บทที่ 3
การทดลอง

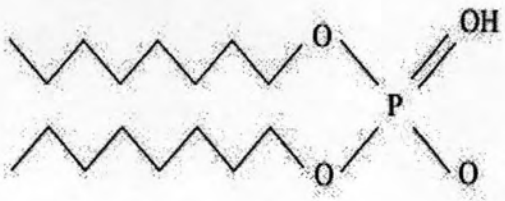
บทนี้จะกล่าวถึงสารเคมี อุปกรณ์และเครื่องมือ ลำดับและปัจจัยในการทดลองเพื่อสกัดและนำกลับไอออนนิกเกิลจากน้ำเสียในอุตสาหกรรมผลิตแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมโดยเยื่อแผ่นเหลวที่พยุงด้วยเส้นใยกลวง

3.1 สารเคมี

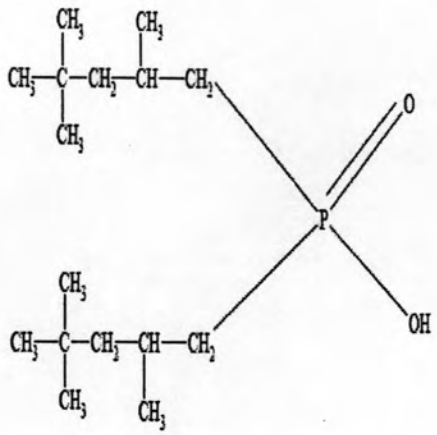
ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัยนี้

ชนิด	ชื่อสารเคมี	สูตรเคมี	เกรด	บริษัท
สารละลายป้อน	น้ำเสียจากอุตสาหกรรมผลิตแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม	Ni^{2+}, Fe^{2+}, Fe^{3+}, Cr_2O_3 และ ฯลฯ	-	บริษัทไทยน๊อคซ์สเตนเลส จำกัด (มหาชน)
สารละลายนำกลับ	กรดซัลฟิวริก	H_2SO_4	วิเคราะห์	Merck Ltd.
สารสกัดอินทรีย์	1. D2EHPA (di(2-ethylhexyl) phosphoric acid)	$C_{16}H_{35}O_4P$	วิเคราะห์	Merck Ltd.
	2. Cyanex 301 (bis(2,4,4 trimethylpentyl) dithiophosphinic acid)	$C_{16}H_{35}PS_2$	ทางการค้า	Cytec Industries Inc.
	3. Cyanex 272 (bis(2,4,4 trimethyl-pentyl) phosphinic acid)	$C_{16}H_{35}O_2P$	ทางการค้า	Cytec Industries Inc.
	4. LIX 860-I (5-dodecylsalicyladoxime)	$C_{19}H_{31}NO$	ทางการค้า	Cognis Ltd.
สารละลายอินทรีย์	เคโรซีน (Jet A-1)	-	ทางการค้า	ปตท.

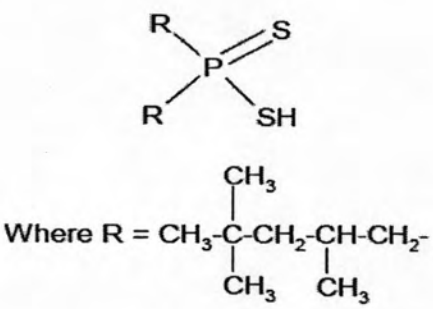
สูตรโครงสร้างของสารสกัดที่ใช้ในงานวิจัยนี้แสดงดังรูปที่ 3.1



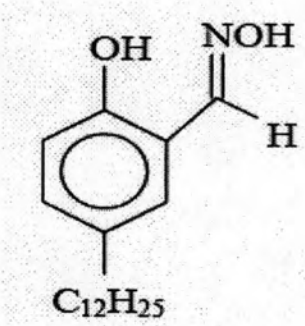
D2EHPA



Cyanex 272



Cyanex 301

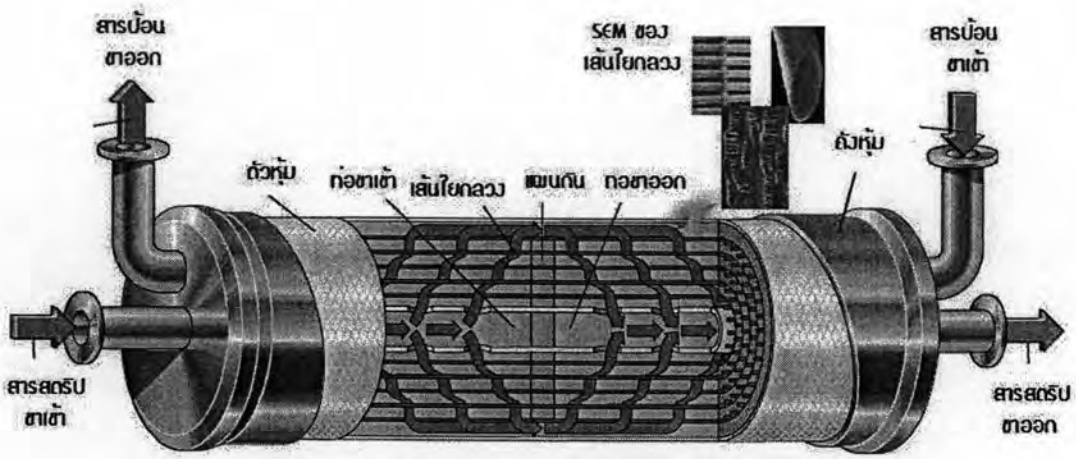


LIX 860-I

รูปที่ 3.1 สูตรโครงสร้างของสารสกัดที่ใช้ในงานวิจัยนี้

3.2 อุปกรณ์

3.2.1มอดูลเส้นใยกลวงของ Celgard ® X-30 240 microporous polypropylene hollow fiber ดังรูปที่ 3.2 รายละเอียดของมอดูลเส้นใยกลวงแสดงดังตารางที่ 3.2



รูปที่ 3.2 มอดูลเส้นใยกลวง (www.liqui-cel.com)

ตารางที่ 3.2 สมบัติของมอดูลเส้นใยกลวง

สมบัติ	
วัสดุเส้นใยกลวง	พอลิโพรพิลีน (Polypropylene)
เส้นผ่านศูนย์กลางภายในของเส้นใยกลวง	240 μm (ไมโครเมตร)
เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกของเส้นใยกลวง	300 μm
ขนาดรูพรุนที่มีประสิทธิภาพ	0.05 μm
ความพรุนของเส้นใยกลวง	30 %
ความดันแตกต่างสูงสุด	4.2 kg/cm^2 (60 psi)
พื้นที่ผิวที่มีประสิทธิภาพ	1.4 m^2 (15.2 ft^2)
อัตราส่วนของพื้นที่ผิวต่อปริมาตรที่มีประสิทธิภาพ	29.3 cm^2/cm^3 (74.4 m^2/m^3)
ช่วงอุณหภูมิในการปฏิบัติการสูงสุด	1 °C ถึง 60 °C
มิติของมอดูลเส้นใยกลวง (DXL)	2.5X8 inch

3.2.2 เครื่อง Inductively coupled plasma spectroscopy (ICP) Perkin Elmer Model PLASMA-1000 ใช้ตรวจวัดค่าความเข้มข้นของไอออนนิกเกิล เหล็ก และโครเมียม

3.2.3 เครื่องตรวจวัดความกรด-เบส (pH meter)

3.2.4 เครื่องสูบทนต่อการกัดกร่อนสารเคมี (Chemical pump)

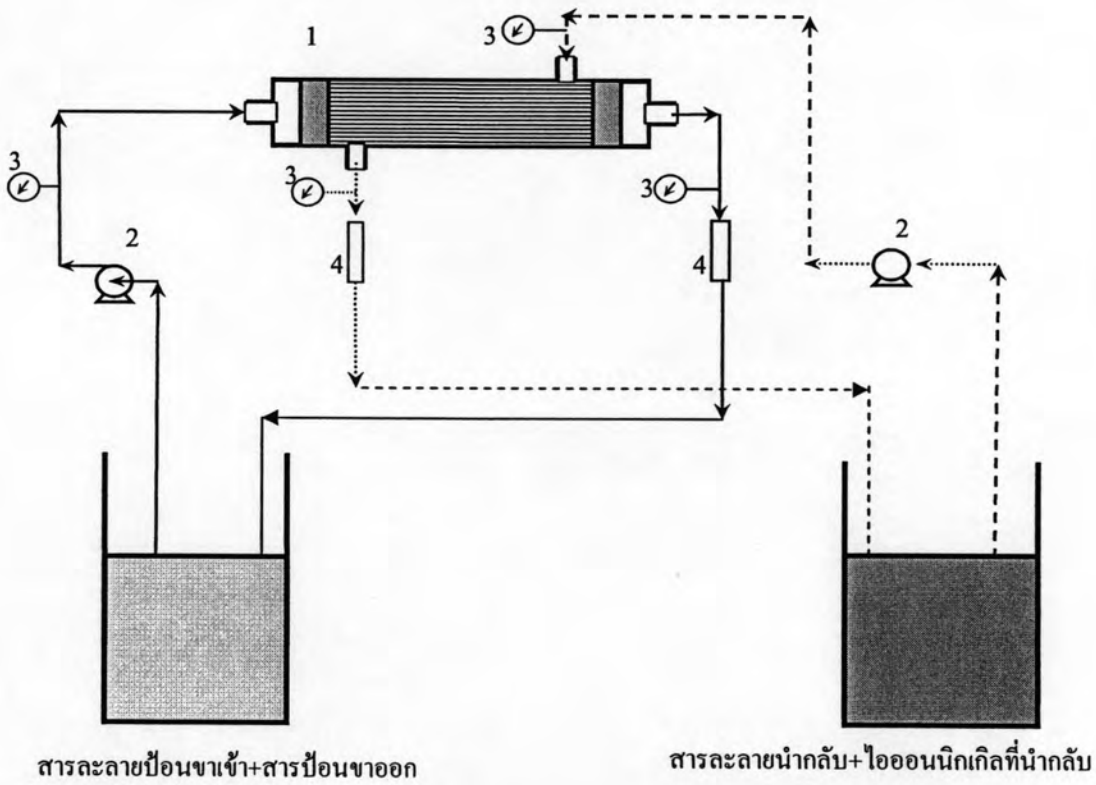
3.2.5 นาฬิกาจับเวลา

3.2.6 อุปกรณ์เครื่องแก้ว

3.3 วิธีการทดลอง

ตอนที่ 1 ศึกษาการสกัดและการนำกลับไอออนนิกเกิลโดยเยื่อแผ่นเหลวที่พยุงด้วยเส้นใยกลวง 1 มอดูล ที่อุณหภูมิห้อง ดังรูปที่ 3.3

สารละลายป้อนคือน้ำเสียขาออกจากการขั้นตอนการเปลี่ยนสภาพโครเมียม Cr(VI) ไปเป็นโครเมียม Cr(III) ในกระบวนการผลิตแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมซึ่งควบคุมค่าความเป็นกรด-เบส 2.2 ทำให้น้ำเสียในส่วนนี้ไม่มีตะกอนโลหะหนักและมีความเข้มข้นของไอออนนิกเกิลประมาณ 90 ppm



รูปที่ 3.3 การสกัดและการนำกลับไอออนนิกเกิลโดยใช้ 1 มอดูล ลักษณะการไหลแบบหมุนวน สารละลายป้อนไหลเข้าด้านท่อและสารละลายนำกลับไหลเข้าด้านเปลือกแบบสวนทาง 1) มอดูลเส้นใยกลวง 2) เครื่องสูบ 3) มาตรวัดความดัน 4) มาตรวัดอัตราการไหล

3.3.1 การศึกษาผลของชนิดสารสกัดและค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายป้อน

1) เตรียมเฟสเยื่อแผ่นเหลวที่ประกอบด้วยสารสกัด D2EHPA ความเข้มข้น 0.6 M ในตัวทำละลายเคโรซีนปริมาตร 1,000 ml
2) ป้อนสารสกัดเข้าทั้งฝั่งท่อ (Tube side) และฝั่งเปลือก (Shell side) ของมอดูลเส้นใยกลวง ให้ไหลเวียนประมาณ 40 นาที เพื่อให้สารสกัดยึดตรึงเต็มในรูพรุนจุลภาคของเส้นใยกลวง
3) เตรียมเฟสสารละลายป้อนซึ่งเป็นน้ำเสียขาออกจากการขั้นตอนการเปลี่ยนสภาพโครเมียม ปริมาตร 3,500 ml ปรับค่าความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 2 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และกรดไนตริก (น้ำเสียขาออกจากการขั้นตอนการเปลี่ยนสภาพโครเมียมมีค่าความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 2.2)
4) เตรียมเฟสสารละลายนำกลับกรดซัลฟิวริกในน้ำกลั่นที่ความเข้มข้น 1.5 M ปริมาตร 3,500 ml
5) เก็บตัวอย่างสารละลายป้อนจำนวน 10 ml เพื่อวิเคราะห์ความเข้มข้นของไอออนนิกเกิล เหล็ก และโครเมียม ด้วยเครื่อง Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP) ก่อนเริ่มทำการทดลอง
6) ป้อนสารละลายป้อนให้ไหลเข้าฝั่งท่อและสารละลายนำกลับเข้าฝั่งเปลือกของมอดูลเส้นใยกลวงแบบสวนทางกัน โดยมีอัตราการไหลของสารละลายป้อนและสารละลายนำกลับเท่ากัน คือ 100 ml/min ให้สารละลายป้อนและสารละลายนำกลับไหลออกกลับถังเดิมและวนกลับเข้ามอดูลเส้นใยกลวงในฝั่งท่อและเปลือกตามลำดับซ้ำไปมาเป็นเวลา 240 นาที เก็บตัวอย่างสารละลายป้อนและสารละลายนำกลับที่ 20, 40, 60, 80,100,120,180 และ 240 นาที จำนวน 10 ml นำไปวิเคราะห์ความเข้มข้นของไอออน นิกเกิล เหล็ก และ โครเมียม
7) ทำการทดลองซ้ำโดยเปลี่ยนชนิดของสารสกัดเป็น Cyanex 301, Cyanex 272 และ LIX 860-I
8) ทำการทดลองซ้ำโดยเปลี่ยนค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายป้อนเป็น 3, 4, 5 และ 6
9) คำนวณเปอร์เซ็นต์การสกัดและการนำกลับตามตัวอย่างในภาคผนวก ข

I 24676548

3.3.2 การศึกษาผลของความเข้มข้นของสารสกัด

ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.1 เลือกชนิดของสารสกัดและค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายป้อนที่มีค่าเปอร์เซ็นต์การสกัดและการนำกลับสูงสุดจากหัวข้อ 3.3.1 ความเข้มข้นของสารสกัดที่ศึกษา 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 และ1 M

3.3.3 การศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายนำกลับกรดซัลฟิวริก

ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.1 เลือกชนิดของสารสกัดและค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายป้อนที่มีค่าเปอร์เซ็นต์การสกัดและการนำกลับสูงสุดจากหัวข้อ 3.3.1 และความเข้มข้นของสารสกัดจากหัวข้อ 3.3.2 ความเข้มข้นของสารละลายนำกลับกรดซัลฟิวริกที่ศึกษา 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 และ 2.5 M

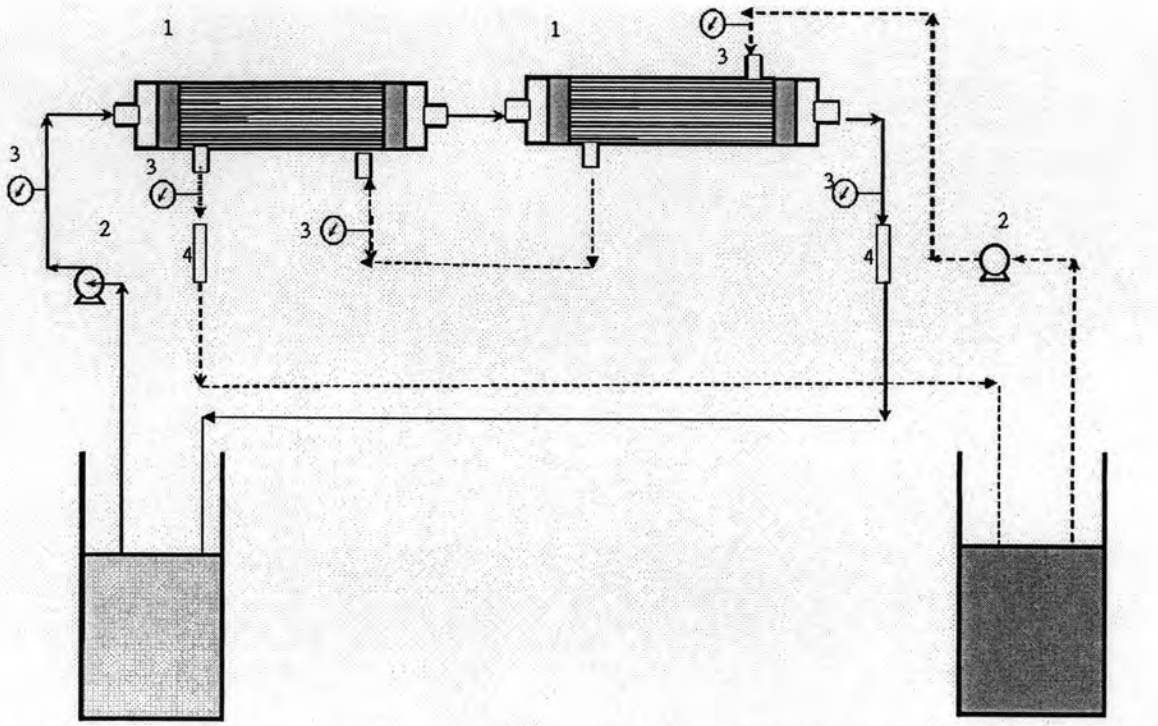
3.3.4 การศึกษาผลของอัตราการไหลของสารละลายป้อนและสารละลายนำกลับ

ศึกษาอัตราการไหลของสารละลายป้อนและสารละลายนำกลับทั้งฝั่งเฟสสารละลายป้อน (ฝั่งท่อ) และเฟสสารละลายนำกลับ(ฝั่งเปลือก) เท่ากันที่ 100, 200, 300, 400 และ 500 ml/min ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.1 เลือกชนิดของสารสกัดและค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายป้อนที่มีค่าเปอร์เซ็นต์การสกัดและการนำกลับสูงสุดจากหัวข้อ 3.3.1 ความเข้มข้นของสารสกัดจากหัวข้อ 3.3.2 และความเข้มข้นของสารละลายนำกลับกรดซัลฟิวริกจากหัวข้อ 3.3.3

3.3.5 การศึกษาผลของอัตราส่วนโดยปริมาตรระหว่างสารละลายป้อนต่อสารละลายนำกลับ

อัตราส่วนโดยปริมาตรระหว่างสารละลายป้อนต่อสารละลายนำกลับที่ศึกษา 3500:3500, 3500:2800, 3500:2100, 3500:1400 (ml:ml) ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.1 เลือกชนิดของสารสกัดและค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายป้อนที่มีค่าเปอร์เซ็นต์การสกัดและการนำกลับสูงสุดจากหัวข้อ 3.3.1 ความเข้มข้นของสารสกัดจากหัวข้อ 3.3.2 ความเข้มข้นของสารละลายนำกลับกรดซัลฟิวริกจากหัวข้อ 3.3.3 และอัตราการไหลของสารละลายป้อนและสารละลายนำกลับจากหัวข้อ 3.3.4

ตอนที่ 2 ศึกษาการสกัดและการนำกลับไอออนนิกเกิลโดยเยื่อแผ่นเหลวที่พยุงด้วยเส้นใยกลวง 2 มอดูล ที่อุณหภูมิห้อง ดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 การสกัดและการนำกลับไอออนนิกเกิลโดยใช้ 2 มอดูล ลักษณะการไหลแบบหมุนวน สารละลายป้อนไหลเข้าด้านท่อและสารละลายนำกลับไหลเข้าด้านเปลือกแบบสวนทาง 1) มอดูลเส้นใยกลวง 2) เครื่องสูบ 3) มาตรวัดความดัน 4) มาตรวัดอัตราการไหล

3.3.6 การศึกษาผลของความเข้มข้นของสารสกัด

ทำการทดลองเช่นเดียวกับตอนที่ 1 โดยใช้ชนิดของสารสกัด ค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายป้อน ความเข้มข้นของสารละลายนำกลับกรดซัลฟิวริก อัตราการไหลของสารละลายป้อนและสารละลายนำกลับ และอัตราส่วนโดยปริมาตรระหว่างสารละลายป้อนต่อสารละลายนำกลับที่มีค่าเปอร์เซ็นต์การสกัดและการนำกลับสูงสุดจากตอนที่ 1 ศึกษาผลของความเข้มข้นของสารสกัดที่ 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 และ1 M

3.3.7 การศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายนำกลับกรดซัลฟิวริก

ทำการทดลองเช่นเดียวกับตอนที่ 1 โดยใช้ชนิดของสารสกัด ค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายป้อน ความเข้มข้นของสารสกัด อัตราการไหลของสารละลายป้อนและสารละลายนำกลับ และอัตราส่วนโดยปริมาตรระหว่างสารละลายป้อนต่อสารละลายนำกลับที่มีค่าเปอร์เซ็นต์การสกัดและการนำกลับสูงสุดจากตอนที่ 1 ศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายนำกลับกรดซัลฟิวริกที่ 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 และ 2.5 M

3.3.8 การศึกษาผลของอัตราส่วนโดยปริมาตรระหว่างสารละลายป้อนต่อสารละลายนำกลับ

ทำการทดลองเช่นเดียวกับตอนที่ 1 โดยใช้ชนิดของสารสกัด ค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายป้อน ความเข้มข้นของสารสกัด ความเข้มข้นของสารละลายนำกลับกรดซัลฟิวริก และอัตราการไหลของสารละลายป้อนและสารละลายนำกลับที่มีค่าเปอร์เซ็นต์การสกัดและการนำกลับสูงสุดจากตอนที่ 1 ศึกษาผลของอัตราส่วนโดยปริมาตรระหว่างสารละลายป้อนต่อสารละลายนำกลับที่ 3500:3500 และ 3500:2800 (ml:ml) ซึ่งเป็นอัตราส่วนในหัวข้อ 3.3.5 ที่มีค่าเปอร์เซ็นต์การนำกลับสูง

3.3.9 เปรียบเทียบการนำกลับไอออนนิกเกิลจากน้ำเสียของกระบวนการผลิตแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมกับน้ำสังเคราะห์โดยเยื่อแผ่นเหลวที่พยุงด้วยเส้นใยกลวง 1 มอดูล

ใช้ค่าของปัจจัยต่างๆ จากตอนที่ 1 (1 มอดูล) ที่มีค่าเปอร์เซ็นต์การสกัดและการนำกลับสูงสุด ศึกษากับน้ำสังเคราะห์ที่มีเฉพาะไอออนนิกเกิลเท่านั้น น้ำสังเคราะห์ที่มีไอออนเหล็กและนิกเกิล และน้ำสังเคราะห์ที่มีไอออนเหล็ก โครเมียม และนิกเกิล เพื่อเปรียบเทียบกับผลการทดลองของน้ำเสียจากกระบวนการผลิตแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมที่ประกอบด้วยไอออนเหล็ก โครเมียม และนิกเกิล