บทที่ 4

ขั้นตอนและวิธีการทดลอง

4.1 หลักการทดลอง

หลักสำคัญของการทดลองนี้ เป็นการศึกษาขั้นพื้นฐานของระบบเตาไพโรไลซิสในระดับห้องปฏิบัติการ (Lab scale) โดยมุ่งเน้นศึกษาถึงปัจจัยหลักสำคัญของการควบคุมปฏิกริยาทางเคมีที่เกิดขึ้นภายในชั้นเตาไพโรไลซิส อันประกอบด้วยปฏิกิริยาไพโรไลซิส (Pyrolysis reaction) และปฏิกิริยารีดักชั่น (Reduction reaction) ซึ่งเป็นแนวทางหลักสำคัญของการออกแบบการควบคุม และการเพิ่มประสิทธิภาพของเตาไพโรไลซิส หรือเตาประเภทอื่นๆ ที่มีหลักการคล้ายคลึงกัน ทั้งนี้เพื่อใช้ประโยชน์เป็นข้อมูลในการออกแบบนำร่อง (Guideline design) สำหรับการสร้างเตาขนาดนำร่อง (Pilot scale) หรือเตาขนาดใหญ่ในระดับปฏิบัติงานจริง

เตาไพโรไลซิสที่ใช้ในการทดลองนี้ เป็นการปรับแปลงเตาต้นแบบจากญี่ปุ่นของ Shimizu et al. (1987) ซึ่งเป็นเตาแบบไหลขึ้น (Up-flow) กล่าวคือ ชีวมวลจะถูกกลั่นสลายด้วยความร้อน กลายเป็นสารระเหย (Volatile matter) และก๊าซ ไหลขึ้นและออกทางตอนบนของเตา เตาที่กล่าวนี้มีลักษณะแตกต่างจากเตาที่ใช้ปฏิบัติงานจริง คือ ไม่มีชั้นของการเผาไหม้เชื้อเพลิง (Combustion) เพื่อเป็นแหล่งพลังงานความร้อนแก่ระบบและไม่มีชั้นของการทำแห้งของชีวมวล (Drying) ทั้งนี้เพื่อไม่ก่อให้เกิดปัจจัย

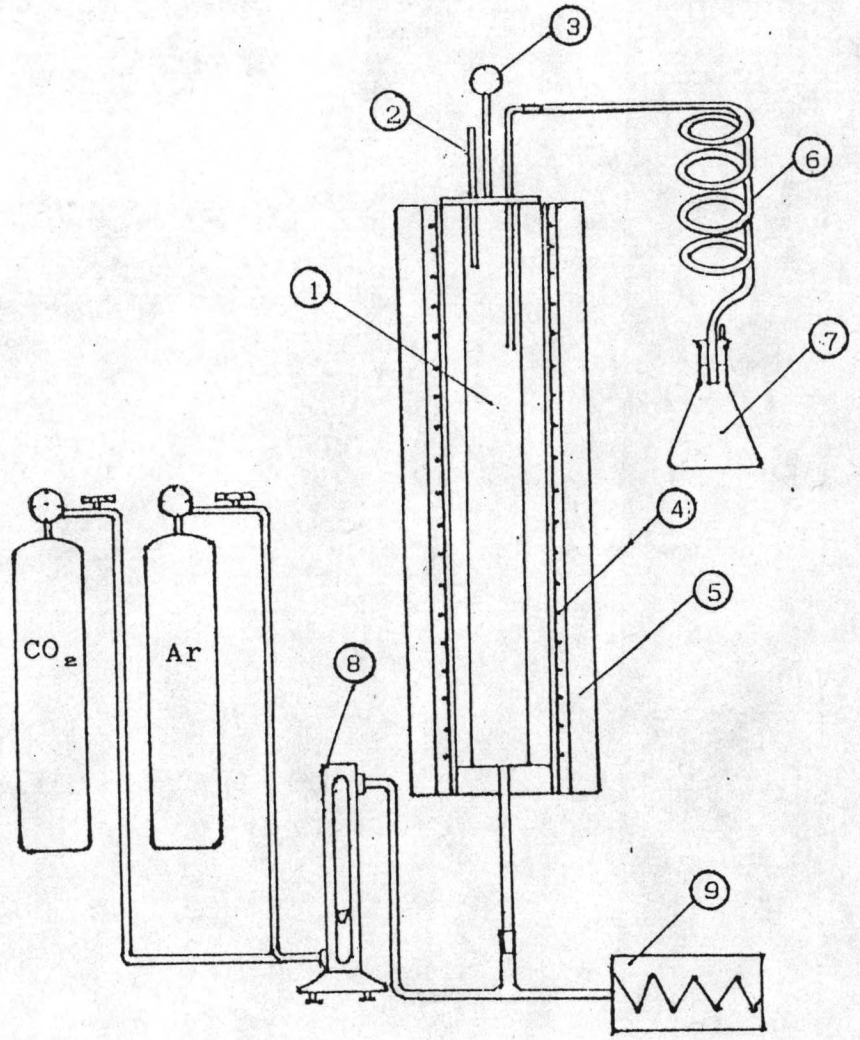
รบกวนการศึกษาปฏิกริยาไพโรไลซิส และปฏิกิริยารีดักชั่น โดยทดแทนชั้นของการเผาไหม้เชื้อเพลิง ด้วยพลังความร้อนผ่านขดลวดไฟฟ้า (รายละเอียดจะกล่าวในหัวข้อต่อไป) และทดแทนชั้นของการทำแห้งชีวมาล ด้วยการอบแห้งชีวมาลในตู้อบแห้ง ก่อนนำมาใช้ในการทดลอง

4.2 องค์ประกอบของเตาไพโรไลซิส

เตาไพโรไลซิส ที่ใช้ในการทดลอง ดังแสดงในรูปที่ 4.1 ประกอบด้วยส่วนสำคัญ 5 ส่วน ได้แก่

ส่วนที่ 1: ตัวเตา (Furnace) เป็นส่วนให้ความร้อน โดยใช้ท่อเซรามิกหนา 15 มม. เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 100 มม. ส่วนสูง 550 มม. พันรอบผิวท่อด้านนอกด้วยขดลวดไฟฟ้า (Nickle wire) ขนาด 10 โอห์ม จะสามารถให้ความร้อนได้สูงสุด 1,920 วัตต์ และเสริมขดลวดไฟฟ้าด้านในท่อเพื่อเพิ่มกำลังความร้อนได้อีก 1,065 วัตต์ อัตราการเพิ่มอุณหภูมิสูง 17.3°ซ. ต่อนาที ผิวท่อด้านนอก ถัดจากชั้นขดลวดถูกเคลือบด้วยวัสดุทนไฟหนา 10 มม. และบุทับด้วยฉนวนใยหิน หนา 50 มม. รอบตัวเตาเพื่อป้องกันการสูญเสียความร้อน

ส่วนที่ 2: กระบอกทดลอง (Cylinder) ซึ่งเป็นส่วนที่สำคัญที่สุด สร้างด้วยสเตนเลสทรงกระบอกความหนา 5 มม. เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 42 มม. ส่วนสูง 500 มม.ส่วนล่างเจาะรูและเชื่อมด้วยท่อเซรามิกขนาดเล็กเส้นผ่าศูนย์กลาง 8.5 มม. ยาว 340 มม. อุดทับรอยต่อด้วยวัสดุทนไฟเพื่อป้องกันการรั่วซึมของก๊าซ การเจาะรูด้านล่างของท่อทรงกระบอกนี้ เพื่อเป็น



1. Cylinder
2. Thermocouple pipe
3. Pressure guage
4. Nickle wire
5. Glass wool
6. Gas cooling coil
7. Liquid tar storage
8. Flowmeter
9. Steam supply

รูปที่ 4.1 ส่วนประกอบของเตาไพโลไรซิสที่ใช้ในการทดลอง

ทางผ่านของการให้ก๊าซจากภายนอก เข้าสู่กระบอกทดลอง ส่วนตอนบนของกระบอกทดลอง มีหน้าแปลนยึดด้วยสกูรน็อต 6 ชุด เปิดปิดได้ เพื่อบรรจุชีวมวลที่ต้องการวิเคราะห์ ฝาตอนบนที่เปิดได้นั้น มีช่องทางสอดสายวัดอุณหภูมิ (Thermocouple), ช่องใส่มาตรวัดความดัน (Pressure gauge) และช่องนำก๊าซและสารระเหยออกจากกระบอกทดลอง

หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ส่วนที่ 3: เครื่องควบคุมอุณหภูมิ เป็นส่วนควบคุมและปรับเปลี่ยนอุณหภูมิภายในเตา เครื่องควบคุมอุณหภูมิที่ใช้ของ Chino (model KP) สามารถปรับช่วงอุณหภูมิได้ตั้งแต่ 0°ซ. ถึง 1,000°ซ. โดยต่อเข้ากับสายวัดอุณหภูมิ (Thermocouple) ภายในกระบอกทดลอง

ส่วนที่ 4: ถังก๊าซ เป็นส่วนให้ก๊าซแก่ชีวมวลภายในกระบอกทดลอง ประกอบด้วย ถังก๊าซ 2 ถัง คือ ถังก๊าซอาร์กอน (Argon) ซึ่งเป็นก๊าซเฉื่อยถูกจ่ายเข้าไปในกระบอกทดลอง ก่อนการทดลอง เพื่อสร้างสภาพไร้ออกซิเจนภายในกระบอกทดลองชีวมวล กับถังก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (Carbon dioxide) ถูกจ่ายเข้าไปในกระบอกทดลอง เพื่อศึกษาปฏิกิริยารีดักชั่น (Reduction) ก๊าซทั้งสองจะถูกควบคุมการจ่ายโดยวาว์ลควบคุม 3 ทาง ก๊าซจะถูกจ่ายผ่านมาตรวัดปริมาตร (Flow meter) ก่อนที่จะเข้าสู่กระบอกทดลอง ทางช่องท่อต่อด้านล่าง

ส่วนที่ 5: ขดลวดทำความเย็น เป็นส่วนทำความเย็นให้แก่ส่วนผสมของก๊าซ (ไอ และสารระเหย) ที่ผลิตได้ เพื่อแยกของเหลวทาร์ (Liquid tar) ออกจากก๊าซ (Produced gas) ขดลวดที่ใช้เป็นขดลวดทองแดง 8 ขด เส้นผ่าศูนย์กลาง 8 มม. พื้นที่สัมผัส (Surface area) 140.74 ตร.ซม.

ทำความเย็นด้วยอากาศโดยใช้พัดลมเป่าผ่านขดลวด ของ เหลวทาร์จะกลั่นตัว และเก็บกักด้วยกระบอกตวง (Flask)

4.3 วิธีการทดลอง

4.3.1 วิธีวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีของชีวมวล

ชีวมวลที่ใช้ในการทดลองนี้ได้แก่ แกลบ (Rice husk) และขี้เลื่อยอัด (Bark pellet) ชีวมวลจะผ่านการอบแห้ง ด้วยเครื่องอบแห้ง105°ซ. เป็นเวลา 24 ชม. ก่อนที่จะนำมาวิเคราะห์ชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งมาตรฐาน ใช้แกลบปริมาณ 44 กรัม (กรณีขี้เลื่อยอัดใช้ปริมาณ 45 กรัม) ใส่ลงในกระบอกทดลอง ปิดฝาขันน็อตให้แน่นสนิท ต่อสายวัดอุณหภูมิ ต่อมาตรวัดความดัน และต่อชุดขดลวดทำความเย็นเข้ากับช่องนำก๊าซออก ตั้งอุณหภูมิที่เครื่องควบคุมอุณหภูมิ 600°ซ. สำหรับปฏิกริยาไพโรไลซิส เพื่อการกลั่นสลายชีวมวล ภายในเตาทดลอง เปิดสวิทช์ให้ความร้อนแก่ตัวเตาจนมีอุณหภูมิคงที่ 600°ซ. ตามอุณหภูมิตั้งควบคุม จากนั้นสอดกระบอกทดลองลงไปในเตา ต่อสายให้ก๊าซอาร์กอน เข้ากับช่องท่อด้านล่างของกระบอกทดลอง ปล่อยก๊าซอาร์กอนโดยอัตรา 20 มล.ต่อนาที ประมาณ 3-5 นาที เพื่อไล่อากาศภายในกระบอกทดลองออก สำหรับปรับสภาพภายในกระบอกทดลองเป็นแบบไร้ออกซิเจน ชีวมวลจะเริ่มกลั่นสลายเป็นไอ และสารระเหย ไหลขึ้นตอนบน ผ่านท่อนำก๊าซออกสู่ชุดขดลวดทำความเย็น ของเหลวทาร์ (Liquid tar) จะกลั่นตัวเก็บกักในกระบอกตวงก๊าซเชื้อเพลิง และก๊าซไม่ติดไฟอื่นๆ จะถูกปล่อยออกทางช่องเปิดฝาจุก ซึ่งสามารถเก็บตัวอย่างก๊าซที่ผลิตได้นี้ ไปตรวจวิเคราะห์หาส่วนประกอบโดยเครื่องวิเคราะห์ก๊าซ (Gas chromatograph)

กระบวนการกลั่นสลายชีวมวล จะดำเนินไปอย่างต่อเนื่อง ซึ่งจะใช้เวลาประมาณ 10-15 นาที จึงสิ้นสุดกระบวนการ โดยจะสังเกตได้จากไม่มีควันหรือก๊าซออกมาอีก ปิดสวิทช์ให้ความร้อน จากนั้นนำของเหลวทาร์ที่ได้ไปชั่งหาน้ำหนัก ปล่อยเตาให้เย็นแล้วถอดกระบอกทดลองออก เพื่อเอาถ่านคาร์บอน (Fixed carbon) ที่เหลือในกระบอกทดลองออกไปชั่งหาน้ำหนัก ของเหลวทาร์ที่ได้จะถูกนำไปกลั่นเพื่อแยกส่วนผสมของน้ำกับน้ำมันทาร์ (Tar oil) ออกจากของแข็งทาร์ (Solid tar) โดยชุดปฏิบัติการกลั่น และส่วนผสมของน้ำกับน้ำมันทาร์ที่ได้จะถูกแยกเอาน้ำมันทาร์ ออกจากน้ำอีกที ด้วยเครื่องเหวี่ยงความเร็วสูง (High speed centifuge) ที่ความเร็วรอบ 4,000 รอบต่อนาที ผลิตภัณฑ์น้ำมันทาร์ที่ได้จากการแยกสกัด จะคงยังมีส่วนประกอบของน้ำปนอยู่ซึ่งสามารถตรวจสอบได้โดยเครื่องวิเคราะห์ของเหลว (Liquid chromatograph) สำหรับถ่านคาร์บอนที่ได้ จะถูกนำไปตรวจสอบหาค่าเปอร์เซ็นต์คาร์บอน (Carbon) และเปอร์เซ็นต์ขี้เถ้า (Ash) โดยเตาเผา (Muffle) ที่อุณหภูมิ 1,000°ซ. เป็นเวลา 24 ชม. ผลิตภัณฑ์น้ำมันทาร์และถ่านคาร์บอนที่ได้จะถูกตรวจวิเคราะห์หาค่าความร้อน (Calorific value) โดยเครื่องวัดค่าความร้อน (Bomb-calorimeter)

4.3.2 วิธีเตรียมถ่านเพื่อใช้ในการทดลอง

จุดประสงค์ของการเตรียมถ่าน เพื่อนำไปใช้ในการตรวจสอบปฏิกิริยารีดักชั่น (Reduction) ในเตาปฏิกรณ์ ถ่านที่ต้องการใช้ในการทดลองคือ ถ่านที่มีธาตุคาร์บอนเป็นองค์ประกอบหลัก และปราศจากสารระเหย (Devolatile) กระบวนการที่ใช้ในการเตรียมถ่านก็คือกระบวนการไพโรไลซิส

อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมถ่าน ก็คือ เตาไพโรไลซิส วัสดุที่ใช้ก็มีแกลบและขี้เลื่อยอัด โดยเริ่มจากใส่วัสดุลงไปในกระบอกทดลองประมาณ 4 ใน 5 ส่วน โดยปริมาตรของกระบอกทดลอง ปิดฝาขันน็อตให้แน่น แล้วสอดกระบอกทดลองลงไปในเตา ต่อสายเทอร์โมคับเบิล ต่อสายให้ก๊าซอาร์กอน และอุปกรณ์ต่าง ๆ ให้ครบ ตั้งอุณหภูมิควบคุมสูงสุดที่ 600°ซ. เปิดวาล์วให้ก๊าซอาร์กอนเข้าไปในกระบอกทดลอง เพื่อไล่อากาศภายในออกให้หมด เปิดสวิทช์ให้ความร้อนแก่เตา อุณหภูมิภายในเตาจะค่อยๆ เพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ จากอุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิประมาณ 200°ซ. เริ่มมีก๊าซเกิดขึ้นจากกระบวนการไพโรไลซิส วัสดุชีวมวลจะเริ่มกลั่นสลายไล่สารระเหยออกจากกระบอกทดลอง กระบวนการไพโรไลซิสจะดำเนินต่อไปเรื่อยๆ จนกระทั่งถึงอุณหภูมิ 600°ซ. ปฏิกริยาไล่สารระเหยสิ้นสุด ไม่ปรากฏก๊าซออกมาจากกระบอกทดลองอีก ปล่อยให้อุณหภูมิคงที่ 600°ซ.ประมาณ 30 นาที เสร็จแล้วปิดสวิทช์ให้ความร้อนแก่เตา เป็นอันเสร็จสิ้นกระบวนการการเตรียมถ่าน นำถ่านที่ได้เก็บไว้ในตู้อบ อุณหภูมิ 105°ซ. เพื่อเตรียมไว้ใช้ในการทดลองต่อไป

4.3.3 <u>วิธีตรวจสอบปฏิกริยารีดักชั่นโดยการให้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์</u>

ปฏิกิริยารีดักชั่น (Reduction) ที่เกิดขึ้นภายในเตาปฏิกรณ์เป็นปัจจัยหลักสำคัญที่สุดของการผลิตก๊าซกล่าวคือ คุณภาพของก๊าซ (ค่าความร้อน) ที่ผลิตได้จะมีค่ามากน้อย ขึ้นกับปฏิกริยารีดักชั่นเป็นสำคัญ จุดมุ่งหมายของการทำปฏิกริยารีดักชั่นก็เพื่อเปลี่ยนก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (Carbon dioxide) ซึ่งเป็นก๊าซที่ไม่มีค่าความร้อนในการเผาไหม้ (Noncombustible gas) ไปเป็นก๊าซคาร์บอนมอนนอกไซด์ (Carbon monoxide) ซึ่งเป็นก๊าซที่มีค่าความร้อนในการเผาไหม้ (Combustible gas) โดยการทำปฏิกริยาเคมี

ของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ กับถ่านร้อน ที่อุณหภูมิ 600°ซ. ถึง 1,400°ซ. ดังสมการเคมีคือ

$$C\ (s) + CO_2\ (g) \longrightarrow 2\ CO\ (g)$$

สำหรับในการทดลองนี้ ช่วงอุณหภูมิ ที่ใช้ในการศึกษาปฏิกริยารีดักชั่นจะอยู่ในช่วงระหว่าง 600°ซ. ถึง 900°ซ. ทั้งนี้เพื่อให้สอดคล้องกับจุดมุ่งหมายของการสร้างเตาแบบไพโรไลซิส ที่นอกจากจะผลิตก๊าซเป็นผลิตภัณฑ์หลักแล้ว ยังสามารถได้ถ่าน เพื่อใช้เป็นเชื้อเพลิงแข็งเป็นผลิตภัณฑ์รอง (By-product) อีกด้วย ดังนั้นหากกำหนดอุณหภูมิของชั้นปฏิกริยารีดักชั่นในเตาสูงเกินไป จะได้ถ่านที่มีองค์ประกอบคาร์บอนลดลง เนื่องจากถูกเปลี่ยนไปเป็นขี้เถ้า ทำให้ได้ค่าความร้อนของถ่านลดลง

การทดลองเพื่อตรวจสอบปฏิกริยารีดักชั่น จะใช้ถ่านที่เตรียมไว้แล้ว 2 ชนิด คือ ถ่านแกลบ และถ่านขี้เลื่อยอัด ในการศึกษาทดลองเริ่มโดยนำถ่านที่เตรียมไว้แล้วออกจากตู้อบ ชั่งน้ำหนักในการทดลองแต่ละครั้งใช้ถ่านประมาณ 40 กรัม สำหรับถ่านแกลบและประมาณ45 กรัมสำหรับถ่านขี้เลื่อยอัด นำถ่านใส่ลงในกระบอกทดลอง ปิดฝาขันน็อตให้แน่น เตรียมสอดลงไปในเตา ซึ่งถูกเปิดสวิทช์ให้ความร้อนแต่ละครั้งอุณหภูมิไว้แล้วประมาณ 45-60 นาที ก่อนนำถ่านออกจากตู้อบ ทั้งนี้เพื่อให้ตัวเตามีความร้อนถึงอุณหภูมิที่ต้องการและป้องกันการดูดกลืนความชื้นของถ่านก่อนการทดลองในการทดลองเพื่อศึกษาปฏิกริยารีดักชั่นสำหรับถ่านแต่ละประเภทนั้น จะกำหนดอุณหภูมิศึกษาออกเป็น 600° ซ. 700°ซ. 800°ซ. และ 900°ซ. โดยตั้งอุณหภูมิแต่ละครั้งที่เครื่องควบคุมอุณหภูมิ อุณหภูมิที่กำหนดนี้เป็นอุณหภูมิที่วัดได้จากสายเทอร์โมคับเปิลที่ใส่ไว้ใน

ช่องสอดของกระบอกทดลอง เมื่ออุณหภูมิภายในเตาร้อนถึงที่ต้องการแล้ว ใส่กระบอกทดลองลงไป แล้วทำการต่อสายให้ก๊าซอาร์กอน และก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ต่อสายเทอร์โมคับเปิล ต่อสายท่อนำก๊าซออกและสายมาตรวัดความดันให้เรียบร้อย เสร็จแล้วเปิดวาล์วให้ก๊าซอาร์กอนเข้าสู่กระบอกทดลองเพื่อไล่อากาศภายในกระบอกทดลองออกให้หมดด้วยอัตรา 60 มล.ต่อนาที ประมาณ 3-5 นาที จากนั้นคอยจนกระทั่งอุณหภูมิที่อ่านได้จากกระบอกทดลองคงที่ตามต้องการแล้ว เช่นตั้งอุณหภูมิควบคุม 600°ซ. ก็รอจนกระทั่งอุณหภูมิอ่านได้คงที่ 600°ซ. ประมาณ 20 นาที จึงเริ่มทำการทดลอง เปิดวาล์วให้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ เข้าสู่กระบอกทดลองในอัตราเปลี่ยนแปลงจาก 20 มล.ต่อนาที, 40 มล.ต่อนาที,60 มล.ต่อนาที และ 100 มล.ต่อนาที ตามลำดับ อัตราการให้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์อ่านได้จากมาตรวัดปริมาตรก๊าซ และถูกควบคุมให้คงที่ตลอดช่วงการทดลองในแต่ละครั้ง ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่ป้อนเข้าไปในกระบอกทดลอง จะเข้าทำปฏิกริยากับถ่านตามกระบวนการรีดักชั่น และเกิดก๊าซออกมาทางท่อนำก๊าซ ก๊าซที่ผลิตได้จะถูกเก็บตัวอย่าง โดยใช้กระบอกฉีดยา (Syringe) ปริมาณ 2 มล. ต่อตัวอย่างก๊าซ เพื่อนำไปวิเคราะห์หาองค์ประกอบของก๊าซ โดยเครื่องวิเคราะห์ก๊าซ (Gaschromatograph) การเก็บตัวอย่างจะกระทำทุกๆ ช่วงเวลา 5 นาที, 15 นาที, 30 นาที, 45 นาที,60 นาที, 75 นาที และ 90 นาที ตามลำดับ เป็นอันเสร็จสิ้นการทดลอง จากนั้นปิดสวิทช์ให้ความร้อนแก่เตา รอจนอุณหภูมิเตาเย็นลงแล้วถอดกระบอกทดลองออกจากเตานำถ่านที่เหลือจากการทดลองเข้าตู้อบ 105°ซ. เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ก่อนนำไปชั่งหาน้ำหนักถ่านที่เหลือหลังการทดลอง

4.3.4 การตรวจสอบปฏิกริยาไฮโดรไลซิสโดยการให้ไอน้ำ

ปฏิกริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) เป็นปฏิกริยาดูดกลืนความร้อน (Endothermic) เช่นเดียวกับปฏิกริยารีดักชั่น การทำปฏิกริยาไฮโดรไลซิสเป็นการเสริมปฏิกริยารีดักชั่น เพื่อให้ได้ก๊าซคาร์บอนมอนนอกไซด์ (Carbon monoxide,CO) เพิ่มมากขึ้น อีกทั้งยังสามารถผลิตก๊าซที่มีคุณสมบัติเผาไหม้ได้ (Combustible gas) เกิดขึ้นใหม่อีกด้วย 2 ชนิด คือ ก๊าซไฮโดรเจน (Hydrogen, H_2) และก๊าซมีเทน (Methane, CH_4) ดังสมการเคมีคือ

$$C\ (s) + H_2O\ (g) \longrightarrow CO\ (g) + H_2\ (g)$$

$$C\ (s) + 2H_2\ (g) \longrightarrow CH_4\ (g)$$

อาจกล่าวได้ว่า การทำปฏิกริยาไฮโดรไลซิส เป็นการเพิ่มประสิทธิภาพให้แก่เตาผลิตก๊าซ เนื่องจากสามารถผลิตก๊าซที่มีคุณสมบัติเผาไหม้ได้ 2 ชนิดคือ ก๊าซคาร์บอนมอนนอกไซด์, ก๊าซไฮโดรเจน แต่ด้วยเหตุที่ปริมาณก๊าซที่ผลิตได้น้อยกว่าปฏิกริยารีดักชั่น จึงถือได้ว่าปฏิกริยาไฮโดรไลซิสเป็นปฏิกริยาเสริมปฏิกริยารีดักชั่น และในทางทฤษฎี ปฏิกริยารีดักชั่นมักเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 900°ซ. หรือมากกว่า (Manurung,1981) แต่เนื่องจากเตาที่ใช้เป็นเตาแบบไพโรไลซิส ซึ่งกำหนดอุณหภูมิภายในไม่เกิน 1,000°ซ. มากนัก ด้วยคำนึงถึงผลพลอยได้จากผลิตภัณฑ์ถ่านด้วยดังนั้นในการทดลองนี้ จึงกำหนดช่วงอุณหภูมิในการศึกษาอิทธิพลของปฏิกริยาไฮโดรไลซิสที่เกิดขึ้นจากการให้ไอน้ำในช่วงอุณหภูมิ 600°ซ. ถึง 900°ซ.

การทดลองเริ่มโดย ปิดสวิทช์ให้ความร้อนแก่เตาจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการทดลอง นำถ่านที่เตรียมไว้แล้วออกจากตู้อบ ชั่งหาน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งมาตรฐานน้ำหนักถ่านที่ใช้ในแต่ละครั้งการทดลองประมาณ 44 กรัม สำหรับถ่านแกลบ (45 กรัมสำหรับถ่านชี้เลื่อยอัด) หรือ ประมาณ 1 ใน 3 ส่วนของปริมาตรกระบอกทดลองเสร็จแล้วใส่ถ่านลงไปในกระบอกทดลอง ปิดฝาขั้นน็อตให้แน่น จากนั้นสอดกระบอกทดลองลงไปในเตาที่อุ่นให้ความร้อนถึงอุณหภูมิที่ต้องการทดลองแล้ว ต่อสายวัดเทอร์โมคับเปิล ต่อสายท่อนำก๊าซ และสายให้ก๊าซอาร์กอน และสายให้ไอน้ำ เปิดวาล์วให้ก๊าซอาร์กอนเข้าไปในกระบอกทดลอง เพื่อไล่อากาศภายในออก ประมาณ 3-5 นาที จากนั้นรอให้อุณหภูมิภายในเตาคงที่ประมาณ 20 นาที เพื่อให้ถ่านภายในกระบอกทดลองได้รับความร้อนอยู่ในช่วงอุณหภูมิที่ต้องการ จากนั้นเริ่มทำการทดลอง เปิดวาล์วให้ไอน้ำซึ่งผลิตจากอุปกรณ์ต้มน้ำไฟฟ้า ผ่านเข้าไปในมาตรวัดปริมาตรไอน้ำ (Steam) เข้าสู่กระบอกทดลองทางช่องท่อด้านล่าง ทำให้ปฏิกริยาไฮโดรไลซิสกับถ่านภายในกระบอกทดลองปรับปริมาณไอน้ำที่มาตรวัดปริมาตรให้คงที่ ตามที่ต้องการตลอดการทดลองในแต่ละครั้ง การให้ไอน้ำแก่ระบบนี้ จะทำการศึกษาโดยเปลี่ยนปริมาตรให้ไอน้ำจาก 10 มล.ต่อนาที, 20 มล.ต่อนาที, 40 มล.ต่อนาที จนถึง 60 มล.ต่อนาที ตามลำดับ ก๊าซที่เกิดขึ้นจากกระบวนการไฮโดรไลซิส จะไหลขึ้นด้านบน และไหลออกทางท่อนำก๊าซ ก๊าซที่ผลิตได้ จะถูกเก็บตัวอย่างปริมาณ 2 มล.โดยใช้กระบอกฉีดยา (Syringe) เพื่อนำไปวิเคราะห์หาองค์ประกอบของก๊าซ โดยเครื่องวิเคราะห์ก๊าซ (Gas chromatograph) การเก็บตัวอย่างก๊าซจะกระทำทุก ๆ ช่างเวลา 5 นาที ,15 นาที,30 นาที,45 นาที,60 นาที,75 นาที จนถึง90 นาที เป็นอันเสร็จสิ้นการเก็บตัวอย่างก๊าซ ปิดสวิทช์ให้ความร้อนแก่เตา รออุณหภูมิภายในเตาเย็นลงพอเพียงแล้ว จึงถอดกระบอกทดลองออก นำถ่านที่เหลือหลังจากการทดลอง

เข้าตู้อบ 105°ซ. เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วชั่งหาน้ำหนักต่อไป

4.3.5 การตรวจสอบอิทธิพลชั้นความหนาของถ่านต่อปฏิกริยารีดักชั่น

การศึกษาทดลองเปลี่ยนแปลงชั้นความหนาของถ่าน ในกระบอกทดลองเป็นปัจจัยสำคัญ ต่อการกำหนดออกแบบความหนาของชั้นรีดักชั่น อันเป็นตัวกำหนดขนาดความสูงของเตา วิธีการทดลองก็คือ เปลี่ยนแปลงความหนาของชั้นถ่านทดลองในกระบอกทดลองในอัตรา 1 ใน 4 ส่วน, 2 ใน 4 ส่วน และ 3 ใน 4 ส่วนของความสูงของกระบอกทดลอง หรือประมาณ 15 ซม., 25 ซม. และ 40 ซม. ตามลำดับขั้นตอนการทดลองกระทำเช่นเดียวกับการทดลองตรวจสอบปฏิกริยารีดักชั่นโดยควบคุมอุณหภูมิเตาคงที่ และให้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ในอัตราคงที่ตลอดการทดลองเก็บตัวอย่างก๊าซที่ได้ทุก ๆ 5 นาที, 15 นาที, 30 นาที, 45 นาที,60 นาที, 75 นาที และ 90 นาที นำไปวิเคราะห์องค์ประกอบก๊าซด้วยเครื่องวิเคราะห์ก๊าซเช่นกัน

4.3.6 วิธีการกลั่นของเหลวทาร์และการสกัดน้ำมันทาร์

วิธีการกลั่นของเหลวทาร์ (Liquid tar) ที่ได้จากกระบวนการไพโรไลซิส ได้ทำการกลั่น 2 วิธี คือ วิธีแรก กลั่นโดยแบ่งช่วงอุณหภูมิออกเป็น4 ช่วง ได้แก่ ช่วงอุณหภูมิต่ำกว่า 50°ซ. อุณหภูมิ 50-98°ซ. อุณหภูมิ 98-102°ซ. และอุณหภูมิมากกว่า 102°ซ.ขึ้นไป วิธีที่สอง คือ การกลั่นรวมทั้งหมดที่ช่วงอุณหภูมิเดียว เพื่อแยกส่วนผสมของเหลวออกทั้งหมดจนเหลือเฉพาะส่วนที่เป็นของแข็ง (Solid tar)

อุปกรณ์ที่ใช้ในการกลั่นของเหลวทาร์ ประกอบด้วย หัวก๊าซเผา, ท่อแก้วน่าไอระเหย (Viqueaux column) และชุดควบแน่น (Graham condensate)

ของเหลวทาร์ที่น่ามาทำการกลั่นมี 2 ชนิด คือ ของเหลวทาร์จากแกลบ และของเหลวทาร์จากขี้เลื่อยอัด การกลั่นเริ่มโดย น่าของเหลวทาร์ประมาณ 60 กรัม ใส่ลงในขวดทดลอง (Flask) ชั่งหาน้ำหนักของของเหลวทาร์ก่อนกลั่นเสร็จแล้วน่าไปต่อเข้ากับชุดกลั่น เปิดท่อก๊าซเผาให้ความร้อน เปิดก๊อกน้ำหล่อเย็นให้กับชุดกลั่น อ่านอุณหภูมิจากเทอร์โมนิเตอร์และรักษาระดับอุณหภูมิให้อยู่ในช่วงต่ำกว่า 50°ซ. ในขั้นแรกของการกลั่น ตามวิธีที่หนึ่ง กลั่นจนไม่มีไอระเหย และส่วนผสมของเหลวควบแน่นออกมาอีกแล้ว เป็นอันเสร็จสิ้นขั้นแรกของการกลั่น น่าส่วนผสมของเหลว (น้ำและน้ำมันทาร์) ที่ได้จากการกลั่นชั่งหาน้ำหนัก และน่าไปวิเคราะห์หาเปอร์เซนต์ส่วนผสมของน้ำโดยเครื่องวิเคราะห์ของเหลว (Liquid chromatograph) ขั้นที่สอง เพิ่มความร้อนให้อุณหภูมิอยู่ในช่วง 50-98°ซ. น่าส่วนผสมของเหลวที่กลั่นได้ชั่งหาน้ำหนักและวิเคราะห์หาเปอร์เซนต์ส่วนผสมของน้ำ ขั้นที่สามเพิ่มความร้อนให้อยู่ในช่วง 98-102°ซ. ขั้นที่สี่ เพิ่มความร้อนขึ้นอีก ให้อุณหภูมิกลั่นสูงกว่า 102°ซ. กลั่นไปเรื่อยๆ จะไม่มีส่วนผสมของเหลวออกมาอีกแล้ว เหลือเฉพาะส่วนที่เป็นของแข็งติดในขวดกลั่น ชั่งหาน้ำหนักส่วนผสมของเหลว และของแข็ง (Solid tar) ที่ได้จากการกลั่น ดังที่กล่าวเบื้องต้น เป็นอันสิ้นสุดขั้นตอนการกลั่นตามวิธีที่หนึ่ง

วิธีที่สองของการกลั่นของเหลวทาร์ ใช้อุปกรณ์กลั่นชุดเดียวกันกับวิธีแรกเพียงแต่การกลั่นไม่คำนึงถึงอุณหภูมิของการกลั่น ดำเนินการกลั่นจนได้ส่วน

ผสมของเหลว แยกออกจากส่วนของแข็งจนหมด ชั่งหาน้ำหนักของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการกลั่นทั้งหมด นำส่วนผสมของเหลวที่ได้ไปแยกสกัดเอาน้ำมันทาร์ (Tar oil) ออกจากส่วนผสมน้ำ โดยใช้เครื่องเหวี่ยงแรงสูง (High speed centrifuge) ที่ความเร็วรอบประมาณ 4,000 รอบต่อนาที แยกเอาน้ำมันทาร์ที่ได้ไปวิเคราะห์หาค่าเปอร์เซ็นต์ ส่วนผสมของน้ำโดยเครื่องวิเคราะห์ของเหลว (Liquid chromatograph) และวิเคราะห์หาค่าความร้อน (Calorific value) โดยเครื่องวิเคราะห์ค่าความร้อน (Bomb-calorimeter)

4.3.7 <u>วิธีตรวจสอบค่าความร้อนของถ่านและน้ำมันทาร์</u>

ผลิตภัณฑ์รอง (By-product) ที่ได้จากกระบวนการผลิตของเตาไพโลไรซิสประกอบด้วยถ่าน และน้ำมันทาร์ซึ่งสกัดจากของเหลวทาร์นั้นสามารถตรวจสอบหาค่าความร้อนได้ โดยใช้เครื่องวิเคราะห์ค่าความร้อน (Bomb-calorimeter) วิธีการก็คือ ชั่งน้ำหนักถ่านตัวอย่างประมาณ 1 กรัม ห่อด้วยกระดาษและพันด้วยเส้นลวด (Ignition wire) ใส่ลงในกระเปาะเสร็จแล้วสอดลงไปในกระบอกเผาไหม้ ปิดฝาให้แน่น แล้วอัดก๊าซออกซิเจนลงไปประมาณ 25-30 กก.ต่อ ตร.ซม. ใส่กระบอกเผาไหม้ลงไปในอ่างน้ำ (Water bath) ของเครื่องวิเคราะห์ ชั่งน้ำหนักน้ำประมาณ 2.1 กก.ใส่ลงไปในอ่าง เปิดก๊อกน้ำให้เข้ารอบอ่างพอประมาณ ปรับอุณหภูมิของน้ำในอ่างและรอบอ่างให้แตกต่างกันเล็กน้อย ประมาณ 2°ซ. (โดยใช้น้ำร้อน) ปิดฝาครอบต่อสายพานใบพัดกวนน้ำรอบอ่างให้อุณหภูมิกระจายทั่วกันดี อ่านเทอร์โมมิเตอร์ทั้งสองที่สอดลงวัดอุณหภูมิของน้ำในอ่างด้านนอกและด้านใน รอจนกระทั่งอุณหภูมิน้ำทั้งสองด้านเท่ากัน (ประมาณ 30-60 นาที) จึงเริ่มทำการทดลอง

ต่อสวิทช์จุดระเบิด แล้วกดปุ่ม ไฟแดงจะปรากฏวาบขึ้นที่หน้าปัด ถ่านทดลองถูกเผาไหม้เกิดความร้อนขึ้น และคายความร้อนให้แก่น้ำในอ่าง อุณหภูมิของเทอร์โมมิเตอร์ที่ช่องวัดในอ่างน้ำด้านในจะสูงขึ้น อ่านค่าอุณหภูมิแตกต่างของเทอร์โมมิเตอร์ ทั้งสองทุก ๆ 1 นาที จนกระทั่งอุณหภูมิแตกต่างคงที่ ไม่เพิ่มขึ้นอีกแล้ว เป็นอันเสร็จสิ้นการทดลองค่าความร้อนของถ่านทดสอบสามารถคำนวณได้จากสมการดังนี้

$$H_v = [(C_H + W_w) \times \Delta T - (C_p + C_R)]/W_s$$

โดยที่ H_v คือ ค่าความร้อนของวัสดุทดสอบ (คาลอรี่ต่อกรัม)

C_H คือ ค่าแก้ไขของเครื่องวิเคราะห์ ซึ่งมีค่าเท่ากับ 756.1

W_w คือ น้ำหนักของน้ำในอ่าง (กรัม)

ΔT คือ อุณหภูมิแตกต่างของน้ำที่อ่านได้จากเทอร์โมมิเตอร์ (°ซ)

C_p คือ ค่าความร้อนของกระดาษที่ใช้ห่อวัสดุทดสอบ (คาลอรี่)

C_R คือ ค่าความร้อนของลวด (Ignition wire) ที่ใช้พันวัสดุทดสอบ (คาลอรี่)

W_s คือ น้ำหนักของวัสดุทดสอบ (กรัม)

ทั้งนี้ ค่าแก้ไข, C_H(Calibration) ของเครื่องวิเคราะห์สามารถตรวจสอบได้จากทดสอบด้วยวัสดุมาตรฐานที่ทราบค่าความร้อนแล้ว (C_6H_5COOH ค่าความร้อนเท่ากับ 6,321 คาลอรี่) ส่วนค่าความร้อนของกระดาษและลวดที่ใช้ในการทดสอบ สามารถคำนวณได้จากสมการดังนี้

$$E_v = W_p \times 3600 + W_R \times 775$$

โดยที่ E_c คือ ค่าความร้อนรวมของกระดาษและลวดทดสอบ (คาลอรี่)

W_p คือ น้ำหนักของกระดาษ (กรัม)

W_w คือ น้ำหนักของลวด (กรัม)

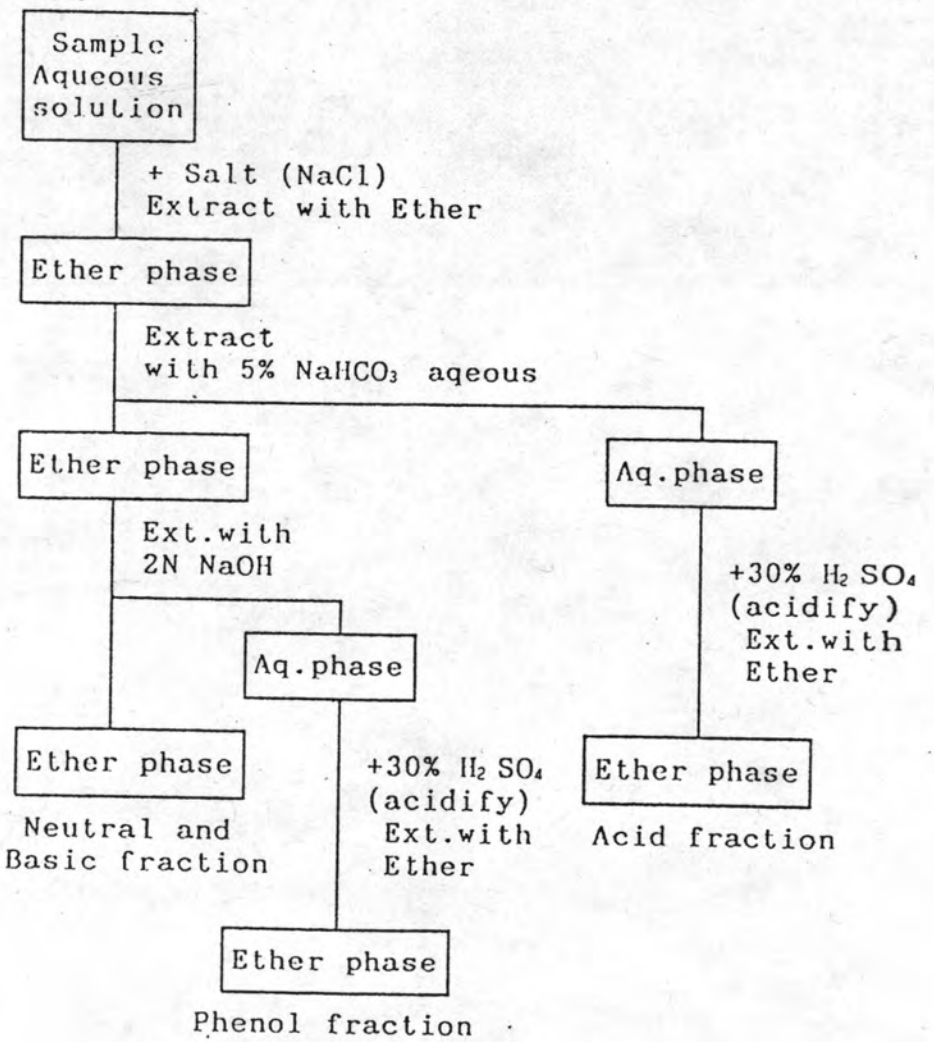
หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ทั้งนี้ กระดาษทดสอบมาตรฐาน 1 กรัม จะมีค่าความร้อนเท่ากับ 3,600 คาลอรี่ และเส้นลวดมาตรฐาน 1 กรัม จะมีค่าความร้อนเท่ากับ 775 คาลอรี่

4.3.8 <u>การสกัดสารประกอบอินทรีย์บางส่วนจากของเหลวทาร์โดยวิธีทางเคมี</u>

ของเหลวทาร์ที่ได้จากกระบวนการไพโลไรซิสนั้น มีสูตรโครงสร้างทางเคมีที่ซับซ้อน และยุ่งยากพอสมควรในการที่จะวิเคราะห์หาองค์ประกอบของของเหลวทาร์ทั้งหมด ในการทดลองนี้จะเป็นการวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีของของเหลวทาร์บางส่วน โดยการสกัดเอาสารอินทรีย์บางส่วน อันได้แก่ สารอินทรีย์ธรรมชาติ (Neutral and basic) ,กรดอินทรีย์ (Organic acid)และสารฟีนอล (Phenol) ซึ่งวิธีที่นำมาใช้ในการทดลองนี้เป็นวิธีของ Shimizu et al. (1987) ขั้นตอนการสกัด แสดงดังรูปที่ 4.2 กล่าวคือ เริ่มแรกทำการกรองของเหลวทาร์เพื่อแยกเอาส่วนที่เป็นสลัดจ์ (Sludge) ออก นำเอาเฉพาะส่วนของเหลวที่ได้จากการกรองผ่านกระดาษกรอง (เบอร์ 240) มาทำการทดลอง ชั่งน้ำหนักตัวอย่างของเหลวทาร์ที่ได้จากการกรอง 100 กรัม ใส่ในขวดทดลอง (Flask) ใส่เกลือบริสุทธิ์ (NaCl) 37 กรัมลงไปแล้วเขย่าให้ผสมกันดี จนได้สารละลายอิ่มตัว เสร็จแล้วนำมาสกัดด้วยอีเทอร์ (Ether) 7 ครั้ง (50,30,20,20,20,20,20,

มล.) ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์ 2 ส่วน คือส่วนผสมอีเทอร์ (Ether phase) และส่วนของน้ำ (Aqueous phase) นำส่วนผสมอีเทอร์ มาทำการสกัดในขั้นตอนที่ 2 ต่อไป ด้วยสารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนต (5% $NaHCO_3$) จะได้ผลิตภัณฑ์ 2 ส่วน คือส่วนผสมอีเทอร์ และส่วนผสมของน้ำ นำทั้ง 2 ส่วน มาทำการสกัด ในขั้นตอนที่ 3 โดยส่วนผสมของน้ำนำมาเติมด้วยกรดซัลฟุริค (30% H_2SO_4) ปริมาณ 20 มล. โดยค่อย ๆ เติมทีละนิดเนื่องด้วย



รูปที่ 4.2 ขั้นตอนการสกัดสารประกอบอินทรีย์จากของเหลวทาร์

ปฏิกริยามีฟองก๊าซเกิดขึ้นมาก จากนั้นสกัดด้วยอีเทอร์ 4 ครั้ง (30,20,20,20 มล.) จะได้ผลิตภัณฑ์ 2 ส่วน คือส่วนผสมอีเทอร์ และส่วนของน้ำ นำส่วนที่เป็นส่วนผสมอีเทอร์มาทำการระเหยเพื่อไล่อีเทอร์ออก โดยตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง ส่วนที่เหลือจากการระเหยคือผลิตภัณฑ์ของกรดอินทรีย์ (Organic acid) นำไปชั่งหาน้ำหนักต่อไป อีกส่วนหนึ่งของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 3 คือส่วนผสมอีเทอร์ นำมาสกัดด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ (2N NaOH) 4 ครั้ง (30,20,20,20 มล.) จะได้ผลิตภัณฑ์ 2 ส่วน คือ ส่วนผสมอีเทอร์ซึ่งส่วนนี้หลังจากทำการระเหยไล่อีเทอร์ออกแล้ว จะได้ผลิตภัณฑ์ คือสารอินุทรีย์ธรรมชาติ (Neutral and Basic) อีกส่วนของผสมน้ำนั้น นำมาเติมด้วยกรดซัลฟูริด (30% H_2SO_4) ปริมาณ 40 มล. แล้วสกัดด้วยอีเทอร์ 4 ครั้ง (30,20,20,20 มล.)จะได้ผลิตภัณฑ์ 2 ส่วน คือส่วนผสมอีเทอร์และส่วนของน้ำ นำส่วนผสมอีเทอร์มาทำการระเหยไล่อีเทอร์ออก ก็จะได้ผลิตภัณฑ์ คือ สารฟีนอล (Phenol) นำไปชั่งหาน้ำหนักต่อไป