

บทที่ 3

แผนการวิจัยและการดำเนินการทดลอง

3.1 แผนการวิจัย

แผนการวิจัยนี้ประกอบด้วย 2 การทดลอง คือ (1) การทดลองการดูดซึมสารละลายไตรโคลอโรเอทิลีนและโทลูอินในยางซิลิโคนที่นำมาใช้เป็นเยื่อแผ่นสำหรับ (2) การทดลองเพอร์เวเพอร์ชัน ชุดเยื่อแผ่นเพอร์เวเพอร์ชันที่ทำจากยางซิลิโคนนี้ประกอบเป็นชุดทดลองเพอร์เวเพอร์ชันขนาดทดสอบ (pilot scale) เพื่อศึกษาผลของตัวแปรต่าง ๆ ที่มีต่อการแยกสารละลายไตรโคลอโรเอทิลีนและโทลูอินที่สถานะต่าง ๆ กัน การวิจัยครั้งนี้ทำการทดลองและวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีที่ห้องปฏิบัติการวิจัย ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยมีรายละเอียดการวิจัยดังนี้

3.1.1 การทดลองดูดซึมสารละลายไตรโคลอโรเอทิลีนและโทลูอินในยางซิลิโคน

การทดลองนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิของสารละลายไตรโคลอโรเอทิลีนและโทลูอินในสารละลายที่สถานะสมดุลต่อ (1) ค่าประสิทธิภาพการดูดซึมสารละลายไตรโคลอโรเอทิลีนและโทลูอินในยางซิลิโคน (2) ค่าสัมประสิทธิ์การกระจายตัวของไตรโคลอโรเอทิลีนและโทลูอินในยางซิลิโคน เพื่อใช้เป็นข้อมูลนำไปวิเคราะห์ผลในการทดลองเพอร์เวเพอร์ชันในหัวข้อ 3.1.2 ต่อไป ค่าตัวแปรต่าง ๆ ที่พิจารณาในการทดลองมีดังนี้

ตัวแปรอิสระ

- 1) อุณหภูมิของสารละลาย : 40 50 60 70 องศาเซลเซียส
- 2) ชนิดสารละลายอินทรีย์ : ไตรโคลอโรเอทิลีนและโทลูอิน

ตัวแปรคงที่

- 1) ปริมาตรของสารละลาย : 500 มล.
- 2) น้ำหนักของชิ้นยางซิลิโคนตัวอย่าง : 1 กรัม
- 3) เวลาที่เข้าสู่สถานะสมดุล : 4 ชม.

ตัวแปรตามที่ต้องการวิเคราะห์

- 1) ค่าประสิทธิภาพการดูดซึมสารละลายในยางซิลิโคน
- 2) ค่าสัมประสิทธิ์การกระจายตัวของสารอินทรีย์ในยางซิลิโคน

3) ค่าพลังงานการละลาย

3.1.2 การทดลองแยกสารละลายไตรคลอโรเอทิลีนและโทลูอินโดยกระบวนการเพอร์เวเพอร์ชัน

การทดลองนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาประสิทธิภาพการแยกของสารละลายอินทรีย์ โดยเยื่อแผ่นเพอร์เวเพอร์ชันประกอบจากยางซิลิโคนที่ผ่านการศึกษาคู่ผสม ดังหัวข้อ 3.1.1 และศึกษาผลอุณหภูมิและอัตราการไหลของสารป้อนที่มีต่อการแยกไตรคลอโรเอทิลีนและโทลูอิน ผลการทดลองนำมาวิเคราะห์หาคู่กับผลการทดลองการคู่ผสมจากหัวข้อ 3.1.1 เพื่อหาฟลักซ์ของเพอร์มิเอท ค่าความสามารถของการซึมผ่าน ค่าความสามารถของการแพร่ ค่าการเลือก และค่าดัชนีของการแยกของกระบวนการเพอร์เวเพอร์ชัน ค่าตัวแปรต่าง ๆ ที่พิจารณาในการทดลองมีดังนี้

ตัวแปรอิสระ

- 1) อุณหภูมิของสารละลาย : 40 50 60 70 องศาเซลเซียส
- 2) อัตราการไหลของสารป้อน : 3.3 8.4 14.3 19.5 25.1 ล./ชม.
- 3) ชนิดสารละลายอินทรีย์ : ไตรคลอโรเอทิลีนและโทลูอิน

ตัวแปรคงที่

- 1) เวลาที่ทำการเดินระบบ : 4 ชม.
- 2) ความเข้มข้นของสารอินทรีย์ในสารป้อน : 500 พีพีเอ็ม
- 3) ปริมาตรของสารป้อน : 2 ลิตร
- 4) ความดันด้านเพอร์มิเอท : 25 มม.ปรอท
- 5) ชุดเมมเบรนเพอร์เวเพอร์ชัน
- 6) เวลาที่เข้าสู่สภาวะสมดุลของระบบก่อนการเริ่มเดินระบบ และวิธีการล้างชุดเยื่อแผ่น

ตัวแปรตามที่ต้องการวิเคราะห์

- 1) ค่าร้อยละการแยกสารละลายอินทรีย์ของระบบ
- 2) ฟลักซ์ของเพอร์มิเอท
- 3) ค่าพลังงานกระตุ้นการซึมผ่าน
- 4) ค่าความสามารถของการซึมผ่าน
- 5) ค่าความสามารถของการแพร่
- 6) ค่าการเลือก
- 7) ค่าดัชนีของการแยกของกระบวนการเพอร์เวเพอร์ชัน

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลองการดูดซึมสารละลายอินทรีย์ในยางซิลิโคนและการทดลองเพอร์เวเพอร์ชันมีดังนี้

3.2.1 อุปกรณ์และเครื่องมือสำหรับการทดลองดูดซึมสารละลายอินทรีย์ในยางซิลิโคน

การทดลองเป็นการทดสอบการดูดซึมของชั้นยางซิลิโคนในสารละลายอินทรีย์ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ กัน ในอุณหภูมิที่ควบคุมด้วยเครื่องอ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ อุปกรณ์และเครื่องมือมีดังนี้

- 1) เครื่องอ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ (water bath)
- 2) เครื่องชั่งน้ำหนัก 4 ตำแหน่ง
- 3) เตอบไฟฟ้า อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส
- 4) ขวดสีชาขนาด 500 มล.
- 5) ตัวอย่างยางซิลิโคนลักษณะท่อกว้างความหนา 0.5 มม.

3.2.2 อุปกรณ์และเครื่องมือสำหรับการทดลองแยกสารละลายอินทรีย์โดยกระบวนการเพอร์เวเพอร์ชัน

การทดลองนี้เป็นการศึกษากับชุดทดลองเพอร์เวเพอร์ชันขนาดทดสอบ (pilot scale) ซึ่งดัดแปลงมาจากชุดการทดลองของณรงค์ชัย ประภากรวิริยะ (2539) โดยที่ทำการเดินระบบแบบหมุนเวียนสารป้อน (feed-bleed) และเยื่อแผ่นที่นำมาใช้ในการทดลองมีลักษณะเป็นท่อยางซิลิโคนซึ่งเป็นชนิดเดียวกับที่ทำการทดลองการดูดซึมในหัวข้อ 3.2.1 แผนภาพชุดทดลองเพอร์เวเพอร์ชันแสดงในรูปที่ 3.1 และอุปกรณ์และเครื่องมือต่าง ๆ มีดังต่อไปนี้

- 1) ขวดรูปชมพู่ขนาด 2 ลิตร
- 2) เครื่องกวนด้วยแม่เหล็ก
- 3) ป้อนสูบลวของเหลวแบบรีดสายยาง Viton™
- 4) ชุดควบคุมอุณหภูมิสารป้อน
- 5) ชุดเยื่อแผ่นซิลิโคนพร้อมภาชนะบรรจุ
- 6) ป้อนสุญญากาศแบบ Oil Rotary Vane
- 7) เกจวัดความดันสุญญากาศ (0-760 มม.ปรอท)

เมื่อประกอบเป็นชุดทดลองเพอร์เวเพอร์ชันดังรูป 3.1 แบ่งออกเป็นส่วนตัวต่าง ๆ ดังนี้ ประกอบด้วยส่วนต่าง ๆ ดังนี้

ระบบป้อนของเหลว

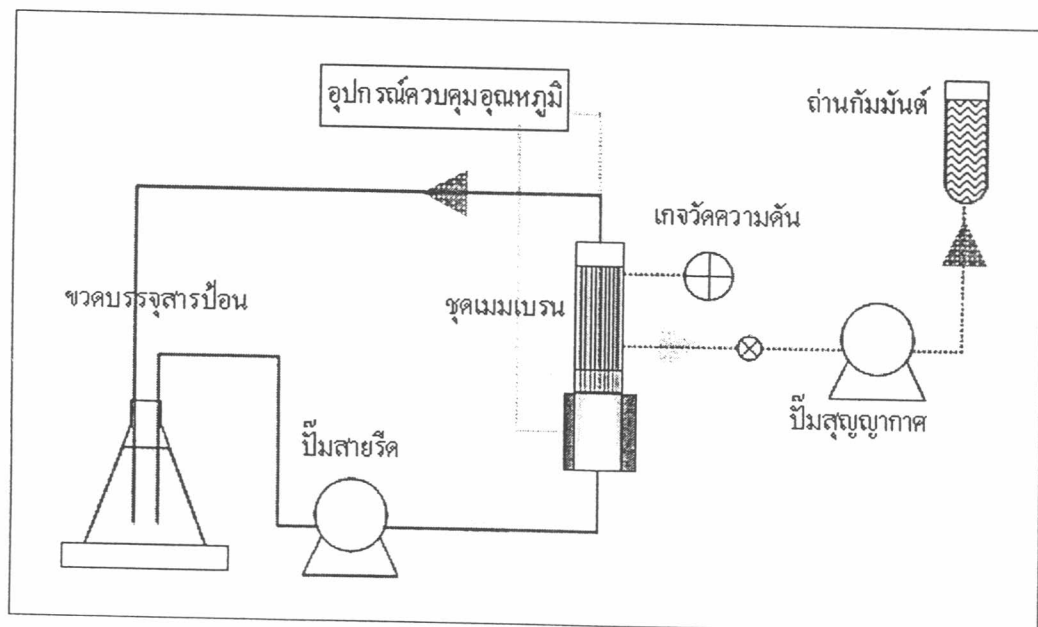
สารละลายอินทรีย์บรรจุในขวดรูปชมพู่ขนาด 2 ลิตร ปั่นผสมกันด้วยเครื่องกวนด้วยแม่เหล็กไฟฟ้าตลอดเวลา ป้อนผ่านท่อเทฟลอน (Teflon) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 6 มม. เข้าปั๊มสูบของเหลวแบบรีดสายยางด้วยอัตราการไหลในช่วง 3.3-25.1 ลิ./ชม. สารป้อนเข้าสู่ชุดเชื่อมต่อ ก่อนไหลเวียนกลับสู่ขวดบรรจุสารป้อนอีกครั้ง ดังรูป 3.2

ชุดเชื่อมต่อ (membrane module)

ชุดเชื่อมต่อประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนควบคุมอุณหภูมิของสารป้อนและส่วนเชื่อมต่อเพอร์เวเพอร์เรชั่น สารป้อนจะเข้าสู่ส่วนควบคุมอุณหภูมิประกอบด้วยฮีทเตอร์จำนวน 4 ตัว ก่อนที่สารป้อนจะเข้าสู่ส่วนชุดเชื่อมต่อเพอร์เวเพอร์เรชั่นซึ่งประกอบด้วยท่อยางซิลิโคนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2 มม. หนา 0.5 มม. ความยาว 30 ซม. จำนวน 20 ท่อ ยึดติดกันทั้งด้านหัวและท้ายด้วยยางซิลิโคน ทั้งชุดเชื่อมต่อนี้มีพื้นที่ผิวจำเพาะประมาณ 377 ตร.ซม. ถูกบรรจุในภาชนะแก้ว มีท่อต่อออกสู่ปั๊มสุญญากาศและเกจวัดความดัน ดังรูป 3.3

ชุดควบคุมอุณหภูมิ

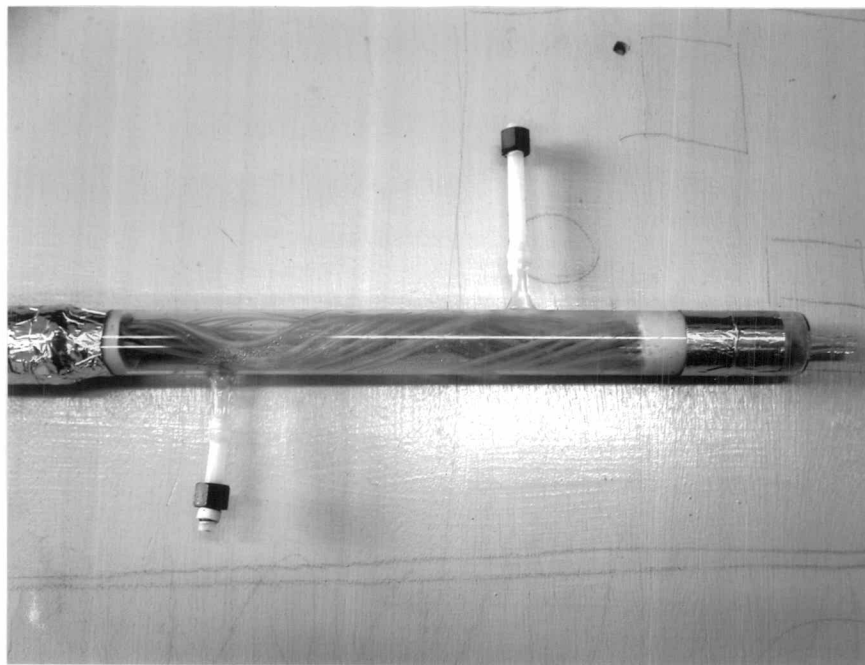
ชุดควบคุมอุณหภูมิของสารป้อนให้คงที่ประกอบด้วยอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ ทำการควบคุมอุณหภูมิแบบ Proportional-Integral-Derivative (PID) Control Mode เพื่อจ่ายกระแสไฟฟ้าสู่ฮีทเตอร์ทั้ง 4 ตัว อุณหภูมิของสารป้อนที่ออกจากชุดเชื่อมต่อถูกวัดโดยเทอร์มอคัปเปิลแบบ PT-100 และส่งสัญญาณกลับสู่อุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ ดังรูป 3.4



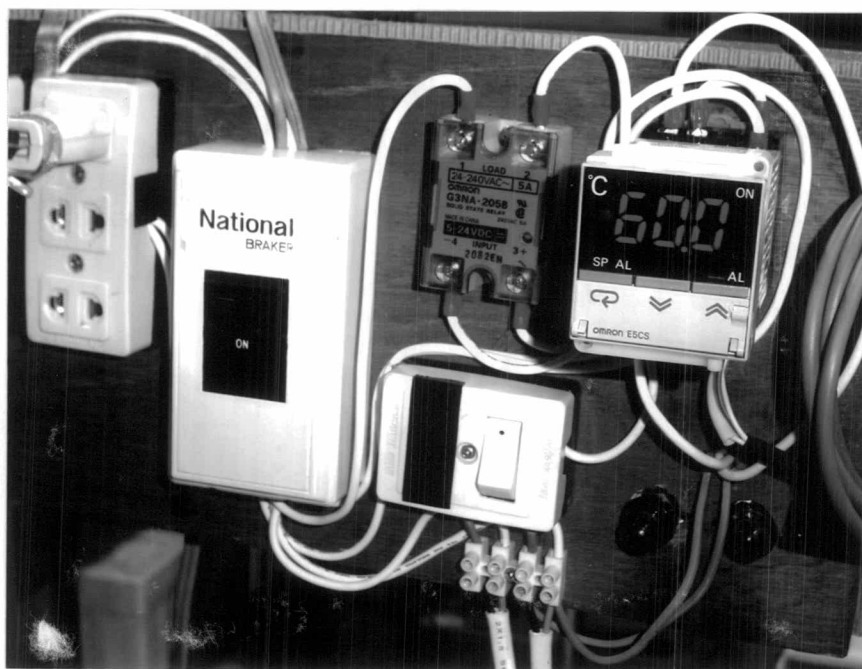
รูปที่ 3.1 แผนภาพกระบวนการเพอร์เวเพอร์เรชั่นและทิศทางการไหลของสาร



รูปที่ 3.2 ชุดทดลองเพอร์เวอเรชันในการวิจัย



รูปที่ 3.3 ชุดเยื่อแผ่นเพอร์เวอเรชันที่ใช้ในงานวิจัย



รูปที่ 3.4 ชุดอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิสารป้อน

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

3.3.1 การเตรียมสารละลายไตรคลอโรเอทิลีนและโทลูอีน

- 1) ปิเปตต์ไตรคลอโรเอทิลีนและโทลูอีนเข้มข้นตามปริมาณที่ต้องการลงในขวดวัดปริมาตรขวด 2 ลิตร
- 2) เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนเป็นปริมาตร 2 ลิตร
- 3) ปั่นกวนให้เข้ากันด้วยเครื่องปั่นกวนด้วยแม่เหล็กไฟฟ้า เป็นเวลา 6 ชม.
- 4) ถ่ายสารละลายลงในขวดสีชา ปิดฝาให้สนิทเก็บในอุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส

3.3.2 การทดลองดูดซึมสารละลายไตรคลอโรเอทิลีนและโทลูอีนในยางซิลิโคน

- 1) นำชิ้นยางซิลิโคนตัวอย่างน้ำหนักประมาณ 1 กรัม อบที่ 150 องศาเซลเซียส นาน 4 ชม. นำมาชั่งและบันทึกน้ำหนักแห้งของยางซิลิโคน (W_{dry})
- 2) เตรียมสารละลายไตรคลอโรเอทิลีน ความเข้มข้นเท่ากับ 50 250 500 พีพีเอ็ม ใส่ขวดสีชาปริมาตร 500 มล. พร้อมทั้งใส่ยางซิลิโคนที่ทราบน้ำหนักจากข้อ 1)
- 3) ทำเช่นเดียวกันกับข้อ 2) โดยมีได้ใส่ยางซิลิโคน (Blank)

- 4) นำขวดจากข้อ 2) และ 3) ใส่ในอ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิที่ 40 องศาเซลเซียส นาน 4 ชม.
- 5) เก็บตัวอย่างสารละลายในแต่ละขวด 5 มล. เพื่อวิเคราะห์หาความเข้มข้นของไทรโคลอโรเอทธิลีนในสารละลายที่สถานะสมดุล (C_{Eq}) และ Blank (C_{Blk}) ด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีแบบเฮคสเปส ซึ่งกล่าวถึงในหัวข้อ 3.4.1
- 6) นำยางซิลิโคนมาชั่งน้ำหนัก บันทึกค่า W_{wet}
- 7) ทำการทดลองซ้ำจากข้อที่ 4) โดยเปลี่ยนอุณหภูมิควบคุมเป็น 50 60 และ 70 องศาเซลเซียส ตามลำดับ
- 8) ทำการทดลองซ้ำจากข้อที่ 2) โดยเปลี่ยนเป็นสารละลายโทลูอิน

3.3.3 การทดลองแยกสารละลายไทรโคลอโรเอทธิลีนและโทลูอินโดยกระบวนการเพอร์เวเพอร์ชัน

- 1) เตรียมสารละลายไทรโคลอโรเอทธิลีนความเข้มข้น 500 พีพีเอ็ม บรรจุอยู่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 2 ลิตร
- 2) เดินเครื่องปั๊มสายรัดเพื่อป้อนสารละลายเริ่มต้นเข้าสู่ระบบ โดยควบคุมอัตราการไหล 3.3 ล./ชม. และอุณหภูมิของสารป้อน 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที เพื่อให้ระบบเข้าสู่สถานะสมดุลของระบบ
- 3) เดินเครื่องปั๊มสุญญากาศ บันทึกปริมาตรของสารป้อนเริ่มต้น พร้อมทั้งเก็บตัวอย่างสารป้อน 5 มล. ในขวดเก็บตัวอย่างเพื่อนำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีแบบเฮคสเปส ซึ่งกล่าวถึงในหัวข้อ 3.4.1
- 4) เก็บตัวอย่างหลังจากเดินเครื่องปั๊มสุญญากาศที่เวลา 30 60 120 180 และ 240 นาที
- 5) เมื่อครบ 240 นาที บันทึกปริมาตรสารป้อนสุดท้าย และปิดเครื่องปั๊มสุญญากาศและล้างชุดเยื่อแผ่นด้วยน้ำปราศจากไอออนเป็นเวลา 6 ชม.
- 6) ทำการทดลองข้อที่ 2 ซ้ำ โดยเปลี่ยนสถานะที่ทำวิจัยดังตาราง 3.1

ตาราง 3.1 สถานะของกระบวนการเพอร์เวเพอร์ชันและตัวแปรต่าง ๆ

| สถานะที่ทดลอง | ค่าของตัวแปรอิสระ |
|--------------------------------|-----------------------------|
| อุณหภูมิของสารป้อน (°C) | 40 50 60 70 |
| อัตราการไหลของสารป้อน (ล./ชม.) | 3.3 8.4 14.3 19.5 25.1 |
| ชนิดของสารละลาย | ไทรโคลอโรเอทธิลีนและโทลูอิน |

3.4 การวิเคราะห์ความเข้มข้นของไตรคลอโรเอทิลีนและโทลูอินด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (GC) แบบเฮดสเปส

หลักการวิเคราะห์หาปริมาณสารอินทรีย์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (GC) แบบเฮดสเปส แสดงในภาคผนวก ข โดยที่สภาวะสมดุลของเทคนิคเฮดสเปสมาจากการทดลองของ สุจินดา โรจนศักดิ์โสธร (2531) และ วุฒิชัย เย็นธงชัย (2535) เครื่อง GC ที่ใช้ในการวิจัยนี้เป็นเครื่องของบริษัท Phillip รุ่น PU-4410 ดังรูป 3.5 พร้อมกับโปรแกรมวิเคราะห์ข้อมูล UNICAM ProGC ตั้งอยู่ที่ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์และเครื่องมือภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่อ่านได้จากโปรแกรม UNICAM ProGC แสดงในภาคผนวก ค



รูปที่ 3.5 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี Phillip รุ่น PU-4410

คุณสมบัติและสภาวะของเครื่อง GC ที่ใช้ในการวิเคราะห์ไตรคลอโรเอทิลีนและโทลูอินในการวิจัยนี้และเปรียบเทียบกับงานวิจัยของสุจินดา โรจนศักดิ์โสธร (2531) และ วุฒิชัย เย็นธงชัย (2535) แสดงในตาราง 3.2

ตาราง 3.2 คุณสมบัติและสภาวะของเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีที่ใช้ในการวิเคราะห์ของการวิจัย

| | สำหรับงานวิจัยนี้ | | สุจินดา โรจนศักดิ์โสธร (2531) | วุฒิชัย เย็นธงชัย (2535) |
|------------------------------|--|---------|---|---|
| Measurement of | Trichloroethylene | Toluene | Ethyl benzene Chlorobenzene Dichlorobenzene | Methylenechloride Trichloroethylene Trichloroethane Carbon tetrachloride Chloroform |
| GC Model | Phillip PU-4410 | | Shimadzu GC-R1A | Hewlett Packard HP5890 |
| GC Specification | | | | |
| Column | Supelco Fused silica capillary column SPB™-1 15m.× 0.2 mm.×0.2 μm. Film thickness | | 1.8 m × 3 mm ID, glass column packed with 8.9% FFAP on Chromosorb WAV. 100/120 mesh | 25 m × 0.32 mm ID, HP-5 (5% Phenyl Methyl silicone) Capillary column |
| Detector | FID | | FID | FID |
| Carrier Gas (ml/min) | - | | 40 | 50 |
| : N ₂ | - | | - | 1.5 |
| : He | 33 | | - | 40 |
| : H ₂ | 30 | | 500 | 380 |
| : Air | 330 | | No | 25:1 |
| Spilt Ratio | 20:1 | | No | 25:1 |
| GC Conditions | | | | |
| Detector Temperature (°C) | 250 | 210 | 210 | 250 |
| Injector Temperature (°C) | 150 | 110 | 210 | 150 |
| Column Temperature (°C) | 100 | 110 | 80 °C for 9 min., then to 110 °C at 30 °C/min hold for 8 min. | 36 °C (1 min) to 100 °C (10 min) at 5 °C/min |
| Headspace Condition | | | | |
| Equilibrium Temperature (°C) | 60 | | 45 | 60 |
| Equilibrium Time (min) | 60 | | 30 | 60 |
| Liquid / Gas Ratio (ml) | 5 / 7 | | 5 / 7 | 1 / 1 |
| Injector Volume (ml) | 0.2 | | 2.0 | 1.5 |

3.4.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการเก็บและวิเคราะห์ตัวอย่าง

สารละลายตัวอย่างที่เก็บมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (GC) แบบเฮดสเปตนี้จะอยู่ในขวดยาฉีดปิดฝาสนิท และเก็บไว้ในอุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส ก่อนนำมาวิเคราะห์ รูปที่ 3.6 แสดงอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการเก็บและวิเคราะห์ตัวอย่าง ซึ่งมีดังนี้

- 1) ขวดยาฉีด (serum vial) ขนาด 12 มล.
- 2) septum ชนิด Teflon/Silicone เส้นผ่านศูนย์กลาง 20 มม.
- 3) ฝาอลูมิเนียม (Aluminum crimp)
- 4) คีมบีบขวดยาฉีด (crimper)
- 5) ชุดอ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ
- 6) gas-tight syringe ปริมาตร 1 มล.



รูปที่ 3.6 อุปกรณ์และเครื่องมือสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีแบบเฮดสเปต

3.4.2 ขั้นตอนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (GC) แบบเฮดสเปส

การวิเคราะห์ความเข้มข้นของสารอินทรีย์ในสารละลายตัวอย่างนี้เป็นการวิเคราะห์โดยการเทียบกับสารละลายมาตรฐานแบบ external standard ซึ่งการทำกราฟมาตรฐานจะกล่าวถึงในหัวข้อ 3.4.3 ขั้นตอนการวิเคราะห์มีดังนี้

- 1) ตั้งสถานะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ดังตาราง 3.2
- 2) นำขวดบรรจุสารละลายตัวอย่างเข้าในอ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ให้เข้าสู่สภาวะสมดุลนาน 60 นาที
- 3) ดึงตัวอย่างไอในขวดปริมาตร 0.2 มล. ฉีดตัวอย่างเข้าเครื่อง GC
- 4) บันทึกพื้นที่ที่ได้กราฟเพื่อนำมาวิเคราะห์ความเข้มข้นของสารอินทรีย์ เทียบกับกราฟมาตรฐาน

3.4.3 การทำกราฟมาตรฐานของสารละลายไตรคลอโรเอทิลีนและโทลูอีน

เตรียมสารละลายไตรคลอโรเอทิลีนและโทลูอีน ความเข้มข้น 0 100 200 และ 500 พีพีเอ็ม ใส่ในขวดเก็บตัวอย่าง ความเข้มข้นละ 3 ขวด ทำการวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟีแบบเฮดสเปสดังขั้นตอนในหัวข้อ 3.4.2 นำมาหาพื้นที่ที่ได้กราฟเฉลี่ยของแต่ละความเข้มข้นเพื่อเป็นกราฟมาตรฐาน ซึ่งแสดงในภาคผนวก ง.