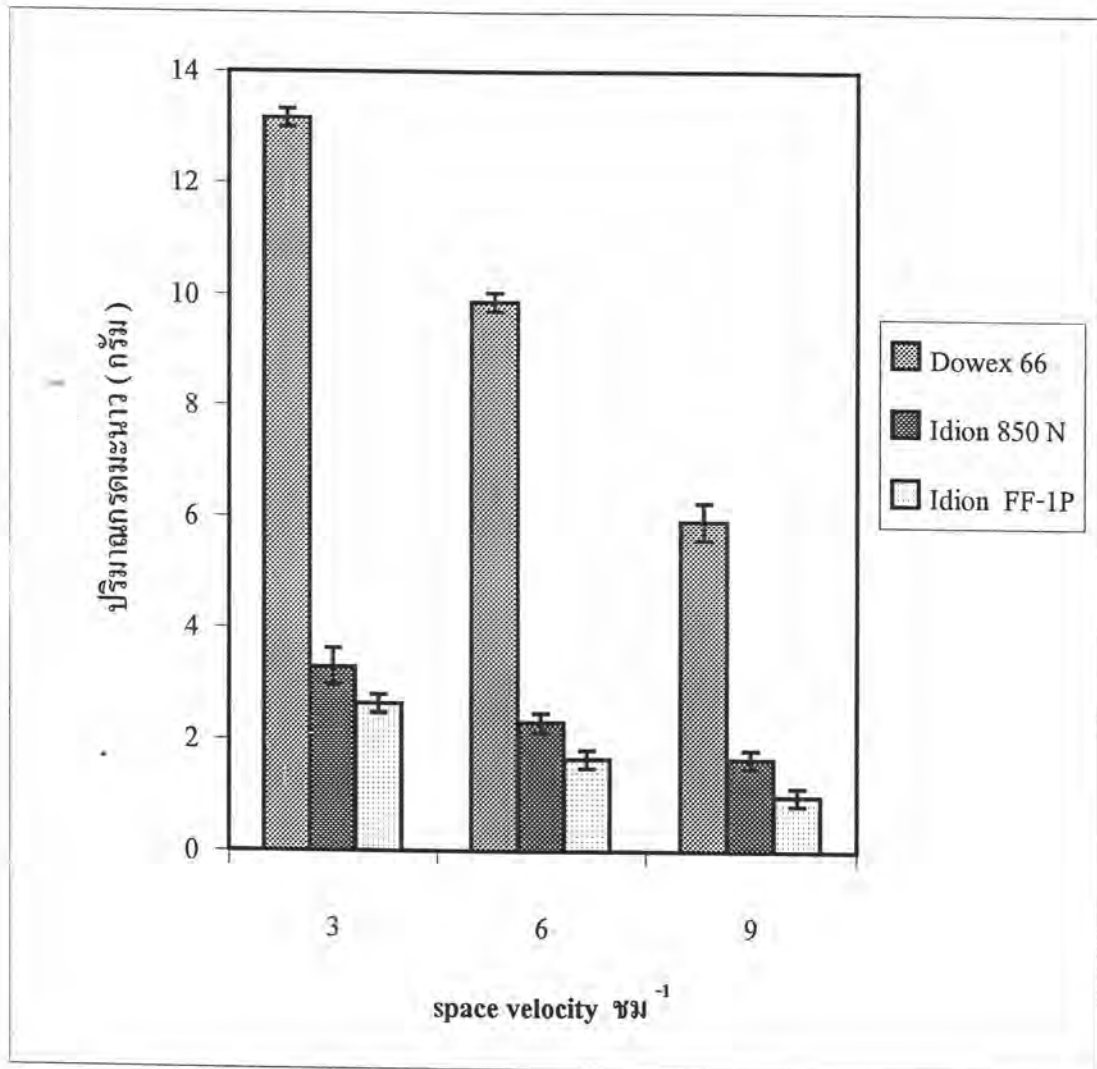
อัตราส่วนของสมมูลมวลของแคลเซียมซิเตรต : กรดซัลฟิวริก : กรดมะนาว : แคลเซียมซัลเฟต จากทฤษฎีจะเป็น 1 : 3 : 2 : 3 แต่จากการทดลองจะเป็น 2.65 : 2.26 : 1 : 3.97 ซึ่งไม่เป็นไปตามสัดส่วนสมมูลมวลที่แท้จริง เนื่องจากกระบวนการหมักกรดมะนาวโดยยีสต์และใช้แคลเซียมคาร์บอเนตในการควบคุมค่าความเป็นกรดต่าง จำเป็นต้องเติมแคลเซียมคาร์บอเนตลงไป ในปริมาณที่เพียงพอที่จะรักษาค่าความเป็นกรดต่างของน้ำหมักให้เหมาะสมกับการเจริญและการผลิตกรดมะนาวโดยยีสต์ ซึ่งแคลเซียมคาร์บอเนตที่เติมลงไปมากเกินไปมากเกินกว่าปริมาณกรดมะนาวที่มีอยู่ในน้ำหมัก นอกจากนี้แคลเซียมซิเตรตในน้ำหมักอาจอยู่ในรูป โมโน , ได และไตรแคลเซียมซิเตรต ไม่ใช่ไตรแคลเซียมซิเตรตทั้งหมด ดังนั้นจึงทำให้ค่าสมมูลที่ได้ไม่เป็นไปตามสมการ และปริมาณกรดซัลฟิวริกที่ใช้ไม่ได้ตามสัดส่วนที่เป็นจริง ผลลัพธ์คือกรดมะนาว ไม่ได้ตามสมมูลคือน้อยกว่าความเป็นจริง และอัตราส่วนของแคลเซียมซัลเฟตก็มากเกินไปจริงเนื่องจากมีแคลเซียมคาร์บอเนตและเซลล์ยีสต์ที่ใช้ในการหมักปะปน จึงทำให้แคลเซียมซัลเฟตที่ซั่งได้ไม่ใช่ น้ำหนักของตะกอนแคลเซียมซัลเฟตทั้งหมด อย่างไรก็ตามการละลายแคลเซียมซิเตรตด้วยกรดซัลฟิวริก สามารถแยกแคลเซียมไอออนและซัลเฟตไอออนออกให้อยู่ในรูปตะกอนแคลเซียมซัลเฟตซึ่งสามารถกรองแยกออกจากสารละลายกรดมะนาว แต่เนื่องจากยังมีแคลเซียมไอออนและซัลเฟตไอออนบางส่วนที่ไม่ตกตะกอน และมีสารปนเปื้อนอื่น ๆ ในสารละลายกรดมะนาว ดังนั้นจึงต้องทำการลดไอออนปนเปื้อนและสีของสารละลายกรดมะนาวด้วยเรซินในขั้นต่อไป

3.2 การลดไอออนปนเปื้อนในสารละลายกรดมะนาวด้วยเรซินแลกเปลี่ยนไอออน

3.2.1 ปัจจัยอัตราการไหลของสารละลายกรดมะนาว

การลดไอออนปนเปื้อนในสารละลายกรดมะนาวด้วยเรซินแลกเปลี่ยนไอออนนั้น space velocity ของการไหลเป็นปัจจัยหนึ่งที่สำคัญ เนื่องจากการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่างเรซินกับไอออนของสารที่เราต้องการนั้นต้องใช้เวลาอย่างเพียงพอ (contact time) ในการทดลองนี้จึงทำการแปร space velocity ของการไหลใช้หน่วย ชม^{-1} โดยนำสารละลายกรดมะนาวที่ได้จากข้อ 3.1 มาทำให้เข้มข้นเป็น 30° brix ด้วยเครื่องทำให้ระเหยแห้งภายใต้สุญญากาศแบบหมุนแล้วผ่านไปยังคอลัมน์ที่บรรจุเรซินที่ใช้ลดไอออนปนเปื้อน เนื่องจากในสารละลายกรดมะนาวยังมีสารปนเปื้อน ได้แก่ ซัลเฟต (SO_4^{2-}), คลอไรด์ (Cl^-), แคลเซียม (Ca^{2+}), เหล็ก (Fe^{3+}) และสารอื่น ๆ เป็นต้น โดยผ่านการลดไอออนปนเปื้อนด้วยเรซินชนิดแลกเปลี่ยนแอนไอออนและแคตไอออนตามวิธีการในข้อ 2.4.1 แปรอัตราการไหลผ่านคอลัมน์ทั้ง 2 ด้วย space velocity ของการไหลเป็น 3, 6 และ 9 ชม^{-1}

จากผลการทดลองการกำจัด SO_4^{2-} โดยใช้ anion exchange resin ชนิดต่าง ๆ พบว่า 10 มิลลิลิตรของเรซิน Dowex 66 ที่ space velocity ของการไหล 3 ชม^{-1} สามารถผ่านกรดมะนาวได้มากที่สุด คือได้ปริมาณ 13.16 กรัม ดังแสดงในรูปที่ 3.2 ในขณะที่ปริมาณซัลเฟตปนเปื้อนออกมา 135 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมของกรดมะนาว (ซึ่งไม่เกินเกณฑ์มาตรฐาน คือ 150 มิลลิกรัมต่อกรดมะนาว 1 กิโลกรัม) ดังผลที่แสดงรายละเอียดในตารางที่ 3.3 และทำนองเดียวกันผลการกำจัด Ca^{2+} โดยใช้ cation exchange resin ชนิดต่าง ๆ พบว่า 10 มิลลิลิตรของเรซิน Dowex HCR-S ที่ space velocity ของการไหล 3 ชม^{-1} สามารถผ่านกรดมะนาวได้มากที่สุด คือได้ปริมาณ 8.22 กรัม ดังแสดงในรูปที่ 3.3 ในขณะที่ปริมาณแคลเซียมปนเปื้อนออกมา 180 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมของกรดมะนาว (ซึ่งไม่เกินเกณฑ์มาตรฐาน คือ 200 มิลลิกรัมต่อกรดมะนาว 1 กิโลกรัม) ดังผลที่แสดงรายละเอียดในตารางที่ 3.4 จากข้อมูลดังกล่าวจะเห็นได้ว่าเมื่อ space velocity ของการไหลที่มีค่าต่ำ จะส่งเสริมประสิทธิภาพของการแลกเปลี่ยนไอออนได้ดีกว่า space velocity ของการไหลที่มีค่าสูงหรือกล่าวอีกนัยว่าเป็นการเพิ่ม contact time ระหว่างเรซินกับสารปนเปื้อนที่อยู่ในสารละลายกรดมะนาวทำให้การแลกเปลี่ยนไอออนนั้นดีมากขึ้น



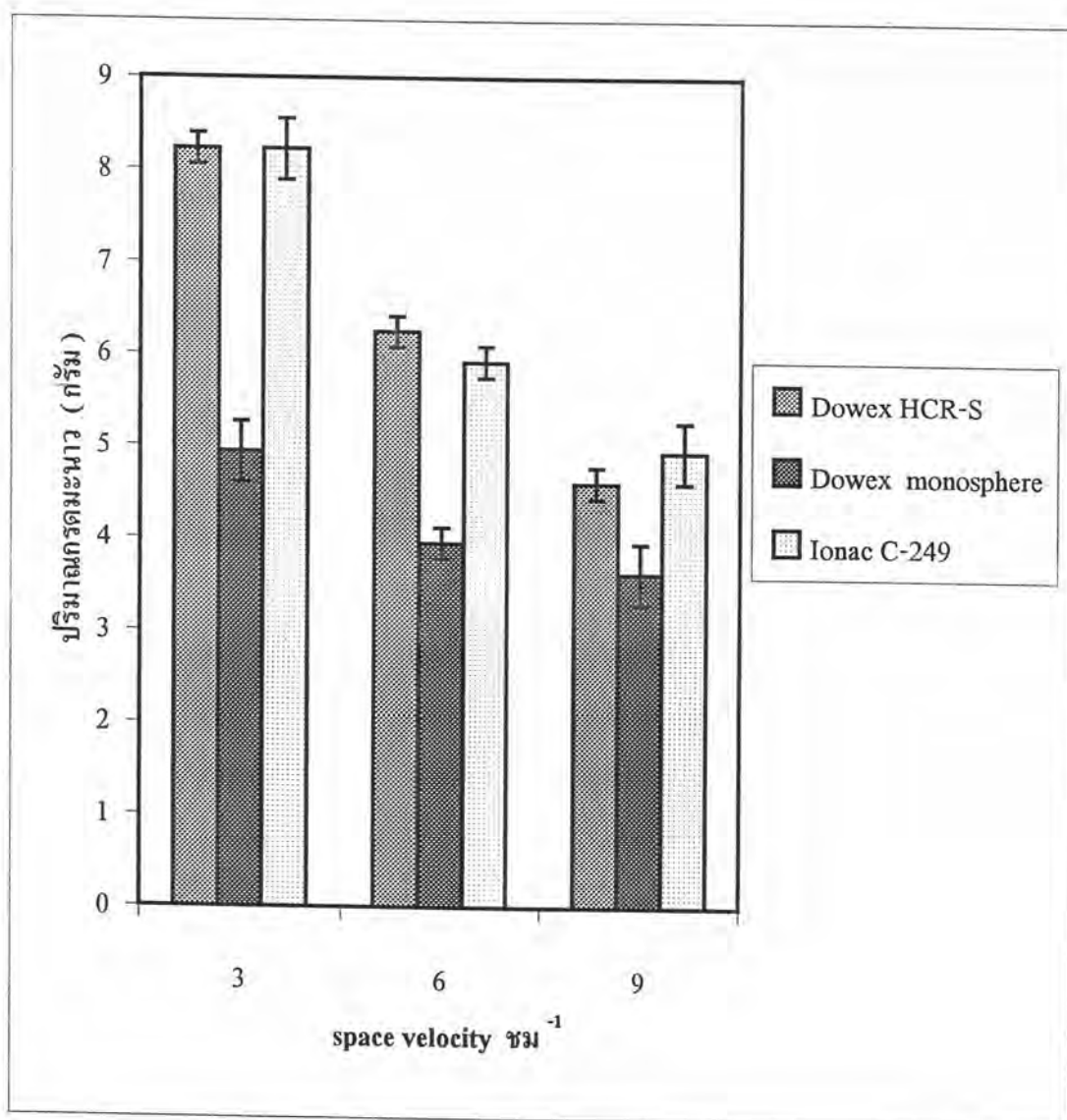
รูปที่ 3.2 เปรียบเทียบปริมาณกรดมะนาวที่ผ่านเรซินแลกเปลี่ยนแอนไอออนชนิดต่างๆ (10 มล.) โดยแปร space velocity ของการไหลเป็น 3, 6 และ 9 ชม⁻¹

ตารางที่ 3.3 ปริมาณกรรมขนาดนาที่เรซินแลกเปลี่ยนไอออนชนิดต่าง ๆ 10 มล. สามารถผ่านได้ โดยแปร space velocity ของการไหลเป็น 3, 6 และ 9 ชม⁻¹

ชนิดของเรซิน	space velocity 3 ชม ⁻¹		space velocity 6 ชม ⁻¹		space velocity 9 ชม ⁻¹	
	ปริมาณกรรมขนาดนา (กรัม)	ปริมาณซัลเฟต (มก./กก.) *	ปริมาณกรรมขนาดนา (กรัม)	ปริมาณซัลเฟต (มก./กก.) *	ปริมาณกรรมขนาดนา (กรัม)	ปริมาณซัลเฟต (มก./กก.) *
Dowex 66	13.16 ± 0.16	135.0 ± 2.0	9.87 ± 0.16	140.0 ± 2.5	5.92 ± 0.33	140.0 ± 3.0
Idion 850 N	3.29 ± 0.33	140.0 ± 2.0	2.30 ± 0.17	140.0 ± 2.0	1.65 ± 0.16	135.0 ± 1.5
Idion FF - 1 P	2.63 ± 0.16	140.0 ± 2.0	1.65 ± 0.16	140.0 ± 2.0	0.99 ± 0.16	140.0 ± 2.0

หมายเหตุ : ปริมาณกรรมขนาดนาที่ระบุไว้ คือ ปริมาณที่ตรวจสอบแล้วว่าปริมาณซัลเฟตไม่เกินมาตรฐาน คือ 150 มิลลิกรัม ต่อกรรมขนาดนา 1 กิโลกรัม และข้อมูล ($\bar{X} \pm SD$) ได้จากการทดลอง 3 ซ้ำ

* มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมกรรมขนาดนา



รูปที่ 3.3 เปรียบเทียบปริมาณครมชะนาวที่ผ่านเรซินแลกเปลี่ยนแคตไอออนชนิดต่างๆ (10 มล.) โดยแปร space velocity ของการไหลเป็น 3, 6 และ 9 ชม⁻¹

ตารางที่ 3.4 ปริมาณครดมะนาวที่เรซินแลกเปลี่ยนแคตไอออนชนิดต่าง ๆ 10 มล. สามารถผ่านได้ โดยแปร space velocity ของการไหลเป็น 3, 6 และ 9 ชม⁻¹

ชนิดของเรซิน	space velocity 3 ชม ⁻¹		space velocity 6 ชม ⁻¹		space velocity 9 ชม ⁻¹	
	ปริมาณครดมะนาว (กรัม)	ปริมาณแคลเซียม (มก./กก.) *	ปริมาณครดมะนาว (กรัม)	ปริมาณแคลเซียม (มก./กก.) *	ปริมาณครดมะนาว (กรัม)	ปริมาณแคลเซียม (มก./กก.) *
Dowex HCR - S	8.22 ± 0.17	180.0 ± 2.0	6.25 ± 0.17	183.0 ± 2.0	4.61 ± 0.17	185.0 ± 2.0
Dowex monosphere	4.94 ± 0.33	190.0 ± 3.0	3.95 ± 0.17	185.0 ± 2.0	3.62 ± 0.33	190.0 ± 3.0
Ionac C - 249	8.22 ± 0.33	185.0 ± 2.0	5.92 ± 0.17	189.0 ± 1.0	4.94 ± 0.33	190.0 ± 2.0

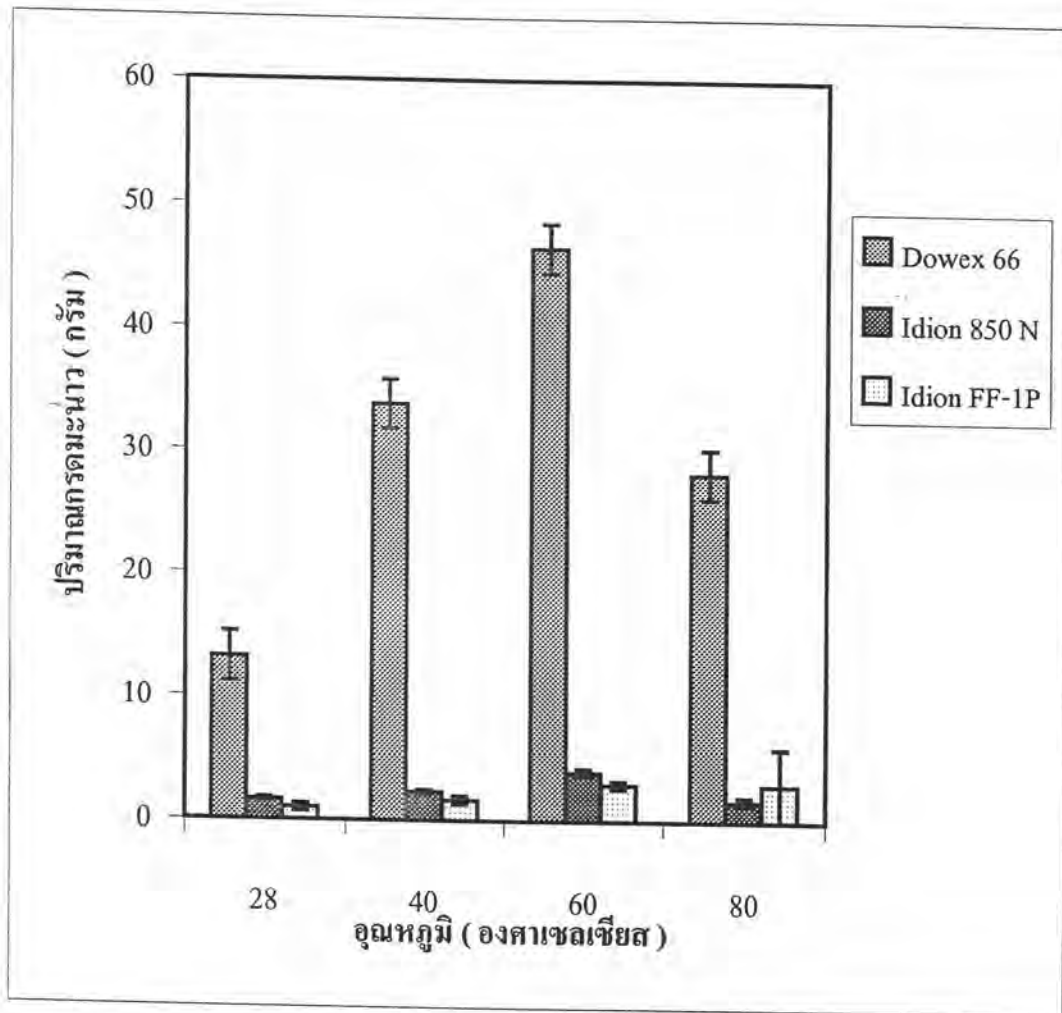
หมายเหตุ : ปริมาณครดมะนาวที่ระบุไว้ คือ ปริมาณที่ตรวจสอบแล้วว่าปริมาณแคลเซียมไม่เกินมาตรฐาน คือ 200 มิลลิกรัม ต่อครดมะนาว 1 กิโลกรัม และข้อมูล ($\bar{X} \pm SD$) ได้จากการทดลอง 3 ซ้ำ

* มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมครดมะนาว

3.2.2 อุณหภูมิของการลดไอออนปนเปื้อน

อุณหภูมิก็เป็นปัจจัยหนึ่งที่สำคัญในการส่งเสริมประสิทธิภาพของการแลกเปลี่ยนไอออน ดังนั้นในการทดลองนี้จึงนำสารละลายกรดมะนาวที่ได้จากข้อ 3.1 มาผ่านคอลัมน์ด้วย space velocity ของการไหลที่เหมาะสมจากข้อ 3.2.1 และแปรอุณหภูมิที่ใช้ผ่านคอลัมน์ของสารละลายกรดมะนาวที่อุณหภูมิห้อง (28) , 40 , 60 และ 80 องศาเซลเซียส

จากผลการทดลองพบว่า เรซิน Dowex 66 มีประสิทธิภาพในการลดแอนไอออนปนเปื้อนได้ดีที่สุด โดยที่เรซินสามารถผ่านปริมาณกรดมะนาวได้ 46.39 กรัมต่อเรซินปริมาตร 10 มิลลิลิตรและอุณหภูมิที่เหมาะสม คือ 60 องศาเซลเซียส ดังผลแสดงในรูปที่ 3.4 นอกจากนี้พบว่าปริมาณซัลเฟต 140 มก./กก. ของกรดมะนาว (ซึ่งไม่เกินเกณฑ์มาตรฐาน) ดังผลที่แสดงรายละเอียดในตารางที่ 3.5 อย่างไรก็ตาม ณ ภาวะดังกล่าวที่เป็นภาวะที่เหมาะสมของการแลกเปลี่ยนแอนไอออน เมื่อเทียบกับประสิทธิภาพความสามารถ (capacity) ของเรซินที่ผู้ผลิตระบุไว้พบว่าเรซินมีความสามารถในการจับซัลเฟตไอออนได้เพียง 33.65 % ในขณะที่เรซิน Idion 850 N จะมีความสามารถเท่ากับ 32.77 % และเรซิน Idion FF-1P จะมีความสามารถเท่ากับ 28.26 % ดังข้อมูลที่แสดงไว้ในตารางที่ 3.6 ของเรซินชนิดแลกเปลี่ยนแอนไอออน ทั้งนี้เนื่องจากการคำนวณคิดเฉพาะปริมาณซัลเฟตในสารละลายกรดมะนาวโดยไม่รวมถึงแอนไอออนอื่น ๆ ที่ปนเปื้อนอยู่ในสารละลายกรดมะนาว รวมไปถึงระยะเวลาเก็บเรซินที่อาจเก็บไว้นานก่อนที่จะนำมาทดลอง จึงทำให้ประสิทธิภาพของเรซินลดลง ในขณะที่การลดไอออนปนเปื้อนด้วยเรซินแลกเปลี่ยนแคทไอออนนั้น พบว่าการลดแคทไอออนปนเปื้อนด้วย Dowex HCR-S จะสามารถลดแคทไอออนปนเปื้อนได้ดีที่สุด โดยที่เรซินสามารถผ่านปริมาณกรดมะนาวได้ 27.97 กรัมต่อเรซินปริมาตร 10 มิลลิลิตร และอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุด 80 องศาเซลเซียส มีปริมาณซัลเฟต 187 มก./กก. ของกรดมะนาว (ซึ่งไม่เกินเกณฑ์มาตรฐาน) ดังผลที่แสดงในรูปที่ 3.5 และตารางที่ 3.7 และ ณ ภาวะดังกล่าวเมื่อเทียบกับประสิทธิภาพความสามารถ (capacity) ของเรซินที่ผู้ผลิตระบุไว้พบว่าเรซินมีความสามารถในการจับแคลเซียมไอออนได้เพียง 38.84 % ในขณะที่เรซิน Dowex monosphere จะมีความสามารถเท่ากับ 27.42 % และเรซิน Ionac C-249 จะมีความสามารถเท่ากับ 32.28 % ดังข้อมูลที่แสดงไว้ในตารางที่ 3.8 ของเรซินแลกเปลี่ยนแคทไอออน ทั้งนี้เนื่องจากการคำนวณคิดเฉพาะปริมาณแคลเซียมไอออนในสารละลายกรดมะนาวแต่ไม่ได้รวมถึงแคทไอออนอื่น ๆ ที่ปนเปื้อนอยู่ในสารละลายกรดมะนาวที่เกิดจากขั้นตอนการหมักและการละลายตะกอนแคลเซียมซิเตรต นอกจากนี้อาจเป็นไปได้ว่าเรซินที่ใช้ อาจไม่เหมาะสมกับงานที่ทดลอง ดังนั้นประสิทธิภาพของเรซินที่ได้ อาจจึงไม่เท่ากับที่ผู้ผลิตระบุไว้ อย่างไรก็ตามถึง



รูปที่ 3.4 เปรียบเทียบปริมาณครม่นาวที่ผ่านเรซินแลกเปลี่ยนแอนไอออนชนิดต่าง ๆ (10 มล.) ณ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

ตารางที่ 3.5 ปริมาณกรดมะนาวที่เรซินแตกเปลี่ยนแอนไอออนชนิดต่าง ๆ 10 มล. สามารถผ่านได้ โดยที่อุณหภูมิของคอลัมน์เป็นอุณหภูมิห้อง, 40, 60 และ 80 องศาเซลเซียส

ชนิดของเรซิน	อุณหภูมิห้อง (28 ° C)		อุณหภูมิ (40 ° C)		อุณหภูมิ (60 ° C)		อุณหภูมิ (80 ° C)	
	ปริมาณกรดมะนาว (กรัม)	ปริมาณซัลเฟต (มก/กก.) *	ปริมาณกรดมะนาว (กรัม)	ปริมาณซัลเฟต (มก/กก.) *	ปริมาณกรดมะนาว (กรัม)	ปริมาณซัลเฟต (มก/กก.) *	ปริมาณกรดมะนาว (กรัม)	ปริมาณซัลเฟต (มก/กก.) *
Dowex 66	13.16 ± 0.16	140.0 ± 1.00	33.72 ± 0.17	147.0 ± 2.0	46.39 ± 0.33	140.0 ± 1.0	28.13 ± 0.5	138.0 ± 2.0
Idion 850 N	1.65 ± 0.17	142.0 ± 1.00	2.30 ± 0.17	148.0 ± 1.0	3.95 ± 0.33	143.0 ± 2.0	1.65 ± 0.33	145.0 ± 1.0
Idion FF - 1 P	0.99 ± 0.33	145.0 ± 1.5	1.65 ± 0.33	149.0 ± 2.0	2.96 ± 0.33	145.0 ± 0.5	2.96 ± 0.17	140.0 ± 2.0

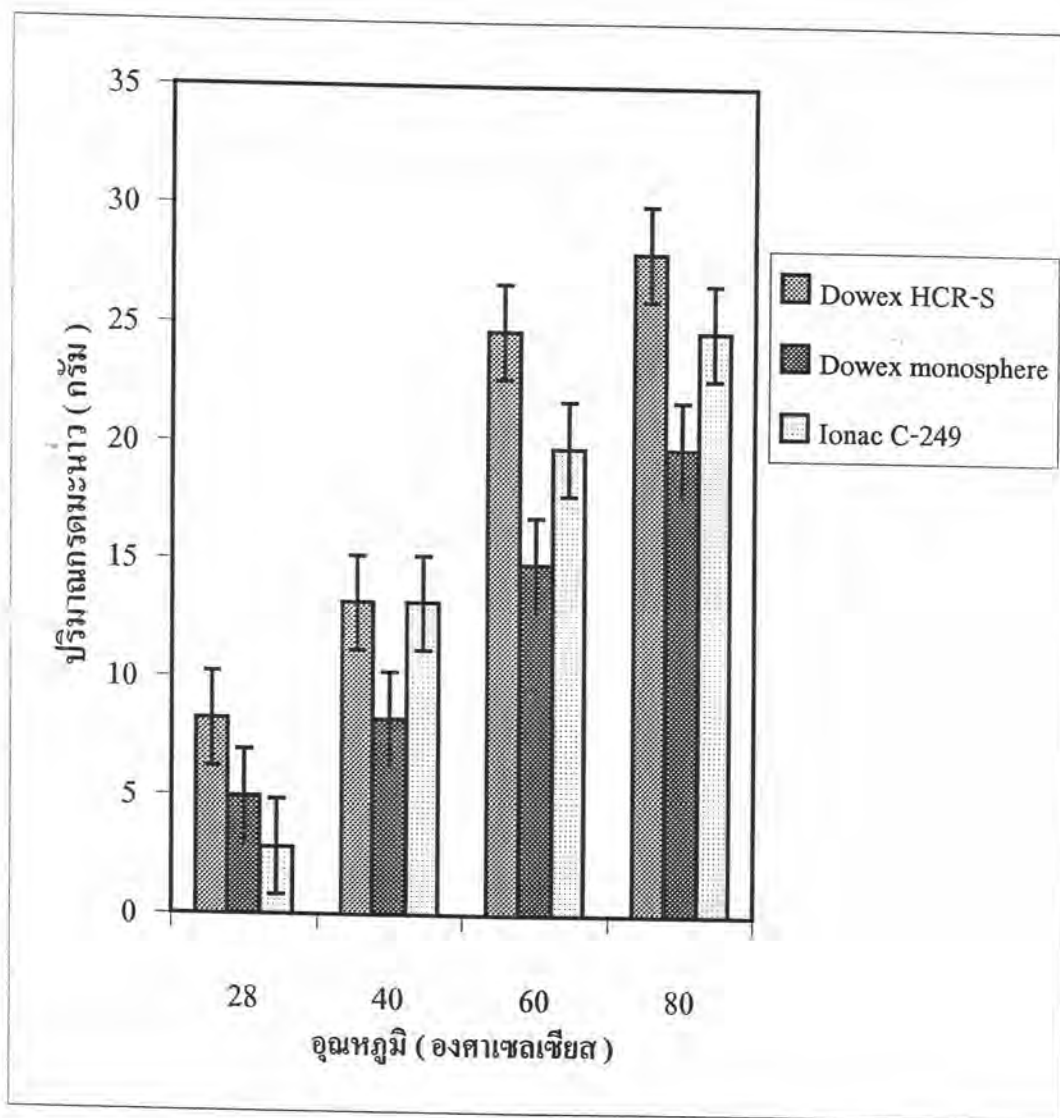
หมายเหตุ : ปริมาณกรดมะนาวที่ระบุไว้ คือ ปริมาณที่ตรวจสอบแล้วว่าปริมาณซัลเฟตไม่เกินมาตรฐาน คือ 150 มิลลิกรัมต่อ กรดมะนาว 1 กิโลกรัม และข้อมูล ($\bar{X} \pm SD$) ได้จากการทดลอง 3 ซ้ำ

* มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมกรดมะนาว

ตารางที่ 3.6 ประสิทธิภาพของเรซินชนิดแลกเปลี่ยนแอนไอออนชนิดต่าง ๆ เมื่อเทียบกับ capacity ที่ผู้ผลิตระบุไว้

ชนิดของเรซิน	capacity	ความสามารถ ของเรซินในการ ดูดซับซัลเฟต ไอออนในทาง ทฤษฎี (มก.)	ความสามารถ ของเรซินในการ ดูดซับซัลเฟต ไอออนจากการ ทดลอง (มก.)	% ประสิทธิภาพ ของเรซินที่ ใช้งาน
Dowex 66	1.55 eq / l	748.7	251.97	33.65
Idion 850 N	75 kg CaCO ₃ / m ³	38.45	12.6	32.77
Idion FF-1P	60 kg CaCO ₃ / m ³	31.85	9	28.26

หมายเหตุ : ปริมาณของซัลเฟต (มิลลิกรัม) ที่ระบุไว้เทียบกับเรซินปริมาตร 10 มิลลิลิตร



รูปที่ 3.5 เปรียบเทียบปริมาณกรดมะนาวที่ผ่านเรซินแลกเปลี่ยนแคตไอออนชนิดต่าง ๆ (10 มล.) ณ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

ตารางที่ 3.7 ปริมาณกรดมะนาวที่เรซินแลกเปลี่ยนแคโทดชนิดต่าง ๆ 10 มก. สามารถทำได้ออนซินได้ โดยที่อุณหภูมิของคอลัมน์เป็นอุณหภูมิห้อง, 40, 60 และ 80 องศาเซลเซียส

ชนิดของเรซิน	อุณหภูมิห้อง (28 °C)		อุณหภูมิ (40 °C)		อุณหภูมิ (60 °C)		อุณหภูมิ (80 °C)	
	ปริมาณกรดมะนาว (กรัม)	ปริมาณแคลเซียม (มก./กก.) *	ปริมาณกรดมะนาว (กรัม)	ปริมาณแคลเซียม (มก./กก.) *	ปริมาณกรดมะนาว (กรัม)	ปริมาณแคลเซียม (มก./กก.) *	ปริมาณกรดมะนาว (กรัม)	ปริมาณแคลเซียม (มก./กก.) *
Dowex HCR - S	8.22 ± 0.17	185.0 ± 2.0	13.16 ± 0.33	189.0 ± 2.0	24.68 ± 0.16	185.0 ± 1.0	27.97 ± 0.17	187.0 ± 1.0
Dowex monosphere	4.94 ± 0.33	190.0 ± 1.0	8.23 ± 0.17	188.0 ± 3.0	14.81 ± 0.17	186.0 ± 2.0	19.74 ± 0.33	185.0 ± 1.0
Ionac C - 249	8.23 ± 0.17	188.0 ± 1.0	13.16 ± 0.33	190.0 ± 1.0	19.74 ± 0.16	189.0 ± 1.0	24.68 ± 0.17	188.0 ± 0.5

หมายเหตุ : ปริมาณกรดมะนาวที่ระบุไว้ คือ ปริมาณที่ตรวจสอบแล้วว่าปริมาณแคลเซียมไม่เกินมาตรฐาน คือ 200 มิลลิกรัมต่อกรดมะนาว 1 กิโลกรัม และข้อมูล ($\bar{X} \pm SD$) ได้จากการทดลอง 3 ซ้ำ

* มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมกรดมะนาว

ตารางที่ 3.8 ประสิทธิภาพของเรซินชนิดแลกเปลี่ยนแคทไอออนชนิดต่าง ๆ เมื่อเทียบกับ capacity ที่ผู้ผลิตระบุไว้

ชนิดของเรซิน	capacity	ความสามารถ ของเรซินในการ ดูดซับซัลเฟต ไอออนในทาง ทฤษฎี (มก.)	ความสามารถ ของเรซินในการ ดูดซับซัลเฟต ไอออนจากการ ทดลอง (มก.)	% ประสิทธิภาพ ของเรซินที่ ใช้งาน
Dowex HCR-S	1.95 eq / l	380.75	147.9	38.84
Dowex monosphere	1.90 eq / l	380.71	104.4	27.42
Ionac C-249	1.90 eq / l	380.71	130.5	32.28

หมายเหตุ : ปริมาณของแคลเซียม (มิลลิกรัม) ที่ระบุไว้เทียบกับเรซินปริมาตร 10 มิลลิลิตร

แม้ว่าอุณหภูมิจะมีผลต่อประสิทธิภาพการทำงานของเรซิน แต่ถ้าอุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองสูงเกินไปจะทำให้อายุการใช้งานของเรซินนั้นสั้นลง นอกจากนี้คือถัมน์ที่ใช้ในการทดลองนี้ไม่ได้ใช้แก้ว pyrex ดังนั้นเมื่อทำการทดลองเป็นเวลานาน พบว่าถัมน์แตกเพราะไม่สามารถทนความร้อนได้ ดังนั้นการทดลองนี้จึงใช้อุณหภูมิที่ 60 องศาเซลเซียสแทน

3.2.3 การหาค่า selectivity coefficient ของกรดมะนาวและซัลเฟต

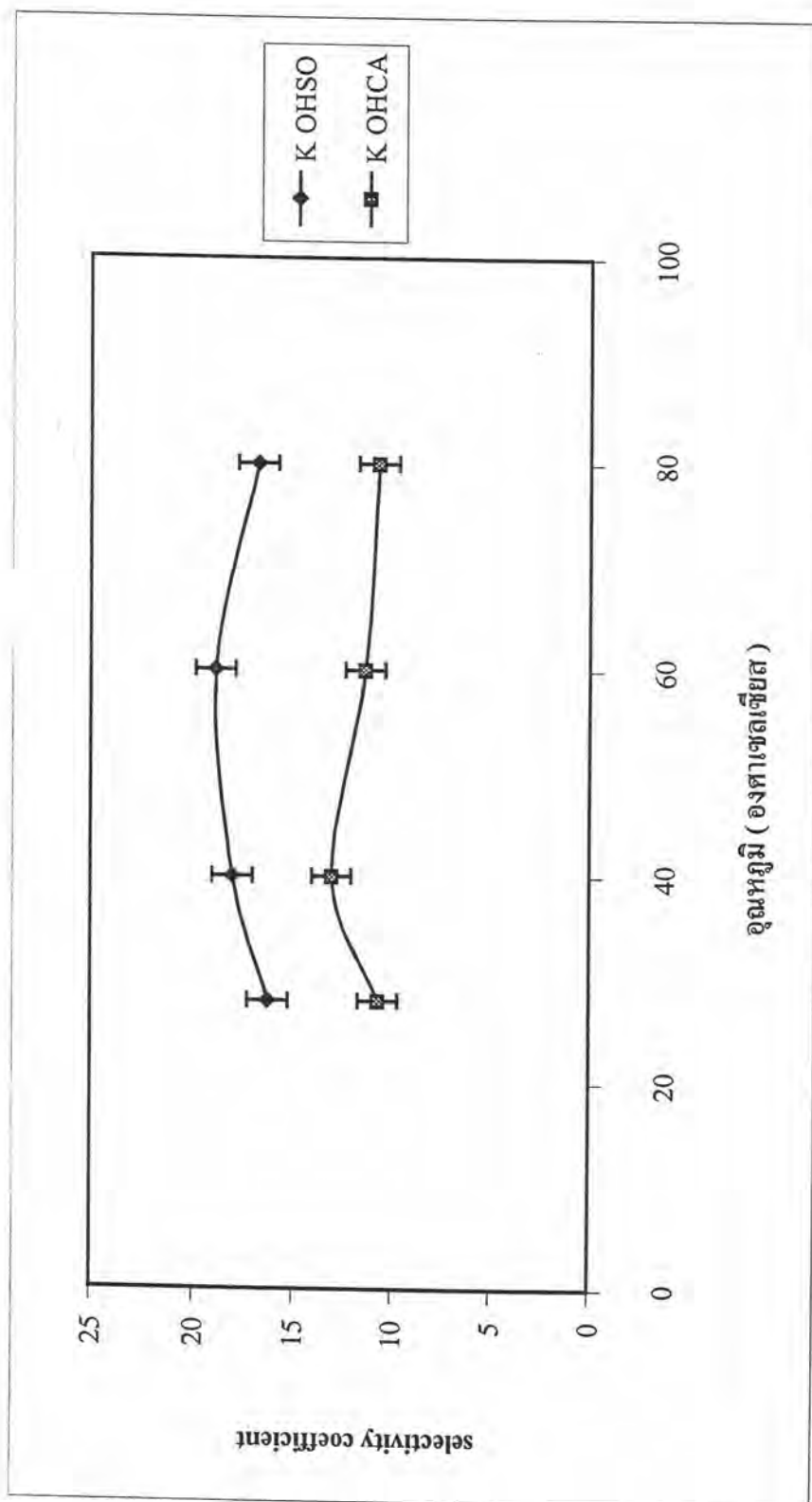
ค่า selectivity coefficient (K_{OH}^{CA}) และ (K_{OH}^{SO}) เป็นค่าที่บ่งบอกถึงประสิทธิภาพการเกาะของกรดมะนาวและซัลเฟตที่เรซิน ถ้าสารตัวใดมีค่าสูงจะทำให้ประสิทธิภาพการเกาะที่เรซินดี แต่ถ้าสาร 2 ตัวนี้มีค่าใกล้เคียงกันในสารละลายที่ต้องการจะแยก จะทำให้ประสิทธิภาพการแยกต่ำลง นอกจากนี้อุณหภูมิก็เป็นปัจจัยหนึ่งที่ทำให้ประสิทธิภาพการเกาะนั้นมีมากขึ้นหรือน้อยลง ดังนั้นจึงทำการแปรอุณหภูมิในการหาค่า selectivity coefficient ของกรดมะนาวและซัลเฟตต่อเรซิน Dowex 66

จากวิธีการในข้อ 2.4.3 นำผลการทดลองที่ได้มาหาค่า selectivity coefficient ของกรดมะนาวและซัลเฟต พบว่า K_{OH}^{SO} มีค่าสูงกว่า K_{OH}^{CA} ในทุก ๆ อุณหภูมิที่ทำการทดลอง โดยเฉพาะที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ค่า K_{OH}^{SO} จะมีค่าเท่ากับ 18.88 ดังผลที่แสดงการทดลองในตารางที่ 3.9 และรูปที่ 3.6 จากผลการทดลองที่ได้เป็นการยืนยันว่าประสิทธิภาพการเกาะของซัลเฟตต่อเรซินดีกว่ากรดมะนาว เนื่องจากว่าในการทดลองสารละลายกรดมะนาวอยู่ในรูปของกรดอิสระไม่ได้อยู่ในรูปซัลเฟตไอออน ดังนั้นจึงทำให้ค่า selectivity coefficient ของซัลเฟตไอออนต่อเรซินสูงกว่ากรดมะนาว ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองในการลดไอออนปนเปื้อนในสารละลายกรดมะนาวด้วยเรซินแลกเปลี่ยนไอออนที่ต้องการให้เรซินจับกับไอออนปนเปื้อนในขณะที่กรดมะนาวจะถูกปล่อยออกจากคอลัมน์ และอุณหภูมิที่ทำให้เรซินสามารถแลกเปลี่ยนแอนไอออนปนเปื้อนได้ดีที่สุดคืออุณหภูมิที่ผ่านคอลัมน์ 60 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 3.9 selectivity coefficient ของกรดอะมิโนและซัลเฟตต่อเรซิน (Dowex 66) ที่อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิ (°C)	solid phase (meq / wet. gram)			aqueous phase (meq / ml)			K_{OH}^{SO}	K_{OH}^{CA}
	OH	SO	CA	OH	SO	CA		
	28	0.24 ± 0.01	3.75 ± 0.02	2.66 ± 0.01	0.52 ± 0.01	0.50 ± 0.01		
40	0.24 ± 0.01	4.08 ± 0.01	3.01 ± 0.01	0.54 ± 0.01	0.51 ± 0.01	0.52 ± 0.01	18.02 ± 0.73	13.04 ± 0.51
60	0.26 ± 0.01	4.64 ± 0.01	2.68 ± 0.01	0.56 ± 0.01	0.53 ± 0.01	0.51 ± 0.01	18.88 ± 0.71	11.34 ± 0.40
80	0.27 ± 0.01	4.28 ± 0.01	2.83 ± 0.02	0.57 ± 0.02	0.54 ± 0.02	0.55 ± 0.01	16.75 ± 0.60	10.67 ± 0.45

หมายเหตุ : ข้อมูล ($\bar{X} \pm SD$) ที่ได้จากการทดลอง 3 ซ้ำ



รูปที่ 3.6 เปรียบเทียบค่า selectivity coefficient ของกรดมะนาวและซัลไฟต์ต่อเรซิน Dowex 66

3.3 การฟอกสีกรดมะนาว

ในขั้นตอนนี้หาชนิด อุณหภูมิ และปริมาณของผงถ่านและเม็ดถ่านสำหรับการฟอกสีกรดมะนาวหลังจากผ่านขั้นตอนการลดไอออนปนเปื้อน เพื่อให้ได้กรดมะนาวที่ใสและมีความบริสุทธิ์มากขึ้นก่อนที่จะทำการตกผลึก ในการทดลองนี้ผันแปรปริมาณผงถ่านและเม็ดถ่านกับปริมาณกรดมะนาว (w/w) เป็น 0, 2, 4, 6 และ 8 % ในผงถ่าน และ 0, 5, 10, 15 และ 20 % (w/w) ในเม็ดถ่าน ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ตามวิธีการทดลองในข้อ 2.6 วิเคราะห์เปอร์เซ็นต์การฟอกสีเทียบกับก่อนการฟอกสี ดังผลที่แสดงในตารางที่ 3.10 จนถึง ตารางที่ 3.14 ในกรณีของผงถ่าน และจากข้อมูลดังกล่าวนำมาพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับ % การฟอกสีกรดมะนาวของผงถ่านแต่ละชนิดจะได้ภาพความสัมพันธ์ดังรูปที่ 3.7 จนถึง รูปที่ 3.9 จะเห็นได้ว่าผงถ่านที่สามารถฟอกสีสารละลายกรดมะนาวได้ดีที่สุดคือ ผงถ่าน SS-1 และภาวะที่เหมาะสมคือ 6 % (w/w) ที่อุณหภูมิ 20 ° ซ เป็นเวลา 2 นาที สามารถฟอกสีได้ 97 % เทียบกับสีของสารละลายกรดมะนาวก่อนการฟอกสี แต่เนื่องจากเมื่อเพิ่มปริมาณของผงถ่าน SS-1 ประสิทธิภาพการฟอกสีน่าจะเพิ่มขึ้นหรือคงที่ แต่ผลกลับทำให้สารละลายกรดมะนาวมีสีเข้มขึ้นซึ่งอาจเกิดจากที่สารละลายกรดมะนาวนั้นมีสภาพเป็นกรดและอาจจะละลายสารที่เคลือบบนผิวของผงถ่านให้ละลายปนมากับสารละลายกรดมะนาว ดังนั้นจึงทำให้สารละลายมีสีที่เข้มขึ้นโดยเฉพาะเมื่อเพิ่มปริมาณผงถ่านเป็น 8 % (w/w) ในขณะที่ผงถ่าน KK จะมีประสิทธิภาพการฟอกสีใกล้เคียงกับผงถ่าน SS-1 คือสามารถฟอกสีได้ 91 % เทียบกับสารละลายกรดมะนาวก่อนการฟอกสี ที่อัตราส่วนของผงถ่านต่อกรดมะนาวเป็น 4 % (w/w) ที่อุณหภูมิห้อง (28 ° ซ) ดังนั้นถ้าจะเลือกใช้ผงถ่านในการฟอกสีน่าจะเป็นผงถ่าน KK ที่ใช้อัตราส่วนของผงถ่านต่อกรดมะนาวน้อยกว่าและเมื่อเพิ่มปริมาณผงถ่านที่มากกว่า 4 % ก็ไม่ได้ทำให้สีของสารละลายเข้มขึ้นแต่จะคงที่ เนื่องจากปริมาณ 4 % น่าจะเป็นอัตราส่วนที่ให้ค่าการฟอกสีที่สูงสุดแล้ว ดังนั้นเมื่อเพิ่มปริมาณผงถ่านก็ไม่ได้เพิ่มประสิทธิภาพในการฟอกสีมากขึ้น นอกจากนี้อุณหภูมิที่ใช้ในการฟอกสีก็ไม่ได้ดำเนินไป เพราะถ้าอุณหภูมิในการฟอกสียิ่งต่ำก็จะทำให้สิ้นเปลืองพลังงานในการลดอุณหภูมิเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการฟอกสี ดังนั้นจึงได้เลือกผงถ่าน KK มาหาค่า adsorption isotherm เพื่อพิจารณาถึงประสิทธิภาพของการดูดซับของผงถ่านชนิดนี้ ดังข้อมูลในตารางที่ 3.15 และเมื่อนำมาพล็อตกราฟจะได้กราฟลักษณะเป็นเส้นตรงซึ่งแสดงในรูปที่ 3.10 อย่างไรก็ตามแนวโน้มการฟอกสีของผงถ่าน KK และ SS-1 จะมีประสิทธิภาพการฟอกสีลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณผงถ่านและอุณหภูมิเพิ่มขึ้น ในขณะที่ผงถ่าน CGC-100 กลับมีแนวโน้มการฟอกสีที่มากขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น สำหรับเม็ดถ่านจะแสดงผลไว้ในตารางที่ 3.16 และตารางที่ 3.17 จะเห็นว่าเม็ดถ่านทั้ง 2 ชนิดนี้มีแนวโน้มในการฟอกสีลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น

ตารางที่ 3.10 % การฟอกสีกรดมะนาวด้วยผงถ่านชนิดต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส

% ผงถ่าน (w/w)	ผงถ่าน KK		ผงถ่าน CGC-100		ผงถ่าน SS-1	
	OD ₄₀₀	% การฟอกสี	OD ₄₀₀	% การฟอกสี	OD ₄₀₀	% การฟอกสี
0	0.066 ± 0.004	0.00 ± 0.00	0.066 ± 0.004	0.00 ± 0.00	0.066 ± 0.004	0.00 ± 0.00
2	0.040 ± 0.004	39.49 ± 2.15	0.038 ± 0.003	42.47 ± 1.06	0.004 ± 0.002	93.88 ± 2.70
4	0.029 ± 0.003	56.97 ± 1.26	0.034 ± 0.002	49.91 ± 2.56	0.003 ± 0.001	95.50 ± 1.24
6	0.025 ± 0.004	62.28 ± 3.78	0.030 ± 0.003	54.62 ± 1.80	0.002 ± 0.001	97.02 ± 1.34
8	0.017 ± 0.004	74.42 ± 4.52	0.029 ± 0.004	56.20 ± 3.41	0.006 ± 0.002	91.65 ± 2.40

หมายเหตุ : ข้อมูล ($\bar{X} \pm SD$) ได้จากการทดลอง 3 ซ้ำ

ตารางที่ 3.11 % การฟอกสีกรรมธมนาวด้วยผงถ่านชนิดต่างๆ ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส

% ผงถ่าน (w/w)	ผงถ่าน KK		ผงถ่าน CGC-100		ผงถ่าน SS-1	
	OD ₄₀₀	% การฟอกสี	OD ₄₀₀	% การฟอกสี	OD ₄₀₀	% การฟอกสี
0	0.070 ± 0.004	0.00 ± 0.00	0.070 ± 0.004	0.00 ± 0.00	0.070 ± 0.004	0.00 ± 0.00
2	0.016 ± 0.003	77.25 ± 2.99	0.038 ± 0.003	45.76 ± 1.19	0.008 ± 0.002	88.65 ± 2.22
4	0.013 ± 0.002	82.98 ± 2.00	0.029 ± 0.002	58.59 ± 0.49	0.017 ± 0.003	75.82 ± 2.91
6	0.012 ± 0.003	82.85 ± 3.53	0.020 ± 0.003	71.53 ± 2.66	0.018 ± 0.003	74.9 ± 3.62
8	0.012 ± 0.003	82.98 ± 3.32	0.040 ± 0.002	42.84 ± 0.41	0.019 ± 0.002	77.91 ± 1.31

หมายเหตุ : ข้อมูล ($\bar{X} \pm SD$) ได้จากการทดลอง 3 ซ้ำ

ตารางที่ 3.12 % การฟอกสีกรดมะนาวด้วยผงถ่านชนิดต่าง ๆ ที่อุณหภูมิห้อง (28 องศาเซลเซียส)

% ผงถ่าน (w/w)	ผงถ่าน KK		ผงถ่าน CGC-100		ผงถ่าน SS-1	
	OD ₄₀₀	% การฟอกสี	OD ₄₀₀	% การฟอกสี	OD ₄₀₀	% การฟอกสี
C	0.123 ± 0.003	0.00 ± 0.00	0.123 ± 0.003	0.00 ± 0.00	0.123 ± 0.003	0.00 ± 0.00
2	0.026 ± 0.002	78.88 ± 1.11	0.033 ± 0.002	73.18 ± 0.97	0.026 ± 0.003	78.89 ± 1.93
4	0.011 ± 0.002	91.08 ± 1.15	0.035 ± 0.003	71.57 ± 1.75	0.017 ± 0.002	86.20 ± 1.29
6	0.011 ± 0.002	91.08 ± 1.15	0.047 ± 0.003	61.81 ± 1.51	0.014 ± 0.003	88.65 ± 2.17
8	0.011 ± 0.002	91.08 ± 1.15	0.052 ± 0.004	57.76 ± 2.22	0.011 ± 0.002	91.08 ± 1.41

หมายเหตุ : ข้อมูล ($\bar{X} \pm SD$) ได้จากการทดลอง 3 ซ้ำ

ตารางที่ 3.13 % การฟลอกัสติกรดมะนาวด้วยผงถ่านชนิดต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส

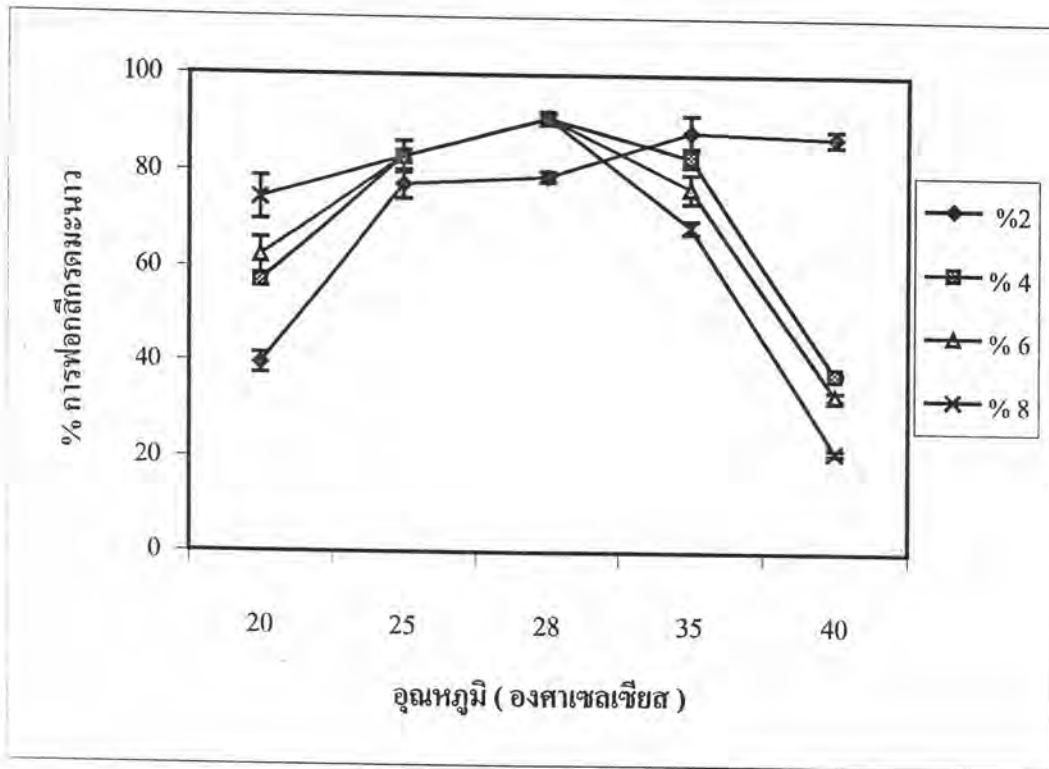
% ผงถ่าน (w/w)	ผงถ่าน KK		ผงถ่าน CGC-100		ผงถ่าน SS-1	
	OD ₄₀₀	% การฟลอกัสติ	OD ₄₀₀	% การฟลอกัสติ	OD ₄₀₀	% การฟลอกัสติ
0	0.076 ± 0.003	0.00 ± 0.00	0.076 ± 0.003	0.00 ± 0.00	0.076 ± 0.003	0.00 ± 0.00
2	0.009 ± 0.003	88.25 ± 3.49	0.030 ± 0.003	60.59 ± 2.39	0.011 ± 0.002	85.58 ± 2.07
4	0.013 ± 0.002	82.94 ± 1.96	0.031 ± 0.003	59.27 ± 2.34	0.014 ± 0.003	81.66 ± 3.23
6	0.018 ± 0.003	76.40 ± 3.02	0.042 ± 0.002	44.75 ± 0.46	0.016 ± 0.003	79.03 ± 3.12
8	0.024 ± 0.002	68.46 ± 1.39	0.056 ± 0.003	26.35 ± 1.04	0.022 ± 0.003	71.58 ± 3.53

หมายเหตุ : ข้อมูล ($\bar{X} \pm SD$) ได้จากการทดลอง 3 ซ้ำ

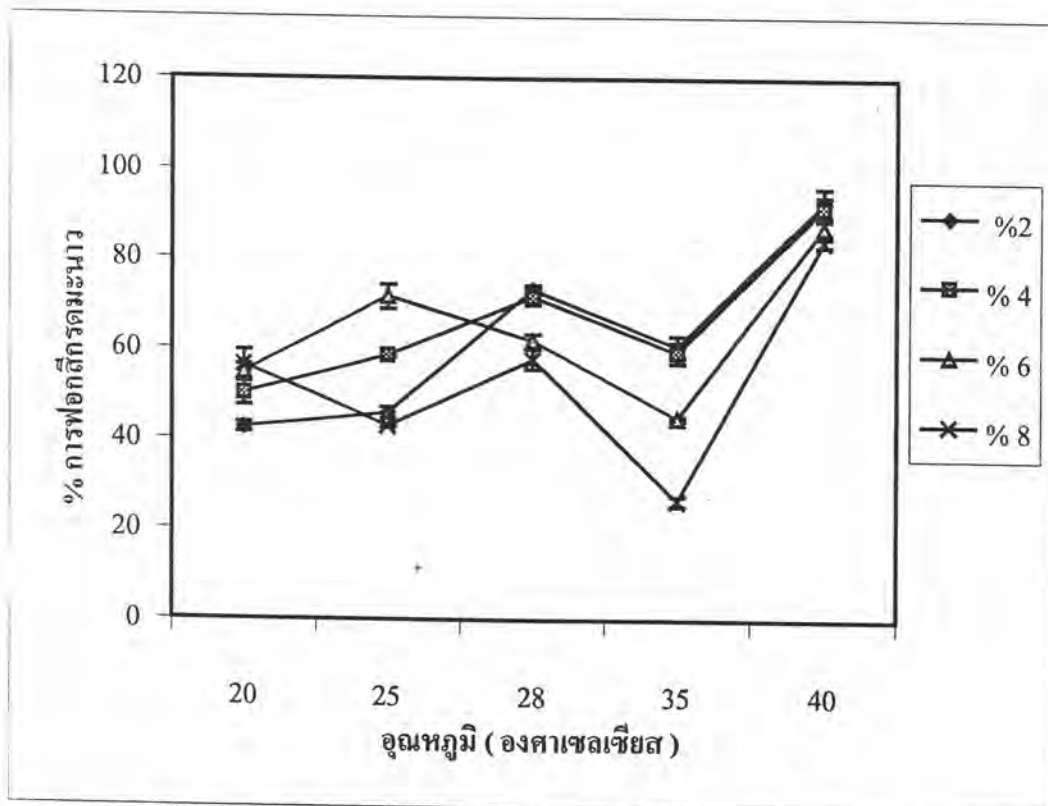
ตารางที่ 3.14 % การฟอกสีกรดมะนาวด้วยผงถ่านชนิดต่างๆ ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส

% ผงถ่าน (w/w)	ผงถ่าน KK		ผงถ่าน CGC-100		ผงถ่าน SS-1	
	OD ₄₀₀	% การฟอกสี	OD ₄₀₀	% การฟอกสี	OD ₄₀₀	% การฟอกสี
0	0.155 ± 0.004	0.00 ± 0.00	0.155 ± 0.004	0.00 ± 0.00	0.155 ± 0.004	0.00 ± 0.00
2	0.020 ± 0.003	87.12 ± 1.61	0.010 ± 0.003	92.74 ± 3.11	0.005 ± 0.002	96.79 ± 1.21
4	0.097 ± 0.003	37.43 ± 0.32	0.013 ± 0.004	91.65 ± 2.36	0.008 ± 0.002	94.86 ± 1.60
6	0.104 ± 0.004	32.92 ± 0.85	0.020 ± 0.003	87.12 ± 1.61	0.021 ± 0.004	86.49 ± 2.23
8	0.122 ± 0.004	21.23 ± 0.56	0.025 ± 0.002	83.88 ± 0.88	0.068 ± 0.004	56.16 ± 1.45

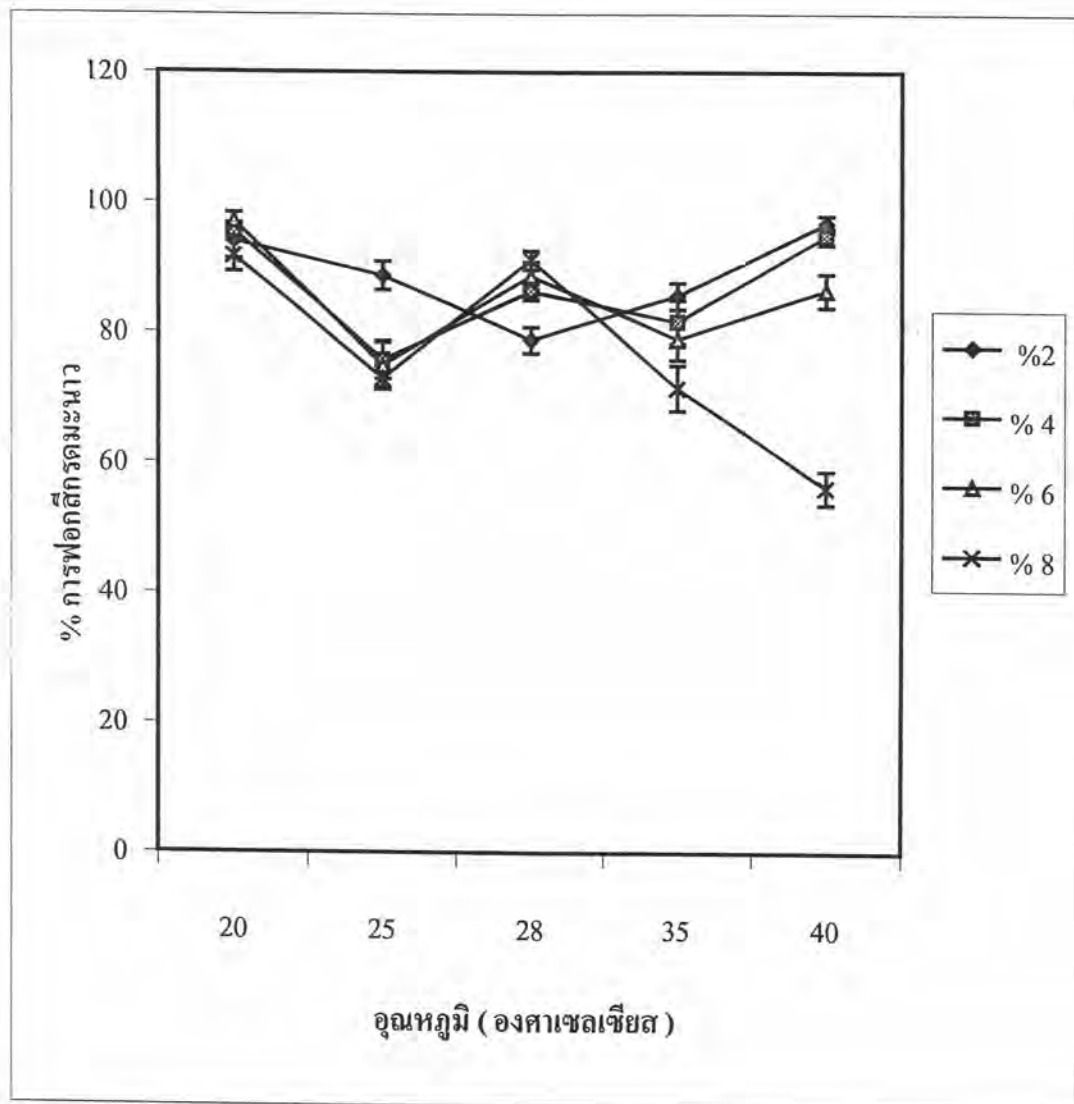
หมายเหตุ : ข้อมูล ($\bar{X} \pm SD$) ได้จากการทดลอง 3 ซ้ำ



รูปที่ 3.7 เปรียบเทียบปริมาณของผงถ่าน KK ที่ใช้ฟอกสีกรรมะนาวที่อุณหภูมิต่าง ๆ



รูปที่ 3.8 เปรียบเทียบปริมาณของผงถ่าน CGC-100 ที่ใช้ฟอกสีกรรมะนาวที่อุณหภูมิต่าง ๆ

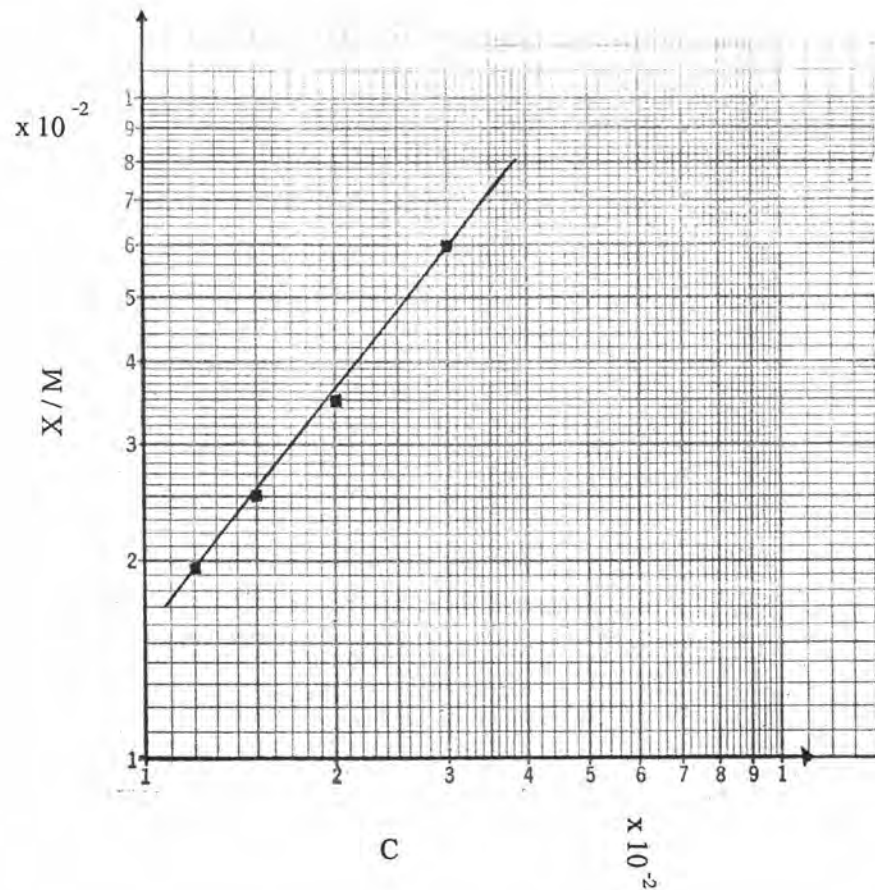


รูปที่ 3.9 เปรียบเทียบปริมาณของผงถ่าน SS-1 ที่ใช้ฟอกสีกรรมมะนาวที่อุณหภูมิต่างๆ

ตารางที่ 3.15 ความสัมพันธ์ของปริมาณผงถ่าน KK กับการฟอกสีกรดมะนาวที่อุณหภูมิห้อง (28°C)

% ผงถ่าน (w/w)	OD ₄₀₀	% การฟอกสี
0	0.090 ± 0.003	0.00 ± 0.00
1	0.030 ± 0.006	66.78 ± 4.72
2	0.020 ± 0.004	77.87 ± 3.67
3	0.015 ± 0.003	83.39 ± 2.36
4	0.012 ± 0.004	86.77 ± 4.09

หมายเหตุ : ข้อมูล ($\bar{X} \pm \text{SD}$) ได้จากการทดลอง 2 ครั้ง



รูปที่ 3.10 adsorption isotherm ของผงถ่าน KK ที่อุณหภูมิ 28°C

ตารางที่ 3.16 % การฟอกสีกรรมมะนาวด้วยเม็ดถ่านชนิดต่าง ๆ ที่อุณหภูมิห้อง
(28⁰ ซ)

% เม็ดถ่าน (w/w)	เม็ดถ่าน KK		เม็ดถ่าน CGC-16	
	OD ₄₀₀	% การฟอกสี	OD ₄₀₀	% การฟอกสี
0	0.059 ± 0.004	0.00 ± 0.00	0.059 ± 0.005	0.00 ± 0.00
5	0.023 ± 0.005	61.28 ± 5.86	0.026 ± 0.006	56.30 ± 6.49
10	0.027 ± 0.005	54.48 ± 5.40	0.030 ± 0.005	49.39 ± 4.20
15	0.053 ± 0.005	10.54 ± 2.03	0.064 ± 0.006	- 8.42 ± 0.99
20	0.064 ± 0.004	-8.50 ± 0.58	0.064 ± 0.006	- 8.42 ± 0.99

หมายเหตุ : ข้อมูล ($\bar{X} \pm SD$) ได้จากการทดลอง 3 ซ้ำ

ตารางที่ 3.17 % การฟอกสีกรรมมะนาวด้วยเม็ดถ่านชนิดต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 40⁰ ซ

% เม็ดถ่าน (w/w)	เม็ดถ่าน KK		เม็ดถ่าน CGC-16	
	OD ₄₀₀	% การฟอกสี	OD ₄₀₀	% การฟอกสี
0	0.061 ± 0.004	0.00 ± 0.00	0.081 ± 0.006	0.00 ± 0.00
5	0.022 ± 0.005	64.19 ± 5.86	0.059 ± 0.005	27.20 ± 0.78
10	0.033 ± 0.004	46.03 ± 3.02	0.069 ± 0.007	14.93 ± 2.35
15	0.045 ± 0.006	26.48 ± 5.02	0.075 ± 0.005	7.37 ± 0.69
20	0.055 ± 0.005	9.94 ± 2.30	0.090 ± 0.006	-11.15 ± 0.83

หมายเหตุ : ข้อมูล ($\bar{X} \pm SD$) ได้จากการทดลอง 3 ซ้ำ

และปริมาณเม็ดถ่านที่ใช้มากขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเม็ดถ่านที่ใช้ทดลองทั้ง 2 ชนิดนี้ไม่เหมาะสมกับการฟอกสีสารละลายประเภทกรดและเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นกลับเป็นการส่งเสริมให้สารละลายกรดมะนาวละลายสารที่เคลือบบนเม็ดถ่านที่ใช้ในการดูดซับหรือสารสกปรกที่เคลือบบนผิวของเม็ดถ่านให้ออกมามากขึ้น ดังนั้นจึงทำให้สีของสารละลายกรดมะนาวมีสีที่เข้มมากขึ้น อย่างไรก็ตามสารละลายกรดมะนาวที่ผ่านขั้นตอนการลดไอออนปนเปื้อนแล้วจะมีสีค่อนข้างใส (รูปที่ 3.11) เนื่องจากเรซินที่ใช้นอกจากจะทำหน้าที่แลกเปลี่ยนไอออนแล้วยังทำหน้าที่ดูดซับสีออกจากสารละลายกรดมะนาว ดังนั้นจึงไม่จำเป็นต้องใช้ข้อมูลที่ได้จากการทดลองนี้ไปใช้ผ่านกระบวนการฟอกสีจากถ่านกัมมันต์ นับว่าเป็นการลดต้นทุนในการใช้ถ่านกัมมันต์ ลดขั้นตอนและเวลาในกระบวนการทำให้กรดมะนาวบริสุทธิ์ ซึ่งถือว่าเป็นหัวใจสำคัญต่อการพัฒนาทางอุตสาหกรรม

สมการ adsorption isotherm คือ $X/M = kC^{1/n}$ เมื่อนำมาพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\log X/M$ และ $\log C$ จะได้กราฟลักษณะที่เป็นเส้นตรง (Hassler, 1951)

โดยที่

X	=	จำนวนที่ถูกดูดซับ
M	=	น้ำหนักของตัวดูดซับ
C	=	ความเข้มข้นที่ยังเหลืออยู่ในสมดุลหลังการดูดซับ



รูปที่ 3.11 เปรียบเทียบสีของสารละลายกรดมะนาวก่อนผ่านเรซินและหลังผ่านเรซิน

3.4 การตกผลึกกรรมะนาวแอนไฮดรัส

นำสารละลายกรรมะนาวหลังจากที่ผ่านกระบวนการการลดไอออนปนเปื้อนแล้ว มาทำให้เข้มข้นโดยเครื่องระเหยแยกน้ำออกแบบสูญญากาศที่อุณหภูมิ 50 และ 60 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบ 50 รอบต่อนาที จนกระทั่งสารละลายกรรมะนาวเข้มข้นประมาณ 60 ° brix จะเกิดผลึกเล็กๆ ของกรรมะนาวหลังจากนั้นรอจนกระทั่งได้ผลึกปริมาณมากและมีขนาดโต จึงนำสารละลายกรรมะนาวไปปั่นแยกผลึกออกจากสารละลาย ดังวิธีการในข้อ 2.6 ผลการทดลองที่ได้พบว่าที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส จะได้ผลึกผลกลับคืนเท่ากับ 57 % มีลักษณะผลึกที่โตกว่าที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ดังผลที่แสดงในตารางที่ 3.18 ดังนั้นจึงได้เลือกภาวะการตกผลึกที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส และตรวจสอบคุณสมบัติทางเคมีของกรรมะนาวที่ได้ดังวิธีการในข้อ 2.7 ซึ่งแสดงรายละเอียดไว้ในตารางที่ 3.19

ผลึกกรรมะนาวที่ได้จะมีลักษณะเป็น monoclinic holohedral (รูปที่ 3.12) สีขาว มีขนาดผลึกที่โตกว่ากรรมะนาวแอนไฮดรัสมาตรฐาน ขนาดของผลึกที่เตรียมได้มีขนาด 0.7 มิลลิเมตร และขนาดของผลึกกรรมะนาวแอนไฮดรัสมาตรฐานมีขนาดประมาณ 0.5 มิลลิเมตร (รูปที่ 3.13 และรูปที่ 3.14) มีรสเปรี้ยว จุดหลอมเหลวอยู่ในช่วงอุณหภูมิ 152-154 องศาเซลเซียส ซึ่งอยู่ในช่วงเดียวกับอุณหภูมิของผลึกกรรมะนาวมาตรฐาน คือ 153-155 องศาเซลเซียส ดังผลที่แสดงในตารางที่ 3.20

ตารางที่ 3.18 การตกผลึกกรรมะนาวที่อุณหภูมิ 50 และ 60 องศาเซลเซียส

อุณหภูมิ (°ซ)	เปอร์เซ็นต์ผลึกกรรมะนาว	เปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของกรรมะนาว	ขนาดผลึกที่ได้ (มม.)
50	57 ± 3.00	99.95 ± 0.04	0.7
60	46 ± 4.00	99.90 ± 0.04	0.3

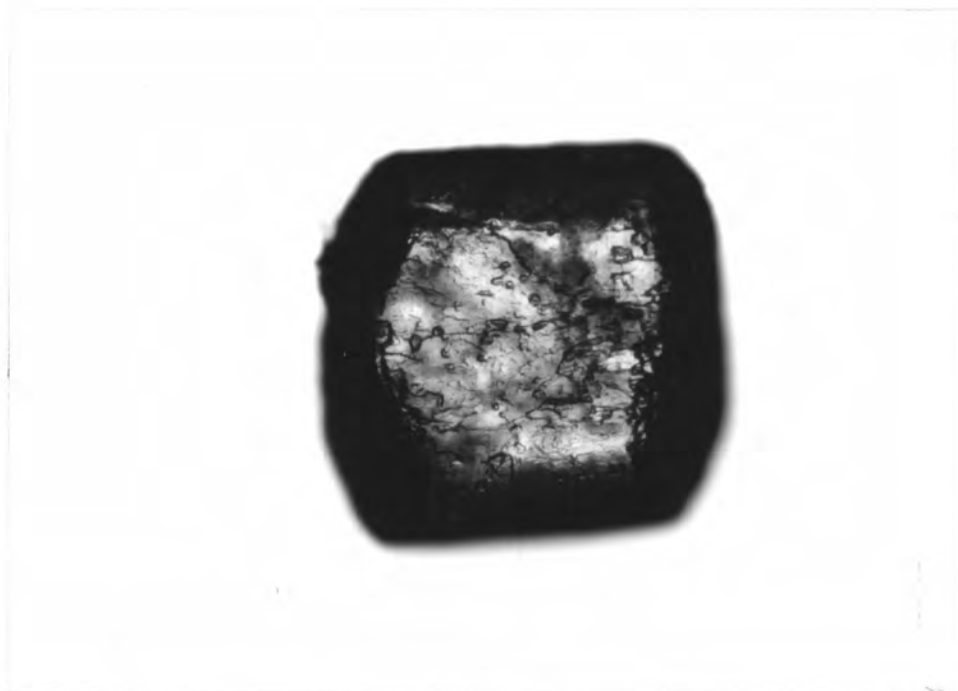
หมายเหตุ : ข้อมูล ($\bar{X} \pm SD$) ได้จากการทดลอง 2 ซ้ำ

ตารางที่ 3.19 สมบัติทางเคมีของกรดมะนาวที่เตรียมได้เทียบกับมาตรฐานอุตสาหกรรม (มอก., 2535)

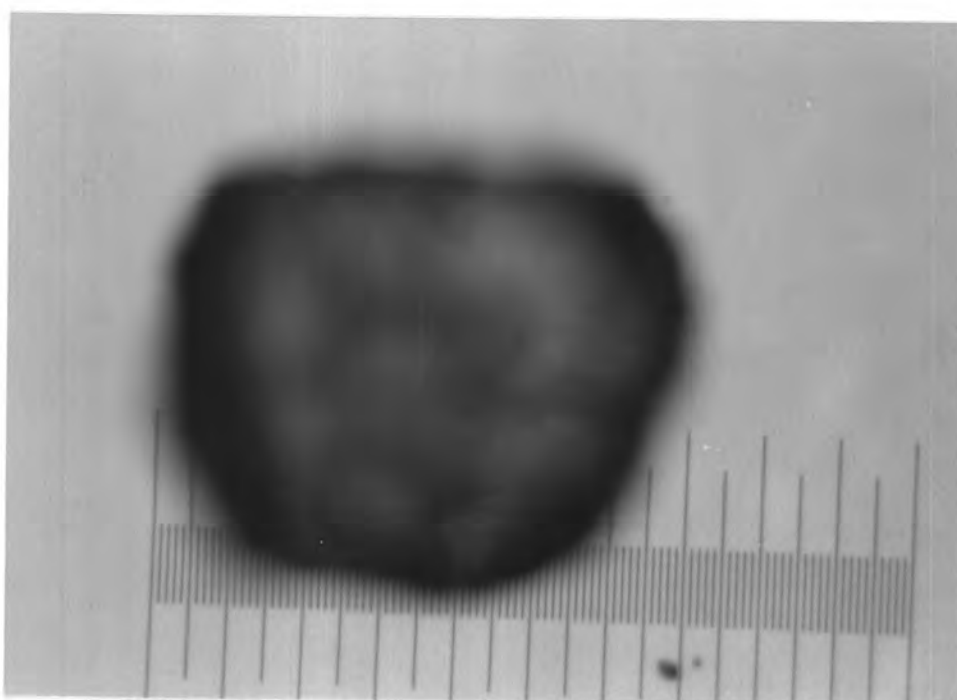
คุณลักษณะของกรดมะนาว	เกณฑ์กำหนด กรดมะนาวแอนไฮดรัส	กรดมะนาว แอนไฮดรัสที่เตรียมได้
1. ความบริสุทธิ์ของกรดมะนาวคำนวณ ในสภาพแห้ง ร้อยละ	99.5 ถึง 101.0	99.95
2. น้ำร้อยละ	ไม่เกิน 0.5	0.01
3. กากที่เหลือจากการเผา ร้อยละ ไม่เกิน	0.05	0.01
4. ออกซาเลต มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ไม่เกิน	350	ไม่เกิน 350
5. ซัลเฟต มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ไม่เกิน	150	49.20
6. สารหนู มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ไม่เกิน	3	0.00
7. โลหะหนัก (คำนวณเป็นตะกั่ว) มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ไม่เกิน	10	0.00
8. แบเรียม	สารละลายตัวอย่างต้องไม่ขุ่นกว่า สารละลายมาตรฐานสอบเทียบ	สารละลายตัวอย่างไม่ขุ่นกว่า สารละลายมาตรฐานสอบเทียบ
9. แคลเซียม มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ไม่เกิน	200	0.00
10. เหล็ก มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ไม่เกิน	50	0.03
11. คลอไรด์ มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ไม่เกิน	50	ไม่เกิน 50

ตารางที่ 3.20 เปรียบเทียบจุดหลอมเหลวของกรดมะนาวแอนไฮดรัสมาตรฐานและกรดมะนาวแอนไฮดรัสที่
เตรียมได้

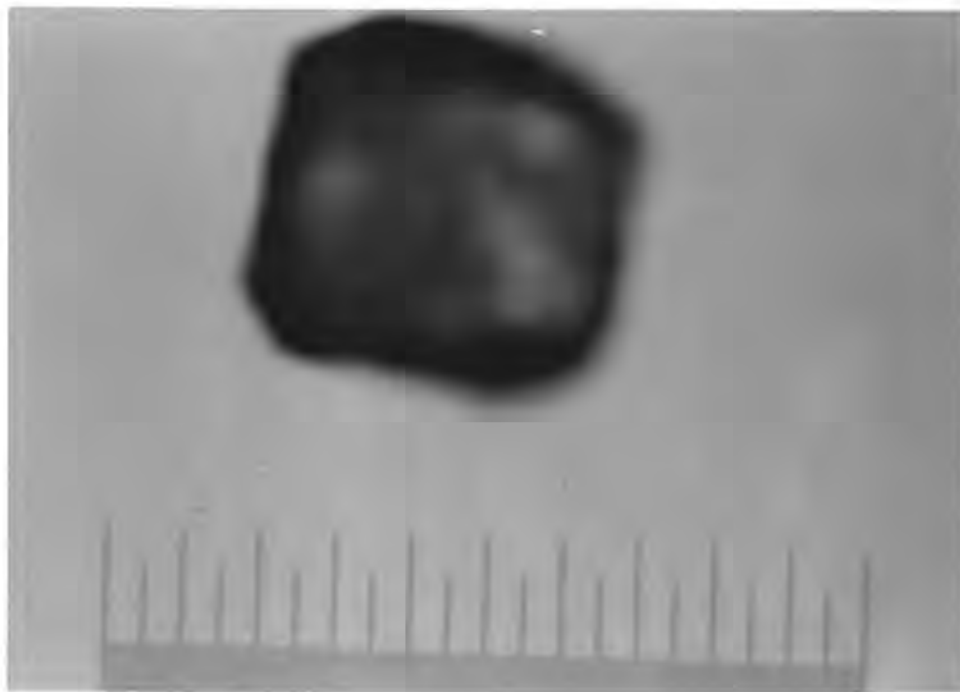
สาร	จุดหลอมเหลว (°ซ)
กรดมะนาวแอนไฮดรัสมาตรฐาน	153-155
กรดมะนาวแอนไฮดรัสที่เตรียมได้	152-154



รูปที่ 3.12 ลักษณะผลึกของกรดมะนาวที่เป็น monoclinic holohedral
(ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์กำลังขยาย 40 เท่า)



รูปที่ 3.13 ภาพของผลึกกรดมะนาวแอนไฮดรัสที่เตรียมได้ขนาด 0.7 มม.
(จากภาพเต็มสเกลมีขนาดเท่ากับ 1 มม.)



รูปที่ 3.14 ภาพของผลึกกรรมะนาวแอนไฮดรัสมาตรฐานขนาด 0.5 มม.

(จากภาพเต็มสเกลมีขนาดเท่ากับ 1 มม.)

จากผลการแยกและการตกผลึกกรรมะนาวแอนไฮดรัส ในแต่ละขั้นจะมีการสูญเสียผลิตผลไปบางส่วนดังผลที่แสดงในตารางที่ 3.21 (ส่วนลักษณะโครมาโทแกรมของกรรมะนาวที่มีการสูญเสียในแต่ละขั้นตอนจะแสดงไว้ใน ภาคผนวก ข.9) สำหรับขั้นตอนการละลายตะกอนแคลเซียมซิเตรตด้วย กรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 70 ได้เปอร์เซ็นต์ผลิตผลกลับคืนใกล้เคียงกับที่ Milson รายงานไว้คือ ที่อุณหภูมิ 50°C ได้กรรมะนาวกลับคืน 96 % เมื่อเทียบกับกรรมะนาวที่มีในน้ำหมัก ขณะที่ผลการทดลองที่ได้จะได้กรรมะนาวกลับคืน 94.34 % เมื่อเทียบกับกรรมะนาวที่มีในแคลเซียมซิเตรต (เนื่องการหมักกรรมะนาวด้วยยีสต์จะได้กรรมะนาวที่อยู่ในรูปของตะกอนแคลเซียมซิเตรต แต่ถ้าการหมักกรรมะนาวด้วยเชื้อรากรรมะนาวจะอยู่ในรูปสารละลายในน้ำหมัก ดังนั้นเวลาเทียบเปอร์เซ็นต์ที่ได้จากการหมักด้วยเชื้อราจึงเทียบกับปริมาณกรรมะนาวที่มีในน้ำหมัก ขณะที่การหมักกรรมะนาวด้วยยีสต์จะเทียบกับกรรมะนาวที่มีอยู่ในแคลเซียมซิเตรต) ที่อุณหภูมิห้อง (28°C) และไม่จำเป็นต้องใช้อุณหภูมิที่สูงในการละลายตะกอนซึ่งเท่ากับเป็นการลดพลังงานส่วนหนึ่งเมื่อเทียบกับที่ Milson รายงานไว้ (Milson และ Meer , 1985) อย่างไรก็ตามในขั้นตอนการลดไอออนปนเปื้อนกับการตกผลึกกรรมะนาวได้เปอร์เซ็นต์ผลิตผลกลับคืนต่ำกว่าที่ Atkinson รายงานไว้ คือสามารถตกผลึกกรรมะนาวได้ 92 % ของปริมาณกรรมะนาวที่มีในน้ำหมักหลังจากที่สารละลายกรรมะนาวผ่านการฟอกสี (Atkinson , 1983) เนื่องจากอุปกรณ์และปริมาณ

หลังจากที่สารละลายกรดมะนาวผ่านการฟอกสี (Atkinson, 1983) เนื่องจากอุปกรณ์และปริมาณกรดมะนาวที่ใช้ทดลองมีขนาดเล็กและเป็นการศึกษาในระดับห้องปฏิบัติการ นอกจากนี้การตกผลึกกรดมะนาวแอนไฮดรัสได้ทำเพียงครั้งเดียว แต่ที่ Atkinson รายงานไว้นั้นเป็นการแยกกรดมะนาวจากน้ำหมักขนาดอุตสาหกรรมโดยไม่แสดงขั้นตอนการลดสารไอออนปนเปื้อนด้วยเรซินแลกเปลี่ยนไอออน และเป็นการตกผลึกกรดมะนาวในระบบต่อเนื่องมีการวนเวียนการตกผลึกซ้ำหลายครั้ง จึงมีการสูญเสียกรดมะนาวน้อยกว่า

ตารางที่ 3.21 ปริมาณกรดมะนาว และเปอร์เซ็นต์ผลิตผลกลับคืนในแต่ละขั้นตอน

ขั้นตอน	ปริมาณกรดมะนาว (กรัม)	เปอร์เซ็นต์ ผลิตผลกลับคืน
1. การละลายตะกอนแคลเซียมซิเตรต ด้วยกรดซัลฟิวริก	934.93	94.36
2. การลดสารปนเปื้อนด้วย เรซินชนิดแลกเปลี่ยนแอนไอออน	909.17	91.76
3. การลดสารปนเปื้อนด้วย เรซินชนิดแลกเปลี่ยนแคทไอออน	877.56	88.57
4. การตกผลึกกรดมะนาว	568.33	57.00

หมายเหตุ : ปริมาณกรดมะนาวในแคลเซียมซิเตรตมีค่าเท่ากับ 990.81 กรัม