หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3

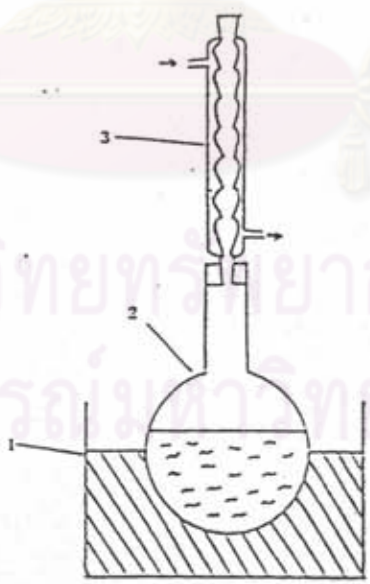
อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

<u>อุปกรณ์การทดลอง</u>

1. <u>ขั้นตอนการทำความสะอาดแกลบ</u>
   อุปกรณ์ที่ใช้คือเครื่องซักผ้า

2. <u>ขั้นตอนการสกัดสารอินทรีย์และอนินทรีย์</u>

อุปกรณ์ที่ใช้คือ อ่างน้ำมันขนาดกว้าง 38 เซนติเมตร ยาว 88 เซนติเมตร สูง 34 เซนติเมตร ประกอบด้วยขดลวดความร้อนขนาดกำลังไฟฟ้า 3,000 วัตต์ เครื่องควบคุมอุณหภูมิแบบอัตโนมัติ ควบคุมอุณหภูมิในช่วง 0-400 องศาเซลเซียส และอุปกรณ์การรีฟลักซ์ (reflux) ได้แก่ ขวดก้นกลมขนาด 10 ลิตร และคอนเดนเซอร์ (condenser) ดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 การต้มแกลบด้วยกรดไฮโดรคลอริกโดยการรีฟลักซ์

1 : อ่างน้ำมัน 2 : ขวดก้นกลม

3 : เครื่องควบแน่น

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3. ขั้นตอนไพโรไลซิส

อุปกรณ์ที่ใช้ในขั้นตอนนี้ประกอบด้วย

3.1 เตาเผาแบบไพโรไลซิส

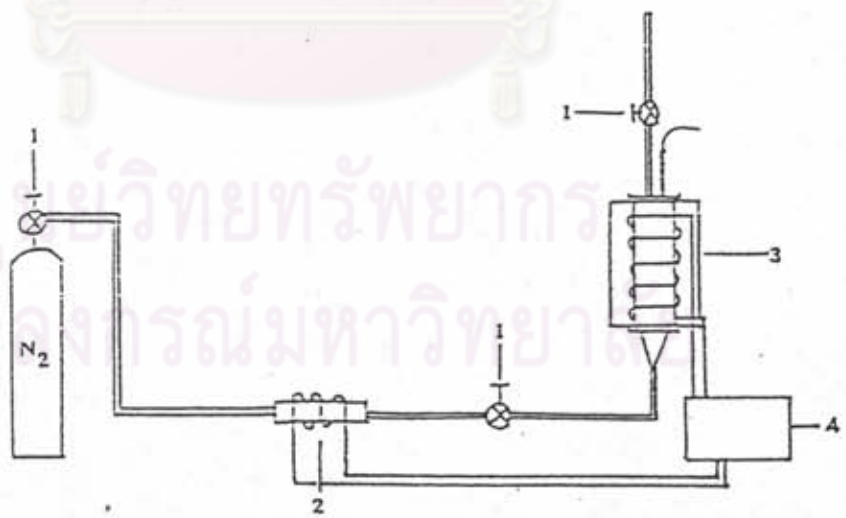
เป็นส่วนบรรจุแกลบ ลักษณะเป็นทรงกระบอกทำด้วยเหล็กปลอดสนิมหนา 2 มิลลิเมตร มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 10 เซนติเมตร และสูง 30 เซนติเมตร มีแผ่นกระจายก๊าซอยู่ทางด้านล่างของเตา มีท่อสำหรับใส่เทอร์โมคัปเปิ้ล (thermocouple) ทางด้านบน นอกจากนี้ยังมีส่วนประกอบอื่น ๆ คือ ปะเก็น (gasket) ทนความร้อนเพื่อให้ฝาเตาปิดสนิท มีขดลวดความร้อนขนาดกำลังไฟฟ้า 1,500 วัตต์ พันรอบท่อทรงกระบอก รอบ ๆ หุ้มด้วยใยเซรามิกทนความร้อน เพื่อป้องกันการสูญเสียความร้อน

3.2 เครื่องควบคุมอุณหภูมิแบบอัตโนมัติ (automatic temperature controller)

ควบคุมอุณหภูมิในช่วง 0-1,200 องศาเซลเซียส ทำการควบคุมแบบ เปิด-ปิด อัตโนมัติ (on-off controller) ใช้เทอร์โมคัปเปิ้ลชนิดโครเมล-อลูเมล แบบซีเอ (CA) วัดอุณหภูมิภายในเตาเผา โดยสอดผ่านฝาเตาซึ่งมีปลอกเทอร์โมคัปเปิ้ล (thermocouple well) ติดอยู่

3.3 หน่วยเพิ่มความร้อนก๊าซไนโตรเจน

ประกอบด้วยชุดขดลวดความร้อนขนาดกำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ พันรอบท่อเหล็กขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 3/4 นิ้ว เพื่อทำให้ก๊าซไนโตรเจนมีอุณหภูมิสูงขึ้นก่อนเข้าสู่เตาเผาไพโรไลซิส



รูปที่ 3.2 แผนผังการทำงานของเตาเผาไพโรไลซิส

1 : วาล์ว 2 : ขดลวดความร้อน

3 : เตาเผาไพโรไลซิส 4 : เครื่องควบคุมอุณหภูมิ

รูปที่ 3.3 อุปกรณ์การสกัดสารอินทรีย์และอนินทรีย์โดยการรีฟลักซ์

รูปที่ 3.4 เตาเผาไพโรไลซิส

4. ขั้นตอนการร่อนแยกขนาด

อุปกรณ์ที่ใช้คือ เครื่องร่อนแยกขนาด (sieve) ใช้แยกผงของแกลบที่ผ่านการไพโรไลซ์แล้ว มีลักษณะเป็นเครื่องสั่น โดยมีตะแกรงร่อนแยกขนาดวางอยู่ด้านบน มีฝาเหล็กล็อคติดกับแกนเหล็กสองข้าง เพื่อยึดตะแกรงให้อยู่กับที่ ดังรูปที่ 3.5

รูปที่ 3.5 เครื่องร่อนแยก

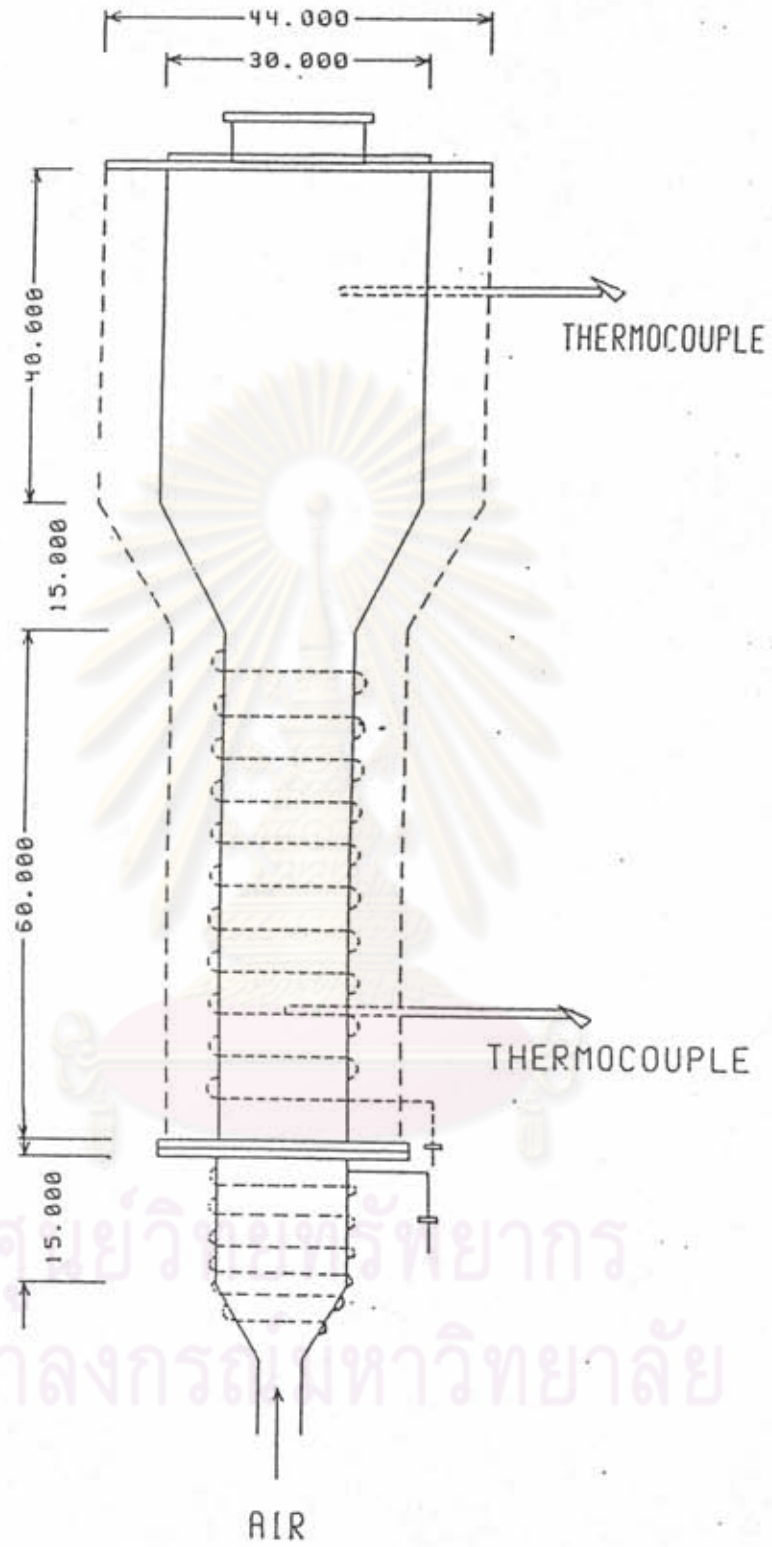
5. ขั้นตอนการเผาด้วยระบบฟลูอิไดเซชัน

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองเผาด้วยระบบฟลูอิไดเซชันมีส่วนประกอบดังนี้

5.1 เตาเผาฟลูอิไดซ์เบด

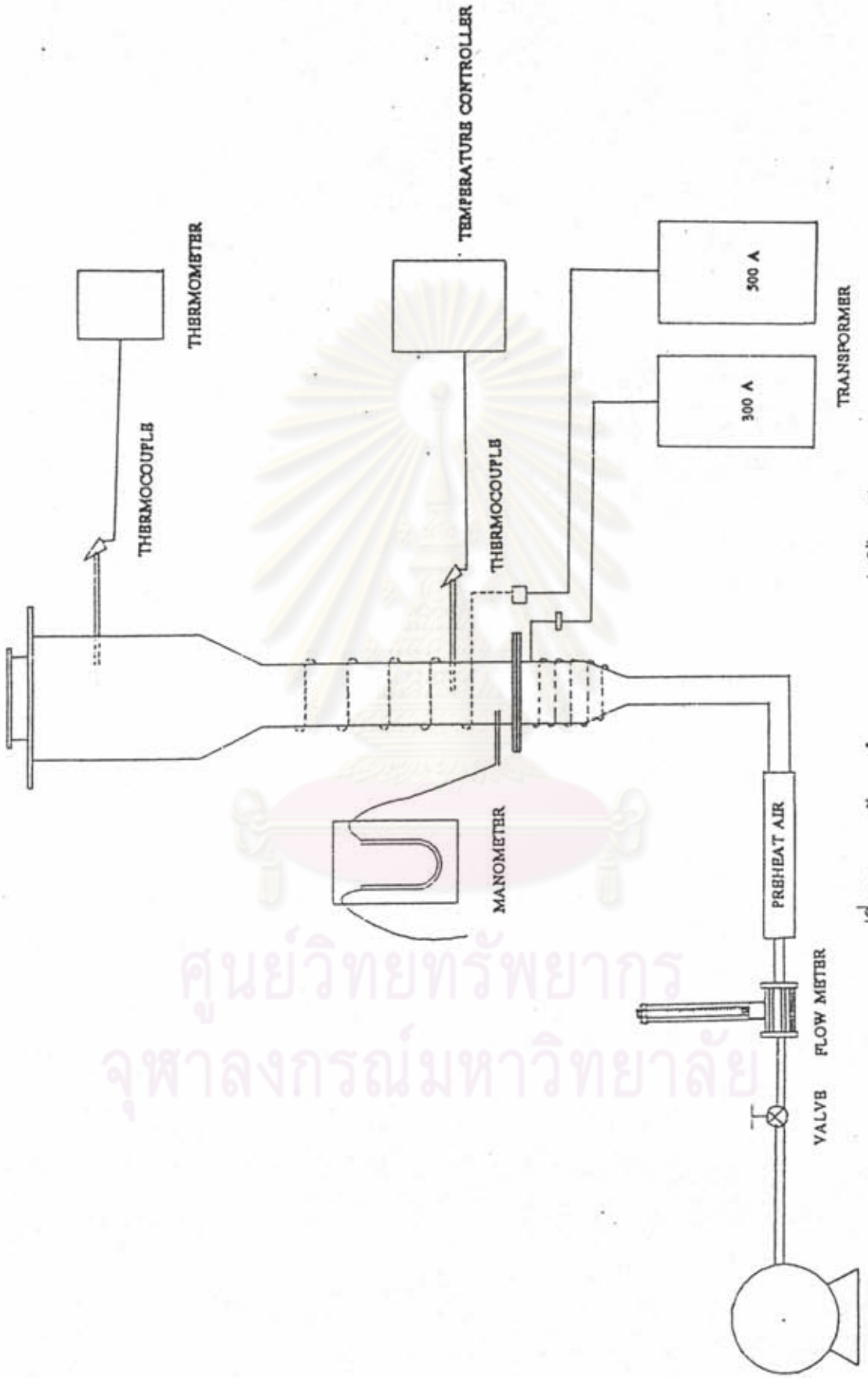
มีส่วนประกอบต่าง ๆ แบ่งออกได้เป็น 3 ส่วนดังนี้ (ดังรูปที่ 3.6)

ส่วนแรก (Zone I) เป็นส่วนล่างสุดจะทำหน้าที่กระจายอากาศจากเครื่องเป่าลมแรงดันสูง (blower) ก่อนเข้าเตาเผา เป็นทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 เซนติเมตร สูง 15 เซนติเมตร ส่วนบนมีแผ่นกระจายอากาศ (distributor) เป็นแผ่นสแตนเลสเจาะรูพรุนมีขนาด 200 เมช ทำหน้าที่ กระจายอากาศให้สม่ำเสมอ นอกจากนี้ยังมีขดลวดความร้อนกำลังไฟฟ้าขนาด 2,000 วัตต์พันอยู่รอบนอก และหุ้มด้วยใยเซรามิกทนความร้อน



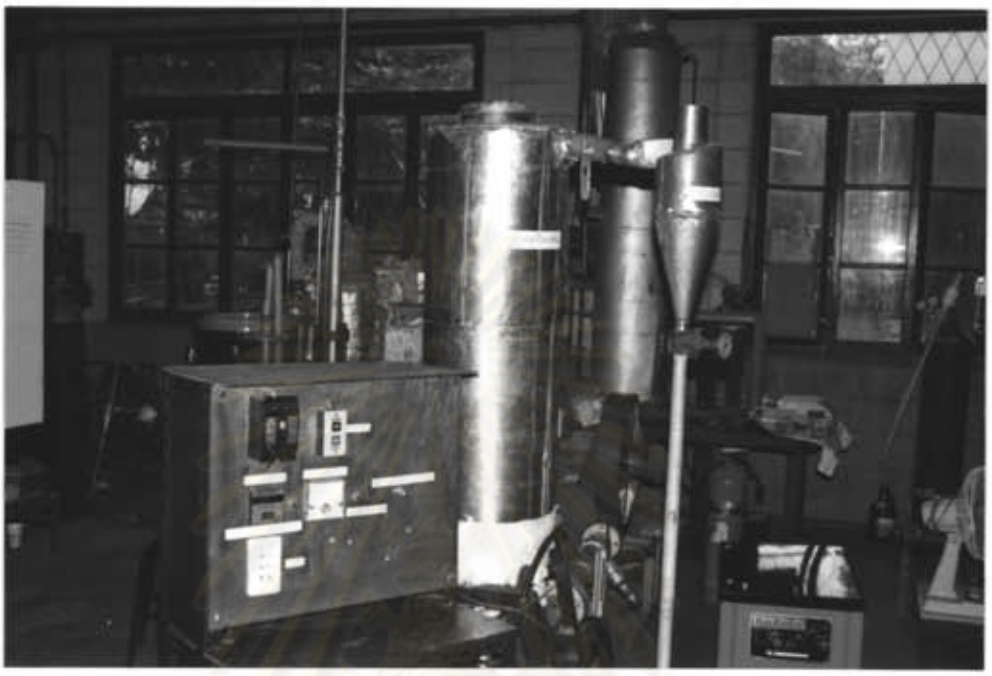
รูปที่ 3.6 สัดส่วนของเตาเผาฟลูอิไดเซชัน

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.7 แผนผังการทำงานของเตาเผาฟลูอิไดเซชัน

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.8 เตาเผาฟลูอิไดเซชัน

ส่วนที่ 2 (Zone II) เป็นส่วนสำหรับเผาไหม้รูปทรงกระบอก ทำจากเหล็กปลอดสนิมชนิดพิเศษ (SS 318) มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 15 เซนติเมตร สูง 60 เซนติเมตร ที่ความสูงจากแผ่นกระจายอากาศ 15 เซนติเมตร จะมีช่องว่างสำหรับสอดแท่งเทอร์โมคัปเปิ้ล เพื่อวัดอุณหภูมิภายในเบด ที่ผิวภายนอกท่อพันรอบด้วยขดลวดความร้อนขนาดกำลังไฟฟ้า 4,000 วัตต์ หุ้มด้วยใยเซรามิกทนความร้อน เพื่อป้องกันการสูญเสียความร้อน

ส่วนที่ 3 (Zone III) เป็นส่วนขยายจากส่วนที่ 2 เป็นรูปทรงกรวยต่อกับทรงกระบอก ส่วนกรวยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางปากกรวย 30 เซนติเมตร สูง 15 เซนติเมตร ส่วนกระบอกมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 30 เซนติเมตร สูง 40 เซนติเมตร ทางด้านบนมีช่อง สำหรับใส่แกลบ โดยมีฝาทำด้วยตะแกรงขนาด 200 เมช ไว้เปิด-ปิด และเป็นทางออกของก๊าซที่ได้จากการเผาไหม้สู่บรรยากาศ และที่ความสูงจากปากกรวย 25 เซนติเมตร มีปลอกเทอร์โมคัปเปิ้ลติดอยู่สำหรับสอดแท่งเทอร์โมคัปเปิ้ล เพื่อวัดอุณหภูมิบริเวณปากเตา ที่ผิวภายนอกหุ้มด้วยใย เซรามิกทนความร้อน

5.2 เครื่องป้อนอากาศแรงดันสูง

สำหรับป้อนอากาศเข้าสู่เตาเผา ใช้กำลังมอเตอร์ขนาด 3 แรงม้า แสดงดังรูปที่ 3.9 ต่อกับเครื่องวัดอัตราการป้อนอากาศ ดังรูปที่ 3.10

5.3 หน่วยเพิ่มความร้อนของอากาศ

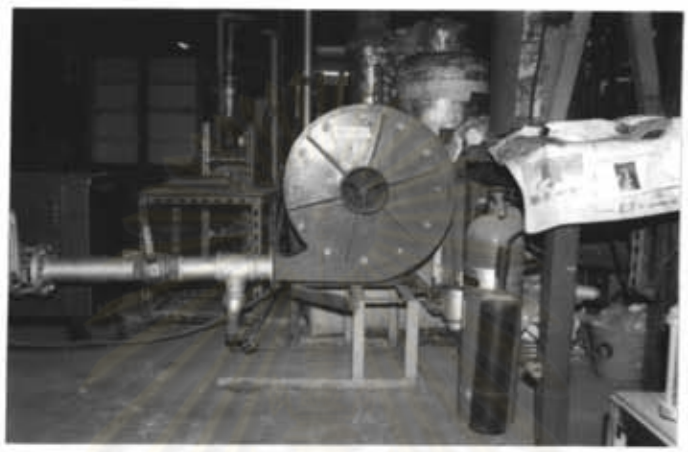
มีลักษณะเป็นท่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 6 เซนติเมตร ยาว 30 เซนติเมตร ภายในมีขดลวดความร้อนขนาดกำลังไฟฟ้า 2,500 วัตต์ พันรอบอยู่

5.4 เครื่องควบคุมอุณหภูมิแบบอัตโนมัติ

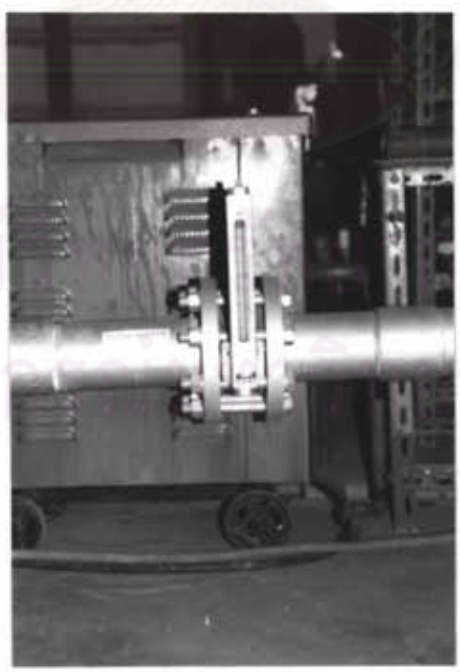
เป็นวงจรทางไฟฟ้าที่มีสวิทช์แม่เหล็ก (magnetic contactor) ควบคุมการป้อนกระแสให้แก่ขดลวดความร้อน โดยมีเทอร์โมคัปเปิ้ลชนิดโครเมล-อลูเมล แบบ เค (K) ควบคุมอุณหภูมิในช่วง 0-1,200 องศาเซลเซียส โดยสอดผ่านเข้าไปในตัวเตาที่มีช่องเจาะไว้อยู่

5.5 ส่วนดักฝุ่น (cyclone)

เป็นทางออกของฝุ่นผงซึ่งมีขนาดเล็กและลอยอยู่ส่วนบนของเตาเผา ส่วนนี้จะต่อกับเตาเผาส่วนที่สามบริเวณบนสุด



รูปที่ 3.9 เครื่องป้อนอากาศแรงดันสูง



รูปที่ 3.10 เครื่องวัดอัตราการป้อนอากาศ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

6. อุปกรณ์ชักและวิเคราะห์ตัวอย่าง

ตัวอย่างในรูปของแข็งใช้อุปกรณ์ที่ทำจากพลาสติก ต่อกับเครื่องดูดฝุ่นที่มีแรงดูดสูง ดังรูปที่ 3.11 เพื่อดูดตัวอย่างเถ้าที่ได้จากการเผามาเก็บไว้ ส่วนก๊าซที่ออกมาจากปากเตาด้านบน จะทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราห์ก๊าซ O_2, CO_2, CO (O_2, CO_2, CO analyzer) รุ่น testo 342-1 Model testo term ผลิตจากประเทศเยอรมันนี บริษัท Testoterm Gmbh & CO. ดังรูปที่ 3.12

รูปที่ 3.11 เครื่องเก็บผลิตภัณฑ์

ในการเก็บตัวอย่างมาวิเคราะห์จะแยกมาเฉพาะเถ้าซึ่งมีสีขาว และทำการวิเคราะห์คุณสมบัติของเถ้าดังนี้

- พื้นที่ผิวจำเพาะ วิเคราะห์โดยใช้เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวรุ่น AUTOSORB-1 ของบริษัท Quantachrome ประเทศสหรัฐอเมริกา และเครื่องคอมพิวเตอร์พร้อมโปรแกรมการคำนวณชื่อ " ASORB1AG"
- รูปของซิลิกา วิเคราะห์ด้วยเครื่อง เอ็กซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์
- ความบริสุทธิ์และองค์ประกอบของธาตุในเถ้า วิเคราะห์ด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometer Model EDXRF XR-200

รูปที่ 3.12 เครื่องวิเคราะห์ก๊าซออกซิเจน, ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์
และก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์

<u>การเตรียมวัตถุดิบ</u>

1. <u>ขั้นตอนการทำความสะอาดแกลบ</u>

ก. ชั่งแกลบหนัก 1,200 กรัม ใส่ลงในเครื่องซักผ้าแบบ 2 ถังแยก ล้างแกลบด้วยน้ำเปล่าก่อน เพื่อแยกเศษดิน ทราย และเศษใบไม้ออกจากแกลบ แล้วปั่นแห้งเพื่อให้แกลบหมดน้ำ

ข. นำแกลบที่ได้จากการล้างน้ำและปั่นแล้วมาอบแห้ง ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

2. <u>ขั้นตอนการสกัดสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์</u>

ก. นำแกลบที่ได้จากขั้นตอน 3.2.1 มาปริมาณ 600 กรัม ต้มกับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร ปริมาตร 6 ลิตร ในขวดก้นกลมและมีการรีฟลักซ์ ที่อุณหภูมิขณะเดือด เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

ข. นำแกลบที่ผ่านการต้มกรดแล้วมาล้างด้วยน้ำจนหมดความเป็นกรด

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ค. นำแกลบที่ได้จากขั้นตอน ข. มาอบแห้งที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

3. ขั้นตอนไพโรไลซิส

ก. นำแกลบที่ผ่านการสกัดสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์แล้ว ชั่งมาปริมาณ 180 กรัม ใส่ลงในเตาเผาไพโรไลซิส

ข. เปิดก๊าซไนโตรเจนเข้าสู่ส่วนล่างของเตา โดยปรับวาล์วให้มีอัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจน เท่ากับ 6.6 ลิตรต่อนาที

ค. เปิดสวิทช์ ขดลวดความร้อนหลักและส่วนเพิ่มความร้อนของก๊าซไนโตรเจน และตั้งอุณหภูมิที่ 550 องศาเซลเซียส

ง. เมื่อเตามีอุณหภูมิเท่ากับ 550 องศาเซลเซียส เริ่มจับเวลา โดยไพโรไลซิสเป็นเวลา 15 นาที

จ. เมื่อครบกำหนดเวลา ปิดสวิทช์ขดลวดความร้อนหลักและส่วนเพิ่มความร้อนของก๊าซไนโตรเจน

ฉ. จากนั้นลดอุณหภูมิของเตาโดยการให้ก๊าซไนโตรเจนไหลผ่านเข้าไปในเตาต่อไปอีก 10 นาที

ช. เมื่อครบกำหนดเวลาปิดวาล์วของก๊าซไนโตรเจน

4. ขั้นตอนการร่อนแยกขนาด

นำแกลบที่ได้จากขั้นตอนที่ 3.2.3 มาร่อนแยกขนาดด้วยตะแกรงขนาด 60 เมช เป็นเวลา 30 นาที ที่ระดับความสั่นสะเทือน 50

วิธีดำเนินการทดลอง

1. การเผาด้วยระบบฟลูอิไดเซชัน มีขั้นตอนการทดลองดังนี้

ก. ชั่งแกลบที่ร่อนได้จากขั้นตอนที่ 3.2.4 มาปริมาณ 100 กรัม ใส่ลงในเตาเผาแบบฟลูอิไดซ์เบดทางปากเตาด้านบน และปิดฝาเตา

ข. เริ่มเปิดสวิทช์เครื่องป้อนอากาศ ปรับวาล์วให้อากาศไหลผ่านเบดมากขึ้นที่ละน้อย จนกระทั่งถึงอัตราการป้อนอากาศ 0.10 ลูกบาศก์เมตรต่อนาที

ค. เปิดสวิทช์ขดลวดความร้อนหลัก และตั้งอุณหภูมิที่ 200 องศาเซลเซียส

ง. เปิดสวิทช์ส่วนเพิ่มความร้อนของอากาศ และเปิดสวิทช์ขดลวดความร้อนที่ส่วนกระจายอากาศ

จ. ปรับอัตราการให้ความร้อน ดังนี้

เผาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส 10 นาที

เผาที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส 5 นาที

เผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 10 นาที

เผาที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส 5 นาที

ฉ. รอจนกระทั่งอุณหภูมิของเตาฟลูอิไดซ์เบดถึงอุณหภูมิทดลองที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน ปรับอัตราการไหลของอากาศตามที่ต้องการ และวิเคราะห์ก๊าซที่เผาไหม้ได้

ช. เมื่อครบกำหนดเวลาในการเผาไหม้ตามต้องการแล้ว ปิดสวิทช์ขดลวดความร้อนหลัก, ส่วนเพิ่มความร้อนของอากาศ และขดลวดความร้อนที่ส่วนกระจายอากาศ

ซ. เมื่ออุณหภูมิของเตาฟลูอิไดซ์เบดมีอุณหภูมิเท่ากับ 100 องศาเซลเซียส จึงปรับวาล์ว เพื่อลดอัตราการป้อนอากาศ และปิดสวิทช์เครื่องป้อนอากาศ

ฌ. เมื่อเตาฟลูอิไดซ์เบดมีอุณหภูมิต่ำกว่า 100 องศาเซลเซียส จึงเก็บตัวอย่างมาวิเคราะห์

2. ตัวแปรที่ทำการศึกษาในการทดลองนี้ คือ

ก. ปริมาณแกลบ 100, 150, 200 และ 300 กรัม

ข. อุณหภูมิที่เผา 600, 650, 700 และ 750 องศาเซลเซียส

ค. เวลาเผาไหม้ 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง

ง. อัตราการป้อนอากาศ 0.10, 0.15, 0.27 และ 0.32 ลูกบาศก์เมตรต่อนาที

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

<u>วัตถุดิบ</u>

วัตถุดิบที่ใช้จะเป็นแกลบที่ผ่านการปรับสภาพจากขั้นตอนต่าง ๆ มีลักษณะดังรูปข้างล่างนี้

รูปที่ 3.13 ลักษณะของแกลบที่ผ่านการปรับสภาพจากขั้นตอนต่าง ๆ

ก. ผ่านการล้างด้วยน้ำ

ข. ผ่านการต้มกับกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 โมล/ลิตร 3 ชั่วโมง

ค. ผ่านกระบวนการไพโรไลซิส

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย