

## บทที่ 3

### เครื่องมือและวิธีการทดลอง

#### 3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือทดลอง

##### 3.1.1 อุปกรณ์

1. เครื่องเหวี่ยงแยก ยี่ห้อ Sigma รุ่น 201
2. เครื่องวัดความเป็นกรด-เบส ยี่ห้อ SCHOTT รุ่น CG 840
3. เครื่องชั่งน้ำหนัก
4. อุปกรณ์ให้ความร้อน (Hot plate)
5. บิวเรตขนาด 50 มิลลิลิตร
6. บีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร
7. กระดาษกรองวอทแมน (Whatman) เบอร์ 1
8. กระดาษกรองมังก์เทล (Munktells) เบอร์ 0 หรือเทียบเท่า
9. กระดาษกรองวอทแมนเบอร์ 12 หรือเทียบเท่า
10. กระบอกตวง
11. ขวดน้ำกลั่น
12. ขวดรูปกรวย
13. ปิเปต
14. นาฬิกาจับเวลา
15. คอลัมน์บรรจุเรซินเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 3.4 เซนติเมตร

##### 3.1.2 สารเคมี

1. กรดแอสติติกเข้มข้น
2. แอมโมเนียมคลอไรด์
3. สารละลายแอมโมเนียมออกซาลेटอิ่มตัว
4. สารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต 0.02 โมลาร์
5. กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1:1
6. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 6.34 โมลาร์
7. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นประมาณ 6 โมลาร์

8. สารละลายฟีนอล์ฟทาลีน
9. สารละลายมาตรฐานคอปเปอร์ซัลเฟต
10. สารละลายโพแทสเซียม ไฮเดียม ทาร์เทรต
11. สารละลายเมทิลีนบลู
12. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 โมลาร์
13. สารละลายโซเดียมคาร์บอเนตเข้มข้น 1 โมลาร์
14. เรซินแบบกรดแกมมีกลุ่มฟังก์ชันเป็นหมู่ซัลโฟนิคในรูปของ  $\text{Na}^+$  มีความจุ 2.0 มิลลิอิกวิวาเลนต์ต่อมิลลิลิตร หรือ 4.6 มิลลิอิกวิวาเลนต์ต่อกรัม

### 3.2 วิธีการทดลอง

การทดลองการกำจัดแคลเซียมในกากน้ำตาลนี้ได้แบ่งการทดลองออกเป็น 3 ส่วน คือ

1. การกำจัดแคลเซียมโดยการเหวี่ยงแยก
2. การกำจัดแคลเซียมโดยการเติมสารเคมี
  - เติมโซเดียมคาร์บอเนต
  - เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์
3. การกำจัดแคลเซียมโดยการแลกเปลี่ยนไอออน

#### 3.2.1 การกำจัดแคลเซียมโดยการเหวี่ยงแยก

1. หาปริมาณน้ำตาลในกากน้ำตาลตามหัวข้อ 3.3
2. เจือจางกากน้ำตาลให้ปริมาณน้ำตาลร้อยละ 8
3. วิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในกากน้ำตาลตามหัวข้อ 3.4
4. นำกากน้ำตาลจากข้อ 2 ใส่หลอดทดลองหลอดละ 10 มิลลิลิตรแล้วนำเข้าเครื่องเหวี่ยงแยกที่ความเร็วและเวลาต่างๆ กันดังนี้
  - ความเร็วในการเหวี่ยงแยก 0, 1500, 1750, 2250, 2750 และ 3000 รอบต่อนาที
  - เวลาในการเหวี่ยงแยก 0, 3, 5, 9, 13 และ 15 นาที
5. วิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมตามหัวข้อ 3.4 หลังจากเหวี่ยงแยกของการทดลองแต่ละครั้ง

6. ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 2 เปลี่ยนปริมาณน้ำตาลเป็นร้อยละ 13.3 24.0 34.7 และ 40.0

### 3.2.2 การกำจัดแคลเซียมโดยการเติมสารเคมี

#### 3.2.2.1 การกำจัดแคลเซียมโดยการเติมสารเคมี

1. หาปริมาณน้ำตาลในกากน้ำตาลตามหัวข้อ 3.3
2. เตรียมกากน้ำตาลให้มีปริมาณน้ำตาลร้อยละ 13.3
3. วิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในกากน้ำตาลตามหัวข้อ 3.4
4. แบ่งกากน้ำตาลมาใส่บีกเกอร์จำนวน 50 มิลลิลิตร
5. เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 โมลาร์ ในปริมาณ 2.5 มิลลิลิตร กวนเป็นเวลา 5 นาที
6. วัดค่าความเป็นกรด-เบส
7. นำกากน้ำตาลจากข้อ 5 ใส่หลอดทดลองหลอดละ 10 มิลลิลิตร จำนวน 4 หลอด เข้าเครื่องเหวี่ยงแยกที่ความเร็ว 1500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5 นาที
8. วิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมหลังจากเหวี่ยงแยกตามหัวข้อ 3.4
9. ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 3 แต่เปลี่ยนปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็น 5, 7.5, 10, 15, 20, 25 และ 30 มิลลิลิตร
10. ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1 ถึงข้อ 8 แต่เปลี่ยนสารเคมีเป็นโซเดียมคาร์บอเนต 1 โมลาร์ และปรับเปลี่ยนปริมาณสารที่เติมเป็นตั้งแต่ 5, 10, 15, 20, 25 และ 30 มิลลิลิตรตามลำดับ

#### 3.2.2.2 การกำจัดแคลเซียมโดยการเติมโซเดียมคาร์บอเนต 1 โมลาร์ แต่เหวี่ยงแยกที่ความเร็วและเวลาต่างๆ กัน

1. เตรียมกากน้ำตาลให้มีปริมาณน้ำตาลร้อยละ 13.3
2. วิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมในกากน้ำตาลตามหัวข้อ 3.4
3. แบ่งกากน้ำตาลมาใส่บีกเกอร์จำนวน 50 มิลลิลิตร
4. เติมโซเดียมคาร์บอเนตเข้มข้น 1 โมลาร์ ในปริมาณ 5 มิลลิลิตร กวนเป็นเวลา 5 นาที

5. วัดค่าความเป็นกรด-เบส
6. นำกากน้ำตาลจากข้อ 5 ใส่หลอดทดลองหลอดละ 10 มิลลิลิตร จำนวน 4 หลอด เข้าเครื่องเหวี่ยงแยกที่ความเร็วและเวลาต่างๆ กันดังนี้  
 ความเร็วในการเหวี่ยงแยก 0, 1500, 1750, 2250, 2750 และ 3000 รอบต่อนาที  
 เวลาในการเหวี่ยงแยก 0, 3, 5, 9, 13 และ 15 นาที
7. วิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมหลังจากเหวี่ยงแยกตามหัวข้อ 3.4
8. ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 3 แต่เปลี่ยนปริมาณโซเดียมคาร์บอเนต เป็น 6.7 10.0 13.3 และ 15.0 มิลลิลิตร

### 3.2.3 การกำจัดแคลเซียมโดยการแลกเปลี่ยนไอออน

#### 3.2.3.1 ทดลองโดยเปลี่ยนปริมาณเรซิน

1. เตรียมบรรจุเรซิน 100 มิลลิลิตรลงในคอลัมน์
2. ผ่านน้ำสะอาดลงในคอลัมน์เพื่อเป็นการล้างเรซิน
3. เตรียมกากน้ำตาลให้มีปริมาณน้ำตาลประมาณร้อยละ 13 จำนวน 1000 กรัม
4. เหวี่ยงแยกที่ความเร็วรอบ 1500 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 5 นาทีเพื่อนำของแข็งแขวนลอยออก
5. หาปริมาณน้ำตาลตามหัวข้อ 3.3
6. หาปริมาณแคลเซียมตามหัวข้อ 3.4
7. นำกากน้ำตาลผ่านเรซินด้วยอัตราการไหล 30 มิลลิลิตรต่อนาที
8. เก็บตัวอย่างกากน้ำตาลที่เวลา 5, 10, 15 และ 20 นาที
9. หาปริมาณน้ำตาลที่ผ่านเรซินแล้วตามหัวข้อ 3.3
10. หาปริมาณแคลเซียมตามหัวข้อ 3.4
11. ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1 โดยเปลี่ยนปริมาณเรซินเป็น 200, 300, 400 และ 500 มิลลิลิตร ตามลำดับ

#### 3.2.3.2 ทดลองหาอายุการใช้งานเรซิน

1. เตรียมบรรจุเรซิน 100 มิลลิลิตรลงในคอลัมน์
2. ผ่านน้ำสะอาดลงในคอลัมน์เพื่อเป็นการล้างเรซิน
3. เตรียมภาคน้ำตาลให้มีปริมาณน้ำตาลประมาณร้อยละ 13
4. เหวี่ยงแยกที่ความเร็ว 1500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5 นาที เพื่อนำของแข็งแขวนลอยออก
5. หาปริมาณแคลเซียมตามหัวข้อ 3.4
6. นำภาคน้ำตาลผ่านเรซินด้วยอัตราการไหล 30 มิลลิลิตรต่อนาที
7. เก็บตัวอย่างภาคน้ำตาลที่เวลา 5, 15, 30, 45, 60, 75, 90 และ 105 นาที ตามลำดับ
8. หาปริมาณแคลเซียมตามหัวข้อ 3.4

### 3.3 การหาปริมาณน้ำตาลทั้งหมดในภาคน้ำตาล<sup>22</sup>

1. ชั่งสารตัวอย่างที่เจือจางด้วยน้ำ 1:1 โดยน้ำหนัก จำนวน 15 กรัม ในภาชนะ และถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนสารละลายให้ถึงขีดวัดปริมาตรผสมให้เข้ากัน
2. ปิเปตสารละลายจากข้อ 1 จำนวน 50 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 200 มิลลิลิตร ให้ความร้อนด้วยอ่างน้ำร้อน (Water Bath) จนได้อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 6.34 โมลาร์ 10 มิลลิลิตร
3. ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง (ประมาณ 30 นาที) เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นประมาณ 6 โมลาร์ จนมีภาวะเป็นกลาง โดยใช้ฟีนอล์ฟทาลีนเป็นอินดิเคเตอร์
4. ตั้งให้เย็นอีกครั้งที่อุณหภูมิห้อง เติมน้ำกลั่นจนสารละลายถึงขีดวัดปริมาตร
5. หาปริมาณน้ำตาลตามวิธีการดังต่อไปนี้

#### ขั้นตอนการไทเทรต

1. ล้างและเติมสารในบิวเรตด้วยสารละลายที่เตรียมได้จากข้างต้น
2. ปิเปตสารละลายโพแทสเซียม โซเดียม ทาร์เทรต 5 มิลลิลิตร และสารละลายมาตรฐาน คอปเปอร์ซัลเฟต 5 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปกรวย ผสมให้เข้ากันโดยการแกว่งเป็นวง

3. ไตรสารละลายจากบิวเรตจำนวน 23-27 มิลลิลิตรลงในขวดรูปกรวยจากข้อ 2 เติมเศษกระเบื้อง 3-5 ชิ้นเพื่อป้องกันการกระเด็นของสารละลาย ให้ความร้อนโดยให้สารละลายเดือดอย่างรวดเร็ว
4. ปล่อยให้สารละลายเดือดอย่างสม่ำเสมออีก 2 นาที เติมไมเนอร์ลออย (Mineral Oil) 3-5 หยดเพื่อป้องกันการเกิดฟองดำจำเป็น
5. เติมสารละลายเมทิลีนบลู 5 หยด สารละลายที่ได้ควรมีสีน้ำเงินอย่างเห็นได้ชัด ถ้าไม่เป็นสีน้ำเงินแสดงว่าสารละลายจากน้ำตาลที่ไซจากบิวเรตมากเกินไปให้ทิ้งสารนั้น แล้วเริ่มต้นทำข้อ 3 ใหม่
6. ถือบิวเรตที่มีกากน้ำตาลให้เหนือคอขวดรูปกรวย 2 เซนติเมตร ในขณะที่สารละลายสีน้ำเงินนั้นยังเดือดอยู่ เติมสารละลายจากน้ำตาลจากบิวเรต 2-3 หยดจนกระทั่งสีน้ำเงินจางหายไป โดยในขณะที่เติมสารละลายจากน้ำตาลต้องแกว่งขวดรูปกรวยเป็นวงตลอดเวลา และอย่าให้สารละลายหยุดเดือด  
การเติมสารละลายจากน้ำตาลควรทำให้เสร็จสิ้นภายในเวลา 1 นาทีหลังจากเติมสารละลายเมทิลีนบลู และสารละลายจากน้ำตาลที่เติมในครั้งหลังนี้ไม่ควรเกิน 1 มิลลิลิตร
7. บันทึกปริมาณสารละลายจากน้ำตาลที่ใช้

### 3.4 การหาปริมาณแคลเซียมในกากน้ำตาล

1. ชั่งสารตัวอย่าง 10 กรัมลงในภาชนะ
2. ถ่ายลงในบีกเกอร์ขนาด 400 มิลลิลิตร ทำปริมาตรให้ได้ประมาณ 140 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน
3. เติมกรดแอสติก 5 มิลลิลิตร และสารช่วยกรอง (ปิดด้วยกระดาษฟิลา)
4. นำไปวางบนเตาให้ความร้อนและปล่อยให้เดือดเบาๆ 3 ถึง 5 นาที
5. กรองผ่านกระดาษกรอง วอทแมนเบอร์ 1 ลงในบีกเกอร์ขนาด 400 มิลลิลิตร ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อน 3 ครั้ง
6. เติมแอมโมเนียมคลอไรด์ 0.5 กรัม และกรดแอสติก 1 มิลลิลิตร ในส่วนใส (Filtrate)
7. ปิดบีกเกอร์ด้วยกระดาษฟิลาแล้วนำไปต้มให้เดือดอีกครั้ง เติมสารละลายร้อนของแอมโมเนียมออกซาลेटอิมตัว 15 มิลลิลิตร คนให้เข้ากันและตั้งทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง หรือ 8 ชั่วโมง

8. กรองผ่านกระดาษกรองมันท์เทล (Munktell) เบอร์ 0 หรือกระดาษกรองที่มีรูพรุนขนาดกลาง<sup>23</sup> ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นร้อน 5 ครั้ง
9. เติมน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์อีกใบหนึ่ง และเติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1:1 ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ทำให้ร้อนจนอุณหภูมิประมาณ 90-95 องศาเซลเซียส
10. นำกระดาษกรองและตะกอนที่กรองได้ใส่ลงในบีกเกอร์นี้แล้วตีกระดาษกรองให้ยุบพร้อม กับไตเตรตทันทีด้วยสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต 0.02 โมลาร์ จนกระทั่งสารละลายในบีกเกอร์เป็นสีชมพูอ่อน บันทึกปริมาตรของสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย