

บทที่ 4

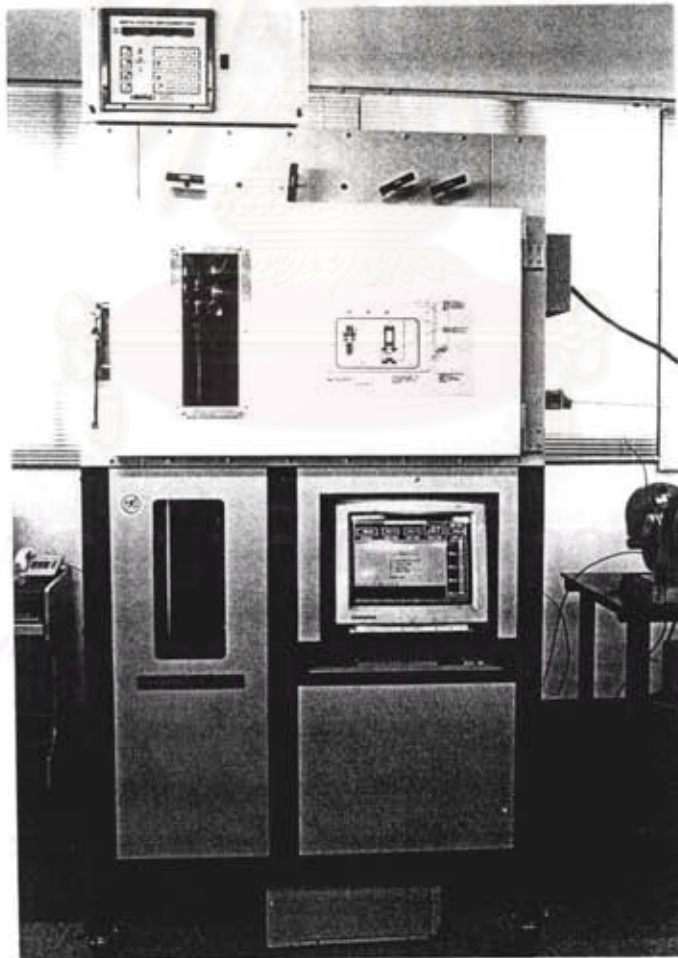
อุปกรณ์และวิธีการดำเนินงานวิจัย

4.1 อุปกรณ์

4.1.1 เครื่อง PVT (Pressure Volume Temperature) ของ RUSKA รุ่น 2370 เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวัดความดันอุณหภูมิและปริมาตรดังรูปที่ 4.1 โดยมีคุณสมบัติดังนี้

ความดัน

ช่วงในการวัด (Range)	0 – 10,000 ปอนด์/ตารางนิ้ว(PSIA)
ความคาดเคลื่อนในการวัด(Resolution)	1 ปอนด์/ตารางนิ้ว
การวัดที่ไม่เป็นเส้นตรง (Nonlinearity)	≤ 0.05 % F.S. (Full Scale)
อุณหภูมิที่มีผลต่อการวัด	≤ 0.05 % F.S.



รูปที่ 4.1 เครื่อง PVT รุ่น 2370 ของบริษัท Ruska

ปริมาณ

ปริมาณในระบบของความดัน 400 มิลลิลิตร

อุณหภูมิ

ช่วงการวัด อุณหภูมิห้องถึง 200 °ซ

ความคาดเคลื่อนในการวัด 0.1 °ซ

ความถูกต้องในการวัด (Accuracy) ± 0.5 °ซ

การควบคุมอุณหภูมิ (Control) ± 0.2 °ซ



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 4.2 เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี รุ่น 6890

4.1.2 เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี (Gas Chromatograph,GC) รุ่น 6890 ของบริษัท Hewlett Packard ในการทดลองจะใช้ Capillary Column รุ่น Wasson KC21 ขนาดความยาว 30 เมตร เส้นผ่าศูนย์กลาง 250 ไมโครเมตร หน้า 0.25 ไมโครเมตร และใช้ FID(Flame Ionization detector)

4.2 สารเคมี

เบนซีน ของบริษัท CARLO ERBA, Italy โดยมีคุณสมบัติดังนี้ มี เบนซีน 99.8 % สารเจือปนประมาณ 0.2 %

โทลูอีน ของบริษัท CARLO ERBA, Italy โดยมีคุณสมบัติดังนี้ มีโทลูอีน 99.8 % สารเจือปนประมาณ 0.2 %

เมตาไซลีน ของบริษัท FLUKA, Switzerland โดยมีคุณสมบัติดังนี้ มีเมตาไซลีน 98 % สารเจือปนประมาณ 2 %

ก๊าซไนโตรเจน ชนิดเกรดอุตสาหกรรมของบริษัท TIGG

4.2 วิธีการวิเคราะห์ก๊าซโครมาโตกราฟี

4.3.1 การตั้งค่าพารามิเตอร์ของการวิเคราะห์

ในการวิเคราะห์จะต้องมีการตั้งค่าต่างๆในอุปกรณ์ในเครื่องGCที่จะแบ่งออกเป็น การวิเคราะห์ห้องค้ำประกอบของเหลวและการวิเคราะห์ห้องค้ำประกอบไอ

การตั้งค่าพารามิเตอร์ของการวิเคราะห์ห้องค้ำประกอบของเหลว

ปรับอุณหภูมิเตาอบ เริ่มต้นที่อุณหภูมิ 50 °ซ คงไว้ 2 นาที และปรับอุณหภูมิไปจนอุณหภูมิ 60 °ซ ด้วยอัตรา 1 °ซ/นาที และคงอุณหภูมิไว้ 1 นาที ทางเข้าของสารจะตั้งอุณหภูมิ 200 °ซ และการแยกสารออก (split) ด้วยอัตราส่วน 150:1 อัตราการไหลเข้าคอลัมน์ของก๊าซฮีเลียม (He) 5.6 มิลลิลิตร/นาที ตัวตรวจวัด (detector) ใช้ FID ตั้งอุณหภูมิ 250 °ซ อัตราการไหลของไฮโดรเจน 30 มิลลิลิตร/นาที อัตราการไหลของอากาศ 400 มิลลิลิตร/นาที

การตั้งค่าพารามิเตอร์ของการวิเคราะห์ห้องค้ำประกอบไอ

ปรับอุณหภูมิเตาอบ เริ่มต้นที่อุณหภูมิ 50 °ซ คงไว้ 2 นาที และปรับอุณหภูมิไปจนอุณหภูมิ 60 °ซ ด้วยอัตรา 1 °ซ/นาที และคงอุณหภูมิไว้ 1 นาที ทางเข้าของสารจะตั้งอุณหภูมิ 200 °ซ และไม่มีการแยกสารออก (splittless) อัตราการไหลเข้าคอลัมน์ของก๊าซฮีเลียม(He) 5.6 มิลลิลิตร/นาที ตัวตรวจวัด (detector) ใช้ FID ตั้งอุณหภูมิ 250 °ซ อัตราการไหลของไฮโดรเจน 30 มิลลิลิตร/นาที อัตราการไหลของอากาศ 400 มิลลิลิตร/นาที

4.3.2 การสร้างกราฟมาตรฐาน(Standard Curve)

ในการสร้างกราฟมาตรฐานจะแบ่งออกเป็นสองส่วนคือ การสร้างกราฟมาตรฐานขององค์ประกอบของเหลวและการสร้างกราฟมาตรฐานขององค์ประกอบไอ

การสร้างกราฟมาตรฐานของเหลว

1. เตรียมสารที่เป็นมาตรฐานคือผสมเบนซีน, โทลูอิน และเมตาไซลีน โดยการชั่งน้ำหนักซึ่งคำนวณความเข้มข้นของสารที่เตรียมนี้ได้ ความเข้มข้นที่เตรียมจะมีความใกล้เคียงกับสารตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ ซึ่งจะได้ทั้งหมด 10 ตัวอย่าง
2. ฉีดสารที่เตรียมข้างต้นประมาณ 1 ไมโครลิตร ทุกๆ ขวดรวมกับเครื่อง GC และเพิ่มอีก 3 ตัวอย่าง คือ เบนซีน, โทลูอินและเมตาไซลีน รวมทั้งหมด 13 ตัวอย่าง
3. เมื่อทำการฉีดทั้งหมดจะได้พื้นที่ใต้กราฟ ซึ่งจะนำมาสร้างกราฟระหว่างพื้นที่ใต้กราฟกับความเข้มข้นข้างต้น โดยมีทั้งหมดสามกราฟด้วยกัน ในการสร้างกราฟมาตรฐานนี้ใช้โปรแกรม Chem Station ของบริษัท Hewlett Packard ซึ่งสร้างกราฟเป็นเส้นตรง ความเข้มข้นของสารคำนวณได้จากสมการเส้นตรงที่ได้จากกราฟ

การทำกราฟมาตรฐานไอ

1. เตรียมสารมาตรฐานในสัดส่วนของเหลวจำนวน 15 ตัวอย่างและฉีดสารมาตรฐานเป็นของเหลวปริมาณ 1 ไมโครลิตร ซึ่งทราบปริมาณโมลของสารแต่ละชนิดในของเหลวที่ฉีดในปริมาณ 1 ไมโครลิตร
2. สร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณโมลที่ฉีดกับพื้นที่ใต้กราฟ กราฟจะเป็นเส้นโค้งสามารถเขียนเป็นสมการโพลีโนเมียลกำลังสองได้ เมื่อทดสอบตัวอย่างทำให้ทราบปริมาณโมลของสารแต่ละตัว จะคำนวณความเข้มข้นของไอเป็นสัดส่วนโดยโมลได้

4.4 วิธีการทดลองหาความดันไอและองค์ประกอบของไอจากจุดเกิดฟอง

จะหาโดยใช้ทฤษฎีจุดเกิดฟองคือ เมื่อให้ความร้อนแก่ของเหลวแล้วจะเกิดฟองโดยจุดนี้จะเป็นจุดหนึ่งในระบบสมดุลของสมดุลไอ-ของเหลว และฟองที่เกิดมีปริมาณไม่มากพอที่มีผลทำให้ความเข้มข้นของของเหลวเปลี่ยนแปลงไป ดังนั้นในการทดลองนี้หาสมดุลไอ-ของเหลวที่จุดเกิดฟอง

4.4.1 วิธีการทดลองหาความดันไอของระบบสามองค์ประกอบ

- 4.4.1.1 ผสมสารสามองค์ประกอบ เบนซีน, โทลูอินและเมตาไซลีน ดังตารางที่ 4.2 ในการผสมจะชั่งน้ำหนักอย่างคร่าวๆ โดยให้น้ำหนักรวมประมาณ 50 กรัม ซึ่งจะมีปริมาตรประมาณ 60-70 มิลลิลิตร นำของผสมใส่ในกระบอกแรงดันของเครื่อง PVT (รูปที่ 4.3)
- 4.4.1.2 จากนั้นให้ความร้อน ตั้งอุณหภูมิของตุ๋นที่ 70 °C รอจนกระทั่งอุณหภูมิของกระบอกแรงดันด้านบน(Cell Temperature)คงที่ประมาณ 69.5 °C จะใช้เวลาประมาณ 2-3

ชั่วโมง (ระบบยังเปิดสู่บรรยากาศอยู่) ปรับให้ความดันในระบบออกแรงดันอ่านได้ 1 บรรยากาศ (Set Zero Pressure) ปรับระดับของของเหลวให้เต็มระบบออกแรงดันจากนั้นปิดวาล์ว และทำความสะอาดท่อด้านบนโดยการใช้ก๊าซไนโตรเจนไล่สารที่เหลือออกจนไม่มีสารเหลืออยู่ และปิดวาล์วทางเข้าและทางออกของก๊าซไนโตรเจน ตั้งระบบให้ควบคุมที่ความดันคงที่ที่ 800-1500 กิโลปาสคาล ให้ความร้อนตั้งอุณหภูมิของตู้อบที่ 150 °C รอประมาณ 5-6 ชั่วโมง

4.4.1.3 เมื่ออุณหภูมิคงที่แล้ว (สังเกตจากอุณหภูมิของระบบออกแรงดันประมาณ 148.8 °C) ลดความดันลงอย่างช้าๆ จนเกิดฟองขึ้น โดยฟองจะมีปริมาตรประมาณ 0.3 มิลลิลิตร บันทึกความดัน

4.4.1.4 ปิดวาล์วอย่างช้าๆ ให้ไอออกไปประมาณ 0.2 มิลลิลิตร (ระวังอย่าให้ของเหลวไหลออกไป) ปิดวาล์ว ไอจะอยู่บริเวณเหนือวาล์ว ใช้กระบอกลดความดันแล้วฉีดเข้าเครื่อง GC ทดสอบองค์ประกอบทันที (โดยกระบอกลดต้องอบให้ร้อนก่อน ควรทำให้ร้อนกว่าหรือเท่ากับอุณหภูมิที่ทำการทดลองและการนำไปฉีดต้องอุณหภูมิเพิ่ม) ควบคุมความดันให้คงที่อีกครั้งและลดอุณหภูมิจนกระทั่งถึงอุณหภูมิห้อง เก็บตัวอย่างของเหลว ทดสอบกับเครื่อง GC เก็บผลที่ได้

4.4.1.5 ทำการทดลองใหม่เริ่มจากข้อ 4.4.1.2 ถึง 4.4.1.4 อีกสามการทดลองโดยเปลี่ยนอุณหภูมิของตู้อบเป็น 160, 170 และ 180 °C ตามลำดับ (อุณหภูมิของระบบออกแรงดันประมาณ 158.6, 168.5 และ 178.4 °C ตามลำดับ)

4.4.1.6 เปลี่ยนสารใหม่ตามส่วนผสมดังตารางที่ 4.2 โดยประมาณ ก่อนที่จะใส่สารในระบบออกแรงดันจะต้องถ่ายสารเก่าทิ้งและให้ความร้อนโดยตั้งอุณหภูมิตู้อบสูงประมาณ 160 °C ปิดวาล์วทั้งหมดไล่ไอของสารด้วยก๊าซไนโตรเจน เพื่อเป็นการกำจัดสารออก แล้วลดอุณหภูมิจนถึงอุณหภูมิห้องจึงใส่สารใหม่ ทำการทดลองตั้งแต่ข้อ 4.4.1.1 เป็นต้นมา

4.4.2 วิธีการทดลองหาความดันไอของระบบสององค์ประกอบ

การทดลองระบบสององค์ประกอบก็ทำเช่นเดียวกับระบบสามองค์ประกอบ แต่ความเข้มข้นจะเป็นดังตารางที่ 4.3 และทดลองเพิ่มที่อุณหภูมิตู้อบที่ 137 °C กับคู่สารเบนซีน-โทลูอีน เพื่อปรับแต่งค่าความดันกับผลงานของ Klara และคณะ (1987)

ตารางที่ 4.1 แสดงความเข้มข้นอย่างคร่าวๆ ของสารสามองค์ประกอบที่ต้องผสม

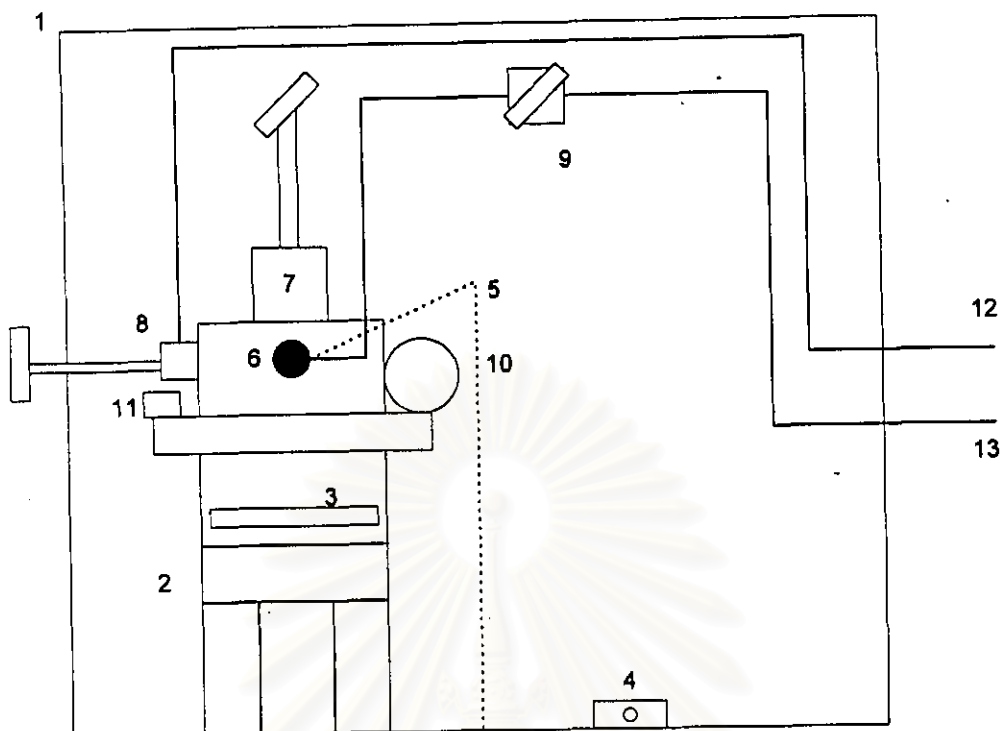
ตัวอย่างที่	x_{Benzene}	x_{Toluene}	$x_{\text{m-Xylene}}$
1	0.66	0.17	0.17
2	0.5	0.33	0.17
3	0.5	0.17	0.33
4	0.33	0.5	0.17
5	0.33	0.33	0.33
6	0.33	0.17	0.5
7	0.17	0.66	0.17
8	0.17	0.5	0.33
9	0.17	0.33	0.5
10	0.17	0.17	0.66

ตารางที่ 4.2 แสดงความเข้มข้นอย่างคร่าวๆ ของสารสององค์ประกอบที่ต้องผสม

ตัวอย่างที่	x_1	x_2
1	0.3	0.7
2	0.5	0.5
3	0.7	0.3

หมายเหตุ x_1 , x_2 เป็นความเข้มข้นของ เบนซีน-โทลูอีน, เบนซีน-เมตาไซลีน และ โทลูอีน-เมตาไซลีน ในสารสององค์ประกอบ หน่วยเป็นสัดส่วนโดยมวล

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.3 แสดงกระบอกแรงดันของเครื่อง PVT

โดยที่ (1) เตาอบ, (2) กระบอกแรงดัน, (3) แท่งกวนแม่เหล็ก, (4) เทอร์โมคอปเปอร์,
 (5) สายสัญญาณความดันและอุณหภูมิ, (6) จุดเก็บตัวอย่างไอ, (7) วาล์วเปิดปิดกระบอก
 แรงดัน, (8) วาล์วเปิดปิดทางเข้าก๊าซไนโตรเจน, (9) วาล์วเปิดปิดทางออกก๊าซทิ้ง,
 (10) กระจกมองข้าง, (11) ไฟส่อง, (12) ทางเข้าก๊าซไนโตรเจน และ (13) ทางออกก๊าซทิ้ง

สถาบันวิทยบริการ
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย