หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

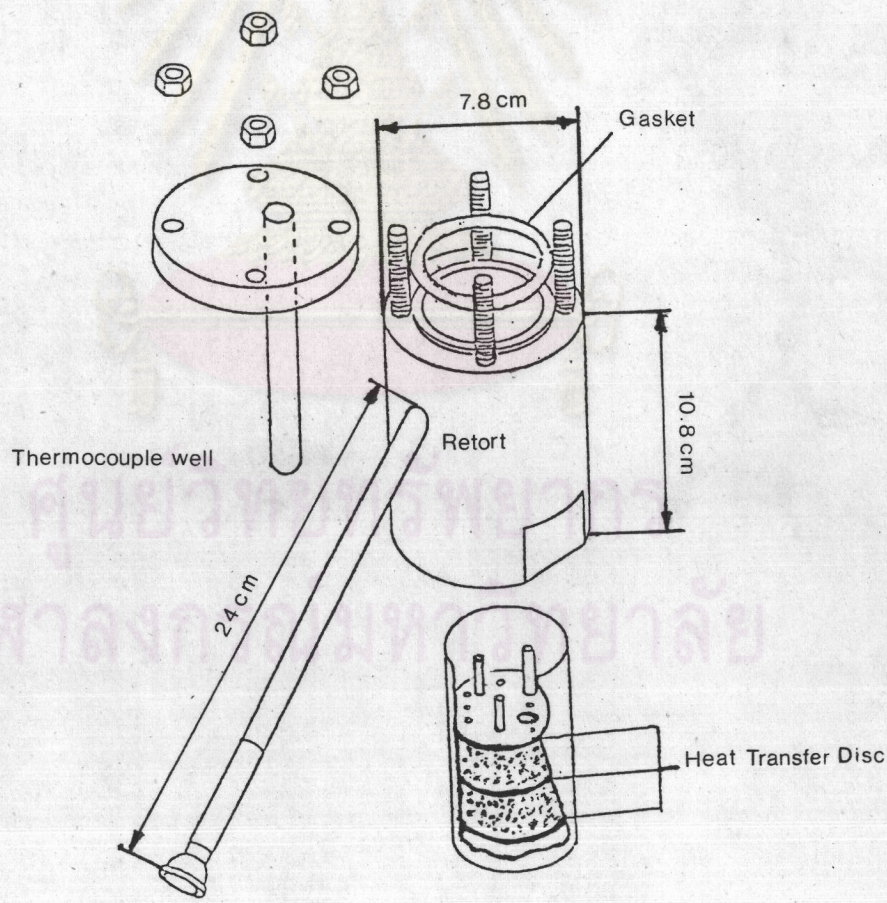
บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

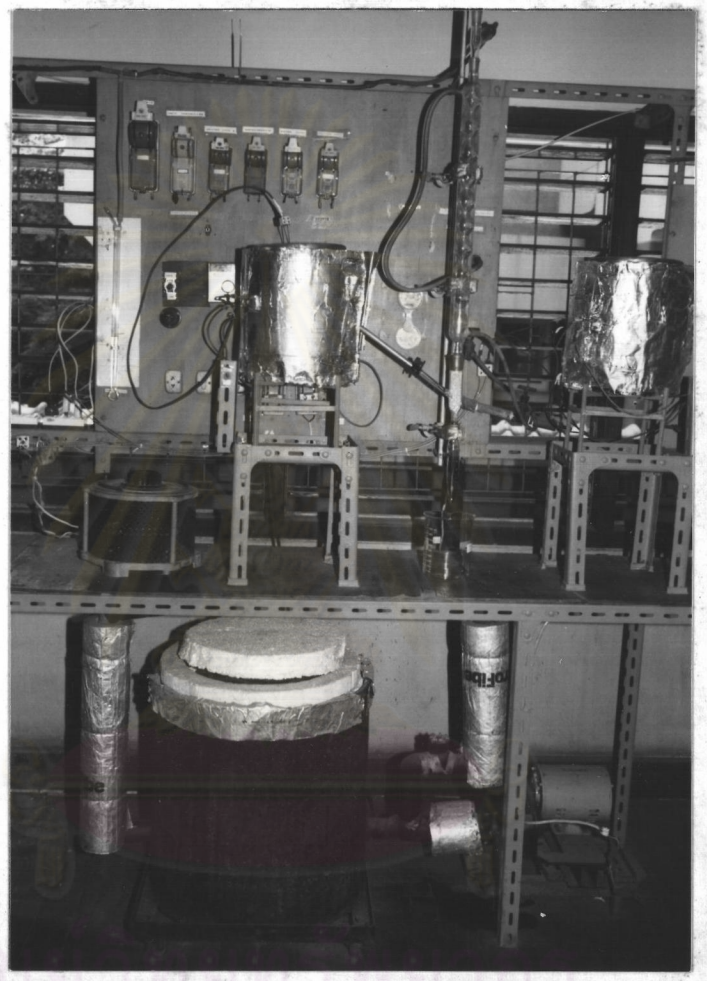
3.1 อุปกรณ์ทดลอง

3.1.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองระบบรีทอร์ทมาตรฐานแบบพิชเชอร์ (รูปที่ 3.2 ก และ ข) มีส่วนประกอบดังต่อไปนี้

3.1.1.1 รีทอร์ท (retort) (26) เป็นส่วนบรรจุถ่านหินลักษณะทรงกระบอกทำด้วยเหล็กปลอดสนิม (stainless steel) หนา 1.2 เซนติเมตร (ดังรูปที่ 3.1) มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 5.4 เซนติเมตร และสูง 10.8 เซนติเมตร มีท่อทางด้านข้างยื่นทำมุม 45 องศา ยาว 24 เซนติเมตรต่อเข้ากับหลอดดักไอ (adapter) นอกจากนี้ยังมีส่วนประกอบอื่น ๆ คือ มีประเก็น (gasket) ทนความร้อนอัดให้ฝารีทอร์ทปิดสนิท แผ่นกระจายความร้อน (heat transfer disc) 3 แผ่นกั้นถ่านหินออกเป็น 3 ชั้นสามารถบรรจุถ่านหินได้ครั้งละ 100 กรัม

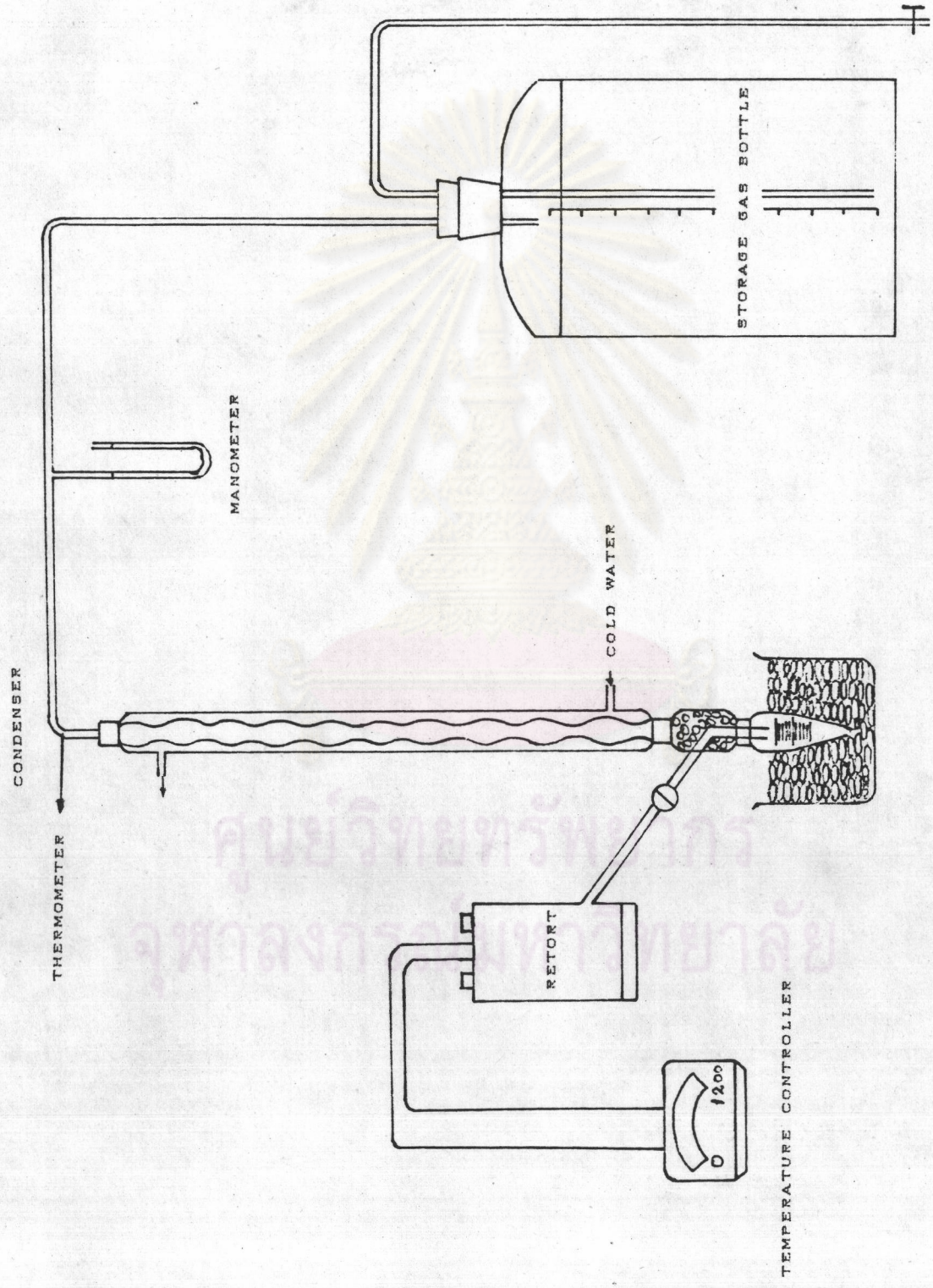


รูปที่ 3.1 แสดงรีทอร์ทมาตรฐานแบบพิชเชอร์และส่วนประกอบภายใน



รูปที่ 3.2 ก แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการคาร์บอไนซ์ในรีทอร์ทแบบพิชเชอร์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.2 แสดงระบบการคาร์บอไนซ์แบบพีซเซอร์รีทอร์ท

3.1.1.2 ระบบเครื่องควบแน่น (condenser) ประกอบด้วยหลอดดักไอที่ภายในบรรจุลูกแก้วเล็ก ๆ เต็มหลอด เพื่อแยกผลิตภัณฑ์ที่เป็นของเหลวไหลลงสู่หลอดรับน้ำมัน (receiver) ขนาด 50 มิลลิลิตร ซึ่งแช่อยู่ในน้ำแข็ง ภายในเครื่องควบแน่นมีอุณหภูมิระหว่าง 3-5 องศาเซลเซียส ต่อเข้าสู่ขวดเก็บก๊าซ โดยใช้วิธีให้ก๊าซแทนที่น้ำเกลือที่อิ่มตัว (เพื่อป้องกันการละลายน้ำของก๊าซบางตัว) และแมนอมิเตอร์เพื่อวัดความดันภายในระบบเทียบกับบรรยากาศ

3.1.1.3 เตาไฟฟ้าให้ความร้อน (electrical heater) มีลักษณะเป็นรูปทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 11 เซนติเมตร สูง 15 เซนติเมตร ภายในมีลวดต้านทานไฟฟ้า 3 ชุด ขนาดชุดละ 1,500 วัตต์ โดยมีฉนวนไฟฟ้าหุ้มกันความร้อนเป็นปูนทนไฟและใยเซรามิก (ceramic fibre) หนา 2.5 เซนติเมตร

3.1.1.4 เครื่องควบคุมอุณหภูมิแบบอัตโนมัติ (automatic temperature controller) ควบคุมอุณหภูมิในช่วง 0-1,200 องศาเซลเซียส ทำการควบคุมแบบเปิด-ปิดอัตโนมัติ (on-off controller) ใช้เทอร์โมคัปเปิล ชนิดโครเมล-อลูเมลแบบเค วัดอุณหภูมิภายในรีทอร์ท โดยสอดผ่านฝาเตาเข้าไปในรีทอร์ทซึ่งมีปลอกเทอร์โมคัปเปิล (thermocouple well) ติดอยู่

3.1.1.5 เครื่องทำน้ำหล่อเย็น (cooling water) เป็นถังทรงกระบอกทำด้วยเหล็กปลอดสนิม ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 50 เซนติเมตร ลึก 50 เซนติเมตร จุน้ำได้ประมาณ 0.1 ลูกบาศก์เมตร มีท่อหล่อเย็น (cooling coil) ขดล้อมรอบให้ความเย็นแก่น้ำในถังให้มีอุณหภูมิ 0-3 องศาเซลเซียส น้ำเย็นนี้จะถูกสูบขึ้นไปหมุนเวียนหล่อเย็นแก่เครื่องควบแน่นตลอดเวลา โดยใช้เครื่องสูบน้ำขนาด 1/8 แรงม้า

3.1.1.6 ระบบการเก็บก๊าซ (storage gas bottle) ก๊าซจากรีทอร์ทจะถูกเก็บไว้ในขวดเก็บก๊าซอาศัยหลักการแทนที่น้ำเกลือภายในขวด โดยมีวาล์วปล่อยให้น้ำเกลือในขวดเก็บก๊าซไหลออกมาในอัตราเร็วสัมพันธ์กับการผลิตก๊าซภายในรีทอร์ท เพื่อให้ระบบมีความดันเท่ากับบรรยากาศ โดยดูจากระดับน้ำในแมนอมิเตอร์

3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองในระบบฟลูอิไดซ์เบด (รูปที่ 3.3 ก และ ข) มีส่วนประกอบดังต่อไปนี้

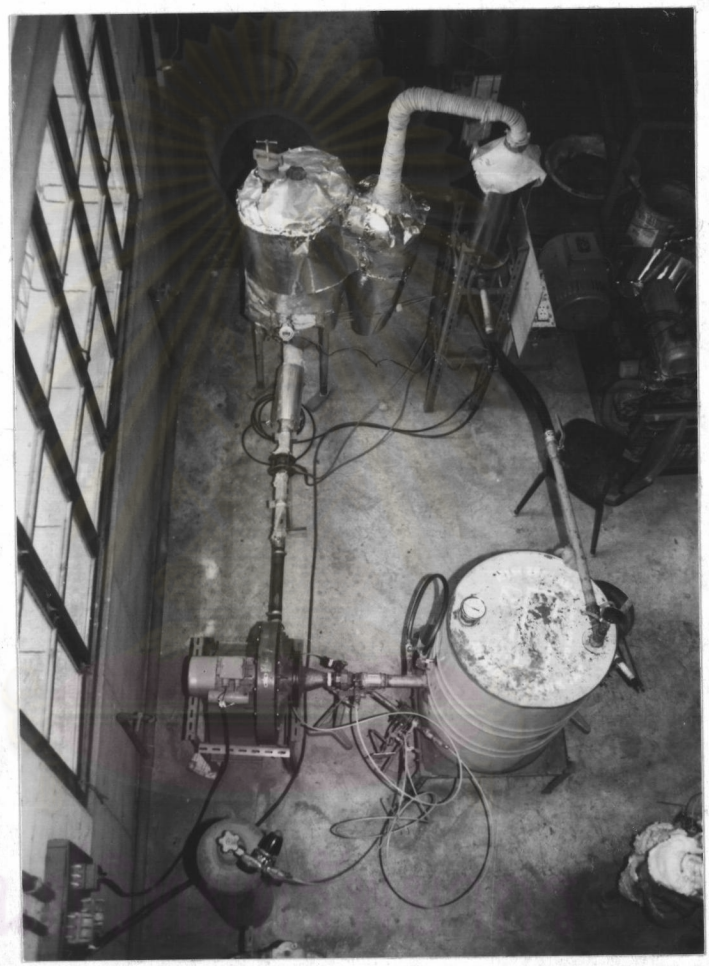
3.1.2.1 เตาแบบฟลูอิไดซ์เบด มีส่วนประกอบต่าง ๆ (รูปที่ 3.4) แบ่งออกได้เป็น 3 ส่วนดังนี้

ส่วนแรก (zone 1) เป็นส่วนล่างสุดจะทำหน้าที่กระจายอากาศจากเครื่องเป่าลมแรงดันสูง (blower) ก่อนเข้าเตาคาร์บอไนซ์ เป็นท่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 8 เซนติเมตร สูง 8 เซนติเมตร และมีช่องสำหรับสอดที่วัดอุณหภูมิซึ่งอยู่ตรงกลางของส่วนนี้ เพื่อวัดอุณหภูมิของก๊าซก่อนที่จะเข้าไปในเบด ส่วนบนนี้มีแผ่นกระจายก๊าซที่เข้าไป (distributor) เป็นแผ่นสเตนเลสเจาะรูพรุนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.3 มิลลิเมตร ทำหน้าที่กระจายอากาศให้สม่ำเสมอ

ส่วนที่สอง (zone 2) เป็นส่วนสำหรับคาร์บอไนซ์ถ่านหิน รูปทรงกระบอกทำจากเหล็กปลอดสนิมมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 6 เซนติเมตร สูง 43 เซนติเมตร และที่ความสูงจากแผ่นกระจายอากาศ 8 เซนติเมตร จะมีช่องว่างสำหรับสอดแท่งเทอร์โมคัปเปิลสำหรับวัดอุณหภูมิภายในเบด ที่ผิวภายนอกท่อพันรอบด้วยลวดความร้อน 2 ชุด ลวดความร้อนเส้นล่างมีกำลังไฟฟ้า 6,000 วัตต์และลวดความร้อนเส้นบนมีกำลังไฟฟ้า 2,000 วัตต์รอบ ๆ หุ้มด้วยใยเซรามิกและคอนกรีตทนไฟ เพื่อป้องกันการสูญเสียความร้อน

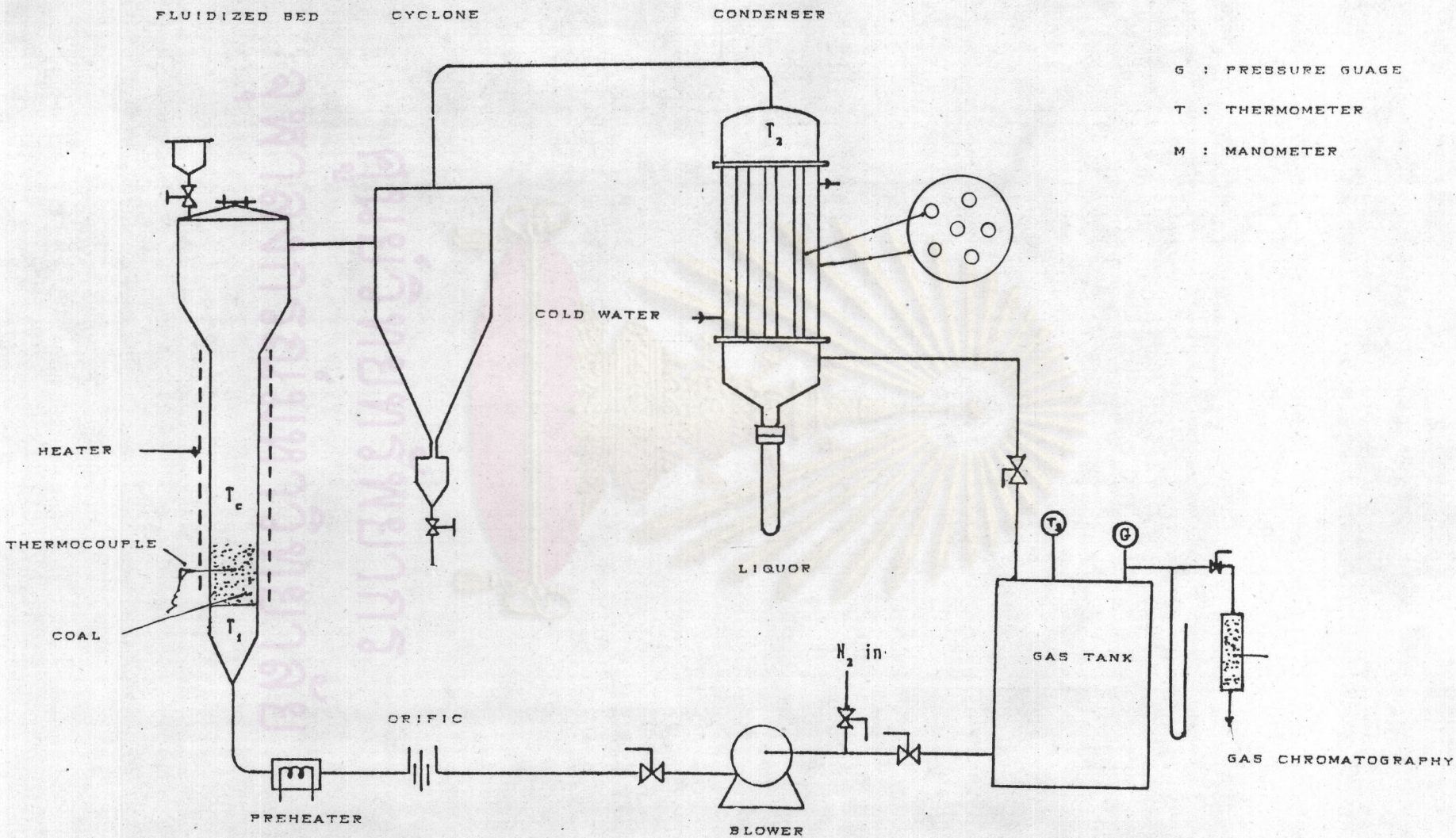
ส่วนที่สาม (zone 3) เป็นส่วนขยายจากส่วนที่สองมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 30 เซนติเมตร สูง 30 เซนติเมตร ทางด้านบนมีช่องต่อกับวาล์ว สำหรับเติมใส่ถ่านหินและมีช่องทางด้านข้างสำหรับเป็นทางออกของก๊าซที่ได้จากคาร์บอไนซ์เข้าไปในไซโคลน

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

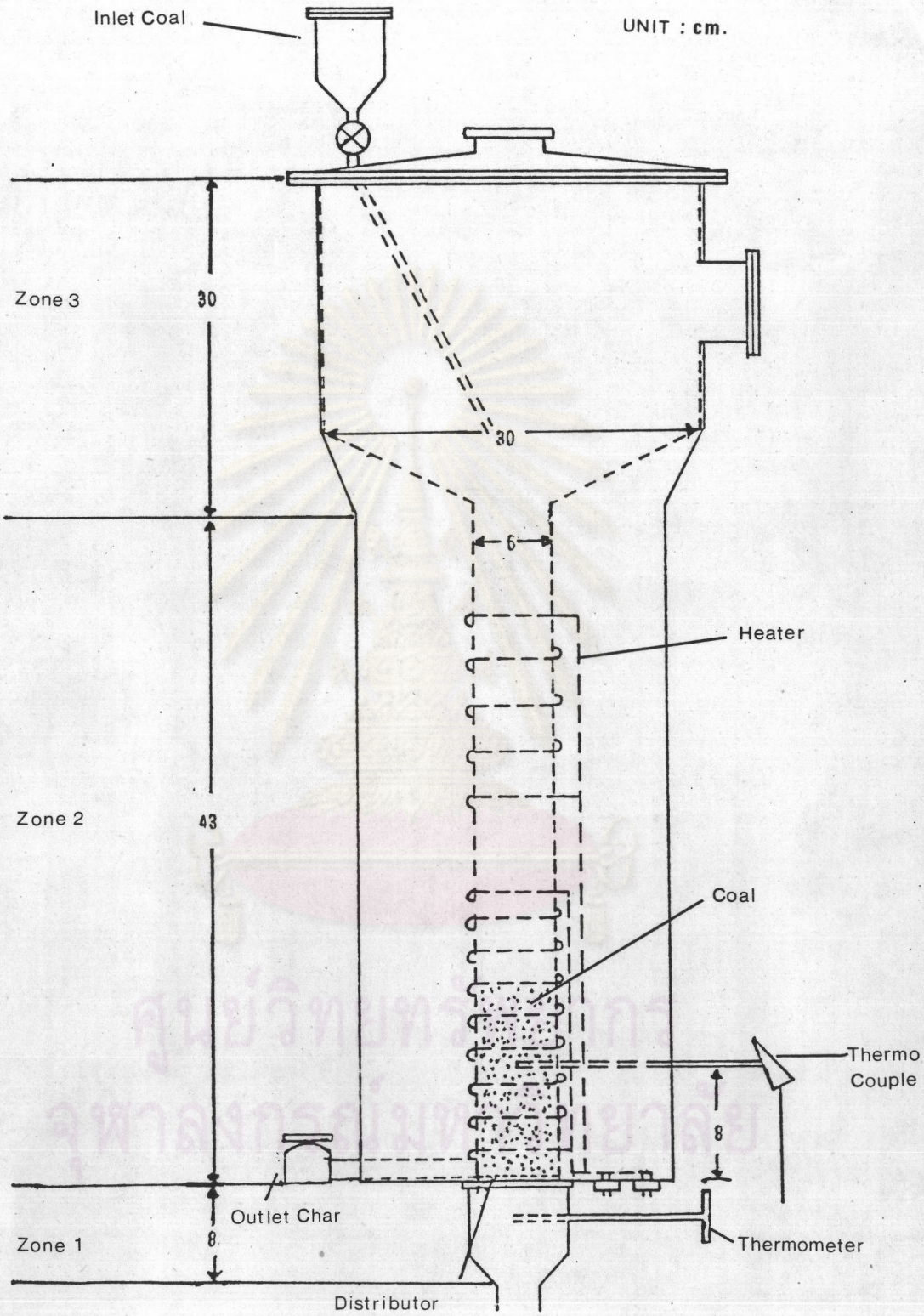


รูปที่ 3.3 ก แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการคาร์บอไนซ์แบบฟลูอิไดเซชัน

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.3 ข แสดงระบบการคาร์บอไนซ์แบบฟลูอิไดเซชัน



รูปที่ 3.4 แสดงสัดส่วนของเตาคาร์บอไนซ์แบบฟลูอิไดซ์เบด

3.1.2.2 เครื่องดักฝุ่นแบบไซโคลน (cyclone) เป็นเครื่องมือแยกอนุภาคขนาดเล็กที่แขวนลอยอยู่ในกระแสอากาศ อาศัยการหมุนของก๊าซซึ่งไหลเข้าเครื่องในแนวสัมผัส ทำให้ศูนย์กลางการหมุนเกิดความดันต่ำ อนุภาคซึ่งแขวนลอยอยู่จะถูกแยกออกทางด้านล่าง ก๊าซจะไหลออกทางด้านบน ไซโคลนที่ใช้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 25 เซนติเมตร สูง 50 เซนติเมตร

3.1.2.3 เครื่องควบแน่น ทำด้วยท่อเหล็กปลอดสนิม มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 เซนติเมตร สูง 75 เซนติเมตร ทางด้านบนต่อกับท่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 เซนติเมตร ภายในมีกลุ่มท่อขนาดเล็กอีก 6 ท่อ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางท่อละ 2 เซนติเมตร ด้านล่างต่อกับแท่งแก้วใส เพื่อรองรับของเหลวออกมา ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.2 เซนติเมตร สูง 50 เซนติเมตร ด้านข้างมีท่อต่อไปยังถังเก็บก๊าซ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.5 เซนติเมตร

3.1.2.4 ถังเก็บก๊าซ (gas tank) ทำหน้าที่เก็บก๊าซที่จะใช้หมุนเวียนภายในระบบฟลูอิไดซ์ ทำจากถังเหล็กชุบความจุ 0.2 ลูกบาศก์เมตร ด้านบนมีที่วัดอุณหภูมิและมีท่อต่อไปยังแมนอมิเตอร์กับท่อพลาสติกใสภายในบรรจุสารเคมีแคลเซียมคลอไรด์ ($CaCl_2$) เพื่อดูดความชื้นที่มีอยู่ในก๊าซที่ได้จากการคาร์บอไนซ์ จะไปรบกวนการวิเคราะห์ในเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี

3.1.2.5 เครื่องเป่าอากาศแรงดันสูง (blower) สำหรับป้อนอากาศให้หมุนเวียนภายในระบบใช้กำลังขับจากมอเตอร์ขนาด 1 แรงม้า

3.1.2.6 หน่วยเพิ่มความร้อนของก๊าซหมุนเวียน (preheater) มีลักษณะเป็นท่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 เซนติเมตร ยาว 14 เซนติเมตร ภายในมีลวดความร้อนขนาด 1,000 วัตต์พันรอบอยู่

3.1.2.7 เครื่องวัดอุณหภูมิ การควบคุมอุณหภูมิในเบด ใช้ระบบการควบคุมแบบเปิด-ปิดอัตโนมัติ (automatic on-off controller) ใช้เทอร์โมคัปเปิล ชนิดโครเมล-อลูเมลแบบเค ควบคุมอุณหภูมิในช่วง 0-1,200 องศาเซลเซียส โดยสอดผ่านเข้าไปในตัวเบดที่มีช่องเจาะไว้อยู่

3.1.2.8 ระบบเครื่องทำน้ำเย็น เป็นถังทรงกระบอก ทำด้วยเหล็กปลอดสนิมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 51 เซนติเมตร ลึก 72.5 เซนติเมตร มีท่อหล่อเย็นขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.97 เซนติเมตร ขดล้อมรอบขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 30.5 เซนติเมตรทั้งหมด 26 วงให้ความเย็นแก่น้ำในถังให้มีอุณหภูมิ -10 ถึง 20 องศาเซลเซียส ภายในถังมีใบกวนเพื่อทำให้ถังมีอุณหภูมิสม่ำเสมอตลอดทั่วทั้งถัง น้ำเย็นนี้จะถูกสูบขึ้นไปหมุนเวียนหล่อเย็นแก่เครื่องควบแน่นตลอดเวลาที่ทำการทดลอง โดยใช้เครื่องสูบน้ำขนาด 1/3 แรงม้า

3.1.3 เครื่องบดถ่านหิน อุปกรณ์ที่ใช้ในการบดย่อยถ่านหินให้มีขนาดเล็กลงคือเครื่องบดแบบฆ้อนเหวี่ยง (hammer mill) อาศัยหลักการเหวี่ยงของแท่งเหล็ก ทำให้ถ่านหินที่มีขนาดใหญ่แตกเป็นชิ้นเล็ก ๆ ตกผ่านตะแกรงรองรับด้านล่าง ซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.95 เซนติเมตร

3.1.4 เครื่องคัดขนาดถ่านหิน อุปกรณ์ที่ใช้เป็นเครื่องร่อนแยกขนาดมาตรฐานแบบสั่นสะเทือน (test seive shacker) มีลักษณะเป็นถาดวางซ้อนกันเป็นชั้น ๆ เพื่อแยกเม็ดถ่านหินให้ได้ขนาดในช่วง 4.0-6.0, 2.0-4.0, 1.0-2.0 และ 0.5-1.0 มิลลิเมตร ตามลำดับ

3.2 วัตถุดิบ

ถ่านหินเป็นวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัทแพร่ลิกไนต์จำกัด จากแหล่งเหมืองบ้านปู อำเภอลี้ จังหวัดลำพูน นำมาบดและแบ่งตัวอย่างเป็น 4 ช่วงขนาด คือ 0.5-1.0, 1.0-2.0, 2.0-4.0 และ 4.0-6.0 มิลลิเมตรตามลำดับ ตามมาตรฐาน ASTM D 2013 (27) ดังรูปที่ 3.5

รูปที่ 3.5 แสดงขนาดต่าง ๆ ของอนุภาคถ่านหิน

3.3 วิธีการดำเนินการทดลองแบ่งขั้นตอนดำเนินการทดลองแต่ละระบบดังนี้ คือ

3.3.1 การคาร์บอไนซ์ในรีทอร์ทมาตรฐานแบบพิชเชอร์

3.3.1.1 วิธีการทดลอง

ก. ชั่งถ่านหินหนัก 100.0 กรัม เทใส่รีทอร์ทแล้วนำมาวางไว้ในเตาไฟฟ้า ปิดฝาเตาพร้อมกับสอดแท่งเทอร์โมคัปเปิลเข้าไปในรีทอร์ท เปิดสวิทช์ให้อุณหภูมิเพิ่มขึ้นทีละ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที เมื่ออุณหภูมิเพิ่มถึง 40-50 องศาเซลเซียส อากาศที่อยู่ภายในจะขยายตัว ทำให้ระดับของแมนอมิเตอร์ต่างกัน ให้เปิดท่อเพื่อระบายอากาศที่อยู่ภายในขยายตัวออกไป แล้วปิดท่อทางออก

ข. ไอของสารระเหยจะออกมาตามท่อรีทอร์ท ผ่านเข้าไปในหลอดดักไอควบแน่นเป็นของเหลว หยดลงไปในหลอดรับของเหลวที่แช่ในน้ำแข็งและควบแน่นที่คอนเดนเซอร์ที่มีอุณหภูมิ 3-5 องศาเซลเซียส ไอของสารระเหยจะผ่านออกไปยังขวดเก็บก๊าซที่อุณหภูมิห้องและปรับระดับน้ำให้ไหลออก เพื่อให้ความดันภายในระบบเท่ากับความดันบรรยากาศ

ค. เมื่อคาร์บอไนซ์ถึงอุณหภูมิที่ต้องการแล้ว ให้ควบคุมอุณหภูมิให้คงที่จนความดันภายในเท่ากับความดันบรรยากาศจึงหยุดการทดลอง ปิดสวิทช์และปล่อยอุณหภูมิของรีทอร์ทลดลงถึงอุณหภูมิห้อง

ง. ชั่งน้ำหนักถ่านชาร์ในรีทอร์ท น้ำมันทาร์กับของเหลวใสและอ่านปริมาตรก๊าซที่ได้

3.3.1.2 ตัวแปรที่ศึกษาในการทดลองนี้ คือ

ก. ขนาดของอนุภาคถ่านหิน คือ 0.5-1.0, 1.0-2.0, 2.0-4.0 และ 4.0-6.0 มิลลิเมตร

ข. อุณหภูมิของการคาร์บอไนซ์ คือ 250, 325, 400, 475, 550 และ 600 องศาเซลเซียส

โดยกำหนดให้ระบบมีความดันเท่ากับบรรยากาศตลอดการทดลอง

3.3.2 การคาร์บอไนซ์ในฟลูอิไดซ์เบด

3.3.2.1 วิธีการทดลอง

ก. ชั่งถ่านหินหนัก 200.0 กรัม ใส่เข้าไว้ในเบดก่อนทางด้านบน เปิดก๊าซไนโตรเจน (N_2) เข้าระบบ ความดัน 1.2 บรรยากาศวัดจากมาตรวัดความดันที่ถังก๊าซไนโตรเจน เพื่อไล่อากาศที่อยู่ภายในเบดออก โดยเปิดวาล์วทางด้านที่จะไปวิเคราะห์ก๊าซโครมาโทกราฟี ด้วยปริมาณอัตราการป้อน 0.02 ลูกบาศก์เมตรต่อนาทีเป็นเวลา 30 นาที แล้วปิดวาล์วเพื่อให้เป็นระบบปิด

I17512609

ข. เปิดเครื่องเป่าลมแรงดันสูงปรับวาล์วด้านทางออกให้ความเร็วลมมีค่าเท่ากับความเร็วลมต่ำสุดของถ่านหินแต่ละขนาด (ภาคผนวก ก.1) โดยดูจากผลต่างของระดับน้ำในแมนอมิเตอร์ที่ต่อมาจากออริฟิก

ค. เปิดหน่วยเพิ่มความร้อน ระบบน้ำหล่อเย็นที่มีอุณหภูมิ 3-5 องศาเซลเซียส และลวดความร้อนให้มีอัตราความร้อนเพิ่มขึ้น 5 องศาเซลเซียสต่อนาที โดยใช้ระบบควบคุมเปิดปิดแบบอัตโนมัติ จนถึงอุณหภูมิที่ต้องการ

ง. ไอน้ำและสารระเหยต่าง ๆ ภายในเบด ไหลผ่านไซโคลนเพื่อแยกฝุ่นที่ปะปนกันมาออกจากกัน ไอน้ำและสารระเหยจะผ่านต่อไปยังเครื่องควบแน่น กลายเป็นหยดน้ำและน้ำมันทาร์ หยดลงในหลอดรองรับ

จ. ส่วนของไอที่เหลือและก๊าซจะไหลผ่านต่อไปที่ถังเก็บก๊าซซึ่งจะถูกเครื่องเป่าลมดูดไหลเวียนกลับเข้าระบบอีก

ฉ. เมื่อถึงอุณหภูมิที่ต้องการจะควบคุมให้อุณหภูมิคงที่อีกนาน 20 นาทีปิดระบบให้ความร้อนทั้งหมดเพื่อให้อุณหภูมิภายในเบดลดลงจนถึงอุณหภูมิห้อง จึงปิดเครื่องเป่าลมแรงดันสูงและก๊าซไนโตรเจน แล้วเปิดเอาถ่านชาร์และของเหลวไปชั่งและวิเคราะห์คุณสมบัติต่อไป

3.3.2.2 ตัวแปรที่ศึกษาในการทดลองนี้ คือ

ก. ขนาดของอนุภาคถ่านหิน คือ 0.5-1.0, 1.0-2.0, 2.0-4.0 และ 4.0-6.0 มิลลิเมตร

ข. อุณหภูมิของการคาร์บอไนซ์ คือ 325, 400, 475, 550 และ 600 องศาเซลเซียส

โดยกำหนดให้มีค่าความเร็วลมต่ำสุดของแต่ละอนุภาค (ในภาคผนวก ก) ที่เกิดการฟลูอิไดซ์ตลอดการทดลองและความดันของระบบเท่ากับบรรยากาศ โดยดูจากระดับน้ำในแมนอมิเตอร์ที่ถังเก็บก๊าซ ในสภาวะของก๊าซไนโตรเจน

3.4 ระบบการชักและวิเคราะห์ตัวอย่าง

ภายหลังจากการคาร์บอไนซ์มีผลิตภัณฑ์หลักอยู่ 3 ประเภท ที่จะนำมาวิเคราะห์ต่อในแต่ละระบบ คือ

3.4.1 ถ่านหินและถ่านชาร์

นำตัวอย่างที่ได้ไปบดด้วยเครื่องบดแบบละเอียด แล้วนำไปร่อนผ่านตะแกรงขนาดมาตรฐาน 250 ไมโครเมตร (27) เก็บตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์ไว้ในถุงพลาสติกปิดปากถุง

ให้แน่น จะได้ตัวอย่างถ่านหินและถ่านชาร์ที่ใช้วิเคราะห์ตามวิธีดังต่อไปนี้

คาร์บอนคงตัว	ASTM D 3172 (28)
ปริมาณความชื้น	ASTM D 3173 (29)
เถ้า	ASTM D 3174 (30)
สารระเหย	ASTM D 3175 (31)
ค่าความร้อน	ASTM D 2015 (32)
กำมะถันรวม	ASTM D 3177 (33)

3.4.2 น้ำมันทาร์

นำของเหลวที่ชั่งได้มาแยกด้วยวิธีการสกัดในสารละลายคลอโรฟอร์ม แยกชั้นคลอโรฟอร์มไปกรองบนกระดาษกรองเบอร์ 1 เพื่อแยกพวกผงถ่านชาร์ที่ปะปนอยู่ นำสารละลายที่กรองได้ไประเหยเอาคลอโรฟอร์มออก ชั่งน้ำหนักหาปริมาณน้ำมันทาร์และเก็บไว้วิเคราะห์ต่อไป

กลุ่มโครงสร้าง (34) (35)

ค่าความร้อน ASTM D 240 (36) (เฉพาะในรีทอร์ทแบบพิชเชอร์)

กำมะถันรวม ASTM D 129 (37) (เฉพาะในรีทอร์ทแบบพิชเชอร์)

3.4.3 การวิเคราะห์ก๊าซ

การวิเคราะห์ก๊าซที่ได้จากคาร์บอไนซ์ในระบบฟลูอิไดซ์เบด โดยการต่อท่อจากถังเก็บก๊าซผ่านท่อดูดความชื้น ซึ่งบรรจุสาร $CaCl_2$ เพื่อป้องกันไอน้ำไปรบกวนการวิเคราะห์ก๊าซ เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ ได้แก่ ก๊าซโครมาโทกราฟีรุ่น GC 121 MB และ เครื่องบันทึกข้อมูลของ Shimadzu รุ่น Chromatopac C-R3A เป็นการวิเคราะห์หาองค์ประกอบของก๊าซ คือ CH_4 CO_2 และ O_2

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย