บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีดำเนินงานวิจัย

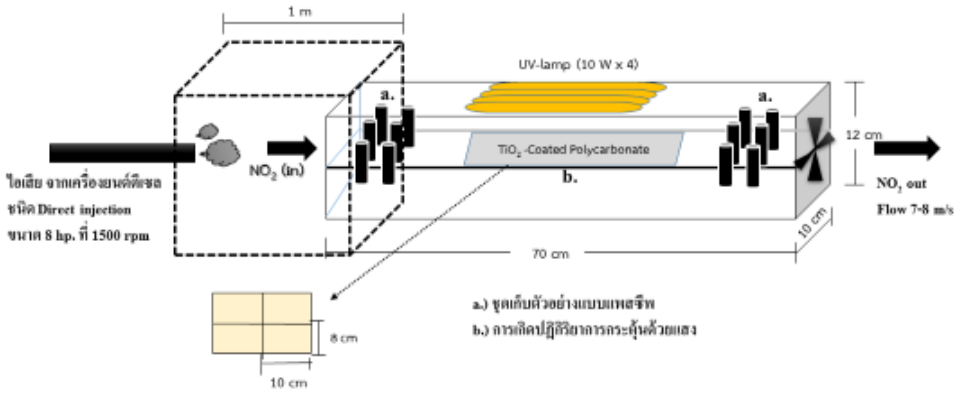
3.1 อุปกรณ์เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการลดออกไซด์ของไนโตรเจนในแก๊สไอเสียโดยใช้กระบวนการโฟโตแคทาลิซิสด้วยโพลีคาร์บอเนตเคลือบด้วยไททาเนียมไดออกไซด์ โดยมีอุปกรณ์และเครื่องมือในการทดสอบดังต่อไปนี้

3.1.1 อุปกรณ์และเครื่องมือในชุดทดสอบ

ชุดการทดสอบการลดออกไซด์ของไนโตรเจนในแก๊สไอเสียโดยใช้กระบวนการโฟโตแคทาลิซิสด้วยโพลีคาร์บอเนตเคลือบด้วยไททาเนียมไดออกไซด์ แสดงในภาพที่ 3.1 จะประกอบด้วยสองส่วนหลัก คือ ส่วนที่หนึ่งสำหรับการเกิดปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสง ซึ่งระบบจะถูกออกแบบโดยทำจากแผ่นอะคริลิคขนาดความกว้าง x ความยาว x ความสูง เท่ากับ 10 cm x 70 cm x 12 cm มีหลอดยูวีขนาด 10 วัตต์ จำนวน 4 หลอด เป็นแหล่งกำเนิดแสงยูวีโดยมีระยะห่าง 1.5 cm จากแผ่นโพลีคาร์บอเนตที่เคลือบด้วย TiO_2 ขนาด 10 cm x 8 cm ในการทดสอบจะมีแก๊สไอเสียจากเครื่องยนต์ดีเซลชนิดไดเรคอินเจคชั่นขนาด 8 hp. ความเร็วรอบอยู่ที่ 1500 รอบ/นาที แก๊สไอเสียในชุดทดสอบจะมีความเร็วอยู่ที่ 7-8 m/s ไอเสียที่เข้ามาจะมีองค์ประกอบของ NO_2 เมื่อไหลผ่านแผ่นโพลีคาร์บอเนตที่เคลือบด้วย TiO_2 สำหรับอุกรณ์หลักในส่วนที่สองจะเป็นชุดเก็บตัวอย่างแบบแพสซีฟเพื่อนำไปวิเคราะห์หาปริมาณความเข้มข้นของ NO_2 ในไอเสียที่ทางเข้าและออกจากชุดทดสอบซึ่งประกอบด้วย หลอดเก็บตัวอย่างอากาศโพลีสไตรีนสูง 50 เซนติเมตร ภายในบรรจุแผ่นกระดาษกรองขนาด GF/A ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางยาว 1.1 เซนติเมตร รายละเอียดของชุดเก็บตัวอย่างแสดงดังภาพที่ 3.1

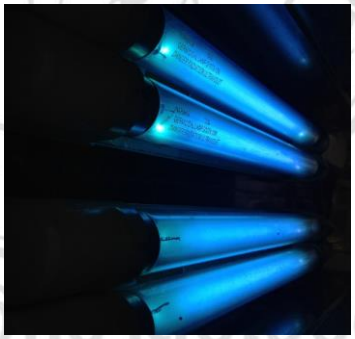
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



ภาพที่ 3.1 ชุดทดสอบการลดออกไซด์ของไนโตรเจนในแก๊สไอเสียโดยใช้กระบวนการโฟโตแคทาลิซิส

สำหรับรายละเอียดอุปกรณ์ต่างๆ มีดังต่อไปนี้

1) แหล่งกำเนิดแสงในงานวิจัยนี้จะใช้หลอดยูวีเป็นแหล่งกำเนิดแสงยี่ห้อ NARWAR ขนาด 10 วัตต์ จำนวน 4 หลอด ดังแสดงในภาพที่ 3.2



ภาพที่ 3.2 หลอดยูวียี่ห้อ NARWAR

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

2) พัดลมดูดอากาศ ยี่ห้อ CNDF กำลังไฟฟ้า 18 วัตต์

3) เครื่องวิเคราะห์แก๊ส(Flue gas analyser) ในงานวิจัยนี้จะใช้เครื่องวิเคราะห์แก๊สยี่ห้อ TESTO รุ่น testo 340 เพื่อวัดค่าความเข้มข้นออกไซด์ของไนโตรเจน (NO_x) จากปากปล่องท่อไอเสียดังแสดงในภาพที่ 3.3

ภาพที่ 3.3 เครื่องวิเคราะห์แก๊ส ยี่ห้อ TESTO รุ่น testo 340

4) แผ่นโพลีคาร์บอเนตเพื่อใช้เป็นซับสเตรตที่เคลือบด้วยนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ผลึกแบบอะนาเทส [วีระเดช, 2008] ด้วยเครื่องเคลือบโลหะออกไซด์โดยกระบวนการสปาร์คที่อัตราเร็ว 0.60 cm/s ของหน่วยวิจัยวัสดุนาโน ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ดังภาพที่ 3.4

ภาพที่ 3.4 เครื่องเคลือบโลหะออกไซด์โดยกระบวนการสปาร์ค

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

5) เครื่องยนต์ดีเซลชนิดไดเรคอินเจคชั่นเพื่อผลิตแก๊สไอเสียเข้าชุดทดสอบ

6) เครื่องวัดความเข้มแสงยูวี (UV Meter) ใช้สำหรับวัดแสง UVA ในช่วง 250-390 nm ดังแสดงในภาพที่ 3.5

ภาพที่ 3.5 เครื่องวัดความเข้มแสงยูวี รุ่น SP-82UV

3.1.2 อุปกรณ์ในส่วนของการเก็บตัวอย่างแบบแพสซีฟ

การเก็บตัวอย่างแก๊สด้วยวิธีการเก็บตัวอย่างแบบแพสซีฟเพื่อใช้ในการหาปริมาณไนโตรเจนไดออกไซด์ต้องอาศัยอุปกรณ์และสารเคมีในการเตรียมสาร ตามรายละเอียดดังต่อไปนี้

1) อุปกรณ์และสารเคมีในการตรวจสอบหาปริมาณความเข้มข้นของแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์โดยวิธีการเก็บตัวอย่างแบบแพสซีฟ

1.1) เครื่อง UV/Vis Spectrophotometers แสดงดังภาพที่ 3.6 เป็นเครื่องมือที่ใช้ทดสอบหาความเข้มข้นของไนโตรเจนไดออกไซด์ที่มีอยู่ในหลอดเก็บตัวอย่าง โดยช่วงความยาวคลื่นที่ใช้อยู่ที่ 540 nm

ภาพที่ 3.6 UV/Vis Spectrophotometers รุ่น T80

1.2) คิวเวตโพลีสไตรีน (Cuvette polystyrene) ขนาด 0.5 -2.0 mL เพื่อใช้บรรจุสารสำหรับทดสอบกับเครื่อง Spectrophotometer

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

2) สารเคมีและอุปกรณ์ในการเตรียมสารละลาย

2.1) Triethanolamine, TEA ($C_6H_{15}NO_3$, 99%) (Merck, Germany)

2.2) Sulfanilamide ($C_6H_2N_2O_2S$, 98%) (Sigma-Aldrich, Singapore)

2.3) Phosphoric acid (H_3PO_4, 86.4%) (Merck, Germany)

2.4) N-1-naphthyl-ethylenediamine-dihydrochloride, NEDA ($C_{12}H_{14}N_2$.2HCl, 97.0%) (Sigma-Aldrich, Singapore

2.5) Sodium nitrite ($NaNO_2$, 98.0%) (Merck, Germany)

2.6) หลอดเก็บตัวอย่างอากาศโพลีสไตรีน ขนาด 10 ml สูง 50 เซนติเมตร

2.7) กระดาษกรอง ขนาด GF/A เส้นผ่านศูนย์กลางยาว 1.1 เซนติเมตร

2.8) ไมโครปิเปต

3.2 ขั้นตอนการเตรียมสารเคมีเพื่อใช้ในการทดลอง

3.2.1 สารละลายไตรเอธาโนลามีน (TEA) 20% โดยปริมาตร

ใช้ไมโครปิเปตดูด TEA มา 20 mL ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน

3.2.1 เตรียมสารละลายซอลท์มันน์

ผสมสารละลายซัลฟานิลาไมด์ 10 mL กับสารละลาย NEDA 1 mL แล้วเก็บในที่เย็นและพ้นแสง โดยสารละลายทั้งสองมีวิธีการเตรียมสาร ดังนี้

1) สารละลายซัลฟานิลาไมด์ (Sulfanilamide solution)

ชั่งซัลฟานิลาไมด์ 10.75 g ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 mL ทำการละลายด้วยกรดฟอสฟอริก 28 mL แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน

2) สารละลาย N-1-naphthyl-ethylenediamine-dihydrochloride (NEDA)

ละลาย NEDA 0.1520 g ด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2.2 สารละลายมาตรฐานโซเดียมไนไตรท์เข้มข้น 1000 mg/L

ใช้ $NaNO_2$ 0.150 g ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน

3.3 วิธีการดำเนินงานวิจัย

ในงานวิจัยนี้จะแบ่งการดำเนินงานออกเป็นสองส่วนคือ ศึกษาพารามิเตอร์ที่มีผลต่อการลดออกไซด์ของไนโตรเจน (NO_x) ในแก๊สไอเสียด้วยกระบวนการโฟโตแคตาลิซิสและการวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนไดออกไซด์ด้วยวิธีการเก็บตัวอย่างแบบแพสซีฟ

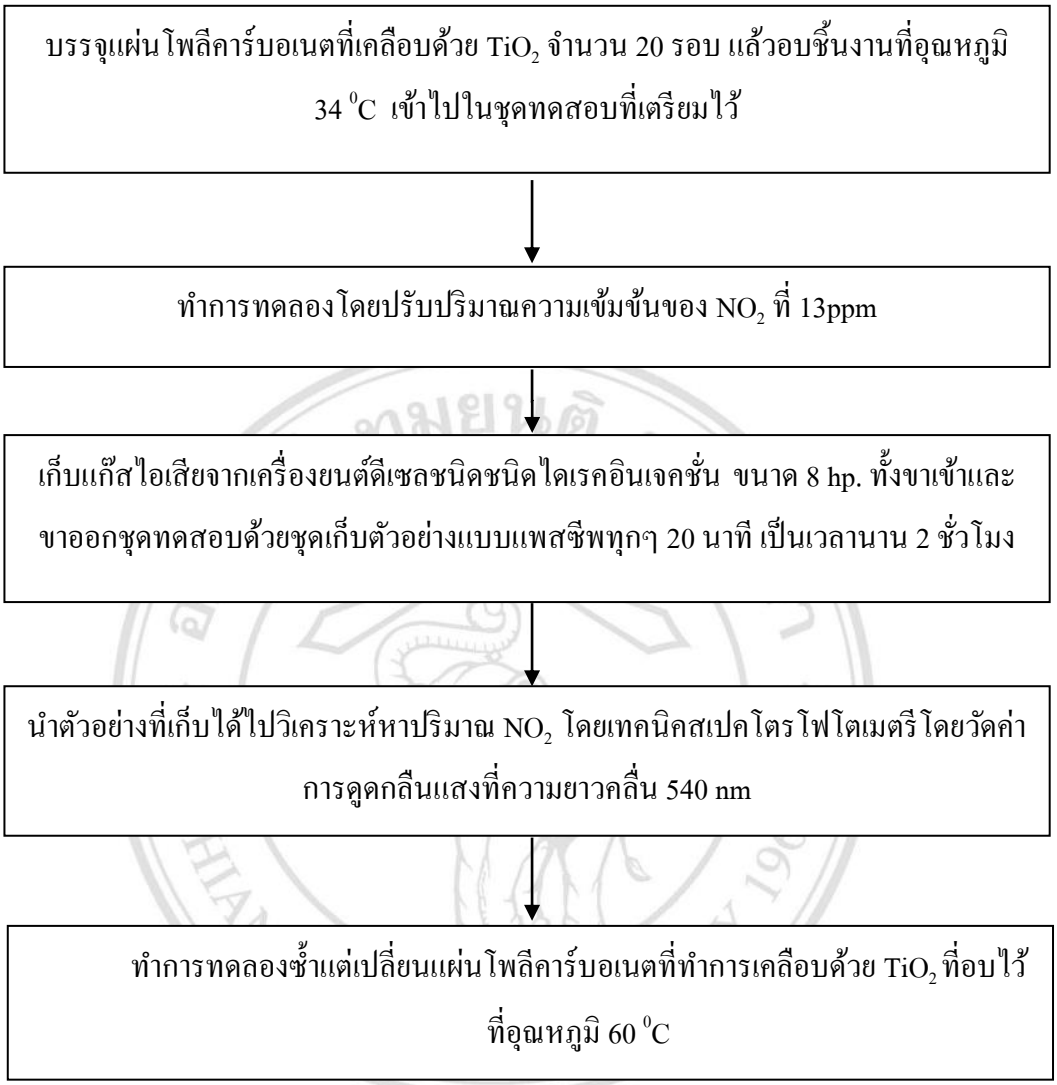
3.3.1 ศึกษาพารามิเตอร์ที่มีผลต่อการลดออกไซด์ของไนโตรเจน (NO_x) ในแก๊สไอเสียด้วยกระบวนการโฟโตแคตาลิซิส

ในศึกษาพารามิเตอร์ที่มีผลต่อการลดออกไซด์ของไนโตรเจน (NO_x) ในแก๊สไอเสียด้วยกระบวนการโฟโตแคตาลิซิสนี้ได้กำหนดปัจจัยที่ใช้ในการศึกษา ได้แก่ อุณหภูมิที่ใช้อบแผ่นโพลีคาร์บอเนตเมื่อถูกเคลือบด้วย TiO_2 แล้วความเข้มข้นของไนโตรเจนไดออกไซด์ และปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาโดยพิจารณาจากจำนวนรอบในการเคลือบ TiO_2 บนแผ่นโพลีคาร์บอเนตและกำหนดสภาวะของตัวแปรควบคุม ได้แก่ อัตราการไหลของแก๊สไอเสีย 7-9 m/s อุณหภูมิภายในชุดทดสอบอยู่ที่ 40 ± 2 และใช้หลอดยูวีเป็นแหล่งกำเนิดแสง ขนาด 10 วัตต์ จำนวน 4 หลอด (ความเข้มแสงอยู่ประมาณ 7.6 W/m^2) และทำการจัดตั้งอุปกรณ์การทดลองดังรูป 3.2 ซึ่งมีรายละเอียดการทดลองดังนี้

1) การศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้อบแผ่นโพลีคาร์บอเนตที่เคลือบด้วย TiO_2 ที่มีผลศักยภาพการลดปริมาณออกไซด์ของไนโตรเจน

ถ้าอุณหภูมิที่ใช้อบชิ้นงานมีผลต่อการยึดติดระหว่างซับสเตรทกับตัวเร่งปฏิกิริยาแล้วจะส่งผลต่อศักยภาพการลดปริมาณออกไซด์ของไนโตรเจน โดยเลือกใช้แผ่นโพลีคาร์บอเนตที่เคลือบด้วย TiO_2 จำนวน 20 รอบ อุณหภูมิที่ใช้อบอยู่ที่ 34 ^0C และ 60 ^0C เป็นเวลานาน 30 นาที และใช้วิธีการเก็บตัวอย่างแบบแพสซีฟในการเก็บตัวอย่างแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ ซึ่งในแต่ละสภาวะที่ทดลองจะใช้ความเข้มข้นของ NO_2 อยู่ที่ 13 ppm และทำการเก็บตัวอย่าง 3 ซ้ำ โดยจะการทดลองตามขั้นตอนดังภาพ 3.7

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

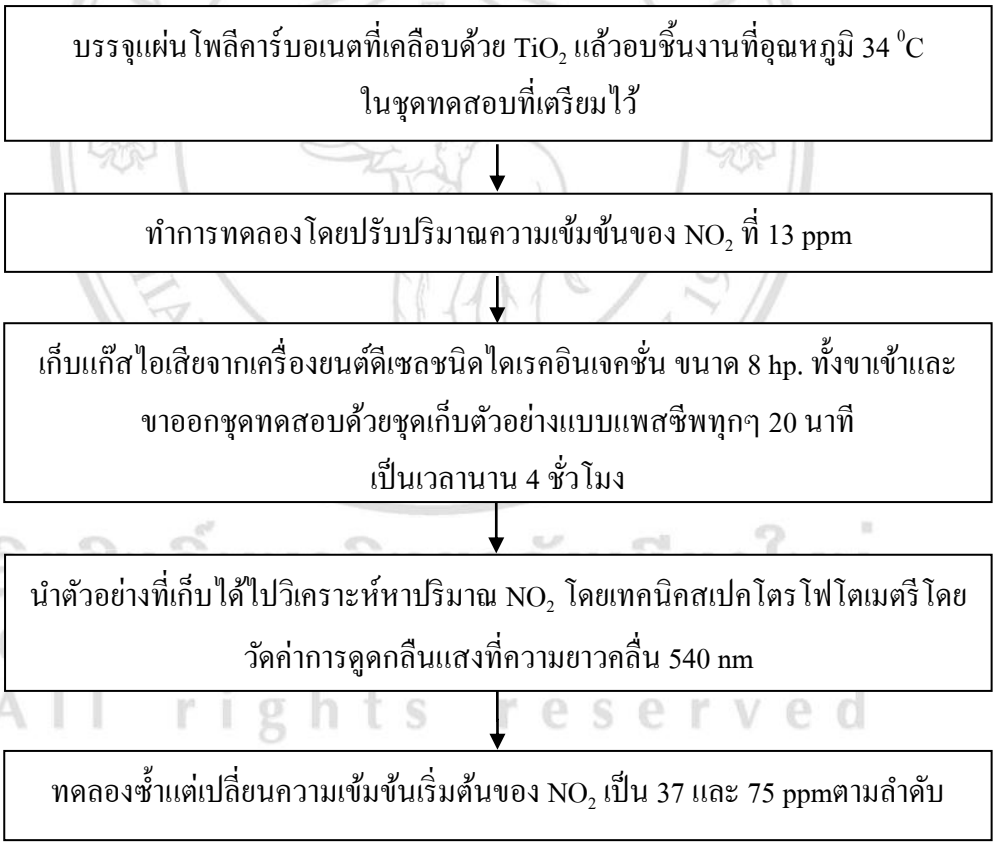


ภาพที่ 3.7 ขั้นตอนการศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้อบแผ่นโพลีคาร์บอเนตที่เคลือบด้วย TiO_2 ที่มีผลต่อศักยภาพการลดปริมาณออกไซด์ของไนโตรเจน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

2) การศึกษาผลความเข้มข้นของไนโตรเจนไดออกไซด์เริ่มต้นที่มีผลต่อศักยภาพการลดปริมาณออกไซด์ของไนโตรเจน

ในการศึกษาผลของปริมาณความเข้มข้นออกไซด์ของไนโตรเจนที่แตกต่างกันที่ส่งผลต่อศักยภาพลดออกไซด์ของไนโตรเจน โดยปรับระดับปริมาณความเข้มข้นของ NO_2 เริ่มต้น 3 ค่า คือ 13 37 และ 75 ppm ภายในชุดทดสอบจะบรรจุแผ่นโพลีคาร์บอเนตที่เคลือบด้วย TiO_2 จำนวน 20 รอบ อบที่อุณหภูมิ 34 ^{0}C นาน 30 นาที และใช้วิธีการเก็บตัวอย่างแบบแพสซีฟในการเก็บตัวอย่างแก๊ส NO_2 ซึ่งในแต่ละสภาวะการทดลองจะเก็บตัวอย่าง 3 ซ้ำ โดยมีขั้นตอนการทดลองแสดงดังภาพ 3.8 แล้วนำผลการทดลองที่ได้ไปวิเคราะห์ค่าจลนพลศาสตร์ด้วยสมการแลงเมียร์-ฮินเชลวูด

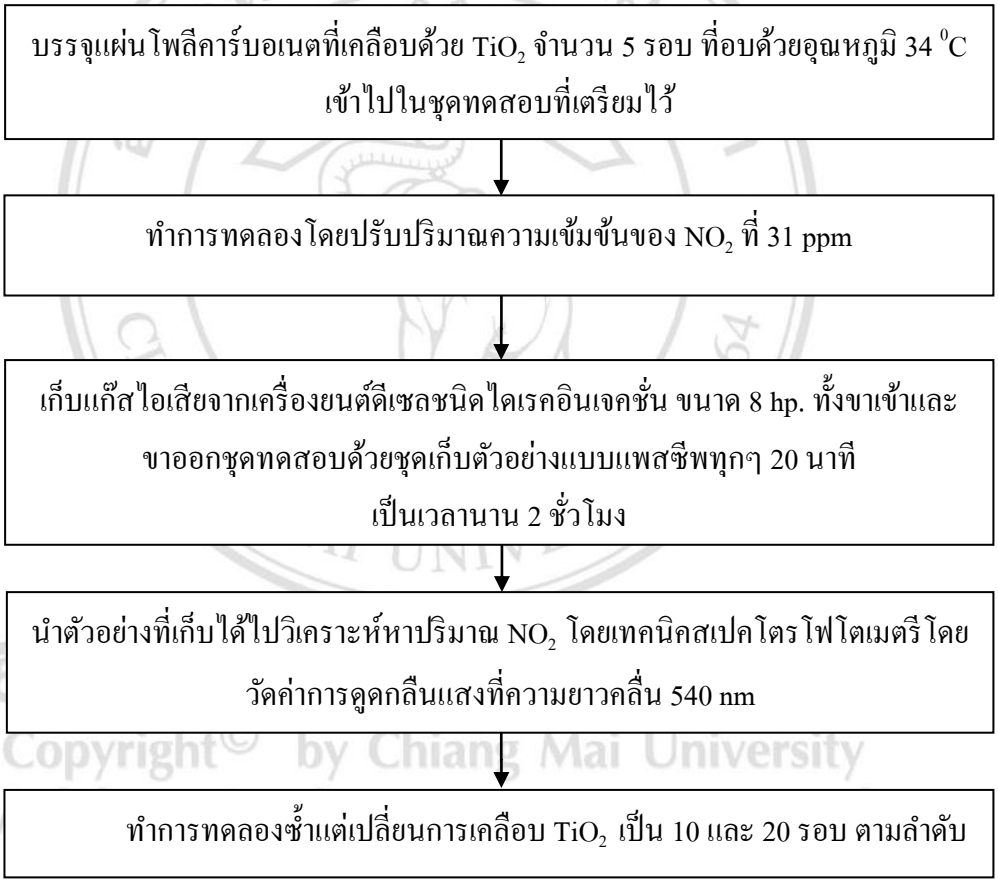


ภาพที่ 3.8 ขั้นตอนการศึกษาผลความเข้มข้นของไนโตรเจนไดออกไซด์เริ่มต้นที่มีผลต่อศักยภาพการลดปริมาณออกไซด์ของไนโตรเจน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
All rights reserved

3) การศึกษาปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีผลต่อศักยภาพการลดปริมาณออกไซด์ของไนโตรเจน

ปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์จะถูกพิจารณาจากจำนวนรอบในการเคลือบ TiO_2 บนแผ่นโพลีคาร์บอเนต โดยจะเคลือบ TiO_2 อยู่ที่ 5 10 และ 20 รอบ ด้วยเครื่องเคลือบโลหะออกไซด์โดยกระบวนการสปาร์คแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 34 ^{0}C ซึ่งในแต่ละสภาวะที่ทดลองจะใช้ความเข้มข้นของ NO_2 อยู่ที่ 31 ppm และใช้วิธีการเก็บตัวอย่างแบบแพสซีฟในการเก็บตัวอย่างแก๊ส NO_2 ซึ่งในแต่ละสภาวะการทดลองจะเก็บตัวอย่าง 3 ซ้ำ ซึ่งมีขั้นตอนการทดลองแสดงดังภาพ 3.9



ภาพที่ 3.9 ขั้นตอนการศึกษาปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีผลต่อศักยภาพการลดปริมาณออกไซด์ของไนโตรเจน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University

3.3.2 การวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนไดออกไซด์ด้วยวิธีการเก็บตัวอย่างแบบแพสซีฟ

1) การสร้างกราฟอ้างอิงไนโตรเจนไดออกไซด์ (Calibration curve)

1.1) เตรียมสารละลายไนไตรท์มาตรฐานจากสารละลายมาตรฐานโซเดียมไนไตรท์เข้มข้น ($NaNO_2$ stock solution) ที่ 6 ความเข้มข้ม ได้แก่ 0.1, 0.2 0.4 0.6 0.8 และ 1.0 mg/L

1.2) ปิเปตสารละลายไนไตรท์ในแต่ละความเข้มข้นมา 1.00 mL เติมสารละลายซอลท์มันน์ลงไป 2.00 mL เขย่าแล้วตั้งทิ้งไว้ 10 นาที เพื่อให้เกิดสีอย่างสมบูรณ์

1.3) วัดค่าการดูดกลืนแสง โดยใช้เครื่อง UV-Vis spectrophotometer ความยาวคลื่น 540 nm

1.4) นำข้อมูลมาสร้างกราฟอ้างอิงของสารละลายไนไตรท์ (NO_2^-)

2) การวิเคราะห์ตัวอย่างแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์

2.1) เติมน้ำปราศจากไอออน 1 mL ลงในหลอดเก็บตัวอย่างทุกหลอดแล้วปิดฝาและตั้งทิ้งไว้ 15 นาที เพื่อสกัดไนไตรท์ไอออน (NO_2^-) ที่อยู่กับกระดาษกรอง เขย่าเป็นครั้งคราวเพื่อเพิ่มกระบวนการสกัดให้มากขึ้น

2.2) เติมละลายซอลท์มันน์ลงไป 2 mL ตั้งทิ้งไว้ 10 นาที เพื่อให้เกิดสีอย่างสมบูรณ์

2.3) นำตัวอย่างไปหาความเข้มข้นโดยเทคนิคสเปคโตรโฟโตเมตรี โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 540 nm เทียบกับ blank และนำค่าที่ได้ไปคำนวณหาปริมาณของไนไตรท์ในตัวอย่างและความเข้มข้นของไนโตรเจนไดออกไซด์ต่อไป

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3) การคำนวณความเข้มข้นไนไตรเจนไดออกไซด์ในหลอดเก็บตัวอย่างได้ดังนี้ (แสดงตัวอย่างการคำนวณในภาคผนวก ก)

$$[NO_2](\frac{mg}{m^3}) = \frac{NO_2^-(mg/mL)V(mL)L(m)}{D\left(\frac{m2}{s}\right)A(m^2)t(s)}$$

เมื่อ $[NO_2]$ = ความเข้มข้นของไนโตรเจนไดออกไซด์ (mg/m^3)

$[NO_2^-]$ = ความเข้มข้นของไนไตรท์จากการเทียบกับกราฟอ้างอิง NO_2 (mg/mL)

V = ปริมาตรการสกัดตัวอย่าง (mL)

L = ระยะความยาวของการแพร่ (m)

D = สัมประสิทธิ์การแพร่มีค่าเท่ากับ 1.54×10^{-5} (m^2/s)

A = พื้นที่หน้าตัดของกระดาษกรอง (m^2)

t = ระยะเวลาในการเก็บตัวอย่าง (s)

ทำการเปลี่ยนหน่วยความเข้มข้นของไนโตรเจนไดออกไซด์ให้อยู่ในรูป ppm โดย MW = มวลโมเลกุลของ NO_2 เท่ากับ 46

จากสูตร $$[NO_2](ppm) = \frac{[NO_2]\left(\frac{mg}{m^3}\right) * 24.45}{46}$$

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved