บทที่ 3

เครื่องมือและวิธีการทดลอง

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์การทดลอง

3.1.1 ชุดอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมคาร์บอเนต-นิกเกิลออกไซด์-แกมมาอะลูมินา

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมคาร์บอเนต-นิกเกิลออกไซด์-แกมมาอะลูมินาที่ใช้ศึกษาในงานวิจัยนี้ เตรียมโดยวิธีอิมเพรกเนชันหรือวิธีการฝังตัว โดยมีวัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ดังนี้

1) อ่างอะลูมิเนียม (Water bath)

2) เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)

3) บีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 250 มิลลิลิตร

4) แท่งคน

5) เตาอบ (Oven)

6) เตาเผาความร้อนสูง (Muffle furnace)

3.1.2 อุปกรณ์เตรียมแกลบ

1) เครื่องบดแกลบซนิดหยาบ

2) เครื่องบดแกลบซนิดละเอียด

3) ตะแกรงร่อนขนาด 150, 250, 500 ไมครอน

3.1.3 เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง (Drop-tube Fixed-bed)

เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง ที่ใช้สำหรับงานวิจัยนี้ แสดงดังรูปที่ 3.1 ประกอบด้วยส่วนต่างๆ ดังนี้

1) ท่อชั้นนอก ทำจาก แก้วควอทซ์ (quartz) ทนความร้อน มีความสูง 50 เซนติเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 22 มิลลิเมตร และเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 25 มิลลิเมตร

2) ท่อชั้นใน ทำจาก แก้วควอทซ์สูง 22 เซนติเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 9 มิลลิเมตร และเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 11 มิลลิเมตร

3) อุปกรณ์วัดและควบคุมอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน

4) เครื่องปั๊มน้ำเพื่อผลิตไอน้ำ

5) เทอร์โมคัพเพิล (Thermocouple) ชนิด K

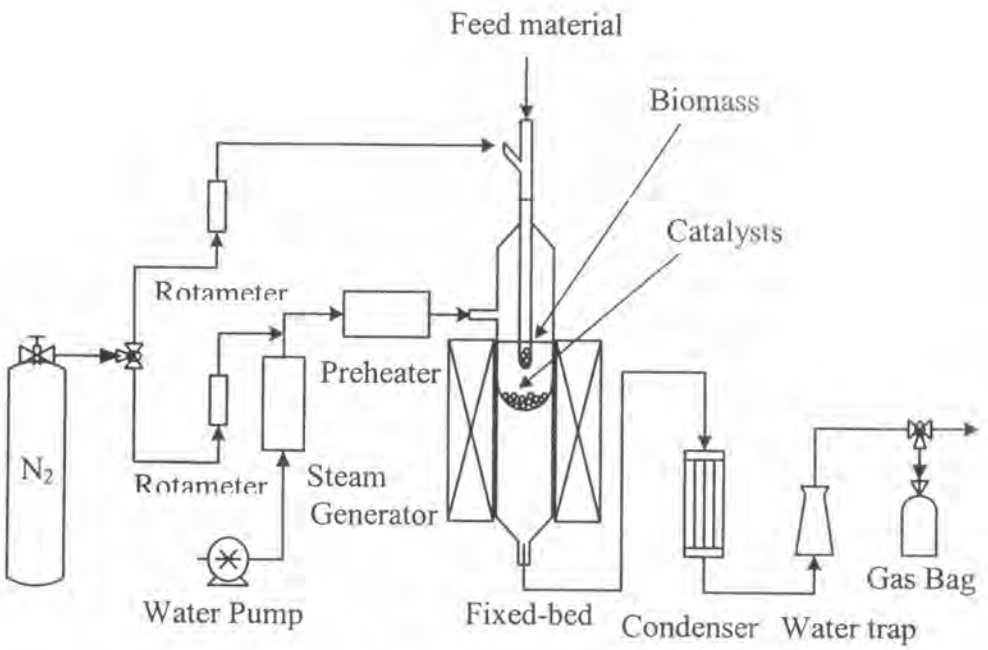
6) เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (Temperature controller)

7) เครื่องให้ความร้อนสูง (Tube furnace)

8) เครื่องควบแน่น

9) อุปกรณ์ดูดความชื้น บรรจุด้วย Silica gel

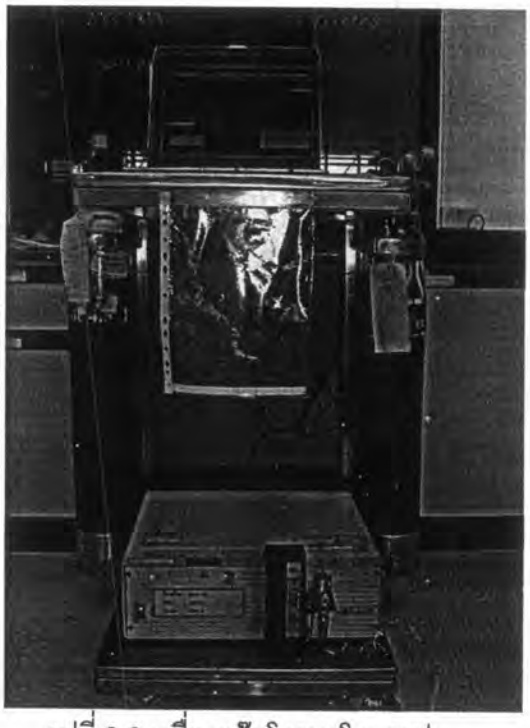
10) ถุงเก็บตัวอย่างแก๊ส (Sampling bag) ขนาด 2 ลิตร



รูปที่ 3.1 แบบจำลองเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง

3.1.4 เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ (Gas Chromatograph)

ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ ยี่ห้อ Agilent 3000A แสดงดังรูปที่ 3.2 โดยภาวะในการวิเคราะห์แก๊สในการทดลองแสดงดังตารางที่ 3.1



รูปที่ 3.2 เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ

ตารางที่ 3.1 ภาวะการวิเคราะห์แก๊สโดยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ

แก๊สพา (Carrier Gas)	แก๊สฮีเลียม (He), แก๊สอาร์กอน (Ar)
ชนิดคอลัมน์	ประกอบด้วย 3 คอลัมน์ คือ -คอลัมน์ Molecular Sieve -คอลัมน์ Plot Q -คอลัมน์ OV-1
อุณหภูมิการฉีด (Injector Temperature)	70 องศาเซลเซียส
อุณหภูมิคอลัมน์	110, 60 และ 90 องศาเซลเซียส ตามลำดับ
ระบบตรวจวัด (Detector)	ระบบวัดสภาพการนำความร้อน (TCD)

3.2 สารตั้งต้นและสารเคมี

1) แกลบขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 150-250 ไมโครเมตร (จากศูนย์วิจัยข้าวโพด ข้าวฟ่างแห่งชาติ จังหวัดนครราชสีมา)

2) โพแทสเซียมคาร์บอเนต (K_2CO_3) จากบริษัทแบง เทรดิ้ง 1992 จำกัด

3) นิกเกิลไนเตรต ($Ni(NO_3)_2$) จาก บริษัทแบง เทรดิ้ง 1992 จำกัด

4) แกมมา-อะลูมินา (Υ-Al_2O_3) ขนาดอนุภาค 150-250 ไมโครเมตร

5) ซิลิกาเจล จาก บริษัท วิทยาศรม จำกัด

6) แก๊สไนโตรเจน 99.5% จาก บริษัท แพรกแอร์ (ประเทศไทย) จำกัด

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การวิเคราะห์สมบัติของชีวมวล

3.3.1.1 การวิเคราะห์แบบประมาณ (Proximate Analysis)

วิเคราะห์ตามวิธีมาตรฐานของ ASTM D 3172-3175 ได้แก่ ปริมาณความชื้น, ปริมาณเถ้า, ปริมาณสารระเหยได้ และคาร์บอนคงตัว

3.3.1.2 การวิเคราะห์แบบแยกธาตุ (Ultimate Analysis)

วิเคราะห์ปริมาณขององค์ประกอบต่าง ๆ ได้แก่ คาร์บอน ไฮโดรเจน และไนโตรเจน ด้วยเครื่องมือ CHN Analyzer

3.3.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมคาร์บอเนต-นิกเกิลออกไซด์-แกมมาอะลูมินาโดยวิธีอิมเพรกเนชัน

1. เตรียมสารละลายอิมเพรกแนนต์ (Impregnant) โดยทำการละลายนิกเกิลไนเตรตในน้ำกลั่น โดยชั่งน้ำหนักนิกเกิลไนเตรตตามร้อยละของนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต้องการ (นิกเกิลร้อยละ 9)

2. นำตัวรองรับแกมมาอะลูมินามาแช่ในสารละลายอิมเพรกแนนต์ ให้ความร้อนโดยการแช่ในอ่างน้ำร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 70 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งคนตลอดเวลาจนกระทั่งมีลักษณะข้น

3. หลังจากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

4. แคลไซด์ตัวเร่งปฏิกิริยาในเตาเผาความร้อนสูง (Muffle furnace) ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงได้เป็น $NiO/\gamma\text{-}Al_2O_3$

5. หลังจากนั้นเตรียมสารละลาย K_2CO_3 ในน้ำกลั่นโดยชั่งน้ำหนัก K_2CO_3 ตามร้อยละของKในตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต้องการ (K ร้อยละ 5 และ 9)

6. นำ $NiO/\gamma\text{-}Al_2O_3$ มาแช่ในสารละลาย K_2CO_3 ให้ความร้อนโดยการแช่ในอ่างน้ำร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 70 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งคนตลอดเวลาจนกระทั่งมีลักษณะข้น

7. หลังจากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

8. แคลไซด์ตัวเร่งปฏิกิริยาในเตาเผาความร้อนสูง (Muffle furnace) ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3.3.3 การไพโรไลซิสของชีวมวลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

1. เตรียมแกลบขนาด 150 – 250 ไมโครเมตร

2. ชั่งแกลบหนัก 120 มิลลิกรัม เตรียมที่จะปล่อยลงในท่อชั้นในของเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง

3. ชั่งตัวเร่งปฏิกิริยาตามที่ต้องการ (1.7 กรัม) ใส่ลงในท่อชั้นนอกของเครื่องปฏิกิริยาแบบเบดนิ่ง

4. เปิดแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่ระบบด้วยอัตราการไหลเข้าท่อชั้นใน 30 มิลลิลิตรต่อนาที และเข้าท่อชั้นนอก 120 มิลลิลิตรต่อนาที เพื่อไล่อากาศที่อยู่ภายในออก พร้อมทั้งเปิดสวิทช์ขดลวดความร้อน

5. เมื่ออุณหภูมิในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งถึงอุณหภูมิที่ต้องการ (600, 700 และ 800 องศาเซลเซียส) รอจนเข้าสู่สภาวะคงที่ หลังจากนั้นทำการป้อนแกลบ ปริมาณ 120 มิลลิกรัม ทางด้านบนของเครื่องปฏิกรณ์

6. เริ่มทำการเก็บตัวอย่างแก๊สทุก 10 นาทีโดยใช้ถุงเก็บแก๊ส แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณของแก๊สผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ

7. ทำการปิดสวิทช์ขดลวดความร้อนและแก๊สไนโตรเจน

8. เมื่ออุณหภูมิภายในลดลงจนถึงอุณหภูมิห้อง จึงทำการเก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์ของแข็งที่ได้จากทางด้านล่างของเครื่องปฏิกรณ์

3.3.4 การแกซิฟิเคชันของชีวมวลด้วยไอน้ำโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

1. เตรียมแกลบขนาด 150 – 250 ไมโครเมตร

2. ชั่งแกลบหนัก 120 มิลลิกรัม เตรียมที่จะปล่อยลงในท่อชั้นในของเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง

3. ชั่งตัวเร่งปฏิกิริยาตามที่ต้องการ (1.7 กรัม และ 3.4 กรัม) ใส่ลงในท่อชั้นนอกของเครื่องปฏิกิริยาแบบเบดนิ่ง

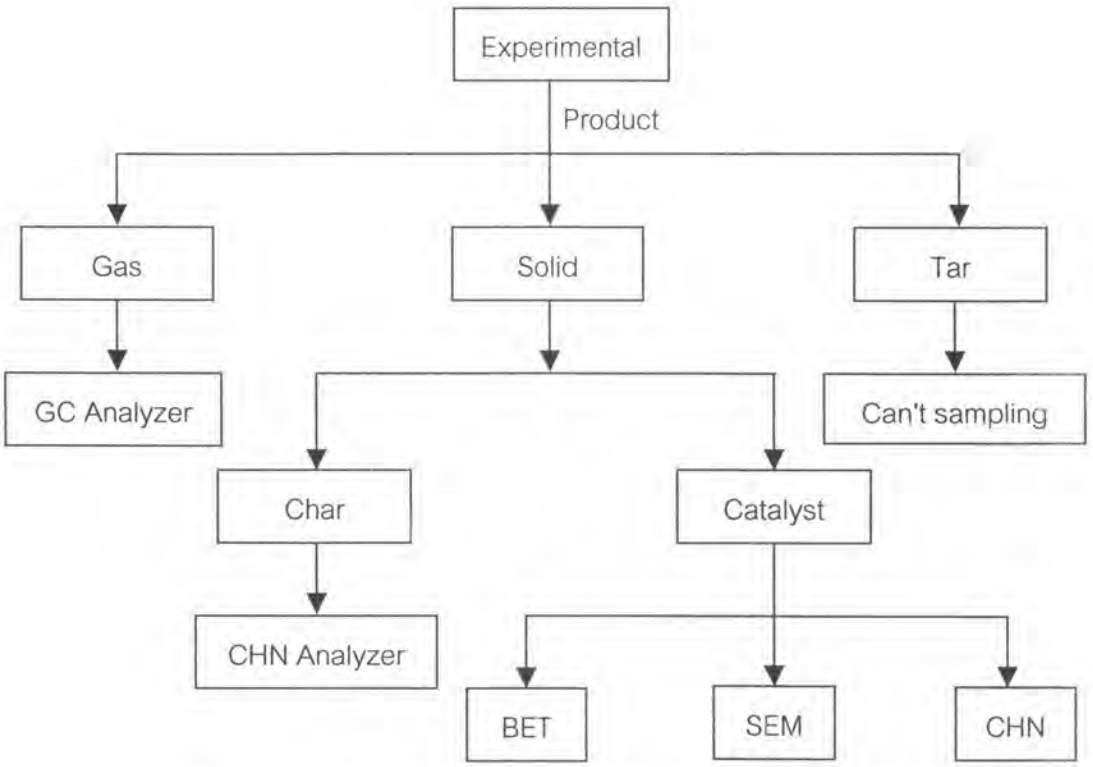
4. เปิดแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่ระบบด้วยอัตราการไหลเข้าท่อชั้นใน 30 มิลลิลิตรต่อนาที และเข้าท่อชั้นนอก 120 มิลลิลิตรต่อนาที เพื่อไล่อากาศที่อยู่ภายในออก พร้อมทั้งเปิดสวิทช์ขดลวดความร้อน

5. เมื่ออุณหภูมิในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งถึงอุณหภูมิที่ต้องการ (600, 700, 800, 900 องศาเซลเซียส) ทำการเปิดเครื่องปั๊มน้ำเพื่อผลิตไอน้ำ รอจนเข้าสู่สภาวะคงที่ หลังจากนั้นทำการป้อนแกลบ ปริมาณ 120 มิลลิกรัม ทางด้านบนของเครื่องปฏิกรณ์

6. เริ่มทำการเก็บตัวอย่างแก๊สทุก 10 นาทีโดยใช้ถุงเก็บแก๊ส แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณของแก๊สผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ

7. ทำการปิดเครื่องปั๊มน้ำ สวิทช์ขดลวดความร้อนและแก๊สไนโตรเจน

8. เมื่ออุณหภูมิภายในลดลงจนถึงอุณหภูมิห้อง จึงทำการเก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์ของแข็งที่ได้จากทางด้านล่างของเครื่องปฏิกรณ์ ได้แก่ ชาร์ และตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้แล้ว เพื่อวิเคราะห์คุณสมบัติต่างๆ แสดงดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 แสดงขั้นตอนการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ และการทดสอบต่างๆ