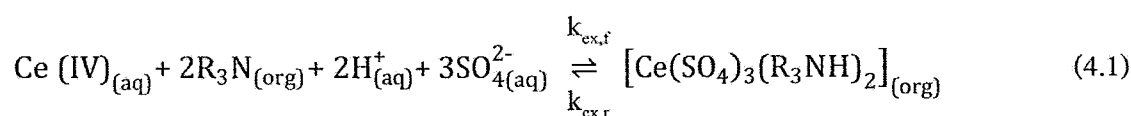


การสกัดไอออนโลหะผ่านระบบ เยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวง

การสกัดไอออนโลหะผ่านระบบเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวง องค์ประกอบในการทำงานของระบบซึ่งจะต้องประกอบไปด้วยอุปกรณ์ของระบบเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวง สารละลายต่างๆ ที่ใช้ในสารละลายป้อนและสารละลายนำกลับ โดยทั่วไปมักจะเป็นกรดหรือเบสที่เหมาะสมต่อสาร (ไอออนโลหะ) ที่ต้องการแยก สารสกัดและตัวทำละลาย เครื่องมือวิเคราะห์และปริมาณไอออนโลหะต่างๆ เป็นต้น ดังนั้นเพื่อให้ง่ายต่อการทำความเข้าใจ จึงนำองค์ประกอบต่างๆ ที่ได้อธิบายไว้ในหัวข้อต่างๆ ที่ผ่านมา ร้อยเรียงเพื่อให้ภาพของการสกัดไอออนโลหะผ่านระบบเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวงสมบูรณ์ยิ่งขึ้น วิธีการอธิบายจะอาศัยไอออนโลหะซีเรียมเป็นตัวดำเนินเรื่อง เพื่อให้ผู้อ่านสามารถจินตนาการได้อย่างชัดเจน

4.1 กระบวนการสกัดไอออนซีเรียมด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวง

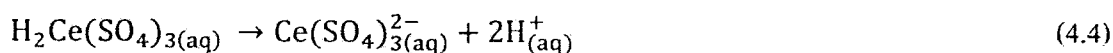
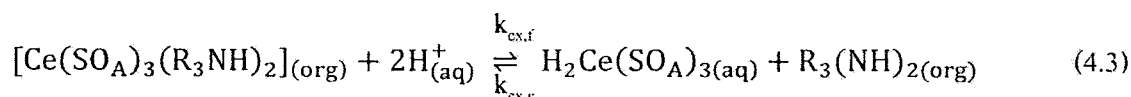
องค์ประกอบที่สำคัญในกระบวนการ สกัด ไอออนซีเรียมด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวงประกอบด้วยวิภาคของเหลว 3 วิภาคคือ 1) วิภาคสารละลายป้อนซึ่งมีไอออนซีเรียมละลายอยู่ 2) วิภาคสารละลายนำกลับ ในที่นี้จะ เป็นประเภทกรดที่สามารถให้ไฮโดรเนียมไอออนได้ และ 3) วิภาคเยื่อแผ่นเหลวซึ่งมีสารสกัดละลายอยู่ในตัวทำละลายและตั้งอยู่ในรูพรุนจุลภาคของผนังเส้นใยกลวง วิภาคเยื่อแผ่นเหลวนี้นี้คั่นระหว่างวิภาคสารละลายป้อนกับวิภาคสารละลายนำกลับไม่ให้สัมผัสและรวมเป็นเนื้อเดียวกันกลไกของกระบวนการมีลักษณะเดียวกับที่ได้แสดงไว้ในรูปที่ 3.2 ไอออนซีเรียมจะเข้าทำปฏิกิริยากับสารสกัดในวิภาคเยื่อแผ่นเหลวเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนที่ผิวสัมผัส 1 (ดูรูปที่ 3.4 ประกอบ) ขึ้น ดังสมการต่อไปนี้ คือ



โดยที่ “ $\text{R}_3\text{N}(\text{RH})$ ” เป็นสัญลักษณ์แทนสารสกัดไตรนอร์มอลออกทิลลามีน (tri-n-octylamine, TOA) ในวิภาคเยื่อแผ่นเหลว และมีค่าสมดุลของการสกัดเป็น

$$K_{\text{ex}} = \frac{k_{\text{ex},f}}{k_{\text{ex},r}} \quad (4.2)$$

ได้กล่าวมาแล้วว่าไอออนซีเรียมจะทำปฏิกิริยากับสารสกัด TOA เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนในวัฏภาคเยื่อแผ่นเหลวซึ่งจะซึมผ่านชั้นเยื่อแผ่นเหลวจากผิวด้านที่สัมผัสกับวัฏภาคสารละลายป้อนไปสู่ผิวด้านที่สัมผัสกับสารละลายนำกลับจากนั้นจะเกิดปฏิกิริยาการนำกลับกับไอออนไฮโดรเนียมในวัฏภาคสารละลายนำกลับ ทำให้ไอออนซีเรียมถูกปล่อยออกจากวัฏภาคเยื่อแผ่นเหลวไปสู่วัฏภาคสารละลายนำกลับ เราสามารถเขียนสมการการนำกลับได้ดังนี้



ภายหลังปฏิกิริยาการนำกลับสารประกอบเชิงซ้อนที่ผิวที่สัมผัสกับวัฏภาคสารละลายนำกลับจะสลายตัวหมดไปคงอยู่แค่เพียงสารสกัด ที่จะซึมผ่านอยู่ในวัฏภาคเยื่อแผ่นเหลวและพร้อมที่จะเกิดปฏิกิริยากับไอออนซีเรียมใหม่ จนกระทั่งกระบวนการเข้าสู่ภาวะสมดุล

4.2 กระบวนการสกัดไอออนโลหะด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลวงระบบหอสกัดเดี่ยว

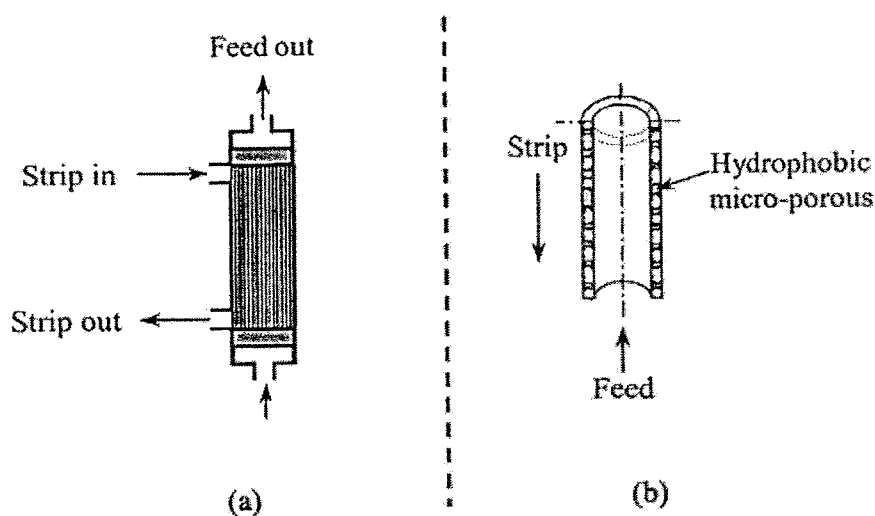
กระบวนการสกัดไอออนโลหะด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลวงระบบหอสกัดเดี่ยวประกอบด้วยหอสกัด (เส้นใยกลวง) 1 หอ และถังพักสำหรับสารละลายป้อน และสารละลายนำกลับ ดังรายละเอียดในรูปที่ 3.4 เริ่มต้นด้วยการเตรียมวัฏภาคเยื่อแผ่นเหลวในหอสกัดเพื่อยึดตรึงสารสกัดให้อยู่ในเยื่อแผ่นด้วยการป้อนสารละลายอินทรีย์เช่นในกรณีนี้ คือ TOA ที่เป็นสารสกัดและละลายอยู่ในน้ำมันก๊าดซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวทำละลาย ด้วยสัดส่วนความเข้มข้นที่เหมาะสมสารละลายอินทรีย์ผสมนี้จะอุดเข้าไปในรูพรุนจุลภาคชนิดไม่ชอบน้ำ (hydrophobic micro-porous) ของเส้นใยกลวงภายในหอสกัด และถูกยึดตรึงอยู่ภายในรูพรุนด้วยแรงคะปิลลารี (capillary force) และสัมพรรคภาพอิเล็กตรอน (electron affinity) เกิดเป็นวัฏภาคเยื่อแผ่นเหลวขึ้นทำหน้าที่ขังกั้นวัฏภาคสารละลายของน้ำภายในและภายนอกเส้นใยกลวง และพร้อมสำหรับการสกัด

จากนั้นจะทำการป้อนสารละลายป้อนและสารละลายนำกลับเข้าหอสกัดพร้อมกันโดยให้สารละลายป้อนไหลเข้าภายในเส้นใยกลวงขณะที่สารละลายนำกลับไหลสวนทิศทาง (counter

current flow) อยู่ภายนอกคือในชั้นเปลือกของเส้นใยกลวงและทันทีที่สารละลายป้อนสัมผัสกับเยื่อแผ่นเหลวจะเกิดปฏิกิริยาการสกัดดังสมการที่ (4.1) และเกิดสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างสารสกัด TOA กับไอออนซีเรียมซึ่งเป็นกระบวนการถ่ายเทมวลของไอออนซีเรียมออกจากสารละลายป้อนไปสู่เยื่อแผ่นเหลวที่ยึดตรึงอยู่ภายในรูพรุนจุลภาคของเส้นใยกลวงและดำเนินการสกัดไปจนกระทั่งเข้าสู่สมดุลของการสกัดอย่างรวดเร็ว

สารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นจะซึมผ่านชั้นวัสดุเยื่อแผ่นเหลว จากผิวด้านที่สัมผัสกับสารละลายป้อนไปสู่ผิวด้านที่สัมผัสกับสารละลายนำกลับและเกิดปฏิกิริยาการนำกลับกับสารละลายนำกลับ ดังแสดงในสมการที่ (4.3) ปฏิกิริยาการนำกลับเป็นกระบวนการถ่ายเทมวลของไอออนซีเรียมจากวัสดุเยื่อแผ่นเหลวไปสู่วัสดุสารละลายนำกลับพร้อมกับการนำสารสกัดกลับคืนสู่วัสดุเยื่อแผ่นเหลวและจะดำเนินไปจนเข้าสู่สมดุล กระบวนการจะดำเนินซ้ำตามขั้นตอนต่างๆ ดังได้กล่าวแล้วจนสมบูรณ์ ซึ่งจะนับว่าระบบได้ทำงานครบวัฏจักร (cycle) ในรอบแรก และจะดำเนินการสกัดในวัฏจักรของรอบต่อไปจนกว่าจะครบจำนวนรอบวัฏจักรที่ต้องการหรือการทำงานเข้าสู่สภาวะคงตัว (steady state)

ขั้นตอนทั้งหมดของกระบวนการที่กล่าวนี้มีผลทำให้ไอออนซีเรียมที่อยู่ในสารละลายป้อนเกิดการถ่ายเทมวลไปสู่สารละลายนำกลับ โดยที่กลไกการถ่ายเทมวลที่เกิดขึ้นเกิดจากการเกิดปฏิกิริยาของไอออนซีเรียมกับสารสกัดในวัสดุเยื่อแผ่นเหลวที่ขวางกั้นวัสดุสารละลายของน้ำทั้งสองนั่นเอง ผังการไหลของวัฏจักรต่างๆ ในกระบวนการแสดงดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 ผังการไหลในกระบวนการสกัดด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลวง

หากพิจารณาจากรูปที่ 4.1 (a) กระบวนการสกัดประกอบด้วยส่วนสำคัญดังนี้ 1) หอสกัด 2) สารละลายป้อน และ 3) สารละลายนำกลับโดยที่ภายในหอสกัดจะบรรจุด้วยเส้นใยกลวง

ขนาดเล็กซึ่งมีรูพรุนจุลภาคชนิดไม่ชอบน้ำจำนวนมาก ภาพจำลองขยายขนาดของเส้นใยกลวงขนาดเล็กแต่ละเส้นแสดงดังรูปที่ 4.1(b) รูพรุนจุลภาคของเส้นใยกลวงจะทำหน้าที่ยึดตรึงสารสกัดซึ่งละลายอยู่ในสารละลายอินทรีย์เพื่อให้วัฏภาคเชื้อแผ่นเหลวมีเสถียรภาพ ขั้นตอนการทำงานของกระบวนการจะสอดคล้องกับแบบจำลองการไหลในเส้นใยกลวงซึ่งจะกล่าวเป็นลำดับต่อไป

4.3 การสกัดแบบเสริมฤทธิ์ (Synergistic extraction)

การสกัดแบบเสริมฤทธิ์ หมายถึง การสกัดแยกไอออนโลหะโดยใช้สารสกัดสองชนิดผสมกันแล้วได้ประสิทธิภาพสูงกว่าเมื่อเทียบกับการนำสารสกัดทั้งสองชนิดนั้นมาแยกกันสกัดแล้วนำผลการสกัดมารวมกัน โดยประสิทธิภาพการสกัดพิจารณาในเทอมของสัมประสิทธิ์การกระจาย (distribution coefficient, D) ซึ่งคำนวณได้จากสมการที่ (3.6) ทั้งนี้หากค่าสัมประสิทธิ์การกระจายมีค่าสูง ก็จะบอกถึงความสามารถในการสกัดที่สูงด้วย

$$D = \frac{[\text{ไอออนโลหะในสารละลายอินทรีย์ที่สภาวะสมดุล}]}{[\text{ไอออนโลหะในสารละลายป้อนที่สภาวะสมดุล}]} = \frac{C_m}{C_{aq}} \quad (3.6)$$

การพิจารณาว่าเมื่อนำสารสกัดสองชนิดมาผสมกันจะเกิดการสกัดแบบเสริมฤทธิ์หรือไม่ นั้นจะพิจารณาจากค่าสัมประสิทธิ์การสกัดแบบเสริมฤทธิ์ (synergistic coefficient, R) ซึ่งนิยามดังสมการที่ (3.40) โดยถ้า R มีค่ามากกว่า 1 แสดงว่าเกิดการสกัดแบบเสริมฤทธิ์

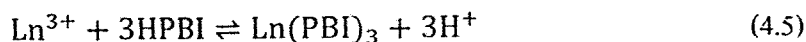
$$R = \frac{D_{\max}}{D_1 + D_2} \quad (3.40)$$

เมื่อ $D_{\max}$ คือ สัมประสิทธิ์การกระจายสูงสุดของไอออนโลหะเมื่อใช้สารสกัดสองชนิดมาผสมกัน

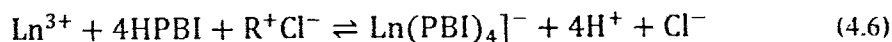
D_1 คือ สัมประสิทธิ์การกระจายของไอออนโลหะเมื่อใช้สารสกัดชนิดที่ 1

D_2 คือ สัมประสิทธิ์การกระจายของไอออนโลหะเมื่อใช้สารสกัดชนิดที่ 2

ในการอธิบายการสกัดแบบเสริมฤทธิ์นี้โดยนำตัวอย่างของการสกัดไอออน Ln(III) ด้วยสารสกัดผสมระหว่าง 4-benzoyl-3-phenyl-5-isoxazolone (HPBI) กับ Aliquat 336 (R^+Cl^-) มาเป็นตัวดำเนินเรื่อง ซึ่งการสกัด Ln(III) ด้วย HPBI ปฏิริยาการสกัดสามารถแสดงได้ด้วยสมการที่ (4.5)

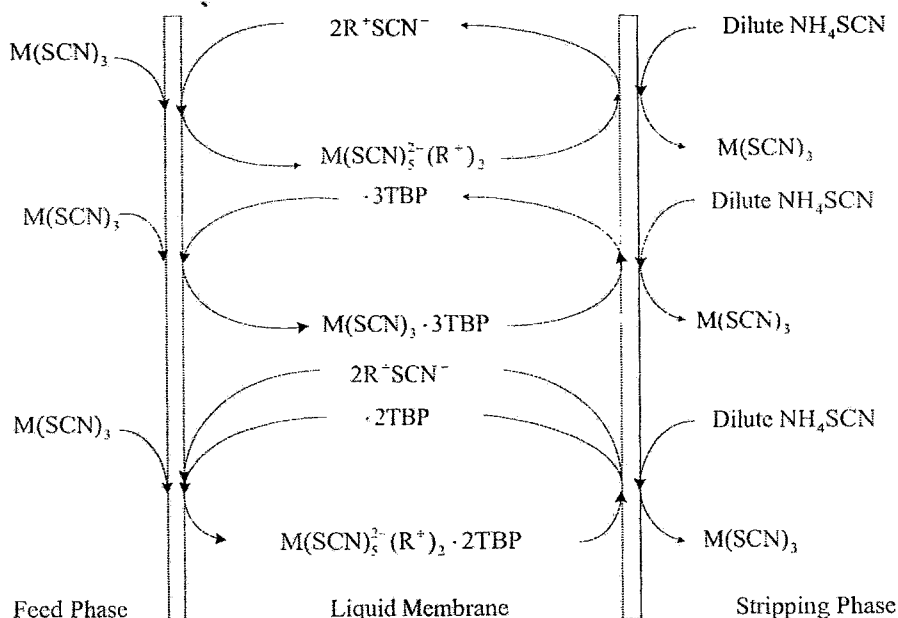


สำหรับกรณีของการสกัด $\text{Ln}(\text{III})$ แบบเสริมฤทธิ์ด้วยสารสกัดผสมของ HPBI กับ R^+Cl^- ปฏิกิริยาการสกัดสามารถแสดงได้ดังสมการที่ (4.6)



การที่สารสกัดสองชนิดผสมกันแล้วทำให้ความสามารถในการสกัดสูงขึ้นนั้นเป็นผลมาจากการรวมตัวกันของสารสกัดเกิดเป็นสารประกอบที่มีความเป็น hydrophobic สูงกว่าโมเลกุลของสารสกัดเดี่ยวๆ ส่งผลให้อิออนโลหะในวัฏภาคของน้ำถูกสกัดได้ดีกว่า

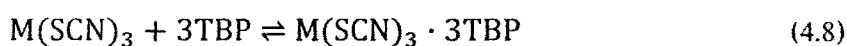
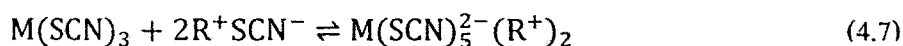
ในส่วนของการสกัดแบบเสริมฤทธิ์นั้น Gaikward ได้อธิบายโดยยกตัวอย่างกรณีของการสกัดไอออนโลหะหายาก (trivalent rare earth ions, M^{3+}) ออกจากสารละลายแอมโมเนียมไทโอไซยาเนต (ammonium thiocyanate, NH_4SCN) ดังแสดงในรูปที่ 4.2 โดยไอออนโลหะอยู่ในรูปของ $\text{M}(\text{SCN})_3$



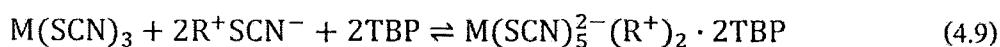
รูปที่ 4.2 แสดงกลไกการการถ่ายเทมวลด้วยสารสกัดแบบเสริมฤทธิ์

จากรูปที่ 4.2 แสดงให้เห็นว่า $\text{M}(\text{SCN})_3$ ทำปฏิกิริยาการสกัดกับ R^+SCN^- โดย R^+SCN^- เกิดจากสารสกัด R^+Cl^- ทำปฏิกิริยากับ NH_4SCN ในสารละลายป้อนแล้วเปลี่ยนไปอยู่ในรูป R^+SCN^- จากนั้นจึงทำปฏิกิริยากับ $\text{M}(\text{SCN})_3$ ปฏิกิริยาการสกัด $\text{M}(\text{SCN})_3$ ด้วย R^+SCN^- แสดงได้ดังสมการ

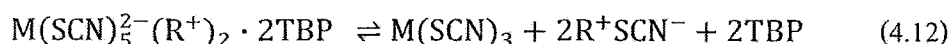
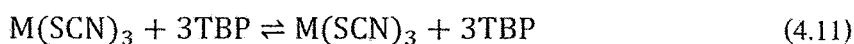
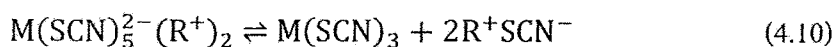
ที่ (4.7) ในขณะที่สารสกัด tri-butyl phosphate (TBP) ก็สามารถสกัด $M(SCN)_3$ ที่ผิวสัมผัสระหว่างสารละลายกับเยื่อแผ่นเหลวได้เช่นเดียวกัน โดยปฏิกิริยาการสกัดแสดงได้ดังสมการที่ (4.8)



นอกจากนี้สารสกัดทั้ง 2 ชนิดยังมีการรวมตัวกันแล้วทำปฏิกิริยาการสกัดกับ $M(SCN)_3$ ดังแสดงในสมการที่ (4.9)



จากนั้นสารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดจากปฏิกิริยาจะแพร่ไปยังผิวสัมผัสระหว่างสารสกัดกับสารละลายน้ำกลับ (สารละลาย NH_4SCN เจือจาง) ซึ่งเมื่อสารประกอบเชิงซ้อนสัมผัสกับสารละลาย NH_4SCN เจือจางก็จะเกิดการสลายตัวได้ $M(SCN)_3$ กับสารสกัด โดย $M(SCN)_3$ ละลายอยู่ในฝั่งสารละลายน้ำกลับส่วนสารสกัดละลายอยู่ในสารละลายเยื่อแผ่นเหลวและจะแพร่กลับไปทำปฏิกิริยาใหม่อีก ดังแสดงในสมการที่ (4.10)-(4.12)



ตัวอย่างกรณีศึกษาที่ 4.1: การแยกไอออนสารหนูออกจากน้ำทิ้งที่ได้จากหลุมขุดเจาะก๊าซธรรมชาติในอ่าวไทยโดยใช้การสกัดแบบเสริมฤทธิ์ผ่านเยื่อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลวง

โจทย์ เนื่องจาก "ไอออนสารหนูในน้ำทิ้งจากหลุมขุดเจาะก๊าซธรรมชาติพบทั้งที่อยู่ในรูปประจุลบ (H_2AsO_4^-) และไม่มีประจุ (H_3AsO_3 และ H_3AsO_4) โดยไอออนสารหนูในรูปประจุลบจะทำปฏิกิริยาการสกัดกับสารสกัดชนิดเบสได้ดี ส่วนสารหนูในรูปที่ไม่มีประจุก็จะทำปฏิกิริยาได้ดีกับสารสกัดชนิดกลาง ดังนั้นการสกัดไอออนสารหนูในน้ำทิ้งจากหลุมขุดเจาะก๊าซธรรมชาติจึงจำเป็นต้องใช้สารสกัด 2 ชนิดผสมกันหรือที่เรียกว่าการสกัดแบบเสริมฤทธิ์เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการสกัด สำหรับการศึกษานี้เลือกใช้สารสกัดชนิดเบสเป็น Aliquat 336 ส่วนสารสกัดชนิดกลางที่ใช้ศึกษาเป็น Cyanex 471

ขั้นตอนการเก็บข้อมูล

1. นำน้ำทิ้งจากหลุมขุดเจาะก๊าซธรรมชาติมากรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 100 เพื่อกรองเอาตะกอนในน้ำทิ้งออก
2. เตรียมสารสกัด Aliquat 336 ปริมาณ 50 มิลลิลิตร ให้มีความเข้มข้น 0.22 โมลต่อลิตร โดยละลายในโทลูอีน
3. นำสารละลายจากข้อ (1) ปริมาณ 50 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร ผสมกับสารสกัดจากข้อ (2) ปริมาณ 50 มิลลิลิตร ทำการปั่นกวนเป็นเวลา 25 นาที เพื่อให้เข้าสู่สภาวะสมดุล แล้วปล่อยให้แยกชั้น หลังจากนั้นเก็บตัวอย่างสารละลายน้ำเพื่อนำไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นไอออนสารหนู
4. ทำการทดลองซ้ำเหมือนข้อ (1) ถึง (3) โดยเปลี่ยนชนิดของสารสกัดในตัวทำละลายโทลูอีนเป็น Cyanex 471 เข้มข้น 0.06 โมลต่อลิตร
5. ทำการทดลองซ้ำเหมือนข้อ (1) ถึง (3) โดยเปลี่ยนเป็นสารสกัดผสมที่มี Aliquat 336 เข้มข้น 0.22 โมลต่อลิตร กับ Cyanex 471 เข้มข้น 0.06 โมลต่อลิตร

ข้อมูลการสกัดที่ใช้สารสกัดต่างๆ ได้สรุปไว้ในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงผลของสารสกัดแต่ละชนิดต่อการสกัดไอออนสารหนูเมื่อสารละลายป้อน มี pH เท่ากับ 6 ไอออนสารหนูมีความเข้มข้นเริ่มต้น 3.984 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm)

สารสกัด	ความเข้มข้นสารสกัด (M)	ไอออนสารหนูในสารละลายป้อน ที่สภาวะสมดุล (ppm)
Cyanex 471	0.06	3.142
Aliquat 336	0.22	1.892
Cyanex 471 ผสมกับ Aliquat 336	Cyanex 471 เข้มข้น 0.06 M Aliquat 336 เข้มข้น 0.22 M	0.803

วิธีทำ ขั้นตอนที่ 1: ตัวอย่างการคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย (D) เมื่อใช้ Cyanex 471 เข้มข้น 0.06 M เป็นสารสกัด

ไอออนสารหนูในสารละลายป้อนที่สภาวะสมดุล = 3.142 ppm

ไอออนสารหนูในสารละลายป้อนเริ่มต้น = 3.984 ppm

ไอออนสารหนูในสารละลายอินทรีย์ที่สภาวะสมดุล =

ไอออนสารหนูในสารละลายป้อนเริ่มต้น – ไอออนสารหนูในสารละลายป้อนที่สภาวะสมดุล

$$= 3.984 - 3.142 \text{ ppm}$$

$$= 0.842 \text{ ppm}$$

จากสมการที่ (3.6) จะได้

$$D = \frac{0.824(\text{ppm})}{3.142(\text{ppm})} = 0.27$$

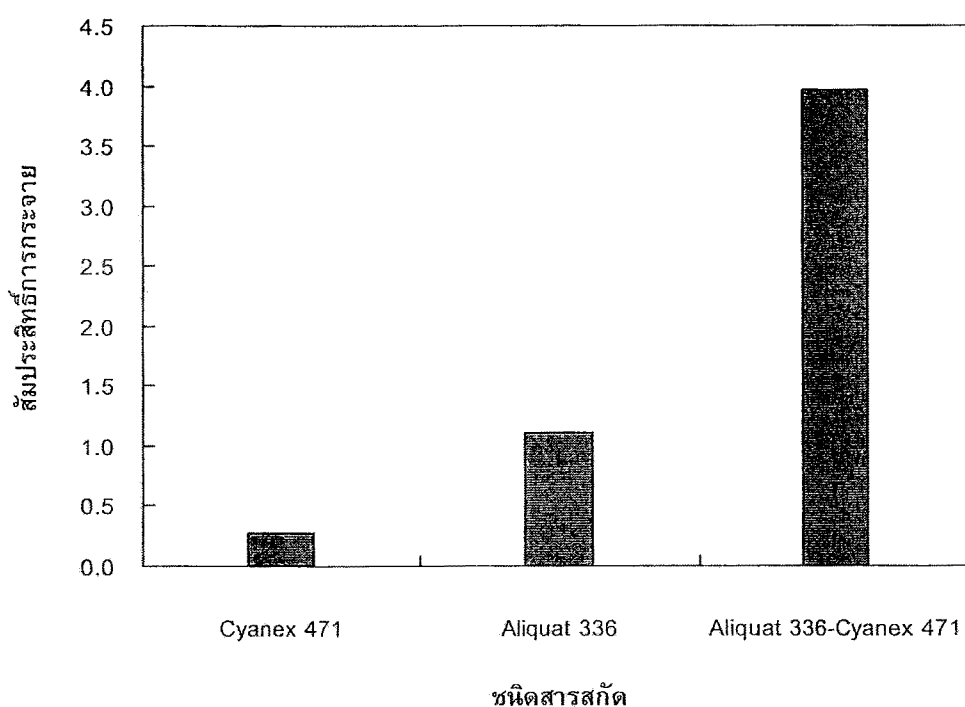
ผลของการคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์การกระจายสรุปไว้ในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของการสกัดไอออนสารหนูเมื่อสารละลายป้อน มี pH เท่ากับ 6 ไอออนสารหนูมีความเข้มข้นเริ่มต้น 3.984 ppm

สารสกัด	สัมประสิทธิ์การกระจาย
Cyanex 471	0.27
Aliquat 336	1.11
Cyanex 471 ผสมกับ Aliquat 336	3.96

ขั้นตอนที่ 2: การเปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย

รูปที่ 4.3 เปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของการสกัดไอออนสารหนูของสารสกัดแต่ละชนิด ซึ่งให้ค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของไอออนสารหนูเรียงลำดับจากมากไปหาน้อยได้ดังนี้ Aliquat 336-Cyanex 471 > Aliquat 336 > Cyanex 471



รูปที่ 4.3 ค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของไอออนสารหนูเมื่อใช้สารสกัดแต่ละชนิด

การที่ค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของไอออนสารหนูสูงขึ้นอย่างมากเมื่อเติม Cyanex 471 ลงใน Aliquat 336 อาจเนื่องมาจากเกิดการสกัดแบบเสริมฤทธิ์ เพื่อเป็นการยืนยันว่าการใช้สารสกัด Aliquat 336 ผสมกับ Cyanex 471 เกิดการสกัดแบบเสริมฤทธิ์ จึงต้องคำนวณค่าสัมประสิทธิ์การสกัดแบบเสริมฤทธิ์ด้วยสมการ (3.40) โดยมีวิธีการคำนวณดังนี้

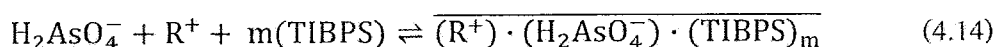
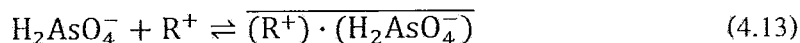
จากตารางที่ 4.2 ค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของการสกัดไอออนสารหนูเป็นดังนี้

- การใช้ Cyanex 471 ในการสกัดได้ค่าสัมประสิทธิ์การกระจายเป็น 0.27
- การใช้ Aliquat 336 ในการสกัดได้ค่าสัมประสิทธิ์การกระจายเป็น 1.11
- การใช้สารสกัดผสม Aliquat 336-Cyanex 471 ในการสกัดได้ค่าสัมประสิทธิ์การกระจายเป็น 3.96

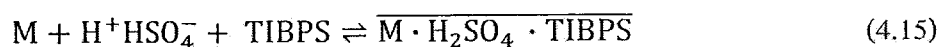
ดังนั้นค่าสัมประสิทธิ์การสกัดแบบเสริมฤทธิ์ในสมการที่ (3.40) จะได้เป็น

$$R = \frac{3.96}{0.27 + 1.11} = 2.87$$

ค่าสัมประสิทธิ์การสกัดแบบเสริมฤทธิ์เป็น 2.87 ซึ่งมียค่ามากกว่า 1 แสดงว่าการสกัดไอออนสารหนูโดยใช้สารสกัด Aliquat 336-Cyanex 471 เกิดการสกัดแบบเสริมฤทธิ์ โดยปฏิกิริยาการสกัดไอออนสารหนูในรูป $H_2AsO_4^-$ ด้วย Aliquat 336 แสดงดังสมการที่ (4.13) และการสกัดด้วยสารสกัด Aliquat 336-Cyanex 471 แสดงดังสมการที่ (4.14)



ทั้งนี้ Cyanex 471 นอกจากจะรวมตัวกับ Aliquat 336 แล้วทำปฏิกิริยาการสกัดกับ $H_2AsO_4^-$ ยังสามารถสกัดไอออนสารหนูในรูป H_3AsO_3 และ H_3AsO_4 ได้ด้วยแต่จะทำปฏิกิริยาได้ดีขึ้นในสถานะที่มี H_2SO_4 โดยปฏิกิริยาการสกัดแสดงได้ดังสมการที่ (4.15)



เมื่อ M คือ H_3AsO_3 หรือ H_3AsO_4

ตัวอย่างกรณีศึกษาที่ 4.2: การสกัดแยกไอออนแทนทาลัม (Tantalum) และไอออนไนโอเบียม (Niobium) ออกจากกันผ่านระบบเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวง

โจทย์ เนื่องจากแทนทาลัมและไนโอเบียมเป็นธาตุที่มีคุณสมบัติทางเคมีที่คล้ายกันและมักเกิดร่วมกันในธรรมชาติ ซึ่งพบอยู่ในแร่ชนิดต่างๆ ได้แก่ Tantalite, Colubite, Tapiolite, Pyrochlore และ Tapiolite เป็นต้น และการสกัดแยกธาตุทั้งสองชนิดออกจากกันเป็นสิ่งที่น่าสนใจ ดังนั้นจึงได้นำเอาระบบเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวง (HFSLM) มาใช้ในการสกัด โดยใช้ Aliquat 336 (Methyltriocetylammmonium chloride) เป็นสารสกัด ละลายในตัวทำละลายเคโรซีน ในสารละลายป้อนมีไอออนแทนทาลัม (Ta) และไอออนไนโอเบียม (Nb) ผสมกันอยู่ ซึ่งละลายอยู่ในตัวทำละลายกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) และใช้โซเดียมเปอร์คลอเรต (NaClO_4) เป็นสารละลายนำกลับ การทำงานของระบบที่ใช้ในการทดลองเป็นระบบแบบกะ ทำการทดลอง 50 นาที โดยมีผลการทดลองแสดงดังนี้

ตารางที่ 4.3 ข้อมูลผลของความเข้มข้นของกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) ในสารละลายป้อน ต่อปริมาณไอออน Ta และ Nb

HF (M)	Ta (ppm)		Nb (ppm)	
	สารละลายป้อน ขาเข้า	สารละลายป้อน ขาออก	สารละลายป้อน ขาเข้า	สารละลายป้อน ขาออก
0.01	8.535	6.593	8.677	8.552
0.05	9.179	6.689	10.61	10.419
0.1	8.086	5.514	9.206	9.021
0.3	8.951	5.142	10.39	10.157
0.5	8.609	4.885	10.09	9.865
0.7	8.672	4.855	10.113	9.901
0.9	8.695	4.858	9.922	9.669
1	8.774	4.898	10.17	9.735

ตารางที่ 4.4 ข้อมูลผลของความเข้มข้นของสารสกัด Aliquat 336 ต่อปริมาณไอออน Ta และ Nb

Aliquat 336 %(v/v)	Ta (ppm)		Nb (ppm)	
	สารละลายป้อน ขาเข้า	สารละลายป้อน ขาออก	สารละลายป้อน ขาเข้า	สารละลายป้อน ขาออก
0.25	9.985	8.672	10.8	10.773
0.5	10.112	7.972	10.82	10.765
1	9.641	6.373	10.64	10.459
2	10.651	4.722	9.316	9.152
3	9.998	2.181	9.45	9.184
4	9.991	3.131	9.641	9.453

ตารางที่ 4.5 ข้อมูลผลของความเข้มข้นของสารสกัด Aliquat 336 ที่เวลาต่างๆ ต่อปริมาณไอออน Ta และ Nb

Aliquat 336 %(v/v)	ความเข้มข้นของ Ta ในสารละลายป้อน (ppm)											
	0.25		0.5		1		2		3		4	
เวลา (นาที)	เข้า	ออก	เข้า	ออก	เข้า	ออก	เข้า	ออก	เข้า	ออก	เข้า	ออก
5	9.985	9.776	10.112	9.876	9.641	9.221	10.651	9.982	9.998	8.917	9.991	8.993
10	9.985	9.614	10.112	9.532	9.641	8.798	10.651	9.592	9.998	8.083	9.991	8.032
15	9.985	9.491	10.112	9.421	9.641	8.652	10.651	8.889	9.998	7.894	9.991	7.293
20	9.985	9.398	10.112	9.298	9.641	8.221	10.651	7.991	9.998	6.547	9.991	6.184
25	9.985	9.217	10.112	8.877	9.641	7.893	10.651	7.547	9.998	5.871	9.991	5.376
30	9.985	9.072	10.112	8.772	9.641	7.298	10.651	6.974	9.998	5.037	9.991	4.831
40	9.985	8.971	10.112	8.291	9.641	6.847	10.651	5.773	9.998	3.283	9.991	3.304
50	9.985	8.672	10.112	7.972	9.641	6.373	10.651	4.722	9.998	2.181	9.991	3.131

ตารางที่ 4.6 ข้อมูลผลของความเข้มข้นของสารละลายนำกลับโซเดียมเปอร์คลอเรตต่อปริมาณไอออน Ta และ Nb

NaClO ₄ (M)	Ta (ppm)		Nb (ppm)	
	สารละลายป้อน ขาเข้า	สารละลาย นำกลับขาออก	สารละลายป้อน ขาเข้า	สารละลาย นำกลับขาออก
0.1	9.988	5.542	10.321	0.008
0.2	10.112	6.734	11.028	0.106
0.3	10.021	6.632	9.998	0.102
0.4	10.2	6.757	11.217	0.072

จงคำนวณหา

- ก) เปอร์เซ็นต์การสกัดและเปอร์เซ็นต์การนำกลับของไอออนแทนทาลัม และไอออนไนโอเบียม
- ข) สัมประสิทธิ์การกระจาย (distribution coefficient, D) ของไอออนแทนทาลัม

วิธีทำ ก) ในการคำนวณหาเปอร์เซ็นต์การสกัดและเปอร์เซ็นต์การนำกลับของไอออนแทนทาลัม และไอออนไนโอเบียมทำได้ ดังนี้

จากนิยามการหาค่า

$$\text{เปอร์เซ็นต์การสกัด} = \frac{C_{fo} - C_f}{C_f} \times 100$$

$$\text{เปอร์เซ็นต์การนำกลับ} = \frac{C_s}{C_{fo}} \times 100$$

โดยที่

C_{fo} เป็นความเข้มข้น ณ จุดเริ่มต้นของสารละลายป้อนขาเข้า

C_f เป็นความเข้มข้นของสารละลายป้อนขาออก

C_s เป็นความเข้มข้นของสารละลายนำกลับขาออก

นำข้อมูลที่โจทย์ให้มาจากตารางที่ 4.3 ตารางที่ 4.4 และตารางที่ 4.6 สามารถคำนวณและสรุปผลโดยแสดงไว้ในตารางที่ 4.7 ถึงตารางที่ 4.9

ตารางที่ 4.7 สรุปผลการคำนวณผลของความเข้มข้นของกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) ในสารละลาย
ป้อนต่อร้อยละการสกัด (ข้อมูลจากตารางที่ 4.3)

HF(M)	ร้อยละการสกัด = $\frac{C_{fo}-C_f}{C_f} \times 100$	
	Ta(V)	Nb(V)
0.01	22.753	1.441
0.05	27.127	1.800
0.1	31.808	2.010
0.3	42.554	2.243
0.5	43.257	2.230
0.7	44.015	2.096
0.9	44.129	2.550
1	44.176	4.277

ตารางที่ 4.8 สรุปผลการคำนวณผลของความเข้มข้นของสารสกัด Aliquat 336 ต่อร้อยละการสกัด
(ข้อมูลจากตารางที่ 4.4)

Aliquat 336 %(v/v)	ร้อยละการสกัด = $\frac{C_{fo}-C_f}{C_f} \times 100$	
	Ta(V)	Nb(V)
0.25	13.150	0.25
0.5	21.163	0.508
1	33.900	1.701
2	55.666	1.760
3	78.186	2.815
4	68.662	1.950

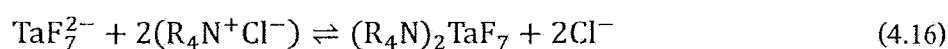
ตารางที่ 4.9 สรุปผลการคำนวณผลของความเข้มข้นของสารละลายนำกลับ
โซเดียมเปอร์คลอเรตต่อร้อยละการนำกลับ (ข้อมูลจากตารางที่ 4.6)

NaClO ₄ (M)	ร้อยละการสกัด = $\frac{C_{fo}-C_f}{C_f} \times 100$	
	Ta(V)	Nb(V)
0.1	55.487	0.078
0.2	66.5947	0.9618
0.3	66.1817	1.0208
0.4	66.2457	0.642

ข) ในการคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย (distribution coefficient, D)

การคำนวณต้องแบ่งเป็นขั้นตอนย่อยๆ หลายขั้นตอน โดยเริ่มต้นคำนวณหาค่าคงที่สมดุลของปฏิกิริยา (K_{ex}) ก่อน จากนั้นจึงจะคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย (D) ได้ดังขั้นตอนต่อไปนี้

ขั้นตอนที่ 1: ในการคำนวณค่า K_{ex} เริ่มต้นด้วยการเขียนสมการของปฏิกิริยาการสกัดของไอออนแทนทาลัม โดยแสดงได้ดังสมการ (4.16)



จากสมการ (4.16) สามารถหาค่า K_{ex} ได้จากสมการ (4.17)

$$K_{ex} = \frac{[(\text{R}_4\text{N})_2\text{TaF}_7][\text{Cl}^-]^2}{[\text{TaF}_7^{2-}][\text{R}_4\text{N}^+\text{Cl}^-]^2} \quad (4.17)$$

ทั้งนี้ค่า K_{ex} จะเป็นค่าความชัน (slope) ที่ได้จากการพล็อตกราฟระหว่าง $[\text{TaF}_7^{2-}][\text{R}_4\text{N}^+\text{Cl}^-]^2$ บนแกน x กับ $[(\text{R}_4\text{N})_2\text{TaF}_7][\text{Cl}^-]^2$ บนแกน y

ตัวอย่างการคำนวณหาค่า $[\text{TaF}_7^{2-}]$, $[\text{R}_4\text{N}^+\text{Cl}^-]^2$, $[(\text{R}_4\text{N})_2\text{TaF}_7]$ และ $[\text{Cl}^-]^2$ ณ ความเข้มข้นของ Aliquat 336 ที่ 3 % (v/v) จากข้อมูลในตารางที่ 4.4 แสดงรายละเอียดการคำนวณได้ดังนี้

จากปฏิกิริยาการสกัดไอออนแทนทาลัมและข้อมูลที่สภาวะความเข้มข้นของสารสกัด Aliquat 336 3% (v/v) หรือมีค่าเท่ากับ 6.562×10^{-2} โมลต่อลิตร

ก) การคำนวณเพื่อเปลี่ยนความเข้มข้นของสารสกัด Aliquat 336 จาก ร้อยละโดยปริมาตร เป็น โมลต่อลิตร (M) แสดงรายละเอียดได้ดังนี้

3% (v/v) Aliquat 336: $\sigma = 0.884 \text{ g/mL}$, $\text{MW} = 404.16 \text{ g/mol}$

สารละลาย 100 mL มี Aliquat 336 3 mL

สารละลาย 1000 mL มี Aliquat 336 30 mL

$$\text{Aliquat 30 mL} = 30 \text{ mL} \times \left(0.884 \frac{\text{g}}{\text{mL}}\right) \times \left(\frac{1}{404.16 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}\right) = 6.562 \times 10^{-2} \text{ mol/L}$$

ดังนั้น Aliquat 336 3 % (v/v) มีค่าเท่ากับ 6.562×10^{-2} โมลต่อลิตร

ข) การเปลี่ยนความเข้มข้นของไอออนแทนทาลัม (TaF_7^{2-}) จาก มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) เป็น โมลต่อลิตร; TaF_7^{2-} ; $\text{MW} = 313.88 \text{ g/mol}$

$$\begin{aligned} \text{TaF}_7^{2-} 9.998 \text{ มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm); } &= \left(9.998 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times \left(\frac{1}{313.88 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}\right) \times \left(\frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}}\right) \\ &= 3.185 \times 10^{-5} \frac{\text{mg}}{\text{L}} \end{aligned}$$

จากตารางที่ 4.5 ขอนำเอา Aliquat 336 ที่ความเข้มข้น 3 % (v/v) ณ เวลา 50 นาทีมาใช้เป็นตัวอย่างคำนวณ นั่นคือ Ta ขาเข้าเท่ากับ 9.998 ppm และ Ta ขาออกเท่ากับ 2.181 ppm

$$\text{สารละลายป้อน (Ta) ขาเข้า} = 3.185 \times 10^{-5} \quad \text{โมลต่อลิตร (9.998 ppm)}$$

$$\text{สารละลายป้อน (Ta) ขาออก} = 6.949 \times 10^{-6} \quad \text{โมลต่อลิตร (2.181 ppm)}$$

$$\begin{aligned} \text{สารละลายป้อนที่หายไปทำปฏิกิริยา} &= 3.185 \times 10^{-5} - 6.949 \times 10^{-6} \quad \text{โมลต่อลิตร} \\ &= 2.490 \times 10^{-5} \quad \text{โมลต่อลิตร} \end{aligned}$$

ดังนั้นความเข้มข้นของสารละลายป้อนที่หายไปทำปฏิกิริยาหรือความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อน $[(R_4N)_2TaF_7]$ ที่เกิดขึ้นในปฏิกิริยาการสกัดไอออนแทนทาลัม มีค่าเท่ากับ 2.490×10^{-5} โมลต่อลิตร

ความเข้มข้นของสารตั้งต้นที่เวลาเริ่มต้นมีค่าดังนี้

$$\begin{aligned} [TaF_7^{2-}] &= \text{ความเข้มข้นของไอออนแทนทาลัมในสารละลายป้อนขาเข้า 9.998 ppm} \\ &= 3.185 \times 10^{-5} \quad \text{โมลต่อลิตร} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} [R_4N^+Cl^-] &= \text{ความเข้มข้นของสารสกัด Aliquat 336 3 \%(v/v)} \\ &= 6.562 \times 10^{-2} \quad \text{โมลต่อลิตร} \end{aligned}$$

ความเข้มข้นของสารตั้งต้น ณ จุดคงตัว (steady state) มีค่าดังนี้

$$\begin{aligned} [TaF_7^{2-}] &= \text{ความเข้มข้นของไอออนแทนทาลัมในสารละลายป้อนขาออก 2.181 ppm} \\ &= 6.949 \times 10^{-6} \quad \text{โมลต่อลิตร} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} [R_4N^+Cl^-] &= 6.562 \times 10^{-2} - 2 \times (2.490 \times 10^{-5}) \quad \text{โมลต่อลิตร} \\ &= 6.557 \times 10^{-2} \quad \text{โมลต่อลิตร} \end{aligned}$$

ความเข้มข้นของสารผลิตภัณฑ์ที่สมดุล (equilibrium) มีค่าดังนี้

$$[(R_4N)_2TaF_7] = 2.490 \times 10^{-5} \quad \text{โมลต่อลิตร}$$

$$\begin{aligned}
 [\text{Cl}^-] &= 2 \times (2.490 \times 10^{-5}) \\
 &= 4.980 \times 10^{-5} \quad \text{โมลต่อลิตร}
 \end{aligned}$$

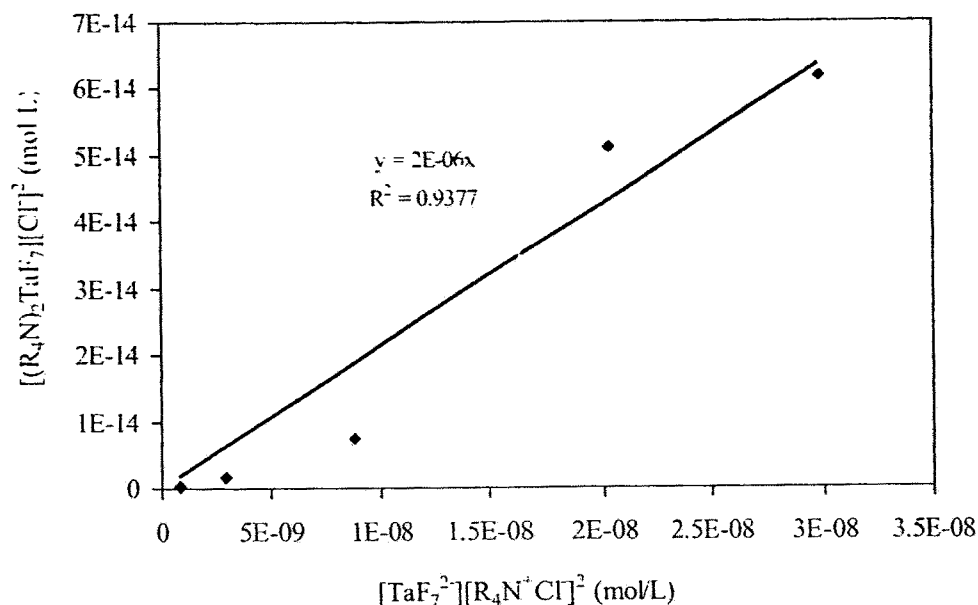
$$\begin{aligned}
 \text{ดังนั้น } [(\text{R}_4\text{N})_2\text{TaF}_7][\text{Cl}]^2 &= (2.490 \times 10^{-5}) \times (4.980 \times 10^{-5})^2 \\
 &= 6.175 \times 10^{-14} \quad \text{โมลต่อลิตร}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{และ } [\text{TaF}_7^{2-}][\text{R}_4\text{N}^+\text{Cl}^-]^2 &= (6.949 \times 10^{-6}) \times (6.557 \times 10^{-3})^2 \\
 &= 2.988 \times 10^{-8} \quad \text{โมลต่อลิตร}
 \end{aligned}$$

ตารางที่ 4.10 แสดงผลสรุปการคำนวณหาความเข้มข้นตามที่กำหนดในสมการที่ (4.17) เพื่อนำไปสร้างกราฟหาค่าความชัน (K_{cx})

ความเข้มข้น Aliquat 336 %(v/v)	$[(\text{R}_4\text{N})_2\text{TaF}_7][\text{Cl}]^2$	$[\text{TaF}_7^{2-}][\text{R}_4\text{N}^+\text{Cl}^-]^2$
0.25	2.928×10^{-16}	8.236×10^{-10}
0.5	1.657×10^{-15}	2.953×10^{-9}
1	7.416×10^{-15}	8.798×10^{-9}
2	5.092×10^{-14}	2.021×10^{-8}
3	5.656×10^{-14}	4.477×10^{-8}

ขั้นตอนที่ 2: นำผลที่คำนวณได้จากตารางที่ 4.10 มาพล็อตกราฟดังรูปที่ 4.4 เพื่อคำนวณหาค่าความชัน หรือค่า “ K_{cx} ” ดังที่แสดงไว้ในสมการ (4.17) และจากกราฟค่าความชัน (K_{cx}) ที่หาได้มีค่าเท่ากับ 2×10^{-6}



รูปที่ 4.4 การสร้างกราฟระหว่างค่า $[(R_4N)_2TaF_7][Cl]^{-2}$ กับ $[TaF_7^{2-}][R_4N^+Cl]^{-2}$

ขั้นตอนที่ 3: จากสมการ (4.17) และสมการ (3.6) ซึ่งนำมาประยุกต์เพื่อหาค่าสัมประสิทธิ์การกระจายตัว โดยแสดงความสัมพันธ์ได้ดังนี้

จากสมการ (4.17) ที่ได้หาไว้แล้วว่า

$$K_{ex} = \frac{[(R_4N)_2TaF_7][Cl^-]^2}{[TaF_7^{2-}][R_4N^+Cl^-]^2} \quad (4.17)$$

และจากสมการ (3.6) เขียนหาค่า $D = \frac{[(R_4N)_2TaF_7]}{[TaF_7^{2-}]} \quad (4.18)$

แทนค่าสมการ (4.17) ลงใน (4.18) ได้ $D = \frac{K_{ex}[R_4N^+Cl^-]^2}{[Cl^-]^2} \quad (4.19)$

แทนค่าสมการ (4.17) ลงใน (4.18) ได้

เมื่อนำค่า K_{ex} ที่ได้จากกราฟมาแทนค่าในสมการ (4.19) ก็จะสามารถคำนวณค่า D ดังที่สรุปไว้ในตารางที่ 4.11

ตารางที่ 4.11 สรุปค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย (D) ที่ความเข้มข้น Aliquat 336 มีค่าอยู่ระหว่าง 0.25-4% (v/v)

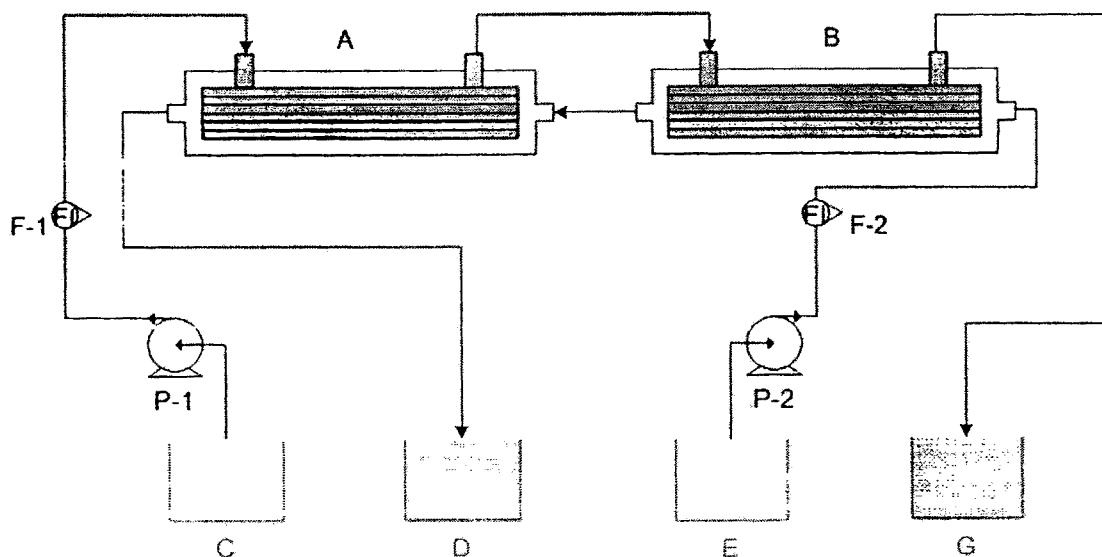
ความเข้มข้น Aliquat 336 %(v/v)	D
0.25	0.151
0.5	0.301
1.0	0.667
1.5	1.043
2.0	2.206
3.0	3.103
4.0	3.584

4.4 อุปกรณ์และรูปแบบการทำงานของระบบที่ใช้ในการทดลอง

4.4.1 อุปกรณ์

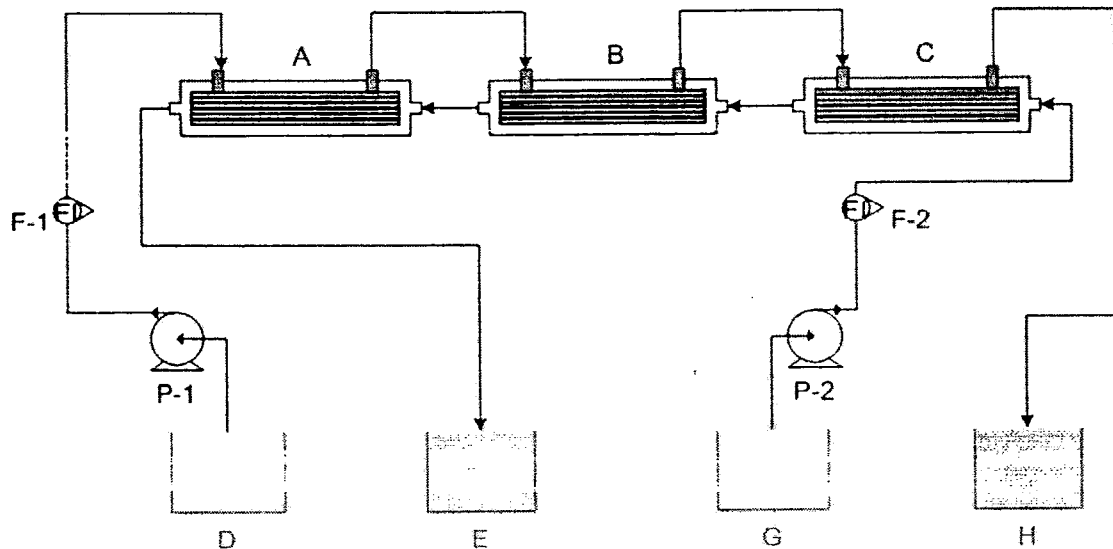
องค์ประกอบที่สำคัญที่ใช้ในการทดลอง คือ มอดูลเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวง (liquid-cel liquid/liquid extraction system : model cat.#5PCM - 106) ซึ่งจัดจำหน่ายโดย Hoechst Celanese Corporation มอดูลเส้นใยพอลิโพรไพลีนที่มีรูพรุนจุลภาค โมเดลเซลการ์ด (Model Celgard) X-30 240 แสดงในรูปที่ 2.11 ส่วนรายละเอียดของการประกอบส่วนต่างๆ ของอุปกรณ์เข้าด้วยกันสำหรับหอสกัดเดี่ยวเพื่อการใช้งานแสดงในรูปที่ 3.4 สมบัติกายภาพของมอดูลเส้นใยกลวงแสดงในตารางที่ 2.1

สำหรับระบบสองหอสกัดต่อเนื่องกัน กระบวนการประกอบด้วยหอสกัดสองหอต่อกัน ดังรูปที่ 4.4 ซึ่งแสดงรายละเอียด โดยมีถังพัก 4 ถัง สำหรับระบบของการทำงานแบบต่อเนื่อง สารละลายป้อนจากถังพักถึง E จะไหลผ่านจากหอหนึ่งไปสู่อีกหอหนึ่งก่อนจะไหลลงสู่ถังพัก D และในทำนองเดียวกันสารละลายนำกลับจะไหลจากถังพัก C ผ่านชั้นเปลือกจากหอหนึ่งไปสู่อีกหอหนึ่ง



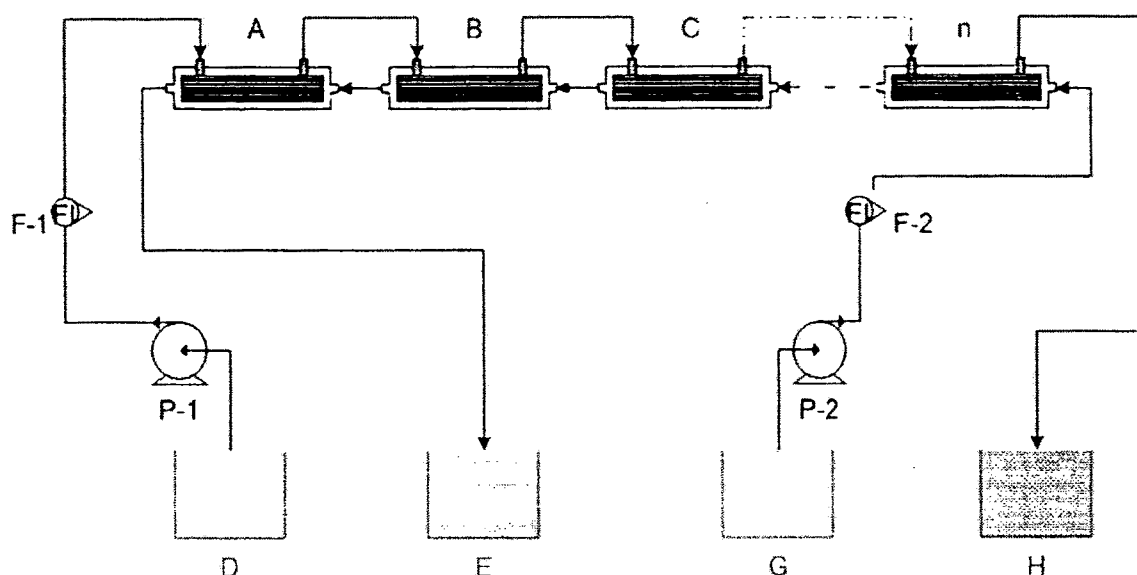
รูปที่ 4.4 ระบบเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวง 2 หอที่ต่อเนื่องกัน และทำงานแบบไหลสวนทาง โดย A และ B คือเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวง, C คือ ถังใสสารละลายน้ำกลับเข้า, D คือ ถังใสสารละลายป้อนขาออก, E คือ ถังใสสารละลายป้อนเข้า และ G คือ ถังใสสารละลายน้ำกลับขาออก

ในระบบที่ต้องใช้จำนวนหอเพิ่มขึ้นเป็น 3 หอการประกอบอุปกรณ์ก็จะคล้ายคลึงกันกับระบบ 2 หอ ดังรูปที่ 4.5 ซึ่งแสดงรายละเอียดของระบบการทำงานแบบต่อเนื่อง ดังนั้นจำนวนถังพักจึงยังคงจำนวนไว้เท่าเดิม คือ 4 ถังพัก ในกรณีที่การทำงานของระบบแปรเปลี่ยนจากระบบต่อเนื่องเป็นระบบกะหรือระบบกึ่งต่อเนื่อง รูปแบบของการประกอบอุปกรณ์ก็จะเปลี่ยนแปลงไป ซึ่งจะได้แสดงรายละเอียดไว้ในหัวข้อถัดไป



รูปที่ 4.5 ระบบเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวง 3 หอที่ต่ออนุกรม และทำงานแบบไหลสวนทาง โดย A, B และ C คือเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวง, D คือ ถังใส่สารละลายนำกลับมาเข้า, E คือ ถังใส่สารละลายป้อนขาออก, G คือ ถังใส่สารละลายป้อนขาเข้า และ H คือ ถังใส่สารละลายนำกลับมาออก

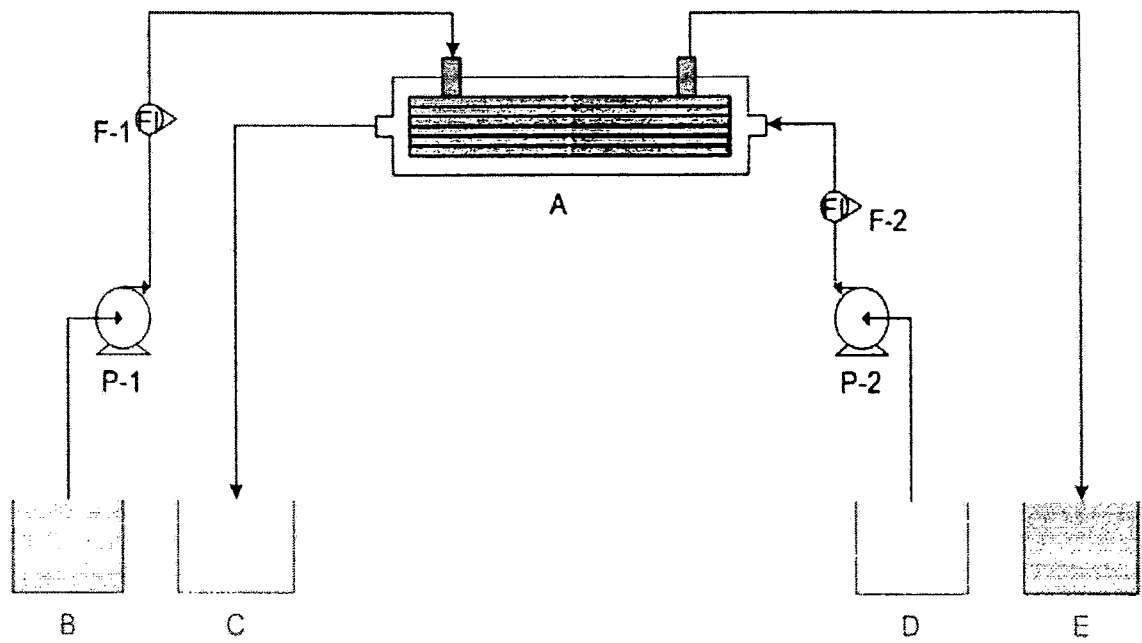
จากคำอธิบายที่ให้ไว้ก่อนหน้านี้แล้ว สามารถนำไปประยุกต์เพื่อขยายขนาดของระบบให้ใหญ่ขึ้นหรืออาจเรียกเป็นกรณีทั่วไป ที่ระบบประกอบไปด้วยหอสกัด จำนวน “ n ” หอด้วยกัน การประกอบอุปกรณ์ของระบบก็กระทำได้ง่ายเช่นเดียวกันกับระบบ 2 หอ หรือ ระบบ 3 หอ สกัดทั้งระบบก็ยังคงมีดังพักอยู่ 4 ดังด้วยกัน สำหรับการทำงานแบบต่อเนื่อง รายละเอียดของชุดอุปกรณ์แสดงไว้ในรูปที่ 4.6



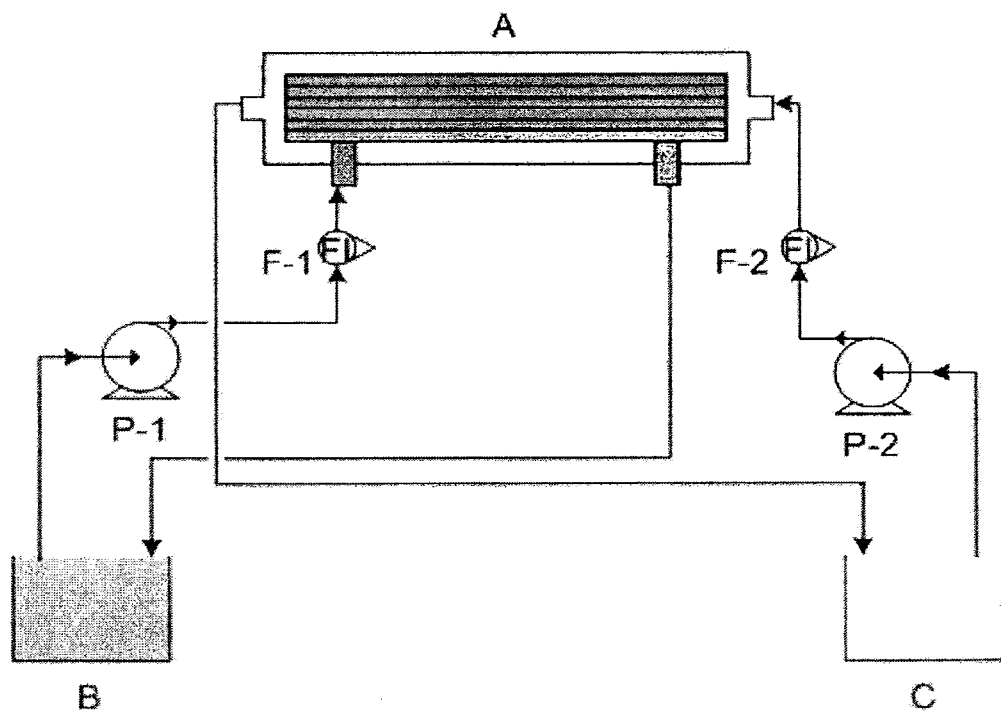
รูปที่ 4.6 ระบบเชื่อมต่อแหล่งที่พองด้วยเส้นใยกลวง n หอที่ต่ออนุกรม และทำงานแบบไหลสวนทาง โดย A, B, C และเรื่อยไปจนถึง n คือเชื่อมต่อแหล่งที่พองด้วยเส้นใยกลวง, D คือ ถึงใส่สารละลายนำกลับเข้า, E คือ ถึงใส่สารละลายป้อนออก, G คือ ถึงใส่สารละลายป้อนเข้า และ H คือ ถึงใส่สารละลายนำกลับออก

4.4.2 รูปแบบการทำงานของระบบ

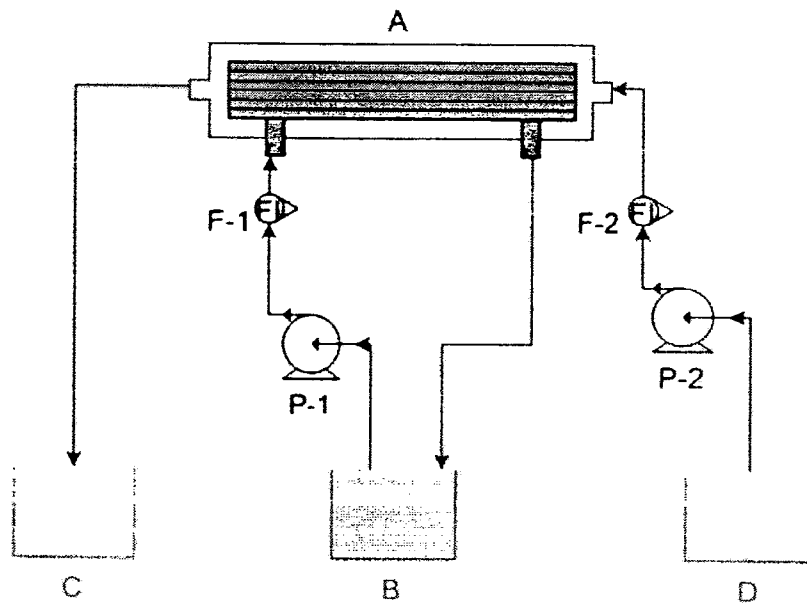
หลักใหญ่แบ่งออกได้เป็น 3 ระบบ ด้วยกัน คือ แบบต่อเนื่อง แบบกะ และแบบกึ่งต่อเนื่องจากระบบการทำงานทั้ง 3 รูปแบบ เมื่อประกอบอุปกรณ์เพื่อพร้อมสำหรับการทำงานสามารถแยกย่อยออกเป็น 4 รูปแบบด้วยกัน ซึ่งอธิบายรายละเอียดของการทำงานดังรูปที่ 4.7 รวมถึงทิศทางการไหลที่กำหนดให้ไหลสวนทางกัน



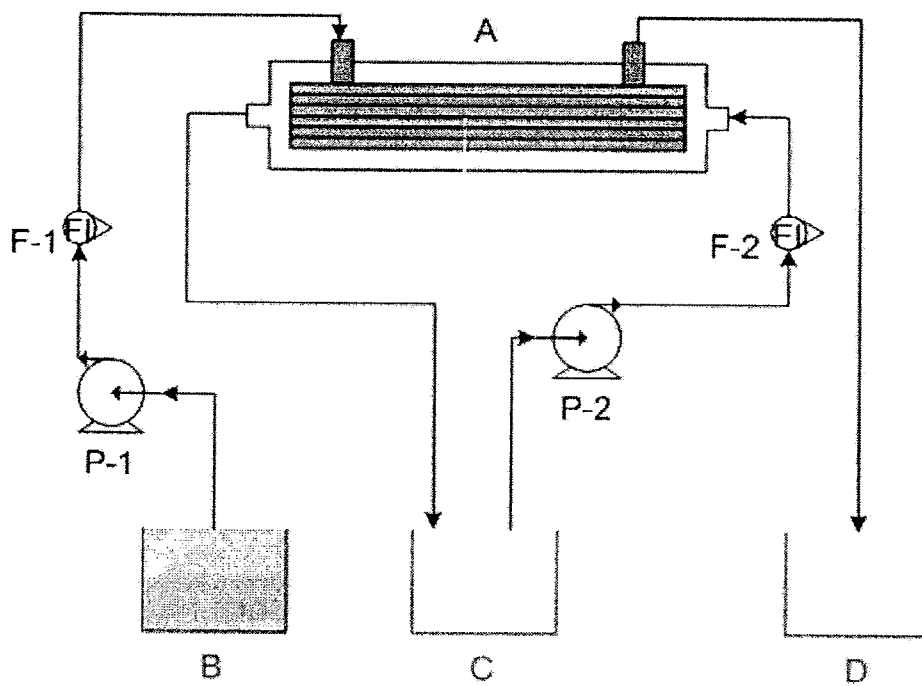
(n)



(v)



(ก)



(ง)

รูปที่ 4.7 รูปแบบต่างๆ ของการประกอบอุปกรณ์ซึ่งกำหนดวิธีการทำงานไว้ตามการออกแบบ (ก) การทำงานแบบต่อเนื่อง (ข) การทำงานแบบกะ (ค) การทำงานแบบกึ่งต่อเนื่อง บนสารละลายป้อน และ (ง) การทำงานแบบกึ่งต่อเนื่องบนสารละลายนำกลับ

4.5 การเตรียมสารละลายป้อน สารละลายนำกลับและเยื่อแผ่นเหลว

การเตรียมสารละลายต่างๆที่นำมาใช้ในระบบการแยกสกัดด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลวงได้อธิบายถึงรายละเอียดต่างๆ ที่เกี่ยวข้องกับสารละลายป้อน สารละลายนำกลับและสารสกัดในตัวทำละลายที่จะบรรจุอัดลงในรูพรุนของเยื่อแผ่นไว้แล้วในบทที่ 2 ส่วนในหัวข้อนี้เพียงแต่จะแจ้งถึงข้อมูลเกี่ยวกับสารสกัด (extractant) ต่างๆ ตัวทำละลาย (diluent) ที่เหมาะสม ชนิดของสารละลายป้อน (feed solution) ชนิดของสารละลายนำกลับ (stripping solution) รวมทั้งกระบวนการสกัดไอออนโลหะด้วยวิธีการต่างๆ เช่น CSE (conventional solvent extraction) ELM (emulsion liquid membrane) และ SLM (supported liquid membrane) เป็นต้นที่ได้รวบรวมไว้โดยแสดงรายละเอียดซึ่งแบ่งออกเป็น 2 ช่วงคือช่วงระหว่างปี 1977-2003 และช่วง 2003-2009 นำเสนออยู่ภาคผนวก ข ทั้งนี้เป็นข้อมูลที่มีประโยชน์ในการนำไปประยุกต์ใช้ในระบบการสกัดไอออนโลหะต่างๆ ในภาคอุตสาหกรรมรวมถึงในส่วนที่เกี่ยวข้องกับสิ่งแวดล้อมซึ่งมีไอออนโลหะที่เป็นมลพิษปะปนอยู่ด้วย

4.6 การทดลอง

ก่อนการทดลองต้องเตรียมความพร้อมของอุปกรณ์ที่ใช้งานโดยตรวจสอบระบบด้วยการวัดค่าของสารละลายที่ตำแหน่งเริ่มต้น เช่น ความเข้มข้น ค่าความเป็นกรด-เบส ลำดับการทดลองอธิบายได้ดังนี้

- ก. เตรียมอุปกรณ์ โดยประกอบมอดูลของเยื่อแผ่นเหลวที่บรรจุอยู่ในแท่งทรงกระบอกที่แสดงไว้ในรูปที่ 2.11 เข้ากับถังพักสารละลายต่างๆ มาตรฐาน และปั๊มเป็นต้นดังรายละเอียดที่แสดงไว้ในรูปที่ 3.3 สำหรับระบบหอสกัดเดี่ยว จากนั้นก็ต้องผ่านกระบวนการเตรียมวัตถุดิบเยื่อแผ่นเหลวก่อนที่จะดำเนินการสกัดไอออนโลหะ
- ข. การเตรียมวัตถุดิบเยื่อแผ่นเหลว เมื่ออุปกรณ์พร้อมแล้วจึงป้อนสารสกัดที่มีความเข้มข้นที่เหมาะสมและละลายอยู่ในตัวทำละลายอินทรีย์เข้าทั้งภายในเส้นใยกลวงและภายนอกหรือชั้นเปลือกของเส้นใยกลวงให้นาน จนแน่ใจว่าอนุภาคของสารสกัดยึดตรึงในรูพรุนตลอดแนวยาวของเส้นใยกลวงโดยปกติจะใช้เวลาประมาณ 80 นาที จึงหยุดการป้อนสารละลายสกัดจากนั้นจึงป้อนด้วยน้ำที่ปราศจากไอออน (deionized water) แทน โดยป้อนทั้งภายในและภายนอกเส้นใยกลวงเพื่อชะล้าง หรือกำจัดสารละลายสกัดส่วนเกินออกไป

- ก. ป้อนสารละลายป้อนที่มีไอออนโลหะละลายอยู่ และผ่านการวัดค่าต่างๆ เช่น pH ค่าความเข้มข้นของไอออนโลหะมาแล้วเข้าภายในเส้นใยกลวงและเมื่อผ่านการสกัดแล้วก็จะไหลออก สารละลายที่ไหลออกนี้หรือราฟฟิเนตจะไหลกลับไปถังพักสารละลายป้อน ในกรณีที่การทำงานด้วยระบบแบบกะต้องควบคุมค่าความเป็นกรด-เบสให้คงตัวด้วยเครื่องไทเทรตแบบอัตโนมัติ (automatic titrator) หรือถ้าเป็นการทำงานด้วยระบบแบบต่อเนื่องจะส่งออกไปเข้าถังพักใหม่ ทั้งนี้กำหนดให้มีลักษณะปฏิบัติการแบบไหลผ่านหอสกัดเพียงครั้งเดียว (one-through column)
- ง. สารละลายนำกลับจะถูกรวบรวมเข้าสู่ระบบ ในเวลาเดียวกันกับการป้อนสารละลายป้อน ทั้งนี้สารละลายนำกลับจะไหลอยู่ที่ภายนอกหรือชั้นเปลือกของเส้นใยกลวง โดยไหลแบบสวนทางกับสารละลายป้อน และกำหนดให้มีลักษณะปฏิบัติการแบบไหลผ่านหอสกัดเพียงครั้งเดียวเช่นเดียวกันกับสารละลายป้อน การทำงานของสารละลายนำกลับอาจเป็นไปได้ทั้งระบบแบบกะหรือระบบแบบต่อเนื่องเช่นกันทั้งนี้จะต้องเก็บตัวอย่างและนำไปวัดและวิเคราะห์ค่าต่างๆ เช่น ค่า pH ค่าความเข้มข้นของไอออนโลหะเป็นต้น

การกำหนดอัตราการไหลของสารละลายป้อนและสารละลายสกัดอาจเท่ากันหรือแตกต่างกันก็ได้ แต่ทั้งนี้ควรมีปริมาตรของทั้งสารละลายป้อนและสารละลายสกัดที่เวลาใดๆ ในหอสกัดเท่ากัน เพราะจะทำให้เกิดประสิทธิภาพสูงสุด โดยทั่วไปในการสกัดไอออนโลหะผ่านกระบวนการเยื่อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลวง ปริมาตรของสารละลายป้อนซึ่งอยู่ภายในเส้นใยกลวงจะมีค่าแตกต่างจากปริมาตรสารละลายสกัดภายนอกเส้นใยกลวง ดังนั้นจึงมักกำหนดอัตราการไหลเข้ามอดูลของการสกัดไอออนโลหะไว้เท่ากัน ส่งผลให้สะดวกต่อการคำนวณค่าเวลาการปฏิบัติงานในรอบวัฏจักร ซึ่งมีค่าเท่ากับ “ปริมาตรภายในหรือภายนอกเส้นใยกลวงต่ออัตราการไหลของสารละลายป้อนเข้ามอดูล”

ในการทำงานแต่ละรอบวัฏจักรต้องวัดค่าความเข้มข้นต่างๆ ที่เข้า-ออกผ่านกระบวนการสกัดและต้องควบคุมค่าความเป็นกรด-เบสของทั้งสารละลายป้อนและสารละลายนำกลับในการทดลองจะต้อง

- ก. หากความเข้มข้นของสารละลายป้อนที่เหมาะสม ทั้งนี้หากสารละลายป้อนมีความเข้มข้นสูง การไหลผ่านเพียงครั้งเดียวด้วยระบบหอสกัดเดียวอาจไม่เพียงพอจำเป็นต้องเพิ่มจำนวนหอสกัดเป็น 2, 3 และต่อๆ ไป ขึ้นอยู่กับความจำเป็นและความเหมาะสมในการออกแบบกระบวนการ ทั้งนี้หอสกัดที่เพิ่มขึ้นจะต่ออนุกรมกันดังรูปที่ 4.7 ดังนั้น

จึงต้องมีการเปลี่ยนค่าความเข้มข้นของสารละลายป้อน แต่ที่ความเข้มข้นต่ำหรือเจือจางอุปกรณ์สามารถทำงานได้ดีมีประสิทธิสูง การใช้กราฟทำนายผลค่อนข้างจะให้ผลที่แม่นยำ มีความผิดพลาดน้อยมาก

- ข. เปลี่ยนค่าความเข้มข้นของสารละลายนำกลับที่ค่าความเข้มข้นของสารละลายป้อน คงตัวเพื่อให้พอเหมาะที่จะสกัดไอออนโลหะออกจากสารประกอบเชิงซ้อนจากวัฏภาคเยื่อแผ่นเหลวได้มากที่สุด
- ค. เปลี่ยนค่าความเข้มข้นของสารสกัด เพื่อให้ปฏิกิริยาการสกัดระหว่างสารละลายป้อนกับวัฏภาคเยื่อแผ่นเหลวเกิดสมบูรณ์ได้สารประกอบเชิงซ้อนปริมาณมากละลายในวัฏภาคเยื่อแผ่นเหลว ซึ่งในที่สุดสารประกอบเชิงซ้อนนี้จะทำปฏิกิริยานำกลับกับสารละลายนำกลับทำให้ไอออนโลหะที่อยู่ในรูปสารประกอบเชิงซ้อนหลุดออกและกลายเป็นไอออนโลหะละลายในสารละลายนำกลับ

4.7 การวิเคราะห์

การวิเคราะห์ในที่นี้หมายถึงการวิเคราะห์ผลที่ได้จากการทดลองในห้องปฏิบัติการวิจัย ดังนั้นในหนังสือนี้ซึ่งนำเสนอเรื่องราวที่เกี่ยวข้องกับการสกัดไอออนโลหะเป็นหลัก ดังนั้นทุกขั้นตอนการทำงานจึงเกี่ยวข้องกับสารเคมี การวิเคราะห์ทางเคมี หรือที่เรียกโดยทั่วไปว่า “เคมีวิเคราะห์” อาจแบ่งวัตถุประสงค์การวิเคราะห์ออกได้เป็น 2 แบบ

4.7.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ (qualitative analysis)

การวิเคราะห์โดยมีวัตถุประสงค์ทางด้านคุณภาพเป็นสำคัญนั้นสามารถแบ่งย่อยออกไปได้เป็น 2 ประเภทด้วยกัน ขึ้นอยู่กับชนิดของสารเคมี คือ

(ก) การวิเคราะห์เชิงคุณภาพด้านอนินทรีย์ (qualitative inorganic analysis) เป็นการวิเคราะห์เพื่อตรวจสอบคุณภาพของสารละลายตัวอย่างว่ามีธาตุ หรือไอออนโลหะ รวมถึงสารประกอบอนินทรีย์ (inorganic compound) ปนผสมอยู่ด้วยหรือไม่

(ข) การวิเคราะห์เชิงคุณภาพด้านอินทรีย์ (qualitative organic analysis) เป็นการวิเคราะห์เพื่อตรวจสอบคุณภาพของสารละลายตัวอย่างว่ามีฟังก์ชันนอลกรุป (functional group) หรือสารประกอบอินทรีย์ (organic compound) ปนผสมอยู่ด้วยหรือไม่

4.7.2 การวิเคราะห์เชิงปริมาณ (Quantitative analysis)

เป็นการวิเคราะห์เพื่อให้ทราบจำนวนธาตุที่มีอยู่จริง หรือการวัดโดยอาศัยเครื่องมือวิเคราะห์เพื่อให้ทราบถึงปริมาณของไอออนโลหะ หรือสารประกอบซึ่งอยู่ในสารละลายตัวอย่าง

4.8 เทคนิคการวิเคราะห์

โดยทั่วไปแล้วเทคนิคที่นำมาใช้วิเคราะห์สารประกอบเคมี มีหลักการที่นำมาใช้ คือการแยก การตรวจสอบด้วยวิธีการทางเคมี หรือการวัดปริมาณผ่านเครื่องมือวิเคราะห์ต่างๆ ซึ่งอาจอธิบายถึง รายละเอียดได้ดังนี้

4.8.1 การแยกสารเคมี (separation of chemicals) เดิมทีเดียวจะใช้วิธีการชั่งน้ำหนัก วิธีการวัดปริมาตร แต่ในปัจจุบันนี้ได้อาศัยเครื่องมือที่ทันสมัยกว่า โดยอำนวยความสะดวก ให้ความแม่นยำ และรวดเร็ว คือเครื่อง HPLC (high performance liquid chromatography)

4.8.2 การไทเทรต (titration) เป็นวิธีการหาปริมาณสารเคมีในสารละลาย หรือหา คุณสมบัติกายภาพของโมเลกุลเช่นค่าคงที่สมดุล (equilibrium constant) โดยอาศัยการวัดปริมาตร และการคำนวณที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างสารเคมี

4.8.3 การวิเคราะห์ทางไฟฟ้า (electro analytical methods) เป็นวิธีการที่เคลื่อนย้ายหรือแยกธาตุโดยอาศัยสารละลายและไฟฟ้ากระแสตรง ที่รู้จักกันดีในเรื่องการชุบโลหะ

4.8.4 การวิเคราะห์ผ่านระบบสเปกโตรสโคปี (spectroscopy) ซึ่งเป็นเครื่องมือที่ใช้วัดทั้งปริมาณและคุณสมบัติของสารเคมีโดยอาศัยวิธีการดูดซับแสงหรือการยอมให้แสงผ่านด้วยค่าที่แตกต่างกันของเคมีคอลสปีชี (chemical species) ทั้งนี้กลุ่มเครื่องมือที่มีพื้นฐานอยู่บนหลักการเดียวกันนี้ และที่แพร่หลายเป็นที่รู้จักกันดีในกลุ่มนักวิจัยประกอบด้วย

(ก) เครื่อง AAS (atomic absorption spectroscopy)

(ข) เครื่อง NMR (nuclear magnetic resonance)

(ค) เครื่อง NAA (neutron activation analysis)

4.8.5 เครื่องวิเคราะห์แมสสเปกโตรเมตริ (mass spectrometry, MS) เป็นวิธีการทางเคมีในการวิเคราะห์โดยอาศัยการแปลงสารตัวอย่างให้อยู่ในรูปของไอออน (ionization) ทั้งนี้เครื่องมือจะประกอบไปด้วยองค์ประกอบในหลายส่วน โดยเริ่มต้นที่ (ก) ส่วนผลิตไอออน (ionization source)

ซึ่งจะมีวิธีการแปลงสารตัวอย่างได้หลายวิธีเช่น การกำหนดให้ลำอิเล็กตรอนวิ่งเข้าชน (electron impact) เป็นต้น และเมื่อสารตัวอย่างผ่านการแปลงเป็นไอออนแล้วจะผ่านไปสู่อุปกรณ์วิเคราะห์มวล (mass analyzer) ซึ่งมีอยู่ด้วยกันหลายประเภทเช่น ควอดรูโพล (quadrupole) ที่อาศัยทั้งคลื่นความถี่ของวิทยุและค่าศักย์ทางไฟฟ้าในการจำแนกมวล และท้ายสุดจะเป็นส่วน (ก) ส่วนตรวจจับ (detector) ซึ่งมีหน้าที่จับสัญญาณเมื่อมีไอออนมากระทบ จากนั้นจะแปลงเป็นข้อมูลและส่งไปยังส่วนของการประมวลผล ซึ่งก็คือระบบคอมพิวเตอร์ควบคุม ทั้งนี้ผลที่แสดงออกมาเป็นเส้นกราฟมีชื่อเฉพาะว่า “แมสสเปกตรัม (mass spectrum)” โดยที่บนแกนตั้งกำหนดให้เป็นค่า “relative intensity” ขณะที่แกนนอนเป็นค่า “มวลต่อประจุ” วิธีการนี้เหมาะที่จะใช้หาค่า มวลโมเลกุล (molecular mass) องค์ประกอบต่างๆ ของธาตุ โครงสร้าง รวมถึงเคมีคอลสปีชีส์ (chemical species)

ตัวอย่างที่นำไปใช้งานจริงคือการผสมผสาน โดยการนำเอาเครื่อง ICP และเครื่อง MS มาใช้ร่วมกันและเรียกชื่อรวมกันเป็น ICP-MS (inductively coupled plasma-mass spectrometry) ทั้งนี้จะมีความทำงานเป็นขั้นตอนคือ

- (1) ขั้นตอนการแปลงตัวอย่างให้ระเหยกลายเป็นไอ (volatilization) หรืออาจใช้วิธีการแยกโดยโครมาโตกราฟี (chromatography)
- (2) ขั้นตอนการตรวจและวัดความเข้มข้น

4.9 เครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์ไอออนโลหะ

เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ไอออนโลหะต่างๆ ดังที่ได้กล่าวมาแล้วโดยสังเขปในหัวข้อที่ 4.8 ที่ผ่านมามีความสำคัญอย่างยิ่งยวด มีราคาแพงเป็นเครื่องมือที่ต้องนำเข้า มีค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์แต่ละครั้งค่อนข้างสูง อีกทั้งค่าบำรุงรักษาในแต่ละปีค่อนข้างแพง และต้องปฏิบัติการโดยผู้เชี่ยวชาญเฉพาะทาง ปัจจุบันนี้มีเครื่องมือวิเคราะห์ไอออนโลหะอยู่หลากหลายชนิด และเป็นที่ยอมรับแพร่หลาย ดังตัวอย่างต่อไปนี้เช่น

(ก) atomic absorption spectrophotometer (AA-6300/6800)

(ข) inductive coupled plasma spectrometer (ICPS-7500)

(ค) high performance liquid chromatograph (HPLC, LC-10ADvp)

ทั้งนี้เครื่องมือวิเคราะห์ในปัจจุบันที่นิยมใช้กัน โดยทั่วไปแล้วจะอาศัยหลักการวิเคราะห์โดยสเปกโทรสโกปี (electroscopy) ซึ่งหลักการนี้ สามารถให้ข้อมูลของการวิเคราะห์ได้ทั้งในเชิงคุณภาพ (qualitative) และเชิงปริมาณวิเคราะห์ (quantitative) โดยแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภทดังนี้

(ก) การวิเคราะห์ธาตุ (elemental analysis) เป็นเทคนิคที่ใช้หลักการทางกายภาพ (physical principles) โดยมีการดูดกลืนพลังงานหรือการแผ่รังสีจากอะตอมของธาตุซึ่งจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงธาตุ เฉพาะตัวธาตุซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะตัว ของธาตุแต่ละชนิด

(ข) การวิเคราะห์โมเลกุลของสาร (molecular analysis) เป็นเทคนิคที่ใช้หลักการตรวจสอบคุณสมบัติเฉพาะตัวของระดับพลังงานเช่น ระดับพลังงานที่ได้จากการสั่น (vibrational states) ระดับพลังงานที่ได้จากการหมุน (rotational states) โดยปกติที่อุณหภูมิห้องสารต่างๆ ส่วนใหญ่จะมีพลังงานอยู่ในสถานะพื้น (ground states) เมื่อสารเกิดอันตรกิริยากับพลังงานที่เหมาะสมก็จะเกิดการเปลี่ยนแปลงไปยังสถานะกระตุ้น (excited states)

ในภาคผนวก ก ได้นำเสนอรูปของเครื่องมือวิเคราะห์ บางส่วนพร้อมคำอธิบายถึงหลักการทำงานและการประยุกต์ใช้โดยสังเขปพอเป็นตัวอย่างให้ทราบถึงพื้นฐานเพื่อนำไปใช้งานจริง

4.9.1 ตัวอย่างรายละเอียดวิธีการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICPS

ในการตรวจวัดความเข้มข้นของไอออนของโลหะต่างๆ หนึ่งในอุปกรณ์วิเคราะห์ ที่รู้จักโดยทั่วไปคือเครื่อง ICP ซึ่งมีชื่อเรียกเต็มๆว่า “inductively coupled plasma atomic emission spectrometry” หรือ “ICP-AES” ทั้งนี้ห้องปฏิบัติการวิจัยการแยก ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ใช้คือรุ่น spectroflame model M ซึ่งผลิตโดย บริษัท spectroanalytical instruments (Germany) จากรูปที่ 4.8 ประกอบ ทั้งนี้มีหลักการทำงาน และส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่องประกอบด้วย

(ก) radio frequency (RF) generator ที่ใช้กันมากจะเป็นแบบ crystal controlled genertor ใช้งานที่ความถี่ 27.12 MHz

(ข) ICP source ซึ่งประกอบด้วย plasma torch ทำด้วยควอทซ์ (quartz) ล้อมรอบด้วย induction coil ซึ่ง coil นี้จะต่อกับ RF generator โดยที่ coil ส่วนมากจะทำด้วยท่อทองแดง กลวงมีน้ำไหลผ่านเพื่อ

ระบายความร้อน ทั้งนี้ plasma torch จะต่ออยู่กับระบบควบคุมความดันและระบบควบคุมอัตราการไหลของก๊าซ ก๊าซที่ใช้เป็น plasma ส่วนมากจะเป็นก๊าซอาร์กอน

(ค) ระบบ sample introduction ซึ่งมีองค์ประกอบหลักคือ

(1) nebulizer เป็นอุปกรณ์ที่ทำให้ของเหลวเกิดเป็นละอองซึ่งจะทำให้สามารถส่งผ่านไปสู่ plasma discharge ได้

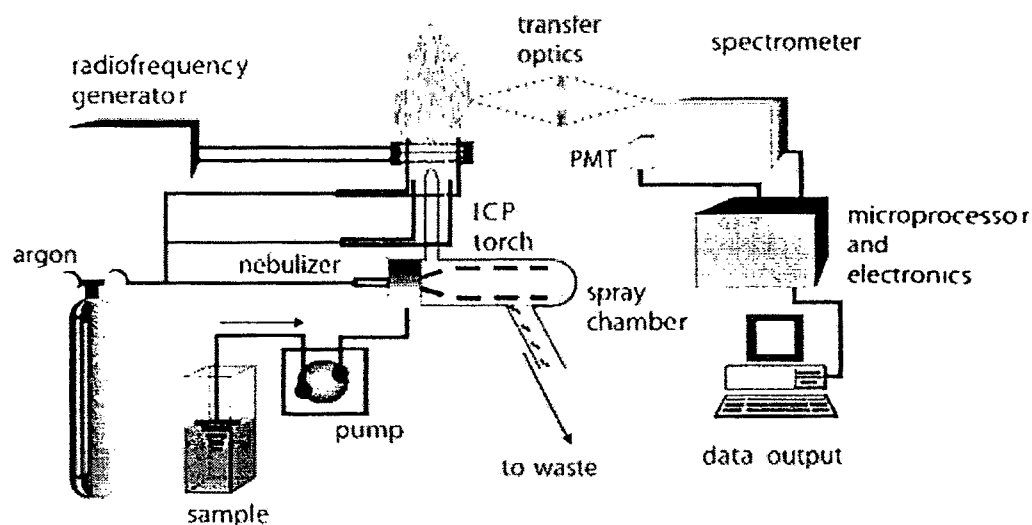
(2) pump เป็นอุปกรณ์ที่จะนำสารละลายผ่านไปสู่ nebulizer ทั้งนี้จะสามารถควบคุมอัตราการไหลของสารละลายให้คงที่ได้โดยไม่ขึ้นอยู่กับคุณสมบัติของสารละลายนั้นนอกจากนั้นยังทำให้ขั้นตอนในการทำความสะดวก nebulizer และ spray chamber รวดเร็วยิ่งขึ้น โดยทั่วไป pump ที่ใช้จะเป็นแบบ peristaltic pump

(3) spray chamber เป็นอุปกรณ์ที่ใช้ในการแยกละอองตัวอย่างที่มีขนาดใหญ่ออกไปและยังช่วยให้การนำละอองตัวอย่างเข้าสู่ plasma เป็นไปอย่างราบเรียบ

(4) ระบบ drains เป็นระบบที่ทำหน้าที่ระบายตัวอย่างส่วนที่เหลือไปสู่ที่บรรจุของเสีย นอกจากนี้จะทำให้เกิด back pressure เพื่อดันให้ก๊าซอาร์กอนส่วนที่นำละอองตัวอย่างเข้าสู่ plasma

(ง) spectrometer เป็นอุปกรณ์ที่รวมถึง imaging optics spectrometer และที่ใช้อาจเป็นแบบ monochromator หรือ polychromator สำหรับ polychromator นั้นจะทำหน้าที่เป็น spectrometer ที่ใช้กับการวิเคราะห์แบบ multi element spectrometer

(จ) ระบบวิเคราะห์สัญญาณควบคุมการประมวลผลและ แสดงผลปัจจุบัน โดยใช้คอมพิวเตอร์ เพื่อทำหน้าที่นี้



รูปที่ 4.8 แสดงแผนภาพองค์ประกอบที่สำคัญของเครื่อง ICPS [chem.agilent.com]

4.9.1.1 การเตรียมสารละลายก่อนการวิเคราะห์

เพื่อให้การนำเสนอสามารถมองเห็นภาพได้ชัดเจน จึงขอแนะนำไอออนโลหะในกลุ่มธาตุหายาก (rare earth metal) มาใช้เป็นกรณีศึกษาโดยที่เครื่องมือวิเคราะห์ ICPS รุ่น spectroflame ICP M ของบริษัท Spectroanalytical Instruments (Germany) ซึ่งสามารถวัดปริมาณธาตุที่มีความเข้มข้นมากกว่า 1 ppm โดยมีขั้นตอนดังนี้

- (ก) นำตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ 1 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดปรับปริมาตร ขนาด 10 มิลลิลิตร
- (ข) ปรับปริมาตรตัวอย่างจาก ข้อ(ก) ให้ครบ 10 มิลลิลิตร โดยใช้สารละลายดินประสิว ความเข้มข้นร้อยละ 1 เพื่อวัดปริมาณธาตุหายากที่มีในตัวอย่าง
- (ค) ถ้าปริมาณธาตุที่มีในตัวอย่างมีค่าสูงเกินกว่าค่าปรับเทียบ (upper bound calibrated value) ของเครื่อง ให้ลดความเข้มข้นของตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ลง โดยลดความเข้มข้นลงเหลือ 1 ใน 10 เท่าของความเข้มข้นเดิม แล้วจึงวัดปริมาณธาตุในตัวอย่างซ้ำจนกระทั่งค่าที่วัดได้ไม่เกินค่าเปรียบเทียบ

4.9.1.2 การวิเคราะห์

สารละลายที่จะทำการวิเคราะห์จะถูกนำผ่านเข้าเครื่องไปยังพลาสมาโดยสารละลายนี้จะถูกเปลี่ยนเป็นละอองเล็กๆ (aerosol) โดยกระบวนการ nebulization ผ่าน peristaltic pump เข้าไปยังพลาสมาของ ICP torch ดังนั้นสารละลายตัวอย่างที่จะวิเคราะห์เมื่อได้รับพลังงานสูงจะเกิดการ

สลายตัวเป็นอะตอม และอะตอมจะถูกกระตุ้น (excited) ไปยังสถานะกระตุ้นโดยที่บางส่วนจะกลายเป็นไอออนเรียกว่าเกิด atomization และ ionization อะตอมหรือไอออนที่ถูกกระตุ้นนี้จะเปล่งแสงออกมามีลักษณะเฉพาะตัว (characteristic) โดยมีความยาวคลื่นของแสงโดยเฉพาะทั้งแสงที่เกิดขึ้นจะผ่านเข้าไปในเครื่องสเปกโตรมิเตอร์เพื่อแยกเอาเฉพาะแสงที่มีความยาวคลื่นของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ แล้วให้แสงดังกล่าวนี้ตกลงบนดีเทคเตอร์เพื่อวัดออกมาเป็นสัญญาณ ซึ่งมีความสัมพันธ์กับความเข้มข้นของสารละลายที่วัดในการควบคุมแต่ละขั้นตอน และการเก็บข้อมูลการประมวลผลจะกระทำด้วยเครื่องคอมพิวเตอร์

ตารางที่ 4.11 ตัวอย่างความยาวคลื่นที่ใช้ในการวิเคราะห์ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของธาตุแต่ละตัว

ธาตุ	ความยาวคลื่น (nm)
La	379.08
Pr	172.310
Nd	430.358
Sm	356.827
Gd	342.247
Y	371.030
Ce	418.660
Eu	381.970
Dy	353.170
Yb	328.937
Fe	259.940
Na	589.592

4.9.1.3 การบำรุงรักษาเครื่อง ICP สเปกโตรมิเตอร์

การวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง ICPS นั้นทำได้ง่ายและได้ผลการวิเคราะห์ถูกต้องดี ทั้งนี้ผู้ใช้เครื่องจะต้องให้ความสนใจในสิ่งที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์นอกเหนือจากเรื่องของการเตรียมสารตัวอย่าง การเลือก hardware และตัวแปรต่างๆของการตั้งเครื่อง แต่ผู้ใช้เครื่องจะต้องคอยบำรุงรักษาเครื่องให้อยู่ในสภาพดีและจะต้องคอยตรวจสอบ (test) การทำงานของเครื่องอยู่เสมอว่ายังทำงานได้ถูกต้องดีหรือไม่ ดังนั้นชิ้นส่วนต่างๆของเครื่องมือจึงควรจะต้องดูแลรักษาให้ดีโดยคำนึงถึงรายละเอียดดังนี้คือ ระบบส่งสารละลายตัวอย่างและคบบ (torch) ICP ถ้าระบบของการทำให้สารละลายตัวอย่างไปยังเปลวไฟที่คบบ ICP ทำงานไม่ดีจะทำให้ผลการวิเคราะห์ไม่ถูกต้องไม่แม่นยำและไม่เที่ยงดังนั้นสิ่งใดก็ตามที่ทำให้สารละลายเดินทางไม่สะดวกสิ่งนั้นจะก่อให้เกิดความผิดพลาดสิ่งที่ควรจะต้องดูแลรักษาให้อยู่ในสภาพที่ดีเสมอคือความสะอาดทั้งระบบส่งสารละลายและคบบ ICP

จะต้องรักษาความสะอาดอย่าให้มีอะไรมาติดหรือขวางทางเดินของสารละลาย ทุกครั้งเมื่อวิเคราะห์สารละลายตัวอย่างแล้วจะต้องผ่านหรือล้างด้วยน้ำหรือ blank ให้สะอาดทุกครั้งก่อนจะปิดเครื่อง โดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่อวิเคราะห์สารตัวอย่างที่ซับซ้อนมากๆ (complex matrix) จะต้องล้างให้สะอาดจริงๆ หรือบางครั้งต้องถอดออกมาล้าง

4.9.2 ตัวอย่างรายละเอียดวิธีการวิเคราะห์ด้วย AAS

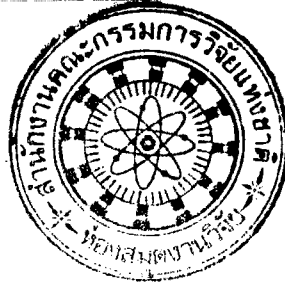
เนื่องจากเทคนิคทาง AAS นั้นเป็นที่นิยมกันมากในการวิเคราะห์ในแทบทุกชนิดของสารตัวอย่างไม่ว่าจะเป็นของแข็งของเหลวหรือก๊าซซึ่งอาจสรุปได้ดังนี้

1. ใช้ในการวิเคราะห์เพื่อการเกษตร (agricultural analysis) เช่นการวิเคราะห์ดิน พืชและปุย เป็นต้น
2. ใช้ในการวิเคราะห์เพื่อการแพทย์และชีวเคมี (clinical and biochemistry) เช่นการหาปริมาณของธาตุ Ca, Cu, Pb, Na, K, Fe, Zn, As และอื่นๆ ในเลือด ปัสสาวะ และเนื้อเยื่อ เป็นต้น
3. ใช้ในงานวิเคราะห์เพื่อการโลหะวิทยา (metallurgy) เช่นการวิเคราะห์โลหะผสมต่างๆ หาปริมาณของสารเจือปนต่างๆ ในโลหะบริสุทธิ์ เป็นต้น
4. ใช้ในงานวิเคราะห์พวกน้ำมันและเพื่อการปิโตรเลียม (oils and petroleum) เช่น การหาองค์ประกอบที่เป็นโลหะของน้ำมันหล่อลื่น น้ำมันเครื่องน้ำมันปิโตรเลียม และน้ำมันเชื้อเพลิง
5. ใช้ในการวิเคราะห์แร่และวัสดุต่างๆ (minerals and materials)
6. ใช้ในงานวิเคราะห์น้ำจากแหล่งต่างๆ เช่น น้ำบาดาล น้ำเสีย น้ำทิ้ง น้ำแร่ หรือน้ำจากแหล่งธรรมชาติ เป็นต้น
7. ใช้ในงานวิเคราะห์ทางสิ่งแวดล้อม
8. ใช้ในงานวิเคราะห์ทางอาหารและยา (food and drugs)
9. ใช้ในงานวิเคราะห์ธาตุในสารอื่นๆ

บทสรุป

เพื่อให้่ายในการทำ ความเข้าใจต่อระบบการสกัดดังกล่าว ผู้จัดจึงได้ยกตัวอย่างของการสกัดไอออนซีเรียมผ่านระบบเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวง ซึ่งการสกัดไอออนโลหะชนิดอื่นๆ จะมีหลักการเช่นเดียวกัน โดยมีขั้นตอนการปฏิบัติอยู่ 3 ขั้นตอนหลักๆ คือ ขั้นตอนการเตรียมสารเคมีและอุปกรณ์ ขั้นตอนการทดลอง และขั้นตอนการวิเคราะห์ผล สำหรับรายละเอียดของแต่ละขั้นตอนสรุปได้ดังนี้

- ก. ขั้นตอนการเตรียมสารเคมีและอุปกรณ์: ในขั้นตอนนี้จะต้องทำการเตรียมสารอยู่ 3 ประเภทด้วยกันคือ สารละลายป้อนที่มีไอออนโลหะซีเรียมผสมอยู่ ซึ่งมักจะมีองค์ประกอบของน้ำอยู่แล้วจึงไม่ต้องเตรียมให้ยุ่งยาก โดยส่วนใหญ่จะเป็นน้ำทิ้งจากโรงงานอุตสาหกรรม แต่หากไอออนโลหะอยู่ในรูปของแข็งจะต้องนำมาละลายน้ำหรือกรดก่อน ส่วนสารละลายเยื่อแผ่นเหลวสามารถเตรียมได้จากสารสกัดที่อาจใช้เพียงชนิดเดียวหรือมากกว่า ถ้าใช้สารสกัดสองชนิดขึ้นไปมาผสมกันจะเรียกว่า สารสกัดแบบเสริมฤทธิ์ แล้วผสมกับตัวทำละลายอินทรีย์ ซึ่งสารสกัดที่ได้นี้จะถูกป้อนให้เข้าอยู่ในรูปพุนของเส้นใยกลวงต่อไป และสารที่ต้องเตรียมประเภทสุดท้ายคือสารละลายน้ำกลัที่อาจจะมีคุณสมบัติเป็นกรดหรือเบส และอุปกรณ์ที่ใช้จะเป็นมอดูลของเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวงที่ถูกเชื่อมต่อเข้ากับถังพักสารละลายทั้งสอง มาตรวัด และปั๊ม ดังแสดงในรูปที่ 5.1
- ข. ขั้นตอนการทดลอง: ก่อนเริ่มทำการสกัดจะต้องป้อนสารละลายเยื่อแผ่นเหลวเข้าไปในชั้นท่อและชั้นเปลือกของมอดูลเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวง เพื่อให้สารละลายดังกล่าวอยู่ในรูปพุนก่อน จากนั้นทำการป้อนสารละลายป้อนและสารละลายน้ำกลัเข้าเยื่อแผ่นพร้อมกัน โดยส่วนใหญ่นิยมป้อนในทิศทางสวนทางกัน ซึ่งสารละลายป้อนจะไหลผ่านชั้นท่อของมอดูลส่วนสารละลายน้ำกลัจะไหลผ่านชั้นเปลือก และ ณ ขณะที่สารทั้งสองไหลผ่านมอดูลนี้จะเกิดปฏิกิริยาการสกัดและการนำกลัขึ้น ดังรายละเอียดของกลไกการสกัดที่ได้กล่าวไว้แล้ว และสารละลายทั้งสองจะไหลออกนอกมอดูลไปยังถังพักของตนเอง โดยขณะนี้จะเรียกว่าหนึ่งรอบวัฏจักร ซึ่งสารละลายในถังพักนี้จะถูกเก็บตัวอย่างเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป จากนั้นสารละลายทั้งสองจะไหลเวียนกลับเข้าสู่เยื่อแผ่นให้ทำการสกัดอีกครั้ง และการเก็บตัวอย่างจะทำทุกรอบวัฏจักร สำหรับขั้นตอนการทดลองนี้สามารถสกัดโดยใช้หลายๆ มอดูลได้
- ค. ขั้นตอนการวิเคราะห์ผล: ในขั้นตอนนี้จะนำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์เพื่อหาค่าความเป็นกรด-เบส ด้วยเครื่องวัดความเป็นกรด-เบส และค่าความเข้มข้นของไอออนโลหะด้วยเครื่อง AAS, ICP หรือ HPLC โดยการเลือกใช้เครื่องมือจะขึ้นอยู่กับคุณสมบัติที่ต้องการวัด และหลักการทำงานของเครื่องมืออื่นๆ ซึ่งแสดงไว้แล้วดังเนื้อหาที่ปรากฏ



คำถามท้ายบท

1. เชื้อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลางประกอบด้วยกี่วัฏภาคและแต่ละวัฏภาคมีหน้าที่อย่างไร
2. การเลือกกรดที่นำมาใช้ในการปรับสภาพในสารละลายป้อนจะต้องคำนึงถึงสิ่งใด
3. หลักในการเลือกใช้สารละลายนำกลับเป็นอย่างไร
4. เชื้อแผ่นเหลวมียอดค์ประกอบอะไรบ้าง และแต่ละองค์ประกอบมีคุณสมบัติอย่างไร
5. การสกัดในเชื้อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลางมีแรงขับเคลื่อนอะไรบ้าง
6. การป้อนของสารละลายป้อนเชื้อแผ่นเหลวและสารละลายนำกลับที่เข้าไปในเชื้อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลางเป็นอย่างไร
7. รอบวัฏจักรหมายถึงอะไร
8. เวลาการปฏิบัติงานใน 1 รอบวัฏจักรคำนวณได้อย่างไร
9. การเพิ่มหอสกัดจะเหมาะสมกับกรณีใด
10. การหาปริมาณของไอออน โลหะเป็นการวิเคราะห์แบบใด และเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์มีอะไรบ้าง