

## บทที่ ๓

### เครื่องมือและวิธีการทดลอง

#### ๓.๑ เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการทดลองโดยใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบถังกวนไม่ต่อเนื่อง (Batch stirred tank reactor) ลักษณะเป็นถังกวนที่มีฝาปิดแน่น บรรจุอยู่ในอ่างน้ำมัน (oil bath) ที่เป็นตัวให้ความร้อน ในการดำเนินการทดลองได้จัดเครื่องมืออุปกรณ์ดังรูปที่ ๓.๑

๓.๑.๑ อ่างน้ำมัน ทำจากเหล็กปولادสินิม(Stainless steel) มีความสูง ๓.๔๐ ซม. เส้นผ่าศูนย์กลาง ๓๓ ซม. มีวนทำด้วยไยแก้วนา ๒.๕๔ ซม. หุ้มอ่างน้ำมันเพื่อกันการสูญเสียความร้อน ภายในอ่างน้ำมันบรรจุน้ำมัน Essotherm ปริมาตร ๑๐ ลิตร มีชุดลาดไฟฟ้าขนาด ๒๕๐๐ วัตต์ เพื่อให้ความร้อนแก่น้ำมันจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการ และมีเทอร์โมมิเตอร์ เลี่ยบติดอยู่เพื่อวัดอุณหภูมิของน้ำมัน มีเทอร์โมคัปเปลแบบ K (K type thermometer) และเครื่องควบคุมอุณหภูมิ(temperature controller)แบบ proportional ควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ตามต้องการ

๓.๑.๒ เครื่องปฏิกรณ์ถังกวน ที่ใช้ในการทดลองมีขนาด ๑ ลิตร ทำจากเหล็กปولادสินิม หนา ๐.๖ ซม. สูง ๑๕.๗ ซม. และมีเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน ๑๐.๔ ซม. บริเวณขอบบนของถังกวนมีลักษณะ เป็นหน้าแปลน(Flange) หนา ๑.๒๑ ซม. สำหรับประกอบกับส่วนของฝาปิดถังกวน ซึ่งยึดติดกันด้วยน็อต ตั้งแสดงในรูปที่ ๓.๑ ฝาปิดถังกวนทำด้วยเหล็กปولادสินิมหนา ๑.๑ ซม. มีแผ่นกั้น(baffle) ๔ แผ่นเชื่อมติดอยู่ด้านล่างของฝาปิด ตรงกึ่งกลางของฝาปิดมีแท่งกวน(Stirrer) ที่ส่วนปลายเป็นใบพัด ๖ แฉก รอบแท่งกวนมีหัวดูดสารละลายออกจากถังกวน ท่อปรับความดันภายในถังกวน อุปกรณ์วัดความดันภายในถังกวนแบบบูร์ดอง(Bourdon pressure gauge) และเทอร์โมมเตอร์ที่ใช้สำหรับวัดอุณหภูมิภายในถังกวน

3.1.3 มอเตอร์ ที่ใช้ในการหมุนใบพัดกวนเป็นมอเตอร์ขนาด 1/8 แรงม้า ติดตั้งอยู่กับแกนเหล็กด้านบน การหมุนของใบพัดกวนจะอาศัยแรงขับจากมอเตอร์ ความเร็วของใบพัดกวนปรับได้ตามต้องการ

### 3.2 ตัวอย่างถ่านหิน และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. ถ่านหินจากเหมืองแม่เมะ จังหวัดลำปาง
2. สารเคมี  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
3. สารเคมี  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

### 3.3 การดำเนินการวิจัย

ใช้สารละลายเฟอริกคลอไรด์ และสารละลายเฟอริกชัลเฟตเป็นตัวอย่างชี้ไดซ์ โดยเก็บตัวอย่างถ่านหินจากเครื่องปฏิกรณ์เพื่อนำมาวิเคราะห์ครั้งละประมาณ 10 กรัม ตามระยะเวลา คือ 10 20 30 60 90 120 180 และ 240 นาที ตามลำดับ

1. การทดลองหาผลของการเข้มข้นของสารละลายเฟอริกคลอไรด์ ( $\text{FeCl}_3$ ) และสารละลายเฟอริกชัลเฟต ( $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ ) ที่มีต่อการจัดกำมะถันในถ่านหิน โดยทำการทดลองที่ค่าความเข้มข้นของสารละลายเฟอริกคลอไรด์และสารละลายเฟอริกชัลเฟตเป็น 0.5 0.8 และ 1.0 มอลต์ลิตร ตามลำดับ
2. การทดลองหาผลของอุณหภูมิ ที่มีต่อการจัดกำมะถันในถ่านหิน โดยแปรค่าอุณหภูมิ 50 70 และ 120 องศาเซลเซียส ตามลำดับ
3. การทดลองหาผลของขนาดถ่านหิน ที่มีต่อการจัดกำมะถันในถ่านหิน โดยแปรขนาดถ่านหิน 150 250 และ 500-750 ไมโครเมตร ตามลำดับ
4. การทดลองเปรียบเทียบผลของการเข้มข้นของสารละลายเฟอริกคลอไรด์ และสารละลายเฟอริกชัลเฟตที่มีต่อการจัดกำมะถันในถ่านหิน

5. การศึกษาอัตราเร็วปฏิกิริยาเคมีของไฟร์ต และหาอันดับปฏิกิริยา
  - การทดสอบหาอันดับปฏิกิริยา (Reaction order)
  - การคำนวณหาค่าคงที่ของปฏิกิริยา (Rate constant) และค่าพลังงานกระตุ้น (Activation energy)

6. การศึกษาขั้นตอนควบคุมอัตราเร็วปฏิกิริยา (Rate determining step)

เป็นการคำนวณเบริยบเทียบอิทธิพลของการแพร่ผ่านชั้นฟิล์ม (Diffusion through film) กับการแพร่ผ่านชั้นผลิตภัณฑ์ (Diffusion through product layer) และการเข้าทำปฏิกิริยาเคมี (Chemical reaction) โดยทำการผลลัพธ์ระหว่าง X กับเวลา  $1-3(1-X)^{1/3} + 2(1+X)$  กับเวลา และ  $1-(1-X)^{1/3}$  กับเวลา ตามลำดับ

### 3.4 ขั้นตอนการทดลอง

1. การเตรียมตัวอย่างถ่านหิน โดยการนำถ่านหินมาบดด้วยเครื่อง hammer mill และ ball mill จนมีขนาดเล็กลง แล้วนำไปปรอตแยกขนาดในตะแกรงร่อน (Seive) เพื่อแยกเก็บถ่านหินขนาด 150 250 และ 500-750 ไมโครเมตร
2. การทำปฏิกิริยาถ่านหินกับสารละลายเกลือเฟอริก
  - ซึ่งน้ำหนักตัวอย่างถ่านหินที่มีขนาดตามที่ต้องการประมาณ 100 กรัม ใส่ในเครื่องปฏิกิริย์
  - เติมสารละลายเกลือเฟอริกที่มีความเข้มข้นตามต้องการประมาณ 500 มล. ลงในเครื่องปฏิกิริย์ แล้วปิดฝา ยืดด้วยนิ็อตให้แน่น
  - นำเครื่องปฏิกิริย์ใส่ลงในอ่างน้ำมันที่ควบคุมอุณหภูมิตามต้องการ
  - เปิดเครื่องกวนพร้อมทั้งปรับความเร็วอัตราการกวน 500 รอบต่อนาที
  - เก็บตัวอย่างถ่านหินตามระยะเวลาที่ต้องการ เมื่อครบกำหนดเวลาแล้วปิดเครื่องกวน
  - ตัวอย่างถ่านหินที่เก็บจากเครื่องปฏิกิริยานี้ นำไปกรองแยกถ่านหินออกจากสารละลาย ล้างด้วยน้ำจันเป็นกลาง
  - อบถ่านหินให้แห้งในเตาอบ (Drying oven) ที่อุณหภูมิประมาณ  $110^{\circ}\text{C}$
  - นำถ่านหินไปวิเคราะห์ผล

3. การวิเคราะห์ถ่านหิน จะทำการวิเคราะห์ตัวอย่างถ่านหินดังนี้

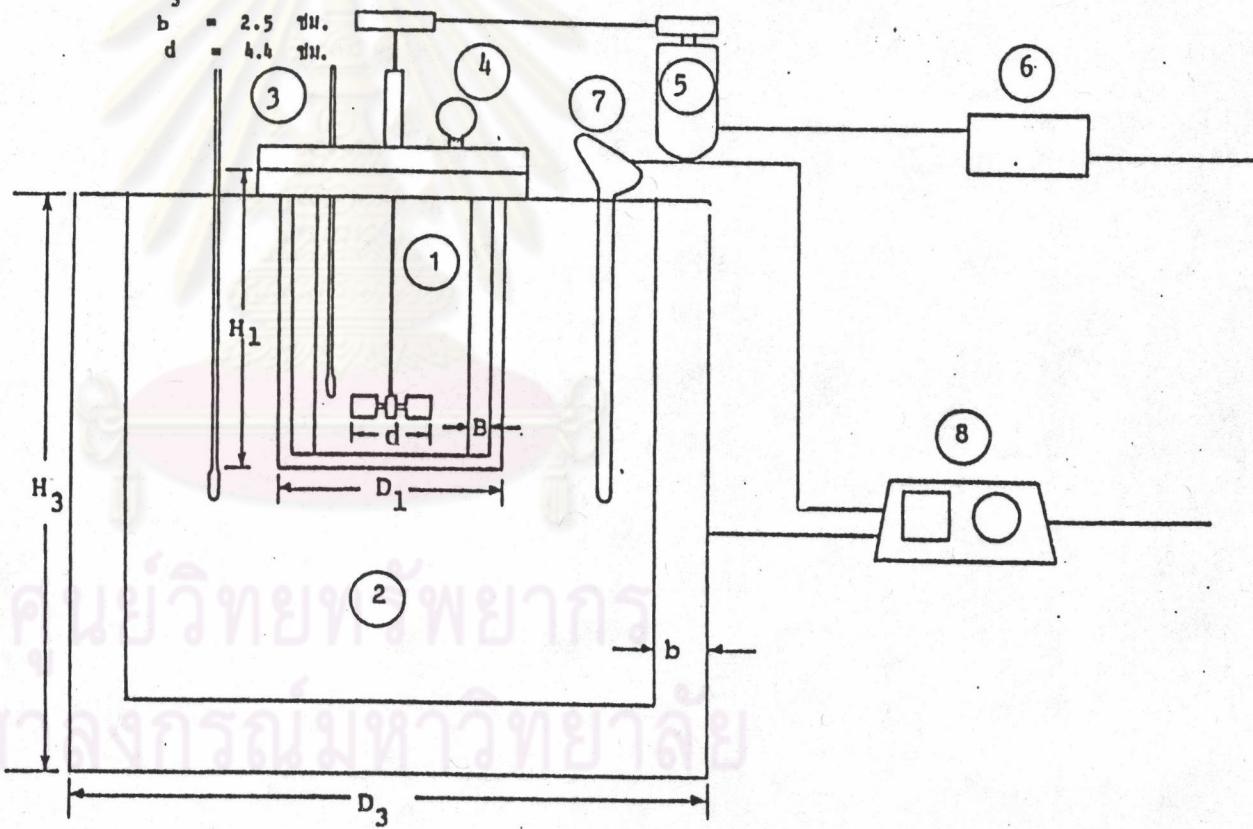
- การวิเคราะห์ปริมาณความชื้น (ASTM D 3173)
- การวิเคราะห์ปริมาณเล้า (ASTM D 3174)
- การวิเคราะห์ปริมาณสารระเหย (ASTM D 3175)
- การวิเคราะห์กำมะถันรวม(Total sulfur) (ASTM D 3177)
- การวิเคราะห์กำมะถันซัลเฟต(Sulfate sulfur) (ASTM D 2492)
- การวิเคราะห์กำมะถันไฟริตร์(Pyritic sulfur) (ASTM D 2492)
- การวิเคราะห์ค่าความร้อน(Gross heating value)(ASTM D3286)

ศูนย์วิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

1. เครื่องปฏิกรณ์ดังกวนแบบไม่ต่อเนื่อง
2. ถ่านมีดัน
3. เทอร์โมมิเตอร์
4. เกจวัดความตัน
5. มอเตอร์
6. เกจวัดความคุณภาพเรื้อราน
7. เทอร์โมพั๊ปเปิล
8. เกจวัดความถุนดูดภายนอก

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.



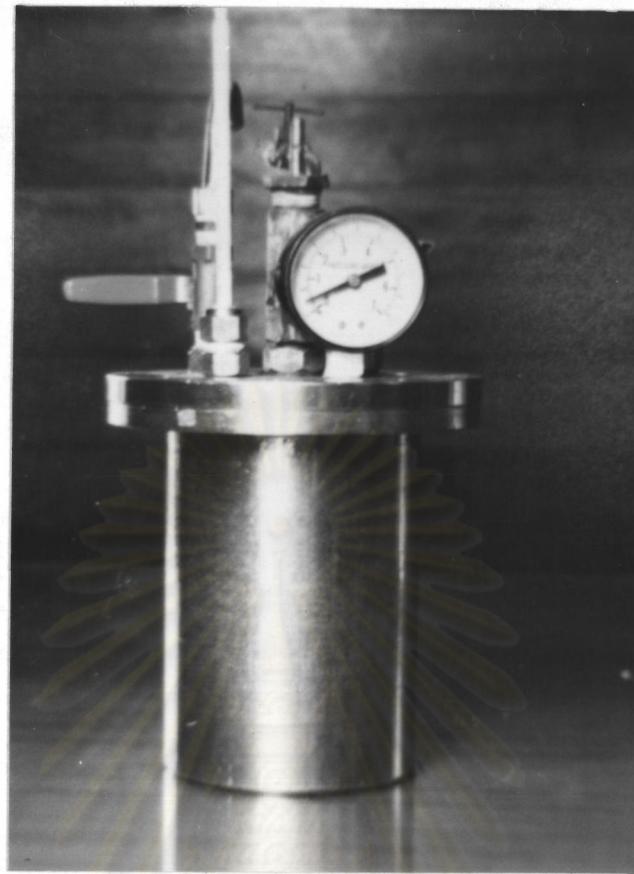
รูปที่ 3.1 เครื่องปฏิกรณ์แบบถังกวนและเครื่องมือควบคุมต่างๆ



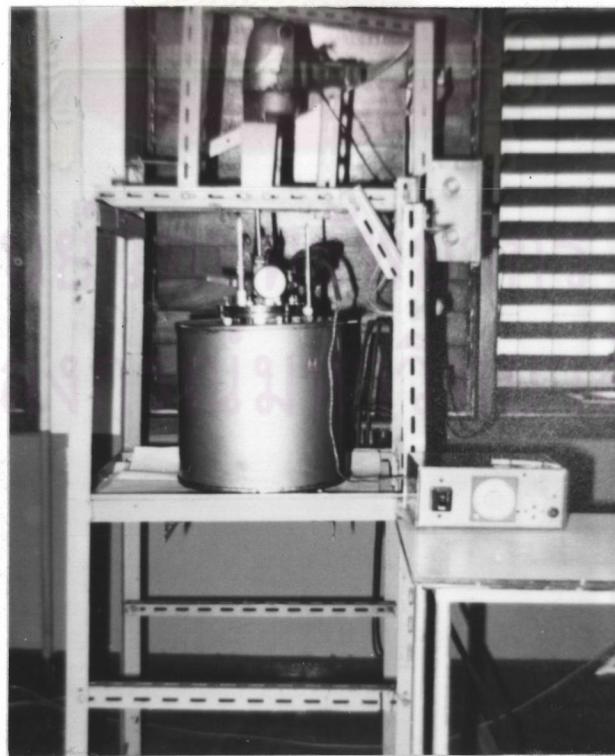
รูปที่ 3.2 อ่างน้ำมัน(Oil bath)



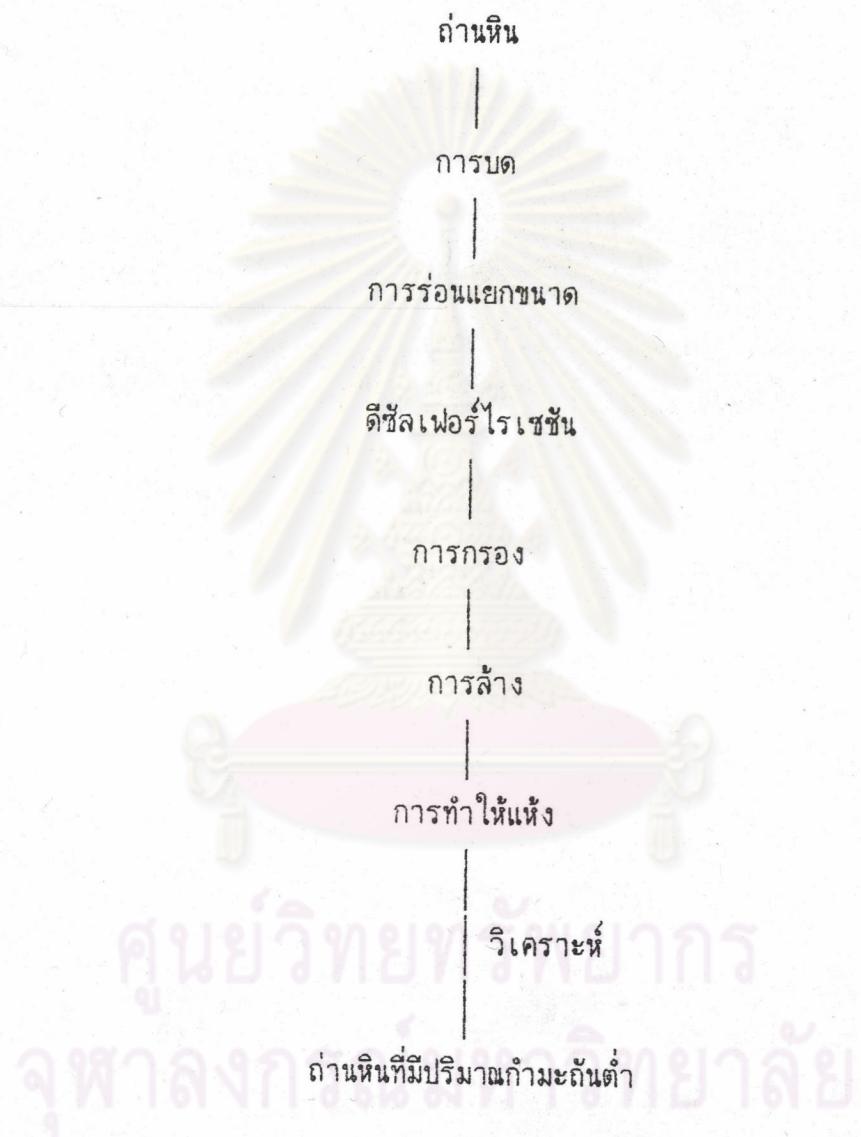
รูปที่ 3.3 ถังปฏิกิริยาและฝาปิด



รูปที่ 3.4 ถังปฏิกิริยา และฝาปิดเมื่อประกอบเข้าด้วยกัน



รูปที่ 3.5 การจัดอุปกรณ์ และเครื่องมือต่างๆ ในการทดลอง



รูปที่ 3.6 แผนผังขั้นตอนการทดลอง