บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีทดลอง

3.1 สารที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 "SILIPORE 30K" Zeolite molecular sieve ของบริษัท เอลฟ์ ออโตเคม จำกัด (รายละเอียดแสดงไว้ในภาคผนวก ง.)

3.1.2 Acetone จากบริษัท เชลล์ (ประเทศไทย) จำกัด

3.1.3 Thermocal G

3.1.4 Karl Fisher Reagent

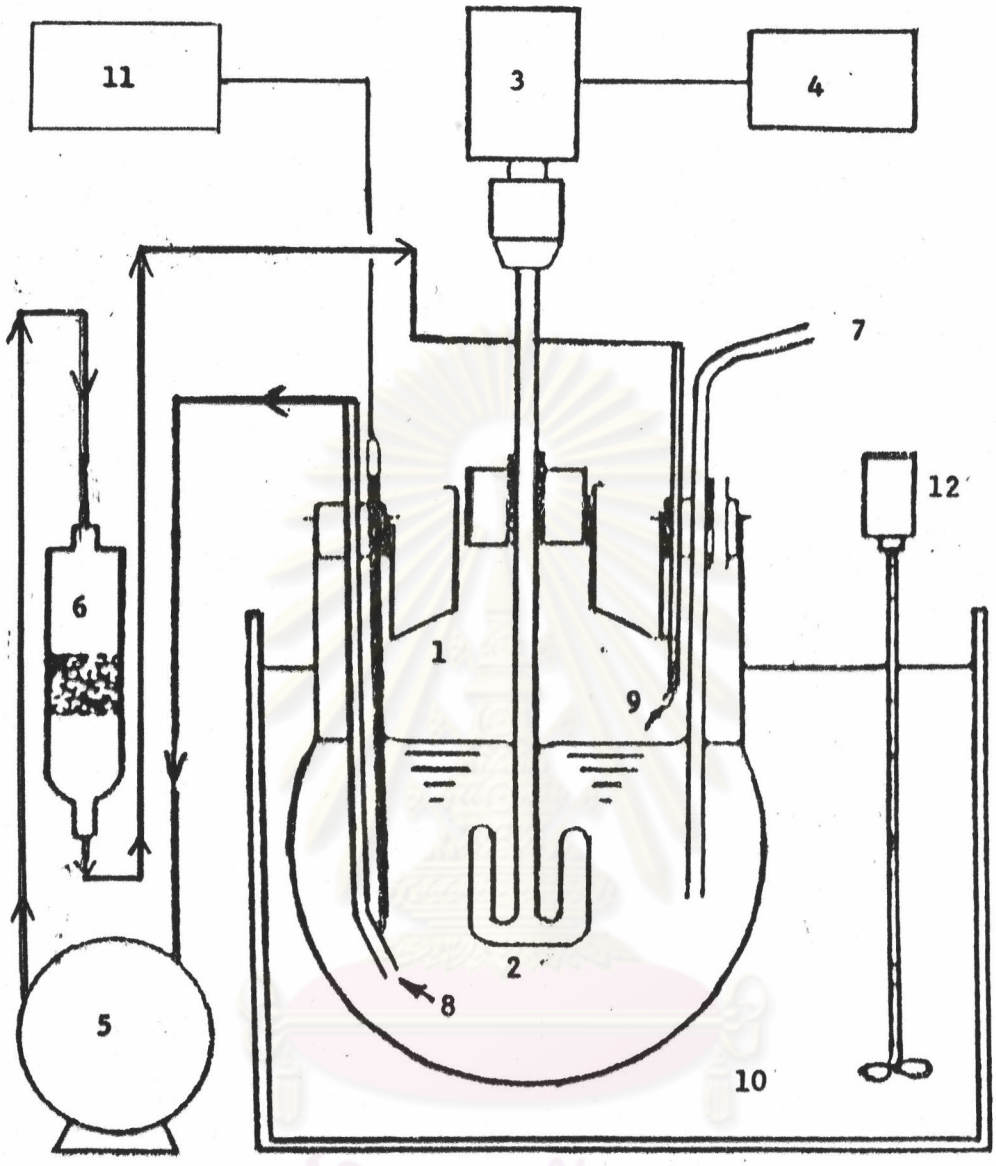
3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 หอดูดซับจำลองที่ใช้ในการบรรจุสารดูดซับโมเลกุลาร์ ซีฟ ชนิด สามเอ เป็นหอดูดซับแบบเบดนิ่ง 2 หอดูดซับ ดังนี้

3.2.1.1 หอดูดซับจำลองที่ทำการดูดซับในห้องปฏิบัติการ ดังแสดงไว้ในแบบแปลนการติดตั้งชุดเครื่องมือในรูปที่ 3.1 และรูปภาพการติดตั้งเครื่องมือในรูปที่ 3.2

หลักการทำงานของหอดูดซับจำลอง

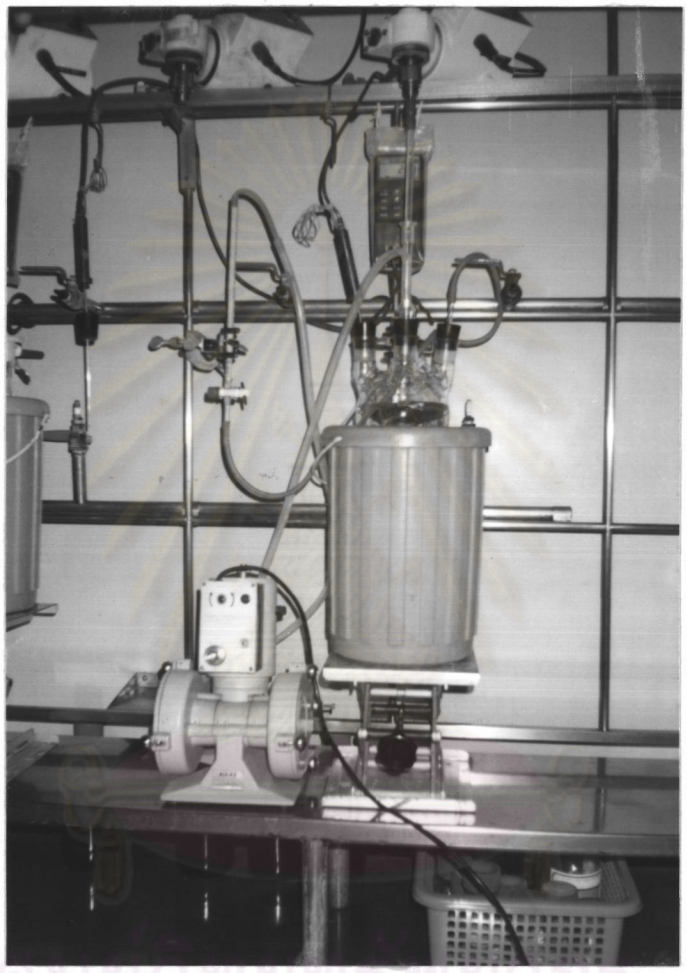
การติดตั้งจะต้องบรรจุสารดูดซับโมเลกุลาร์ ซีฟ ชนิด สามเอที่ทราบน้ำหนักที่แน่นอนแล้วลงในหอดูดซับ ต่อสายยางซิลิโคนเข้าทางด้านบนและทางด้านล่างเพื่อเป็นท่อลำเลียงอะซิโตนเข้าและออกจากหอดูดซับ บรรจุอะซิโตนที่ผ่านการตรวจสอบหาปริมาณความชื้นเริ่มต้นและความหนาแน่น แล้วลงในเครื่องปฏิกรณ์ติดตั้งใบกวน เทอร์โมมิเตอร์ ท่อลำเลียงสารเข้าและออกจากเครื่องปฏิกรณ์ ต่อเชื่อมระหว่างเครื่องปฏิกรณ์และหอดูดซับด้วยสายยางซิลิโคน โดยผ่านสายยางซิลิโคนในสายเส้นที่จะลำเลียงอะซิโตนออกจากเครื่องปฏิกรณ์และเข้าสู่หอดูดซับมา



รูปที่ 3.1 แบบแปลนการทดลองตามอุปกรณ์การทดลองที่ 3.2.1.1

1. เครื่องปฏิกรณ์
2. ใบกวน
3. มอเตอร์
4. เครื่องควบคุมการกวน
5. ปั๊ม
6. หอดูดซับจำลอง
7. ท่อเก็บตัวอย่างอะซิโตน
8. ท่อลำเลียงอะซิโตนออก
9. ท่อลำเลียงอะซิโตนเข้า
10. ภาชนะบรรจุสารให้อุณหภูมิ
11. เทอร์โมมิเตอร์
12. ใบกวนในภาชนะให้อุณหภูมิ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.2 แสดงการติดตั้งเครื่องมือเพื่อทำการทดลอง ตามอุปกรณ์การทดลอง ในข้อ 3.2.1.1 เพื่อหาไอโซเทอร์มการดูดซับความชื้นด้วยสารดูดซับซิรอไลท์ โมเลกุลาร์ ซีฟ ชนิดสามเอ ที่อุณหภูมิการทดลอง 5, 10, 20, 30 และ 40 องศาเซลเซียส

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ผ่านปั๊ม ติดตั้งอุปกรณ์ให้อุณหภูมิทางด้านล่างของเครื่องปฏิกรณ์ ดังนี้

- ที่อุณหภูมิการทดลอง 5,10 และ 20 องศาเซลเซียส ทำการให้ความเย็นด้วยสาร Thermocal G โดยปรับระยะภาชนะที่บรรจุจนกว่าอุณหภูมิของอะซิโตนจะได้ตามต้องการ
- ที่อุณหภูมิการทดลอง 30,40 องศาเซลเซียส ทำการให้ความร้อนด้วยอ่างน้ำร้อน โดยปรับระยะอ่างน้ำร้อนจนกว่าอุณหภูมิของอะซิโตนจะได้ตามต้องการ

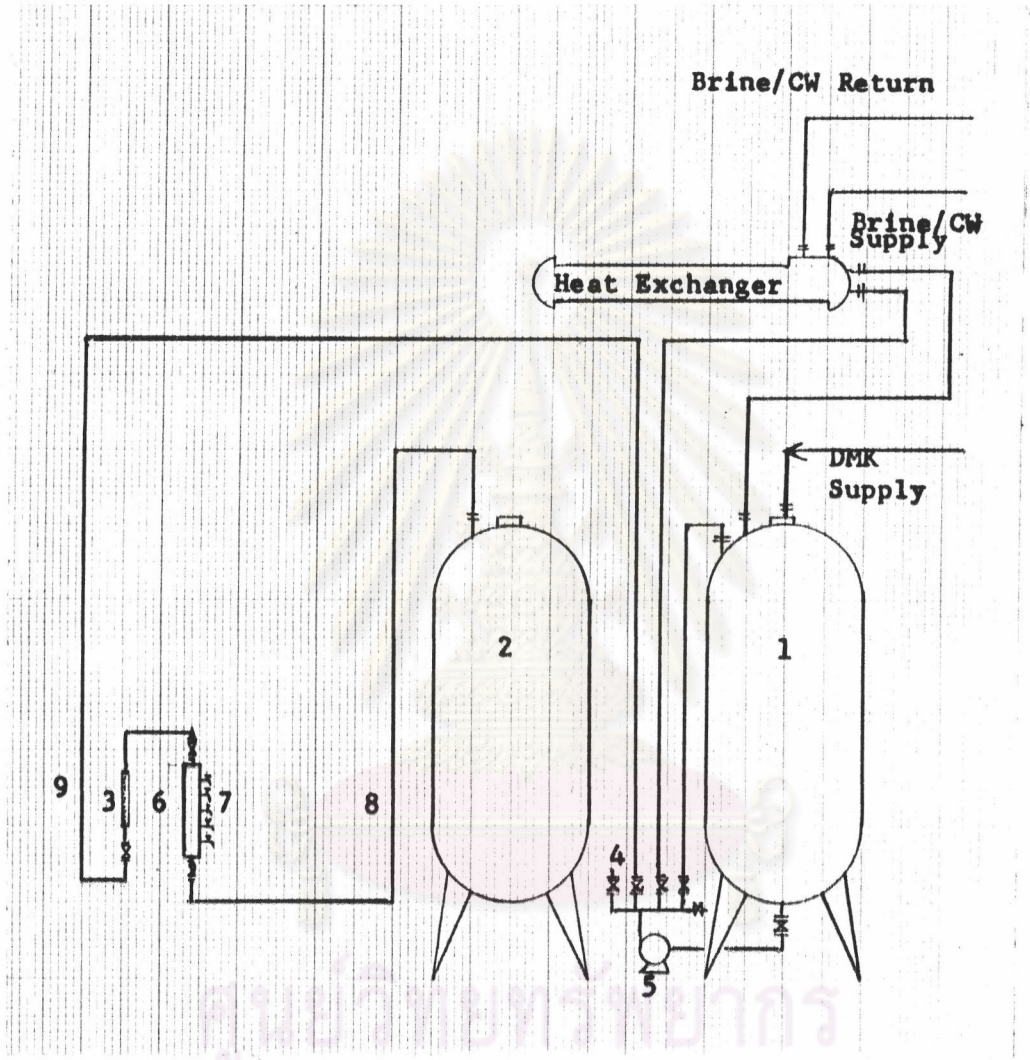
การทำงานเริ่มจากการเปิดปั๊มเพื่อนำอะซิโตนผ่านเข้าสู่หอดูดซับ และผ่านอะซิโตนออกจากหอดูดซับเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์อีกครั้งเพื่อทำการกวนผสม และปั๊มเข้าสู่หอดูดซับอีกครั้ง การดูดซับจะดำเนินไปอย่างต่อเนื่องจนกระทั่งปริมาณความชื้นในอะซิโตนคงที่ นั่นคือเกิดการดูดซับอย่างอิ่มตัวแล้วในหอดูดซับ จึงทำการเปลี่ยนสารดูดซับในหอดูดซับใหม่ และเตรียมอะซิโตนในเครื่องปฏิกรณ์ที่มีปริมาณความชื้นเริ่มต้นต่างไปจากครั้งแรก

หอดูดซับจำลอง เป็นหลอดแก้ว Pyrex ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 8 มิลลิเมตร ระยะการบรรจุสารดูดซับภายในหอดูดซับ 25 เซนติเมตร

เครื่องปฏิกรณ์ เป็นชุดเครื่องแก้ว Pyrex ขนาดความจุ 1 ลิตร ประกอบด้วยหัวต่อทางเข้าสามทาง

ท่อลำเลียงเป็นท่อลำเลียงซิลิโคนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 8 มิลลิเมตร คุณสมบัติทนสารเคมี เช่น อะซิโตน และทนความร้อนได้ไม่เกิน 60 องศาเซลเซียส

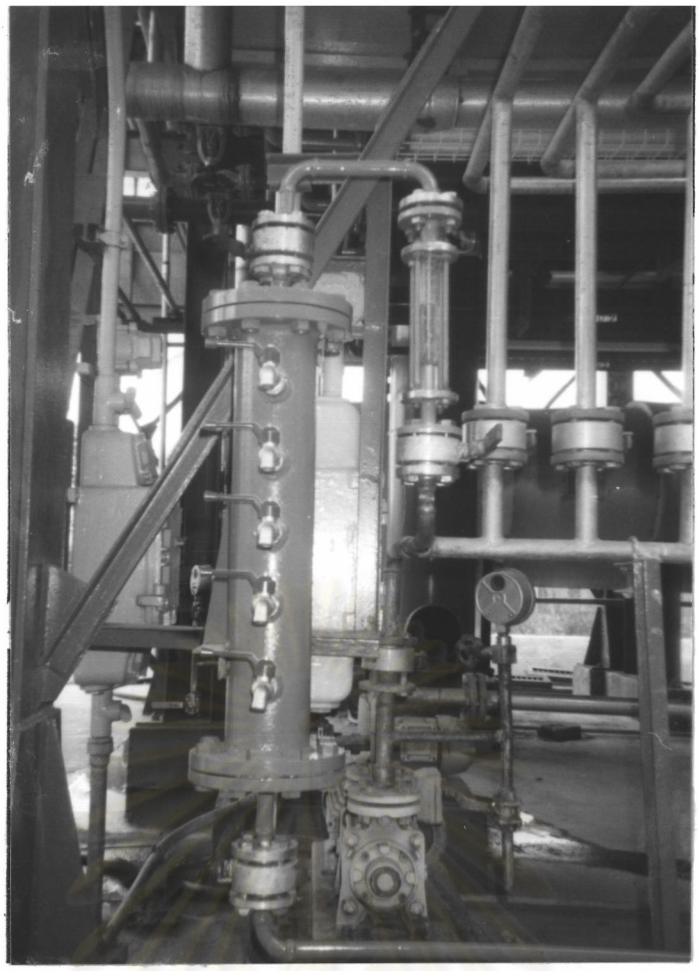
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



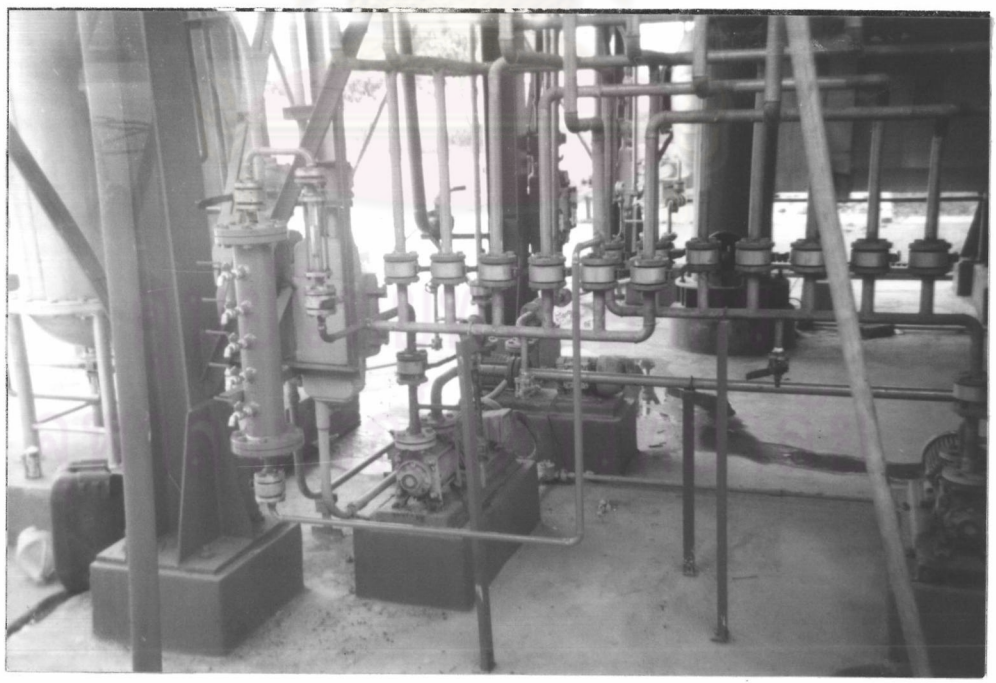
รูปที่ 3.3 แบบแปลนการทดลองตามอุปกรณ์การทดลองที่ 3.2.1.2

1. ถังเก็บอะซิโตนก่อนการดูดซับ
2. ถังเก็บอะซิโตนหลังการดูดซับ
3. มาตรวัดอัตราการป้อนอะซิโตน
4. วาล์วควบคุมการเข้า/ออกหอดูดซับ
5. ปั๊ม
6. หอดูดซับในสายการผลิต
7. วาล์วเก็บสารตัวอย่าง
8. ท่อลำเลียงอะซิโตนออก
9. ท่อนำอะซิโตนเข้า

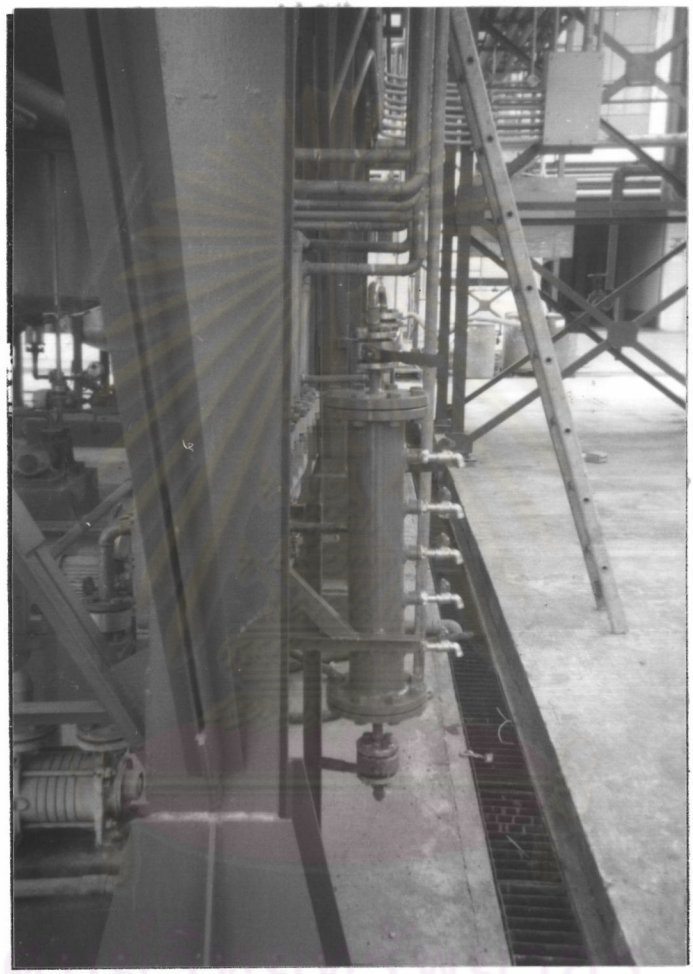
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.4 แสดงการติดตั้งเครื่องมือเพื่อทำการทดลอง ตามอุปกรณ์การทดลองในข้อ 3.2.1.2 (รูปถ่ายด้านหน้า)



รูปที่ 3.5 แสดงการติดตั้งเครื่องมือเพื่อทำการทดลอง ตามอุปกรณ์การทดลองในข้อ 3.2.1.2 (รูปถ่ายแสดงการลำเลียงอะซิโตนผ่านหอดูดซับ เข้าและออก)



รูปที่ 3.6 แสดงการติดตั้งเครื่องมือเพื่อทำการทดลอง ตามอุปกรณ์การทดลองในข้อ 3.2.1.2 (รูปถ่ายด้านข้าง)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2.1.2 หอดูดซับจำลองที่ทำการปฏิบัติการดูดซับในสายการผลิต เป็นชุดหอดูดซับที่ต่อเชื่อมกับสายการผลิต ดังแสดงแบบแปลนการติดตั้งชุดอุปกรณ์ ในรูปที่ 3.2 และรูปภาพการติดตั้งเครื่องมือในรูปที่ 3.4, 3.5 และ 3.6

หลักการทำงานของชุดอุปกรณ์

อะซิโตนจะถูกลำเลียงจากถังเก็บใหญ่ของทางโรงงานมาเติมลงในถังเก็บอะซิโตนที่จะใช้รองรับอะซิโตนเริ่มต้น ถังเก็บอะซิโตนเป็นถังสแตนเลส SUS 316 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 150 เซนติเมตร มีความจุ 5,000 ลิตร การทดลองจะปั๊มอะซิโตนในถังเก็บอะซิโตนผ่านเข้าสู่เครื่องแลกเปลี่ยนความร้อนเพื่อปรับอุณหภูมิของอะซิโตนก่อนทำการทดลอง อะซิโตนที่ผ่านเครื่องแลกเปลี่ยนความร้อนจะนำกลับเข้ามาสู่ถังเก็บอะซิโตนอีกครั้ง จนกว่าอุณหภูมิของอะซิโตนจะได้ 20 องศาเซลเซียส จึงทำการเก็บตัวอย่างอะซิโตนเพื่อตรวจหาปริมาณความชื้นเริ่มต้นและความหนาแน่น ขณะทำการเตรียมอุณหภูมิของอะซิโตน ทำการบรรจุสารดูดซับโมเลกุลาร์ ซีฟ ชนิดสามเอที่ทราบน้ำหนักที่แน่นอนแล้วลงในตะแกรงสแตนเลส บรรจุลงในหอดูดซับจำลอง ซึ่งเป็นหอดูดซับที่ทำจากสแตนเลส SUS 304 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 4 นิ้วและความสูง 60 เซนติเมตร มีระยะการเก็บตัวอย่าง 5 ระยะอยู่ห่างกัน 10 เซนติเมตร ก่อนการผ่านอะซิโตนเข้าสู่หอดูดซับทำการปรับมาตรวัดอัตราการป้อนอะซิโตนด้วยลมร้อนแห้งผ่านเข้าสู่หอดูดซับ แล้วผ่านอะซิโตนเข้าสู่หอดูดซับ เก็บตัวอย่างอะซิโตนตามระยะต่างๆ ตามเวลาที่กำหนด

3.3 <u>อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์</u>

3.3.1 เครื่องทดสอบหาปริมาณความชื้น ดังแสดงในรูปที่ 3.7 เป็นเครื่องมือทดสอบหาปริมาณความชื้นที่เรียกว่า Karl Fischer (KF Titrino 701)

หลักการทำงานของชุดเครื่องมือ

เครื่องทดสอบหาปริมาณความชื้นจะใช้เทคนิคการไตเตรทความชื้นกับสาร Karl Fisher Reagent โดยสาร Karl Fisher Reagent เป็นสารละลายของ SO_2 และ I_2 ใน Pyridine และ Methanol โดยปฏิกิริยาการหาความชื้นได้ใช้สมการของปฏิกิริยา Bunsen reaction ซึ่งเป็นปฏิกิริยาที่ใช้หาปริมาณ SO_2 ในสารละลายทั่วไป ดังสมการที่ 3.1

$$2H_2O + SO_2 + I_2 \text{ ------> } H_2SO_4 + H_2O \quad .....(3.1)$$

สำหรับความชื้นในอะซิโตน จะเตรียมอะซิโตนที่จะทำการทดสอบในสารละลายของเมทานอลและทำการไตเตรทกับ Karl Fisher Reagent ดังสมการต่อไปนี้

$$H_2O + Py.SO_2 + Py.I_2 + Py \text{ ----->} 2Py.HI + Py.SO_3 \quad .....(3.2)$$

$$CH_3OH + Py.SO_3 \text{ -----> } Py.HSO_4.CH_3 \quad .....(3.3)$$

สมการรวม

$$H_2O + Py.I_2 + Py + CH_3OH + Py.SO_2 \text{ --------> } Py.HSO_4.CH_3 + 2Py.HI \quad .....(3.4)$$

สัดส่วนโมลของ $H_2O : Py : I_2 : CH_3OH : SO_2 = 1:3:1:1:1$

ผลของการไตเตรทเทียบกับสัดส่วนโมล คำนวนหาปริมาณความชื้นได้

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 3.7 แสดงเครื่องมือ Karl Fischer (KF Titrino 701) เพื่อทำการทดสอบหาปริมาณความชื้น ตามอุปกรณ์การทดลองในข้อ 3.3

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.4 วิธีการทดลอง

3.4.1 การเตรียม

3.4.1.1 การเตรียมสารดูดซับรีมเลคูลาร์ ซีฟชนิดสามเอ

3.4.1.1.1 นำสารดูดซับรีมเลคูลาร์ ซีฟ ชนิดสามเอ (ของใหม่) อบแห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

3.4.1.1.2 สารดูดซับรีมเลคูลาร์ ซีฟ ชนิดสามเอที่ผ่านการทดลองแล้ว นำไปไว้ในตู้ดูดความชื้นเพื่อไล่ไออะซิโตนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำไปอบแห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 6 ชั่วโมง

3.4.1.1.3 สารดูดซับที่ผ่านการอบแห้งแล้ว นำมาเก็บไว้ในตู้สูญญากาศเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ก่อนนำไปใช้ทดลอง

3.4.1.2 การเตรียมอะซิโตน

3.4.1.2.1 อะซิโตน (ของใหม่) ทำการเก็บตัวอย่างตรวจสอบหาปริมาณความชื้นและความหนาแน่นก่อนนำไปทำการทดลอง

3.4.1.2.2 อะซิโตนที่ผ่านการดูดซับความชื้นจากการทดลอง นำมาผสมรวมกัน ทำการตรวจสอบหาปริมาณความชื้นและความหนาแน่น ก่อนนำไปทดลอง

3.4.1.2.3 การเปลี่ยนค่าปริมาณความชื้นเริ่มต้น ทำการเติมน้ำกลั่น บันทึกปริมาตรน้ำกลั่นที่เติม ทำการกวนผสมและนำไปตรวจหาปริมาณความชื้นเริ่มต้นและ ความหนาแน่นก่อนนำไปทำการทดลอง

3.4.2 การทดลองเพื่อหาสมดุลการดูดซับความชื้นจากอะซิโตน

3.4.2.1 บรรจุสารดูดซับที่ชั่งหาน้ำหนักที่แน่นอนแล้วประมาณ 5 กรัม ลงในหอดูดซับจำลองผ่านกรวยกระดาษกรองแห้ง

3.4.2.2 ติดตั้งหอดูดซับจำลองกับขาตั้งต่อท่อลำเลียงอะซิโตนเข้าจากทางด้านบนหอดูดซับและท่อลำเลียงอะซิโตนออกจากทางด้านล่างหอดูดซับ ดัง

รูปที่ 3.1

3.4.2.3 ติดตั้งปั๊มเข้ากับชุดเครื่องปฏิกรณ์และชุดหอดูดซับ โดยการผ่านท่อลำเลียงอะซิโตนเข้าสู่ปั๊ม

3.4.2.4 ติดตั้งเครื่องปฏิกรณ์พร้อมชุดใบกวน เทอร์โมมิเตอร์ ท่อลำเลียงอะซิโตนเข้าและออกเครื่องปฏิกรณ์

3.4.2.5 นำอะซิโตนที่ผ่านการตรวจสอบหาปริมาณความชื้น ปริมาตร 520 มิลลิลิตร เติมลงในเครื่องปฏิกรณ์ เปิดใบกวนผสม

3.4.2.6 เตรียมชุดปรับเปลี่ยนอุณหภูมิ โดย

3.4.2.6.1 การทดลองที่อุณหภูมิ 5, 10 และ 20 องศาเซลเซียส ให้ใช้การปรับระยะของภาชนะบรรจุ Thermocal G เพื่อให้ความเย็น จนอุณหภูมิของอะซิโตนในเครื่องปฏิกรณ์ลดลงตามต้องการ

3.4.2.6.2 การทดลองที่อุณหภูมิ 30, 40 องศาเซลเซียส ให้ใช้การปรับระยะอ่างน้ำร้อน เพื่อให้ความร้อน จนอุณหภูมิของอะซิโตนในเครื่องปฏิกรณ์เพิ่มขึ้นตามต้องการ

3.4.2.7 เมื่ออะซิโตนได้อุณหภูมิตามต้องการแล้ว เก็บตัวอย่างอะซิโตนประมาณ 20 มิลลิลิตร เพื่อตรวจหาปริมาณความชื้นเริ่มต้นและทำการวัดความหนาแน่นของอะซิโตนในเครื่องปฏิกรณ์ ทำการปั๊มอะซิโตนผ่านหอดูดซับ และนำกลับอะซิโตนที่ผ่านหอดูดซับแล้วเข้าสู่การกวนผสมในเครื่องปฏิกรณ์อีกครั้ง เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วจึงทำการเก็บตัวอย่างอะซิโตนเพื่อตรวจสอบหาปริมาณความชื้น

3.4.2.8 ทำการผ่านอะซิโตนต่อไปอีกอย่างต่อเนื่อง และเก็บตัวอย่างตรวจหาปริมาณความชื้นทุกๆ 5 นาที จนกว่าปริมาณความชื้นจะคงที่

3.4.2.9 เมื่อปริมาณความชื้นคงที่แล้ว ให้ทำการทดลองใหม่อีกครั้งที่สภาวะเดียวกัน นำค่าปริมาณความชื้นที่คงที่ที่ได้มาเปรียบเทียบกับผลการทดลองครั้งแรก ถ้าแตกต่างกันเกินกว่าร้อยละ 5 ให้ทำการทดลองยืนยันอีกครั้ง

3.4.2.10 เตรียมการทดลองชุดใหม่โดยการเพิ่มปริมาณความชื้นเริ่มต้นใหม่ และทำการทดลองที่ความชื้นเริ่มต้นใหม่อีก 9 ค่าได้ 9 ชุดการทดลอง

ที่อุณหภูมิเดียวกัน โดยปริมาณความชื้นครั้งสุดท้าย ไม่เกินร้อยละ 0.4 เมื่อทำการทดลองครบทั้ง 10 ชุดการทดลองแล้ว ให้เปลี่ยนอุณหภูมิการทดลองจาก 5 องศาเซลเซียสเป็น 10, 20, 30 และ 40 องศาเซลเซียส

3.4.2.11 นำข้อมูลการทดลองมาสร้างกราฟหาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณความชื้นที่คงที่กับปริมาณการดูดซับในแต่ละอุณหภูมิที่คงที่

3.4.3 การทดลองเพื่อหาความยาวของเขตของการถ่ายเทมวลสารในหอดูดซับที่ปฏิบัติการในสายการผลิต เมื่อกำหนดให้แปรเปลี่ยนอัตราการป้อนอะซิโตนจาก 5, 10, 15 และ 20 ลิตรต่อนาที

3.4.3.1 บรรจุสารดูดซับโมเลกุลาร์ ซีฟ ชนิดสามเอ ที่ชั่งน้ำหนักแล้วประมาณ 650 กรัม ต่อระยะความสูง 10 เซนติเมตร ลงในตะแกรงสแตนเลสทรงกระบอก บันทึกน้ำหนักที่แท้จริงก่อนนำไปบรรจุลงในหอดูดซับจำลอง

3.4.3.2 ปิดหน้าแปลนด้านบนของหอดูดซับจำลอง ทำการเป่าลมแห้งร้อนเข้าสู่มาตรวัดอัตราการป้อน เพื่อปรับแต่งระยะของวาล์วหาตำแหน่งที่อัตราการป้อนตามต้องการ และตรวจหารอยรั่วในหอดูดซับจำลอง

3.4.3.3 เตรียมอะซิโตนเข้าสู่ถังเก็บอะซิโตน ปริมาตร 4,200 ลิตร ปั๊มผ่านอะซิโตนเข้าสู่เครื่องแลกเปลี่ยนความร้อน แล้วนำอะซิโตนที่ผ่านเครื่องแลกเปลี่ยนความร้อนแล้วกลับเข้าผสมกับอะซิโตนในถังเก็บอะซิโตน

3.4.3.4 เก็บตัวอย่างอะซิโตน ตรวจวัดอุณหภูมิที่ 20 องศาเซลเซียส ตรวจสอบหาปริมาณความชื้นเริ่มต้นและความหนาแน่น

3.4.3.5 ปั๊มอะซิโตนผ่านหอดูดซับจำลอง ทำการเก็บตัวอย่างอะซิโตนตามระยะต่างๆ ที่ 10, 20, 30, 40 และ 50 เซนติเมตรทุกๆ 5 นาที เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สำหรับอะซิโตนที่ผ่านหอดูดซับให้นำไปเก็บในถังเก็บอะซิโตนอีกถังหนึ่ง

3.4.3.6 ทำการทดลองที่สภาวะเดิมอีกครั้ง นำผลการทดลองมาเปรียบเทียบกับครั้งแรก ถ้าผลการทดลองแตกต่างกันเกินกว่า

ร้อยละ 5 ให้ทำการทดลองยืนยันอีกครั้ง

3.4.3.7 ทำการทดลองชุดใหม่ โดยการแปรค่าอัตราการป้อนอะซิโตนเข้าสู่หอดูดซับจาก 5, 10, 15 และ 20 ลิตรต่อนาที

3.4.3.8 สร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณความชื้นที่ระยะต่างๆกับเวลาที่เปลี่ยนไปของแต่ละอัตราการป้อน

3.4.3.9 จากกราฟความสัมพันธ์และข้อมูลการทดลอง นำมาคำนวณหาเวลาของเขตของการถ่ายเทมวลสาร, ความยาวของเขตของการถ่ายเทมวลสารในหอดูดซับ, ความเร็วของเขตของการถ่ายเทมวลสารและสัมประสิทธิ์ของการถ่ายเทมวลสารรวมของแต่ละอัตราการป้อนที่ทำการทดลอง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย