



บทที่ 3

การทดลอง

3.1 วิธีการทดลอง

การทดลองในการวิจัยประกอบด้วยการเตรียมด้านปลุกฤทธิ์ การทดลองดูคชัมไฮระเหย และการวิเคราะห์หาปริมาณตัวทำละลายในออร์มัลบิวทิลอะซีเตคที่ดูคชัมบนด้านปลุกฤทธิ์ ขั้นตอนการดำเนินการทดลองมีดังนี้

3.1.1 เตรียมด้านปลุกฤทธิ์ (ดูรายละเอียดใน 3.2) จากกะลามะพร้าว ชี้เลื่อย ชานอ้อย และแกลบที่สภาวะการเตรียมตามตารางที่ 3.1 แล้วนำด้านปลุกฤทธิ์กะลามะพร้าว ชี้เลื่อย ชานอ้อย และแกลบมาทดสอบการดูคชัมไฮระเหยในออร์มัลบิวทิลอะซีเตคพร้อมกัน เพื่อเปรียบเทียบความสามารถในการดูคชัมของด้านปลุกฤทธิ์ทั้งสี่ชนิด

ชั่งด้านปลุกฤทธิ์แต่ละชนิดหนัก 150 มิลลิกรัม บรรจุในหลอดแก้ว ขนาดความยาว 12 เซนติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 5 มิลลิเมตร แยกด้านปลุกฤทธิ์ในหลอดแก้วออกเป็นสองส่วนโดยใช้ไขแวกกันส่วนหน้า เมื่อด้านส่วนหน้าหนัก 100 มิลลิกรัม ส่วนหลังหนัก 50 มิลลิกรัม (การที่แบ่งด้านปลุกฤทธิ์ออกเป็นสองส่วน เพื่อเป็นเครื่องชี้ให้เห็นว่าการดูคชัมของหลอดด้านปลุกฤทธิ์ถึงจุด Breakthrough แล้ว ยังโดยดูเปอร์เซ็นต์ออร์มัลบิวทิลอะซีเตคที่ด้านปลุกฤทธิ์ส่วนหลังดูคชัมไว้) นำหลอดด้านปลุกฤทธิ์ทั้งสี่ชนิดมาทดสอบการดูคชัมไฮระเหยในออร์มัลบิวทิลอะซีเตคที่เตรียมขึ้นในตู้อากาศ โดยกำหนดสภาวะการทดลองตามตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.1 สภาวะการเตรียมถ่านปลุกฤทธิ์จากกะลามะพร้าว ชี้เลื่อย ชานอ้อย และแกลบ

สภาวะการคาร์บอนไนเซชัน	อุณหภูมิการเผา (°C) เวลา (ชั่วโมง)	400 1
ขนาดเม็ดถ่าน (เมช)		20/30
สภาวะการปลุกฤทธิ์	อุณหภูมิการเผา (°C) เวลา (ชั่วโมง) น.น ชิงค์คลอไรด์ต่อ น.น ถ่าน	700 3 2:1

ตารางที่ 3.2 สภาวะการทดสอบการดูดซับของถ่านปลุกฤทธิ์กะลามะพร้าว ชี้เลื่อย ชานอ้อยและแกลบ

ความเข้มข้นไอระเหยนอร์มัลบิวทีลอะซีเตค (ppm)	110
อัตราการไหลไอระเหยนอร์มัลบิวทีลอะซีเตค (ลบ.ซม./นาที)	400
เวลาการดูดซับ (นาที)	10

นำถ่านปลุกฤทธิ์ที่ทำกรทคลงแล้วไปวิเคราะห์หาปริมาณนอร์มัลบิวทีลอะซีเตคด้วยเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟฟี (ดูหัวข้อ 3.4) แยกวิเคราะห์ถ่านปลุกฤทธิ์ส่วนหน้าและส่วนหลัง ปริมาณนอร์มัลบิวทีลอะซีเตคในถ่านปลุกฤทธิ์ทั้งสองส่วนรวมกันเป็นปริมาณนอร์มัลบิวทีลอะซีเตคที่ถูกขับไว้ทั้งหมด (ผลการวิเคราะห์ปริมาณนอร์มัลบิวทีลอะซีเตคเป็นค่าเฉลี่ยร้อยละ แสดงในตารางที่ 4.1)

3.1.2 เตรียมถ่านปลุกฤทธิ์จากกะลามะพร้าว ซึ่งเป็นวัสดุที่เหมาะสมที่สุดเพราะถ่านที่ได้มีเนื้อแข็ง ไม่เปราะ และถูกขับไอระเหยได้ดี ที่สภาวะการเตรียมต่างๆโดยเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการคาร์บอนในเข้้น ขนาดเม็ดถ่าน และปริมาณซิงค์คลอไรด์ที่ใช้ปลุกฤทธิ์ตามตารางที่ 3.3 เพื่อหาสภาวะการเตรียมถ่านที่เหมาะสมในการนำไปใช้ถูกขับ ไอระเหยนอร์มัลบิวทีลอะซีเตค

บรรจุถ่านปลุกฤทธิ์แต่ละชนิดปริมาณ 275 มิลลิกรัม ลงในหลอดแก้วขนาดยาว 12 เซนติเมตร และเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 5 มิลลิเมตร แบ่งถ่านปลุกฤทธิ์เป็นสองส่วน ส่วนหน้า 200 มิลลิกรัม ส่วนหลัง 75 มิลลิกรัม นำหลอดถ่านปลุกฤทธิ์มาเก็บไอระเหยนอร์มัลบิวทีลอะซีเตคพร้อมกันครั้งละ 1 ชุด ที่สภาวะการทดลองตามตารางที่ 3.4

นำถ่านปลุกฤทธิ์ที่ทำกรทคสอบแล้วไปวิเคราะห์หาปริมาณนอร์มัลบิวทีลอะซีเตคด้วยเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟฟี โดยแยกวิเคราะห์ถ่านปลุกฤทธิ์ส่วนหน้าและส่วนหลังทำนองเดียวกับหัวข้อ 3.1:1 (ผลการวิเคราะห์ปริมาณนอร์มัลบิวทีลอะซีเตคเป็นค่าเฉลี่ยร้อยละ แสดงในตารางที่ 4.2)

ตารางที่ 3.3 สภาวะการเตรียมถ่านปลุกฤทธิ์กะลามะพร้าว ที่อุณหภูมิการคาร์บอนไนเซชันขนาดเม็ดถ่าน และอัตราส่วนน้ำหนักซิงค์คลอไรด์ก่อนตัดหน้าถ่านต่างๆกัน

ถ่านปลุกฤทธิ์ ชุดที่	สภาวะการคาร์บอนไนเซชัน เผาเป็นเวลา 1 ชั่วโมง อุณหภูมิการเผา (°C)	ขนาดเม็ดถ่าน (เมช)	สภาวะการปลุกฤทธิ์ เผาที่ 700°C เป็น เวลา 3 ชั่วโมง น้ำหนักซิงค์คลอไรด์ ต่อหน้าถ่าน
1	400	20/30	0.5:1 , 1:1 , 1.5:1 , 2:1
2	400	14/20	0.5:1 , 1:1 , 1.5:1 , 2:1
3	500	20/30	0.5:1 , 1:1 , 1.5:1 , 2:1
4	500	14/20	0.5:1 , 1:1 , 1.5:1 , 2:1
5	600	20/30	0.5:1 , 1:1 , 1.5:1 , 2:1
6	600	14/20	0.5:1 , 1:1 , 1.5:1 , 2:1

ตารางที่ 3.4 สภาวะการทดสอบการดูดซับไอระเหยบนถ่านปลุกฤทธิ์กะลามะพร้าวซึ่งมี
สภาวะการเตรียมแตกต่างกัน

อัตราการไหลของไอระเหยนอร์มัลปิวทีลอะซีเตค	350	ลบ.ซม. ก่อนาที
ความเข้มข้นไอระเหยนอร์มัลปิวทีลอะซีเตค	110	ppm
ช่วงเวลาดูดซับ	10	นาที

3.1.3 เปรียบเทียบความสามารถในการดูดซับไอระเหยนอร์มัลปิวทีลอะซีเตคของถ่าน
ปลุกฤทธิ์ที่เตรียมขึ้นเองกับที่ซื้อมาจากท้องตลาด

เลือกถ่านปลุกฤทธิ์ที่มีขายตามท้องตลาดมาชนิดหนึ่ง ที่มีเนื้อแข็งไม่หักง่าย
สามารถรักษารูปร่างและรูปร่างของเม็ดถ่านให้เหมือนเดิมซึ่งเหมาะในการนำไปใช้ดูดซับ
ก๊าซหรือไอ นำมาวอร์นคักเฉพาะเม็ดถ่านขนาด 20/30 เมช คือ ขนาดเม็ดถ่านที่ผ่าน
ตะแกรงร่อนนัมเบอร์ 20 เมชและค้างอยู่บนตะแกรงร่อนนัมเบอร์ 30 เมช อบในเตา
อบที่อุณหภูมิ 180 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงเก็บไว้ในโถดูดความชื้น

เลือกถ่านปลุกฤทธิ์กะลามะพร้าวที่เตรียมขึ้นเองใช้เปรียบเทียบ (เพราะกะลา
มะพร้าวมีคุณสมบัติทางฟิสิกส์เหมาะสำหรับดูดซับก๊าซ คือ มีเนื้อถ่านแข็งและมีประสิทธิภาพ
การดูดซับไอระเหยค่อนข้างสูง) มีสภาวะการเตรียมตามตารางที่ 3.5

ชั่งถ่านปลุกฤทธิ์แต่ละชนิดหนัก 350 มิลลิกรัม บรรจุในหลอดแก้วยาว 12
เซนติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 5 มิลลิเมตร นำมาทดสอบการดูดซับโดยมีสภาวะ
การทดลองตามตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.5 สภาวะการเตรียมของถ่านปลุกฤทธิ์กะลามะพร้าวที่นำมาเปรียบเทียบประสิทธิภาพการดูดซับไอระเหยกับถ่านปลุกฤทธิ์ที่มีขายตามท้องตลาด

สภาวะการคาร์บอนไนเซชัน	อุณหภูมิการเผา (°C)	400
	เวลา (ชั่วโมง)	1
ขนาดเม็ดถ่าน (เมช)	20/30	
สภาวะการปลุกฤทธิ์	อุณหภูมิที่เผา (°C)	700
	เวลา (ชั่วโมง)	3

ตารางที่ 3.6 สภาวะการทดสอบการดูดซับไอระเหย เพื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพการดูดซับของถ่านปลุกฤทธิ์ที่เตรียมขึ้นเองกับถ่านปลุกฤทธิ์ที่มีขายตามท้องตลาด

ความเข้มข้นไอระเหยนอร์มัลบิวทีลอะซีเตค	110	PPm
อัตราการไหลของไอระเหยนอร์มัลบิวทีลอะซีเตค	300	ลบ.ซม. ต่อ นาที
เวลาการดูดซับ	15	นาที

นำถ่านปลุกฤทธิ์ที่ทำการศึกษาทดสอบการดูดซับแล้วไปวิเคราะห์หาปริมาณนอร์มัลลิวที่โลหะซีเตคด้วยเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี (ดูหัวข้อ 3.4) ผลการวิเคราะห์ปริมาณนอร์มัลลิวที่โลหะซีเตคเป็นค่าเฉลี่ยร้อยละ แสดงในตารางที่ 4.3

3.1.4 การศึกษาอิทธิพลของอัตราการไหลของไอระเหยนอร์มัลลิวที่โลหะซีเตคต่อประสิทธิภาพการดูดซับของถ่านปลุกฤทธิ์กะลามะพร้าวที่เตรียมขึ้น

เลือกถ่านปลุกฤทธิ์กะลามะพร้าวมาทำการทดลอง ซึ่งมีสภาวะการเตรียมตามตารางที่ 3.7

ตารางที่ 3.7 สภาวะการเตรียมถ่านปลุกฤทธิ์กะลามะพร้าวที่นำมาทดลอง เพื่อศึกษาอิทธิพลของอัตราการไหลของไอระเหยต่อประสิทธิภาพการดูดซับ

ชนิดของถ่าน		ชนิดที่ 1	ชนิดที่ 2
		อุณหภูมิ (°C)	400
สภาวะการคาร์บอนไนเซชัน	เวลา (ชั่วโมง)	1	1
	น.น ซิงค์คลอไรด์ต่อ	2:1	1:1
	น.น ถ่าน		
สภาวะการปลุกฤทธิ์	อุณหภูมิ (°C)	700	700
	เวลา (ชั่วโมง)	3	3
	ขนาดเม็ถ่าน (เมช)	20/30	14/20

ซึ่งถ่านปลุกฤทธิ์กะลามะพร้าวแต่ละชนิดหนัก 500 มก. บรรจุในหลอดแก้วยาว 12 เซนติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 6 มิลลิเมตร นำถ่านปลุกฤทธิ์แต่ละชนิดไปทดลองดูดซับโดยมีสภาวะการทดลองตามตาราง 3.8

ตารางที่ 3.8 สภาวะการทดสอบการดูดซับไอระเหยนอร์มัลบิวทีลอะซีเตค เพื่อศึกษาอิทธิพลของอัตราการไหลของไอระเหยต่อประสิทธิภาพการดูดซับของถ่านปลุกฤทธิ์กะลามะพร้าว

ความเข้มข้นของไอระเหย	110 ppm
ปริมาตรของไอระเหยที่ไหลผ่านถ่านปลุกฤทธิ์	5 ลิตร
อัตราการไหลของไอระเหย (ลิตร/อนาที)	0.065 , 0.35 , 0.8 , 1.20

นำถ่านปลุกฤทธิ์ที่ทำการทดลองดูดซับแล้วไปวิเคราะห์หาปริมาณนอร์มัลบิวทีลอะซีเตคด้วยเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟฟี (ผลการวิเคราะห์ปริมาณนอร์มัลบิวทีลอะซีเตคเป็นค่าเฉลี่ยร้อยละแสดงในตารางที่ 4.4)

3.1.5 การศึกษาอิทธิพลของเวลาการดูดซับต่อประสิทธิภาพการดูดซับไอระเหยนอร์มัลบิวทีลอะซีเตคบนถ่านปลุกฤทธิ์

นำถ่านปลุกฤทธิ์กะลามะพร้าวที่เตรียมขึ้นเองมาทำการทดลอง 2 ชนิด มีสภาวะการเตรียมตามตาราง 3.7 และถ่านปลุกฤทธิ์ที่ขายตามท้องตลาดชนิดเดียวกันกับที่ใช้ทดลองในหัวข้อ 3.1.3

ซึ่งถ่านปลุกฤทธิ์แต่ละชนิดหนัก 500 มิลลิกรัม บรรจุในหลอดแก้วยาว 12 เซนติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 6 มิลลิเมตร นำหลอดถ่านปลุกฤทธิ์แต่ละชนิด มาทำการทดสอบการดูดซับไอระเหยของฟอร์มาลดีไฮด์ที่ความเข้มข้น 110 ppm สภาวะการทดลองของถ่านปลุกฤทธิ์แต่ละชนิด แสดงในตารางที่ 3.9

ตารางที่ 3.9 สภาวะการทดลองการดูดซับไอระเหยของฟอร์มาลดีไฮด์ของถ่านปลุกฤทธิ์ชนิดต่างๆ

ชนิดถ่านปลุกฤทธิ์	อัตราการไหลของไอระเหย (ลิตรต่อนาที)	เวลาการดูดซับ (นาที)
ถ่านปลุกฤทธิ์เตรียมเองชนิดที่ 1	0.3	10, 20, 30
	0.5	20, 30, 50
ถ่านปลุกฤทธิ์เตรียมเองชนิดที่ 2	0.3	20, 30, 40
	0.5	16, 32, 50

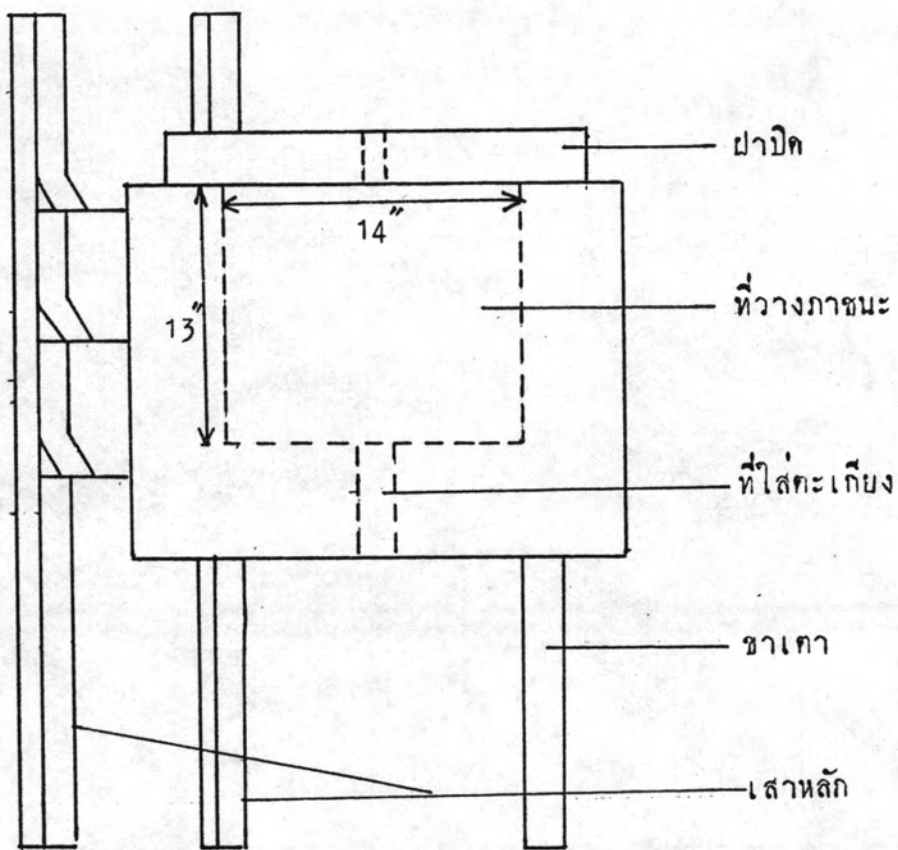
นำถ่านปลุกฤทธิ์แต่ละชนิดที่ทำการทดลองแล้ว ไปวิเคราะห์หาปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ที่ล่องลอยด้วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี (ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ที่ล่องลอยเป็นค่าเฉลี่ยร้อยละแสดงในตารางที่ 4.5)



3.2 การเตรียมถาดปลูกพืช

3.2.1 อุปกรณ์การเตรียมถาดปลูกพืชประกอบด้วย เตาเผา เครื่องวัดอุณหภูมิภายในเตาเผา ตะเกียง ภาชนะใส่วัสดุ อุปกรณ์การต้มเมล็ดถาด เตาอบ และโถจุกความชื้น

1. เตาเผา มีลักษณะเป็นรูปทรงกระบอกขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 25 นิ้ว สูง $19\frac{1}{2}$ นิ้ว ทำด้วยอิฐทนไฟ ภายนอกหุ้มด้วยแผ่นเหล็กหนา ยึดติดกับเสาเหล็ก 2 เสา และขาเหล็ก 1 ขา ภายในเตาเป็นช่องว่างขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 14 นิ้ว ลึก 13 นิ้ว เป็นที่วางภาชนะมีฝาปิดอยู่ด้านบน ตรงกลางฝาเตาเจาะเป็นรูขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง $1\frac{1}{2}$ นิ้ว ด้านล่างเตามีช่องขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 2 นิ้ว ผ่านทะลุถึงภายในเตาสำหรับใส่ตะเกียง ลักษณะเตาเผาแสดงในรูปที่ 3.1
2. เครื่องวัดอุณหภูมิประกอบด้วย เทอร์โมคอปเปิ้ล (Thermocouple) ชนิด Chromel-Alumel หุ้มด้วยปลอกแสตนเลส ยาว 30 เซนติเมตร และเครื่องบอกอุณหภูมิ (Temperature Indicator) สามารถวัดอุณหภูมิได้ในช่วง $0-1000^{\circ}\text{C}$
3. ตะเกียง (Burner) ใช้ก๊าซหุงต้มหรือ LPG (ประกอบด้วยโปรเพนกับบิวเทน) เป็นเชื้อเพลิง มีวาล์วเปิดควบคุมอัตราการไหลของอากาศ
4. ภาชนะใส่วัสดุ มีถังแสตนเลส 2 ขนาด และถ้วยกระเบื้องทนไฟ-ถังแสตนเลสขนาดใหญ่ ใช้สำหรับวางในช่องเตาเผาเป็น



รูปที่ 3.1 แสดงลักษณะเตาเผา

ที่สำหรับใส่วัตถุขบ หรือภาชนะบรรจุวัตถุขบที่มีขนาดเล็กกว่า มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง $11\frac{1}{2}$ นิ้ว สูง $7\frac{1}{2}$ นิ้ว มีฝาปิด ตรงกลางฝาเจาะเป็นช่องไว้เสียบเทอร์โมคอปเปิ้ล

-ถังสแตนเลสขนาดเล็ก เส้นผ่าศูนย์กลาง 4 นิ้ว สูง $6\frac{1}{2}$ นิ้ว มีฝาปิด สำหรับใส่วัตถุขบเพื่อนำไปเผาเป็นถ่าน

-ถ้วยกระเบื้องทนไฟ สำหรับใส่เม็ถ่านที่ผสมสารเคมีแล้ว เพื่อนำไปปลุกฤทธิ์

5. เครื่องบด (Crusher) และตะแกรงร่อนมาตรฐาน (US Standard Sieve) สำหรับบดถ่านและคัดขนาดเม็ถ่าน

6. อุปกรณ์การต้มเม็ถ่าน ประกอบด้วย แผ่นเหล็กให้ความร้อน (Hot-plate) บีกเกอร์ (Beaker) เพื่อต้มล้างซิงค์คลอไรด์ที่ยังค้างอยู่บนถ่านปลุกฤทธิ์

7. เตาอบไฟฟ้า (Electric Oven) ให้ความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 0°C - 200°C สำหรับอบเม็ถ่านปลุกฤทธิ์ให้แห้ง

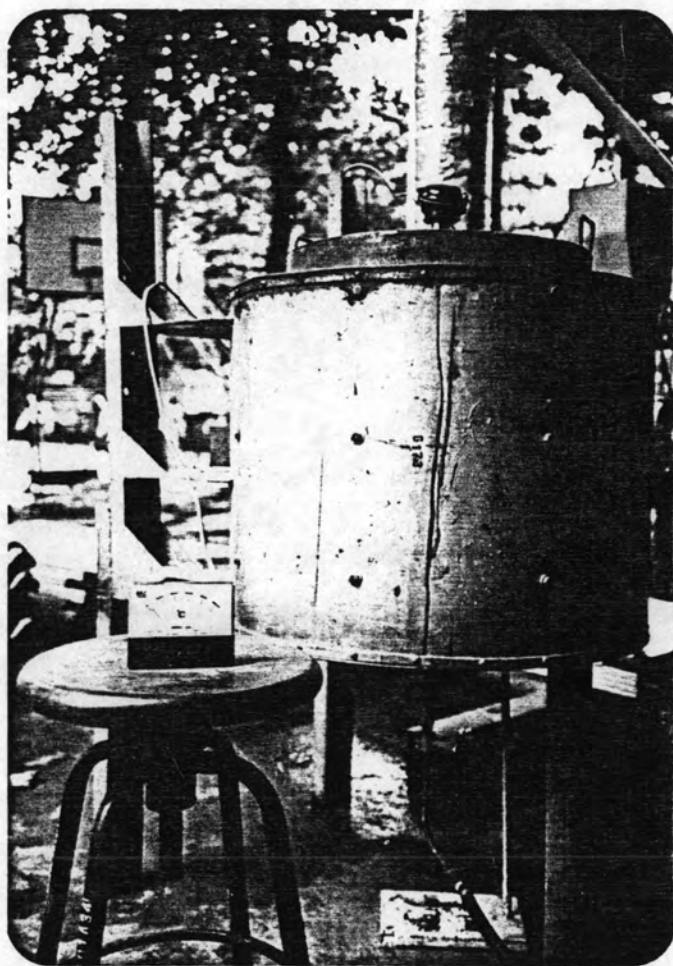
8. โถดูดความชื้น สำหรับเก็บเม็ถ่านที่ผ่านการอบแล้ว

3.2.2 วัสดุที่ใช้

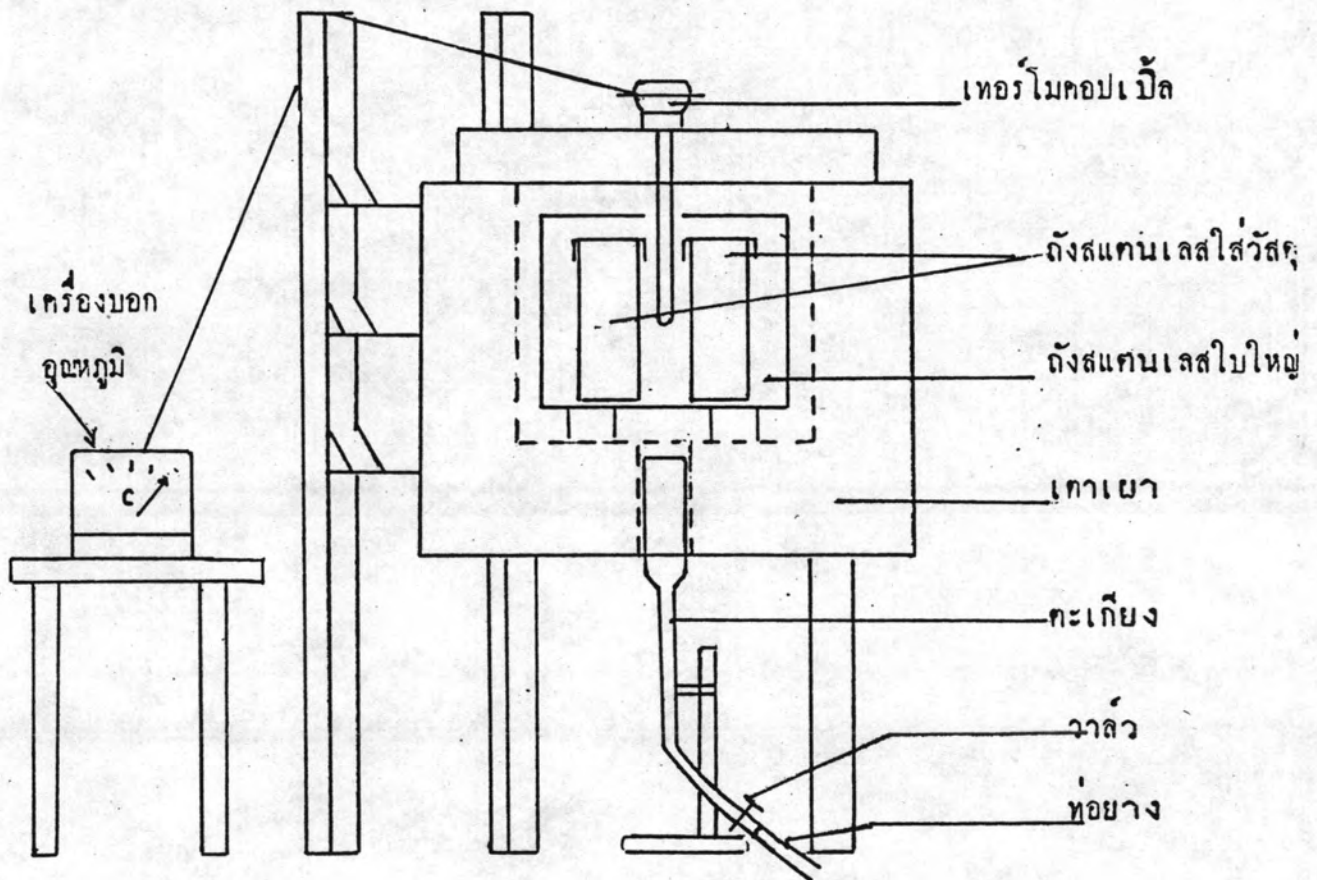
1. กะลามะพร้าว ซี้เลื่อย ชานอ้อย แกลบ เป็นวัตถุดิบในการเตรียมถ่านปลุกฤทธิ์
2. ซิงค์คลอไรด์ เป็นสารเคมีที่ใช้ปลุกฤทธิ์
3. ก๊าซหุงต้ม (LPG) เป็นเชื้อเพลิง
4. น้ำกลั่น สำหรับล้างเม็ถ่านปลุกฤทธิ์

3.2.3 วิธีการเตรียม

1. หาปริมาณความชื้นของวัตถุดิบที่ใช้เตรียมได้แก่ กะลามะพร้าว ชีเสื่อย ซานอ้อย แกลบ เพื่อหาเปอร์เซ็นต์ของถ่านที่เตรียมได้ (คู่วิธีหาความชื้นในภาคผนวก ก)
2. บรรจุวัตถุดิบที่ทราบน้ำหนักแล้วลงในถังสแตนเลสใบเล็กโดยให้ช่องว่างอากาศภายในถึงเหลือน้อยที่สุด (ในกรณีต้องการเตรียมถ่านจากวัตถุดิบหลายชนิดพร้อมกัน ให้แยกวัตถุดิบใส่ในถังสแตนเลสใบเล็กชนิดละใบ) นำถังสแตนเลสใบเล็กวางในถังสแตนเลสใบใหญ่ ปิดฝาถัง นำไปเผา (Carbonization) ในเตาเผาด้วยตะเกียง (Burner) ซึ่งใช้ก๊าซหุงต้ม (LPG) เป็นเชื้อเพลิง วัตถุดิบอยู่ในเตาเผาด้วยเทอร์โมคอปเปิ้ล อ่านค่าอุณหภูมิจากเครื่องบอกอุณหภูมิ จดเครื่องมือถึงภาพที่ 3.2 ค่อยๆเผาวัตถุดิบให้ร้อนจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการ แล้วเผาคือไปตามเวลาที่กำหนดไว้ หึ่งถ่านไว้ให้เย็น
3. นำถ่านที่เผาเสร็จแล้วออกจากเตา ซึ่งน้ำหนักถ่านเพื่อหาเปอร์เซ็นต์ของถ่านที่ผลิตได้ (คู่วิธีหาเปอร์เซ็นต์ของถ่านในภาคผนวก ข) นำถ่านไปบดด้วยเครื่องบด (Crusher) แล้วคัดขนาดเม็คถ่านโดยร่อนด้วยตะแกรงร่อนมาตรฐานขนาดมิลลิเมตร 14, 20, และ 30 เมช (ตรงกับขนาด 1.4 มิลลิเมตร 841 และ 600 ไมโครเมตรตามลำดับ)
4. ชั่งเม็คถ่าน แล้วนำมาผสมกับสารละลายซิงค์คลอไรด์ (ซึ่งใช้เป็นสารปลูกฤทธิ์) ในถ้วยกระเบื้องทนไฟ ปิดฝา วางถ้วยกระเบื้องในถังสแตนเลสใบใหญ่แล้วนำไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิและเวลาที่กำหนด หึ่งไว้ให้เย็น



รูปที่ 3.2 แสดงการจัดเครื่องมือในการเผาถ่าน



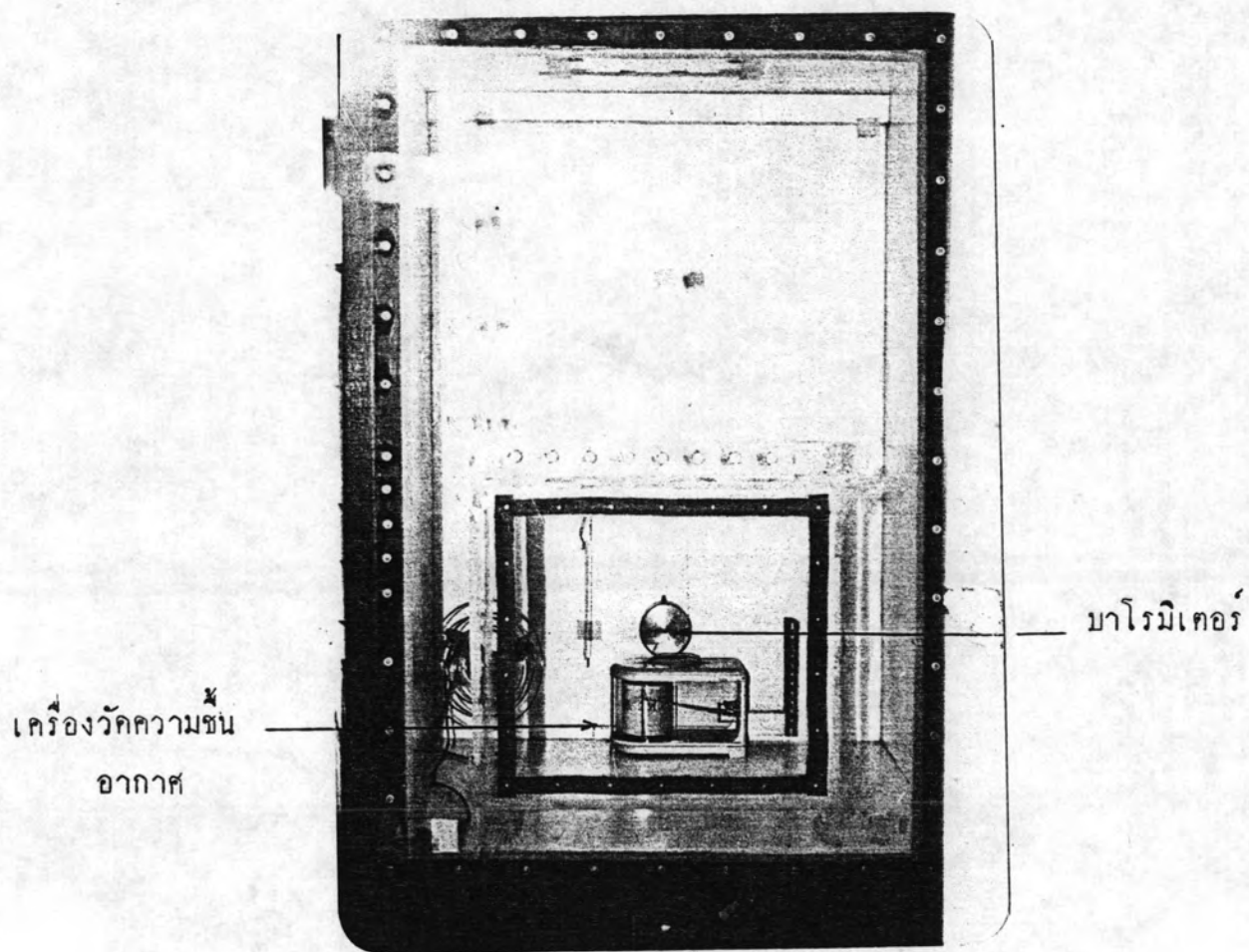
รูปที่ 3.2 แสดงการจัดเครื่องมือในการเผาถ่าน

5. นำด้านปลุกฤทธิ์ออกจากเตา แล้วล้างเม็กด้านปลุกฤทธิ์ด้วยน้ำร้อนหลายๆครั้ง แล้วต้มเม็กด้านปลุกฤทธิ์กับน้ำกลั่น จนปริมาณเชิงคัลลอไรต์ในน้ำที่ล้างออกมาน้อยกว่า 0.15 % (ดูวิธีวิเคราะห์หาปริมาณเชิงคัลลอไรต์ในภาคผนวก ค)
6. ออบเม็กด้านปลุกฤทธิ์ให้แห้งในเตาอบไฟฟ้า (Electric Oven) ที่อุณหภูมิ 180 °C เป็นเวลานาน 3 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เป็นในโดถูกความชื้น

3.3 การทดลองการดูดซับไอระเหย

3.3.1 อุปกรณ์การทดลองประกอบด้วย

1. ตู้อากาศ (Test Chamber) มีลักษณะเป็นตู้สี่เหลี่ยมมีความจุ 698 ลิตร ทำด้วยไม้ ภายในกรุด้วยแผ่นโฟมไพม่า ด้านหน้าปิดด้วยแผ่นพลาสติกใส มีช่องเปิดเปิดได้ขนาด 35.5 x 40.5 ตารางเซนติเมตร มีช่องขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 9 มิลลิเมตร จำนวน 9 ช่อง อยู่ในระดัปล่างกึ่งกลางตู้ ด้านบนตู้มีช่องเปิดเปิดได้ขนาด 1 ตารางฟุต ต่อกับระบบดูดอากาศล้างตู้ (Flush System) อัตราการดูดอากาศออก 700 ลิตรต่อนาที ตู้อากาศพร้อมอุปกรณ์ที่วางในตู้แสดงในภาพที่ 3.3
2. อุปกรณ์ที่วางในตู้เตรียมอากาศ มี
 - พัดลมเป่ากวนอากาศ สำหรับเป่ากวนไอระเหยของตัวทำละลายให้มีความเข้มข้นกระจายเท่ากันทุกจุดในตู้เตรียมอากาศ
 - เทอร์โมมิเตอร์ บารอมิเตอร์ และเครื่องวัดความชื้น สำหรับวัดอุณหภูมิความดัน และความชื้นของไอระเหยของตัวทำละลายในตู้อากาศ กระจกนาฬิกา สำหรับใส่ตัวทำละลายให้ระเหย



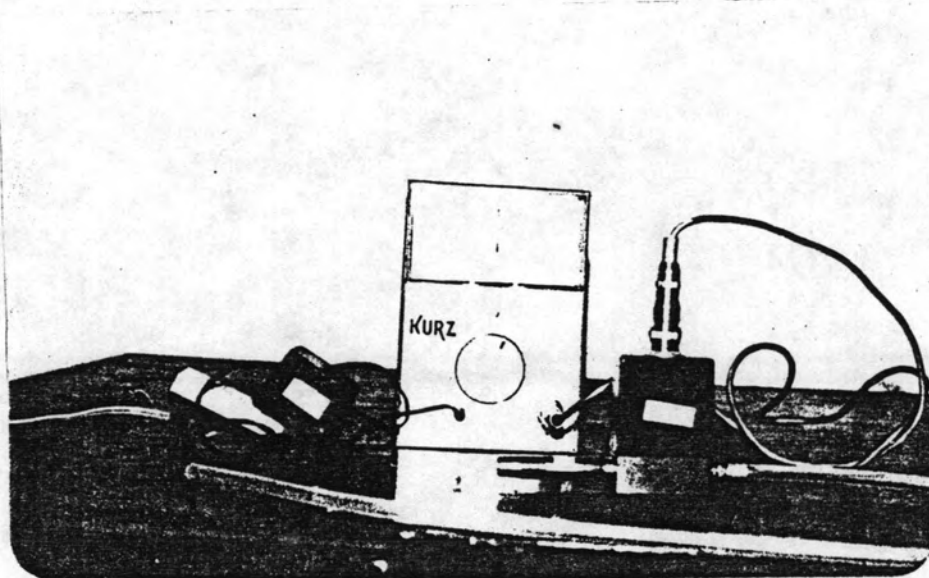
รูปที่ 3.3 ตู้เตรียมอากาศพร้อมอุปกรณ์ภายในตู้

3. อุปกรณ์สำหรับเก็บตัวอย่างไอระเหย

- เครื่องดูดอากาศ (Personal Pump) มีอัตราการไหลสูงสุด 2 ลิตร
 ต่อนาที เป็นชนิดโคอะแฟรมมีม มีที่ปรับอัตราการไหลของอากาศ ใช้สำหรับ
 ดูดไอระเหยของตัวทำละลายในตู้อากาศ
- เครื่องตรวจสอบความถูกต้องอัตราการไหลของอากาศ (Flow Calibrator)
 Kurz Instruments Inc. Model 541s แสดงในภาพ
 ที่ 3.4 ใช้สำหรับเทียบอัตราการไหลของโรตารีมิเตอร์
- โรตารีมิเตอร์ ขนาดอัตราการไหล 0-2,000 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที ใช้
 สำหรับวัดอัตราการไหลของไอระเหย
- เครื่องวัดความดันสถิต (Manometer) ทำด้วยหลอดแก้วอเป็นรูป " U "
 ความสูง 20 นิ้ว ภายในบรรจุน้ำใช้วัดความดันสถิตในหลอดด้านปลุกฤทธิ์ขณะ
 ดูดอากาศให้ไหลผ่าน
- นาฬิกาจับเวลาใช้จับเวลาในการเก็บตัวอย่างไอระเหย
- ทอพลาสติก

3.3.2 วัสดุที่ใช้

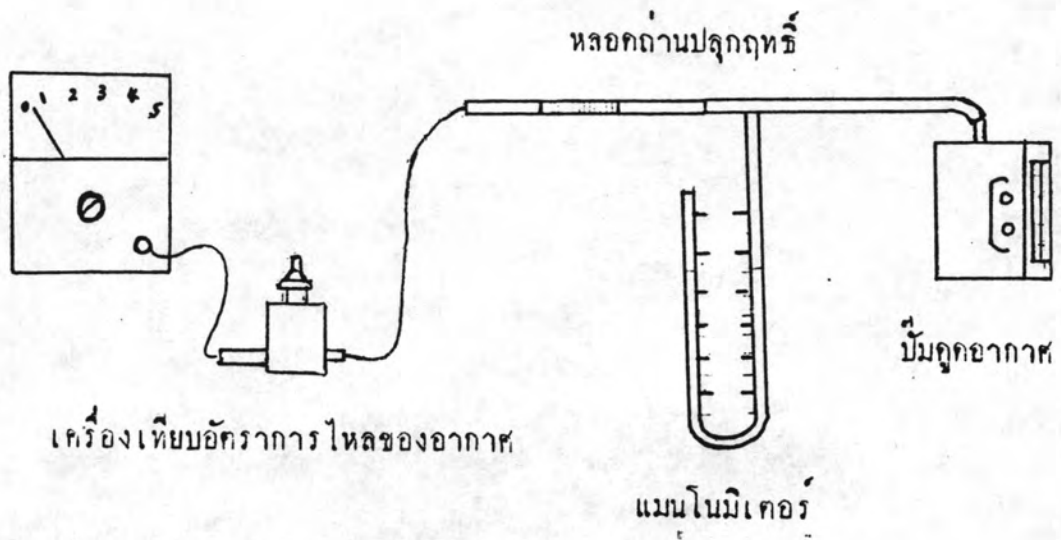
1. นอร์มัลบิวทิลอะซีเตท ใช้เตรียมไอระเหยในตู้อากาศ
2. หลอดแก้วสำหรับบรรจุด้านปลุกฤทธิ์ 2 ขนาด คือ ขนาดเส้นผ่า
 ศูนย์กลางภายใน 5 มิลลิเมตร และ 6 มิลลิเมตร
3. เม็กด้านปลุกฤทธิ์ สำหรับเป็นสารดูดซับ
4. โยแก้ว (Glass Wool) สำหรับดูดปลายทั้งสองข้างของ
 หลอดด้านปลุกฤทธิ์เพื่อกันการไหลของเม็กด้าน
5. อลูมิเนียมฟอยล์ และพาราฟิล์ม ใช้ปิดปลายหลอดด้านปลุกฤทธิ์
 เพื่อกันความชื้นเข้าไป



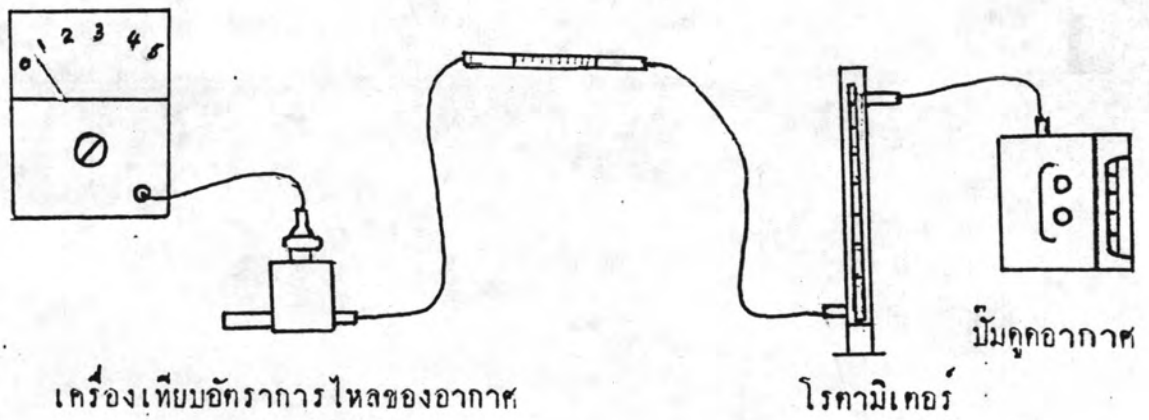
รูปที่ 3.4 เครื่องเทียบอัตราการไหลของอากาศของ KURZ Instruments Inc.
Model 541S

3.3.3 วิธีการทดลอง

1. เตรียมหลอกลอด่านปลุกฤทธิ์ ซึ่งถ่านปลุกฤทธิ์ ห่อด้วยกระดาษไข เก็บไว้ในโถกึ่งความชื้น ประมาณ 2 วัน บรรจุถ่านปลุกฤทธิ์ลงในหลอกลอด แก้ว กันเม็กลอด่านปลุกฤทธิ์ในหลอกลอดแก้วด้วยใยแก้วทั้งสองข้าง ปิดปลายทั้งสองของหลอกลอด่านปลุกฤทธิ์ด้วยอคูมิเนียมพอยล์และพาราฟิล์ม สุ่ม หลอกลอด่านปลุกฤทธิ์มาทดสอบความชื้น โดยอ่านค่าความชื้นจากแมนโนมิเตอร์ จัดเครื่องมือดังภาพที่ 3.5 ความชื้นลในหลอกลอด่านปลุกฤทธิ์ต้องไม่เกิน 1 นิ้วของปรอท ที่อัตราการไหล 1 ลิตรต่อนาที ทั้งนี้เนื่องจาก ถ้าความชื้นลในหลอกลอด่านปลุกฤทธิ์มากเกินไป ทำให้ประสิทธิภาพการดูดซับไม่ดี
2. เตรียมไอระเหยนอร์มัลบิวทีลอะซีเตคในตู้อากาศ (Test Chamber) โดยดูดหัวทำละลายนอร์มัลบิวทีลอะซีเตค 0.39 มิลลิลิตรลงบนกระจกนาฬิกา ซึ่งวางอยู่ในตู้อากาศ ทดลองการทดลองเพื่อให้ความเข้มข้นไอระเหยในตู้ที่ใช้สำหรับทดสอบมีค่าประมาณ 100 ppm (ดูวิธีการคำนวณเป็นค่าความเข้มข้น ppm ในภาคผนวก ข .) เปิดพัดลมเป่ากวอากาศให้ความเข้มข้นไอระเหยของตัวทำละลายกระจายเท่ากันทุกๆจุดภายในตู้ จากการทดสอบใช้เวลาประมาณ 1 ชั่วโมง (ดูวิธีการทดสอบในภาคผนวก ง .)
3. ตรวจสอบอัตราการไหลของโรตاميเตอร์ด้วยเครื่องตรวจสอบของ Kurz Instrument จัดเครื่องมือดังภาพ 3.6
4. นำหลอกลอด่านปลุกฤทธิ์ไปเก็บไอระเหยนอร์มัลบิวทีลอะซีเตคในตู้ โดยต่อปลายข้างหนึ่งของโรตاميเตอร์เข้ากับเครื่องดูดอากาศ และปลายอีกข้างต่อเข้ากับหลอกลอด่านปลุกฤทธิ์โดยใช้ท่อพลาสติกเป็นตัวยึดเชื่อมต่อกัน



ภาพที่ 3.5 แสดงการจัดเครื่องมือในการวัดความคืบคลอนในหลอดด้านปลุกฤทธิ์



ภาพที่ 3.6 แสดงการจัดเครื่องมือในการตรวจเทียบอัตราการไหลของโรทามิเตอร์

เสียงปลายที่เหลืออีกข้างของหลอดด้านปลุกฤทธิ์ทางช่องที่เจาะไว้ตรงระดับ
กลางตู้ ปรับอัตราการไหลของไอระเหยที่วาล์วของเครื่องสูดอากาศ อ่าน
ค่าอัตราการไหลบนสเกลโรตารีเทอร์มิกความดัน อุณหภูมิ ความชื้น-
สัมพัทธ์ของไอระเหยในตู้อากาศ บันทึกเวลาและอัตราการไหลในการทดสอบ
สอบการดูดซับ

5. ปิดปลายทั้งสองข้างของหลอดด้านปลุกฤทธิ์ด้วยฝาจุก นำไปวิเคราะห์หา
ปริมาณนอร์มัลบิวทีลอะซีเตต ที่ด้านปลุกฤทธิ์ดูดซับไว้ด้วยเครื่องก๊าซโคร-
มาโตกราฟฟี
6. ไล่ไอระเหยที่เหลือในตู้อากาศออกให้หมด โดยเปิดช่องค่านบนและช่อง
ค่านหน้าของตู้ เปิดระบบสูดอากาศล้างตู้

3.4 การวิเคราะห์ตัวทำละลายนอร์มัลบิวทีลอะซีเตตที่ถูกดูดซับบนด้านปลุกฤทธิ์

3.4.1 อุปกรณ์การวิเคราะห์ประกอบด้วย

1. เครื่องวิเคราะห์ก๊าซโครมาโตกราฟฟีของ Tarcor Model
560 ใช้หัวตรวจ FID (Flame Ionization
Detector) พร้อมเครื่องบันทึก (Recorder) บันทึกสัญญาณ
ที่ส่งออกมาจากหัวตรวจ FID เป็นสัดส่วนกับปริมาณสารที่
ถูกแยกออกจากคอลัมน์
2. คอลัมน์สำหรับแยกสารในเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟฟี ทำด้วย-
สแตนเลส เส้นผ่าศูนย์กลาง 1/8 นิ้ว ยาว 10 ฟุต บรรจุ
ด้วย 5% FFAP (Free Fatty Acid Phase) เป็น
Stationary Phase เคลือบบน Chromosorp W.
ขนาด 100/120 เมช

3. หลอดฉีดยาสารละลาย (Microlitre Syringes) ขนาด 10 ไมโครลิตร ใช้ฉีดยาสารละลายเข้าเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี
4. หลอดทดลอง (Vials) ขนาดความจุ 4 มิลลิลิตร พร้อมฝาปิดทรงกลวงฝาเป็นวัสดุที่หาคำได้ไม่ละลายในตัวทำละลาย ใช้สกัดตัวทำละลายออกจากถาดปลูกฤทธิ์
5. เครื่องเขย่า (Mixer) สำหรับเขย่าหลอดทดลองในการสกัดตัวทำละลายออกจากถาดปลูกฤทธิ์

3.4.2 วัสดุที่ใช้

1. คาร์บอนโคชัลไฟต์เกรดโครมาโตกราฟี สำหรับใช้สกัดถาดปลูกฤทธิ์
2. นอร์มัลบิวทิลอะซีเตต ใช้เตรียมสารละลายมาตรฐาน
3. ก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์ เป็นก๊าซนำพา (Carrier Gas) ในคอลัมน์ในเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี
4. ก๊าซไฮโดรเจนบริสุทธิ์ เป็นเชื้อเพลิงในตัวตรวจ FID ของเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี
5. อากาศอัดที่ผ่านการกรอง เป็นสารช่วยให้ไฟฟักในตัว FID ของเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี

3.4.๓ วิธีการวิเคราะห์

1. การเตรียมสารละลายตัวอย่าง เหน่าถาดปลูกฤทธิ์ในหลอดแก้วลงในหลอดทดลอง (Vials) ๓ หลอด ตัวทำละลายคาร์บอนโคชัลไฟต์ลงในหลอดทดลอง 3 มิลลิลิตร ปิดฝาหลอดทดลองแล้วนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าหลอดละประมาณ 3 นาที ทั้งไว้ประมาณ 30 นาที ก่อนจะนำตัวอย่าง

ไปฉีดเข้าเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี

2. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน ถูกคาร์บอนไดซัลไฟด์ใส่ลงในหลอดทดลอง (Vials) 3 หลอดๆละ 4 มิลลิลิตร ใช้หลอดฉีดยา (Micro-litre Syringes) ถูกแก้วทำละลายนอร์มัลบิวทีลอะซีเตท ปริมาณต่างๆฉีดลงในหลอดทดลองที่ได้คาร์บอนไดซัลไฟด์ไว้ทั้งสามหลอด แล้วนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่า (Mixer) ให้สารละลายผสมกัน จะได้สารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่างกัน 3 ค่า

3. ปรับเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีที่สภาวะดังนี้ คือ

อัตราการไหลของไฮโดรเจน	3.5	ลบ.ซม.ต่อนาที
อัตราการไหลของอากาศ	0.4	ลิตรต่อนาที
อัตราการไหลของไนโตรเจน	4	ลบ.ซม.ต่อนาที
อุณหภูมิของหัวตรวจ	220	°C
อุณหภูมิของคอลัมน์	120	°C
อุณหภูมิของหัวฉีด	150	°C

4. การฉีดสารละลายที่ต้องการวิเคราะห์เข้าเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีใช้หลอดฉีดยา (Microlitre Syringes) ถูกสารละลายที่ต้องการวิเคราะห์โดยวิธี Solvent Flush Technique คือ ถูกแก้วทำละลายคาร์บอนไดซัลไฟด์ 2 ไมโครลิตรเข้าไปในกระบอกฉีดยาที่ขยับฟองอากาศแล้วจึงถูกสารละลายที่ต้องการวิเคราะห์ 2 ไมโครลิตร ดังนั้นในกระบอกฉีดยาจะประกอบด้วย 2 ไมโครลิตรคาร์บอนไดซัลไฟด์ ฟองอากาศ และ 2 ไมโครลิตรของสารละลายตัวอย่าง ฉีดสารละลายทั้งหมดในกระบอกฉีดยาเข้าเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีทางหัวฉีด

5. การเตรียมกราฟมาตรฐาน ฉีดสารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้นต่างๆ ที่เตรียมไว้เข้าเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟที่ วัดความสูงของพีค (Peak) บนกระดาษบันทึกที่เครื่องบันทึก จากค่าความสูงของพีคและปริมาณสารละลายมาตรฐานนอร์มัลบิวทีลอะซีเตต จะได้เส้นกราฟมาตรฐานสำหรับเปรียบเทียบความเข้มข้นนอร์มัลบิวทีลอะซีเตตในสารละลายตัวอย่าง
6. การหาปริมาณนอร์มัลบิวทีลอะซีเตตในสารละลายตัวอย่าง ฉีดสารละลายตัวอย่างเข้าเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟที่ วัดความสูงของพีคบนกระดาษบันทึก แล้วนำไปเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐาน จะได้ปริมาณนอร์มัลบิวทีลอะซีเตตในสารละลายตัวอย่าง