

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการวิจัย

สารเคมี อุปกรณ์ วิธีการทดลอง วิธีการออกแบบการทดลอง วิธีการเก็บตัวอย่าง วิธีการวิเคราะห์ตัวอย่าง และแผนการดำเนินการทดลอง ในการศึกษากระบวนการชะละลายแคลเซียมออกจากซีตะกรันในถังปฏิกรณ์แบบกะ และขั้นตอนการศึกษาการกำจัดก๊าซ CO₂ ในคอลัมน์บรรจุ ซึ่งเป็นขั้นตอนหลักในงานวิจัยมีรายละเอียดดังนี้

3.1 สารเคมี อุปกรณ์ และวิธีการทดลองสำหรับการศึกษากระบวนการชะละลายแคลเซียมออกจากซีตะกรันในถังปฏิกรณ์แบบกะ

3.1.1 วัสดุ

ซีตะกรัน (Slag) จากเตาอาร์คไฟฟ้า มีลักษณะเป็นของแข็งสีเทา ไม่มีกลิ่นเหม็น ดังแสดงในภาพประกอบที่ 3.1 ของบริษัทสยามสตีลซินดิเกต จำกัด ตั้งอยู่บนถนนท้ายบ้าน ตำบลท้ายบ้าน อำเภอเมือง จังหวัดสมุทรปราการ



ภาพประกอบที่ 3-1 ลักษณะทางกายภาพของซีตะกรันที่ได้จากเตาอาร์คไฟฟ้า (EAF)

3.1.2 สารเคมี

- กรดอะซิติก (CH_3COOH ร้อยละ 99 โดยปริมาตร) จากบริษัท Merck เกรดการวิเคราะห์
- น้ำปราศจากไอออน (Deionized Water)

3.1.3 สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Adsorption Spectrometer, AAS)

- แลนทานัม (La_2O_3) จากบริษัท Lab scan เกรดการวิเคราะห์
- น้ำปราศจากไอออน (Deionized Water)

3.1.4 สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์สภาพต่างด้วยวิธีการไทเทรต

- กรดซัลฟิวริก จากบริษัท Lab scan เกรดการวิเคราะห์
- สารละลายฟีนอล์ฟทาลีน อินดิเคเตอร์
- สารละลายเมทิลออเรนจ์ อินดิเคเตอร์

3.1.5 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- เครื่องบดย่อยแบบจาว (Jaw Crusher) ใช้สำหรับการบดหยาบจีตะกวน
- ลักษณะดังแสดงในภาพประกอบที่ 3-2



ภาพประกอบที่ 3-2 เครื่องบดย่อยแบบจาว (Jaw Crusher) ใช้สำหรับการบดหยาบจีตะกวน

- เครื่องบดย่อยแบบไจราทอรี (Gyratory Crusher) สำหรับบดละเอียดชิ้นตะกรัน
ลักษณะดังแสดงในภาพประกอบที่ 3-3

- เครื่องชั่ง
- เครื่องร่อนตะแกรงสำหรับคัดขนาดชิ้นตะกรัน ลักษณะดังแสดงใน
ภาพประกอบที่ 3-3



ภาพประกอบที่ 3-3 เครื่องบดย่อยแบบไจราทอรี (Gyratory Crusher)



ภาพประกอบที่ 3-4 เครื่องร่อนตะแกรงสำหรับคัดขนาดชิ้นตะกรัน

- ตู้อบ
- ชุดเครื่องกวน
- ถังปฏิกรณ์ทำจากแก้ว (ปิกเกอร์) ขนาด 2 ลิตร
- เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (Thermocouple)
- นาฬิกาจับเวลา
- โถดูดความชื้น (Desiccator)

3.1.6 อุปกรณ์ที่ใช้ในการเก็บตัวอย่าง

- ปีเปตขนาด 5 และ 10 มิลลิลิตร
- ขวดเก็บตัวอย่างขนาด 20 มิลลิลิตร
- เครื่องหมุนเหวี่ยง
- Syringe ขนาด 10 มิลลิลิตร
- Syringe Filter (ใช้เมมเบรนชนิด Polytetrafluoroethylene (PTFE) ขนาดรูพรุน 0.45 ไมโครเมตร)
- เครื่องกรองสุญญากาศ
- กระดาษกรอง
- นาฬิกาจับเวลา

3.1.7 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์

- pH meter
- บิวเรตขนาด 25 มิลลิลิตรและแท่นจับ 1 ชุด
- ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร
- หลอดหยด
- เครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) ใช้สำหรับวิเคราะห์ห่อหุ้มประกอบของจีตะก้น ลักษณะดังแสดงในภาพประกอบที่ 3-5
- เครื่อง X-ray Fluorescence Spectrometer (XRFS) ใช้สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณและองค์ประกอบในจีตะก้น ลักษณะดังแสดงในภาพประกอบที่ 3-6
- Micropipette ขนาด 10-100 ไมโครเมตร
- เครื่อง Atomic Adsorption Spectrometer (AAS) รุ่น Perkin Elmer model AA Analyst ใช้สำหรับวิเคราะห์ความเข้มข้นแคลเซียม แสดงดังภาพประกอบที่ 3-7



ภาพประกอบที่ 3-5 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray Diffractometer, XRD)

ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์



ภาพประกอบที่ 3-6 เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ (X-ray Fluorescence Spectrometer, XRF)

ที่มา: ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์



ภาพประกอบที่ 3-7 แสดงเครื่อง Atomic Adsorption Spectrometer (AAS) สำหรับใช้วิเคราะห์
ความเข้มข้นของแคลเซียม

3.1.8 วิธีการทดลองและการออกแบบการทดลอง

3.1.8.1 การชะละลายแคลเซียมไอออน

การศึกษาการชะละลายแคลเซียมไอออนออกจากจีตะกรันด้วยสารละลายกรดอะซิติกและน้ำปราศจากไอออน โดยสภาวะที่ใช้ในการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3-1

ตารางที่ 3-1 สภาวะการทดลองสำหรับศึกษากระบวนการชะละลายแคลเซียมออกจากจีตะกรัน โดยใช้น้ำปราศจากไอออนและสารละลายกรดอะซิติกมาเป็นตัวทำละลาย

การทดลอง	ความเข้มข้นของกรดอะซิติก (โมลต่อลิตร)	อัตราส่วน S:L (กรัมต่อกรัม)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	Response
1	2	8	40	ความ เข้มข้นของ แคลเซียม
2	2	8	60	
3	2	15	40	
4	2	15	60	
5	6	8	40	
6	6	8	60	
7	6	15	40	
8	6	15	60	
9	5	10	50	
10	5	10	50	
11	5	10	50	
12	8	10	50	
13	0	10	50	
14	5	20	50	
15	5	5	50	
16	5	10	70	
17	5	10	30	

3.1.8.2 วิธีการเตรียมวัตถุดิบ (Bonenfant *et al.*, 2008)

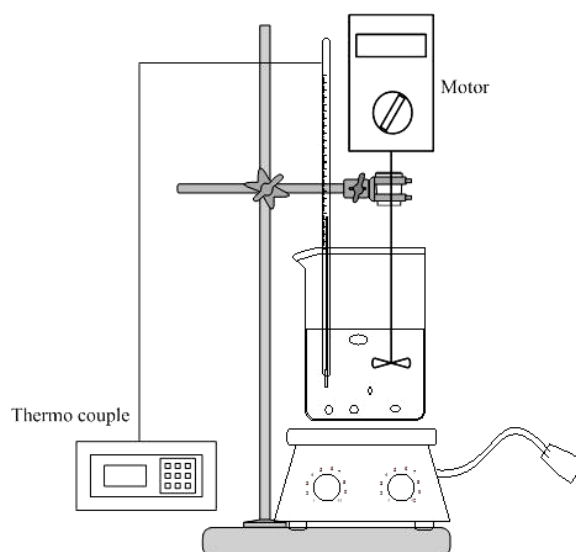
นำจีตะกฐันไปอบในตู้อบ (Oven) ที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปบดลดขนาดโดยใช้เครื่องบดย่อยแบบจอร์ (Jaw Crusher) ซึ่งเป็นการบดแบบหยาบ หลังจากนั้นทำการบดละเอียดด้วยเครื่องบดย่อยแบบไจราทอรี (Gyratory Crusher) นำไปคัดขนาดด้วยเครื่องร่อนตะแกรงให้ผ่านตะแกรงขนาดรูเปิด 44 ไมครอน และค้ำตะแกรงขนาดรูเปิด 37 ไมครอนและอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นเก็บจีตะกฐันไว้ในโถดูดความชื้น (Desiccator)

3.1.8.2 วิธีการวิเคราะห์คุณลักษณะของจีตะกฐัน

นำจีตะกฐันที่เตรียมตามข้อ 3.1.8.1 มาทำการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบของจีตะกฐันด้วยเครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray Diffractometer, XRD) และวิเคราะห์หาปริมาณและแร่องค์ประกอบอื่นๆ ในจีตะกฐันด้วยเครื่องเอ็กซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ (X-ray Fluorescence Spectrometer, XRFS)

3.1.8.3 วิธีการชะละลายแคลเซียมออกจากจีตะกฐันในถังปฏิกรณ์แบบกะ

การศึกษาระบวนการชะละลายแคลเซียมออกจากจีตะกฐันซึ่งดำเนินการในห้องปฏิบัติการโดยใช้ในถังปฏิกรณ์แบบกะ ประกอบด้วย บีกเกอร์ขนาด 2 ลิตร ที่ติดตั้งใบพัดกวน ชุดควบคุมความเร็วใบกวนและชุดควบคุมอุณหภูมิ ไดอะแกรมแสดงปฏิกรณ์และอุปกรณ์ประกอบแสดงในภาพประกอบที่ 3-8 และลักษณะของปฏิกรณ์แบบกะที่ใช้ในการศึกษาจริงดังแสดงในภาพประกอบที่ 3-9



ภาพประกอบที่ 3-8 ชุดอุปกรณ์การทดลองถึงปฏิกรณ์แบบกะสำหรับการชะละลาย



ภาพประกอบที่ 3-9 ชุดอุปกรณ์การทดลองสำหรับถังปฏิกรณ์แบบกะในห้องปฏิบัติการ

การศึกษากระบวนการชะละลายแคลเซียมออกจากซีตะกรันมีวิธีดำเนินการในแต่ละการทดลองดังต่อไปนี้

1. เตรียมสารละลายของกรดอะซิติก โดยทำการเจือจางกรดอะซิติกร้อยละ 99.7 โดยน้ำหนัก ด้วยน้ำปราศจากไอออน (Deionized Water) ให้มีความเข้มข้น 0 (น้ำปราศจากไอออนเพียงอย่างเดียว) 2 5 6 และ 8 โมลาร์ ตามลำดับ จากนั้นนำสารละลายกรดอะซิติกปริมาตร 1 ลิตร เติมลงในถังปฏิกรณ์พร้อมทั้งเก็บตัวอย่างสารละลายปริมาตร 10 มิลลิลิตร ที่เวลา $t = 0$ หลังจากนั้นเปิดเครื่องกวนโดยควบคุมความเร็วรอบที่ 300 รอบต่อนาที (Huijgen *et al.*, 2006) และเปิดเครื่องควบคุมอุณหภูมิ (Thermocouple) โดยควบคุมอุณหภูมิสารละลายที่ 30 40 50 60 และ 70 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

2. นำซีตะกรันที่เตรียมตามข้อ 3.1.9.1 ขนาด 45 ไมโครเมตรเติมลงในสารละลายกรดอะซิติกที่อัตราส่วนเชิงมวลระหว่างของแข็งต่อของเหลวเป็น 1:5 1:8 1:10 1:15 และ 1:20 กรัมของซีตะกรันต่อกรัมของสารละลาย ตามลำดับ กวนผสมตามเวลาที่กำหนด

3. ทำการเก็บตัวอย่างสารละลาย 10 มิลลิลิตร ที่เวลา 0 1 2 5 10 20 40 60 90 และ 120 นาที (Eloneva *et al.* 2008) หลังจากนั้นนำสารละลายมากรองเพื่อแยกตะกอน โดยตะกอนที่ผ่านการแยกจะถูกนำไปอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส แล้วทำการวิเคราะห์องค์ประกอบและวิเคราะห์หาปริมาณของซีตะกรันด้วยเครื่อง XRD และ XRFS ตามลำดับ ส่วนสารละลายที่ผ่านการกรองจะนำไปวัดค่าความเป็นกรดด่างด้วยเครื่องวัด pH วิเคราะห์หาสภาพด่าง (Alkalinity) ด้วยวิธีการไทเทรตและวิเคราะห์หาปริมาณ Ca^{2+} ด้วยเครื่อง AAS ตามลำดับ

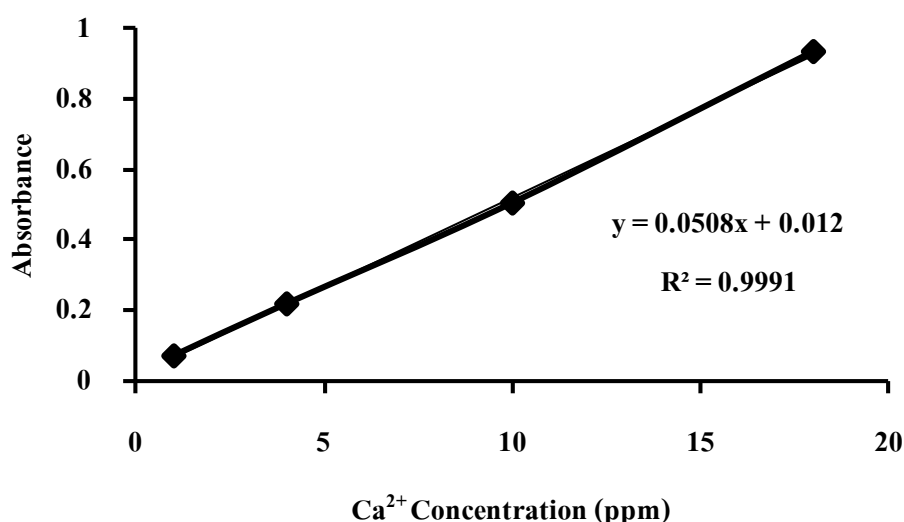
3.1.9 วิธีการเก็บและวิเคราะห์ตัวอย่างของเหลวในการศึกษาการดูดซึม CO_2 ด้วยสารละลายที่ได้จากการสกัดซีตะกรันของเหล็ก

3.1.9.1 วิธีการเก็บตัวอย่างของเหลว

เก็บตัวอย่างสารละลาย 50 มิลลิลิตร เพื่อนำไปวิเคราะห์หาค่าความเข้มข้นของแคลเซียมและค่าความเป็นด่างที่เวลาต่างๆ โดยเก็บตัวอย่างสารละลายก่อนป้อนเข้าสู่คอลัมน์ดูดซึมที่ $t = 0$ และที่ออกจากคอลัมน์ที่เวลาต่างๆ

3.1.9.2 การวิเคราะห์ตัวอย่างเพื่อหาความเข้มข้นของแคลเซียมในสารละลายดูดซึม (สมาคมวิศวกรสิ่งแวดล้อมแห่งประเทศไทย, 2540)

การวิเคราะห์ความเข้มข้นของแคลเซียมในตัวอย่างของสารละลายดูดซึมที่เวลาต่างๆ โดยมีการดึงตัวอย่างของสารละลายดูดซึมที่เวลาต่างๆเป็นปริมาตร 100 ไมโครลิตร โดยใช้ไมโครปิเปต บรรจุตัวอย่างลงขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิตร เติมสารละลายแลนทานัม 5 มิลลิตร แล้วเจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนได้ปริมาตรเท่ากับ 50 มิลลิตร จากนั้นนำไปวัดค่าความเข้มข้นของแคลเซียม (Ca^{2+}) โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Adsorption Spectrometer, AAS) ซึ่งมีกราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ความเข้มข้นแคลเซียม (Ca^{2+}) ดังภาพประกอบที่ 3-10



ภาพประกอบที่ 3-10 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ความเข้มข้นแคลเซียม (Ca^{2+}) โดยใช้เครื่อง AAS

3.1.9.3 การวิเคราะห์ตัวอย่างเพื่อหาค่าความเป็นด่าง (Alkalinity) ในสารละลายดูดซึม

การวิเคราะห์หาค่าความเป็นด่างของตัวอย่างของสารละลายดูดซึมที่เวลาต่างๆ โดยทำการดึงตัวอย่างของสารละลายดูดซึมที่เวลาต่างๆ ปริมาตร 10 มิลลิตร แล้วปรับปริมาตรตัวอย่างโดยการเจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนได้ปริมาตรเท่ากับ 50 มิลลิตร จากนั้นนำไปไทเทรตด้วยสารละลายกรดซัลฟูริก 0.01 โมลาร์ ซึ่งเริ่มจากการใช้สารละลายฟีนอล์ฟทาลีนเป็นตัวบอกรดสี โดยทำการไทเทรตด้วยสารละลายกรดซัลฟูริก สารละลายจะเปลี่ยนจากสีชมพูเป็นใสไม่

มีสี จากนั้นหยดสารละลายเมทิลโอเรนจ์แล้วไทเทรตด้วยสารละลายกรดซัลฟูริกสารละลายจะเปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นสีส้ม ดังแสดงในภาพประกอบที่ 3-11



ภาพประกอบที่ 3-11 สีของสารละลายก่อนและหลังการไทเทรต

3.2 สารเคมี อุปกรณ์ วิธีการทดลอง สำหรับการศึกษาหาสถานะที่เหมาะสมในการกำจัดก๊าซ CO_2 โดยใช้สารละลายแคลเซียมที่ได้จากกระบวนการชะละลายจี้ตะกอนในหอดูดซึมชนิดคอลัมน์บรรจุในระดับห้องปฏิบัติการ

3.2.1 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมก๊าซ CO_2

- ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ร้อยละ 99.5 โดยปริมาตร จากบริษัทไทยอินคัส เตรียลแก๊ส จำกัด (มหาชน)

- ก๊าซไนโตรเจนร้อยละ 99.99 โดยปริมาตร จากบริษัทไทยอินคัส เตรียลแก๊ส จำกัด (มหาชน)

3.2.2 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารดูดซึม

- กรดอะซิติก (CH_3COOH ร้อยละ 99 โดยปริมาตร) จากบริษัท Merck เกรดการวิเคราะห์

- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จากบริษัท Labscan เกรดการวิเคราะห์

- น้ำปราศจากไอออน (Deionized Water)

3.2.3 สารเคมีที่ใช้ในการเก็บตัวอย่าง

- เกลือแกง จากบริษัทปทุมทิพย์ เกรดการค้า
- น้ำปราศจากไอออน (Deionized Water)

3.2.4 สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียมด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Adsorption Spectrometer, AAS)

- แลนทานัม (La_2O_3) จากบริษัท Lab scan เกรดการวิเคราะห์
- น้ำปราศจากไอออน (Deionized Water)

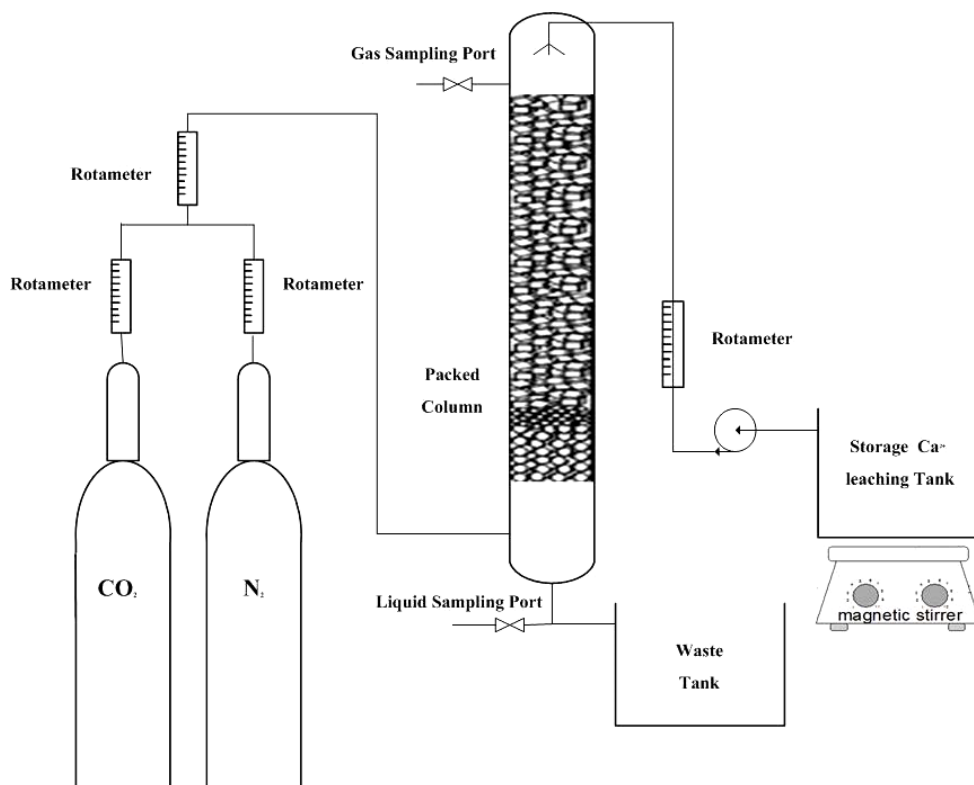
3.2.5 สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์สภาพต่างด้วยวิธีการไทเทรต

- กรดซัลฟิวริก จากบริษัท Lab scan เกรดการวิเคราะห์
- สารละลายฟีนอล์ฟทาไลน์ อินดิเคเตอร์
- สารละลายเมทิลโอเรนจ์ อินดิเคเตอร์

3.2.6 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.2.6.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง มีดังนี้

อุปกรณ์สำหรับการศึกษากำจัดก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่เจือจางในก๊าซไนโตรเจนเป็นอากาศเสียจำลอง ด้วยสารละลายแคลเซียมที่ได้จากกระบวนการชะละลายจีตะกรันในหอดูดซึม ชนิดคอลัมน์บรรจุในระดับห้องปฏิบัติการ ซึ่งประกอบด้วย 3 ส่วนหลัก ดังแสดงในภาพประกอบที่ 3-12



ภาพประกอบที่ 3-12 ชุดอุปกรณ์การทดลองของหอดูดซึม ชนิดคอลัมน์บรรจุสำหรับการกำจัดก๊าซ CO_2

จากภาพประกอบที่ 3-12 ชุดอุปกรณ์ที่ใช้ประกอบด้วย ระบบป้อนและเก็บก๊าซ หอดูดซึม ชนิดคอลัมน์บรรจุ (Packed Column Absorber) ที่บรรจุด้วยวัสดุตัวกลาง (Packing Material) และระบบป้อนและเก็บสารละลาย โดยแต่ละส่วนมีรายละเอียดดังนี้

1. ระบบผลิตก๊าซที่ปนเปื้อนด้วยก๊าซ CO_2

ระบบสร้างก๊าซปนเปื้อนด้วยก๊าซ CO_2 ประกอบด้วย ถังก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์บริสุทธิ์ 1 ถัง และถังก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์ 1 ถัง ทำการสังเคราะห์อากาศเสียจำลองที่ปนเปื้อนด้วยก๊าซ CO_2 โดยการนำก๊าซ CO_2 มาผสมกับก๊าซ N_2 ด้วยอัตราการไหลที่กำหนดเพื่อให้ได้ความเข้มข้นของก๊าซ CO_2 เป็นร้อยละ 15 โดยปริมาตร (Bonenfant *et al.*, 2008)

2. คอลัมน์บรรจุ (Packed Column)

คอลัมน์บรรจุที่ใช้ศึกษามีลักษณะเป็นท่อทรงกระบอกทำจากอะคริลิกใส มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 6.5 เซนติเมตร สูง 100 เซนติเมตร ภายในคอลัมน์บรรจุด้วยวัสดุตัวกลางแบบ Raschig Rings ที่ทำจากโพลีเอทิลีนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 6 มิลลิเมตร

3. ระบบเก็บและป้อนสารดูดซึม ประกอบด้วย

- ถังเก็บสารดูดซึม (Storage Tank) เป็นถังพลาสติกขนาด 20 ลิตร จำนวน 2 ถัง
- หัวพ่นฝอย (Spray Nozzle) ติดตั้งอยู่ที่ปลายท่อป้อนของเหลวดูดซึมภายในคอลัมน์ ทำหน้าที่เพิ่มการกระจายตัวของสารดูดซึม
- เพอริสตาติคปั๊ม (Peristaltic Pump) ใช้ส่งสารดูดซึมจากถังเก็บเข้าสู่คอลัมน์ดูดซึม

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองที่มีส่วนประกอบทั้ง 3 ระบบที่ติดตั้งในห้องปฏิบัติการ แสดงดังภาพประกอบที่ 3-13



ภาพประกอบที่ 3-13 ชุดการทดลองของคอลัมน์บรรจุที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ

3.2.6.2 อุปกรณ์เก็บตัวอย่าง

อุปกรณ์เก็บตัวอย่างก๊าซ

- สายยางซิลิโคน (Silicone)
- เข็มฉีดยา
- ขวดบรรจุน้ำเกลืออิมตัวขนาด 15 มิลลิลิตร
- ปีกเกอร์สำหรับรองรับน้ำเกลือที่ถูกแทนที่ด้วยก๊าซ
- พาราฟิล์ม

อุปกรณ์เก็บตัวอย่างสารดูดซึม

- สายยางซิลิโคน (Silicone)
- ขวดเก็บตัวอย่างสารดูดซึมขนาด 50 มิลลิลิตร
- ถังเก็บน้ำทิ้งที่ผ่านการบำบัด ใช้ในการรองรับน้ำทิ้งที่ผ่านระบบบำบัด
- เครื่อง Peristaltic Pump (Masterflex, Model 7520-47, Barrington Co.,

Illinois)

- เครื่องบดย่อยแบบจอร์ (Jaw Crusher)
- เครื่องบดย่อยแบบบอลมิลล์ (Ball Mill)
- เครื่องชั่ง
- เครื่องร่อนตะแกรง
- ตู้อบ
- ชุดเครื่องกวน
- ถังปฏิกรณ์ทำจากแก้ว (ปิกเกอร์) ขนาด 2 ลิตร
- เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (Thermocouple)
- นาฬิกาจับเวลา
- โถดูดความชื้น

3.2.6.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์

- pH meter
- บิวเรตขนาด 25 มิลลิลิตร และแท่นจับ 1 ชุด
- ขวดรูปชมพูนขนาด 250 มิลลิลิตร
- หลอดหยด
- เครื่อง X-ray Diffractometer (XRD)
- เครื่อง X-ray Fluorescence Spectrometer (XRFS)
- Micro Pipette ขนาด 10-100 ไมโครลิตร
- เครื่อง Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

3.2.7 วิธีการทดลองและการออกแบบการทดลอง

3.2.7.1 การออกแบบการทดลอง

การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการบำบัดก๊าซ CO_2 ในก๊าซเสียจำลองด้วยวิธีการดูดซึมด้วยสารละลายแคลเซียมที่ได้จากกระบวนการชะละลายชีตะกรันในหอดูดซึมชนิดคอลัมน์บรรจุระดับห้องปฏิบัติการ มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาผลของตัวแปรดำเนินการของหอดูดซึมต่อประสิทธิภาพการบำบัดก๊าซ CO_2 และเพื่อหาแบบจำลองทางคณิตศาสตร์สำหรับการทำนายสภาวะที่เหมาะสมในการบำบัดก๊าซ CO_2 โดยการดูดซึมด้วยสารละลายแคลเซียมที่ได้จากกระบวนการชะละลายชีตะกรัน

การออกแบบสภาวะการทดลองทำโดยใช้เทคนิคพื้นผิวตอบสนอง (Response Surface Methodology, RSM) โดยทำการกำหนดตัวแปรที่จะศึกษา คือ ความเข้มข้นของสารละลายแคลเซียม อัตราการไหลของสารละลายแคลเซียม และอัตราการไหลของก๊าซ CO_2 เทคนิค RSM เป็นเครื่องมือสำหรับการออกแบบการทดลองเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมของกระบวนการ โดยใช้หลักการทางสถิติในการออกแบบการทดลองอย่างเหมาะสม สำหรับการทดลองที่มีหลายตัวแปร RSM จะช่วยในการหาสภาวะที่เหมาะสมโดยไม่จำเป็นต้องทำการทดลองในทุกความสัมพันธ์ของตัวแปรทั้งหมดที่เป็นไปได้ ขั้นตอนการออกแบบการทดลองโดยใช้ RSM มีขั้นตอน ดังนี้

1. กำหนดตัวแปรที่จะศึกษาซึ่งประกอบด้วย

1.1 ตัวแปรอิสระ ประกอบด้วย

- อัตราการไหลของสารละลายแคลเซียม (X_1) (0.3-0.9 ลิตรต่อนาที)
- อัตราการไหลของก๊าซ CO_2 (X_2) (0.25-0.85 ลิตรต่อนาที)
- ความเข้มข้นของสารละลายแคลเซียม (X_3) (200-1000 มิลลิกรัมต่อลิตร)

1.2 ตัวแปรตาม คือ ประสิทธิภาพการบำบัดก๊าซ CO_2 (CO_2 Removal Efficiency, %RE)

2. กำหนดรหัส (Code) ของช่วงดำเนินการออกแบบการทดลองของตัวแปรอิสระที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการออกแบบสภาวะที่ใช้ในการทดลองด้วยเทคนิคของ CCD และทำการแปลงค่ารหัสตัวแปรอิสระ (Coded Variables) โดยใช้สมการที่ (3-1) และผลการออกแบบการทดลองแสดงไว้ดังตารางที่ 3-3

$$x = \left[\frac{z - \frac{z_{\max} + z_{\min}}{2}}{\frac{z_{\max} - z_{\min}}{2}} \right] \quad (3-1)$$

เมื่อ

x = Coded Variables

z = ตัวแปรอิสระ

 $z_{\max}$ = ค่าสูงสุดของตัวแปรอิสระ $z_{\min}$ = ค่าต่ำสุดของตัวแปรอิสระ

3. การแปลงรหัส (Decode) จากการออกแบบการทดลองด้วยเทคนิคของ CCD ในตารางที่ 3-2 ทำการแปลงค่าตัวแปรให้เป็นค่าดำเนินการของตัวแปรอิสระและตัวแปรตามในแต่ละตัวในการดำเนินการทดลอง เพื่อหาค่าตัวแปรตอบสนองของกระบวนการ โดยการแปลงค่าตัวแปรแสดงตารางที่ 3-3 ทำการทดลองซ้ำค่ากลางของแต่ละตัวแปรที่เกิดจากการออกแบบเป็น 3 ซ้ำ ทำการออกแบบการทดลองเพิ่มเติมในการทดลองที่ 18-20 เพื่อศึกษาแนวโน้มของตัวแปรอิสระเนื่องจากการออกแบบด้วยเทคนิค RSM จะให้ผลการเปลี่ยนแปลงค่าของตัวแปรอิสระตัวละ 3 ค่า ซึ่งข้อมูลยังไม่เพียงพอในการแสดงค่ากราฟ 2 มิติ จึงมีการออกแบบการทดลองเพิ่มเติมให้ได้ผลของค่าตัวแปรอิสระ ตัวแปรละ 4 ค่า เพื่อได้แนวโน้มของตัวแปรนั้นสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ตารางที่ 3-2 รหัสตัวแปรและขอบเขตของตัวแปรที่ทำการศึกษาการกำจัดก๊าซ CO₂ ด้วยเทคนิค RSM ประกอบด้วยตัวแปรอิสระ 3 ตัวแปร และตัวแปรตาม 1 ตัวแปร

การทดลอง	X ₁	X ₂	X ₃	Response
1	-1	-1	-1	Y= ประสิทธิภาพ การบำบัด CO ₂
2	-1	-1	1	
3	-1	1	-1	
4	-1	1	1	
5	1	-1	-1	
6	1	-1	1	
7	1	1	-1	
8	1	1	1	
9	0	0	0	
10	0	0	0	
11	0	0	0	
12	1.682	0	0	
13	-1.682	0	0	
14	0	1.682	0	
15	0	-1.682	0	
16	0	0	1.682	
17	0	0	-1.682	
18	0	1	0	
19	-1	0	0	
20	0	0	1	
Min-Max	0.3-0.9	0.25-0.85	200-1000	

ตารางที่ 3-3 สภาวะการทดลองสำหรับศึกษาการกำจัดก๊าซ CO₂ ด้วยสารละลายแคลเซียมที่ได้จากกระบวนการชะละลายจีตะก้นในคอลัมน์บรรจุระดับห้องปฏิบัติการ

การทดลอง	อัตราการไหล ของเหลว (ลิตรต่อนาที)	อัตราการไหล ของก๊าซ (ลิตรต่อนาที)	ความเข้มข้น ของแคลเซียม (มิลลิกรัมต่อลิตร)	Response
1	0.42	0.37	362	ประสิทธิภาพ การกำจัด CO ₂
2	0.42	0.37	838	
3	0.42	0.73	362	
4	0.42	0.73	838	
5	0.78	0.37	362	
6	0.78	0.37	838	
7	0.78	0.73	362	
8	0.78	0.73	838	
9	0.6	0.55	600	
10	0.6	0.55	600	
11	0.6	0.55	600	
12	0.9	0.55	600	
13	0.3	0.55	600	
14	0.6	0.85	600	
15	0.6	0.25	600	
16	0.6	0.55	1000	
17	0.6	0.55	200	
18	0.6	0.73	600	
19	0.42	0.55	600	
20	0.6	0.55	838	

4. ดำเนินการหาความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรอิสระทั้ง 3 ตัวแปร โดยนำข้อมูลที่ได้จากการทดลองใช้การวิเคราะห์ Multiple Regression Analysis ด้วยวิธีวิเคราะห์ทางสถิติ ANOVA แบบจำลองที่ได้อยู่ในรูปแบบสมการเส้นโค้ง (Quadratic Equation) ดังสมการที่ (3-2)

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \left(\sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^k \beta_{ij} x_i x_j \right)_{i < j} \quad (3-2)$$

เมื่อ β_0 β_i β_{ii} และ β_{ij} คือสัมประสิทธิ์ถดถอยทั้งแบบเชิงเส้น แบบกำลังสอง และสัมประสิทธิ์เชิงซ้อน ตามลำดับ

5. หากกราฟพื้นผิว (Surface Plot) ของการทดลองเพื่อแสดงผลของตัวแปรที่มีผลต่อประสิทธิภาพการชะละลายแคลเซียมออกจากซีตะกรัน กราฟพื้นผิวได้จากการสมการแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่ได้จากการทดลอง โดยการเอาผลความสัมพันธ์ของผลตอบสนองกับตัวแปรที่ทำการศึกษานำมาพล็อตเป็นกราฟพื้นผิวเพื่อนำไปหาค่าภาวะที่เหมาะสมของแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ด้วยโปรแกรม Design Expert Software

6. นำสภาวะที่เหมาะสมไปทำการทดลองซ้ำ เพื่อหาค่าความแตกต่างของประสิทธิภาพที่ได้จากสสสัมพันธ์ทางคณิตศาสตร์จากแบบจำลอง และประสิทธิภาพที่วัดจริง

3.2.7.2 วิธีการทดลอง

การทดลองกำจัดก๊าซ CO₂ โดยใช้สารละลายแคลเซียมที่ได้จากกระบวนการชะละลายซีตะกรันในหลอดชิมแบบคอลัมน์บรรจุตามสภาวะการทดลองที่ได้ออกแบบไว้นั้น มีวิธีการในแต่ละการทดลองที่เหมือนกัน โดยมีขั้นตอนการดำเนินงานในแต่ละการทดลองดังนี้

1. เตรียมความเข้มข้นสารละลายแคลเซียมตามที่ได้ออกแบบด้วยโปรแกรม RSM โดยนำสารละลายแคลเซียมที่ได้จากกระบวนการชะละลายซีตะกรันจากกิจกรรมที่ 3.1 มาทำการเจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นปั๊มสารละลายแคลเซียมให้ไหลเข้าทางด้านบนของคอลัมน์ และปรับอัตราการไหลของสารละลายแคลเซียมให้มีอัตราการไหลที่ตามที่ได้ออกแบบการทดลองไว้

2. เตรียมก๊าซ CO₂ ร้อยละ 15 โดยปริมาตร โดยทำการเจือจางก๊าซ CO₂ ในก๊าซไนโตรเจน เริ่มจากการเปิดวาล์วของถังก๊าซ CO₂ และปล่อยก๊าซไนโตรเจนเข้าผสมกับกระแสก๊าซ CO₂ จนได้อัตราการไหลของก๊าซผสมตามที่ต้องการตามโปรแกรมการทดลองแล้วปล่อยกระแสก๊าซผสมให้ไหลเข้าทางด้านล่างของคอลัมน์บรรจุ

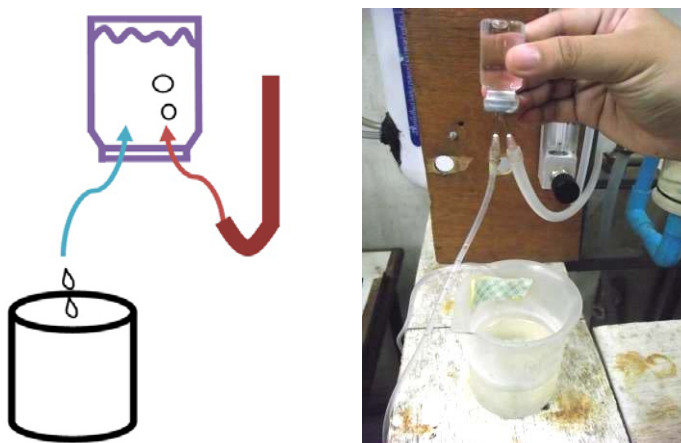
3. กระแสของก๊าซ CO_2 และสารดูดซึมไหลสวนทางกัน (Counter Current) ผ่านตัวกลาง (Packing) ที่บรรจุภายในคอลัมน์ทำให้เกิดการสัมผัสกันระหว่างวัฏภาคของก๊าซและวัฏภาคของเหลว ทำให้เกิดการดูดซึมและเกิดปฏิกิริยาเคมีขึ้นภายในคอลัมน์บรรจุ

4. ทำการเก็บตัวอย่างก๊าซ CO_2 ที่ทางเข้า (Inlet) และที่ทางออก (Outlet) ของคอลัมน์บรรจุ ทำการเก็บโดยใช้หลักการก๊าซแทนที่น้ำเกลืออิ่มตัวและทำการเก็บตัวอย่างสารละลายแคลเซียมที่ทางเข้าและออกของคอลัมน์ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ทุกๆ 5 นาที เป็นเวลา 15 นาที

3.2.7.3 วิธีการเก็บและวิเคราะห์ตัวอย่างก๊าซเสีย

วิธีการเก็บตัวอย่างก๊าซเสีย

การเก็บตัวอย่างก๊าซ CO_2 ทำโดยใช้วิธีการเก็บก๊าซแทนที่น้ำเกลืออิ่มตัว ซึ่งรายละเอียดของวิธีการเก็บตัวอย่างก๊าซมีดังนี้ คือ นำขวดเก็บตัวอย่างขนาด 15 มิลลิลิตร บรรจุ น้ำเกลืออิ่มตัวเต็มขวดเพื่อป้องกันอากาศเข้าไปปนเปื้อนมาทำการเก็บก๊าซที่ทางเข้าและทางออกของคอลัมน์ดูดซึม หลังจากนั้นนำก๊าซที่ได้ไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของก๊าซ CO_2 ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี (Gas Chromatography, GC) ชุดการเก็บก๊าซแสดงดังภาพประกอบที่ 3-14



ภาพประกอบที่ 3-14 ชุดอุปกรณ์เก็บก๊าซด้วยวิธีการแทนที่น้ำเกลืออิ่มตัวด้วยก๊าซ

วิธีการวิเคราะห์ตัวอย่างก๊าซเสีย

การวิเคราะห์หาความเข้มข้นก๊าซ CO_2 ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี (Gas Chromatography, GC) รุ่น GC-14A ของบริษัท Shimadzu ใช้ตัวตรวจวัดชนิด Thermal Conductivity Detector, TCD) โดยมีสภาวะดำเนินการของเครื่อง GC ดังนี้

Column Temperature	: 50 องศาเซลเซียส
Detector Temperature	: 40 องศาเซลเซียส
Injection Temperature	: 40 องศาเซลเซียส
Column	: Porapak Q Column
Carrier Gas Flow	: Helium
Flow rate	: 30 มิลลิลิตรต่อนาที
Injection Sample	: 0.6 มิลลิลิตร



ภาพประกอบที่ 3-15 เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี (Gas Chromatography, GC) สำหรับวิเคราะห์หาความเข้มข้นของก๊าซ CO_2

การคำนวณประสิทธิภาพการบำบัดก๊าซ CO_2 (% CO_2 Removal Efficiency)

เมื่อทราบความเข้มข้นของก๊าซ CO_2 ที่ทางเข้าและทางออกของคอลัมน์บรรจุก็จะสามารถหาประสิทธิภาพในการบำบัดก๊าซ CO_2 ของคอลัมน์ได้ โดยประสิทธิภาพการบำบัดสามารถคำนวณได้จากสมการที่ (3-3)

$$\text{Carbon dioxide removal efficiency (\%)} = \frac{C_1 - C_2}{C_1} \times 100 \quad (3-3)$$

เมื่อ C_1 = ความเข้มข้นของก๊าซ CO_2 ที่เข้า (ร้อยละโดยปริมาตร)
 C_2 = ความเข้มข้นของก๊าซ CO_2 ที่ออก (ร้อยละโดยปริมาตร)

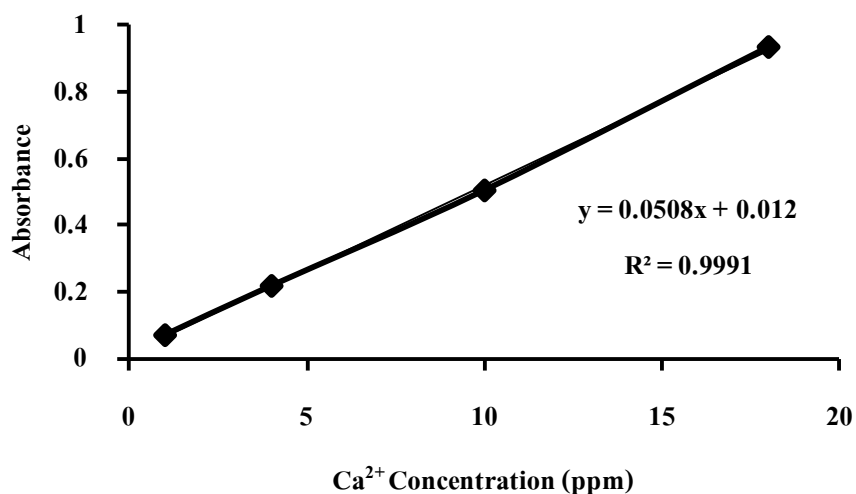
3.2.7.4 วิธีการเก็บและวิเคราะห์ตัวอย่างของเหลว

วิธีการเก็บตัวอย่างของเหลว

เก็บตัวอย่างสารละลาย 50 มิลลิลิตร เพื่อนำไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของแคลเซียมและค่าความเป็นด่างที่เวลาต่างๆ โดยเก็บตัวอย่างสารละลายก่อนป้อนเข้าสู่คอลัมน์ดูดซึมที่ $t = 0$ และที่ออกจากคอลัมน์ที่เวลาต่างๆ

การวิเคราะห์ตัวอย่างเพื่อหาความเข้มข้นของแคลเซียมในสารละลายดูดซึม

การวิเคราะห์ความเข้มข้นของแคลเซียมในตัวอย่างของสารละลายดูดซึม โดยดึงสารตัวอย่างจากสารละลายดูดซึมที่เวลาต่างๆ ปริมาตร 100 ไมโครลิตรโดยใช้ไมโครปิเปตบรรจุตัวอย่างลงขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร เติมสารละลายแลนทานัม 5 มิลลิลิตร แล้วเจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนได้ปริมาตรเท่ากับ 50 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปวัดค่าความเข้มข้นของแคลเซียม (Ca^{2+}) โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Adsorption Spectrometer, AAS) และกราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ความเข้มข้นแคลเซียม (Ca^{2+}) ดังภาพประกอบที่ 3-16



ภาพประกอบที่ 3-16 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ความเข้มข้นแคลเซียม (Ca^{2+}) โดยใช้เครื่อง AAS

การวิเคราะห์ตัวอย่างเพื่อหาค่าความเป็นด่าง (Alkalinity) ในสารละลายดูดซึม

การวิเคราะห์หาค่าความเป็นด่างในตัวอย่างของสารละลายดูดซึม โดยทำการดึงตัวอย่างของสารละลายดูดซึมจากตัวอย่างของสารละลายดูดซึมที่เวลาต่างๆ ปริมาตร 10 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรน้ำตัวอย่างโดยการเจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนได้ปริมาตรเท่ากับ 50 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปไทเทรตด้วยสารละลายกรดซัลฟูริก 0.01 โมลาร์ ซึ่งเริ่มจากการใช้สารละลายฟีนอล์ฟทาไลน์เป็นตัวบ่งชี้จุดยุติโดยการไทเทรตด้วยสารละลายกรดซัลฟูริก สารละลายจะเปลี่ยนจากสีชมพูเป็นสีไม่มีสี จากนั้นหยดสารละลายเมทิลโอเรนจ์แล้วไทเทรตด้วยสารละลายกรดซัลฟูริก สารละลายจะเปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นสีส้ม ดังแสดงในภาพประกอบที่ 3-17



ภาพประกอบที่ 3-17 สีของสารละลายก่อนและหลังการไทเทรต