บทที่ 3

เครื่องมือและวิธีการทดลอง

3.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

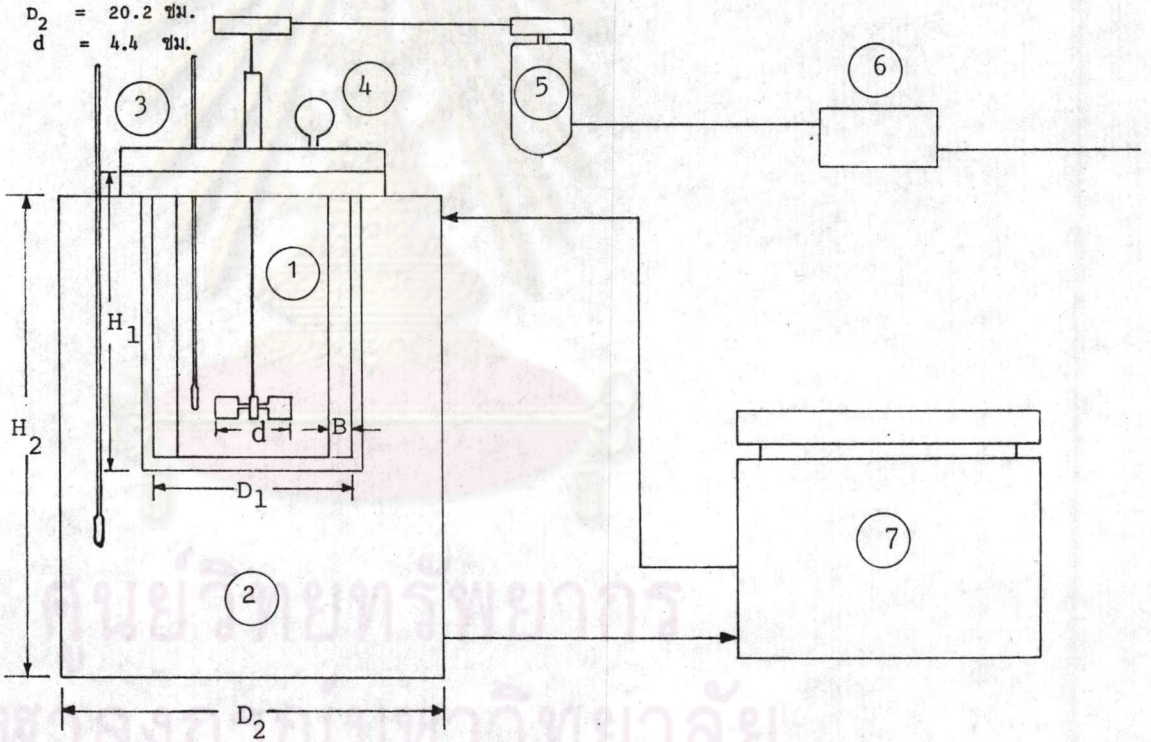
3.1.1 การศึกษาอิทธิพลของตัวแปรต่าง ๆ ที่มีผลต่อการขจัดกำมะถันและการศึกษาเกี่ยวกับอัตราเร็วปฏิกิริยาเคมีของไพไรต์ในถ่านหินด้วยสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เป็นการศึกษาในเครื่องปฏิกรณ์แบบถังกวนไม่ต่อเนื่อง (batch stirred tank reactor) ถังกวนที่ใช้มีแกนใบพัดสำหรับกวนติดอยู่ตรงกึ่งกลางของฝาปิด ถังกวนจะสวมอยู่ในแจกเก็ตหล่อเย็น (cooling jacket) โดยมีน้ำเย็นไหลเข้าและออกเพื่อช่วยถ่ายเทความร้อน

ก) เครื่องปฏิกรณ์ถังกวน ขนาด 1 ลิตร ทำจากเหล็กปลอดสนิม (stainless steel) เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 10.4 ซม. สูง 15.7 ซม. หนา 0.6 ซม. บริเวณขอบบนถังกวนมีลักษณะเป็นหน้าแปลน (flange) หนา 1.1 ซม. สำหรับปิดประกอบกับส่วนฝาปิดถังกวน และยึดเข้ากันด้วยน็อตซึ่งส่วนประกอบทั้งสองแสดงในรูปที่ 3.2 ฝาปิดถังกวนทำจากเหล็กปลอดสนิมหนา 1.1 ซม. มีส่วนประกอบคือ แผนกั้น (baffle) กว้าง 1.3 ซม. 4 แผ่น เชื่อมติดอยู่ด้านล่างของฝาปิด ตรงกึ่งกลางฝาปิดมีส่วนของแท่งกวน (stirrer) ประกอบอยู่ส่วนปลายเป็นใบพัด 6 แฉก นอกจากนี้มีเทอร์โมมิเตอร์วัดอุณหภูมิภายในถังกวน อุปกรณ์วัดความดันภายในแบบบูร์ดอง (Bourdon pressure gauge) สำหรับมอเตอร์ที่ใช้ในการหมุนกวนใบพัดขนาด $\frac{1}{8}$ แรงม้า ติดอยู่กับแกนเหล็กด้านข้าง การหมุนของใบพัดจะอาศัยแรงขับจากมอเตอร์ผ่านสายพาน

ข) แจกเก็ตหล่อเย็น ทำจากเหล็กปลอดสนิมมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 20.2 ซม. สูง 25.5 ซม. หนา 0.3 ซม. ปริมาตร 6 ลิตร มีช่องทางน้ำเข้าทางด้านล่างและช่องทางน้ำออกทางด้านบน ดังแสดงในรูปที่ 3.4 โดยน้ำเย็นถูกปั๊มจากเครื่องทำน้ำเย็น ผ่านสายยางแข็งเข้าทางด้านล่างของแจกเก็ต น้ำที่ผ่านแจคเก็ตออกช่องด้านบนผ่านสายยางเข้าเครื่องทำน้ำเย็นด้านบนไหลเวียนตลอดเวลา

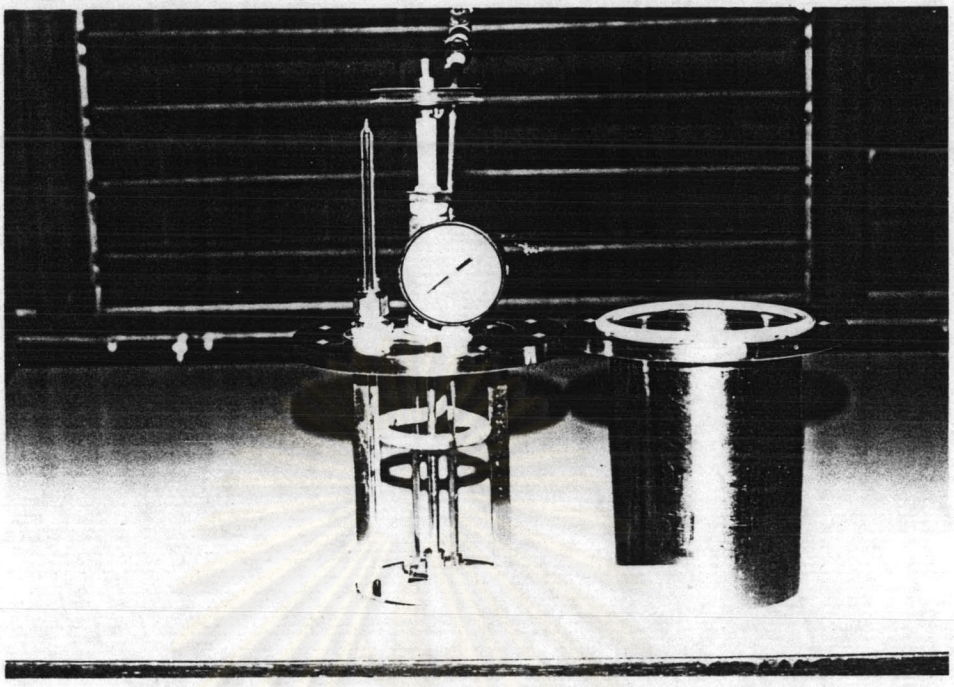
1. เครื่องปฏิกรณ์ถังกวนแบบไม่ต่อเนื่อง
2. แจกเก็ตหล่อเย็น
3. เทอร์โมมิเตอร์
4. เครื่องวัดความดัน
5. มอเตอร์
6. เครื่องควบคุมความเร็วรอบ
7. เครื่องทำน้ำเย็น

จำนวน baffle = 4
จำนวน blade = 6
H_1 = 15.7 ซม.
D_1 = 10.4 ซม.
B = 1.3 ซม.
H_2 = 25.5 ซม.
D_2 = 20.2 ซม.
d = 4.4 ซม.

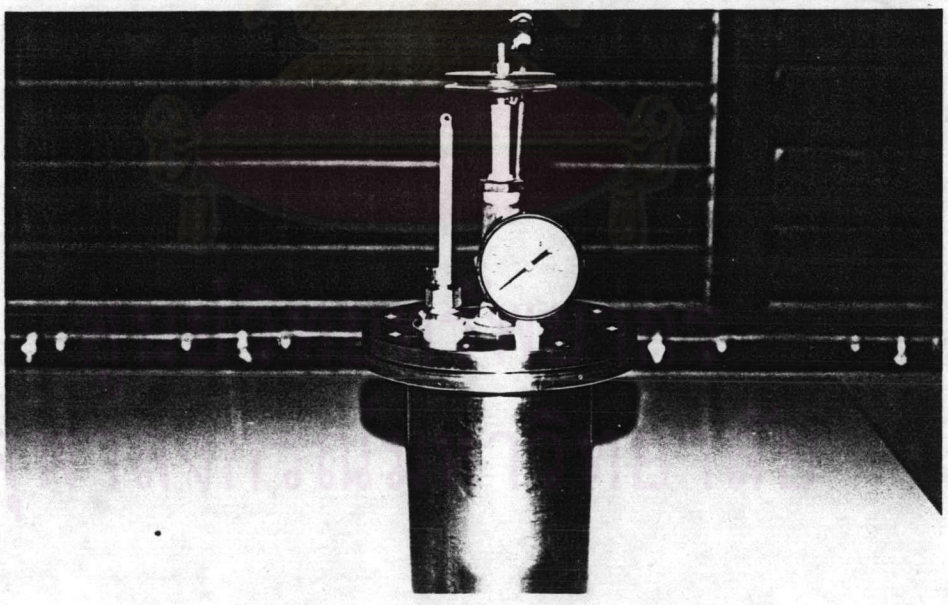


รูปที่ 3.1 เครื่องปฏิกรณ์แบบถังกวน แจกเก็ต เครื่องทำน้ำเย็น และเครื่องมือควบคุมต่าง ๆ

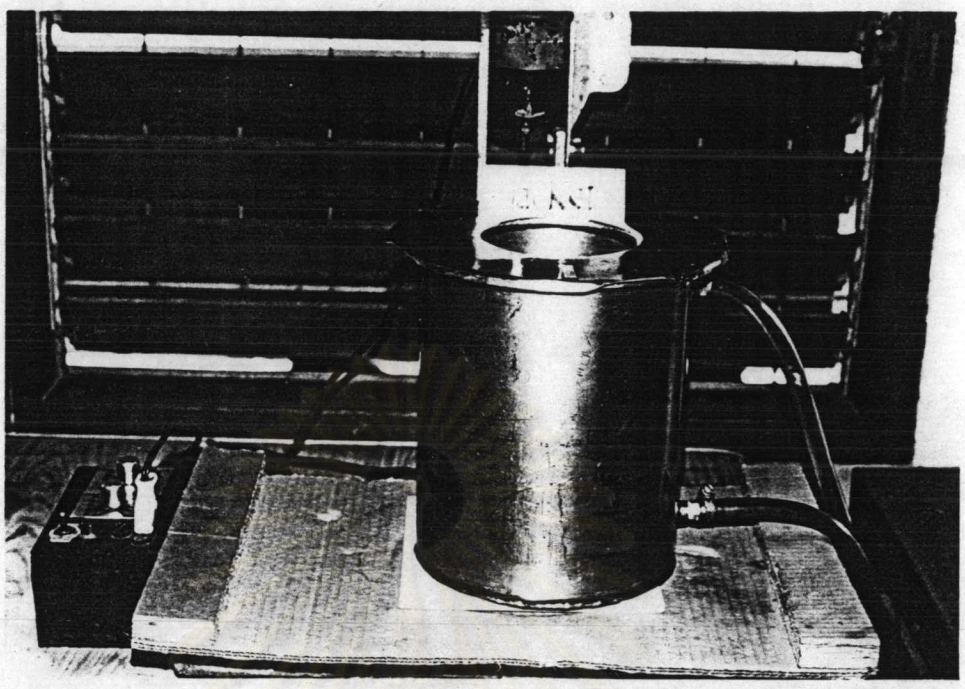
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



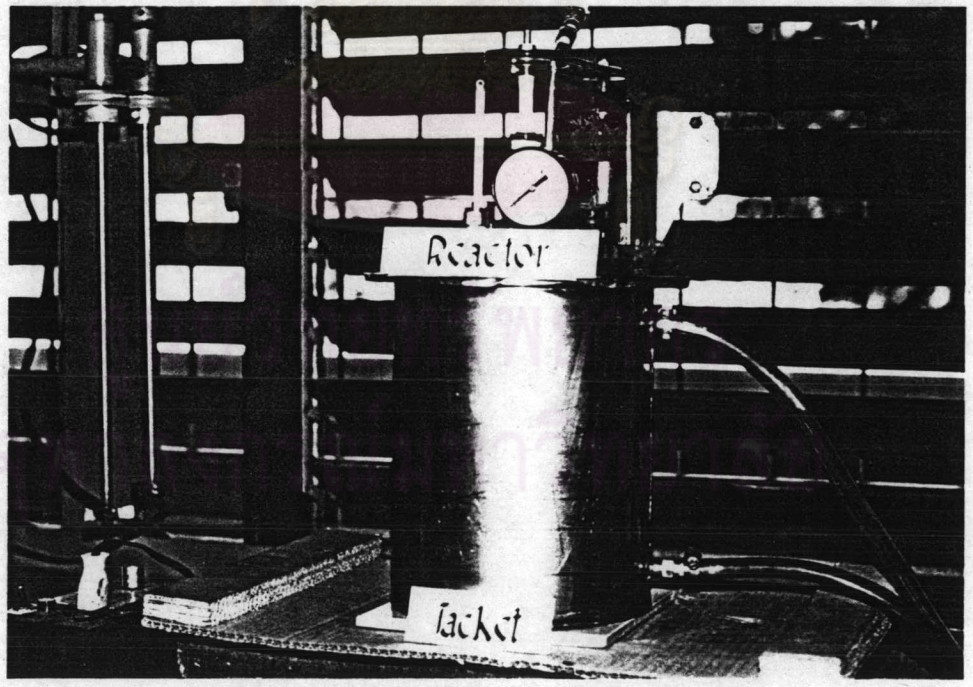
รูปที่ 3.2 ถังปฏิกรณ์และฝาปิด



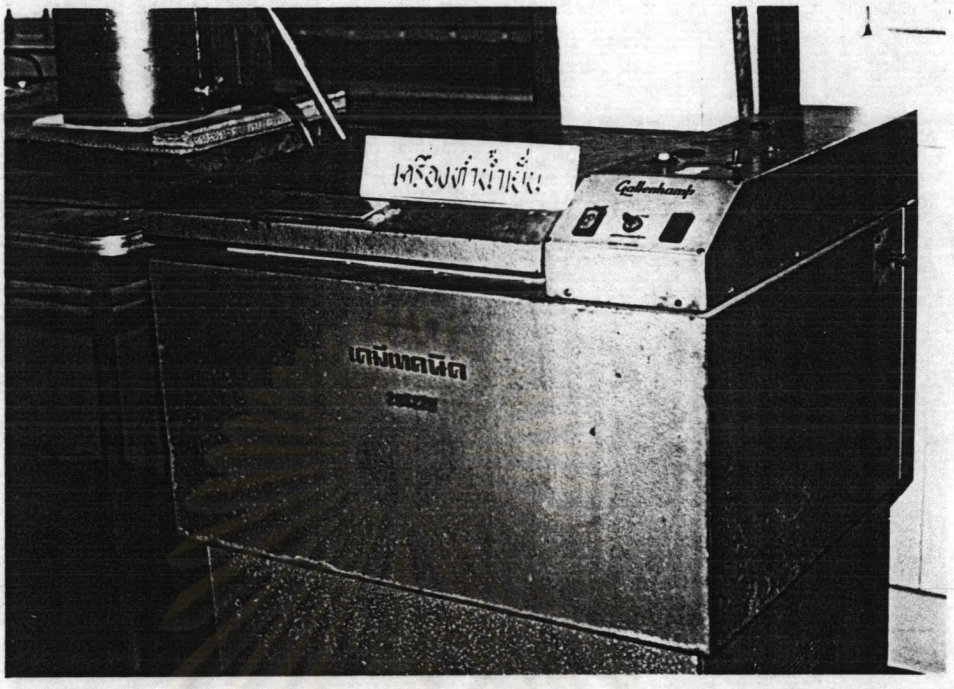
รูปที่ 3.3 ถังปฏิกรณ์และฝาปิดเมื่อประกอบเข้าด้วยกัน



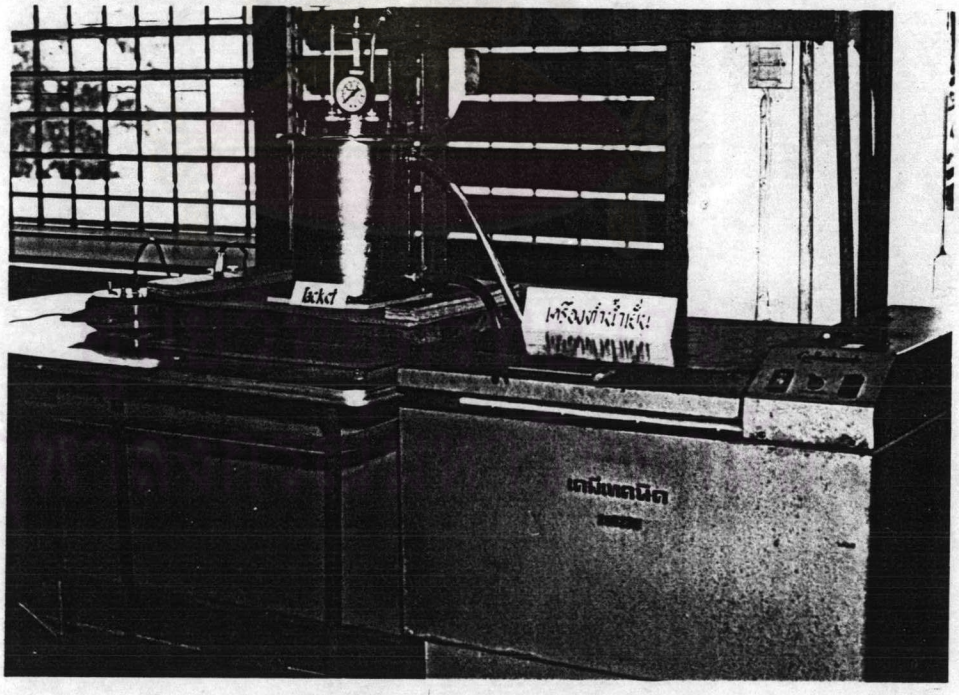
รูปที่ 3.4 แจกเก็ตหล่อเย็น



รูปที่ 3.5 เครื่องปฏิกรณ์และแจกเก็ตเมื่อประกอบเสร็จ



รูปที่ 3.6 เครื่องทำน้ำเย็น

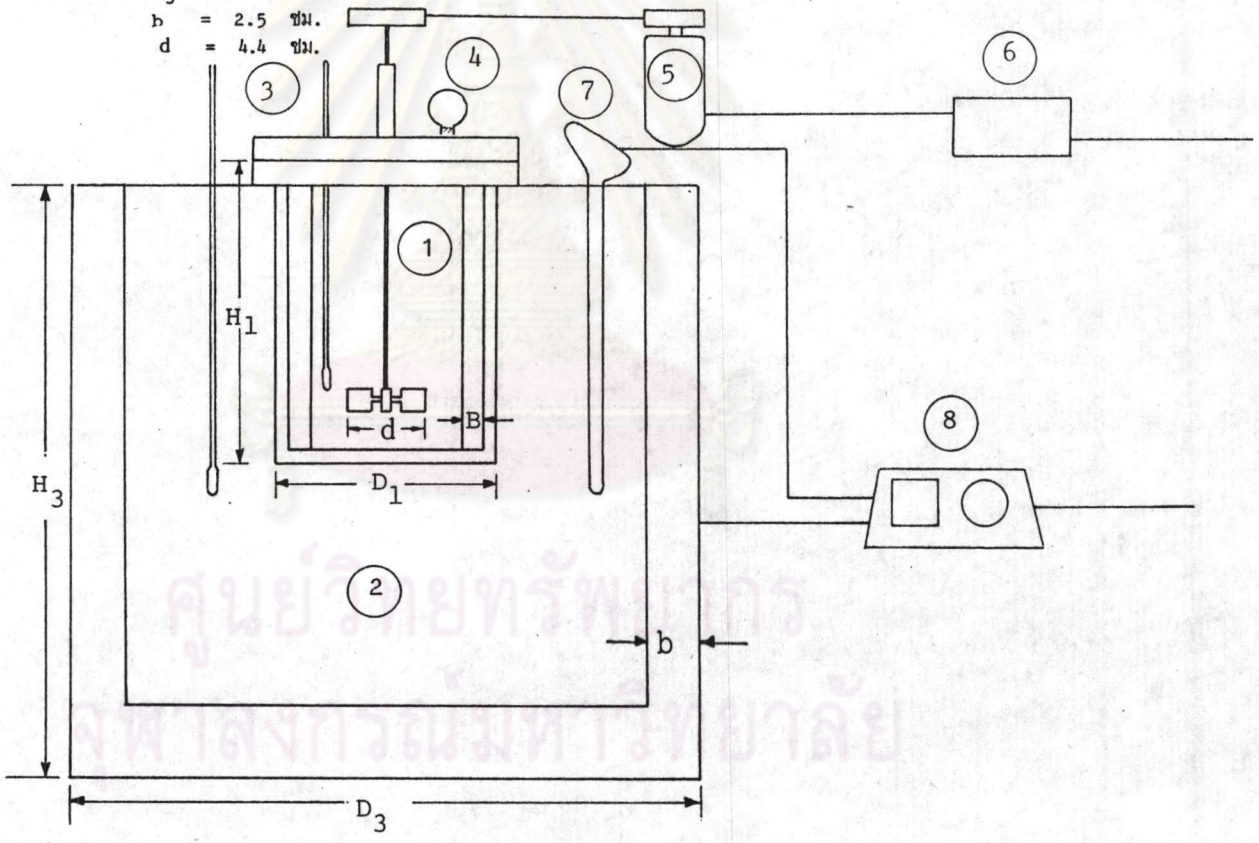


รูปที่ 3.7 การจัดเครื่องปฏิกรณ์ แจกเก็ต และเครื่องทำน้ำเย็นในการทดลอง

1020B666

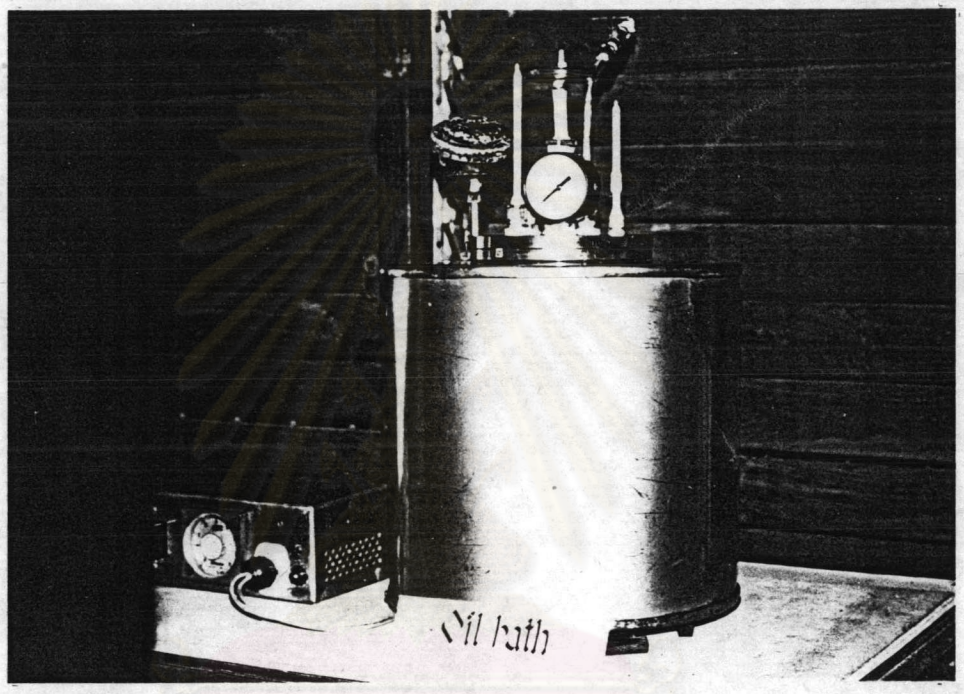
1. เครื่องปฏิกรณ์ถังกวนแบบไม่ต่อเนื่อง
2. อ่างน้ำมัน
3. เทอร์โมมิเตอร์
4. เครื่องวัดความดัน
5. มอเตอร์
6. เครื่องรวบคุมความเร็วรอบ
7. เทอร์โมคับเปิล
8. เครื่องควบคุมอุณหภูมิ

จำนวน baffle = 4
จำนวน blade = 6
H_1 = 15.7 ซม.
D_1 = 10.4 ซม.
B = 1.3 ซม.
H_3 = 3.3 ซม.
D_3 = 3.05 ซม.
b = 2.5 ซม.
d = 4.4 ซม.



รูปที่ 3.8 เครื่องปฏิกรณ์แบบถังกวน อ่างน้ำมัน และเครื่องควบคุมต่าง ๆ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.9 การจัดเครื่องปฏิกรณ์และอ่างน้ำมันในการทดลอง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ค) เครื่องทำน้ำเย็นวัดและควบคุมอุณหภูมิด้วยเทอร์โมเสตท (thermostat) ที่ตั้งอุณหภูมิได้ ดังแสดงในรูปที่ 3.6 น้ำเย็นจะถูกปั๊มออกจากเครื่องด้วยอัตรา 2.3 ลิตร/นาที

3.1.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ศึกษาอิทธิพลของสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ โซเดียมคาร์บอเนต เฟอริกซัลเฟต คอปเปอร์ซัลเฟต ที่มีต่อการขจัดกำมะถัน โดยใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบถังกวนไม่ต่อเนื่องเครื่องเดียวกันกับข้างต้นจุ่มอยู่ในอ่างน้ำมัน (oil bath) ที่เป็นตัวให้ความร้อนดังแสดงในรูปที่ 3.9

อ่างน้ำมันทำจากเหล็กปลอดสนิมมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 33 ซม. สูง 30.48 ซม. หนา 3.5 มม. มีฉนวนทำด้วยใยแก้วหนา 2.54 ซม. หุ้มเพื่อกันการสูญเสียความร้อน ภายในอ่างน้ำมันบรรจุน้ำมันพาราฟินได้ 10 ลิตร มีขดลวดไฟฟ้าขนาด 2500 วัตต์ จุ่มให้ความร้อนแก่น้ำมัน มีเทอร์โมคับเปิลแบบ K (K type thermocouple) อุณหภูมิในอ่างน้ำมันและควบคุมอุณหภูมิด้วยเครื่องควบคุมอุณหภูมิ (temperature controller) แบบ proportional

3.2 ตัวอย่างถ่านหินและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ก. ถ่านหินจากเหมืองแม่เมาะ จังหวัดลำปาง ค่าพิกัด N17.0 E4.2 ระดับ +299 MSL

ข. ถ่านหินจากเหมืองหวายเล็ก จังหวัดกระบี่ ค่าพิกัด S30.5 E19.0 ระดับ -20.9 MSL

ค. ถ่านหินจากเหมืองป่าคา จังหวัดลำพูน

3.3 การดำเนินงานวิจัย

3.3.1 การทดลองเปรียบเทียบผลของสารละลายต่างชนิดที่มีต่อการขจัดกำมะถันจากถ่านหิน คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์ โซเดียมคาร์บอนเนต เฟอริกซัลเฟต คอปเปอร์ซัลเฟต และสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

3.3.2 การทดลองหาผลของปริมาณถ่านหินที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาต่อปริมาณสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ โดยใช้ถ่านหินปริมาณ 30 และ 60 กรัมต่อสารละลายไฮโดร-เจนเปอร์ออกไซด์ 300 มล. ตามลำดับ

3.3.3 การทดลองหาผลของความเข้มข้นไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในสารละลายกรดซัลฟูริก 0.1 นอร์มอล ที่มีต่อการขจัดกำมะถันจากถ่านหิน โดยทำการทดลองที่ค่าความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 5, 10, 15, 25% น้ำหนักต่อปริมาตร ตามลำดับ

3.3.4 การทดลองหาผลของความเข้มข้นกรดซัลฟูริกในสารละลายไฮโดรเจน-เปอร์ออกไซด์ที่มีต่อการชะจัดกำมะถันจากถ่านหิน โดยทำการทดลองที่ค่าความเข้มข้นกรดซัลฟูริก 0.05, 0.1, 0.5, 1.0, 2.0 นอร์มอล ในสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ตามลำดับ

3.3.5 การทดลองหาผลของอุณหภูมิที่มีต่อการชะจัดกำมะถันจากถ่านหิน โดยแปรค่าอุณหภูมิ 15, 25, 30, 40 °ซ. ตามลำดับ

3.3.6 การทดลองหาผลของเวลาที่มีต่อการชะจัดกำมะถันจากถ่านหิน โดยแปรค่าเวลาจาก 1,5 30, 60, 90, 120, 180, 240 นาที

3.3.7 การทดลองเปรียบเทียบผลของสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่มีต่อการชะจัดกำมะถันจากถ่านหินแหล่งต่าง ๆ คือ เหมืองป่าคา เหมืองแม่เมาะ และเหมืองหวายเล็ก

3.3.8 การศึกษาอัตราเร็วปฏิกิริยาเคมีของไพไรต์และขั้นตอนควบคุมอัตราเร็ว โดยใช้ถ่านหินปริมาณ 70 กรัมต่อสารละลาย 700 มล. (1:10)

3.3.8.1 การศึกษาอัตราเร็วปฏิกิริยาเคมีของไพไรต์ในสารละลายไฮโดร-เจนเปอร์ออกไซด์ ที่อุณหภูมิ 15, 25, 30 °ซ โดยเก็บตัวอย่างถ่านหินจากเครื่องปฏิกรณ์เพื่อนำมาวิเคราะห์ประมาณ 3-4 กรัม ตามระยะเวลาคือ 5, 10, 15, 20, 30, 60 นาที ตามลำดับ

3.3.8.2 การทดสอบหาอันดับของปฏิกิริยา (reaction order) จากค่าความชันของ $\ln(-r_A)$ กับ $\ln C_A$

3.3.8.3 การคำนวณหาค่าคงที่ของปฏิกิริยา (rate constant) และค่าพลังงานกระตุ้น (activation energy) จากจุดตัดและค่าความชันของ k_2 กับ $\frac{1}{T}$

3.3.8.4 การศึกษาขั้นตอนควบคุมอัตราเร็ว (rate determening step) เป็นการคำนวณเปรียบเทียบอิทธิพลของการแพร่ผ่านชั้นของผลิตภัณฑ์ (diffusion through product layer) กับการเข้าทำปฏิกิริยาเคมี (chemical reaction) โดยพลอต $1-3(1-X)^{2/3} + 2(1-X)$ กับเวลา และ $1-(1-X)^{1/3}$ กับเวลา ตามลำดับ

3.4 ขั้นตอนการทดลอง

3.4.1 การเตรียมถ่านหิน

นำถ่านหินไปบดโดยใช้เครื่องบด hammer mill มีรูตะแกรงขนาด $\frac{3}{8}$ นิ้ว ดังแสดงในรูปที่ 3.8 เพื่อต้องการให้ถ่านหินมีขนาดเล็กลงมากจึงนำไปบดต่อในเครื่อง ball mill ดังแสดงในรูปที่ 3.9 แล้วนำไปร่อนแยกขนาดในตะแกรงร่อน (seive) ในรูปที่ 3.10 เพื่อแยกเก็บถ่านหินขนาด 150-250 และ 250-500 ไมครอน

3.4.2 การทำปฏิกิริยาถ่านหินกับสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

3.4.2.1 ชั่งน้ำหนักถ่านหินตามที่ต้องการใส่ในเครื่องปฏิกรณ์

3.4.2.2 เติมสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นตามต้องการลงในเครื่องปฏิกรณ์พร้อมทั้งปิดฝา

3.4.2.3 นำเครื่องปฏิกรณ์ใส่ลงในแจกเก็ตหล่อเย็น ที่ควบคุมอุณหภูมิตามต้องการ

3.4.2.4 เปิดเครื่องกวนปรับความเร็วของอัตราการกวนและระยะเวลาตามต้องการ เมื่อครบกำหนดเวลาจึงปิดเครื่องกวน

3.4.2.5 หลังจากเสร็จการทำปฏิกิริยาแล้วกรองแยกถ่านหินออกจากสารละลายล้างด้วยน้ำจนเป็นกลาง

3.4.2.6 อบถ่านหินที่อุณหภูมิประมาณ 110 °ซ จนแห้ง

3.4.2.7 นำถ่านหินไปวิเคราะห์ผล

3.5 การวิเคราะห์ถ่านหิน

การวิเคราะห์ผลจะทำการวิเคราะห์ถ่านหินดังนี้คือ

ก. การวิเคราะห์ความชื้น (ASTM D3173)

ข. การวิเคราะห์เถ้า (ASTM D3174)

ค. การวิเคราะห์สารระเหย (ASTM D3175)

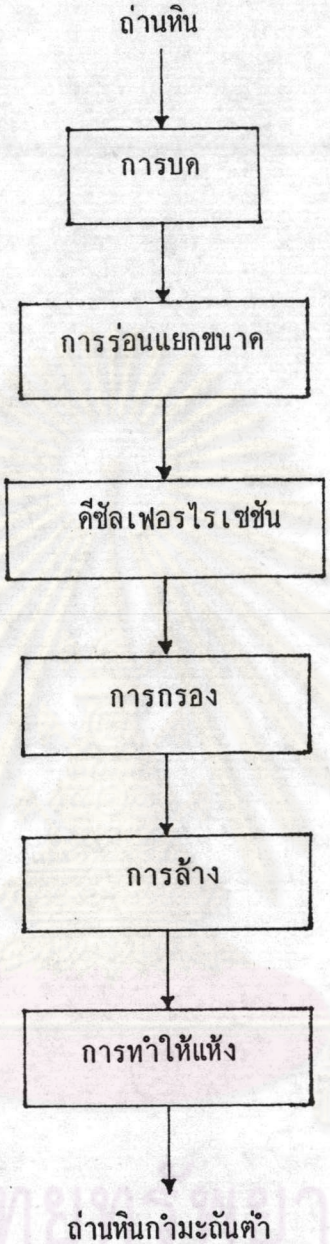
ง. การหาค่าความร้อน (heating value) ของถ่านหิน (ASTM D2015)

จ. การวิเคราะห์กำมะถันรวม (total sulfur) (ASTM D3177)

ฉ. การวิเคราะห์กำมะถันซัลเฟต (sulfate sulfur) (ASTM D 2072)

ช. การวิเคราะห์กำมะถันไพไรต์ (pyritic sulfur) (ASTM D 2072)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.10 แสดงแผนผังขั้นตอนการทดลอง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย