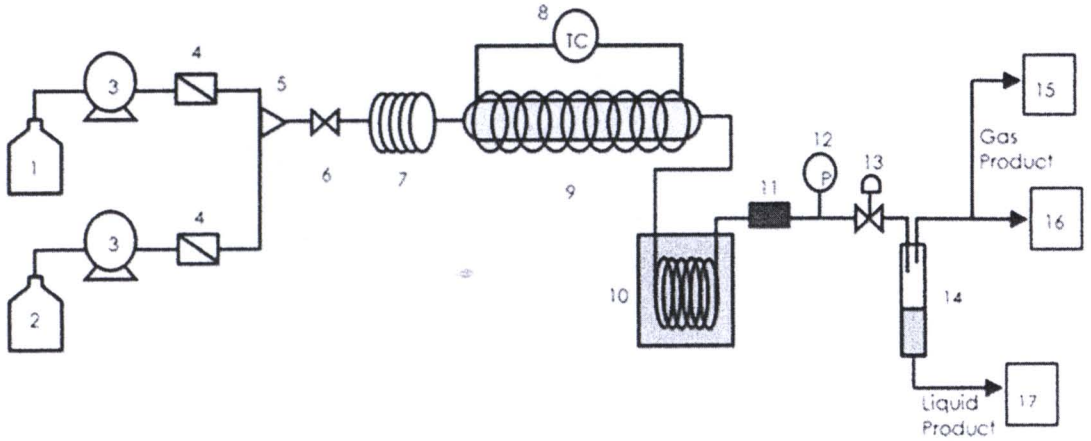
บทที่ 3

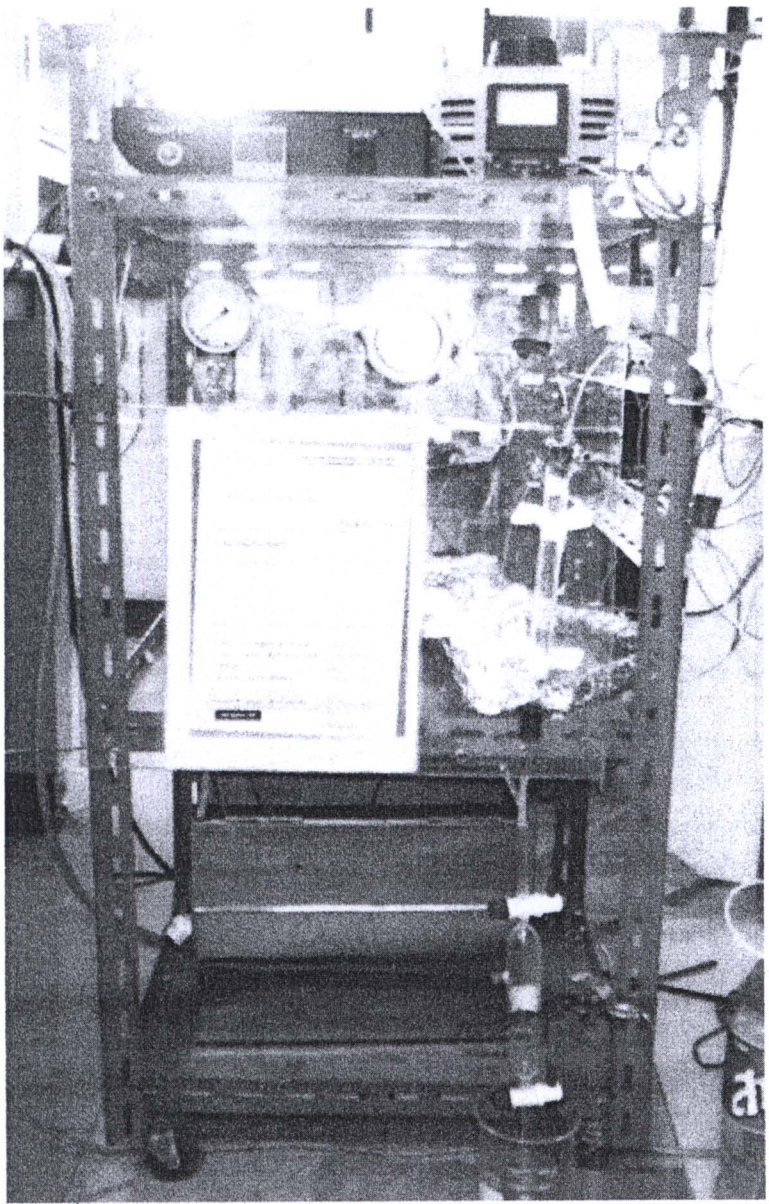
เครื่องมือและวิธีการทดลอง

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

งานวิจัยนี้ใช้เครื่องปฏิกรณ์ขนาดกะทัดรัดสำหรับปฏิกิริยาออกซิเดชันเชิงเร่งปฏิกิริยาในน้ำภาวะเหนือวิกฤตแบบท่อ โดยใช้สารตั้งต้นคือ ฟีนอลและไพริดีน ตัวออกซิไดส์ คือ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ศึกษาและวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาออกซิเดชันเชิงเร่งปฏิกิริยาของฟีนอลและไพริดีน และของผสมฟีนอลและไพริดีน โดยมีแผนภาพแสดงดังรูปที่ 3.1 และรูปที่ 3.2 แสดงเครื่องปฏิกรณ์เชิงเร่งปฏิกิริยาขนาดกะทัดรัดสำหรับปฏิกิริยาออกซิเดชันในน้ำภาวะเหนือวิกฤตที่ใช้งานวิจัย



รูปที่ 3.1 แผนผังชุดเครื่องปฏิกรณ์เชิงเร่งปฏิกิริยาขนาดกะทัดรัดสำหรับปฏิกิริยาออกซิเดชันในน้ำภาวะเหนือวิกฤต

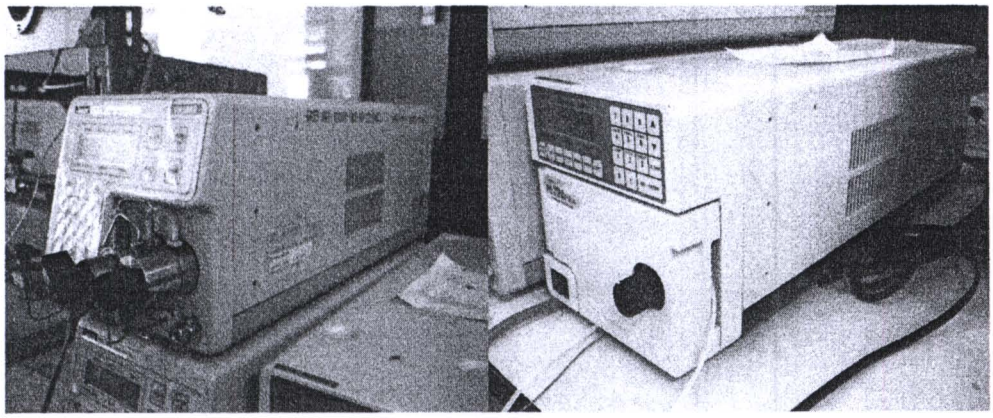


รูปที่ 3.2 เครื่องปฏิกรณ์เชิงเร่งปฏิกิริยาขนาดกะทัดรัดสำหรับปฏิกิริยาออกซิเดชันในน้ำภาวะเหนือวิกฤต

ซึ่งอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองประกอบด้วย

1. ขวดใส่น้ำเสียสังเคราะห์ที่มีฟีนอล ไพริดีน และของผสมฟีนอลและไพริดีน
2. ขวดใส่สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์
3. ปั๊มแรงดันสูง (HPLC Pump)

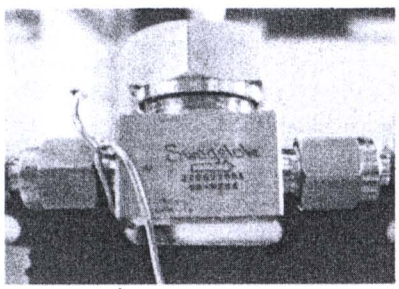
ปั๊มแรงดันสูงจากบริษัท Jasco รุ่น PU-1580 และ PU-2080 plus แสดงดังรูปที่ 3.3 ซึ่งใช้ในการป้อนน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีฟีนอล ไพริดีน และของผสมฟีนอลและไพริดีน และสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ตามลำดับ



(a) (b)

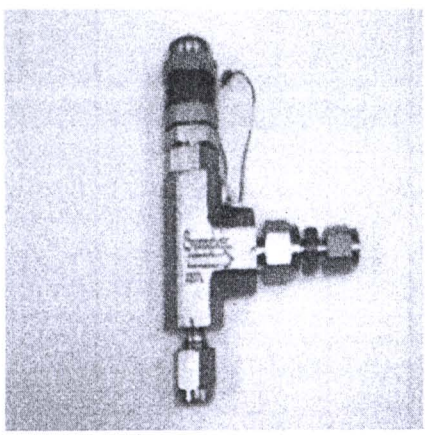
รูปที่ 3.3 ปั๊มแรงดันสูง(HPLC Pump) (a) รุ่น PU-1580 และ (b) รุ่น PU-2080 plus

4. Check valve (Check valve 1/8 in. Swagelok) แสดงดังรูปที่ 3.4



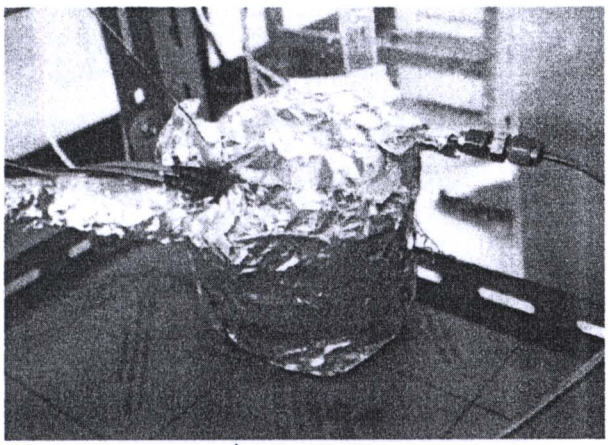
รูปที่ 3.4 Check valve

5. Mixing tee (Union tee 1/8 in. Swagelok)
6. Relief valve แสดงดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 Relief valve

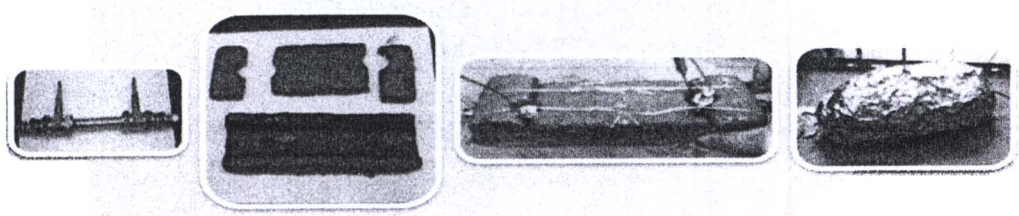
7. Pre-heater แสดงดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 Pre-heater

8. Thermocouple
9. เครื่องปฏิกรณ์แบบท่อ

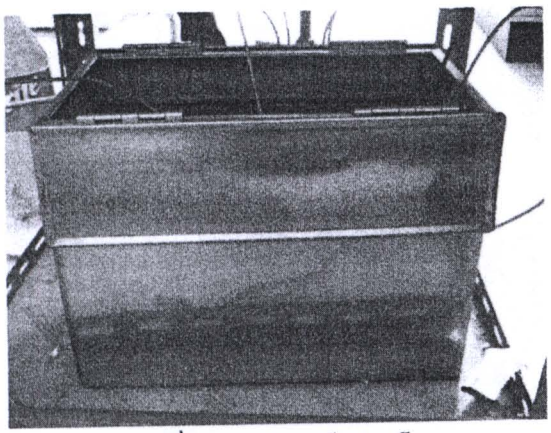
เครื่องปฏิกรณ์แบบท่อ ความยาว 10 เซนติเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 0.9525 เซนติเมตร ความหนา 0.0889 เซนติเมตร ปริมาตรของเครื่องปฏิกรณ์ 4.71 ลูกบาศก์เซนติเมตร ภายในบรรจุตัวเร่งปฏิกิริยาแมงกานีสไดออกไซด์ 5.2898 กรัม ซึ่งเครื่องปฏิกรณ์พันขดลวดให้ความร้อนรอบเครื่องปฏิกรณ์ก่อนนำปูนซีเมนต์ประกบ แสดงดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 เครื่องปฏิกรณ์แบบท่อที่พันขดลวดให้ความร้อนและประกบด้วยปูนซีเมนต์

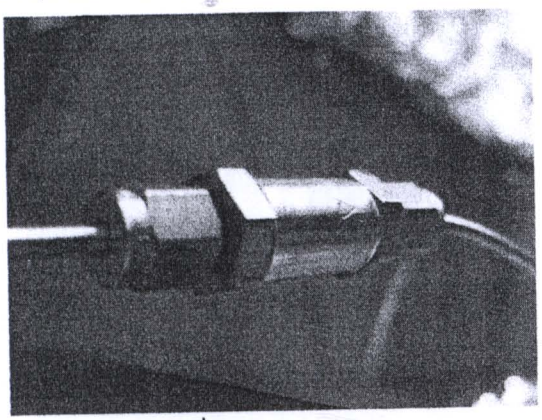
10. อุปกรณ์หล่อเย็น (Cooling Bath)

ทำจากท่อเหล็กกล้าไร้สนิม 316 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 1/8 นิ้ว หนา 0.035 นิ้ว ยาว 2.5 เมตร โดยแช่อยู่ในอ่างน้ำเย็น เพื่อหยุดปฏิกิริยาและควบแน่นตัวทำละลายเมื่อออกมาที่ความดันบรรยากาศ แสดงดังรูปที่ 3.8 นอกจากนี้ยังช่วยป้องกันอันตรายที่อาจเกิดกับตัวกรอง ตัวแปรสัญญาณค่าความดันและตัวควบคุมค่าความดัน ซึ่งอยู่ถัดจากอุปกรณ์หล่อเย็นเนื่องจากอุปกรณ์เหล่านี้ไม่สามารถทนอุณหภูมิสูงได้



รูปที่ 3.8 อุปกรณ์หล่อเย็น

11. อุปกรณ์กรอง (Inline Filter, 0.5 micron 1/8 in. Swagelok) แสดงดังรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 Inline Filter

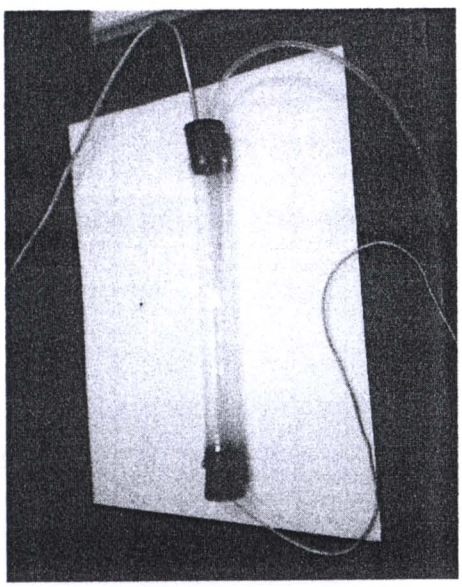
12. มาตรวัดความดัน (Pressure gauge)

13. ตัวควบคุมความดัน (Back Pressure Regulator)

ตัวควบคุมความดันจากบริษัท Go-regulator Co., Ltd. รุ่น BP-66 สามารถควบคุมความดันในระบบให้อยู่ในช่วง 1-414 บรรยากาศ

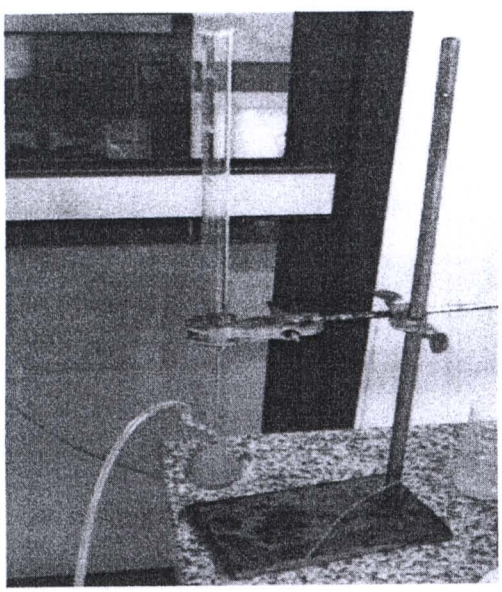
14. เครื่องแยกแก๊สและของเหลว (Gas-liquid separator)

เครื่องแยกแก๊สและของเหลวซึ่งใช้หลอดแก้วกลวง ผลิตภัณฑ์ที่เป็นแก๊สจะออกทางด้านบน ส่วนผลิตภัณฑ์ที่เป็นของเหลวจะออกทางด้านล่าง มีความยาว 20 เซนติเมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 2 เซนติเมตร แสดงดังรูปที่ 3.10



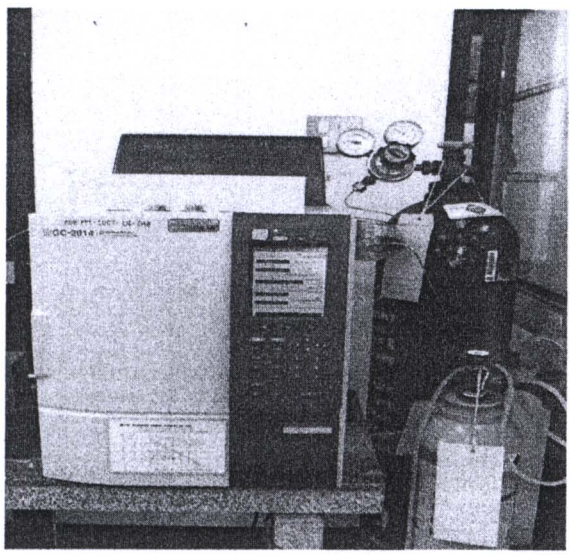
รูปที่ 3.10 เครื่องแยกแก๊สและของเหลว

15. เครื่องวัดอัตราการไหลของแก๊สแบบฟอง แสดงดังรูปที่ 3.11



รูปที่ 3.11 เครื่องวัดอัตราการไหลของแก๊สแบบฟอง

16. เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ (Gas Chromatograph) Shimadzu GC-2014 พร้อมดีเทกเตอร์ (Detector) แบบ Thermal Conductivity Detector และคอลัมน์แบบ packed column คือ Molecular sieve และ Unibead C สำหรับวิเคราะห์องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์แก๊ส แสดงดังรูปที่ 3.12 โดยภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์แก๊สด้วยคอลัมน์ Molecular sieve และ Unibead C แสดงดังตารางที่ 3.1 และ 3.2 ตามลำดับ



รูปที่ 3.12 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

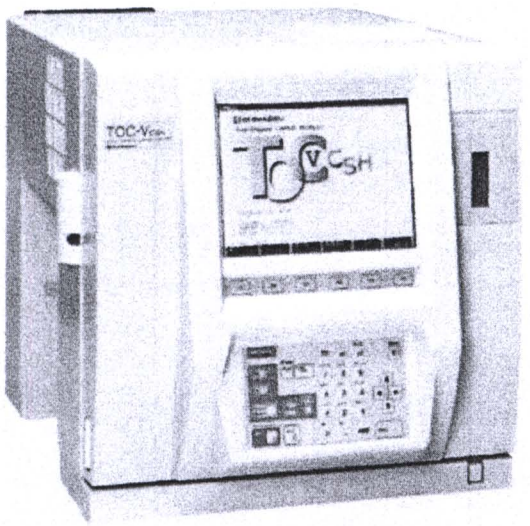
ตารางที่ 3.1 ภาวะในการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์แก๊สด้วยคอลัมน์ Molecular sieve

Condition	Value
Carrier Gas (He) Flow rate	25 mL/min
Make Up Gas (He) Pressure	80 kPa
Hydrogen and Air Pressure (for FID)	60 and 10 kPa
Detector Temperature	200 °C
Split Ratio	5 : 450
Injection Temperature	120 °C
Inject Volume	0.1 μL
Column Initial Temperature	80 °C
Temperature Program Rate	Hold 3.5 min
Column Final Temperature	80 °C

ตารางที่ 3.2 ภาวะในการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์แก๊สด้วยคอลัมน์ Unibead C

Condition	Value
Carrier Gas (He) Flow rate	25 mL/min
Make Up Gas (He) Pressure	80 kPa
Hydrogen and Air Pressure (for FID)	60 and 10 kPa
Detector Temperature	200 °C
Split Ratio	5 : 450
Injection Temperature	120 °C
Inject Volume	0.1 μL
Column Initial Temperature	80 °C
Temperature Program Rate	Hold 4.5 min, 20 °C/min hold 6 min
Column Final Temperature	180 °C

17. **เครื่องวิเคราะห์ปริมาณคาร์บอนอินทรีย์ทั้งหมด** (Total organic carbon analyzer) Shimadzu / TOC V-csh สำหรับวิเคราะห์องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ของเหลว โดยในงานวิจัยนี้ได้ทำการส่งตัวอย่างผลิตภัณฑ์ของเหลวให้ศูนย์เครื่องมือของวิทยาลัยปิโตรเลียมและปิโตรเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยเพื่อทำการวิเคราะห์ปริมาณคาร์บอนอินทรีย์ทั้งหมด (TOC)



รูปที่ 3.13 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณคาร์บอนอินทรีย์ทั้งหมด

3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. ผลึกฟีนอล (C_6H_5OH) 99.99% จากบริษัท Panreac
2. สารละลายไพริดีน (C_5H_5N) 99.9% จากบริษัท AJax
3. สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 30% จากบริษัท Merck
4. น้ำปราศจากไอออน (Deionized Water)
5. ผงแมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2) จากบริษัท AJax
6. แก๊สมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์แก๊สจาก Supleco

3.3 การดำเนินการวิจัย

3.3.1. ปรับปรุงเครื่องปฏิกรณ์เชิงเร่งปฏิกิริยาที่มีขนาดกะทัดรัดสำหรับการบำบัดฟีนอล ไพริดีน และของผสมฟีนอลและไพริดีนโดยออกซิเดชันในน้ำภาวะเหนือวิกฤต ควบคุมอุณหภูมิโดยใช้ Temperature controller และควบคุมความดันโดยใช้ Back Pressure Regulator

3.3.2. ออกแบบการทดลองของการบำบัดฟีนอล ไพริดีน และของผสมฟีนอลและไพริดีนด้วยเครื่องปฏิกรณ์เชิงเร่งปฏิกิริยาขนาดกะทัดรัดด้วยออกซิเดชันในน้ำภาวะเหนือวิกฤต โดยทำการบำบัดฟีนอล และไพริดีนก่อนจากนั้นค่อยทำการบำบัดของผสมฟีนอลและไพริดีน

งานวิจัยนี้ศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อกระบวนการบำบัดฟีนอล ไพริดีน และของผสมฟีนอลและไพริดีน ซึ่งสารทั้งสองชนิดเป็นสารเคมีที่มีการใช้อย่างแพร่หลาย และมักปะปนอยู่ในน้ำเสียที่ได้จากห้องปฏิบัติการ ซึ่งเป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อมหากไม่ได้รับการบำบัดที่ถูกต้อง โดยภาวะต่างๆที่ใช้ในการทดลองแสดงดังตารางที่ 3.3 นอกจากนี้งานวิจัยนี้ยังทำการศึกษาจลนพลศาสตร์ของออกซิเดชันเชิงเร่งปฏิกิริยาของฟีนอล ไพริดีน และของผสมฟีนอลและไพริดีนในน้ำภาวะเหนือวิกฤตด้วย

ตารางที่ 3.3 ตัวแปรต่างๆที่ทำการศึกษาของการออกแบบการทดลองสำหรับการศึกษาการบำบัดฟีนอล ไพริดีน และของผสมฟีนอลและไพริดีน

ตัวแปร	
อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	380 – 410
ความดัน (เมกะพาสคัล)	25
อัตราการไหล (มิลลิลิตร/นาที)	2 – 3.5
ความเข้มข้นฟีนอลเริ่มต้น (โมลต่อลิตร)	0.0304 – 0.046
ความเข้มข้นไพริดีนเริ่มต้น (โมลต่อลิตร)	0.02458 – 0.04916
ร้อยละของออกซิเจนเกินพอ (%)	100

3.4 ขั้นตอนการทดลอง

1. ป้อนน้ำปราศจากไอออนไปยังเครื่องปฏิกรณ์ เมื่ออัตราการไหลขาออกใกล้เคียงกับอัตราการไหลขาเข้า ทำการเพิ่มความดันอย่างช้าๆ จนกระทั่งได้ความดันตามที่ต้องการ โดยดูค่าความดันจากมาตรวัดความดัน จากนั้นให้ความร้อนในส่วนของเครื่องปฏิกรณ์จนกระทั่งได้อุณหภูมิตามที่ต้องการ โดยดูจากอุณหภูมิขาเข้าและขาออกจากเครื่องปฏิกรณ์แบบท่อไหล

2. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีฟีนอล ไพริดีน และของผสมระหว่างฟีนอลและไพริดีน และสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นที่กำหนดในส่วนการออกแบบการทดลอง

3. เมื่ออุณหภูมิได้ตามที่กำหนดจึงทำการป้อนน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีฟีนอลและไพริดีน และสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ด้วยอัตราการไหลที่กำหนด

4. ฉีดตัวอย่างผลิตภัณฑ์แก๊สเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี เพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบของแก๊ส จากนั้นจึงเก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์ของเหลวโดยทำการจับเวลาในการเก็บผลิตภัณฑ์ของเหลวเป็นเวลา 15 นาที แล้วจึงทำการวัดค่าอัตราการไหลของของเหลวและแก๊สด้วยเครื่องวัดอัตราการไหลแบบฟอง

5. นำผลิตภัณฑ์ของเหลวที่ได้ไปทำการวิเคราะห์หาปริมาณคาร์บอนอินทรีย์ที่เหลือจากปฏิกิริยาด้วยเครื่องวิเคราะห์ปริมาณคาร์บอนอินทรีย์ (Total Organic Carbon Analyzer)