# บทที่ 3

# การทดลอง

## 3.1 ระบบการวัดสมดุลการดูดซับ

### 3.1.1 ตัวดูดซับ

ซีโอไลต์ NaA และ NaX ชนิดเม็ดรูปทรงกระบอกขนาด 1/16 นิ้ว จากบริษัท ยูเนียนคาร์ไบด์ ประเทศไทย และซีโอไลต์ NaY ชนิดผงละเอียด จากบริษัท ทาเคดะ เคมีและอุตสาหกรรม ใช้เป็นตัวดูดซับ โดยมีสูตรโมเลกุล และสัดส่วน Si/Al ที่เป็นองค์ประกอบแสดงดังตารางที่ 3.1 ซึ่งซีโอไลต์

ตารางที่ 3.1: สูตรโมเลกุล และสัดส่วน Si/Al ของซีโอไลต์ที่ใช้ศึกษาสมดุลการดูดซับ

| ชนิด | สูตรโมเลกุล | สัดส่วน Si/Al |
|---|---|---|
| NaA | $Na_{12}[(AlO_2)_{12}(SiO_2)_{12}]$ | 1.0 |
| NaX | $Na_{77}[(AlO_2)_{77}(SiO_2)_{115}]$ | 1.5 |
| NaY | $Na_{48}[(AlO_2)_{48}(SiO_2)_{144}]$ | 3.0 |

NaY ผ่านขั้นตอนการอัดเม็ดก่อนคัดให้มีขนาด 60–80 เมช (mesh) เช่นเดียวกับซีโอไลต์ NaA และ NaX ก่อนนำมาบรรจุในท่อเหล็กไร้สนิมเพื่อศึกษาสมดุลการดูดซับ สำหรับคุณลักษณะด้านพื้นที่ผิวจำเพาะ และขนาดของรูพรุนเฉลี่ย สามารถวิเคราะห์ได้จากสมดุลการดูดซับแก๊สไนโตรเจน ณ อุณหภูมิ 77 องศาเคลวิน โดยวิธี BET ด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ Micromeritic BET รุ่น ASAP 2000

### 3.1.2 แก๊สถูกดูดซับ

แก๊สมีเทน อีเทน และโพรเพน ซึ่งเป็นองค์ประกอบของแก๊สธรรมชาติจากแหล่งแก๊สในอ่าวไทย โดยการสนับสนุนจาก การปิโตรเลียม แห่งประเทศไทย ใช้เป็นแก๊สถูกดูดซับ โดยมีความบริสุทธิ์มากกว่าร้อยละ 99.8 โดยปริมาตร ซึ่งสมบัติทางกายภาพแสดงได้ดังตารางที่ 3.2 [37, 38, 39]

ตารางที่ 3.2: สมบัติทางกายภาพของแก๊สมีเทน อีเทน และโพรเพน

| สมบัติทางกายภาพ | มีเทน | อีเทน | โพรเพน |
|---|---|---|---|
| มวลโมเลกุล | 16.04 | 30.54 | 44.10 |
| เส้นผ่านศูนย์กลางจลนศาสตร์ของเลนนาร์ดโจน (Lennard-Jone Kinetic Dimeter, Å) | 3.82 | 4.42 | 5.06 |
| จุดเดือด ณ ความดันบรรยากาศ (°K) | 111.70 | 184.60 | 231.60 |
| อุณหภูมิวิกฤต (°K) | 190.60 | 305.40 | 369.80 |
| ความดันวิกฤต (atm) | 45.80 | 48.20 | 42.00 |
| อุณหภูมิการลุกติดไฟ (°K) | 616.49 | 788.16 | 758.72 |
| ความร้อนแฝงของการควบแน่น (kJ/mol) | 8.17 | 14.70 | 18.80 |
| ความสามารถในการถูกเหนี่ยวนำให้เกิดขั้วโดยสนามไฟฟ้า (Polarizability) | 2.6 | 3.9 | 5.0 |

### 3.1.3 แก๊สเฉื่อยผสม

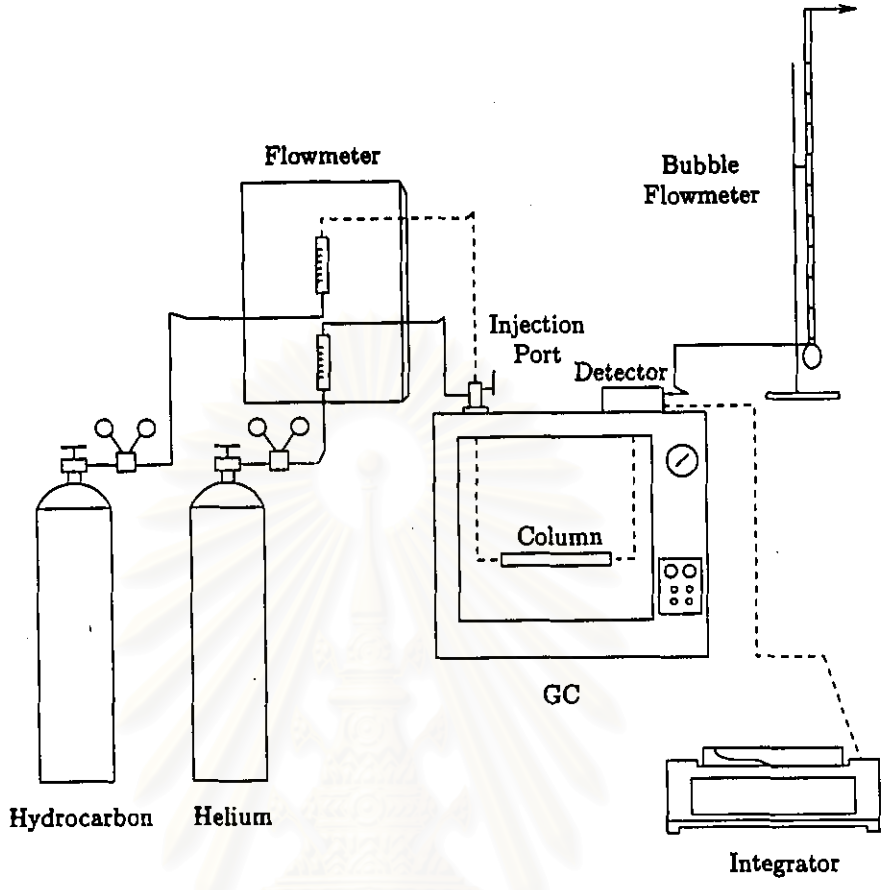
แก๊สฮีเลียมความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.995 โดยปริมาตร จากบริษัท ไทยอินดัสเตรียลแก๊ส จำกัด ใช้เป็นแก๊สพาในเครื่องแก๊สโครมาโทรการฟี และเป็นแก๊สเฉื่อยผสมสำหรับปรับความเข้มข้นต่างๆของแก๊สถูกดูดซับ มีเทน อีเทน และโพรเพน ซึ่งสมบัติทางกายภาพของแก๊สฮีเลียมแสดงได้ดังตารางที่ 3.3 [38]

ตารางที่ 3.3: สมบัติทางกายภาพของแก๊สฮีเลียมที่อุณหภูมิ 232 องศาเคลวิน

| สมบัติทางกายภาพ | |
|---|---|
| มวลโมเลกุล | 4.00 |
| ความหนาแน่น ณ อุณหภูมิ 323 °K ($g/cm^3$) | $1.78 \times 10^{-14}$ |
| ความหนืด ณ อุณหภูมิ 323 °K (g/cm.s) | 0.019 |
| จุดเดือด (°K) | 4.10 |
| อุณหภูมิวิกฤต (°K) | 5.26 |
| ความดันวิกฤต (atm) | 2.26 |

## 3.2 เครื่องมือการทดลอง

แผนผังการจัดตั้งเครื่องมือในการศึกษาสมดุลการดูดซับ โดยเทคนิคการไหลผ่านทะลุหอดูดซับซีโอไลต์ของแก๊สถูกดูดซับแบบต่อเนื่อง แสดงได้ดังรูปที่ 3.1




รูปที่ 3.1: แผนผังการจัดตั้งเครื่องมือในการศึกษาการดูดซับ โดยเทคนิคการไหลผ่านทะลุหอดูดซับแบบต่อเนื่อง

ซีโอไลต์แต่ละชนิดซึ่งคัดให้มีขนาด 60–80 เมช ถูกบรรจุในท่อเหล็กไร้สนิม (stainless steel) ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.46 เซ็นติเมตร และส่วนบรรจุยาวประมาณ 8 เซ็นติเมตร ปลายทั้งสองข้างของท่อถูกอุดด้วยใยแก้ว เพื่อป้องกันการฟุ้งกระจายออกของตัวดูดซับซีโอไลต์ และปรับลักษณะการไหลของแก๊ส สำหรับความหนาแน่นของซีโอไลต์ที่บรรจุแล้ว (bulk density, $\rho_b$) สามารถคำนวณได้จากมวลรวมของซีโอไลต์ที่ใช้ ดังนั้น ความพรุนของส่วนบรรจุซีโอไลต์ (porosity, $\varepsilon$) จะสามารถคำนวณหาได้เมื่อทราบความหนาแน่นของอนุภาคซีโอไลต์ (particle density, $\rho_p$) โดยอาศัยความสัมพันธ์ดังสมการที่ 3.1 ซึ่งลักษณะของหอดูดซับบรรจุซีโอไลต์แต่ละชนิด สรุปได้ดังตารางที่ 3.4

$$\rho_p = \frac{\rho_b}{1-\varepsilon} \tag{3.1}$$

หอดูดซับสำหรับศึกษาสมดุลการดูดซับ ติดตั้งไว้ภายในเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี Shimadzu 8A เพื่อควบคุมสภาวะอุณหภูมิให้คงที่ ในระหว่างการวัดเส้นโค้งไหลผ่านทะลุ โดย

หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ตารางที่ 3.4: ลักษณะของหอดูดซับสำหรับศึกษาสมดุลการดูดซับ

| คุณสมบัติ | NaA | NaX | NaY |
|---|---|---|---|
| ความยาวของส่วนบรรจุซีโอไลต์ (cm) | 8 | 8 | 8 |
| มวลของซีโอไลต์ (g) | 1.0691 | 1.0621 | 0.8647 |
| ความหนาแน่นของอนุภาคซีโอไลต์ ($g/cm^3$) | 1.2870 | 1.2506 | 1.0293 |
| ความหนาแน่นของซีโอไลต์ที่บรรจุแล้ว ($g/cm^3$) | 0.8140 | 0.8087 | 0.6584 |
| ความพรุนของส่วนบรรจุซีโอไลต์, $\varepsilon$ | 0.3675 | 0.3534 | 0.3603 |

ปลายด้านหนึ่งของหอดูดซับต่อเข้ากับวาล์วสำหรับป้อนแก๊สถูกดูดซับ ส่วนปลายอีกด้านหนึ่งต่อเข้าโดยตรงกับเครื่องตรวจวัดความเข้มข้นของแก๊สถูกดูดซับที่ผ่านทะลุออกจากหอดูดซับ ซึ่งเป็นเครื่องตรวจวัดชนิดความนำความร้อน (Thermal Conductivity Detecter, TCD) สัญญาณที่ตรวจวัดได้ถูกส่งไปยังเครื่องแสดงผล Chromatopac รุ่น C-R 3A โดยจะแสดงผลอย่างต่อเนื่องเป็นเส้นโค้งไหลผ่านทะลุ

## 3.3 วิธีวัดเส้นโค้งไหลผ่านทะลุ

ข้อมูลสมดุลการดูดซับสามารถวัดได้จาก เส้นโค้งไหลผ่านทะลุของแก๊สไฮโดรคาร์บอนความเข้มข้นต่างๆ ที่ป้อนเข้าสู่หอดูดซับ ซึ่งก่อนการทดลองแต่ละครั้ง หอดูดซับจะถูกปรับคืนสภาพ (regenerate) โดยให้แก๊สฮีเลียมไหลผ่านด้วยความเร็ว 12 เซ็นติเมตรต่อวินาที ณ อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส นาน 3 ชั่วโมง เพื่อไล่น้ำและแก๊สต่างๆที่ถูกดูดซับไว้ให้หมดไป แล้วปรับให้หอดูดซับมีอุณหภูมิเท่ากับสภาวะที่จะศึกษาสมดุลการดูดซับ คือ 35, 50, 75 และ 100 องศาเซลเซียส ซึ่งในระหว่างการทดลองแต่ละครั้ง หอดูดซับจะถูกคืนสภาพโดยมีแก๊สฮีเลียมไหลผ่านที่สภาวะเดียวกันนี้เป็นระยะเวลาที่นานพอ เพื่อให้สัญญาณจากเครื่องตรวจวัดความเข้มข้นที่ส่งไปยังเครื่องแสดงผลมีลักษณะคงที่ และมีความพร้อมสำหรับการทดลอง

สำหรับการวัดสมดุลการดูดซับจากเส้นโค้งไหลผ่านทะลุ จะศึกษาในช่วงความเข้มข้นประมาณร้อยละ 10–70 โดยปริมาตร โดยแก๊สผสมที่ไหลเข้าสู่หอดูดซับมีความเร็วรวมประมาณ 15 เซ็นติเมตรต่อวินาที ซึ่งการปรับความเข้มข้นของแก๊สผสมเพื่อป้อนเข้าสู่หอดูดซับ สามารถทำได้โดยการปรับสัดส่วนของอัตราการไหลของแก๊สไฮโดรคาร์บอน และแก๊สฮีเลียมจากอุปกรณ์ควบคุมอัตราการไหล ซึ่งปรับตั้งค่าที่สภาวะในการทดลองไว้แล้ว โดยอุปกรณ์วัดอัตราการไหลแบบฟองสบู่ซึ่งถูกติดตั้ง

ณ ตำแหน่งทางออกของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี สำหรับความดันของหอดูดซับสามารถอ่านได้จากมาตรวัดความดัน อย่างไรก็ตาม ก่อนเริ่มวัดเส้นโค้งไหลผ่านทะลุ จำเป็นต้องปล่อยให้สัญญาณจากเครื่องตรวจวัดความเข้มข้นของแก๊สถูกดูดซับ ที่ส่งไปยังเครื่องแสดงผลมีลักษณะคงที่ โดยสังเกตจากระดับของเส้นไม่เปลี่ยนแปลง และเมื่อเริ่มป้อนแก๊สถูกดูดซับแบบต่อเนื่อง แก๊สถูกดูดซับจะไหลจากถังเก็บผ่านวาล์วป้อนสารเข้าผสมกับแก๊สฮีเลียม ซึ่งไหลผ่านหอดูดซับในอัตราคงที่อย่างต่อเนื่อง แล้วแก๊สผสมจึงไหลผ่านเข้าสู่หอดูดซับ สัญญาณจากเครื่องตรวจวัดความเข้มข้นของแก๊สถูกดูดซับที่ออกจากหอดูดซับซึ่งตรวจวัดได้ จะถูกคำนวณ และแสดงเป็นเส้นโค้งไหลผ่านทะลุโดยเครื่องแสดงผล เมื่อการดูดซับเข้าสู่สภาวะคงที่โดยระดับของเส้นไม่เปลี่ยนแปลง วาล์วป้อนแก๊สจะถูกปิด และแก๊สถูกดูดซับที่เหลือในหอดูดซับจะถูกแก๊สฮีเลียมพาให้เคลื่อนออกจากหอดูดซับจนหมด

ข้อมูลสมดุลการดูดซับ สามารถวิเคราะห์ได้จากเส้นโค้งไหลผ่านทะลุของแก๊สมีเทน อีเทน หรือโพรเพน ความเข้มข้นต่างๆ ซึ่งป้อนเข้าสู่หอดูดซับของซีโอไลต์ NaA, NaX หรือ NaY ณ สภาวะอุณหภูมิที่กำหนด โดยการดุลมวลสารรอบหอดูดซับ อย่างไรก็ตาม เส้นโค้งไหลผ่านทะลุถูกวัดซ้ำ เพื่อตรวจสอบการได้ผลการทดลองเช่นเดิมภายใต้สภาวะเดียวกัน

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย