บทที่ 3

การดำเนินงานทดลอง

3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 อุปกรณ์ในการเตรียมตัวอย่างถ่านหิน

- ตะแกรงร่อน ASTM standard sieves เบอร์ 4, 8, 20 และ 60
- เครื่องบดถ่านหินชนิด hammer mill
- เครื่องบดถ่านหินชนิด cross beater mill
- เครื่องบดถ่านหินชนิด ball mill

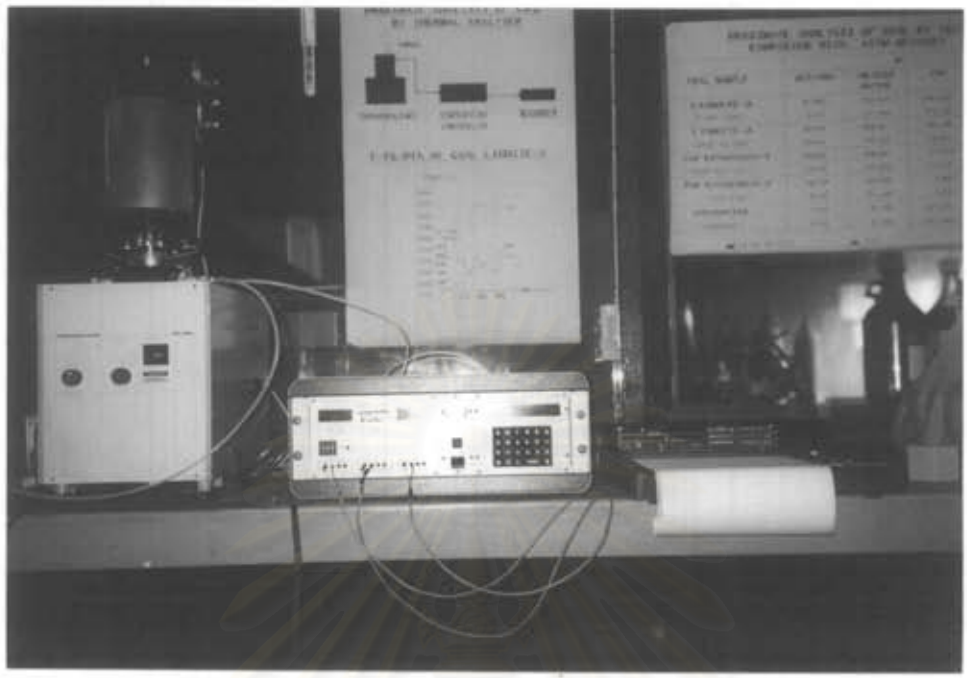
3.1.2 อุปกรณ์ไพโรไลซิส

- Netzsch Thermal Analyzer รุ่น STA 429 ประกอบด้วย simultaneous DTA and thermobalance, temperature controller และ x-y plotter (รูปที่ 3.1 และ 3.2)
- อุปกรณ์ในการควบคุมอัตราการไหลของแก๊ส Matheson mass flow transducer และ mass flow controller model 8274 (รูปที่ 3.3)
- อุปกรณ์ทดสอบอัตราการไหลของแก๊ส soap film meter (รูปที่ 3.4)
- ถังแก๊สไนโตรเจน และไฮโดรเจน

3.2 ตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง

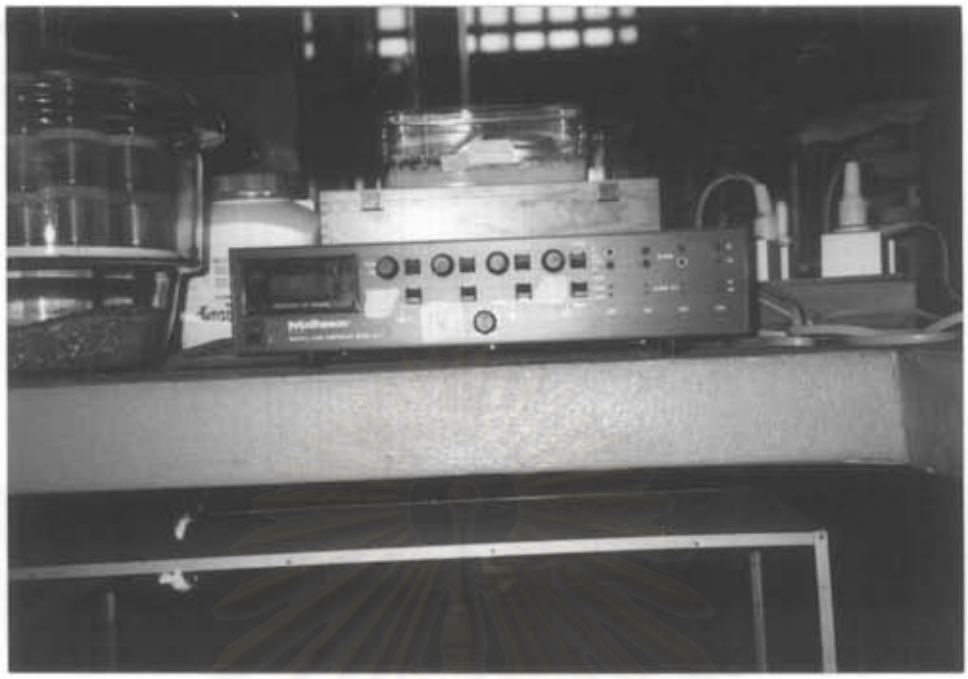
ใช้ตัวอย่างถ่านหินกำมะถันสูง ร้อยละ 3.77 โดยน้ำหนัก (ไม่คิดความชื้น) จากเหมืองแม่เมาะ จังหวัดลำปาง โดยได้รับความอนุเคราะห์จากการไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย บดละเอียดและมีขนาดเล็กกว่า 250 ไมโครเมตร

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

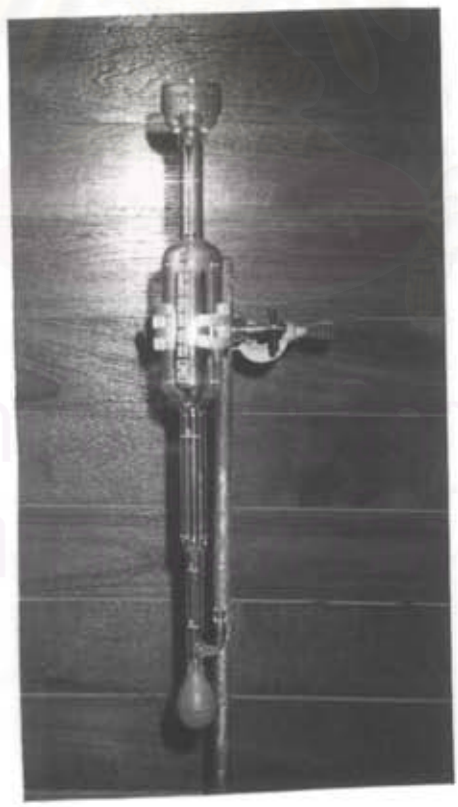


รูปที่ 3.1 **ชุดเครื่องมือวิเคราะห์ทางความร้อน** ได้แก่ simultaneous DTA and thermobalance ,temperature controller **และ** x-y plotter **ตามลำดับ**

รูปที่ 3.2 การวางครูซิเบิลบนแกนชั่งน้ำหนัก



รูปที่ 3.3 อุปกรณ์ในการควบคุมอัตราการไหลของแก๊ส



รูปที่ 3.4 อุปกรณ์ในการทดสอบอัตราการไหลของแก๊ส

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

3.3.1 เตรียมตัวอย่างถ่านหินเพื่อนำไปวิเคราะห์

3.3.2 ทดลองไพโรไลส์ตัวอย่างถ่านหินในภาวะต่าง ๆ

ก. บรรยากาศไนโตรเจนและไฮโดรเจน

ข. อุณหภูมิสุดท้าย 400, 500, 600, 700, 800 และ 900 องศาเซลเซียส

ค. อัตราการให้ความร้อน 10, 20 และ 40 องศาเซลเซียสต่อนาที

3.3.2 วิเคราะห์สมบัติของถ่านหินและถ่านชาร์ที่ได้

ก. การหาปริมาณความชื้นในถ่านหิน (Standard test method for moisture in the analysis sample of coal and coke), ASTM D 3173

ข. การหาปริมาณเถ้าในถ่านหิน (Standard test method for ash in the analysis sample of coal and coke from coal), ASTM D3174

ค. การหาปริมาณสารระเหยได้ในถ่านหิน (Standard test method for volatile matter in the analysis sample of coal and coke), ASTM D3175

ง. การหาปริมาณกำมะถันรวม (Standard test methods for total sulfur in the analysis sample of coal and coke), ASTM D3177 และรูปแบบกำมะถันในถ่านหิน (Standard test method for forms of sulfur in coal), ASTM D 2492

3.3.4 ศึกษาจลนพลศาสตร์ของกำมะถันในถ่านหินระหว่างไพโรไลซิส

3.3.5 วิเคราะห์และวิจารณ์ผลการทดลองเพื่อสรุปภาวะและตัวแปรที่มีผลต่อการกำจัดกำมะถันและหาความสัมพันธ์ระหว่างรูปแบบของกำมะถันและประสิทธิภาพการกำจัด

ขั้นตอนการทดลองแสดงในรูปที่ 3.5 และชุดการทดลองแสดงดังรูปที่ 3.6

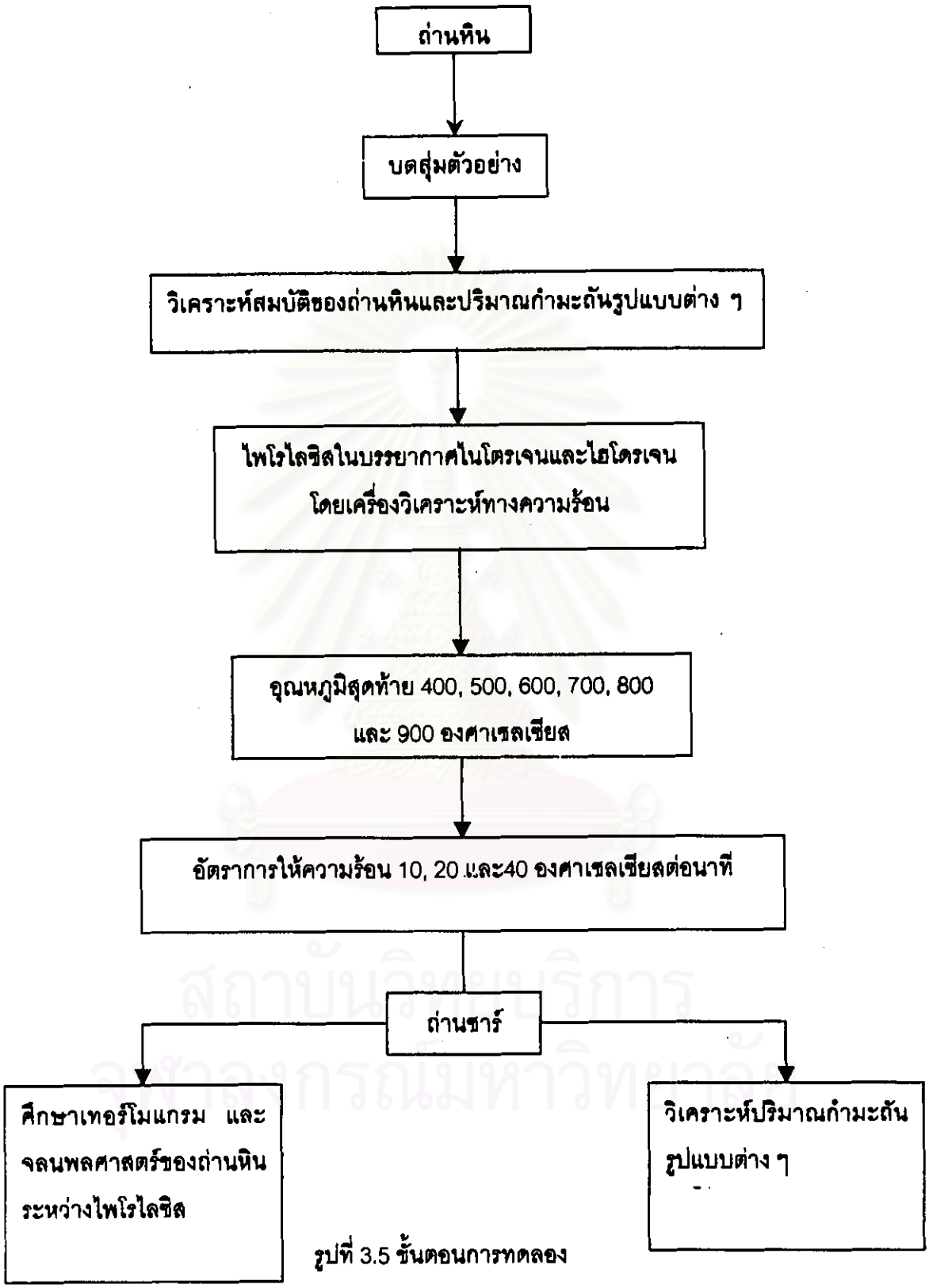
3.4 วิธีทดลอง

3.4.1 การเตรียมตัวอย่างถ่านหินตามมาตรฐาน ASTM D 2013 เพื่อนำมาวิเคราะห์สมบัติ

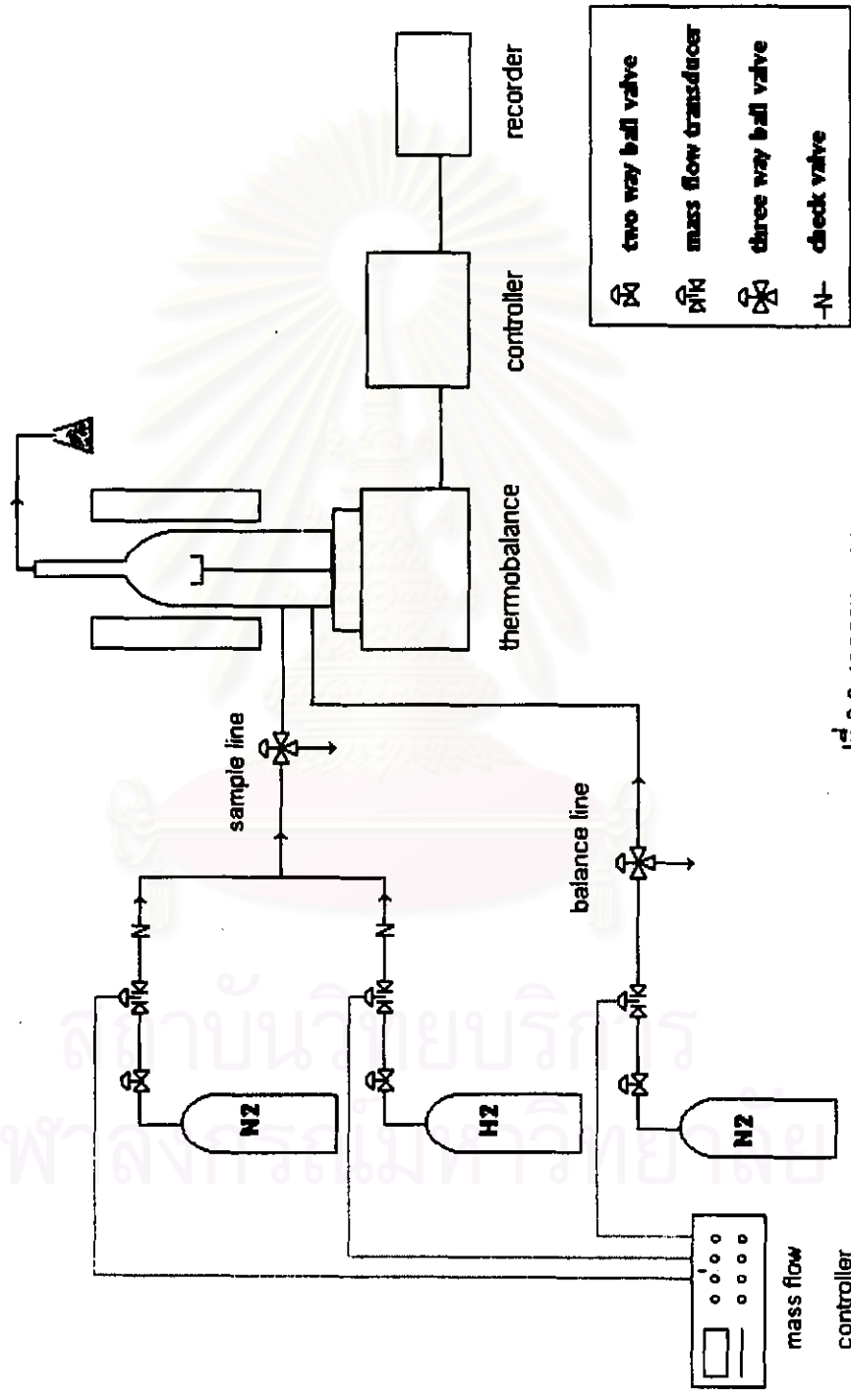
1. บดตัวอย่างถ่านหิน 5 กิโลกรัมด้วย Hammer mill จากนั้นนำไปผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 4 (4.75 มิลลิเมตร) ให้ได้อย่างน้อย ร้อยละ 95 ของถ่านหินทั้งหมด แบ่งถ่านหินโดยใช้ริฟเฟิล (riffle) ให้ได้น้ำหนักอย่างน้อย 2000 กรัม ดังตารางที่ 3.1 (ตามวิธีของ Group A ถ่านหินละอาด)

2. นำตัวอย่างมาบดละเอียดด้วย Cross beater mill แล้วนำมาผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 8 (2.36 มิลลิเมตร) แบ่งตัวอย่างให้มีน้ำหนักอย่างน้อย 500 กรัม

3. จากนั้นนำตัวอย่างไปผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 20 (850 ไมโครเมตร) แบ่งให้มีน้ำหนักอย่างน้อย 250 กรัม



รูปที่ 3.5 ขั้นตอนการทดลอง



รูปที่ 3.6 ชุดการทดลอง

4. นำถ่านหินที่ได้มาบดละเอียดด้วย ball mill แบ่งตัวอย่างให้ได้น้ำหนักอย่างน้อย 50 กรัม นำมาผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 60(250 ไมโครเมตร) ให้ได้ทั้งหมดและนำไปเก็บในภาชนะที่มีฝาปิดสนิท

ตารางที่ 3.1 การเตรียมตัวอย่างเพื่อนำมาวิเคราะห์สมบัติ

Crush to pass at least 95 % through sieve	Divide to a minimum weight of, g Group A, cleaned coal
No. 4(4.75-mm)	2000
No. 8(2.36-mm)	500
No. 20(850-μm)	250
No. 60(250-μm)	50

3.4.2 การเตรียมตัวอย่างถ่านหินเพื่อใช้ไพโรไลซิส

ทำการเตรียมตัวอย่างตาม ASTM D 2013 เช่นเดียวกับข้อ 3.4.1 ให้ได้ตัวอย่างขนาดเล็กกว่า 250 ไมโครเมตร ประมาณ 1 กิโลกรัม แล้วนำไปเก็บไว้ในขวดที่มีฝาปิดแน่น

3.4.3 ทดลองไพโรไลส์และไฮโดรไพโรไลส์ โดยเครื่องวิเคราะห์ทางความร้อนโดยกระทำตามขั้นตอนการทดลอง ดังนี้

1. ชั่งตัวอย่างถ่านหินที่ได้จากการเตรียมตามข้อ 3.4.2 ปริมาณ 1 ± 0.0001 กรัม บรรจุในครูซิเบิลที่ทราบน้ำหนักแน่นอน

2. ตรวจสวิตช์ทางซ้ายมือของ thermobalance ให้อยู่ในตำแหน่ง arrest

3. นำครูซิเบิลวางในแท่นบรรจุปิดเตาให้สนิท

4. ปรับสวิตช์ให้อยู่ในตำแหน่ง release ปรับ "tare knob" ให้เข็มชี้ที่ 50 เพื่อเป็นการตั้งตำแหน่งเครื่องชั่ง

5. เปิดวาล์วทีละน้อยให้แก๊สไนโตรเจนผ่านเข้าสู่ห้องเครื่องชั่งด้วยอัตราเร็ว 150 มิลลิลิตรต่อนาที และให้แก๊สไนโตรเจนอีกหนึ่งสายค่อย ๆ ผ่านเข้าสู่เตาเผาตัวอย่างด้วยอัตราเร็ว 100 มิลลิลิตรต่อนาที

6. ตั้งโปรแกรมเพื่อกำหนดอุณหภูมิและอัตราการให้ความร้อน ในภาวะดังต่อไปนี้

ก.อุณหภูมิสุดท้าย 400, 500, 600, 700, 800 และ 900 องศาเซลเซียส

ข. อัตราการให้ความร้อน 10, 20 และ 40 องศาเซลเซียสต่อนาที

แต่ละการทดลองตั้งโปรแกรมให้อุณหภูมิคงที่ที่อุณหภูมิสุดท้าย 10 นาที

7. ตั้งตำแหน่งของเข็มบนกระดาษบันทึกและกำหนดขนาดสัญญาณเครื่องบันทึกด้วยกราฟเพื่อให้ได้ขนาดของเทอร์โมแกรมที่เหมาะสม เริ่มทำการทดลอง

8. เมื่อสิ้นสุดการทดลองปรับสวิตช์ทางซ้ายมือของ thermobalance ให้อยู่ในตำแหน่ง arrest อีกครั้ง

9. รอจนอุณหภูมิภายในเตาลดลงจนถึงอุณหภูมิประมาณ 600 องศาเซลเซียส จึงยกเตาขึ้นส่วนหนึ่ง จากนั้นยกเตาขึ้นครึ่งหนึ่งเมื่ออุณหภูมิเตาลดลงถึง 300 องศาเซลเซียส และเมื่ออุณหภูมิลดลงถึง 100 องศาเซลเซียส จึงยกเตาขึ้นทั้งหมด

10. ทิ้งครูซิเบิลให้เย็นลงสักครู่จึงนำไปใส่ในเดซิเคเตอร์จนเย็นลงถึงอุณหภูมิห้อง บันทึกน้ำหนักครูซิเบิลนำไปคำนวณหาน้ำหนักตัวอย่างที่เหลือ

10.ทดลองไฮโดรไพโรไลส์ โดยทำการทดลองเหมือนข้างต้น แต่เปลี่ยนเป็นแก๊สไฮโดรเจน ผ่านเข้าเตาเผาตัวอย่างด้วยอัตราเร็ว 50 มิลลิลิตรต่อนาทีแทนแก๊สไนโตรเจน

3.4.4 การวิเคราะห์เทอร์โมแกรม

ก. จากเทอร์โมแกรม ได้เส้นกราฟของน้ำหนักที่หายไป (TG curve) กับอุณหภูมิ ที่อัตราการให้ความร้อนต่าง ๆ

ข. จากเส้นกราฟ TG curve คำนวณอัตราการหายไปของน้ำหนักต่อเวลา(dm/dt) เพื่อหาช่วงเวลาที่เกิดการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักโดยสำคัญ

ค. ศึกษาจลนพลศาสตร์ในกระบวนการไพโรไลซิสและไฮโดรไพโรไลซิส

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย