บทที่ 3

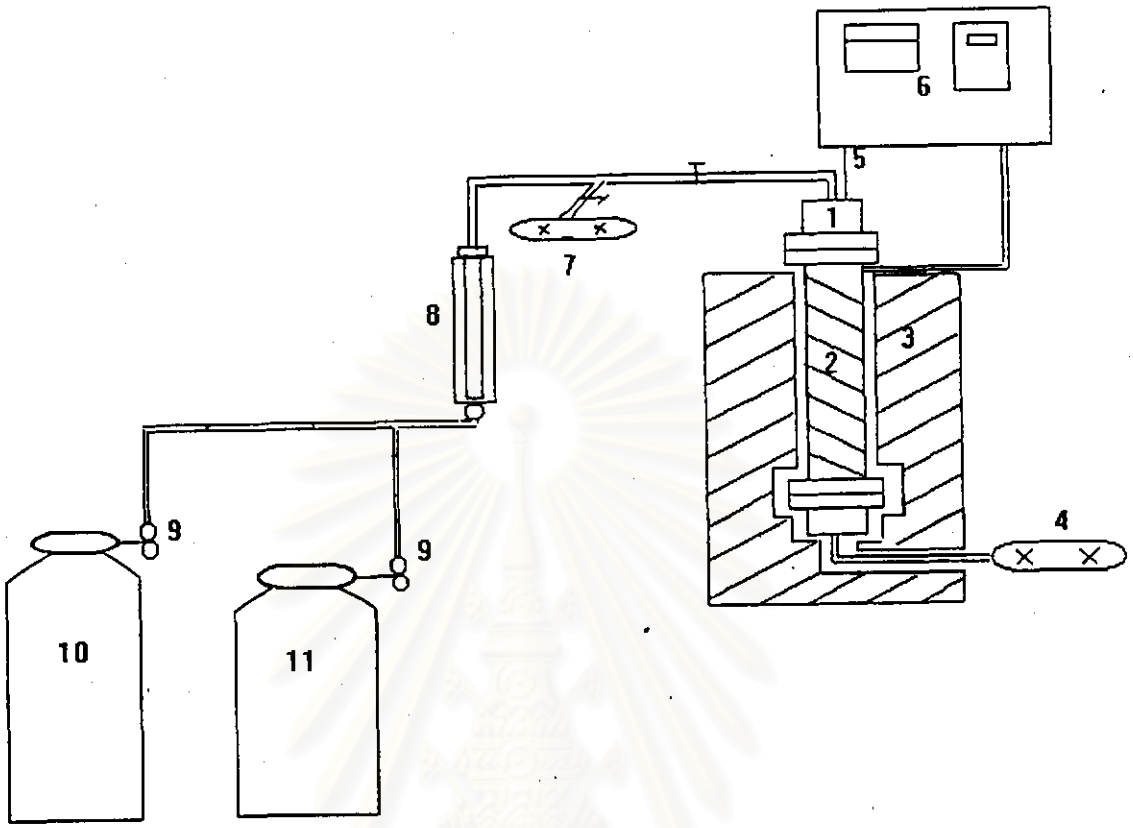
อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

อุปกรณ์การทดลอง

การทดลองศึกษาจลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาของแคลเซียมออกไซด์และซัลเฟอร์ไดออกไซด์ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็ก(III)ออกไซด์ มีอุปกรณ์หลายอย่างประกอบกัน ได้แก่

1. เครื่องปฏิกรณ์เบดนิ่งแบบเบดบรรจุ
2. ชุดควบคุมอุณหภูมิ ประกอบด้วย เทอร์โมคัปเปิลชนิดโครเมล อะลูเมล ขดลวดให้ความร้อน และตัวตั้งควบคุมอุณหภูมิ
3. เครื่องวัดและควบคุมอัตราการป้อนแก๊สเข้าเครื่องปฏิกรณ์ ประกอบด้วย เรกูเลเตอร์(regulator) เบดบรรจุ และโรตามิเตอร์(rotameter)
4. อุปกรณ์ชักตัวอย่างแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ และวิเคราะห์ความเข้มข้นแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



1. เครื่องปฏิกรณ์
2. ขดลวดให้ความร้อน
3. ฉนวนกันความร้อน
4. ท่อทางออกสู่ที่ชักตัวอย่าง
5. เทอร์คัปเปิลวัดอุณหภูมิ
6. เครื่องควบคุมอุณหภูมิ
7. ท่อทางออกสู่ by pass
8. โรตามิเตอร์วัดอัตราการไหลของแก๊สผสมเข้าเครื่องปฏิกรณ์
9. เรกูเลเตอร์ควบคุมอัตราการป้อนแก๊ส
10. อากาศอัด
11. แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

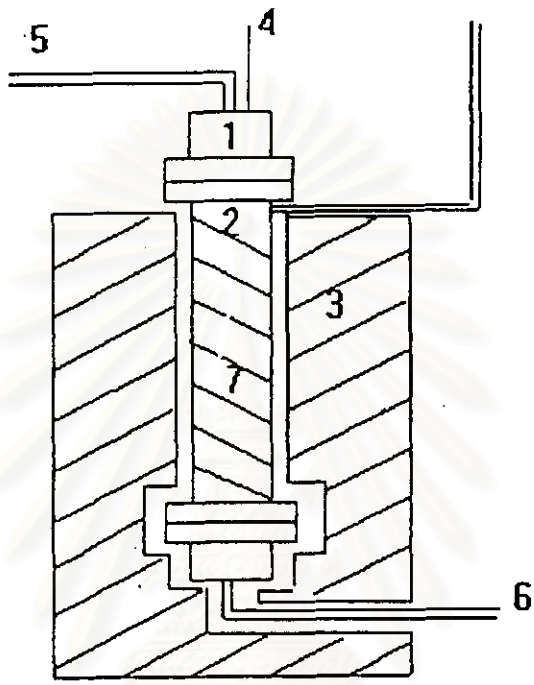
รูปที่ 3.1 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้หาจลนพลศาสตร์เบื้องต้นของปฏิกิริยาของแคลเซียมออกไซด์และซัลเฟอร์ไดออกไซด์ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็ก(III)ออกไซด์

1. เครื่องปฏิกรณ์

เครื่องปฏิกรณ์สร้างจากเหล็กกล้าไร้สนิม มีลักษณะเป็นรูปทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.5 เซนติเมตร สูง 30 เซนติเมตร พันด้วยขดลวดให้ความร้อน ด้านนอกหุ้มด้วยฉนวนกันความร้อนและห่อหุ้มด้วยใยแก้วกันความร้อนอีกชั้นหนึ่ง ฝาด้านบนเปิดปิดได้เพื่อบรรจุสารตั้งต้นในเบด แก๊สผสมระหว่างซัลเฟอร์ไดออกไซด์กับอากาศเข้าทางด้านบนและแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่ทำปฏิกิริยาไม่หมดออกทางท่อทางออกด้านล่างของเครื่องปฏิกรณ์ ท่อเข้าออกทั้งหมดมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1/4 นิ้ว

รูปที่ 3.2 เครื่องปฏิกรณ์เบดบรรจุแบบเบดนิ่ง

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



1. เครื่องปฏิกรณ์เบดนิ่ง
2. ขดลวดให้ความร้อน
3. ฉนวนกันความร้อน
4. เทอร์โมคัปเปิลวัดอุณหภูมิ
5. ทางเข้าของสารตั้งต้น
6. ทางออกของแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่ยังไม่เกิดปฏิกิริยา
7. บริเวณใส่สารตั้งต้นในเบด

รูปที่ 3.3 ส่วนประกอบของเครื่องปฏิกรณ์

2. ชุดควบคุมอุณหภูมิ

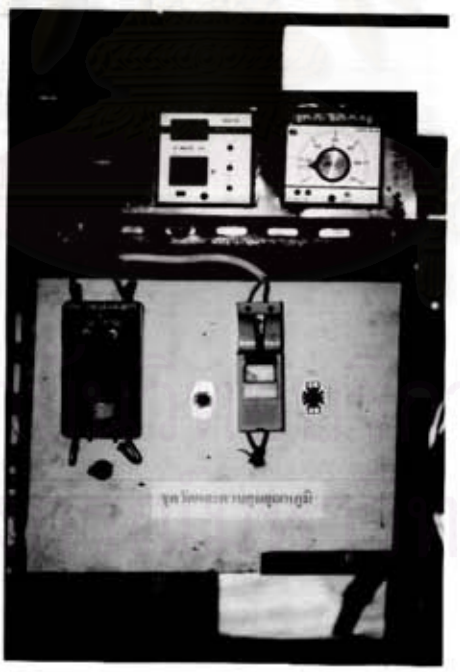
ชุดควบคุมอุณหภูมิทำหน้าที่ควบคุมอุณหภูมิภายในเบดให้คงที่ ประกอบด้วย เครื่องวัดอุณหภูมิและควบคุมอุณหภูมิ เทอร์โมคัปเปิลวัดอุณหภูมิชนิดโครเมล อะลูเมล และขดลวดให้ความร้อน

ก) เครื่องวัดและควบคุมอุณหภูมิ เป็นเครื่องควบคุมอุณหภูมิแบบแสดงผลอุณหภูมิอ่านค่าเป็นแบบดิจิตอล การควบคุมอุณหภูมิใช้ระบบ ON-OFF สามารถปรับอุณหภูมิให้เป็นไปตามที่กำหนด โดยกำหนดอุณหภูมิได้ตั้งแต่ 0 - 1200 องศาเซลเซียส

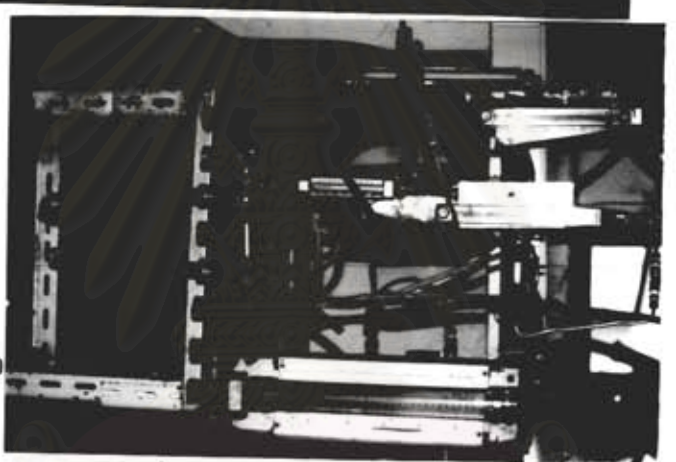
ข) เทอร์โมคัปเปิลชนิดโครเมล อะลูเมล หรือเทอร์โมคัปเปิลชนิดเค (Type K or Chromel VS alumel thermocouple) เทอร์โมคัปเปิลชนิดนี้เหมาะสำหรับใช้งานที่อุณหภูมิสูงแต่ไม่เกิน 1,260 องศาเซลเซียส

ค) ขดลวดให้ความร้อน ขดลวดให้ความร้อนที่ใช้มีกำลังไฟฟ้า 500 วัตต์ ใช้กับแรงเคลื่อนไฟฟ้า 220 โวลต์ พันอยู่รอบเครื่องปฏิกรณ์

ง) หม้อแปลงไฟฟ้ากระแสสลับ



รูปที่ 3.4 ชุดควบคุมอุณหภูมิ



3. เครื่อ

ก) เรกูเลเตอร์ จะติดบริเวณฝาถังของถังแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์และถังอากาศอัด มีหน้าปัดอ่านความดัน 2 ตัว เพื่อทราบความดันภายในถังแก๊สและความดันของแก๊สขาออกจากถังซึ่งความดันดังกล่าวปรับระดับได้จากวาล์วบนเรกูเลเตอร์

ข) เบดบรรจุ มีลักษณะเป็นท่อซิลิโคนสีขาวมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 1/4 นิ้ว ภายในบรรจุเม็ดของแข็ง เมื่อแก๊สผ่านจะเกิดความดันลด (Pressure drop) ขึ้นที่เบดบรรจุ

ค) โรตามิเตอร์ เพื่อปรับระดับอัตราการไหลของแก๊สผสมก่อนเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์สามารถปรับระดับอัตราการไหลตั้งแต่ 0-2 ลิตรต่อนาที

รูปที่ 3.6 เรกูเลเตอร์

รูปที่ 3.7 โรตามิเตอร์

4. อุปกรณ์ชักตัวอย่างแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ และวิเคราะห์ความเข้มข้นแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์

อุปกรณ์ชักตัวอย่างแก๊ส มีลักษณะเป็นหลอดแก้วมีฝาปิดที่ฝามีทางเปิดสองทางเพื่อให้แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่ทำปฏิกิริยาไม่หมดจากเครื่องปฏิกรณ์เข้าไปทำปฏิกิริยากับ 6% ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ภายในหลอดทางหนึ่ง และเพื่อให้แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่ทำปฏิกิริยาไม่หมดจากหลอดแรกเข้าไปทำปฏิกิริยาต่อในหลอดชักตัวอย่างหลอดถัดไปอีกทางหนึ่ง

รูปที่ 3.8 หลอดแก้วชักตัวอย่าง(impinger)

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 3.9 ชุดควบคุมอุปกรณ์ชักตัวอย่างแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์

<u>สารตั้งต้นและสารเคมีที่ใช้</u>

1. แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ บรรจุถังรูปทรงกระบอกน้ำหนัก 65 กิโลกรัม จากบริษัท ไทยอินดัสเตรียลแก๊ส จำกัด
2. อากาศอัด บรรจุในถังรูปทรงกระบอกสูง จากบริษัท ไทยอินดัสเตรียลแก๊ส จำกัด
3. แคลเซียมออกไซด์(laboratory grade) จากบริษัทฟลูกา (Fluka)
4. เหล็ก(III)ออกไซด์ จากบริษัทฟลูกา (Fluka)
5. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เข้มข้นร้อยละ 30 จากบริษัทคาร์โล เออร์บา (CARLO ERBA)
6. ไอโซโพรพานอล จากบริษัทคาร์โล เออร์บา (CARLO ERBA)
7. แบเรียมคลอไรด์ จากบริษัทคาร์โล เออร์บา (CARLO ERBA)
8. Thorin indicator จากบริษัทเมอร์ค (MERCK)
9. น้ำกลั่น

ตัวแปรที่ศึกษา

1. อัตราส่วนต่างๆ ของสารดูดซับ (CaO: Fe_2O_3)
2. อุณหภูมิ 400-550 องศาเซลเซียส
3. ความเข้มข้นของแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ 2000 - 5000 ppm
4. อัตราการไหลของแก๊ส

การดำเนินงานวิจัย

1. ศึกษาอัตราส่วนของ CaO:Fe_2O_3 โดยน้ำหนักที่เหมาะสมที่ใช้ในการกำจัดแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ อุณหภูมิที่ใช้ในการทดลอง 400 องศาเซลเซียส ความเข้มข้น SO_2 2000 ppm และศึกษาผลของอัตราการไหลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาโดยเปลี่ยนแปลงค่าอัตราการไหล อุณหภูมิที่ใช้ในการทดลอง 400 องศาเซลเซียส ความเข้มข้น SO_2 2000 ppm

2. ใช้อัตราส่วนที่เหมาะสมของ CaO:Fe_2O_3 จากหัวข้อ 1. วิเคราะห์ทางจลนพลศาสตร์เบื้องต้นของปฏิกิริยาของแคลเซียมออกไซด์กับซัลเฟอร์ไดออกไซด์โดยตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็ก (III)ออกไซด์

ขั้นตอนการทดลอง

ในการทดลองใช้ CaO หรือ lime (lab grade) ที่ผสมกันอย่างดีกับ Fe_2O_3 (lab grade) ทำปฏิกิริยากับซัลเฟอร์ไดออกไซด์

1. การเตรียมตัวอย่าง CaO ผสมกันอย่างดีกับ Fe_2O_3

นำ CaO และ Fe_2O_3มาร่อนแยกขนาด โดยใช้ตะแกรงร่อนแยกขนาดและเครื่องเขย่าแยก เพื่อให้ได้ขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 75-150 ไมโครเมตร เก็บในเดซิกเคเตอร์ การเตรียมจะชั่ง CaO และ Fe_2O_3 ตามอัตราส่วนที่ต้องการผสมรวมกัน จากนั้นคนสารทั้ง 2 ให้เข้ากันโดยใช้แท่งแก้วคน จนกระทั่งผสมเป็นเนื้อเดียวกันอย่างดี

2. การวิเคราะห์หาองค์ประกอบของสารใน CaO และ Fe_2O_3 วิเคราะห์โดยใช้เทคนิค X-ray fluorescence spectrometry ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และค่าพื้นที่ผิวสัมผัสและขนาดรูพรุนโดยวิธี BET surfacce area ที่ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์

3. การเก็บข้อมูล

3.1 ศึกษาอัตราส่วนของ $CaO:Fe_2O_3$ ที่เหมาะสม

(1) ชั่งน้ำหนักของของผสม $CaO:Fe_2O_3$ ที่อัตราส่วนต่างๆ มาทำการทดลองครั้งละ 200 มิลลิกรัม โปรยลงไปบนใยแก้ว บรรจุลงในเครื่องปฏิกรณ์ ปิดเครื่องแล้วตั้งอุณหภูมิให้คงที่ที่ 400 องศาเซลเซียส

(2) เปิดแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์พร้อมเจือจางด้วยอากาศจากถังอากาศอัดให้อัตราการไหลของแก๊สผสม 0.40 ลิตรต่อนาที ให้ความเข้มข้นของแก๊สคือ 2000 ppm

(3) เปิดวาล์วแก๊สเข้าเครื่องปฏิกรณ์ที่ต่อกับหลอดแก้วชักตัวอย่างซึ่งภายในบรรจุสารละลาย 6% ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ บรรจุหลอดละ 30 มิลลิลิตร เริ่มเก็บตัวอย่างแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่ทำปฏิกิริยาไม่หมด จากส่วนทางออกจนกระทั่งปริมาณแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ที่ออกมามากกว่าครึ่งหนึ่งจากปริมาณเริ่มต้น จึงหยุดการทดลอง

(4) นำสารละลาย 6% ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ที่ทำปฏิกิริยากับแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ไปวิเคราะห์หาปริมาณแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่ไม่ถูกดูดซึม

(5) นำผลการทดลองที่ไปวิเคราะห์หาอัตราส่วนที่ดีที่สุดในการเข้าทำปฏิกิริยาเพื่อนำไปศึกษาจลนพลศาสตร์เบื้องต้นต่อไป

3.2 ศึกษาผลของอัตราการไหลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมี

(1) วิธีการทดลองเช่นเดียวกับ 3.1 แต่เปลี่ยนแปลงค่าอัตราการไหลของแก๊สผสมที่ 0.4 , 0.6 , 0.8 และ1.2 ลิตรต่อนาที

(2) อุณหภูมิที่ใช้ในการทดลอง 400 $^{\circ}C$ ความเข้มข้นของแก๊สที่ใช้ในการทดลอง 2000 ppm

3.3 ศึกษาจลนพลศาสตร์เบื้องต้น

(1) ชั่งน้ำหนักของอัตราส่วนที่เหมาะสมจากหัวข้อ 3.1 มาทำการทดลองวิธีการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 3.1

(2) ศึกษาเทอมที่ขึ้นกับความเข้มข้นโดยกำหนดให้อุณภูมิคงที่ เปลี่ยนแปลงค่าความเข้มข้นแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ 2000 , 3000 , 4000 และ5000 ppm

(3) ศึกษาเทอมที่ขึ้นกับอุณหภูมิโดยกำหนดให้ความเข้มข้นคงที่ เปลี่ยนแปลงค่าอุณหภูมิ 400 , 450 , 500 และ 550 องศาเซลเซียส

(4) นำผลการทดลองไปวิเคราะห์ผลทางจลนพลศาสตร์เบื้องต้น