บทที่ 3

เครื่องมือและวิธีการทดลอง

3.1 การออกแบบการทดลอง

งานวิจัยได้พิจารณาตัวแปรต่างๆที่มีอิทธิพลต่อสมดุลย์การละลายของแคลเซี่ยมซัลเฟตที่สภาวะต่างๆโดยได้ศึกษาจากงานวิจัยก่อนหน้า (3, 4, 5, 6) พบว่า

3.1.1 สมดุลย์การเปลี่ยนแปลงรูปผลึกระหว่างยิปซัมและแอนไฮไดรท์

นช่วงอุณหภูมิที่ศึกษา (40-70 $^{\circ}$C) ที่ระดับความเข้มข้นของน้ำเกลือแกงที่ 3.4 ถึง 4.8 Molal (ความเข้มข้นของน้ำเกลือแกงที่ใช้ในอุตสาหกรรมผลิตคลอรีน และโซดาไฟจะมีความเข้มข้นเป็น 2 ระดับคือ 280 กรัม/ลิตร และ 200 กรัม/ลิตร ซึ่งเทียบเท่ากับความเข้มข้น 4.8 Molal และ 3.4 Molal ตามลำดับ) วัฏภาคของแคลเซียมซัลเฟตที่สมดุลย์อยู่ในน้ำเกลือแกงคือแอนไฮไดรท์

3.1.2 ผลของความเข้มข้นสารละลายเกลือแกง

สมดุลย์การละลายของแอนไฮไดรท์ในน้ำเกลือ แสดงให้เห็นว่าที่อุณหภูมิที่ทำการศึกษา (40-70°C) และในช่วงความเข้มข้นเกลือแกง 3.4-4.8 Molal ค่าการละลายของแอนไฮไดรท์มีค่าค่อนข้างคงที่ไม่ขึ้นกับความเข้มข้นเกลือแกงดังนั้นในการออกแบบการทดลองแก้หนดใความเข้มข้นสารละลายเกลือแกงห้คงที่ที่ 200 g/l

3.1.3 ผลของอุณหภูมิ

อุณหภูมิมีผลต่อสมดุลย์การละลายของแอนไฮไดรท์ โดยเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นค่าการละลายของแอนไฮไดรท์มีค่าลดลงอย่างมาก โดยในช่วงอุณหภูมิที่ศึกษาคือ 40, 55 และ 70°C ค่าการละลายมีค่าลดลงจากประมาณ 50 mMolal เป็น 35 mMolal

3.1.4 ผลของค่าความอิ่มตัวยิ่งยวด

ระดับความอิ่มตัวยิ่งยวดในถังปฏิกรณ์ชนิด MSMPR มีผลต่อค่าการกระจายประชากรของขนาดผลึก (CSD) วิธีการที่สะดวกที่สุดในการควบคุมระดับความอิ่มตัวยิ่งยวด ทำได้โดยการ เดินเครื่องปฏิกรณ์ตกผลึกทีด้วยเวลาที่อยู่ในถังปฏิกรณ์ (Residense time) ต่างๆ กัน การทดลองออกแบบให้ค่า Residense time = 20 , 30 และ 50 นาที

3.1.5 ผลของความเข้มข้นของโซเดียมซัลเฟตในน้ำเกลือ

ระดับความเข้มข้นของโซเดียมซัลเฟตในน้ำเกลือแกง จะมีผลต่อประสิทธิภาพและอายุการใช้ งานของแผ่นเมมเบรนซึ่งใช้ในกระบวนการแยกองค์ประกอบน้ำเกลือด้วยไฟฟ้าในเครื่อง Electrolyzer โดยระดับความเข้มข้นของโซเดียมซัลเฟตที่เหมาะสมต่อการเดินเครื่อง Electrolyzer ที่ความเข้มข้นของโซเดียมซัลเฟตสูงจะทำให้เกิดการตกผลึกอย่างถาวรในเนื้อของแผ่นเมมเบรน ดังนั้นในการออกแบบการทดลองจึงกำหนดให้ระดับความเข้มข้นของโซเดียม-ซัลเฟตอยู่ที่ค่าประมาณ10 กรัม/ลิตร

3.1.6 ผลของความเข้มข้นของแคลเซียมอิออนในน้ำเกลือ

สมดุลย์การละลายของแคลเซียมซัลเฟตในน้ำเกลือในช่วงที่ทำการวิจัย จะมีค่าการละลายของแอนไฮไดรท์ประมาณ 0.05 มิลลิโมแลล ที่สมดุลย์ดังกล่าวความเข้มข้นของแคลเซียม-อิออนจะมีค่าประมาณ 2.0 กรัม/ลิตร ในการวิจัยได้ศึกษาผลของแคลเซียมอิออนที่ระดับสูงกว่า 2.0 กรัม/ลิตร โดยกำหนดเป็น 2.5 , 3.0 และ 3.5 กรัมต่อลิตร

3.1.7 ผลของค่าพีเอช (ความเป็นกรด-ด่าง)

สมดุลย์การละลายของแคลเซียมซัลเฟตในน้ำเกลือจะมีค่าสูงขึ้นเมื่อ pH ต่ำกว่า 1.0 และเมื่อ pH สูงกว่า 12 ในการออกแบบการทดลอง ได้กำหนดให้ pH มีค่าคงที่ที่ 3

3.2 พารามิเตอร์ของการทดลอง

การวิจัยมุ่งศึกษาพารามิเตอร์ที่มีอิทธิพลต่อประสิทธิภาพการตกผลึกแคลเซี่ยมซัลเฟตในสารละลายเกลือแกงด้วยอุปกรณ์ตกผลึกชนิด Mixed Suspension Mixed Produvct

Removal (MSMPR) พารามิเตอร์ที่มุ่งศึกษาประกอบด้วยพารามิเตอร์ที่กำหนดให้คงที่ และพารามิเตอร์ที่กำหนดให้แปรค่า ดังแสดงในตารางที่ 3.1 และ 3.2

ตารางที่ 3.1 พารามิเตอร์ที่แปรเปลี่ยนในการ ทดลอง

ตัวแปร	ค่าที่ทดลอง
1. อุณหภูมิ	40, 55, 70 องศาเซลเซียส
2. ความเข้มข้นของแคลเซียมอิออน	2.5, 3.0, 3.5 กรัม/ลิตร
3. เวลาที่อยู่ในถังปฏิกรณ์ (Residense time)	20, 30, 50 นาที

ตารางที่ 3.2 พารามิเตอร์ที่กำหนดให้คงที่

ตัวแปร	ค่าที่ทดลอง
1. ความเข้มข้นของสารละลายเกลือแกง(NaCl)	คงที่ 200 กรัม/ลิตร
2. ความเข้มข้นของโซเดียมซัลเฟต	คงที่ 10 กรัม/ลิตร
3. ค่าความเป็นกรด-ด่างของน้ำเกลือดิบ	คงที่ pH = 3
4. ความเร็วรอบใบพัดกวน	คงที่ 850 รอบต่อนาที

3.3 แผนการทดลอง

จากตารางที่ 3.1 ซึ่งแสดงค่าพารามิเตอร์ที่แปรค่า ได้ทำการออกแบบการทดลองเป็น 3 ชุดการทดลองคือ

1. Residence time 20 นาที = ชุด C
2. Residence time 30 นาที = ชุด A
3. Residence time 50 นาที = ชุด B

และทำการแปรค่าตัวแปรอิสระคืออุณหภูมิ 3 ค่า และความเข้มข้นแคลเซียมอิออน 3 ค่า ดังนั้น จำนวนการทดลองจะมีทั้งหมด 27 การทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.3 , 3.4 และ 3.5

ตารางที่ 3.3 แผนการทดลองชุดที่ 1 Residence time 20 นาที = ชุด C

อุณหภูมิ(เซลเซียส) แคลเซียมอิออน กรัม/ลิตร	20	55	40
3.5	C1	C2	C3
3.0	C4	C5	C6
2.5	C7	C8	C9

ตารางที่ 3.4 แผนการทดลองชุดที่ 2 Residence time 30 นาที = ชุด A

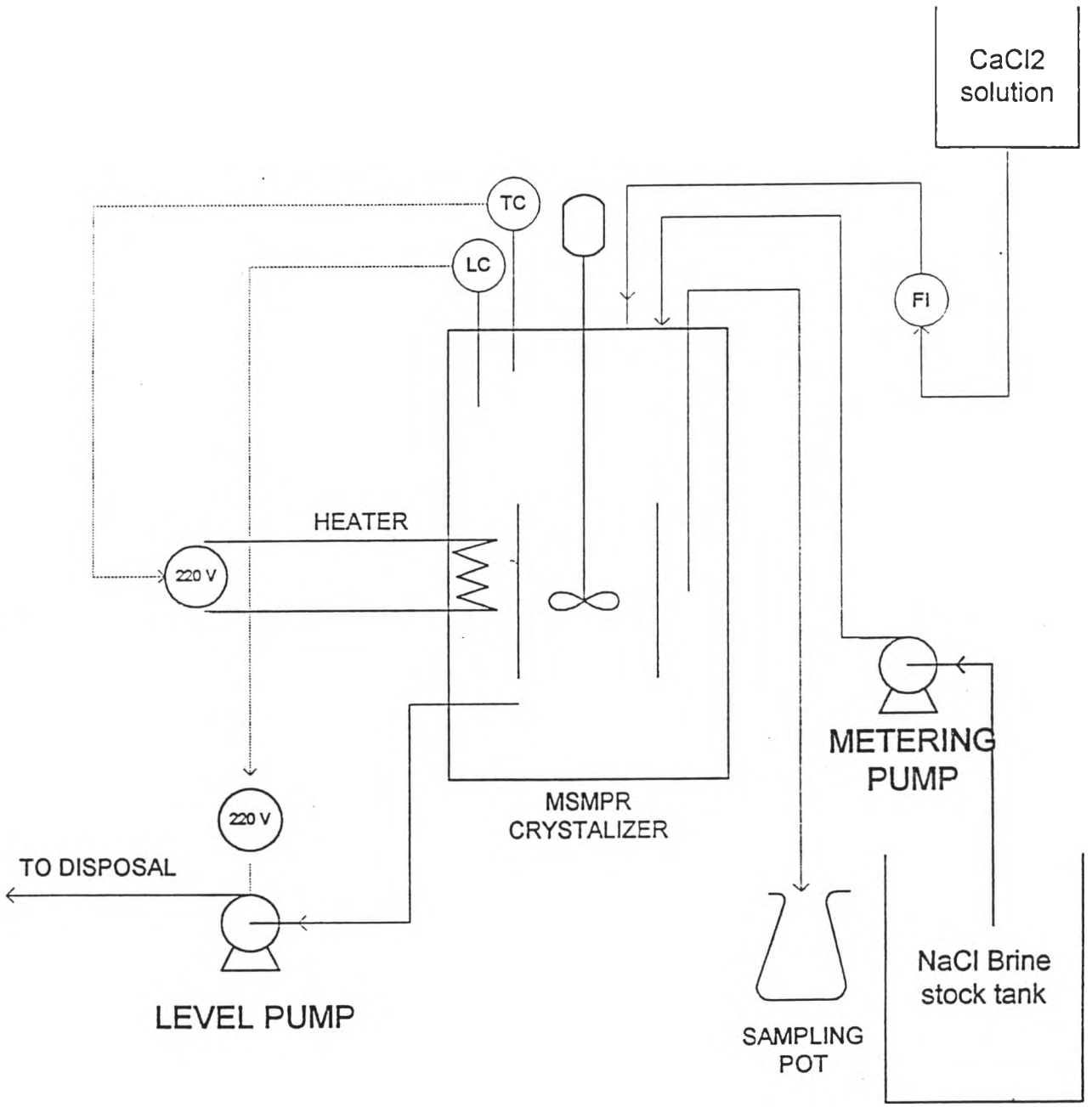
อุณหภูมิ(เซลเซียส) แคลเซียมอิออน กรัม/ลิตร	20	55	40
3.5	A1	A2	A3
3.0	A4	A5	A6
2.5	A7	A8	A9

ตารางที่ 3.5 แผนการทดลองชุดที่ 3 Residence time 50 นาที = ชุด B

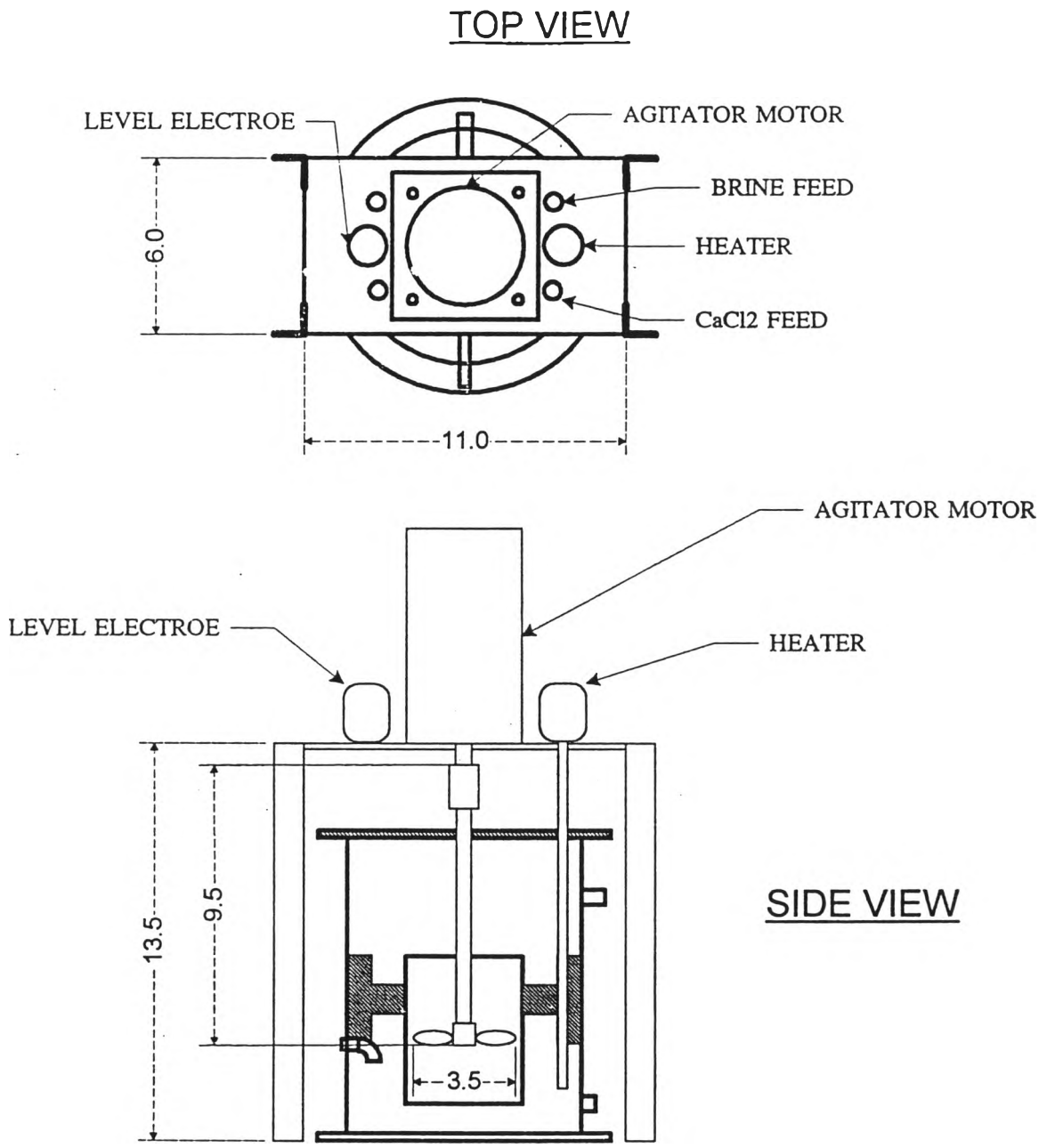
อุณหภูมิ(เซลเซียส) / แคลเซียมอิออน กรัม/ลิตร	20	55	40
3.5	B1	B2	B3
3.0	B4	B5	B6
2.5	B7	B8	B9

3.4 รายละเอียดการทำงานของอุปกรณ์เครื่องปฏิกรณ์ตกผลึกชนิด MSMPR

การทดลองจะจัดเครื่องมือตามรูป 3.1 แสดงรูปแบบของการทดลอง ส่วนประกอบหลักคือถังปฏิกรณ์ตกผลึกที่แสดงในรูป 3.2 ถูกใช้ในการวิจัยนี้ ถังตกผลึกมีปริมาตรใช้งานประมาณ 5 ลิตร ภายในถังติดตั้งท่อนำส่ง (Draft tube) มีแผ่นกั้นป้องกันการหมุนวน (Baffle) ติดอยู่ภายใน 2 แผ่น ในช่องวงแหวนติดตั้งแผ่นปรับทิศทางการไหลในแนวตั้ง (Vertical vane) 2 แผ่น การกวนผสมใช้ใบพัดกวนแบบไหลในแนวแกน (Axial flow) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 นิ้ว ลักษณะการไหล จะไหลลงในท่อนำส่งแล้วไหลขึ้นในช่องวงแหวนชั้นนอก การควบคุมระดับอุปกรณ์ควบคุมระดับอัตโนมัติแบบขาตัวนำ 3 ขาควบคุมการทำงานงานของปั๊มรักษาระดับปริมาตรที่ถูกปั๊มออกในแต่ละรอบของการทำงานประมาณ 200 มล. คิดเป็น 5% ของปริมาตรถังตกผลึก การควบคุมอุณหภูมิภายในถังถูกควบคุมให้คงที่ด้วยแท่งให้ความร้อนและอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิอัตโนมัติ การเติมน้ำเกลือและสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ จะเติมลงในท่อนำส่งเพื่อให้เกิดการกวนผสมและเกิดปฏิกริยาเคมีทั่วทั้งถังอย่างรวดเร็ว การเติมน้ำเกลือจะใช้ปั๊มไดอะแฟรมปรับอัตราการไหล สารละลายแคลเซียมคลอบรรจุอยู่ในถังสูงจากถังปฏิกรณ์ประมาณ 1 เมตร ทำหน้าที่เป็นถังจ่ายสารเคมีผ่านสายยางไหลผ่านมาตรวัดการไหลแบบลูกลอย (Rotameter) การปรับความเข้มข้นของแคลเซียมคลอไรด์ภายในถังตกผลึกให้คงที่ ทำโดยการปรับวาล์วที่สายยางและมาตรวัดแบบลูกลอยนี้



รูปที่ 3.1 รูปแบบการทดลอง



รูปที่ 3.2 แบบของอุปกรณ์เครื่องปฏิกรณ์ตกผลึกชนิด MSMPR

3.5 เครื่องมือ อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.5.1 รายการเครื่องมือและอุปกรณ์

1. ถังเตรียมน้ำเกลือดิบขนาด 1,000 ลิตร จำนวน 1ใบ
2. ปั๊มไดอะแฟรม จำนวน 1ตัว
   สำหรับสูบจ่ายน้ำเกลือดิบปรับอัตราการไหลได้ตั้งแต่ 0 ถึง 20 ลิตร/ชั่วโมง ยี่ห้อ Prominent รุ่น Gamma-4
3. ถังเก็บสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ ขนาด 20 ลิตร จำนวน 1 ใบ
4. มาตรวัดอัตราการไหล (Rotameter) จำนวน 1ตัว
   สำหรับจ่ายสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ อัตราการไหลสูงสุด 20 มิลลิลิตร/นาที
5. เครื่องสูบแบบหอยโข่ง (Centrifugal) จำนวน 1ตัว
   สำหรับรักษาระดับน้ำเกลือในถังปฏิกรณ์ อัตราการสูบสูงสุด 25 ลิตร/นาที ยี่ห้อ SUNSO วัสดุโพลีโพรไพลีน
6. ถังปฏิกรณ์ตกผลึกแบบ MSMPR ขนาด 5 ลิตร จำนวน 1ถัง
   โครงสร้างของถังตามรูปที่ 3.2 วัสดุพีวีซี เสริมความแข็งแรงด้วยเส้นใยแก้ว
7. ใบพัดกวนแบบไหลในแนวแกน (Axial flow) จำนวน 1ชุด
   ใบพัดขนาด 3 นิ้ว ขับด้วยมอเตอร์ไฟฟ้ากระแสตรงโวลท์ ขนาด 50 วัตต์ สามารถปรับความเร็วรอบได้ตั้งแต่ 0-1,000 รอบต่อนาที วัสดุอลูมิเนียมเคลือบใยแก้ว (ดัดแปลงจากใบพัดเรือ)
8. แท่งให้ความร้อนชนิดจุ่มขนาด 1,000 วัตต์ จำนวน 1ตัว
9. อุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ จำนวน 1ชุด
   ประกอบด้วย หัววัดอุณหภูมิชนิด RTD ความแม่นยำ ± 0.5 องศาเซลเซียสส่งสัญญาณไปยังเครื่องควบคุมเพื่อเปิด-ปิดกระแสไฟฟ้าที่ป้อนให้กับแท่งให้ความร้อนชนิดจุ่ม
10. อุปกรณ์ควบคุมระดับ ในถังปฏิกรณ์ จำนวน 1ชุด
    ประกอบด้วยเส้นลวดตัวนำวัดระดับชนิด 3 ขา (Conductive level electrodes) ส่งสัญญาณไปยังเครื่องควบคุมเพื่อสั่งเปิด-ปิดกระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้กับเครื่องสูบแบบหอยโข่ง ทำการสูบส่งน้ำเกลือออกจากถัง
11. ถังรับน้ำเกลือทิ้งขนาด 50 ลิตร จำนวน 1ใบ
12. ชุดกรองตะกอนผลึก จำนวน 1ชุด

ชุดกรองตะกอนผลึกด้วยปั๊มสูญญากาศขนาด 1/4 แรงม้า สร้างสูญญากาศได้สูงสุด -20 นิ้วปรอท

13. อุปกรณ์ของไตเตรตด้วยสารละลาย EDTA จำนวน 1ชุด
เพื่อใช้ไตเตรตหาความเข้มข้นของแคลเซียมอิออนในน้ำเกลือ
14. เครื่องวัดการดูดกลืนแสงแบบ Spectophotometer
เพื่อใช้วัดความเข้มข้นของโซเดียมซัลเฟตในน้ำเกลือด้วยวิธีการวัดการดูดกลืนแสงโดยการตะกอนแบเรี่ยมซัลเฟต
15. เครื่องชั่งความละเอียดสูง (ทศนิยม 3 ตำแหน่ง)
16. อุปกรณ์เครื่องแก้ว, ขวดทดลอง, สายยางขนาดต่างๆ วาล์วขนาดต่างๆ
17. อุปกรณ์ป้องกันภัยส่วนบุคคล เช่น แว่นตากันสารเคมี, ถุงมือยาง

3..5.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. น้ำเกลือโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้น 200 กรัม NaCl /ลิตร (วัดด้วยการไตรเตรตกับสารละลายซิลเวอร์คลอไรด์) พีเอช 3 , ความเข้มข้นโซเดียมซัลเฟต 10 กรัม/ลิตร
2. สารเคมี
   - สารละลายแคลเซียมคลอไรด์ ความเข้มข้น 25% โดยน้ำหนัก
   - กรดเกลือ (Hydrochloric acid) ความเข้มข้น 35% โดยน้ำหนัก สำหรับปรับ pH น้ำเกลือดิบ
   - สารละลาย EDTA
   - ผงแบเรียมคลอไรด์ ความบริสุทธิ์ 99.9%
   - ผงโซเดียมซัลเฟต ความบริสุทธิ์ 99.9%
   - เมทิลแอลกอฮอร์สำหรับชะล้างตะกอนผลึกและสำหรับใช้เป็นตัวพาอนุภาคในการวัดด้วยเครื่อง Particle Size Laser

3.6 วิธีการทดลอง

1. เติมน้ำเกลือดิบที่เตรียมไว้ลงในถังปฏิกรณ์
2. คำนวณหาปริมาตรสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ที่ต้องใช้ในการปรับความเข้มข้นของแคลเซียมอิออนในถังปฏิกรณ์ตามที่ออกแบบการทดลองไว้

3. จ่ายไฟให้กับแท่งให้ความร้อนแบบจุ่ม และตั้งอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่อุณหภูมิที่กำหนด

4. ป้อนน้ำเกลือดิบด้วยอัตราไหลตามที่ได้ออกแบบการทดลองไว้ และสารละลายแคลเซียมคลอไรด์เข้าสู่ถังปฏิกรณ์ด้วยอัตราไหลที่จะทำให้ความเข้มข้นของแคลเซียมอิออนมีค่าคงที่ตามที่ต้องการ

5. เดินเครื่องกวน ความเร็วรอคงที่ที่ 850 รอบต่อนาที

6. จ่ายไฟให้กับชุดควบคุมระดับน้ำเกลือในถังปฏิกรณ์ และเครื่องสูบทิ้งน้ำเกลือ

7. ทุกๆ 30 นาทีตลอดการทดลองเก็บตัวอย่างน้ำเกลือจากถังปฏิกรณ์ ปริมาตร 200 มล. แล้วทำการกรองด้วยกระดาษกรองและชุดเครื่องสูบสุญญากาศ นำน้ำเกลือใสที่ได้ไปทำการวิเคราะห์หาความเข้มข้นแคลเซียมอิออนด้วยการไตเตรตกับสารละลาย EDTA. เพื่อใช้เป็นข้อมูลในการปรับเพิ่ม-ลดอัตราไหลของสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ให้คงที่

8. บันทึกข้อมูลความเข้มข้นของแคลเซียมอิออน รอจนความเข้มข้นของแคลเซียมอิออนมีค่าคงที่จึงเริ่มนับเป็นเวลาที่ระบบมีความคงที่ขององค์ประกอบทางเคมี

9. เก็บตัวอย่างสารแขวนลอยจากเครื่องสูบรักษาระดับ ภายหลังจากระบบเข้าสู่สมดุลย์ของการกระจายประชากรผลึกปริมาตรของสารแขวนลอยที่เก็บประมาณ 200 ml บันทึกปริมาตรไว้

10. ทำการกรองตัวอย่างน้ำเกลือด้วยกระดาษกรองและชุดกรองสูญญากาศ น้ำเกลือใสที่กรองได้ส่วนหนึ่งนำไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นแคลเซี่ยมอิออน เพื่อใช้เป็นข้อมูลในการปรับเพิ่ม-ลดอัตราไหลของสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ให้คงที่

11. ผลึกที่ได้จากการกรอง ทำการล้างด้วยเมทานอลแล้วนำไปเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลานาน 15 นาทีจนแห้ง จากนั้นนำไปชั่งน้ำหนัก หาน้ำหนักผลึกทั้งหมดแล้วเก็บผลึกไว้ในหลอดทดลอง เพื่อนำส่งวิเคราะห์หาการกระจายประชากรต่อไป

12. ทำการเดินเครื่องเป็นเวลานานประมาณ 9 เท่าของค่าเวลาที่อยู่ในถังปฏิกรณ์ (Residence time) จึงหยุดการทดลอง