

บทที่ 4

ผลการทดลอง

ขั้นการเกิดนิวคลีเอชัน

การตกผลึกสารละลาย โดยให้สารละลายสัมผัสกับอากาศภายในหอดตกผลึกชาห์นไฮส พบว่าความเร็วอากาศ และอัตราการไหลของสารละลาย มีผลต่อขนาดของผลึกที่เกิดขึ้น

1. ผลของความเร็วอากาศที่มีต่อขนาดของผลึก

ทำการศึกษาการตกผลึกของคอปเปอร์ซัลเฟต เมื่อมีอัตราการไหลคงที่ เท่ากับ 0.0468 กิโลกรัมต่อวินาที และมีความเร็วอากาศเท่ากับ 0.0819, 0.1233, 0.1585 และ 0.1868 ลูกบาศก์เมตรต่อวินาที ผลการทดลองแสดงในรูปของความสัมพันธ์ระหว่างค่าขนาดมัธยฐานของผลึก (A50) และความเร็วอากาศที่ระดับต่าง ๆ ดังรูป 4.1 พบว่าเมื่อความเร็วอากาศเพิ่มขึ้น ค่าขนาดมัธยฐานของผลึกเพิ่มขึ้นด้วย โดยเพิ่มขึ้นร้อยละ 16.13, 35.48 และ 41.94 ตามลำดับ เมื่อเทียบกับค่าขนาดมัธยฐานของผลึกที่ความเร็วอากาศ 0.0819 ลูกบาศก์เมตรต่อวินาที

พิจารณาความสัมพันธ์ของความเร็วอากาศกับค่าร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้ และค่าอุณหภูมิขาออก ความสัมพันธ์เป็นดังรูปที่ 4.2

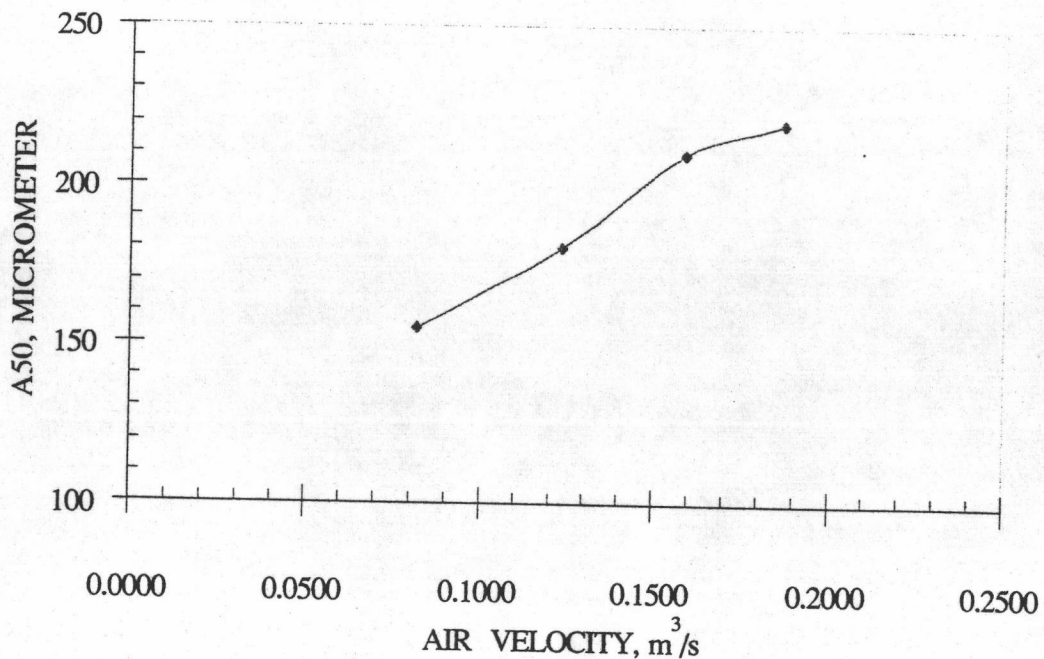
เมื่อพิจารณาความสัมพันธ์ของ ความเร็วอากาศกับค่าสัมประสิทธิ์การถ่ายโอนความร้อน ความสัมพันธ์เป็นดังรูปที่ 4.3

ค่าความสัมพันธ์ต่าง ๆ แสดงดังในตารางที่ 4.1

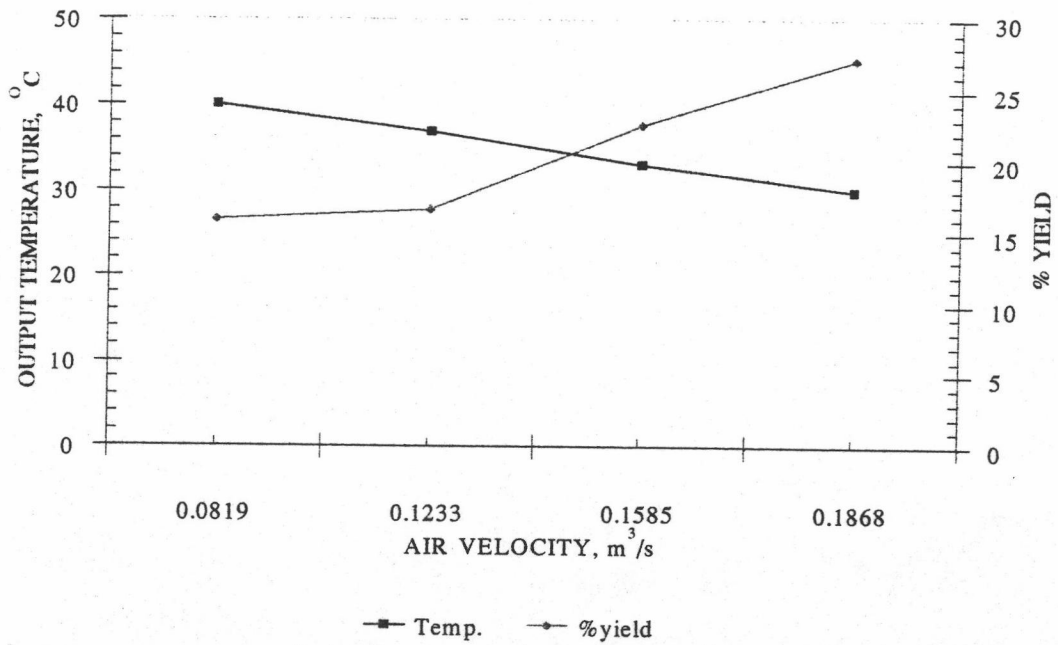
ตารางที่ 4.1 ความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วอากาศกับค่าขนาดมัธยฐานของผลึก ร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้ อุณหภูมิของสารละลายขาออก และสัมประสิทธิ์การถ่ายโอนความร้อน เมื่ออัตราการไหลของสารละลายเท่ากับ 0.0468 กก./วินาที

ความเร็วอากาศ (ม ³ /วินาที)	อุณหภูมิของสารละลายขาออก (องศาเซลเซียส)	ร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้ (ร้อยละ)	มัธยฐานของขนาดผลึก (ไมโครเมตร)	ร้อยละของการเพิ่มขนาด (ร้อยละ)	สัมประสิทธิ์การถ่ายโอนความร้อน (กิโลแคลอรี/ชม. ม ² °ซ)
0.0819	40	15.90	155	-	1723.38
0.1233	37	16.17	180	16.13	1986.81
0.1584	33	22.63	210	35.48	2177.16
0.1868	30	27.20	220	41.94	2316.23

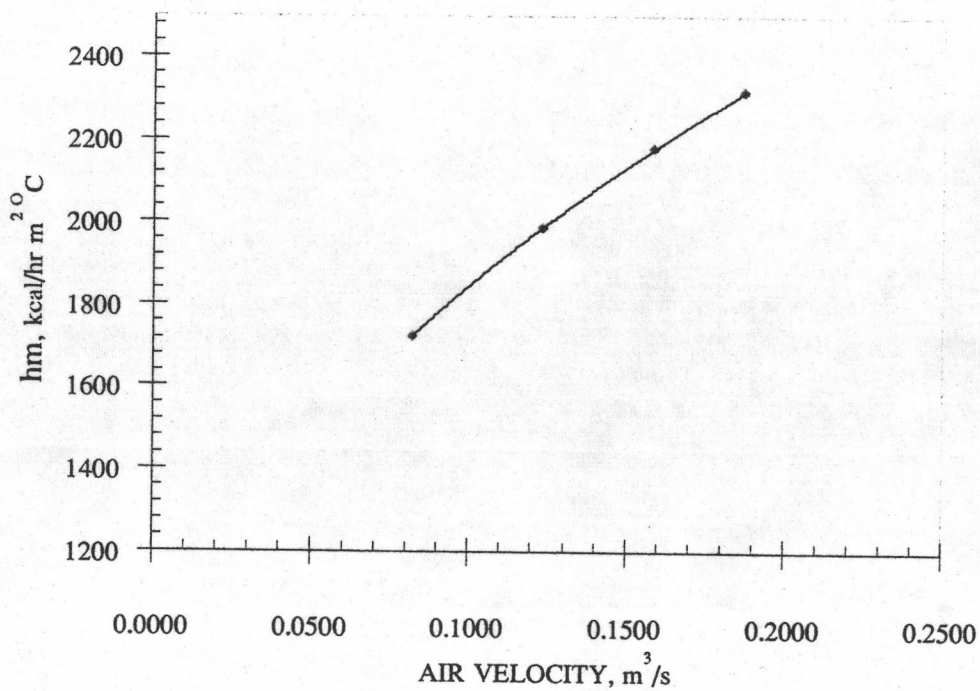
หมายเหตุ อุณหภูมิอากาศ 30 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.1 ความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วอากาศกับค่าขนาดมัธยฐานของผลึก เมื่ออัตราการไหลของสารละลายเท่ากับ 0.0468 กก./วินาที



รูปที่ 4.2 ความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วอากาศ กับค่าอุณหภูมิของสารละลายขาออกและค่าร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้ เมื่ออัตราการไหลของสารละลายเท่ากับ 0.0468 กก/วินาที



รูปที่ 4.3 ความสัมพันธ์ของความเร็วอากาศกับค่าสัมประสิทธิ์การถ่ายโอนความร้อนเมื่ออัตราการไหลของสารละลายเท่ากับ 0.0468 กก/วินาที

2. ผลของอัตราการไหลที่มีต่อขนาดของผลึก

ศึกษาการตกผลึกของคอปเปอร์ซัลเฟต เมื่อความเร็วอากาศคงที่ โดยศึกษาที่ความเร็วอากาศ 2 ค่า คือ 0.0819 และ 0.1585 ลูกบาศก์เมตรต่อวินาที

เมื่อความเร็วอากาศ 0.0819 ลูกบาศก์เมตรต่อวินาที จะทำการทดลองที่อัตราการไหลของสารละลาย 0.0219, 0.0468, 0.0595 และ 0.0730 กิโลกรัมต่อวินาที ผลที่ได้จะแสดงในตาราง 4.2 และจากรูปที่ 4.4 จะพบว่าเมื่อเพิ่มอัตราการไหลของสารละลายจะมีผลให้ค่าขนาดมัธยฐานของผลึกมีค่าลดลง โดยจะมีค่าลดลงร้อยละ 3.13, 3.13 และ 6.25 ตามลำดับ เมื่อเทียบกับค่าขนาดมัธยฐานของผลึกที่อัตราการไหลของสารละลาย 0.0219 กิโลกรัมต่อวินาที ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการไหลของสารละลาย กับร้อยละของผลึกที่ได้อุณหภูมิของสารละลายขาออก แสดงดังรูปที่ 4.5

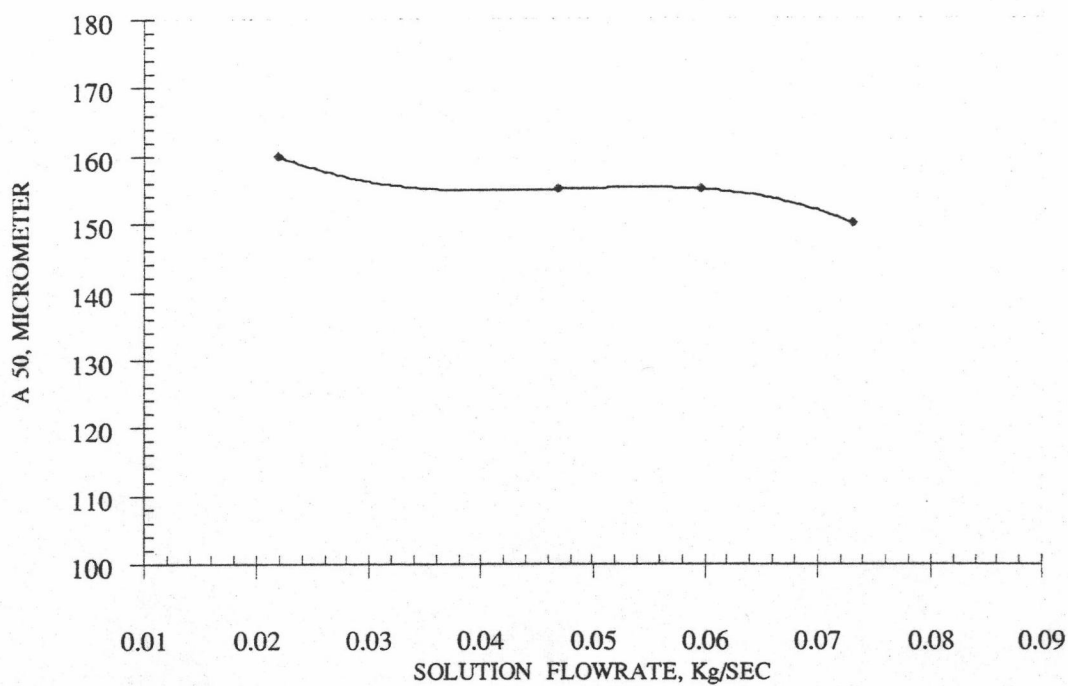
เมื่อความเร็วอากาศเท่ากับ 0.1585 ลูกบาศก์เมตรต่อวินาที ที่อัตราการไหลของสารละลาย 0.0408, 0.0595, 0.0730 และ 0.1076 กิโลกรัมต่อวินาที ผลที่ได้จะเป็นไปในทำนองเดียวกันคือขนาดของผลึกจะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอัตราการไหล โดยเมื่อเพิ่มอัตราการไหลจาก 0.0408 เป็น 0.0595, 0.0730 และ 0.1076 กิโลกรัมต่อวินาที ค่าขนาดมัธยฐานของผลึกจะลดลงร้อยละ 0.95, 2.38 และ 4.76 ตามลำดับ ผลการทดลองจะแสดงในตาราง 4.3 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการไหลของสารละลายกับค่าขนาดมัธยฐานของผลึก แสดงดังรูปที่ 4.6 ความสัมพันธ์ระหว่าง อัตราการไหลของสารละลายกับร้อยละของผลึกที่ได้อุณหภูมิของสารละลายขาออก แสดงดังรูปที่ 4.7

ตารางที่ 4.2 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการไหลของสารละลายกับค่าขนาดมัธยฐานของผลึก ร้อยละของผลึกภัณฑ์ที่ได้ อุณหภูมิของสารละลายขาออก และค่าร้อยละของการลดขนาด เมื่อความเร็วอากาศเท่ากับ 0.0819 ลูกบาศก์เมตรต่อวินาที

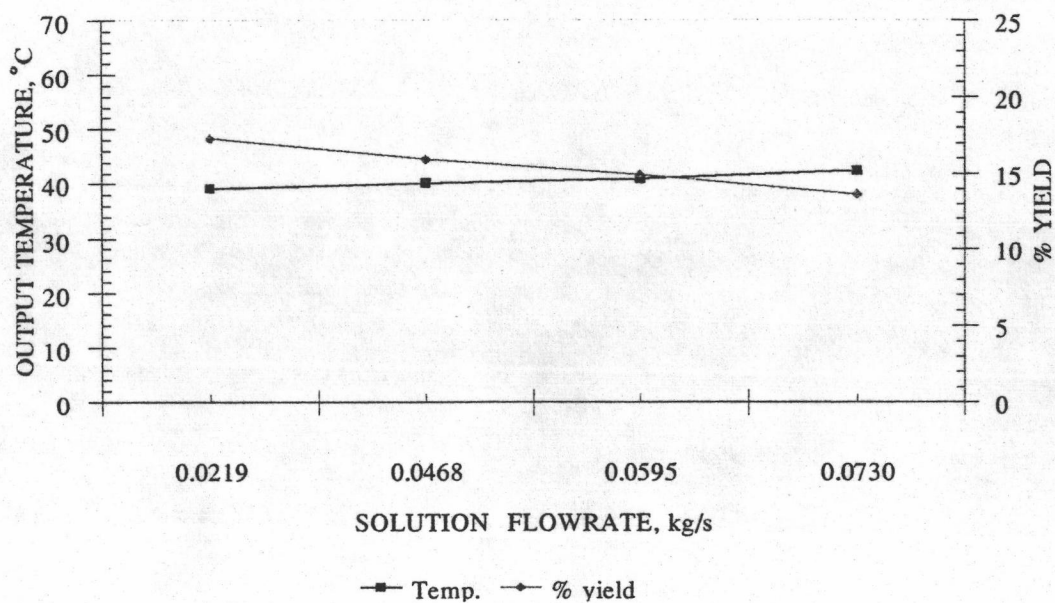
อัตราการไหลของ สารละลาย (กิโลกรัม/วินาที)	อุณหภูมิของสาร ละลายขาออก (องศาเซลเซียส)	ร้อยละของผลึก ภัณฑ์ที่ได้ (ร้อยละ)	มัธยฐานของ ขนาดผลึก (ไมโครเมตร)	ร้อยละของการ ลดขนาด (ร้อยละ)
0.0219	39	17.24	160	-
0.0468	40	15.90	155	3.13
0.0595	41	14.85	155	3.13
0.0730	42.5	13.63	150	6.25

ตารางที่ 4.3 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการไหลของสารละลายกับค่าขนาดมัธยฐานของผลึก ร้อยละของผลึกภัณฑ์ที่ได้ อุณหภูมิของสารละลายขาออก และค่าร้อยละของการลดขนาด เมื่อความเร็วอากาศเท่ากับ 0.1585 ลูกบาศก์เมตรต่อวินาที

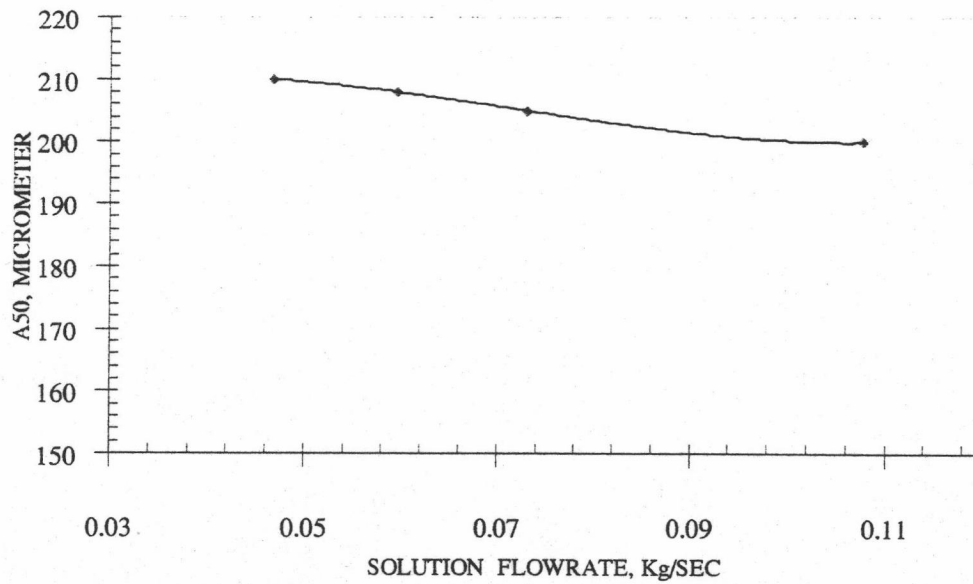
อัตราการไหลของ สารละลาย (กิโลกรัม/วินาที)	อุณหภูมิของสาร ละลายขาออก (องศาเซลเซียส)	ร้อยละของผลึก ภัณฑ์ที่ได้ (ร้อยละ)	มัธยฐานของ ขนาดผลึก (ไมโครเมตร)	ร้อยละของการ ลดขนาด (ร้อยละ)
0.0468	33	22.63	210	-
0.0595	37	19.46	208	0.95
0.0730	39	18.42	205	2.38
0.1076	41	16.10	200	4.76



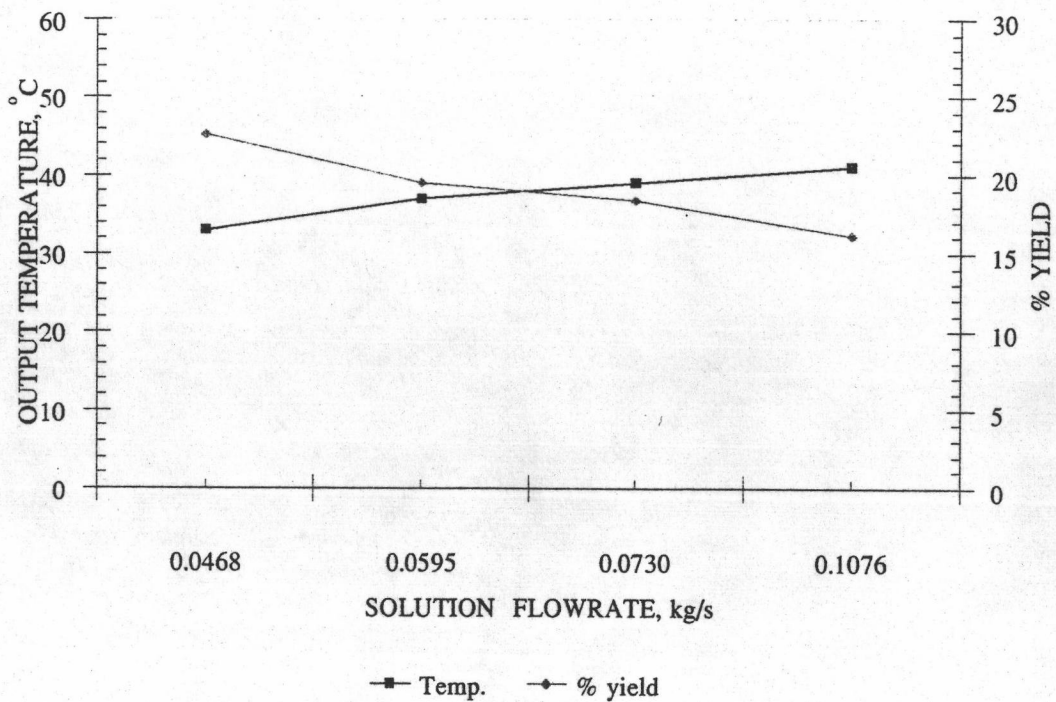
รูปที่ 4.4 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการไหลของสารละลาย กับค่าขนาดมัลฐานของผลึก เมื่อความเร็วอากาศเท่ากับ 0.0819 ลูกบาศก์เมตร/วินาที



รูปที่ 4.5 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการไหลของสารละลายกับ ค่าอุณหภูมิขาออกของสารละลายและค่าร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้ เมื่อความเร็วอากาศเท่ากับ 0.0819 ลูกบาศก์เมตร/วินาที



รูปที่ 4.6 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการไหลของสารละลาย กับค่าขนาดมัลติฐานของผลึก เมื่อความเร็วอากาศเท่ากับ 0.1585 ลูกบาศก์เมตร/วินาที



รูปที่ 4.7 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการไหลของสารละลาย กับค่าอุณหภูมิของสารละลาย ขาออก และค่าร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้ เมื่อความเร็วอากาศเท่ากับ 0.1585 ลูกบาศก์เมตร/วินาที

ขั้นการขยายขนาดของผลึก

การขยายขนาดของผลึกขณะอยู่ในถังตกผลึก และเมื่อสารละลายตกจากหอคตกผลึกแล้วจะทำการเลี้ยงผลึกในถังตกผลึกต่อไป พบว่ามีอิทธิพลของ ความเร็วรอบใบพัดกวน และ เวลา ดังต่อไปนี้

1. ผลของความเร็รรอบใบพัดกวนที่มีต่อการขยายขนาดของผลึก

ทำการศึกษาค่าผลของความเร็รรอบใบพัดกวน เมื่อควบคุมให้ภาวะการตกผลึกในหอคตกผลึกคงที่ คือความเร็วอากาศ 0.1585 ลูกบาศก์เมตร/วินาที อัตราการไหลของสารละลาย 0.0468 กิโลกรัม/วินาที ได้ค่าขนาดมัธยฐานของผลึกเมื่อตกจากหอคตกผลึก (เวลา 0 นาที) มีค่า 210 ไมโครเมตร จากนั้นทำการกวนสารละลายในถังตกผลึก โดยใช้ความเร็วรอบใบพัดกวน 1000, 1250, 1500 และ 1750 รอบ/นาที ทำการกวนเป็นเวลา 210 นาที โดยสุ่มเก็บสารละลายตัวอย่างมาทำการหาขนาดของผลึกที่เวลา 0, 15, 45, 90, 150 และ 210 นาที

การขยายขนาดของผลึกจะเพิ่มมากขึ้นเมื่อ ความเร็รรอบใบพัดกวนเพิ่มขึ้น โดยความสัมพันธ์ระหว่างค่าขนาดมัธยฐานของผลึกที่เวลาต่าง ๆ กับความเร็รรอบใบพัดกวน แสดงในตาราง 4.4 และความสัมพันธ์ของค่าร้อยละของการขยายขนาดของผลึกเมื่อเทียบกับค่าขนาดมัธยฐานของผลึกที่เวลา 0 นาที กับความเร็รรอบใบพัดกวน เมื่อเวลาต่าง ๆ แสดงในตาราง 4.5

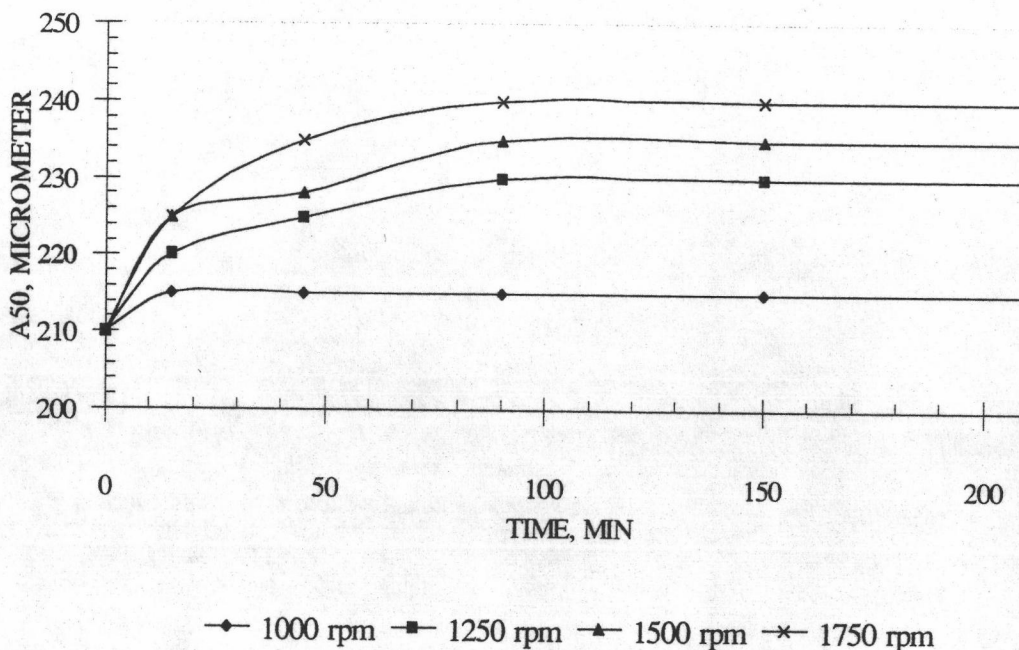
ตารางที่ 4.4 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าขนาดมัธยฐานของผลึกที่เวลาต่าง ๆ กับความเร็รรอบใบพัดกวน เมื่อความเร็วอากาศ 0.1585 ลูกบาศก์เมตร/วินาที อัตราการไหลของสารละลาย 0.0468 กิโลกรัม/วินาที

ความเร็รรอบใบพัดกวน (รอบ/นาที)	ค่าขนาดมัธยฐานของผลึก ที่เวลาต่าง ๆ (ไมโครเมตร)					
	0 นาที	15 นาที	45 นาที	90 นาที	150 นาที	210 นาที
1000	210	215	215	215	215	215
1250	210	220	225	230	230	230
1500	210	225	228	235	235	235
1750	210	225	235	240	240	240

ตารางที่ 4.5 ความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละของการขยายขนาดของผลึก เมื่อเทียบกับค่าขนาด
 มัธยฐานของขนาดผลึกที่เวลา 0 นาที กับความเร็วรอบใบพัดกวน เมื่อเวลาต่าง ๆ
 เมื่อความเร็วอากาศ 0.1585 ลูกบาศก์เมตร/วินาที อัตราการไหลของสารละลาย
 0.0468 กิโลกรัม/วินาที

ความเร็วรอบ ใบพัดกวน (รอบ/นาที)	ร้อยละของการขยายขนาดของผลึก ที่เวลาต่าง ๆ (ร้อยละ)					
	0 นาที	15 นาที	45 นาที	90 นาที	150 นาที	210 นาที
1000	-	2.38	2.38	2.38	2.38	2.38
1250	-	4.76	7.14	9.53	9.53	9.53
1500	-	7.14	8.57	11.90	11.90	11.90
1750	-	7.14	11.90	14.29	14.29	14.29

เมื่อนำค่าจากตารางที่ 4.4 มาเขียนกราฟ ได้ดังรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 ความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าขนาดมัธยฐานของผลึกและเวลา เมื่อความเร็วรอบใบพัด
 กวนต่างกัน โดยที่ความเร็วอากาศ 0.1585 ลูกบาศก์เมตร/วินาที อัตราการไหล
 ของสารละลาย 0.0468 กิโลกรัม/วินาที

2. ผลของการขยายขนาดของผลึกเมื่อความเร็วรอบใบพัดกวนคองที่

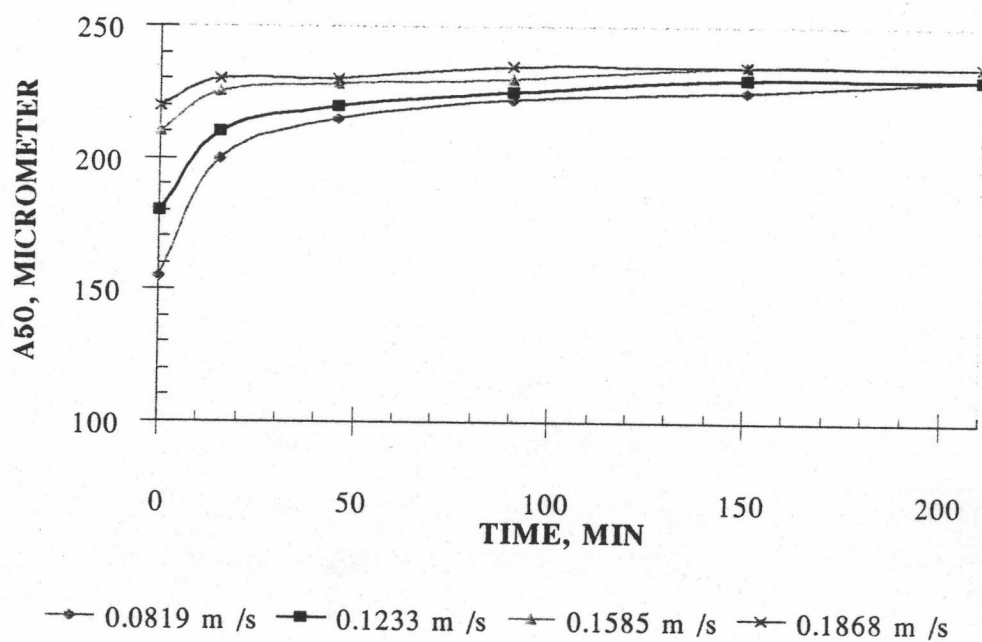
ทำการตกผลึกโดยควบคุมอัตราการไหลคองที่คือ 0.0468 กิโลกรัม/วินาที และเปลี่ยนแปลงความเร็วอากาศ 4 ค่า คือ 0.0819, 0.1233, 0.1585 และ 0.1868 ลูกบาศก์เมตร/วินาที จากนั้นทำการกวนสารละลายในถังตกผลึกโดยมีความเร็วรอบใบพัดกวนคองที่คือ 1500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 0, 15, 45, 90, 150 และ 210 นาที จะพบว่าเมื่อผลึกออกจากหอดตกผลึก (ที่เวลา 0 นาที) ค่าขนาดมัธยฐานของผลึกจะมีค่าต่างกันเมื่อความเร็วอากาศต่างกัน โดยที่เมื่อความเร็วอากาศเพิ่ม จะทำให้ค่าขนาดมัธยฐานของผลึกเพิ่มด้วย โดยจะมีขนาดเริ่มต้น 155, 180, 210 และ 220 ไมโครเมตร และเมื่อทำการกวนผลึกในถังตกผลึกเพื่อให้ผลึกเกิดการขยายตัว ผลึกจะมีการขยายขนาดต่างกันโดยที่ผลึกขนาดเล็กจะมีการขยายขนาดมากกว่า และเมื่อเวลาผ่านไปค่าขนาดมัธยฐานของผลึกจะเข้าสู่ค่าคงที่ค่าหนึ่ง ผลที่ได้จะแสดงดังตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 ความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วอากาศ กับค่าขนาดมัธยฐานของผลึกที่เวลาต่าง ๆ เมื่ออัตราการไหลของสารละลาย 0.0468 กิโลกรัม/วินาที ความเร็วรอบใบพัดกวน 1500 รอบ/นาที

ความเร็วอากาศ (ม ³ /วินาที)	ค่าขนาดมัธยฐานของผลึก ที่เวลาต่าง ๆ (ไมโครเมตร)					
	0 นาที	15 นาที	45 นาที	90 นาที	150 นาที	210 นาที
0.0819	155	200 (29.03)	215 (38.71)	222 (43.23)	225 (45.16)	230 (48.39)
0.1233	180	210 (16.67)	220 (22.22)	225 (25.00)	230 (27.78)	230 (27.78)
0.1585	210	225 (7.14)	228 (8.57)	230 (9.52)	235 (11.90)	235 (11.90)
0.1868	220	230 (4.55)	230 (4.55)	235 (6.82)	235 (6.82)	235 (6.82)

หมายเหตุ () คือค่าร้อยละการขยายขนาดของผลึกที่เวลาต่าง ๆ เทียบกับค่าขนาดมัธยฐานของผลึกที่เวลา 0 นาที

เมื่อนำความสัมพันธ์ตามตาราง 4.6 มาเขียนในรูปกราฟได้ความสัมพันธ์ดังรูป 4.9



รูปที่ 4.9 ความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วอากาศกับค่าขนาดมัธยฐานของผลึก ที่เวลาต่าง ๆ เมื่ออัตราการไหลของสารละลาย 0.0468 กก/วินาที และความเร็วรอบใบพัดกวน 1500 รอบ/นาที

ผลของความสัมพันธ์ของสภาพอิ่มตัวด้วยวดยิ่งสมบูรณ์ (ΔC) กับอัตราการขยายขนาดของผลึก (R_G)

ความสัมพันธ์ของสภาพอิ่มตัวด้วยวดยิ่งสมบูรณ์ กับอัตราการขยายขนาดของผลึก โดยอัตราการขยายขนาดของผลึกจะเป็นการสะสมของมวลสารต่อหนึ่งหน่วยเวลาต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่ ที่เวลา 0-15 นาที จะมีความสัมพันธ์ดังสมการของ Mullin, J.W., 1971

$$R_G = \frac{1}{a_c} \frac{dm_c}{dt} = K_G \Delta C^g \quad (4.1)$$

R_G คืออัตราการขยายขนาดของผลึก

a_c คือพื้นที่ผิวของผลึก = πd_1^2

dm_c คือน้ำหนักของผลึกสะสม = ρdV
 $= \rho \frac{1}{6} \pi (d_2^3 - d_1^3)$

dt คือเวลาเมื่อผลึกมีการขยายขนาดจาก d_1 เป็น $d_2 = 15$ นาที

ΔC คือสภาพอิ่มตัวด้วยวดยิ่งสมบูรณ์

K_G คือค่าคงที่รวมของการขยายขนาด

g คืออันดับรวมของการขยายขนาด

d_1 คือเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคที่เวลา 0 นาที
(ค่าขนาดมัธยฐานของผลึกที่ 0 นาที)

d_2 คือเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคที่เวลา 15 นาที
(ค่าขนาดมัธยฐานของผลึกที่ 15 นาที)

จากสมการ 4.1 ค่าต่าง ๆ ที่ใช้ในการคำนวณค่า R_G แสดงดังตาราง 4.8

ตารางที่ 4.7 ค่าอัตราการเกิดปฏิกิริยา(R_G) สภาพอิ่มตัวด้วยด่างสมบูรณ์(ΔC) พื้นที่ผิวของหนึ่งผลึก(a_c) และมวลของตัวถูกละลายที่เกาะบนผิวผลึกต่อหนึ่งนาที (dm_c / dt)

การทดลองที่	อัตรา การไหล (กก./วินาที)	ความเร็ว อากาศ (ม. ³ /วินาที)	d_1 (cm)	d_2 (cm)	R_G (g/cm ² .min)	ΔC (g/100g soln.)	a_c (cm ²)	dm_c / dt (g/min)
2	0.0468	0.1233	0.0180	0.0210	0.000268	3.70	0.0010	2.73×10^{-7}
3	0.0468	0.1585	0.0210	0.0225	0.000122	2.46	0.0014	1.70×10^{-7}
4	0.0468	0.1868	0.0220	0.0230	0.000080	1.05	0.0015	1.21×10^{-7}
5	0.0219	0.0819	0.0160	0.0190	0.000273	2.53	0.0008	2.20×10^{-7}
6	0.0595	0.0819	0.0155	0.0180	0.000222	2.06	0.0008	1.68×10^{-7}
7	0.0730	0.0819	0.0150	0.0175	0.000223	1.68	0.0007	1.58×10^{-7}
8	0.0595	0.1585	0.0208	0.0220	0.000097	1.59	0.0014	1.31×10^{-7}
9	0.0730	0.1585	0.0205	0.0215	0.000080	1.55	0.0013	1.05×10^{-7}
10	0.1076	0.1585	0.0200	0.0208	0.000063	0.93	0.0013	7.95×10^{-7}

หาอันดับของสมการและค่าคงที่โดยวิธี Multiple linear regression สามารถแปลงสมการ 4.1 ให้อยู่ในรูปของสมการเส้นตรง จะได้

$$\ln R_G = \ln K_G + g \ln \Delta C \quad (4.2)$$

เขียนให้อยู่ในรูปอย่างง่ายได้เป็น

$$Y = a_0 + a_1 X_1 \quad (4.3)$$

เมื่อ

$$Y = \ln R_G$$

$$a_0 = \ln K_G$$

$$a_1 = g$$

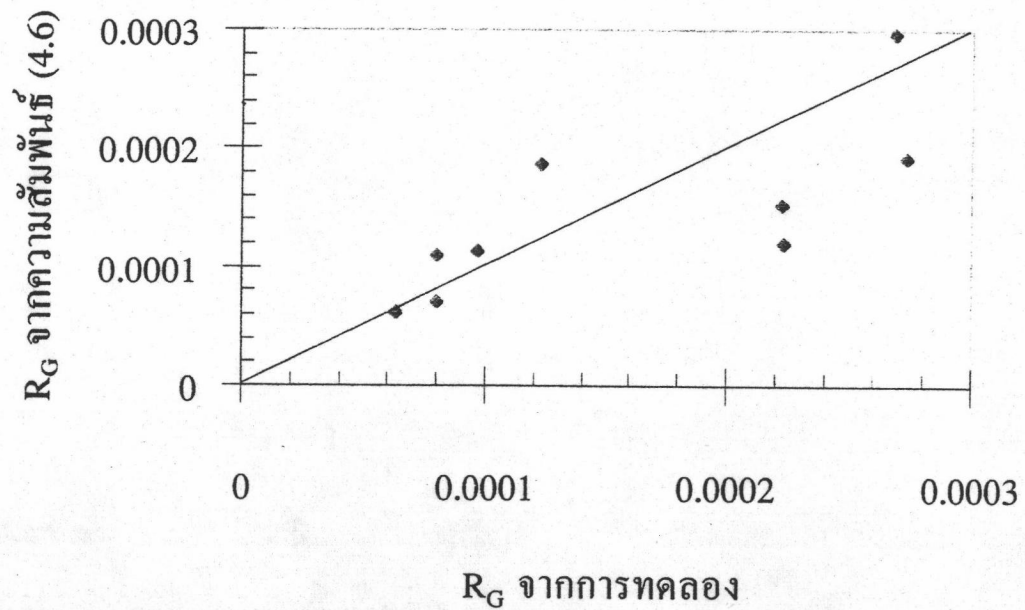
$$X_1 = \ln \Delta C$$

ค่าที่ใช้ในการคำนวณใน Multiple linear regression จะแสดงในตาราง ค1 (ภาคผนวก ค)

ผลจาก multiple linear regression จะได้ว่าความสัมพันธ์ของอัตราการขยายขนาดกับสภาพอิ่มตัว ยวดยิ่งสมบูรณ์ เขียนได้เป็น

$$R_G = 6.6303 \cdot 10^{-5} \Delta C^{1.1469} \quad (\text{g/cm}^2 \cdot \text{min}) \quad (4.6)$$

เมื่อนำค่าอัตราการขยายขนาดที่ได้จากการทดลอง และค่าที่ได้จากการคำนวณมาเปรียบเทียบกันจะได้ดังรูป



รูปที่ 4.10 การเปรียบเทียบค่าอัตราการขยายขนาดของผลึกที่ได้จากการทดลอง และค่าที่ได้ จากความสัมพันธ์ (4.6)