

บทที่ 2

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

1. สารเคมี

- 1.1 เมทานอล (AR grade)
- 1.2 โทลูอิน (AR grade)
- 1.3 เบนซีน (AR grade)
- 1.4 เมทิล เอทิล คีโตน (AR grade)
- 1.5 อะซีโตน (AR grade)
- 1.6 ไอโซโพรพิล แอลกอฮอล์ (AR grade)
- 1.7 แอมโมเนีย (AR grade)
- 1.8 โซเดียมไฮโปคลอไรท์ (AR grade)
- 1.9 แมงกานีสซัลเฟต (AR grade)
- 1.10 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (AR grade)
- 1.11 ฟีนอล (AR grade)
- 1.12 แอมโมเนียมคลอไรด์ (AR grade)
- 1.13 กรดไฮโดรคลอริก (AR grade)

2. อุปกรณ์

- 2.1 ชุดการทดลองการระเหยของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายประกอบด้วย รางเปิด (open channel) จำลอง มีลักษณะเป็นรางยาวรูปทรงสี่เหลี่ยมผืนผ้า ขนาดยาว 20 m สูง 7.5 cm กว้าง 22.5 cm มีถังรองรับน้ำจากรางขนาด 313 ลิตร 1 ถัง และชุดควบคุมอัตราการไหลของน้ำ 1 ชุด โดยระบบทั้งหมดเป็นระบบปิดยกเว้นในราง
- 2.2 แก๊สโครมาโทกราฟี (Hewlett Packard, Model 5790A) ประกอบด้วยเครื่องตรวจหา (detector) เป็นชนิด FID และแพ็คเกจลิ้น 6 ft บรรจุด้วย OV-101
- 2.3 UV-Vis Spectrophotometer HP8453 ที่ความยาวคลื่น 630 nm
- 2.4 พาราฟิล์ม (American Nation)
- 2.5 เครื่องชั่งละเอียด

2.6 เทอร์โมมิเตอร์

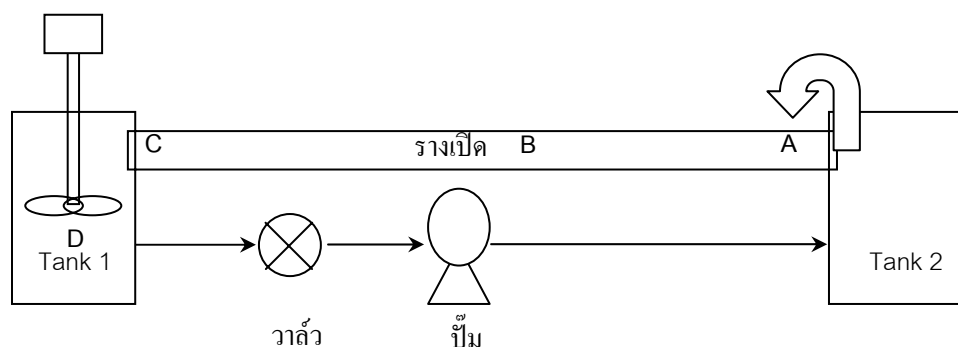
2.7 ไมโครปีเปต

2.8 ตู้อบ

2.9 เครื่องแก้ว

3. วิธีการทดลอง

การศึกษาสัมประสิทธิ์การถ่ายโอนมวลในการระเหยของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายจากรางเปิด ทำโดยการศึกษาการระเหยของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่าย ในชุดการทดลองการระเหยดังภาพประกอบ 4 ซึ่งประกอบด้วยอุปกรณ์หลัก คือ รางเปิดรูปทรงสี่เหลี่ยมผืนผ้า ถังรองรับ (Tank 1) วาล์วควบคุมอัตราการไหลเป็นชนิด ball valve ปุ่ม และถังพัก (Tank 2) โดยในถังรองรับมีการติดตั้งใบกวนเพื่อช่วยให้มีการผสมของ VOCs ived ด้วย



ภาพประกอบ 4 แสดงชุดการทดลองเพื่อศึกษาผลของความเร็วในการไหลของชั้นน้ำต่อการระเหยของ VOCs

3.1 การเตรียมสารละลาย

3.1.1 นำสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่าย (VOCs) ที่ต้องการศึกษามาละลายน้ำให้มีความเข้มข้นตามที่ต้องการ ซึ่งน้ำที่ใช้เป็นน้ำประปาและผ่านการกรองด้วย activated carbon 0.3 ไมครอนเพื่อกรองตะกอนและสิ่งเจือปนในน้ำออกไป ไม่ให้เป็นอุปสรรคในขั้นตอนการวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี และเครื่อง UV-Vis Spectrophotometer น้ำที่ผ่านการกรองปริมาตร 140 ลิตรและกวนผสมจนเป็นสารละลายเนื้อเดียวกัน เนื่องจากการทดลองในระยะแรกใช้น้ำในการทดลองปริมาตร 140 ลิตร แต่ในภายหลังพบว่าน้ำปริมาตร 140 ลิตร ไม่เพียงพอในการใช้หมุนเวียนสารละลายเมื่อทำการทดลองที่ความเร็วในการไหลเป็นแบบปั่นป่วน

ดังนั้นจึงทำการเพิ่มปริมาตรน้ำเป็น 200 ลิตร ส่วนความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้ยังคงเดิม

3.1.2 เนื่องจากใน tank 1 ไม่มีขีดบอกปริมาตรที่แท้จริง และวัสดุที่ใช้ทำ tank 1 เป็นเหล็กบาง เมื่อทำการเติมสารละลายลงไปพบว่า tank 1 มีการป่องออกซึ่งอาจทำให้ปริมาตรเปลี่ยนแปลงไปจากความจริงได้ จึงทำการเตรียมสารละลายในถังพลาสติกที่มีขีดบอกปริมาตรที่ชัดเจน จากนั้นปั๊มสารละลายเข้าสู่ tank 1

3.2 ลักษณะ การไหลของสารละลายในการทดลอง

ทิศทางการไหลเริ่มจากใน tank 1 การควบคุมอัตราการไหลทำได้โดยการปล่อยให้สารละลายไหลผ่านวาล์วควบคุมชนิด ball valve ซึ่งอัตราการไหลจะมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับระดับการเปิดและปิดของวาล์วควบคุมนี้ จากนั้นสารละลายจะไหลเข้าสู่ปั๊มเพื่อปั๊มน้ำสู่ tank 2 และถูกปล่อยสู่รางเปิดที่บริเวณจุด A สารละลายจะไหลไปตลอดความยาวของรางเปิดจนถึงจุด C และไหลลงสู่ tank 1 เพื่อเข้าสู่ขั้นตอนการหมุนเวียนสารละลายใหม่ในรอบต่อไป และเป็นเช่นนี้ตลอดการทดลอง ในการวัดอัตราการไหลในการทดลองนี้เป็นการวัดค่าการไหลเฉลี่ย ซึ่งทำได้โดยการวัดอัตราการไหลเทียบกับเวลาแล้วนำมาหาค่าเฉลี่ย เพื่อใช้เป็นตัวแทนของอัตราการไหลต่างๆ ที่ใช้ในการทดลอง และพบว่าอัตราการไหลมีความสัมพันธ์กับความลึกของน้ำตามตารางที่ 1

ตาราง 1 แสดงสถานะการทดลองที่มีความสัมพันธ์ระหว่างความลึกของน้ำและความเร็วเฉลี่ยในการไหลของน้ำ

ระดับความลึกของน้ำที่ไหลในรางเปิด (m)	ความเร็วในการไหลเฉลี่ย (m/s)	Reynold number	ปริมาตรรวมของน้ำที่ใช้ในการทดลอง (L)
0.005	12.2	569	140
0.007	13.0	837	140
0.01	13.6	1220	140
0.012	14.1	1490	140
0.015	14.8	1911	140
0.02	15.0	2730	140
0.025	15.3	3072	200
0.027	16.6	3531	200
0.03	18.4	4270	200
0.032	18.8	4600	200
0.035	19.4	5084	200

3.3 วิธีการเก็บตัวอย่าง

3.3.1 ในระหว่างการทดลองจะเก็บตัวอย่างสารละลาย 4 ตำแหน่ง คือ ตำแหน่งตอนต้น ราง กลางราง ปลายราง และใน tank 1 ดังแสดงด้วย A B C และ D ดังภาพประกอบ 4

3.3.2 นำตัวอย่างที่ได้บรรจุในขวดเก็บตัวอย่าง

3.3.3 ปิดด้วยพาราฟิล์มและปิดฝาขวดให้สนิท

3.3.4 นำตัวอย่างที่ได้เก็บในตู้เย็น

3.3.5 วิเคราะห์หาความเข้มข้น

3.4 การวิเคราะห์หาความเข้มข้นของตัวอย่าง

3.4.1 การเตรียม calibration curve เพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของ VOCs ต่างๆ ยกเว้น แอมโมเนีย ทำโดยใช้แก๊สโครมาโทกราฟี โดยสถานะสำหรับการวิเคราะห์ คือ อุณหภูมิของ detector เท่ากับ 300 องศาเซลเซียส อุณหภูมิของ oven เท่ากับ 80 องศาเซลเซียส อุณหภูมิของ injector เท่ากับ 250 องศาเซลเซียส และอัตราการไหลของ carrier gas เท่ากับ 20 ml/min โดยมีการเตรียม calibration curve ดังนี้

3.4.1.1 เจือจางสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายด้วยน้ำให้มีความเข้มข้นตามที่ต้องการ

3.4.1.2 นำสารละลายเจือจางของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายตามข้อ 1 ผสมกับสารอ้างอิงมาตรฐานในขวดเก็บตัวอย่างเขย่าให้เข้ากัน

3.4.1.3 นำสารละลายไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

3.4.1.4 เขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารกับอัตราส่วนของพื้นที่พีคของสารที่ต้องการต่อพื้นที่พีคของสารอ้างอิงมาตรฐาน

3.4.2 การหาความเข้มข้นของ VOCs ในตัวอย่าง ยกเว้นแอมโมเนีย

3.4.2.1 นำตัวอย่างที่เก็บที่เวลาต่างๆ มาผสมกับสารอ้างอิงมาตรฐานเขย่าให้เข้ากัน

3.4.2.2 นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีที่สถานะเดียวกับการเตรียม calibration curve

3.4.2.3 คำนวณอัตราส่วนของพื้นที่พีคของสารละลายที่ต้องการต่อพื้นที่พีคของสารอ้างอิงมาตรฐานและนำไปหาความเข้มข้นของสารนั้นเทียบกับ calibration curve

- 3.4.3 การวิเคราะห์หาความเข้มข้นของแอมโมเนียโดยใช้ UV-Vis spectrophotometer HP8453 ความยาวคลื่น 630 nm ร่วมกับ Phenate Method โดยมีขั้นตอนการเตรียมสารละลายเพื่อใช้ใน Phenate Method ดังนี้
- 3.4.3.1 Ammonia - free water คือ น้ำที่ปราศจากแอมโมเนีย ใช้ในการเตรียมสารละลายต่างๆ ที่ใช้ใน Phenate Method
- 3.4.3.2 Hypochlorous acid reagent : โดยละลาย 10 ml 5 % NaOCl ในน้ำ จำนวน 40 ml และปรับ pH ให้อยู่ในช่วง 6.5-7 โดยใช้กรด HCl (เตรียมทุกๆ อาทิตย์)
- 3.4.3.3 Manganese sulfate solution 0.006 N : ละลาย 50 mg $MnSO_4 \cdot H_2O$ ในน้ำ จำนวน 100 ml
- 3.4.3.4 Phenate reagent : ละลาย 2.5 g ของ NaOH และ 10 g C_6H_5OH ในน้ำจำนวน 100 ml (เนื่องจากสารละลายนี้จะมีสีดำจึงต้องเตรียมทุกๆ อาทิตย์)
- 3.4.3.5 Stock ammonium solution : ละลาย 381.9 mg anhydrous NH_4Cl หลังจากทีอบไว้ที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส ในน้ำและเจือจางให้ได้ 1 l (1 ml stock solution = 122 $\mu g NH_3$)
- 3.4.3.6 Standard ammonia solution : เจือจาง 5 ml stock ammonium solution ให้ได้ 1 l (1 ml standard solution = 0.607 g NH_3)
- 3.4.4 การหาความเข้มข้นของแอมโมเนียในตัวอย่าง
- 3.4.4.1 นำสารละลายตัวอย่าง 10 ml ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 10 ml และใส่ magnetic bar เพื่อช่วยในการกวน
- 3.4.4.2 นำบีกเกอร์ไปวางบน stirrer
- 3.4.4.3 ปิเปต 0.05 ml Manganese sulfate solution , 0.5 ml Hydrochlorous acid reagent และ 0.4 ml Phenate reagent อย่างทันทีทันใด
- 3.4.4.4 กวนสารละลายให้เข้ากันด้วย magnetic bar รอจนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีเป็นสีเขียวน้ำตาล
- 3.4.4.5 นำไปหาความเข้มข้นของสารละลายโดยใช้ Spectrophotometer
- 3.4.4.6 ทำ blank ตามข้อ 1-5 ด้วยน้ำที่ปราศจากแอมโมเนีย
- 3.5 การทดลองเพื่อศึกษาผลของความเร็วในการไหลต่อค่า k_{La} และ k_{Ga}
- 3.5.1 ผลของความเร็วในการไหลต่อค่า k_{La}
- 3.5.1.1 เตรียมสารละลายโกลูอินให้มีความเข้มข้นประมาณ 250 mg/l
- 3.5.1.2 ป้อนสารละลายเข้าสู่ tank 1 ควบคุมให้ความเร็วของน้ำเท่ากับ 12.2 cm/s

- 3.5.1.3 เก็บตัวอย่างของสารละลายตอนเริ่มต้นการทดลองและที่เวลาต่างๆ
- 3.5.1.4 วิเคราะห์หาความเข้มข้นของโทลูอินที่เวลาต่างๆ เพื่อหา k_{La} ตามสมการ (1.15) และสมการ (1.17)
- 3.5.1.5 ทำการทดลองซ้ำด้วยรายละเอียดข้างต้น แต่เปลี่ยนความเร็วของน้ำเป็น 13.0, 13.6, 14.1, 14.8, 16.4, 15.3, 16.6, 18.4, 18.8, 19.4 cm/s ตามลำดับ
- 3.5.2 ผลของความเร็วในการไหลต่อค่า k_{Ga}
ทำการทดลองเช่นเดียวกับการศึกษาผลของความเร็วของน้ำต่อค่า k_{La} แต่ใช้เมทานอล และใช้ความเข้มข้นเริ่มต้นที่ประมาณ 1000 mg/l แทนการใช้โทลูอินและหา ค่า k_{Ga} จากสมการ (1.15) และสมการ (1.18)
- 3.6 พัฒนาสมการเอ็มพีริคัลของ k_L และ k_G
 - 3.6.1 วิเคราะห์ความสัมพันธ์ระหว่าง k_{La} และ k_{Ga} กับความเร็วในช่วงที่ศึกษา
 - 3.6.2 ปรับความสัมพันธ์ที่ได้ให้สามารถใช้สำหรับ VOCs ทั่วไป โดยใช้ โทลูอินและเมทานอล เป็นสารอ้างอิงสำหรับสมการเอ็มพีริคัลของ k_{La} และ k_{Ga} ตามลำดับ และใช้คุณสมบัติการแพร่ของสารเป็นค่าปรับแก้เพื่อให้สมการที่ได้สามารถใช้ได้กับ VOCs ทั่วไป
- 3.7 ตรวจสอบความถูกต้องของสมการเอ็มพีริคัลที่พัฒนาขึ้น
 - 3.7.1 โดยทำนาย K_{OLa} ของ VOCs อื่นๆ 4 ชนิด คือ อะซีโตน เบนซีน MEK และแอมโมเนีย ด้วยสมการเอ็มพีริคัลของ k_{La} และ k_{Ga} ร่วมกับทฤษฎีสองฟิล์ม และเปรียบเทียบค่าดังกล่าวกับค่าที่วัดได้โดยตรงจากการทดลอง
 - 3.7.2 ทำการเปรียบเทียบค่า K_{OLa} ที่ได้จากการทดลองกับ K_{OLa} ที่ทำนายจากสมการเอ็มพีริคัลจากระบบอื่นที่มีความใกล้เคียงกับการทดลองนั้นคือ ในรางเปิดหรือมีการไหลและเป็นระบบเปิดสู่บรรยากาศ