บทที่ 3

อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

ในการศึกษาการสัมผัสระหว่างก๊าซและของเหลวกฎกำลังโดยใช้เครื่องผสมสถิตย์ต้องทราบพื้นผิวสัมผัสระหว่างก๊าซกับของเหลวและสัมประสิทธิ์การถ่ายเทมวลในของเหลว การหาพื้นผิวสัมผัสระหว่างก๊าซกับของเหลวและสัมประสิทธิ์การถ่ายเทมวลในของเหลวใช้วิธีการทางเคมี ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่ไหลผ่านคอลัมน์ถูกดูดซึมด้วยสารละลายโปแตสเซียมคาร์บอเนตและโปแตสเซียมไบคาร์บอเนตมีโซเดียมอาร์เซไนท์เป็นสารเร่งปฏิกิริยา เมื่อศึกษาผลของการใช้ของเหลวกฎกำลังดูดซึมก๊าซจึงละลายโซเดียมคาร์บอกซีเมทธิลเซลลูโลสลงในสารละลายดังกล่าวด้วย

เครื่องมือในการทดลองมีลักษณะดังรูปที่ 13 ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และไนโตรเจนที่บรรจุอยู่ในถังก๊าซอย่างละถังปิดเปิดโดยวาวล์เข้าสู่โรตามิเตอร์ (ROTAMETER) ที่ปรับแล้ว จากนั้นก๊าซแต่ละชนิดเข้าสู่ท่อผสมก๊าซแล้วจึงผ่านเข้าสู่โรตามิเตอร์ของก๊าซผสม ผ่านท่อกระจายก๊าซซึ่งทำด้วยท่อเหล็กไร้สนิมขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 1 เซนติเมตร ขดเป็นลักษณะก้นหอย มีรูกระจายก๊าซขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5 มิลลิเมตร เจาะให้ห่างกันประมาณ 2 เซนติเมตรต่อ 1 รู ท่อกระจายก๊าซวางอยู่ปลายล่างของคอลัมน์เพื่อกระจายก๊าซที่ผสมแล้วเข้าสู่คอลัมน์ทางด้านล่าง

ส่วนสารละลายที่เตรียมแล้วบรรจุอยู่ในถังเหล็กไร้สนิมทรงกระบอกเส้นผ่านศูนย์กลาง40 เซนติเมตร สูง 61.8 เซนติเมตร ปิดเปิดโดยวาวล์เข้าสู่ปั๊มซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ JEUMONT-SCHNEIDER ปั๊มสารละลายเข้าสู่โรตามิเตอร์ที่ปรับแล้วให้ไหลจากส่วนบนคอลัมน์สวนทางกับการไหลของก๊าซ

คอลัมน์ทำจากแก้วมีปริมาตร 34.27 ลิตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายในคอลัมน์กว้าง15.24 เซนติเมตร ความสูง 210 เซนติเมตร เมื่อบรรจุแผนผสมสถิตย์บรรจุได้ 5 แผน ลักษณะแผนผสมสถิตย์ดังรูปที่ 8 ข.แผน

1 ถังก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์

2 ถังก๊าซไนโตรเจน

3 โรตามิเตอร์คาร์บอนไดออกไซด์

4 โรตามิเตอร์ไนโตรเจน

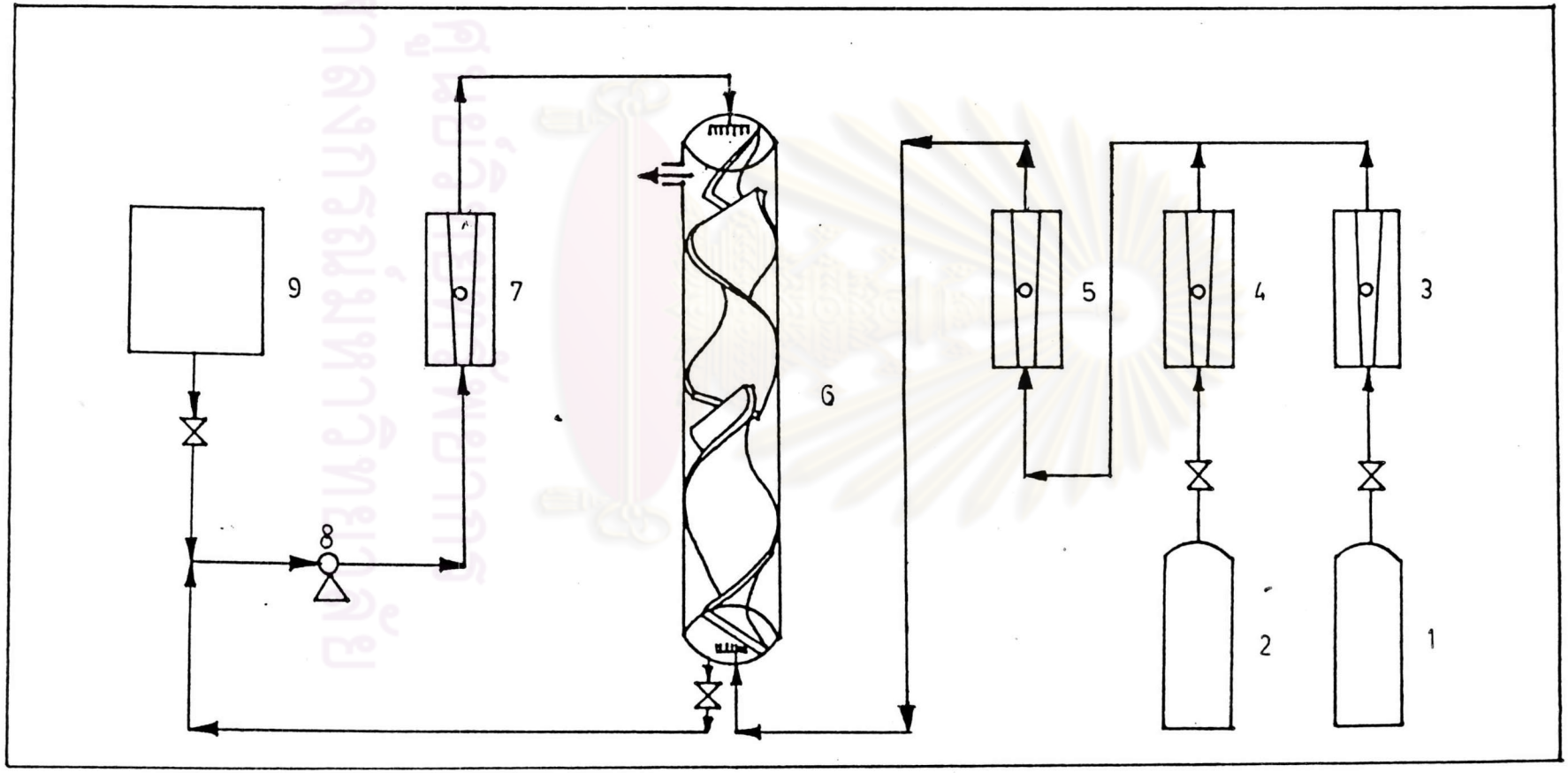
5 โรตามิเตอร์ก๊าซผสม

6 คอลัมน์เครื่องผสมสถิตย์

7 โรตามิเตอร์ของเหลว

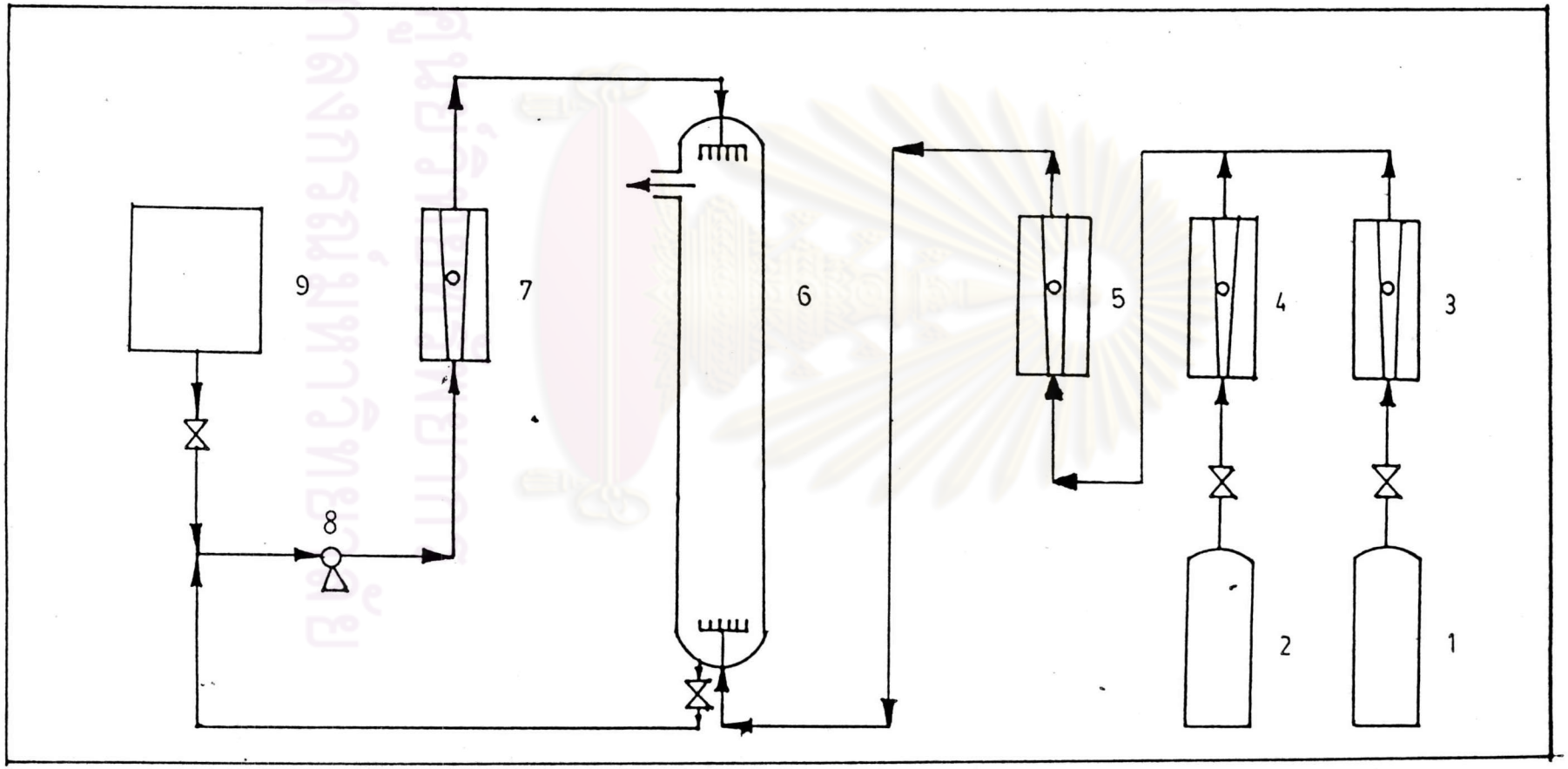
8 ปั๊ม

9 ถังเก็บสารละลาย



รูปที่ 12 แสดงลักษณะคอลัมน์เครื่องผสมสถิตย์

1 ถังก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์
2 ถังก๊าซไนโตรเจน
3 โรตามิเตอร์คาร์บอนไดออกไซด์
4 โรตามิเตอร์ไนโตรเจน
5 โรตามิเตอร์ก๊าซผสม
6 คอลัมน์ฟองก๊าซ
7 โรตามิเตอร์ของเหลว
8 ปั๊ม
9 ถังเก็บสารละลาย



รูปที่ 13 แสดงลักษณะคอลัมน์ฟองก๊าซ

ผสมสถิตย์ทำด้วยแผ่นเหล็กไร้สนิมหนา 0.14 เซนติเมตร ความกว้างของแผ่น 12.6 เซนติเมตร ยาวแผ่นละ 34.6 เซนติเมตร ลักษณะการวางของแผ่นผสมสถิตย์วางสลับกันดังภาพที่ 8 ข.

ลักษณะของแผ่นผสมสถิตย์เป็นการบิดมุม 270องศา ซึ่งจะช่วยให้การกระจายก๊าซไปในของเหลวได้ทั่วถึง แม้ว่าอัตราการไหลของก๊าซหรือของเหลวภายในคอลัมน์จะมีลักษณะเป็นแบบลามินาร์ (laminar flow) เครื่องผสมสถิตย์นี้ก็ยังทำให้ของไหลทั้งสองชนิดนี้ไหลหมุนไปตามคอลัมน์

3.2 สารที่ใช้ในการทดลอง

1. น้ำ น้ำที่ใช้ในการทดลองเป็นน้ำบริสุทธิ์ที่ได้จากการกลั่น
2. โปแตสเซียมคาร์บอเนต
3. โปแตสเซียมไบคาร์บอเนต
4. โซเดียมอาร์เซไนท์เป็นชนิด laboratory reagent
5. โซเดียมคาร์บอกซีเมทธิลเซลลูโลส
6. สารละลาย

สารละลายที่ใช้มีโปแตสเซียมคาร์บอเนต(K_2CO_3) โปแตสเซียมไบคาร์บอเนต($KHCO_3$) น้ำกลั่นและ CMC ดังได้กล่าวมาแล้วซึ่งรวมถึงสารตัวเร่งคือ โซเดียมอาร์เซไนท์

ในการทดลองที่ความเข้มข้นของโซเดียมคาร์บอกซีเมทธิลเซลลูโลสเป็นศูนย์ ละลาย K_2CO_3, $KHCO_3$ ด้วยน้ำกลั่นให้มีความเข้มข้น1.2 โมลาร์และ 0.5โมลาร์ตามลำดับ ความแรงประจุ (ionic strength) จะเป็น 0.96 กรัมอิออนต่อลิตร แล้วจึงใช้สารเร่งปฏิกิริยาคือ โซเดียมอาร์เซไนท์ ($NaAsO_3$) เข้มข้น 0.34 โมลาร์ ละลายลงในสารละลาย

ในการทดลองที่ต้องการศึกษาถึงผลของ CMC จึงค่อยละลาย CMC ลงในสารละลายที่กล่าวมาแล้ว ให้ความเข้มข้นของCMC เข้มข้นตามที่ต้องการจะศึกษา คือ เข้มข้นตั้งแต่ 0.5 1 1.5 2 2.5 เปอร์เซนต์น้ำหนัก

รายละเอียดเกี่ยวกับคุณสมบัติของสารละลายที่ใช้ในการทดลองมีที่ภาคผนวก ข.

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การศึกษาคุณสมบัติของของเหลวกฎกำลัง

ในการศึกษาสมบัติของเหลวกฎกำลัง ใช้เครื่องมือหาความหนืด (viscosity) ชนิด Stormer viscometer ซึ่งผลิตโดยบริษัท TOKYO RIKA KIKAI จำกัด รุ่น4 RT Stormer viscometer นี้ใช้ลูกตุ้มน้ำหนักเป็นเครื่องถ่วงให้จานหมุน (rotating disk) หมุนในของเหลวที่ต้องการหาคุณสมบัติของเหลวกฎกำลัง แรงที่เกิดคือแรงบิด (torque) และถ้าหากทราบความเร็วของลูกตุ้มน้ำหนักที่วัดในช่วงระยะที่ลูกตุ้มเคลื่อนที่ ก็ทำให้สามารถนำแรงบิด (torque) นี้ไปคำนวณหาแรงเค้นเฉือน (shear stress) และอัตราเฉือน (shear rate) ได้ ดังการคำนวณในผนวกที่ก. 11 ซึ่งใช้เป็นตัวอย่างในการหากำลัง n ของของเหลวกฎกำลัง และหา m (consistancy index) ของของเหลวกฎกำลังได้ด้วย

3.3.2 การวัดแรงตึงผิวของสารละลาย

ในการวัดแรงตึงผิวของสารละลายใช้วิธี Wilhelmy Plate (Daviesและ Rided,1963) โดยการใช้เครื่อง Automatic Equilibration Potentiometer,Prolabo มีค่าความถูกต้องในการวัด 0.1 ดายน์ต่อเซนติเมตรทำการวัดสารละลาย CMC มีความเข้มข้นต่างๆดังกล่าว

3.3.3 ขั้นตอนการทดลองโดยใช้คอลัมน์

ในการทดลองแบ่งขั้นตอนออกเป็น 3 ส่วนคือ

1. การทดลองในคอลัมน์ฟองก๊าซ

เมื่อประกอบเครื่องมือในการทดลองดังรูปที่ 13 แล้ว เตรียมสารละลายใส่ในถังเก็บสารละลาย วัดอุณหภูมิของสารละลายแล้วจึงปั๊มสารละลายลงในคอลัมน์ จากนั้นจึงผ่านก๊าซไนโตรเจนเข้าคอลัมน์เพื่อไล่ก๊าซต่างๆในสารละลายแล้วจึงเปิดก๊าซบอนไดออกไซด์ที่ความเข้มข้นต่างกันผ่านเข้าสู่คอลัมน์ทั้งนี้ให้ของเหลวและก๊าซไหลสวนทาง (countercurrent)

ตลอดทุกการทดลองจะคงอัตราการไหลของสารละลายไว้ที่ 2832 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อวินาที ส่วนความเข้มข้นของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์เปลี่ยนแปลงในช่วง 1-16 โมลเปอร์เซนต์ อัตราการไหลของก๊าซผสมเข้าสู่คอลัมน์ก็แปรค่าในช่วง283-4531 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อวินาที

2. การทดลองในคอลัมน์ที่บรรจุเครื่องผสมสถิตย์

การทดลองจะเหมือนกับการทดลองในคอลัมน์ฟองก๊าซ แต่ต่างกันที่ภายในคอลัมน์บรรจุด้วยเครื่องผสมสถิตย์บิดมุม 270° จำนวน 5 แผ่น ส่วนสภาวะการทดลองต่างๆตลอดจนตัวแปรที่ต้องการศึกษาถึงพื้นผิวสัมผัสระหว่างก๊าซกับของเหลวจะเหมือนกับการทดลองในคอลัมน์ฟองก๊าซ

3. การทดลองโดยของเหลวกฎกำลัง

ทั้งนี้การศึกษาถึงผลของการหาพื้นผิวสัมผัสโดยใช้ของเหลวกฎกำลังที่ความเข้มข้นของโซเดียมคาร์บอกซีเมทธิลเซลลูโลสในสารละลายบัฟเฟอร์ของคาร์บอเนตและไบคาร์บอเนตที่มีโซเดียมอาร์เซไนท์เป็นตัวเร่ง สารละลายมีความเข้มข้นของโซเดียมคาร์บอกซีเมทธิลเซลลูโลส 0.5 1 1.5 2 และ 2.5เปอร์เซนต์ ส่วนความเข้มข้นของโปแตสเซียมคาร์บอเนต โปแตสเซียมไบคาร์บอเนตและโซเดียมอาร์เซไนท์เหมือนกันทุกการทดลอง คือ 1.2 0.5 และ 0.34 โมลาร์ตามลำดับ ส่วนวิธีการทดลองทำเช่นเดียวกับการทดลองในกรณี 1

รายละเอียดเกี่ยวกับการทดลองโดยสภาวะตัวแปรต่างๆดังตารางที่ 7

ตารางที่ 7

สภาวะตัวแปรต่างๆที่ทำการศึกษา

ทดลองที่อุณหภูมิห้อง 29±3 องศาเซลเซียส

ตัวแปร	คอลัมน์ฟองก๊าซ	คอลัมน์เครื่องผสมสถิตย์
อัตราการไหลของก๊าซผสมเข้าสู่คอลัมน์ (ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที) $\times 10^{-2}$	2.83 - 45.31	2.83 - 45.31
ความเข้มข้นของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่เข้าสู่คอลัมน์ (โมลเปอร์เซนต์)	1 - 16	1 - 16
ความเข้มข้นของ CMC (เปอร์เซนต์น้ำหนัก)	0 -2.5	0 - 2.5

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.3.4 วิธีการทดลอง

เนื่องจากการทดลองเป็นแบบให้ของเหลวไหลสวนทางกับก๊าซ วิธีการทดลองจึงเริ่มจากการเตรียมสารละลายมีปริมาตร 6000 มิลลิลิตร ทำการวัดอุณหภูมิของสารละลายก่อนเริ่มการทดลอง แล้วจึงปั๊มสารละลายเข้าสู่คอลัมน์ให้ของเหลวไหลในอัตรา 2832 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที ปล่อยก๊าซไนโตรเจนเข้าสู่คอลัมน์ให้มีความเร็วไหลผ่าน 0.08 เซนติเมตรต่อวินาที จากนั้นจึงเปิดก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ในอัตราส่วนที่ต้องการจะศึกษา หลังจากผ่านก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ 30 วินาที จึงเก็บสารละลายตัวอย่างแรกจากคอลัมน์ สารละลายแต่ละตัวอย่างมีปริมาตร 10 ถึง 20 มิลลิลิตรโดยการเก็บตัวอย่างที่เวลา 60 90 120 150 180 วินาที และ 6 9 12 15 นาที แล้วจึงนำสารละลายตัวอย่างเหล่านี้ไปไตเตรทกับกรดเกลือเข้มข้น 0.1 นอร์มอลเพื่อหาความเข้มข้นของคาร์บอเนตอิออน

3.3.5 การไตเตรท (Titration)

ความเข้มข้นของคาร์บอเนตอิอนและไบคาร์บอเนตอิออนหาโดยวิธีการไตเตรทแบบ Potentiometric auto-titration เครื่องมือในการวิเคราห์ประกอบด้วยเครื่องวัด pH Pye Universal ซึ่งประกอบด้วยอีเล็คโตรดแบบ Calomel และเครื่องควบคุมการไตเตรทอัตโนมัติ Pye(Pye Auto Titration and Controller) เครื่องวัด pH ทำการเปรียบเทียบค่ามาตรฐาน(Standardised)โดยสารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐานที่ pH 7.0 สารละลายตัวอย่างของโปแตสเซียมคาร์บอเนตและโปแตสเซียมไบคาร์บอเนตปริมาตร 1 มิลลิลิตรจะไตเตรทด้วยสารละลายมาตรฐานกรดเกลือ 0.1N ลักษณะของเส้นไตเตรท(Titration Curve)มีลักษณะดังในรูปที่ ก.1 จุด End point จุดแรกเป็นจุดที่คาร์บอเนตอิออนถูกเปลี่ยนเป็นไบคาร์บอเนตอิออนที่ค่า pH 7.95 และจุด end point จุดที่สองเป็นจุดที่ไบคาร์บอเนตอิออนทั้งหมดถูกเปลี่ยนเป็นคาร์บอนไดออกไซด์ที่ค่า pH 4.0 ปฏิกิริยาที่เกิดระหว่างการไตเตรทคือ

$$CO_3^{2} + H^{+} \longrightarrow HCO_3^{-}$$

$$HCO_3^- + H^+ \longrightarrow H_2O + CO_2$$

สารละลายตัวอย่างที่เก็บจากการทดลอง ตัวอย่างละ 1 มิลลิลิตรไตเตรทกับสารละลายมาตรฐานของกรดเกลือโดยอาศัยเครื่องวัดจากจุด end point จุดแรกที่ pH7.95 ก็ทราบความเข้มข้นของคาร์บอเนตอิออน ในระหว่างไตเตรทกวนสารละลายตัวอย่างด้วยเครื่องกวน กรดเกลือเข้มข้นเตรียมจากการเจือจางกรดเกลือเข้มข้นด้วยน้ำกลั่นแล้วหาความเข้มข้นที่แน่นอนด้วยโซเดียมคาร์บอเนต

ความเข้มข้นของอาร์เซเนียสอิออนหาได้โดยวิธีการไตเตรทแบบ iodimetric ซึ่งไตเตรทด้วยสารละลายไอโอดีน 0.1 นอร์มอล เตรียมจากการละลายไอโอดีนด้วยน้ำกลั่นแล้วจึงไตเตรทหาความเข้มข้นที่แน่นอนด้วยโซเดียมธิโอซัลเฟท(Sodium thiosulphate)สารละลายที่เตรียมได้เก็บไว้ในที่มืด ในการไตเตรทแบบiodimetric ต้องใช้สารชี้นำ(indicator) สารชี้นำ(indicator)ได้จากการผสมแป้ง 1 กรัมในน้ำ 30 มิลลิลิตร แล้วต้มแป้งให้ละลาย นำสารละลายที่ต้มแล้วเติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตร 1 ลิตร

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย