

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานการวิจัย

3.1 ขั้นตอนการเตรียมอุปกรณ์

3.1.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

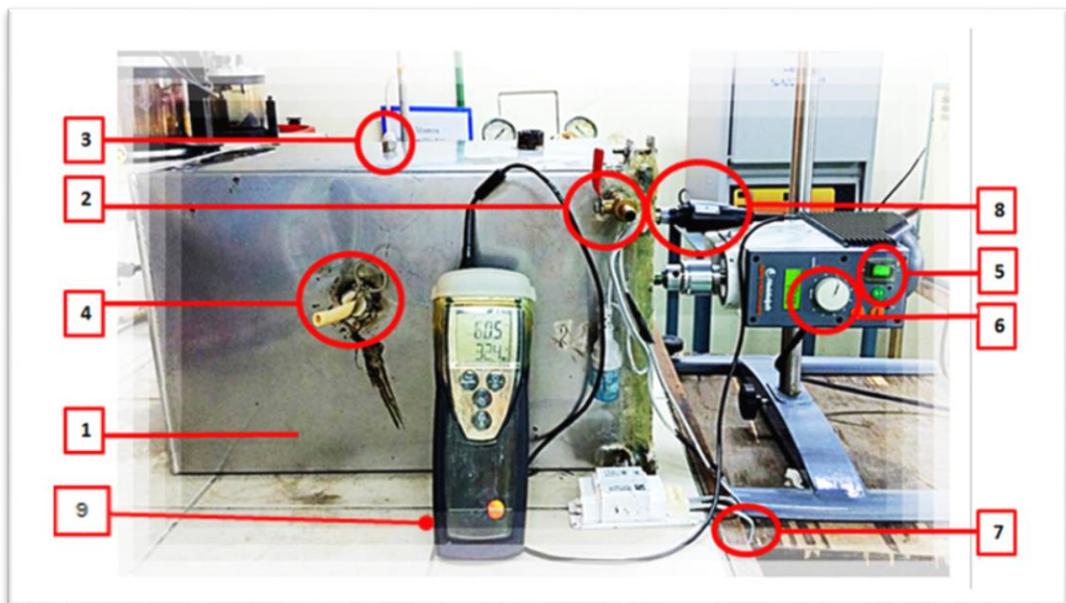
1. เครื่องปฏิกรณ์ปริมาตร 25 ลิตร รายละเอียดกล่าวไว้ในหัวข้อที่ 3.1.3
2. Kitagawa Ammonia Detector Tube No.105SE ช่วงการวัด 1-100 ppm and Air Sampling Pump ขนาด 100 ml รุ่น AP-1 ผลิตโดย Komyo Rikagaku Kogto K.K. ประเทศญี่ปุ่น
3. อุปกรณ์วัดความชื้นสัมพัทธ์และอุณหภูมิ Testo รุ่น Testo 625 ช่วงการวัด 0-100 % RH และ 10 – 60 °C
4. มอเตอร์เครื่องกวนผสม Heidolph รุ่น RZR 2102 ผลิตโดย Becthai Bangkok Equipment & Chemical Co.,Ltd
5. ปั๊มสุญญากาศ (Vacuum pump) 220 โวลต์ 50 เฮิร์ตซ์ 1.5 แอมป์
6. พาราฟิล์ม
7. ขวด Flask ปริมาตร 250 มิลลิลิตร
8. Micro Syringe Fixed Needle for Rheodyne 100 ไมโครลิตร รุ่น EXMSR100 ผลิตโดย ITO Corporation ประเทศญี่ปุ่น
9. Septum
10. สายยาง

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. Ammonia Solution 30 % by weight (Minimum assay 28% by weight) ผลิตโดย Carlo Erba
2. Deionized water

3.1.3 เครื่องปฏิกรณ์ [24]

เครื่องปฏิกรณ์ดังรูปที่ 3.1 ประกอบขึ้นจากสแตนเลส (Stainless steel) ขนาด 25 x 40 x 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยฝาด้านบนออกแบบให้มีการถอดออกได้เพื่อการเปลี่ยนใบพัด Stainless steel บางที่ตัดโค้ง 90 องศา ตามแนวกว้าง ขนาด 8 x 30 ตารางเซนติเมตร ที่เคลือบด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ P-25 Digussa ผสมกับเรซิน ด้วยอัตราส่วน 3 ต่อ 6 จำนวน 3 แผ่น ซึ่งยึดติดด้วยแกน Stainless steel เส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร ยาว 45 เซนติเมตร และเจาะรูไว้เพื่อยึดตัวใบ โดยต่อเข้ากับมอเตอร์ขนาดกำลังไฟฟ้า 12 โวลต์ ความเร็วรอบสูงสุด 800 รอบต่อนาที และภายในบรรจุหลอด UV-A TOKIVA 10WT8 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.8 เซนติเมตร ยาว 34.4 เซนติเมตร ความยาวคลื่น 360 นาโนเมตร กำลังไฟ 10 วัตต์ โดยที่เครื่องปฏิกรณ์ดำเนินการที่อุณหภูมิห้อง ภายใต้ความดันบรรยากาศ



- | | |
|--------------------------------------|--|
| 1. ตัวเครื่องปฏิกรณ์ | 6. ปุ่มปรับความเร็วรอบมอเตอร์ (rpm) |
| 2. วาล์ว | 7. ปลั๊กไฟหลอดรังสียูวีเอ |
| 3. ตำแหน่งฉีดสารละลาย | 8. เครื่องมือวัดความชื้น |
| 4. ตำแหน่งวัดความเข้มข้นของแอมโมเนีย | 9. จอแสดงผลความชื้นสัมพัทธ์และอุณหภูมิ |
| 5. ปุ่มเปิดมอเตอร์ | |

รูปที่ 3.1 เครื่องปฏิกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.1.3.1 การจุ่มเคลือบไบพัด Stainless steel ด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์ [20-21]

การเตรียมสารเคมีโดยเริ่มจากการเตรียม TiO_2 และ Beckacite ซึ่งเป็นตัวถูกละลายผสมเข้ากับ Cyclohexanone ซึ่งใช้เป็นตัวทำละลายโดยอัตราส่วนที่ใช้เป็น 3 : 6 : 8 กรัม ตามลำดับ และใส่ Super beackolite จำนวน 25 % ของสารละลาย กวนผสมเป็นเวลา 60 นาที แล้วนำไปใส่ฟองด้วยเครื่องอัลตราโซนิค จากนั้นนำสารละลายที่ได้เทใส่อ่างพีวีซี ขนาด 2 x 15 x 45 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งเตรียมไว้สำหรับการจุ่มเคลือบ นำแผ่น Stainless steel ที่ตัดโค้ง ขนาด 8 x 30 ตารางเซนติเมตร มาทำการจุ่มลงในสารละลายที่เตรียมไว้ในลักษณะแนวตั้งตามความยาวของไบพัด ความเร็วในการจุ่มครั้งที่ค้างไว้ 30 วินาที แล้วดึงขึ้นด้วยความเร็วคงที่ ที่ตั้งไว้เป็นเวลา 5 นาที แล้วนำไปจุ่มใหม่อีกครั้ง ทำซ้ำ 5 รอบ จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที

3.1.3.2 การประกอบเครื่องปฏิกรณ์ [24]

หลอด UV-A TOKIVA 10WT8 ความยาวคลื่น 360 นาโนเมตร ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.8 เซนติเมตร ยาว 35 เซนติเมตร ต่อเข้ากับหัวหลอดติดตั้งภายในเครื่องปฏิกรณ์ในแนวทแยงมุม ดังรูปที่ 3.2 ไบพัดเป็นแผ่นสแตนเลสสตีล จำนวน 3 แผ่น จุ่มเคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์ และนำไบพัดมาประกอบกัน ดังรูปที่ 3.3

ก่อนการนำไปใช้งานต้องทำการทดสอบรอยรั่วของถังปฏิกรณ์เบื้องต้น โดยการอัดความดันเข้าไปภายในเครื่องปฏิกรณ์ หลังจากนั้นชโลมด้วยน้ำสบู่รอบๆ ถังปฏิกรณ์เพื่อดูฟองอากาศที่เกิดขึ้น ต้องอุดรอยรั่วจนไม่มีฟองอากาศเกิดขึ้นในการทดสอบ



รูปที่ 3.2 ภาพภายในเครื่องปฏิกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง



รูปที่ 3.3 ไบพัดที่เคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์

ในการทดลองจะควบคุมตัวแปรคงที่ เปลี่ยนแปลงตัวแปรอิสระ และวิเคราะห์ค่าตัวแปรตาม ดังนี้

ตัวแปรคงที่

1. ปริมาตรถังปฏิกรณ์ 25 ลิตร
2. อุณหภูมิห้องและความดัน 1 บรรยากาศ
3. พื้นที่ผิวไบพัดทั้งหมด 3 ไบ 0.0144 m^2
4. ปริมาณไทเทเนียมไดออกไซด์

ตัวแปรอิสระ

1. จำนวนหลอด UV 1 และ 2 หลอดเท่ากับ 192 และ 394 Lux ตามลำดับ
2. ความเร็วของไบพัด 200, 300 และ 400 rpm
3. ความชื้นสัมพัทธ์ของอากาศภายในเครื่องปฏิกรณ์ 50, 70 และ 90 %

ตัวแปรตาม

1. ความเข้มข้นของแก๊สแอมโมเนียภายในถังหลังจากผ่านการทำปฏิกิริยา
2. ประสิทธิภาพของการเกิดปฏิกิริยา
3. อัตราการเกิดปฏิกิริยา

3.2 วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.2.1 กระบวนการทำงานวิจัย

ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัยนั้นสามารถแบ่งออกเป็นสามขั้นได้ดังนี้

ขั้นตอนที่ 1 การทดสอบการรั่วไหลของเครื่องปฏิกรณ์และการเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงของแก๊สแอมโมเนีย ทำได้โดยการป้อนแก๊สแอมโมเนียความเข้มข้น 30 ppm เข้าไปในเครื่องปฏิกรณ์ ทำการเดินเครื่อง โดยที่ไม่เปิดหลอดยูวีวัดความเข้มข้นของแก๊สแอมโมเนียเป็นเวลา 1, 3, 6, 8 และ 24 ชั่วโมง ถ้าความเข้มข้นของแอมโมเนียไม่ลดลงหรือลดลงเพียงเล็กน้อย (0-1ppm) ก็ถือว่าอยู่ในระดับที่ยอมรับได้

ขั้นตอนที่ 2 การทดลองเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกในการกำจัดแก๊สแอมโมเนียของเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ โดยศึกษาอิทธิพลของความเข้มแสง ความเร็วรอบใบพัด และความชื้นสัมพัทธ์ในอากาศที่มีต่อประสิทธิภาพในการกำจัดแก๊สแอมโมเนีย โดยเปลี่ยนแปลงจำนวนหลอดรังสียูวี คือ 1 และ 2 หลอด ความเร็วรอบใบพัด 3 ค่า คือ 200, 300 และ 400 rpm, และความชื้นสัมพัทธ์ 3 ค่า คือ 50, 70 และ 90%,

ขั้นตอนที่ 3 การใช้สภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากขั้นตอนที่ 2 ทำการทดลองหาค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยาและสมการอัตราการเกิดปฏิกิริยา โดยใช้ความเข้มข้นแอมโมเนียเริ่มต้นที่ 20, 25, 30, 35, 40, 45 และ 50 ppm

3.3 วิธีการทดลอง

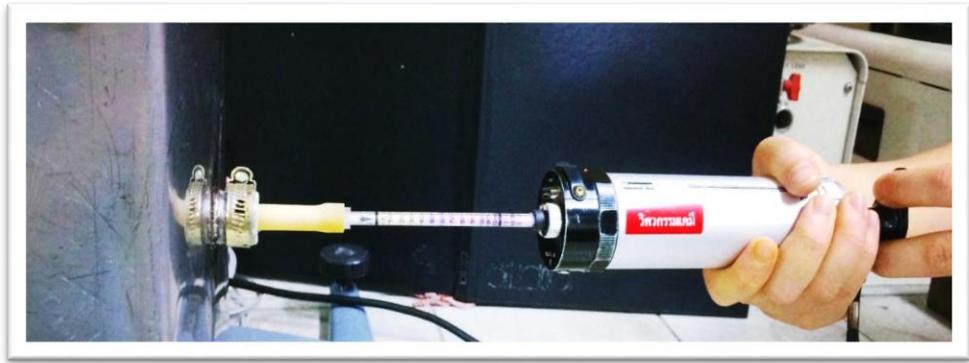
3.3.1 การทดสอบการรั่วไหลของเครื่องปฏิกรณ์และการเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงของแก๊สแอมโมเนีย

1. เตรียมแก๊สแอมโมเนียที่ความเข้มข้น 30 ppm โดยเตรียมสารละลายแอมโมเนียความเข้มข้น 3 M จำนวน 250 ml จากสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 30 % โดยมวล
2. ปิดวาล์วที่ตำแหน่งที่ 2 ทั้งด้านหัวและด้านท้ายของเครื่องปฏิกรณ์ และปิดสายยางสำหรับต่ออุปกรณ์วัดความเข้มข้นในตำแหน่งที่ 4 ตามรูปที่ 3.1
3. นำสารละลายแอมโมเนียที่เตรียมได้มาฉีดเข้าเครื่องปฏิกรณ์ที่ตำแหน่ง 3 ให้ได้ความเข้มข้นแอมโมเนียในเครื่องปฏิกรณ์ 30 ppm

4. ทำการเดินเครื่องปฏิกรณ์โดยการเปิดมอเตอร์ที่ความเร็วรอบ 200 rpm และไม่เปิดหลอดยูวี
5. เปิดเครื่องทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และทำการวัดค่าความเข้มข้นโดยการเก็บตัวอย่างในตำแหน่งที่ 4 ที่เวลา 1, 3, 6, 8 และ 24 ชั่วโมงบันทึกผล

3.3.2 การทดลองเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกของการกำจัดแอมโมเนียภายในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ

1. เตรียมเตรียมแก๊สแอมโมเนีย 30 ppm โดยสารละลายแอมโมเนียความเข้มข้น 3 M จำนวน 250 ml จากสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 30 % โดยมวล
2. ปรับความชื้นภายในเครื่องปฏิกรณ์ โดยดูดเอาอากาศชื้นเข้าไปในเครื่องปฏิกรณ์ด้วยปั๊มสูญญากาศผ่านสายยาง ซึ่งต่อเข้ากับวาล์วของเครื่องปฏิกรณ์ตำแหน่งที่ 2 อ่านค่าความชื้นสัมพัทธ์จากเครื่องวัดความชื้น ตำแหน่งที่ 9 จนได้ค่าความชื้นสัมพัทธ์ภายในเครื่องปฏิกรณ์ตามที่กำหนด
3. ปิดวาล์วที่ตำแหน่งที่ 2 ทั้งด้านหัวและด้านท้ายของเครื่องปฏิกรณ์ และปิดสายยางสำหรับต่ออุปกรณ์วัดความเข้มข้นในตำแหน่งที่ 4 ตามรูปที่ 3.1
4. นำสารละลายแอมโมเนียที่เตรียมในข้อที่ 1 มาฉีดเข้าเครื่องปฏิกรณ์ที่ตำแหน่ง 3 โดยใช้หลอดฉีดสารปริมาณ 10 ไมโครลิตร (ซึ่งปริมาณแอมโมเนีย 10 ไมโครลิตร เมื่อระเหยในปริมาณ 25 ลิตร จะได้แก๊สแอมโมเนียที่ความเข้มข้น 30 ppm พอคิ)
5. เปิดมอเตอร์ของใบพัดตำแหน่งที่ 5 และปรับความเร็วรอบใบพัดตำแหน่งที่ 6
6. ทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง จากนั้นวัดความเข้มข้นเริ่มต้นก่อนทำการทดลองด้วยอุปกรณ์ Kitagawa Gas Detector Tube ดังรูปที่ 3.4 เพื่อตรวจสอบความเข้มข้นเริ่มต้นของแก๊สแอมโมเนียภายในเครื่องปฏิกรณ์ด้วยอุปกรณ์ Kitagawa Gas Detector Tube โดยต่อผ่านท่อที่ตำแหน่งที่ 4 หากไม่ได้ความเข้มข้นตามต้องการ ให้ไล่แก๊สแอมโมเนียภายในเครื่องปฏิกรณ์โดยใช้ปั๊มสูญญากาศ และเตรียมสารละลายแอมโมเนียฉีดเข้าเครื่องปฏิกรณ์ใหม่อีกครั้ง จนได้ความเข้มข้นของแอมโมเนียภายในเครื่องปฏิกรณ์เป็น 30 ppm ตามต้องการ
7. เมื่อได้แก๊สแอมโมเนียความเข้มข้น 30 ppm แล้วจึงทำการฉายแสงด้วยหลอดยูวี พร้อมวัดค่าความเข้มข้นของแก๊สแอมโมเนียที่ลดลง ที่เวลา 0, 3, 6 และ 8 ชั่วโมง



รูปที่ 3.4 การสูบสารตัวอย่างเข้าไปในหลอด gas detector tube

8. เมื่อวัดความเข้มข้นของแอมโมเนียครบตามกำหนด ปิดมอเตอร์ของใบพัด และหลอดรังสียูวี เปิดวาล์วทั้งสองวาล์ว แล้วเป่าลมด้วยปั๊มสุญญากาศเข้าไปภายในเครื่องปฏิกรณ์เป็นเวลา 1 ชั่วโมงเพื่อไล่แก๊สแอมโมเนียที่เหลือออกจากเครื่องปฏิกรณ์ สำหรับทำการทดลองต่อไป
9. ทำการทดลองซ้ำโดยเปลี่ยนจำนวนหลอดรังสียูวี ความเร็วรอบใบพัด และความชื้นสัมพัทธ์ของอากาศภายในเครื่องปฏิกรณ์
10. หาประสิทธิภาพในการทำปฏิกิริยาของเครื่องปฏิกรณ์ที่สภาวะต่างๆ เปรียบเทียบหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุด

3.3.3 การทดลองเพื่อหาสมการอัตราการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกของแอมโมเนียภายในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ

1. นำสภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากหัวข้อ 3.3.2 มาใช้ในการทดลองหาอัตราการเกิดปฏิกิริยา
2. ทำการทดลองตามหัวข้อ 3.3.2 โดยเปลี่ยนเพียงความเข้มข้นเริ่มต้นของแก๊สแอมโมเนียเป็น 20, 25, 30, 35, 40, 45 และ 50 ppm
3. วัดความเข้มข้นของแอมโมเนียด้วยอุปกรณ์วัด Kitagawa Gas Detector Tube โดยต่อผ่านท่ออย่าง ตำแหน่งที่ 4 ดังรูปที่ 3.2 ที่เวลา 0.5, 1, 2, 4, 5 และ 6 ชั่วโมง
4. เมื่อวัดความเข้มข้นของแอมโมเนียครบตามกำหนด ปิดมอเตอร์ของใบพัด และหลอดรังสียูวี เปิดวาล์วทั้งสองวาล์ว แล้วเป่าลมด้วยปั๊มสุญญากาศเข้าไปภายในเครื่องปฏิกรณ์เป็นเวลา 1 ชั่วโมงเพื่อไล่แก๊สแอมโมเนียที่เหลือออกจากเครื่องปฏิกรณ์ สำหรับทำการทดลองต่อไป

5. ผลการทดลองที่ได้จะนำมาสร้างกราฟ เพื่อหาอัตราการเกิดปฏิกิริยาในช่วงเริ่มต้น (initial rate) จากนั้นสร้างกราฟหาค่าคงที่การเกิดปฏิกิริยา (k) และค่าคงที่การดูดซับ (K) จะได้สมการอัตราการเกิดปฏิกิริยาสลายแอมโมเนียโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง โดยรายละเอียดการคำนวณที่ได้กล่าวถึงต่อไป

3.4 ขั้นตอนการตรวจสอบฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์

ทำการตรวจสอบคุณสมบัติพื้นผิวของไบพัด Stainless steel หลังการจุ่มเคลือบด้วยเครื่อง X-ray Diffraction (XRD), รุ่น Bruker, D8 Discover. เพื่อหาอนุภาคชนิดของไทเทเนียมและองค์ประกอบของสารที่อยู่บนไบพัดที่ผ่านการจุ่มเคลือบ

3.5 การหาประสิทธิภาพและอัตราการเกิดปฏิกิริยา

3.5.1 การคำนวณหาประสิทธิภาพในการกำจัดแก๊สแอมโมเนีย

$$\% \text{ removal} = \frac{C_{A0} - C_A}{C_{A0}} \times 100 \quad (3.1)$$

โดย

C_{A0} คือ ความเข้มข้นแก๊สแอมโมเนียเริ่มต้น

C_A คือ ความเข้มข้นแก๊สแอมโมเนียสุดท้าย

3.5.2 การคำนวณหาสมการอัตราการเกิดปฏิกิริยา

หาค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยาจากสมการที่ (2.31) ได้ดังนี้

$$\frac{1}{r_A} = \frac{1}{kK} \frac{1}{C_A} + \frac{1}{k} \quad (2.31)$$

1. เขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้น (C_A) กับเวลา (t) ของแต่ละความเข้มข้นเริ่มต้นของแอมโมเนียที่เปลี่ยนแปลง (20, 25, 30, 35, 40, 45 และ 50 ppm)
2. หาค่าความชันของกราฟในช่วงเริ่มต้นที่เป็นเส้นตรง จะได้อัตราการเกิดปฏิกิริยาเริ่มต้น (initial rate) ของแต่ละค่าความเข้มข้นแอมโมเนียเริ่มต้น

3. เขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างส่วนกลับของอัตราการเกิดปฏิกิริยาเริ่มต้น $\left(\frac{1}{r_{A0}}\right)$ กับ ส่วนกลับของความเข้มข้นเริ่มต้น $\left(\frac{1}{C_{A0}}\right)$ จะได้กราฟเส้นตรง ดังสมการ (2.31) ความชัน เป็น $\frac{1}{kK}$ และจุดตัดแกน y เป็น $\frac{1}{k}$ จะได้ค่า k (ค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยา) และ K (ค่าคงที่ของการดูดซับของแอมโมเนีย) จากนั้นนำค่า k และ K แทนลงในสมการ (2.28) จะได้สมการอัตราการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกของการกำจัดแอมโมเนีย

3.6 การขยายขนาดของเครื่องปฏิกรณ์

จากสมการอัตราการเกิดปฏิกิริยาดังสมการที่ (2.28) เราสามารถนำไปหาขนาดของเครื่องปฏิกรณ์ที่ต้องใช้กับฟาร์มไก่จริงได้ โดยสมการที่ (2.32) และสมการที่ (2.33)

$$\text{เครื่องปฏิกรณ์แบบถังกวนแบบต่อเนื่อง (CTSR): } V = \frac{F_{A0}x_A}{-r_A} \quad (2.32)$$

$$\text{เครื่องปฏิกรณ์แบบท่อไหล (PFR): } V = \int \frac{F_{A0}}{-r_A} dx \quad (2.33)$$

หลังจากขยายปริมาตรของเครื่องปฏิกรณ์แล้ว สามารถหาพื้นที่ผิวทำปฏิกิริยาของเครื่องปฏิกรณ์ใหม่ได้จากสมการความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ผิวทำปฏิกิริยาและปริมาตรของเครื่องปฏิกรณ์ ดังสมการที่ (2.34)

$$\frac{S_1}{V_1} = \frac{S_2}{V_2} \quad (2.34)$$