บทที่ 3

เครื่องมือ และวิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์การทดลอง

3.1.1 ชุดอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง

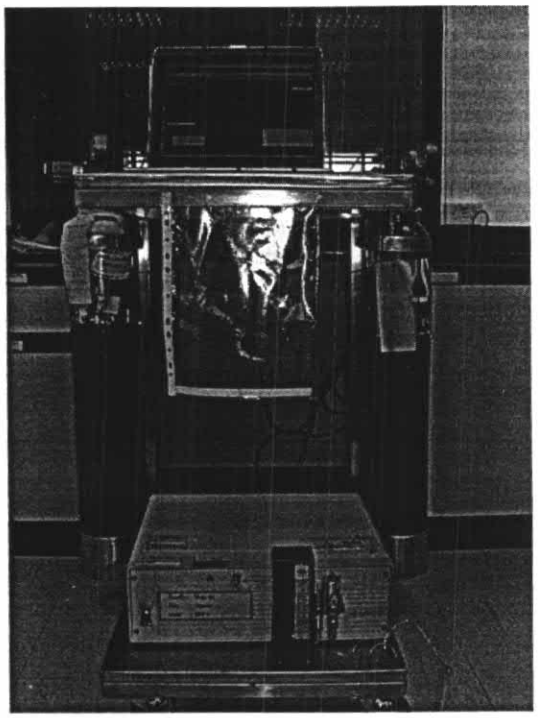
- เครื่องบดถ่านหิน
- เครื่องบดชีวมวลแบบตัด
- เครื่องเขย่าร่อน (Test sieve shaker) และตะแกรงร่อน ขนาด 75 150 250 และ 425 ไมโครเมตร

3.1.2 ชุดอุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการล้างสารอนินทรีย์

- ขวดรูปชมพู่ ขนาด 250 มิลลิลิตร พร้อมฝาปิด
- เครื่องเขย่า
- ชุดอุปกรณ์กรองแบบสุญญากาศ (suction) ประกอบด้วย
    - กระดาษกรองเบอร์ 1
    - Suction filtering flask ขนาด 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร
    - กรวยกรอง (buchner funnel)
    - ปั๊มสุญญากาศ (vacuum pump)
    - กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นร้อยละ 37.6
    - สารละลายซิลเวอร์ไนเตรต

3.1.4 เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ (Gas Chromatograph)

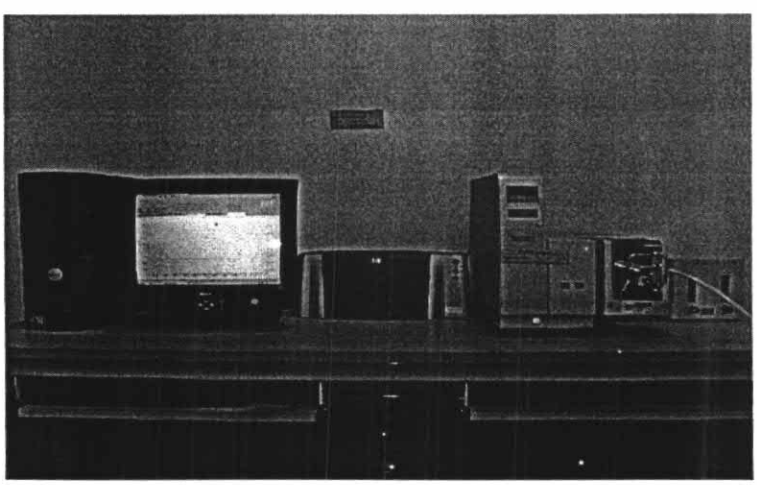
ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ MicroGC ยี่ห้อ Agilent รุ่น 3000A ดังรูปที่ 3.1 แก๊สผลิตภัณฑ์ที่ทำการวิเคราะห์ประกอบด้วย แก๊ส H_2 CO CH_4 CO_2



รูปที่ 3.1 เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ

3.1.5 **เครื่อง** Thermogravimetric/Differential Thermal Analyzer **รุ่น** Pyris Diamond (TG/DTA)

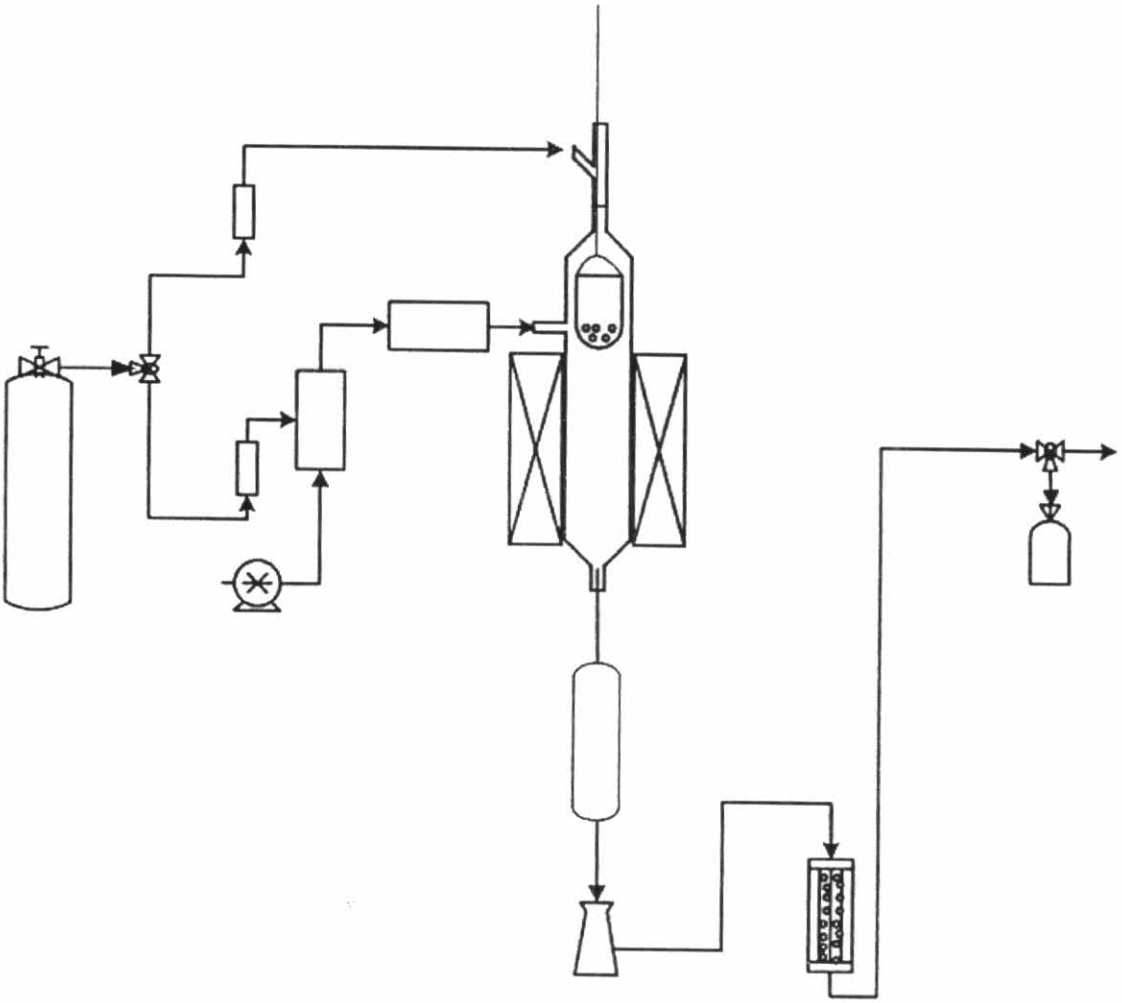
เครื่อง TG/DTA **เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาการสลายตัวทางความร้อนหรือพฤติกรรม**ทางความร้อนของแกลบ **ซังข้าวโพด** ถ่านหิน และของผสมของแกลบ ซังข้าวโพดและถ่านหิน ดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 **เครื่อง** Thermogravimetric/Differential Thermal Analyzer

3.1.6 เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง

เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาการแกซิฟิเคชันโดยแสดงดังรูปที่ 3.3 โดยจะอธิบายในหัวข้อถัดไป



รูปที่ 3.3 เครื่องปฏิกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.2 สารตั้งต้นและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- ถ่านหินขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 150-250 ไมโครเมตร (จากอำเภอแม่ทะ จังหวัดลำปาง ด้วยความอนุเคราะห์จากบริษัทบ้านปู จำกัด (มหาชน))
- แกลบและซังข้าวโพดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 150-250 ไมโครเมตร (จากศูนย์วิจัยข้าวโพดข้าวฟ่างแห่งชาติ จังหวัดนครราชสีมา)
- ซิลิกาเจล จาก บริษัท วิทยาศรม จำกัด
- แก๊สไนโตรเจน 99.5% จาก บริษัท praxair (ประเทศไทย) จำกัด
- น้ำกลั่น

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเตรียมตัวอย่าง

1. การเตรียมตัวอย่างถ่านหิน

- นำตัวอย่างถ่านหินขนาด 1-3 นิ้ว มาบดให้มีขนาดประมาณ ½ นิ้ว จากนั้นนำไปผึ่งไว้ในที่ร่มให้แห้งก่อนบด
- นำตัวอย่างถ่านหินที่ได้ไปบด โดยใช้เครื่องบดถ่านหิน
- นำตัวอย่างถ่านหินที่ได้ไปผ่านตะแกรงร่อนขนาด 150 และ 250 ไมโครเมตร และเก็บตัวอย่างถ่านหินที่มีขนาดน้อยกว่า 250 ไมโครเมตร แต่มากกว่า 150 ไมโครเมตร
- นำตัวอย่างถ่านหินที่เก็บได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วเก็บไว้ในหม้อดูดความชื้น

2. การเตรียมตัวอย่างชีวมวล

- นำตัวอย่างชีวมวล (แกลบและซังข้าวโพด) อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำตัวอย่างชีวมวลที่อบแล้วมาบดด้วยเครื่องบดตัดชีวมวล
- นำตัวอย่างชีวมวลที่ได้ไปผ่านตะแกรงร่อนขนาด 150 และ 250 ไมโครเมตร และเก็บตัวอย่างชีวมวลที่มีขนาดน้อยกว่า 250 ไมโครเมตร แต่มากกว่า 150 ไมโครเมตร
- นำตัวอย่างชีวมวลที่เก็บได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วเก็บไว้ในหม้อดูดความชื้น

3.3.2 การล้างสารอนินทรีย์ออกจากตัวอย่าง (Demineralization)

1. วิธีการล้างสารอนินทรีย์

- นำตัวอย่าง 10 กรัม ผสมกับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 5 นอร์มัล ปริมาตร 250 มิลลิลิตร
- กวนสารผสมในข้อ 1 นาน 70 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง

- กรองและล้างตัวอย่างด้วยน้ำกลั่นร้อน 5-6 ครั้ง จนกระทั่งไม่มีคลอไรด์ไอออน (Cl^-) เหลืออยู่โดยทดสอบด้วยสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต
- อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เก็บตัวอย่างในหม้อดูดความชื้น

3.3.3 การวิเคราะห์ตัวอย่าง

1. การวิเคราะห์แบบประมาณ (Proximate Analysis) ตาม ASTM Standard:D3172-89 (ภาคผนวก ก)

2. การวิเคราะห์แบบแยกธาตุ (Ultimate Analysis) ด้วยเครื่อง CHN Analyser

3. การวิเคราะห์หาปริมาณสารอนินทรีย์ด้วยเทคนิค X-ray fluorescence:XRF (ASTM Standard:D4326-94) โดยส่งตัวอย่างวิเคราะห์ที่วิทยาลัยปิโตรเลียมและปิโตรเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4. การวิเคราะห์หาปริมาณพื้นผิวจำเพาะด้วยวิธี BET (Specific Surface Area) เครื่อง micromeritics ASAP 2020

3.3.4 ศึกษาการสลายตัวทางความร้อนระหว่างไพโรไลซิสด้วยเครื่อง TG/DTA (Thermogravimetric/Differential Thermal Analyzer)

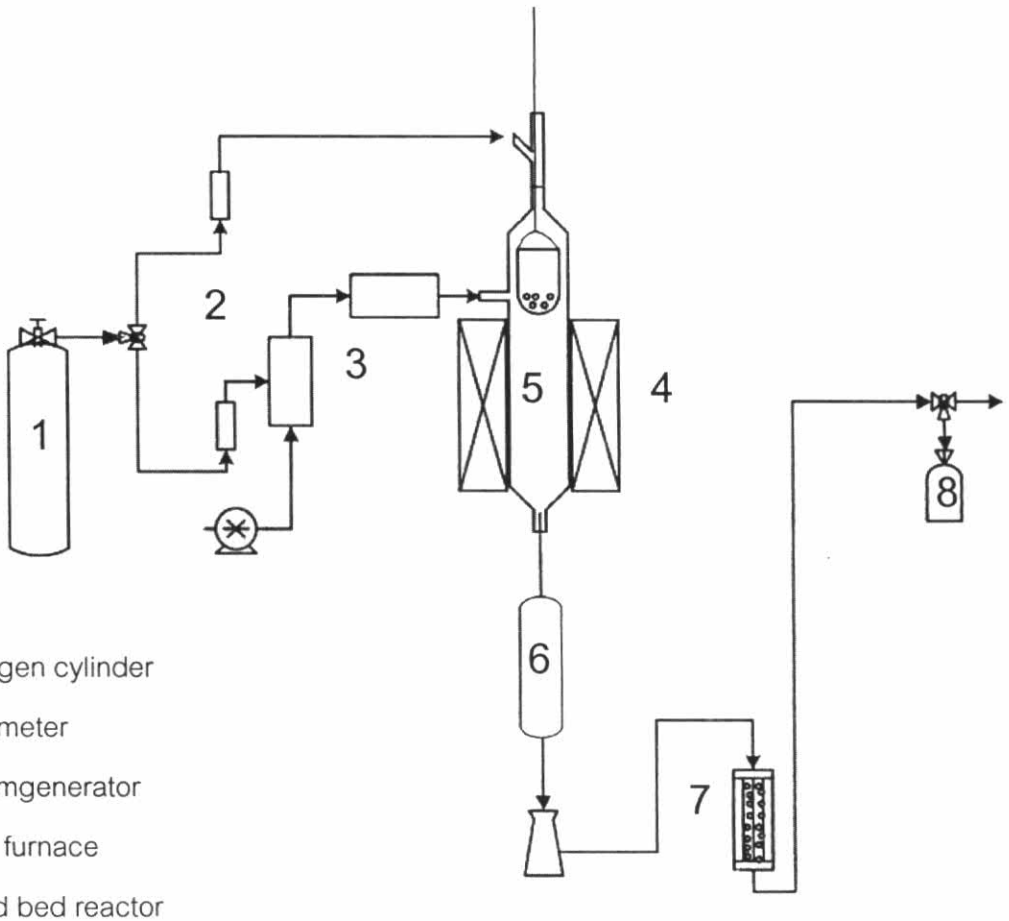
โดยศึกษาจากการวัดการสูญเสียน้ำหนักของตัวอย่างซึ่งเป็นฟังชันก์กับเวลาและอุณหภูมิ ภาวะที่ใช้ในการทดลอง คือ

แกลบ ,ซังข้าวโพดและถ่านหิน ขนาดอนุภาค 150 - 250 ไมโครเมตร
น้ำหนักตัวอย่างประมาณ 10 มิลลิกรัม
อุณหภูมิ 30 – 800 องศาเซลเซียส
อัตราการให้ความร้อน 60 องศาเซลเซียสต่อนาที
แก๊สพา ไนโตรเจน ด้วยอัตราการไหล 50 มิลลิลิตรต่อนาที

3.3.5 ศึกษาการแกซิฟิเคชันด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง

โดยศึกษาผลได้ของแก๊สที่เกิดขึ้น และน้ำหนักที่เหลือของตัวอย่างซึ่งสัมพันธ์กับเวลา

3.3.5.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการแกซิฟิเคชัน ดังแสดงในรูปที่ 3.2 ประกอบด้วย



1. Nitrogen cylinder
2. Rotameter
3. Steamgenerator
4.Tube furnace
5. Fixed bed reactor
6. Condenser
7. Moisture trap

1. ถังแก๊สไนโตรเจน ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.95

2. - อุปกรณ์วัด และควบคุมอัตราการไหลเข้าของแก๊ส (rotameter) สำหรับควบคุมแก๊สไนโตรเจนปฐมภูมิ (primary gas) โดยมีอัตราการไหล 60 มิลลิลิตรต่อนาที

- อุปกรณ์วัด และควบคุมอัตราการไหลเข้าของแก๊ส (rotameter) สำหรับควบคุมแก๊สไนโตรเจนทุติยภูมิ (secondary gas) โดยมีอัตราการไหล 20 มิลลิลิตรต่อนาที

3. อุปกรณ์ให้ความร้อนสำหรับผลิตไอน้ำ และให้ความร้อนเบื้องต้น (steam generator and gas preheater) เป็นท่อขนาด 0.25 นิ้ว พันด้วยเทปให้ความร้อนสามารถให้ความร้อนได้ในช่วง 25-300 องศาเซลเซียส

4. เตาเผาแบบท่อ (tubular furnace) เป็นเตาทรงกระบอก ด้านบนเปิด สูง 30 เซนติเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 25.4 เซนติเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 4 เซนติเมตร สามารถตั้งอุณหภูมิได้ในช่วง 25-1200 องศาเซลเซียส

5. เครื่องปฏิกรณ์สำหรับแกซิฟิเคชัน (gasification reactor) เป็นท่อควอทซ์ (quartz tube) กลวง ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 25 มิลลิเมตร หนา 3 มิลลิเมตร ยาว 55 เซนติเมตร

6. คอนเดนเซอร์สำหรับลดอุณหภูมิของแก๊สผลิตภัณฑ์ที่ได้ เป็นคอลัมน์แก้วภายนอกมีน้ำหล่อเย็นอุณภูมิประมาณ 10 องศาเซลเซียส

7. คอลัมน์ดักความชื้น เป็นคอลัมน์แก้วภายในบรรจุซิลิกาเจล สำหรับดักจับความชื้น

8. ถุงเก็บแก๊สผลิตภัณฑ์ (gas bag) ขนาด 2 ลิตร

3.3.5.2 วิธีการแกซิฟิเคชัน

1. เปิดเตาเผา (tubular furnace) ควบคุมอุณหภูมิที่ 800 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งป้อนแก๊สไนโตรเจนผ่านท่อทั้งสองโดยท่อแรกเป็นท่อแก๊สไนโตรเจนปฐมภูมิด้วยอัตราการไหล 60 มิลลิลิตรต่อนาที ที่อุณหภูมิห้อง และท่อที่สองเป็นท่อแก๊สไนโตรเจนทุติยภูมิซึ่งผ่านอุปกรณ์ให้ความร้อนเบื้องต้นเพื่อพาไอน้ำและเป็นการอุ่นแก๊สให้ร้อนก่อนเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ด้วยอัตราการไหล 20 มิลลิลิตรต่อนาที

2. ชั่งตัวอย่างน้ำหนักประมาณ 100 มิลลิกรัม บรรจุในบาสเก็ต

3. เปิดปั๊มน้ำเพื่อป้อนเข้าสู่ส่วนผลิตไอน้ำที่อัตราการป้อน 0.075 มิลลิลิตรต่อนาที

4. ทำให้ระบบอยู่ในบรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนกับไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส รอจน steady ประมาณ 45 นาที

5. หย่อนตัวอย่างที่อยู่ในบาสเก็ตลงกลางเครื่องปฏิกรณ์ ซึ่งเมื่อตัวอย่างได้รับความร้อนภายในเครื่องปฏิกรณ์ ความชื้นและสารระเหยได้บางส่วนจะระเหยออกมาพร้อมทั้งถ่านชาร์ที่เกิดขึ้นจะทำปฏิกิริยากับไอน้ำ จากนั้นจับเวลาแกซิฟาย และเก็บแก๊สผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นด้วยถุงเก็บแก๊สโดยจะเก็บแก๊สที่เกิดขึ้นเป็นเวลา 60 นาที ซึ่งจะใช้ถุงเก็บแก๊ส 3 ถุง เก็บถุงละ 20 นาที

6. วิเคราะห์แก๊สผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ

3.3.6 การตรวจสอบแก๊สผลิตภัณฑ์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ

ภาวะที่ใช้ในการตรวจสอบแก๊ส H_2 และ CO_2

- แก๊สตัวพา : แก๊สอาร์กอน คอลัมน์ A
  แก๊สฮีเลียม คอลัมน์ B
- อัตราการไหลแก๊สตัวพา: 50 มิลลิลิตรต่อนาที
- อุณหภูมิอินเจคเตอร์ : 100 องศาเซลเซียส
- อุณหภูมิดีเทคเตอร์ : 110 องศาเซลเซียส
- อุณหภูมิคอลัมน์ : คอลัมน์ A 110 องศาเซลเซียส
  คอลัมน์ B 60 องศาเซลเซียส
- ชนิดคอลัมน์ : คอลัมน์ A Molecular Sieve

I23608018

คอลัมน์ B Plot Q

- ดีเทคเตอร์ : ชนิด Thermal conductivity detector (TCD)

ภาวะที่ใช้ในการตรวจสอบแก๊ส CO และ CH_4

- แก๊สตัวพา : แก๊สฮีเลียม คอลัมน์ A
  แก๊สฮีเลียม คอลัมน์ B
- อัตราการไหลแก๊สตัวพา: 50 มิลลิลิตรต่อนาที
- อุณหภูมิอินเจคเตอร์ : 100 องศาเซลเซียส
- อุณหภูมิดีเทคเตอร์ : องศาเซลเซียส
- อุณหภูมิคอลัมน์ : คอลัมน์ A 110 องศาเซลเซียส
  คอลัมน์ B 60 องศาเซลเซียส
- ชนิดคอลัมน์ : คอลัมน์ A Molecular Sieve
  คอลัมน์ B Plot Q
- ดีเทคเตอร์ : ชนิด Thermal conductivity detector (TCD)