บทที่ 3

เครื่องมือและวิธีการทดลอง

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์การทดลอง

3.1.1 ชุดอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมคาร์บอเนต-นิกเกิลออกไซด์บนโดโลไมต์

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมคาร์บอเนต-นิกเกิลออกไซด์บนโดโลไมต์ ที่ใช้ศึกษาในงานวิจัยนี้ เตรียมด้วยวิธีเคลือบฝัง โดยมีวัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ดังนี้

1) อ่างอะลูมิเนียม (water bath)
2) เทอร์โมมิเตอร์ (thermometer)
3) บีกเกอร์ (beaker) ขนาด 250 มิลลิลิตร
4) แท่งแก้วคน
5) ขวดวัดปริมาตร (volumetric flask)
6) เตาอบ (oven)
7) เตาเผาความร้อนสูง (muffle furnace)
8) โกร่ง (mortar)
9) ช้อนตักสาร
10) หลอดหยด (dropper)
11) ครูซิเบิล (crucible)
12) เครื่องอัดขึ้นรูปตัวเร่งปฏิกิริยา

3.1.2 อุปกรณ์เตรียมแกลบ

1) เครื่องบดแกลบชนิดละเอียด
2) ตะแกรงร่อนขนาด 150, 250, 500 ไมครอน

3.1.3 เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง

เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งที่ใช้ในงานวิจัยนี้ แสดงดังรูปที่ 3.1 และ 3.2 ซึ่งประกอบด้วยส่วนต่างๆ ดังนี้

1) ท่อชั้นนอกทำจากแก้วควอทซ์ (quartz) ทนความร้อน สูง 50 เซนติเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 20 มิลลิเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 22 มิลลิเมตร โดยที่บริเวณกึ่งกลางมีการคอดแก้วเพื่อรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา

2) ท่อชั้นในทำจากแก้วควอทซ์ สูง 22 เซนติเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 9 มิลลิเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 11 มิลลิเมตร

3) อุปกรณ์วัดและควบคุมอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน โดยควบคุมอัตราการไหลรวมให้คงที่ที่ 150 มิลลิลิตรต่อนาที

4) เครื่องปั้มน้ำเพื่อผลิตไอน้ำ โดยใช้ร้อยละของไอน้ำ 58 โดยปริมาตร

5) เทอร์โมคัพเพิล (thermocouple) ชนิด K

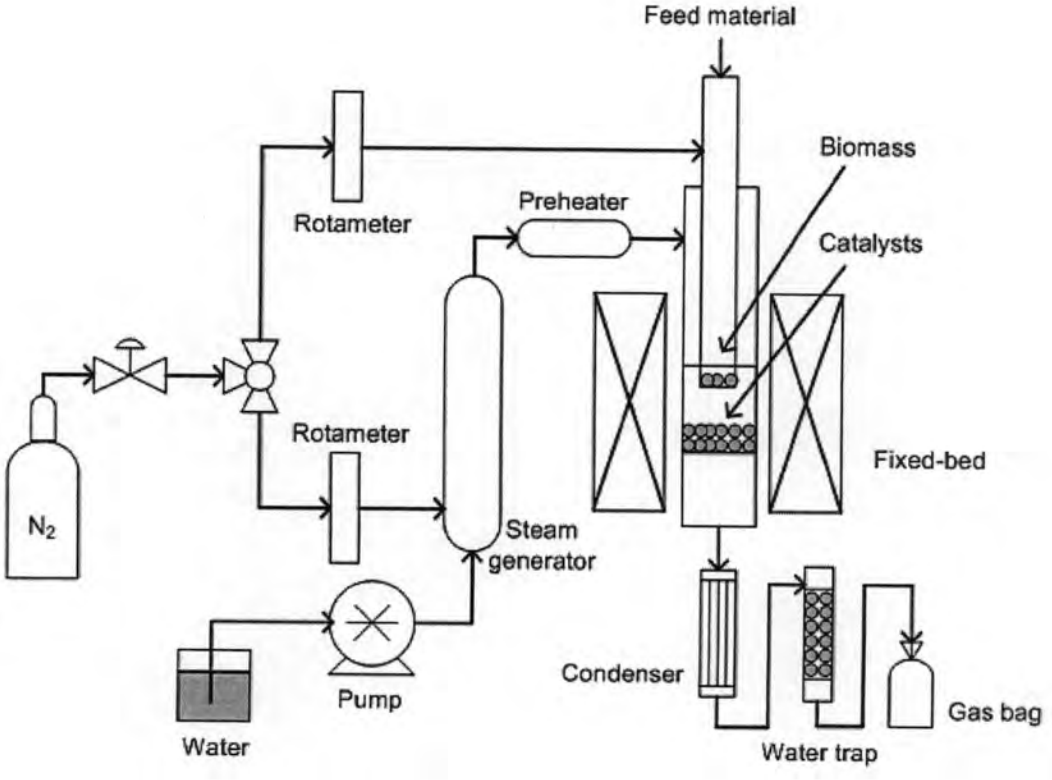
6) เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (temperature controller) สำหรับผลิตไอน้ำ

7) เครื่องให้ความร้อน (tube furnace) ในการเกิดปฏิกิริยาตามอุณหภูมิที่ต้องการ (700 800 และ 900 องศาเซลเซียส)

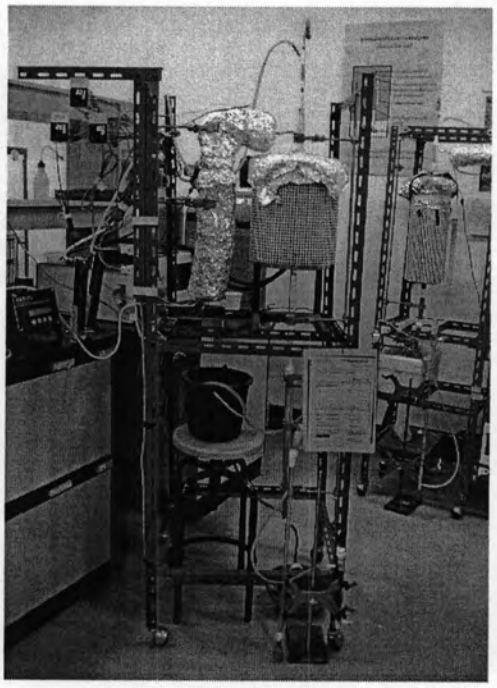
8) เครื่องควบแน่น

9) อุปกรณ์ดูดความชื้น บรรจุด้วยซิลิกาเจล

10) ถุงเก็บตัวอย่างแก๊ส (sampling bag) ขนาด 2 ลิตร



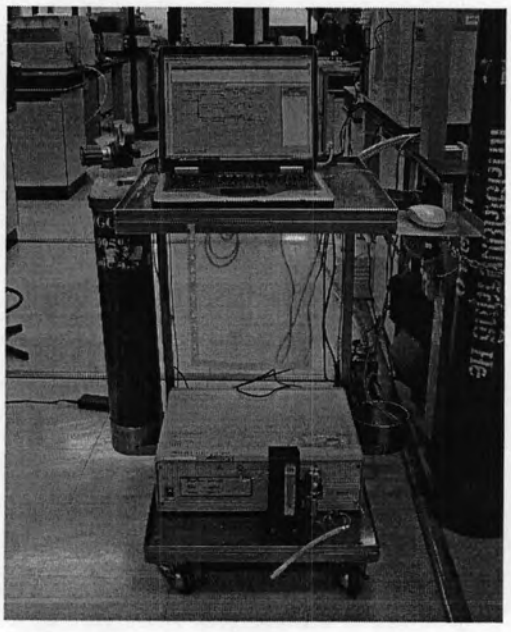
รูปที่ 3.1 แบบจำลองเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง



รูปที่ 3.2 เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง

3.1.4 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ

งานวิจัยนี้ใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ ยี่ห้อ Agilent 3000A ดังรูปที่ 3.3 โดยภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์แก๊ส แสดงดังตารางที่ 3.1



รูปที่ 3.3 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ

ตารางที่ 3.1 ภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์แก๊สด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ

แก๊สพา (carrier gas)	แก๊สฮีเลียม (He) , แก๊สอาร์กอน (Ar)
ชนิดคอลัมน์	ประกอบด้วย 3 คอลัมน์ คือ - Molecular Sieve - Plot Q - OV-1
อุณหภูมิการฉีด (injector temperature)	70 องศาเซลเซียส
อุณหภูมิคอลัมน์	110 , 60 และ 90 องศาเซลเซียส
ระบบตรวจวัด (detector)	ระบบวัดสภาพการนำความร้อน (TCD)

3.2 สารตั้งต้นและสารเคมี

1) แกลบขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 150-250 ไมโครเมตร
2) โพแทสเซียมคาร์บอเนต (K_2CO_3) จากบริษัท Merck
3) นิกเกิลไนเตรต ($Ni(NO_3)_2$) จาก บริษัท Fluka
4) โดโลไมต์ ($CaMg(CO_3)_2$)
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

วิเคราะห์ตามมาตรฐานของ ASTM D3172-3175 ได้แก่ ปริมาณความชื้น ปริมาณเถ้า ปริมาณสารระเหยได้ และปริมาณคาร์บอนคงตัว

3.3.1.2 การวิเคราะห์แบบแยกธาตุ

วิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบต่างๆ ได้แก่ คาร์บอน ไฮโดรเจน และไนโตรเจน ด้วยเครื่อง CHN analyzer

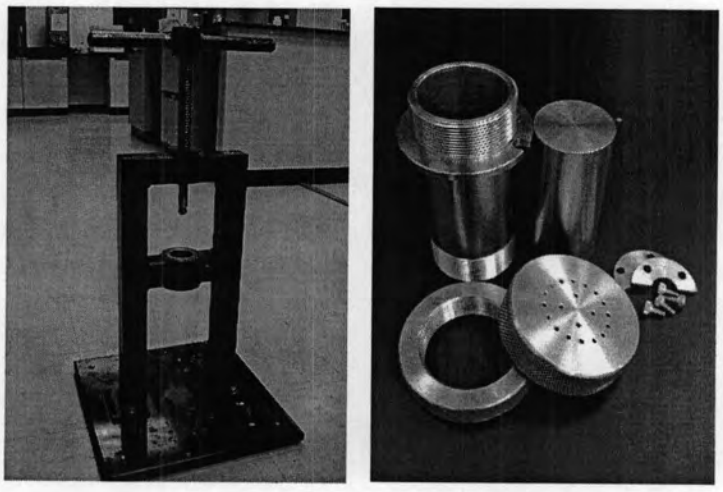
3.3.2 การเตรียมตัวรองรับโดโลไมต์

นำโดโลไมต์มาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วจึงนำไปเก็บในเดสิเคเตอร์

3.3.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมคาร์บอเนต-นิกเกิลออกไซด์บนโดโลไมต์โดยวิธีฝังตัว

1. เตรียมสารละลายอิมเพรกแนนต์ (impregnant) โดยการละลายนิกเกิลไนเตรตในน้ำกลั่น โดยชั่งน้ำหนักนิกเกิลไนเตรตตามร้อยละของนิกเกิลที่ต้องการ (ร้อยละ 9 โดยน้ำหนัก)
2. นำสารละลายอิมเพรกแนนต์ที่เตรียมได้มาใส่บนตัวรองรับโดโลไมต์ ให้ความร้อนด้วยการแช่ในอ่างน้ำร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 70 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งคนตลอดเวลาจนกระทั่งเป็นเนื้อเดียวกัน สารที่ได้จะมีลักษณะข้นเหนียว
3. หลังจากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
4. นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มาบดให้ละเอียด จากนั้นนำไปแคลไซด์ในเตาเผาความร้อนสูง ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ NiO/dolomite
5. หลังจากนั้นเตรียมสารละลายอิมเพรกแนนต์ ของโพแทสเซียมคาร์บอเนต โดยการละลายโพแทสเซียมคาร์บอเนตในน้ำกลั่น โดยชั่งน้ำหนักโพแทสเซียมคาร์บอเนตตามร้อยละของโพแทสเซียมที่ต้องการ (ร้อยละ 5 และ 9 โดยน้ำหนัก)
6. นำสารละลายอิมเพรกแนนต์ที่เตรียมได้มาใส่บน NiO/dolomite ให้ความร้อนด้วยการแช่ในอ่างน้ำร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 70 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งคนตลอดเวลาจนกระทั่งเป็นเนื้อเดียวกัน สารที่ได้จะมีลักษณะข้นเหนียว
7. หลังจากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
8. นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มาบดให้ละเอียด จากนั้นนำไปแคลไซด์ในเตาเผาความร้อนสูง ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ K_2CO_3-NiO/dolomite

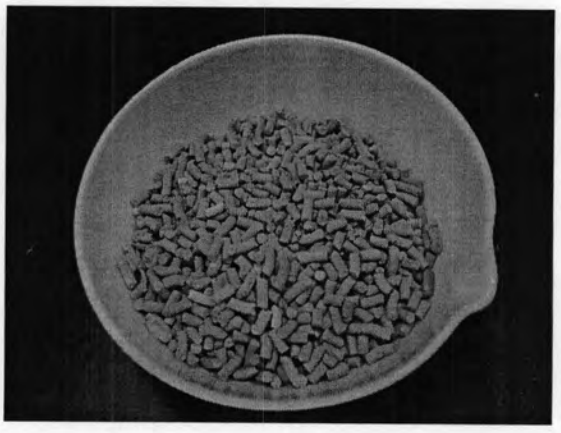
9. นำตัวเร่งปฏิกิริยา K_2CO_3-NiO/dolomite ที่ได้มาขึ้นรูป ด้วยเครื่องอัดขึ้นรูปตัวเร่งปฏิกิริยา ดังรูปที่ 3.4



(ก) (ข)

รูปที่ 3.4 (ก) เครื่องอัดขึ้นรูป (ข) ชุดอุปกรณ์อัดขึ้นรูป

10. หลังจากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
11. แล้วนำไปแคลไซด์ในเตาเผาความร้อนสูง ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ K_2CO_3-NiO/dolomite ที่มีลักษณะเป็นเม็ด ดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 ตัวเร่งปฏิกิริยา K_2CO_3-NiO/dolomite แบบอัดเม็ด

3.3.4 การแกซิฟิเคชันของชีวมวลด้วยไอน้ำโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

1. เตรียมแกลบขนาด 150-250 ไมโครเมตร
2. ชั่งแกลบหนัก 120 มิลลิกรัม เพื่อเตรียมปล่อยลงในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง
3. ชั่งตัวเร่งปฏิกิริยา 1.7 กรัม ใส่ลงในท่อชั้นนอก โดยใช้ quartz wool รองรับ จะได้ความสูงของตัวเร่งปฏิกิริยาประมาณ 1 เซนติเมตร
4. เปิดแก๊สไนโตรเจนซึ่งใช้เป็นแก๊สตัวพาเข้าสู่ระบบด้วยอัตราการไหลเข้าท่อชั้นใน 35 มิลลิลิตรต่อนาที และเข้าท่อชั้นนอก 115 มิลลิลิตรต่อนาที พร้อมทั้งเปิดเครื่องให้ความร้อนสำหรับผลิตไอน้ำ และเครื่องให้ความร้อนในการเกิดปฏิกิริยา
5. เมื่ออุณหภูมิในเครื่องปฏิกรณ์ถึงอุณหภูมิที่ต้องการ (700 800 และ 900 องศาเซลเซียส) ทำการเปิดเครื่องป้อนน้ำเพื่อผลิตไอน้ำ ที่ร้อยละของไอน้ำ 58 โดยปริมาตร รอจนเข้าสู่ภาวะคงที่ จากนั้นทำการป้อนแกลบจากทางด้านบนของเครื่องปฏิกรณ์
6. เก็บแก๊สที่ได้ทุกๆ 10 นาที เป็นเวลา 50 นาที โดยใช้ถุงเก็บแก๊ส ขนาด 2 ลิตร แล้วนำแก๊สที่เก็บได้ไปวิเคราะห์หาชนิดของแก๊สและสัดส่วนของแก๊สแต่ละชนิดด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ
7. ปิดเครื่องป้อนน้ำ เครื่องให้ความร้อนสำหรับผลิตไอน้ำ แก๊สไนโตรเจน และเครื่องให้ความร้อนในการเกิดปฏิกิริยา
8. เมื่ออุณหภูมิลดลงถึงอุณหภูมิห้อง จึงเก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์ของแข็ง ได้แก่ ส่วนที่เหลือ และตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ เพื่อนำไปวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ต่อไป
   - วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิว ด้วยเทคนิค scanning electron microscope
   - วิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะ
   - วิเคราะห์หาปริมาณโลหะในตัวเร่งปฏิกิริยา ด้วยเทคนิค X-ray fluorescence