บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 อุปกรณ์การทดลอง

การทดลองเพื่อผลิตทิน(IV)คลอไรด์ มีอุปกรณ์หลายชนิดประกอบกัน ดังนี้

ก. เครื่องปฏิกรณ์

ข. ชุดควบคุมอุณหภูมิ ประกอบด้วย ขดลวดให้ความร้อน เทอร์มอคัปเปิล (thermo couple) อุปกรณ์ปรับแรงดันไฟฟ้า (voltage regulator) และเครื่องควบคุมอุณหภูมิแบบเปิด-ปิด

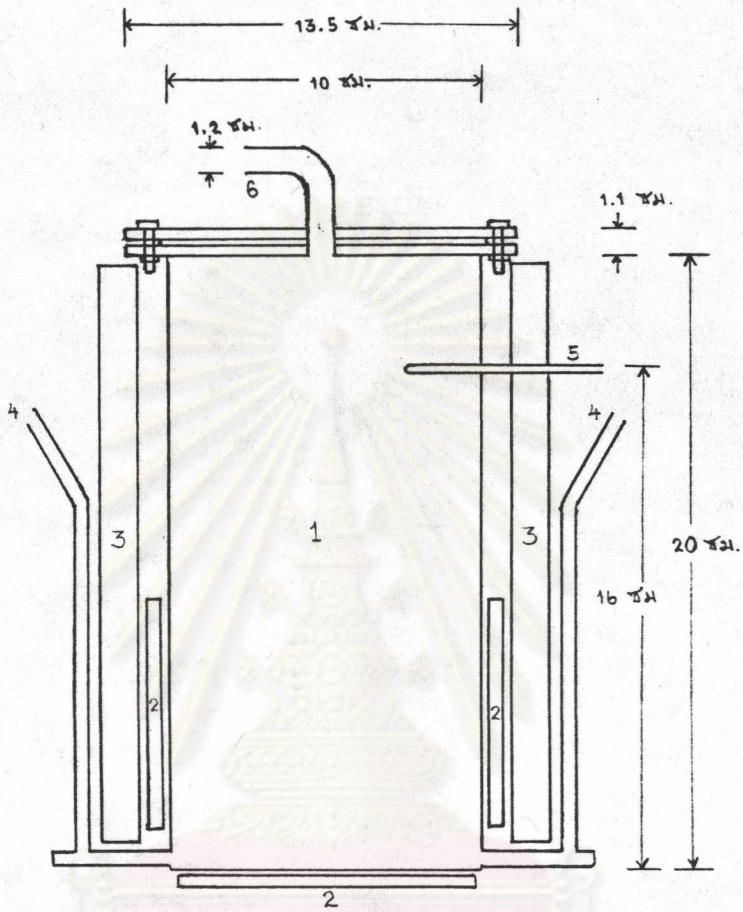
ค. คอนเดนเซอร์ (condenser)

ง. ตัวรองรับเก็บสาร (reciever)

จ. เครื่องวัดและควบคุมการป้อนแก๊สเข้าเครื่องปฏิกรณ์ ประกอบด้วย เรกกูเลเตอร์ (regulator) และ โรตามิเตอร์ (rotameter)

3.1.1 เครื่องปฏิกรณ์

รูปที่ 3.1 แสดงเครื่องปฏิกรณ์ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้ เครื่องปฏิกรณ์สร้างด้วยเหล็กกล้าไร้สนิม (stainless steel) ชนิดพิเศษ ซึ่งทนการกัดกร่อนได้ดี มีรูปทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 10 ซม. หนา 0.4 ซม. สูง 20 ซม. ท่อทางเข้าของแก๊สขนาด 0.8 ซม. จำนวน 2 ท่อ ติดอยู่ด้านข้างส่วนล่างสุดของเครื่องปฏิกรณ์



1 เครื่องปฏิกรณ์

2 ขดลวดให้ความร้อน

3 ฉนวนกันความร้อน

4 ท่อทางเข้าของแก๊ส

5 ช่องสำหรับใส่เทอร์มอคัปเบิล

6 ท่อทางออกของแก๊ส

รูปที่ 3.1 แสดงสัดส่วนของเครื่องปฏิกรณ์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ช่องสำหรับใส่เทอร์มอคัปเปิลขนาด ๐.5 ซม. อยู่ที่ระดับ 16 ซม. จากด้านล่างของเครื่องปฏิกรณ์ ท่อทางออกของแก๊สขนาด 1.1 ซม. จำนวน 1 ท่อ ติดอยู่ด้านบนตรงกลางของฝาปิดเครื่องปฏิกรณ์ บริเวณขอบบนของเครื่องปฏิกรณ์มีลักษณะเป็นหน้าแปลน (flange) หนา ๐.4 ซม. สำหรับประกอบกับส่วนของฝาปิดเครื่องปฏิกรณ์ซึ่งยึดติดกันด้วยน็อต และมีปะเก็นยางกันการซึมรั่วของแก๊ส ปะเก็นยางมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน ๑๐ ซม. เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 11.5 ซม. หนา ๐.3 ซม.

3.1.2 ชุดควบคุมอุณหภูมิ

ชุดควบคุมอุณหภูมิ ทำหน้าที่ควบคุมอุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกรณ์ให้คงที่ตามระดับที่กำหนดไว้ ประกอบด้วย

ก. ขดลวดให้ความร้อน ขนาดกำลังไฟฟ้า ๒๐๐๐ วัตต์ ใช้กับแรงเคลื่อนไฟฟ้า ๒๒๐ โวลต์ พันอยู่รอบเครื่องปฏิกรณ์ส่วนล่างซึ่งเป็นบริเวณที่เกิดปฏิกิริยา ทำหน้าที่ให้ความร้อนด้วยปริมาณแรงเคลื่อนไฟฟ้าที่ส่งมาจากโวลต์เตจ เรกกูเลเตอร์

ข. เทอร์มอคัปเปิลชนิดโครเมล อลูเมล หรือ เทอร์มอคัปเปิลแบบ K(type K chromel vs alumel thermocouple) ทำงานโดยอาศัยหลักเมื่อเกิดความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิที่ขั้วและที่ปลายจุดต่อบนโลหะสองชนิดของเทอร์มอคัปเปิล ทำให้เกิดแรงเคลื่อนไฟฟ้าระหว่างขั้วทั้งสอง และส่งเข้าเครื่องควบคุมอุณหภูมิ

ค. อุปกรณ์ปรับแรงดันไฟฟ้า (voltage regulator) ทำหน้าที่ปรับแรงเคลื่อนไฟฟ้าที่เข้าสู่ขดลวดให้ความร้อน เพื่อให้ได้ปริมาณความร้อนที่พอเหมาะสำหรับระดับอุณหภูมิที่กำหนดไว้

ง. เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (temperature controoler) ทำการควบคุมแบบเปิดปิด (ON-OFF CONTROL) โดยรับสัญญาณจากเทอร์มอคัปเปิล

3.1.3 คอนเดนเซอร์ (condenser)

คอนเดนเซอร์ที่ใช้ในการทดลอง เป็นคอนเดนเซอร์ที่ทำจากแก้วแบบท่อตรงธรรมดา 3 ตัว และแบบเกลียว (spiral) 2 ตัว เพื่อทำการควบแน่นผลิตภัณฑ์จากสถานะแก๊สเป็นของเหลว โดยคอนเดนเซอร์ตัวแรกใช้อากาศเป็นตัวระบายความร้อน ส่วนที่เหลือใช้น้ำเย็นเป็นตัวระบายความร้อน

3.1.4 ตัวรองรับเก็บสาร (reciever)

reciever ที่ใช้ในการทดลองเป็น reciever ที่ทำจากแก้ว ทำหน้าที่รองรับและเก็บผลิตภัณฑ์ที่ผลิตขึ้นและได้ควบแน่นเป็นของเหลว

3.1.5 เครื่องวัดและควบคุมการป้อนแก๊สเข้าเครื่องปฏิกรณ์

เรกกูเลเตอร์ (regulator) ทำหน้าที่ปรับความดันของแก๊สที่ออกจากถังให้คงที่ โดยติดอยู่ที่ทางออกของถังเก็บแก๊ส ส่วนโรตามิเตอร์ (rotameter) ทำหน้าที่วัดและปรับปริมาณของแก๊สก่อนที่จะเข้าเครื่องปฏิกรณ์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2 <u>สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง</u>

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองเพื่อผลิตทิน(IV)คลอไรด์ มีดังนี้

ก. ดีบุก

ข. แก๊สคลอรีน

ค. แก๊สไนโตรเจน

ง. กรดซัลฟิวริกเข้มข้น

จ. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

3.2.1 ดีบุก

ดีบุกที่ใช้ในการทดลองเป็นโลหะดีบุกแท่ง มีความบริสุทธิ์ประมาณ 99 เปอร์เซนต์ ซึ่งต้องนำมาแปรรูปให้เป็นเม็ดขนาดเล็ก ๆ โดยหลอมโลหะดีบุกแท่งให้เป็นของเหลวในถ้วยกระเบื้อง (carcerol) ปล่อยทิ้งไว้ให้เย็นจนใกล้แข็งตัวแล้วจึงใช้แท่งแก้วคนจนกระทั่งกลายเป็นเม็ดแข็ง

3.2.2 แก๊สคลอรีน

แก๊สคลอรีนที่ใช้ในการทดลองถูกบรรจุไว้ในถังเหล็กในรูปของคลอรีนเหลว มีความบริสุทธิ์ประมาณ 99 เปอร์เซนต์ ที่ทางออกของถังแก๊สคลอรีนติดตั้งวาล์วเข็ม (needle valve) ที่ทำจากเหล็กหล่อ เพื่อทำหน้าที่ควบคุมการไหลของแก๊สคลอรีน

3.2.3 แก๊สไนโตรเจน

แก๊สไนโตรเจนบรรจุในถังเหล็กทรงสูง มีเรกกูเลเตอร์ติดตั้งที่ทางออกของถังเพื่อปรับระดับความดัน และควบคุมการไหลของแก๊สไนโตรเจน แก๊สไนโตรเจนทำหน้าที่เป็นตัวเจือจางและพาแก๊สคลอรีนเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ ทั้งยังทำหน้าที่พาทิน(IV)คลอไรด์ออกจากเครื่องปฏิกรณ์

3.2.4 กรดซัลฟิวริกเข้มข้น

กรดซัลฟิวริกเข้มข้นที่ใช้ในการทดลอง มีความเข้มข้นประมาณ 95-97 เปอร์เซนต์ ทำหน้าที่ดูดซับความชื้นที่อาจมีอยู่ในแก๊สคลอรีนและแก๊สไนโตรเจน เนื่องจากกระบวนการผลิตทิน(IV)คลอไรด์ต้องปราศจากน้ำเพื่อป้องกันการไฮโดรไลซิสของทิน(IV)คลอไรด์ และป้องกันการกัดกร่อนของคลอรีนต่อเครื่องปฏิกรณ์

3.2.5 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการทดลอง เตรียมไว้ที่ความเข้มข้นประมาณ 10-15 เปอร์เซนต์ ทำหน้าที่จับแก๊สคลอรีนที่เหลือจากการทำปฏิกิริยากับดีบุก

3.3 <u>วิธีทำการทดลอง</u>

รูปที่ 3.2 แสดงอุปกรณ์ของกระบวนการผลิตซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

ก. นำดีบุกที่เตรียมไว้เป็นเม็ดเล็กๆ บรรจุใส่ในเครื่องปฏิกรณ์

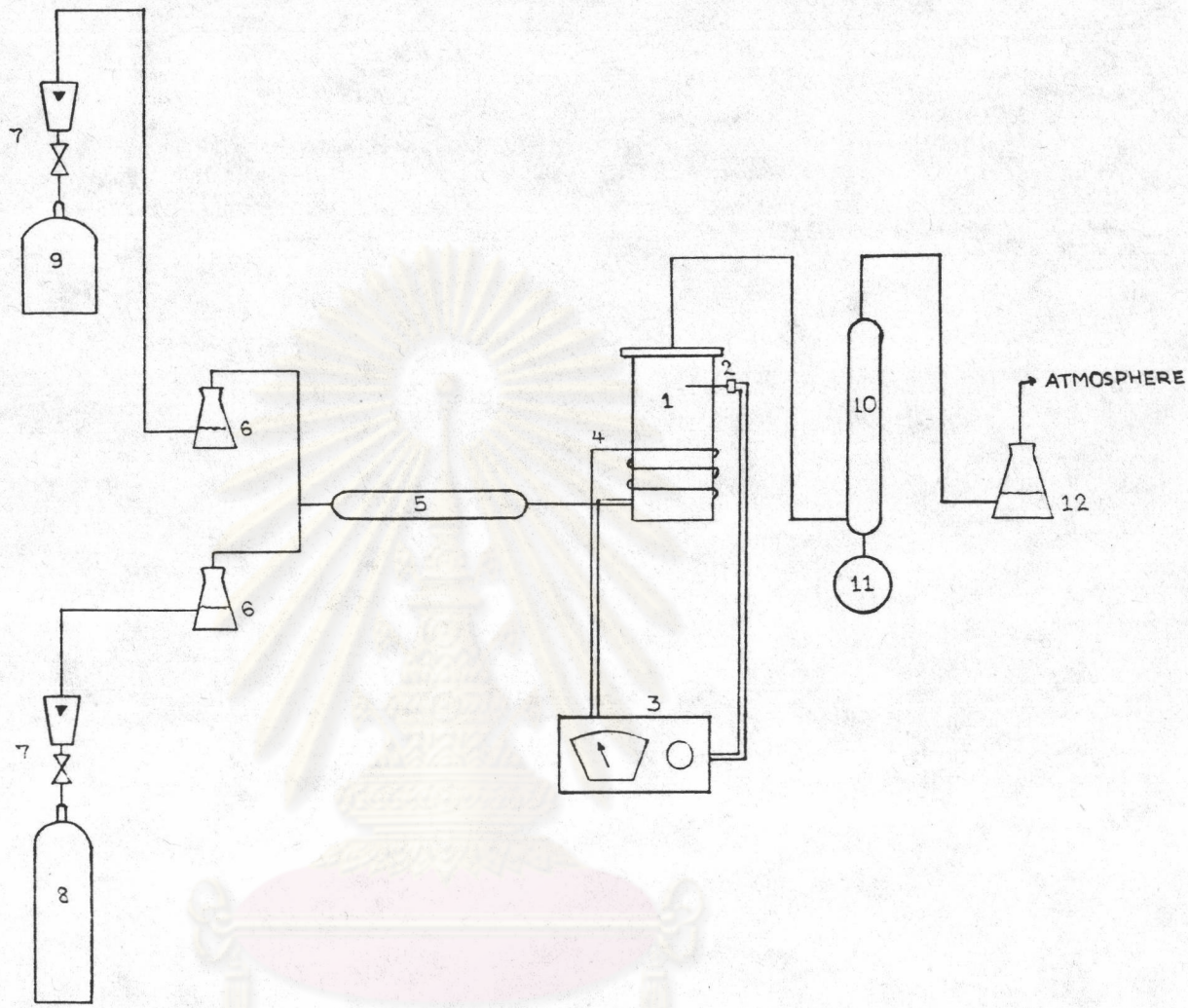
ข. หุ้มฉนวนเครื่องปฏิกรณ์ และนำไปต่อกับคอนเดนเซอร์ และสายยางนำแก๊สเข้า

ค. เปิดแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ และเปิดชุดควบคุมอุณหภูมิเพื่อทำการให้ความร้อนแก่เครื่องจนได้ระดับอุณหภูมิที่ต้องการ

ง. เปิดแก๊สคลอรีนให้ผสมกับแก๊สไนโตรเจนก่อนเข้าเครื่องปฏิกรณ์ เพื่อทำปฏิกิริยากับดีบุก

จ. ทั้งแก๊สไนโตรเจนและแก๊สคลอรีนก่อนป้อนเข้าเครื่องปฏิกรณ์ ต้องผ่านกรดซัลฟิวริกเข้มข้น เพื่อทำการดูดซับความชื้นที่อาจมีปะปนอยู่ในแก๊ส

ฉ. ทิน(IV)คลอไรด์ที่ผลิตขึ้น ไหลออกจากเครื่องปฏิกรณ์ในสถานะแก๊ส ผ่านคอนเดนเซอร์ ถูกควบแน่นเป็นของเหลวลงสู่ reciever



1	เครื่องปฏิกรณ์	7	โรตามิเตอร์พร้อมวาล์วปรับ
2	เทอร์มอคัปเปิลวัดอุณหภูมิ	8	แก๊สไนโตรเจน
3	เครื่องควบคุมอุณหภูมิ	9	แก๊สคลอรีน
4	ขดลวดให้ความร้อน	10	คอนเดนเซอร์
5	ท่อผสมแก๊ส (mixing chamber)	11	ตัวรองรับสาร (reciever)
6	กรดซัลฟิวริกเข้มข้น	12	สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

รูปที่ 3.2 แสดงกระบวนการผลิตทิน(IV)คลอไรด์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ช. กำหนดระยะเวลาในการป้อนแก๊สคลอรีนคงที่ คือเป็นระยะเวลา 240 นาที

ซ. นำผลิตภัณฑ์ไปชั่ง เพื่อคำนวณหาเปอร์เซนต์ yield

ฌ. การทดลองทำในตู้ควัน เพื่อป้องกันอันตรายจากแก๊สคลอรีน

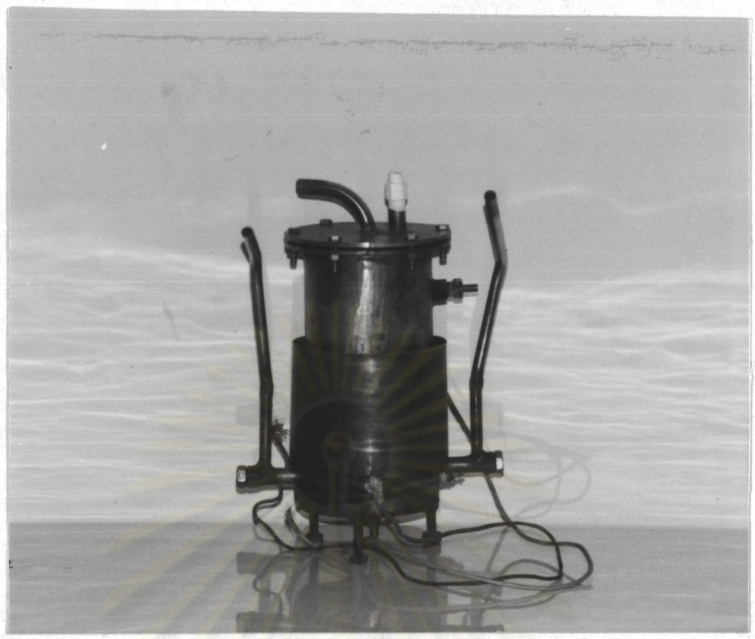
3.4 ขั้นตอนการทดลอง

3.4.1 ศึกษาถึงอิทธิพลของอุณหภูมิที่มีต่อผลผลิตของผลิตภัณฑ์ โดยกำหนดปริมาณดีบุก อัตราการป้อนแก๊สคลอรีน และอัตราการป้อนแก๊สไนโตรเจนให้คงที่ ส่วนตัวแปรคืออุณหภูมิที่ 100 , 120 , 140 , 160 , 180 , 200 , 220 และ 240 องศาเซลเซียส

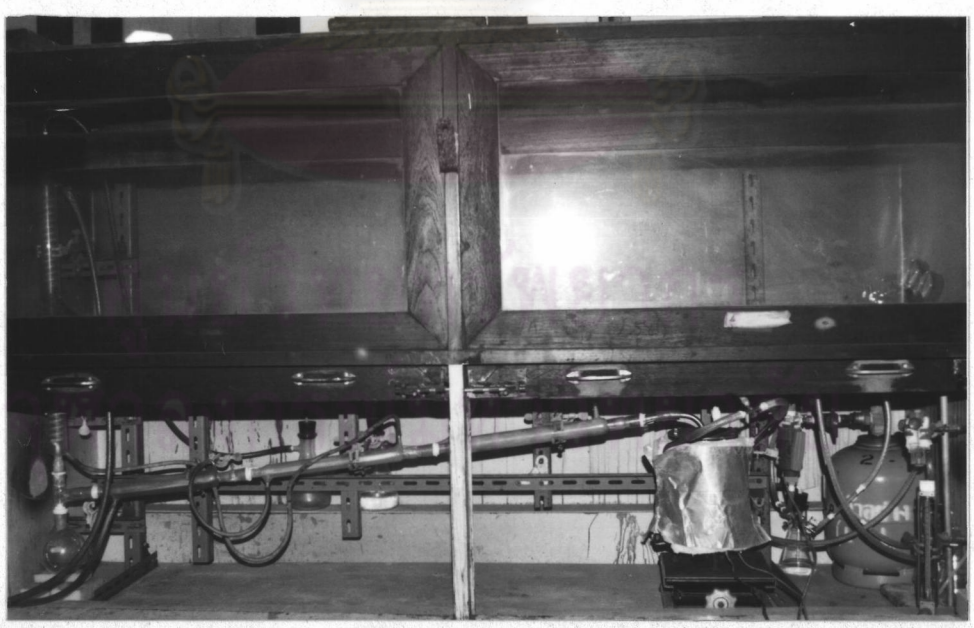
3.4.2 ศึกษาถึงอิทธิพลของอัตราการป้อนแก๊สคลอรีนที่มีต่อผลผลิตของผลิตภัณฑ์ โดยเลือกค่าอุณหภูมิที่เหมาะสมจากขั้นตอนแรก ปริมาณดีบุก และอัตราการป้อนแก๊สไนโตรเจนกำหนดให้คงที่ ส่วนตัวแปรคืออัตราการป้อนแก๊สคลอรีน

3.4.3 ศึกษาถึงอิทธิพลของอัตราส่วนของแก๊สคลอรีนต่อแก๊สไนโตรเจนที่มีต่อผลผลิตของผลิตภัณฑ์ โดยกำหนดปริมาณดีบุก อุณหภูมิ และอัตราการป้อนแก๊สรวมคงที่ ส่วนตัวแปรกำหนดในรูป สัดส่วนของแก๊สคลอรีนในแก๊สผสมรวม ซึ่งเลือกจากขั้นตอนที่สอง มีค่า 0.5 , 0.6 , 0.7 , 0.8 , 0.9 และ 1.0

3.4.4 ศึกษาถึงอิทธิพลของอัตราการป้อนแก๊สรวมที่มีต่อผลผลิตของผลิตภัณฑ์ โดยกำหนดปริมาณดีบุก อุณหภูมิ และสัดส่วนของแก๊สคลอรีนในแก๊สผสมรวมคงที่ ส่วนตัวแปรคือ อัตราการป้อนแก๊สรวม มีค่า 0.3 , 0.5 , 0.7 , และ 0.9 ลิตรต่อนาที

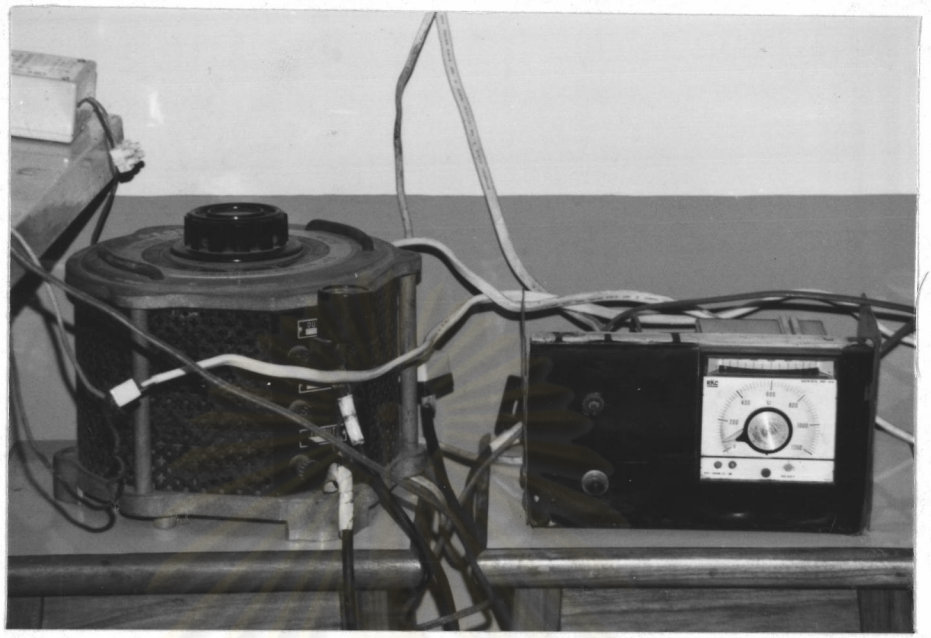


รูปที่ 3.3 เครื่องปฏิกรณ์

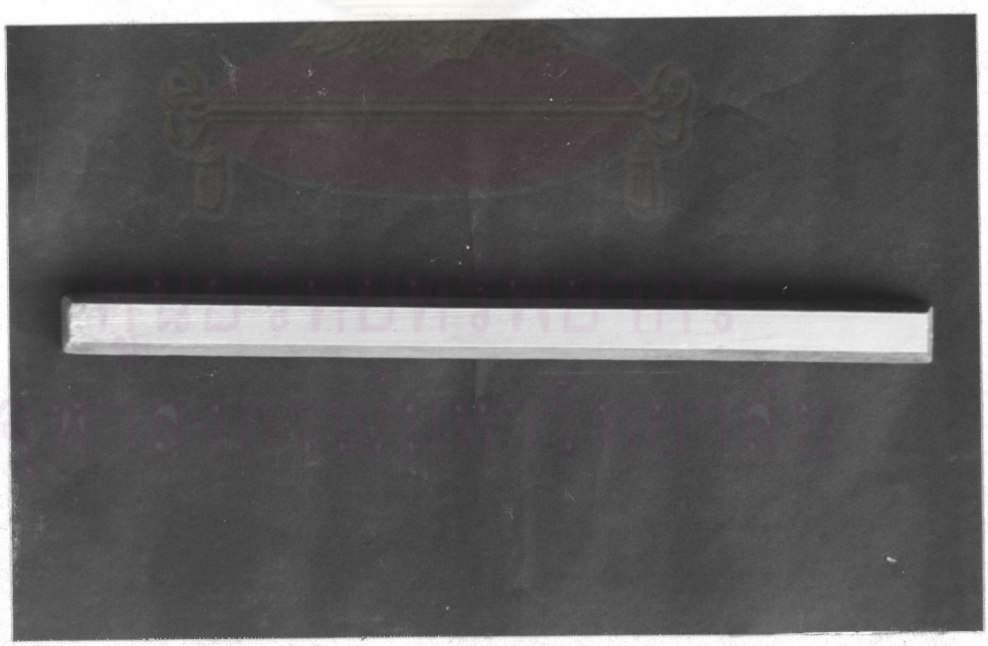


รูปที่ 3.4 ชุดทดลองผลิตทิน(IV)คลอไรด์

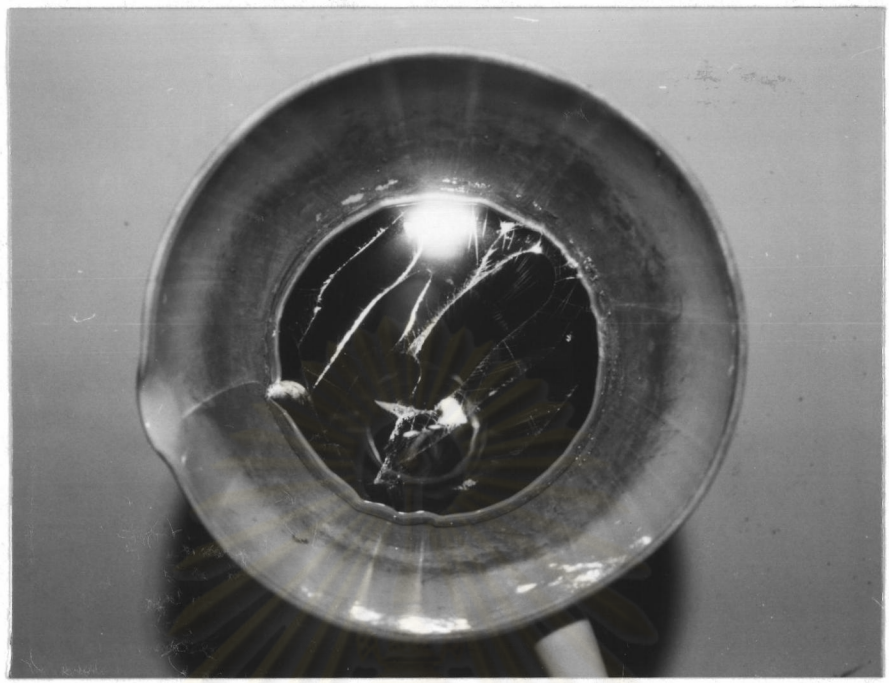
I17778917



รูปที่ 3.5 เครื่องควบคุมอุณหภูมิ และ อุปกรณ์ปรับแรงดันไฟฟ้า



รูปที่ 3.6 ดีบุกแท่ง



รูปที่ 3.7 ดีบุกหลอมเหลว

รูปที่ 3.8 ดีบุกเม็ด