



บทที่ 3

อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

3.1 อุปกรณ์การทดลอง

3.1.1 ขั้นตอนการทำความสะอาดแกลบ

อุปกรณ์ที่ใช้ คือ เครื่องซักผ้า

3.1.2 ขั้นตอนการสกัดสารอินทรีย์ และอนินทรีย์

อุปกรณ์ที่ใช้ คือ อ่างน้ำมันขนาดกว้าง 38 เซนติเมตร ยาว 88 เซนติเมตร สูง 34 เซนติเมตร ประกอบด้วยขดลวดความร้อนขนาดกำลังไฟฟ้า 3,000 วัตต์ เครื่องควบคุมอุณหภูมิอัตโนมัติควบคุมอุณหภูมิในช่วง 0-400 องศาเซลเซียส และอุปกรณ์ในการรีฟลักซ์ (reflux) ได้แก่ ขวดก้นกลมขนาด 10 ลิตร และคอนเดนเซอร์

3.1.3 ขั้นตอนการคาร์บอนไนซ์

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองแบบฟลูอิดไคเซชันมีส่วนประกอบดังต่อไปนี้

3.1.3.1 เตาเผาแบบฟลูอิดไคเซชันมีส่วนประกอบแบ่งเป็น 3 ส่วน คือ ส่วนแรก(zone 1) เป็นส่วนล่างสุดทำหน้าที่กระจายก๊าซจากเครื่องเป่าลม(blower)ก่อนเข้าเตา เป็นท่อทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 8 เซนติเมตร สูง 8 เซนติเมตร ส่วนบนมีแผ่นกระจายก๊าซ(distributor)เป็นแผ่นเหล็กปลอดสนิมเจาะรูพรุน มีขนาด 200 เมช ทำหน้าที่กระจายก๊าซให้สม่ำเสมอ

ส่วนที่สอง(zone 2) เป็นส่วนสำหรับการคาร์บอนไนซ์ มีลักษณะเป็นทรงกระบอกทำจากเหล็กปลอดสนิมมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 5 เซนติเมตร สูง 43 เซนติเมตร และที่ความสูงจากแผ่นกระจายก๊าซ 8 เซนติเมตรจะมีช่องสำหรับสอดเทอร์โมคัปเปิลสำหรับวัดอุณหภูมิภายในเบด ฉนวนกักเก็บด้วยขดลวดความร้อนกำลังไฟฟ้า 2,500 วัตต์ เ็นงเตาทำด้วยคอนกรีตทนไฟ และหุ้มภายนอกด้วยใยเซรามิกกักเก็บความร้อนเพื่อป้องกันการสูญเสียทางความร้อน

ส่วนที่สาม(zone 3) เป็นส่วนขยายจากส่วนที่สองมีลักษณะเป็นทรงกรวย มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 เซนติเมตร สูง 30 เซนติเมตร ทางด้านบนมีช่องปิด-เปิดสำหรับใส่เกลบ และมีช่องต่อไปยังตัวแยกฝุ่น(cyclone)

3.1.3.2 ตัวแยกฝุ่นของแข็ง

เป็นเครื่องแยกอนุภาคของแข็งขนาดเล็กในก๊าซ โดยอาศัยการหมุนของก๊าซที่ไหลเข้าเครื่อง ในแนวสัมผัส แยกของแข็งออกมาทางด้านล่าง ก๊าซจะไหลออกทางด้านบน ซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 25 เซนติเมตร สูง 50 เซนติเมตร

3.1.3.3 เครื่องแลกเปลี่ยนความร้อน

เป็นเครื่องแลกเปลี่ยนความร้อนแบบท่อ(shell and tube) ทำจากเหล็กปลอดสนิม มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 เซนติเมตร สูง 75 เซนติเมตร ภายในมีท่อขนาดเล็กเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 เซนติเมตร จำนวน 6 ท่อ ทำหน้าที่ควบแน่นสารระเหยที่มีอยู่ในก๊าซ

3.1.3.4 ถังเก็บก๊าซ

ลักษณะเป็นถังทรงกระบอกมีฝาปิด มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 50 เซนติเมตร สูง 40 เซนติเมตร ทำจากเหล็กปลอดสนิม ใช้สำหรับเก็บก๊าซที่ใช้หมุนเวียนในระบบ

3.1.3.5 เครื่องป้อนก๊าซแรงดันสูง(blower)

สำหรับป้อนก๊าซเข้าไปในเตาใช้กำลังขับเคลื่อนมอเตอร์ขนาด 1 แรงม้า

3.1.3.5 หน่วยเพิ่มความร้อนของก๊าซ

มีลักษณะเป็นท่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 เซนติเมตร ยาว 35 เซนติเมตร ภายในมีขดลวดความร้อนขนาดกำลังไฟฟ้า 1,500 วัตต์พันอยู่

3.1.3.6 เครื่องควบคุมอุณหภูมิแบบอัตโนมัติ(automatic temperature controller)

เป็นวงจรทางไฟฟ้าที่มีสวิทช์แม่เหล็ก(magnetic contactor) ควบคุมการป้อนกระแสให้แก่ขดลวดความร้อน โดยมีเทอร์โมคัปเปิล ชนิดโครเมล-อลูเมล แบบเค ควบคุมอุณหภูมิในช่วง 0-1000 องศาเซลเซียส โดยสอดผ่านเข้าทางด้านข้างของเตา

3.1.6 อุปกรณ์การชั่งและวิเคราะห์ตัวอย่าง

ตัวอย่างในรูปของแข็ง ใช้อุปกรณ์ที่ทำจากพลาสติก ต่อกับเครื่องดูดฝุ่นที่มีแรงดูดสูง เพื่อดูดตัวอย่างแกลบที่ได้จากการคาร์บอนไนซ์มาเก็บไว้ ส่วนก๊าซจะถูกดูดผ่านคอลัมน์ของแคลเซียมคลอไรด์เพื่อดูดความชื้นด้วยปั๊มสุญญากาศ ผ่านมาตามสายยาง แล้วจึงใช้เข็มแทงเข้าไปในสายยางเพื่อดูดเอาก๊าซแห้งมาวิเคราะห์

การวิเคราะห์คุณสมบัติของแกลบที่ได้จากการคาร์บอนไนซ์

- ใช้การวิเคราะห์โดยประมาณ (proximate analysis) ตามมาตรฐานที่กำหนด ได้แก่ ความชื้น (ASTM D3173), เถ้า (ASTM D3174) และสารระเหย (ASTM D3175)
- การวิเคราะห์องค์ประกอบของก๊าซในกระบวนการคาร์บอนไนซ์
- นำก๊าซไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟฟี รุ่น GC 121 MB ที่ต่อกับเครื่องบันทึก Shimadzu C-R6A chromatopac ที่แสดงผลออกมาในรูปของโครมาโตแกรมที่มีการคำนวณพื้นที่พีคแบบอินทิเกรท ซึ่งจะนำไปใช้คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของก๊าซแต่ละชนิดได้

3.2 การเตรียมวัตถุดิบ

3.2.1 ขั้นตอนการทำความสะอาดแกลบ

ก. ชั่งแกลบหนัก 1,150 กรัม ใส่ลงในเครื่องซักผ้าที่มีการไหลเวียนของน้ำ เพื่อแยกเศษดิน และเศษใบไม้ออกจากแกลบ

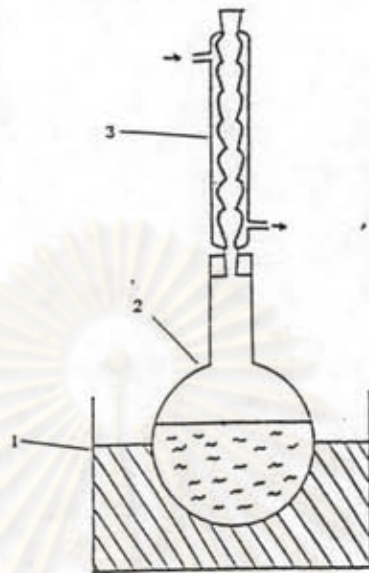
ข. นำแกลบที่ได้จากการล้างน้ำมาอบแห้งที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

3.2.2 ขั้นตอนการสกัดสารอินทรีย์ และสารอนินทรีย์

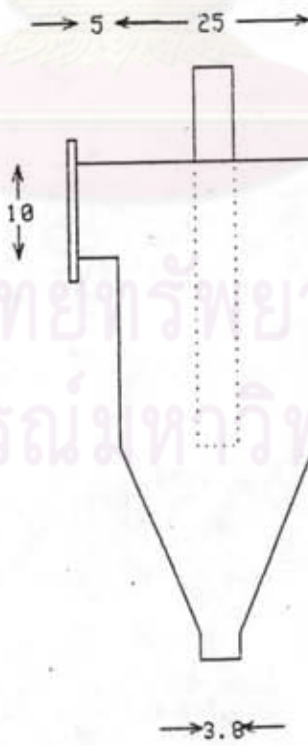
ก. นำแกลบที่เตรียมได้จากขั้นก่อน 3.2.1 มาประมาณ 500 กรัม ต้มกับกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร ปริมาตร 5 ลิตร เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

ข. นำแกลบที่ผ่านการต้มกรดแล้วมาล้างด้วยน้ำจนหมดความเป็นกรด

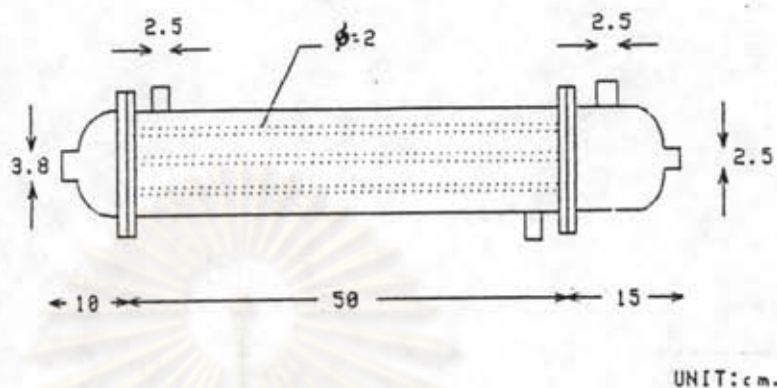
ค. นำแกลบที่ล้างกรดออกแล้วมาอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



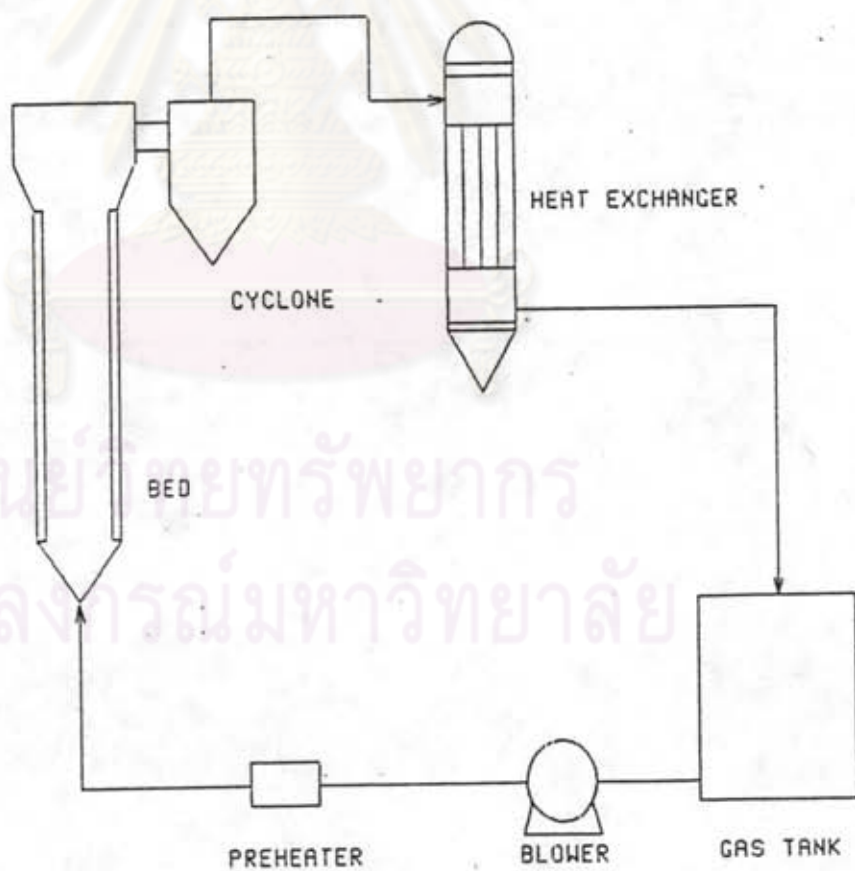
รูปที่ 3.1 การต้มแก๊สด้วยกรตไฮโดรคลอริก โดยการรีฟลักซ์ในอ่างน้ำมัน



รูปที่ 3.2 สัดส่วนของไซโคลนที่ต่อกับเตาคาร์บอนไนซ์



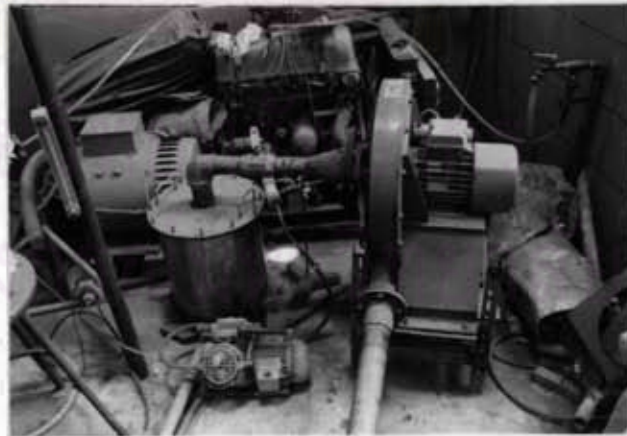
รูปที่ 3.3 สัดส่วนของเครื่องแลกเปลี่ยนความร้อน



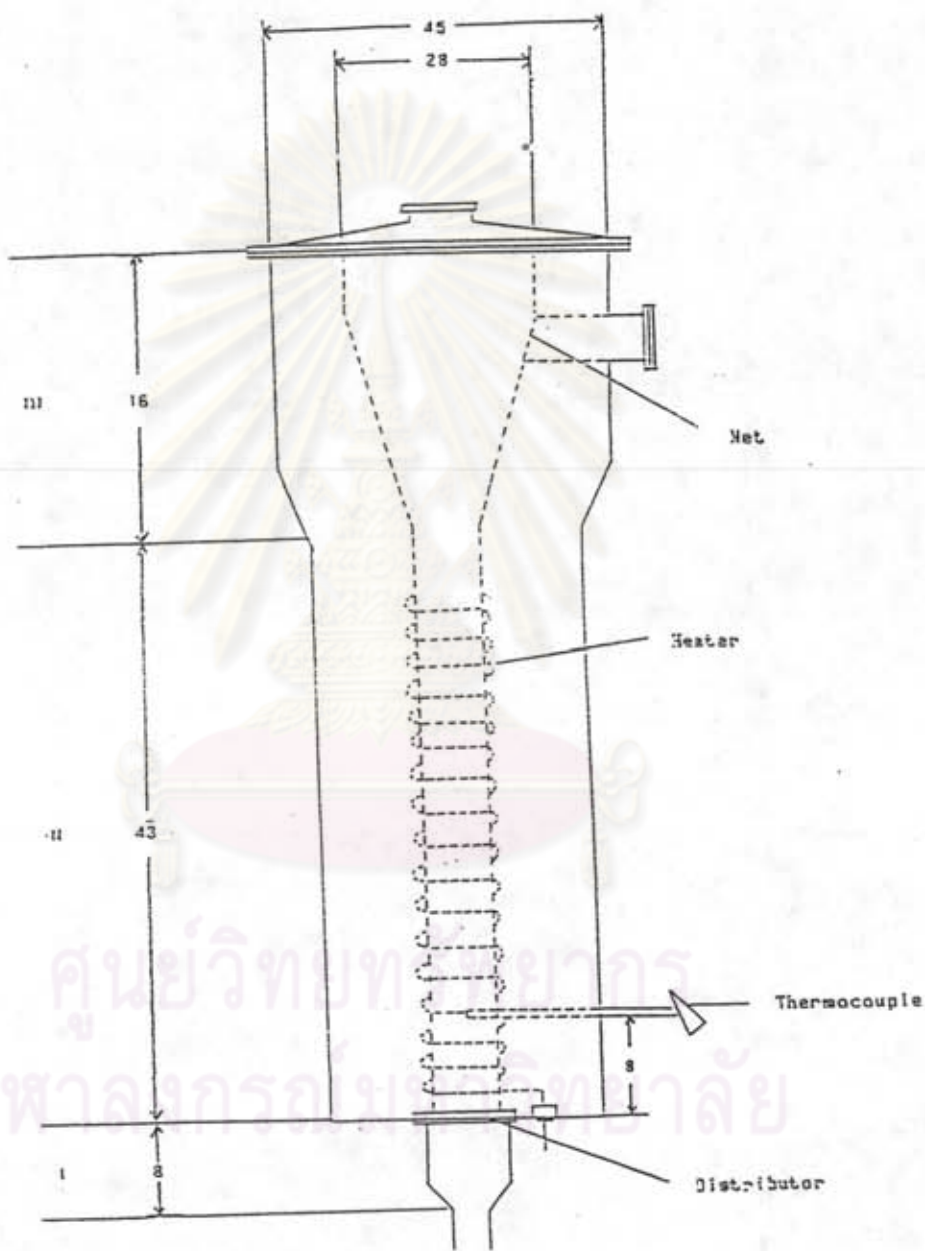
รูปที่ 3.4 แผนผังการทำงานของกระบวนการคาร์บอน



รูปที่ 3.5 เตาคาร์บอนไนซ์แบบฟลูอิดไคซ์เบด



รูปที่ 3.6 เครื่องป้อนก๊าซ และถังเก็บก๊าซไหลเวียน



รูปที่ 3.7 สัดส่วนของเตาคาร์บอนแบบฟลูอิดไรส์เบด

3.3 วิธีดำเนินการทดลอง

การคาร์บอนไนซ์ในเตาฟลูอิดไธซ์เบดมีขั้นตอนการทดลอง ดังต่อไปนี้

ก. ชั่งแกลบจากขั้นตอนที่ 3.2.2 ตามที่ต้องการ ใส่ลงในเตาฟลูอิดไธซ์เบดทางปากเตาด้านบน และทำการปิดฝาเตา

ข. เปิดก๊าซไนโตรเจนเข้าสู่ระบบ เพื่อไล่อากาศที่อยู่ภายในเบด ไฮโคลน เครื่องแลกเปลี่ยนความร้อน ดังเก็บก๊าซไหลเวียน และท่อต่างๆออก ประมาณ 5 นาที

ค. เปิดเครื่องป้อนอากาศเพื่อให้มีการไหลเวียนของก๊าซภายใน โดยที่ยังมีก๊าซไนโตรเจนป้อนเข้าสู่ระบบอย่างต่อเนื่อง เป็นเวลา 10 นาที ด้วยอัตราการไหลของก๊าซ 2 ลิตรต่อนาที หลังจากนั้นหยุดป้อนก๊าซไนโตรเจน

ง. เปิดปั๊มสุญญากาศเพื่อทำการดึงตัวอย่างก๊าซในระบบออกมาวิเคราะห์ เพื่อตรวจสอบปริมาณของก๊าซออกซิเจนในระบบ ก่อนทำการทดลอง

จ. เมื่อปริมาณก๊าซออกซิเจนต่ำกว่า 10 เปอร์เซ็นต์ เริ่มทำการปรับวาล์วให้ก๊าซไหลผ่านเบดมากขึ้นทีละน้อย จนกระทั่งถึงอัตราไหลของก๊าซ 3 เซนติเมตรต่อวินาที

ฉ. เปิดน้ำหล่อเย็นเข้าเครื่องแลกเปลี่ยนความร้อนแล้วเปิดสวิตช์หน่วยเพิ่มความร้อนก๊าซ และลดอุณหภูมิที่ส่วนกระจายก๊าซ

ช. เปิดสวิตช์ลดอุณหภูมิตัวหลัก และปรับอัตราการให้ความร้อน ดังนี้

ทำการคาร์บอนไนซ์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส 5 นาที

ทำการคาร์บอนไนซ์ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส 10 นาที

ทำการคาร์บอนไนซ์ที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส 10 นาที

ซ. รอกจนกระทั่งอุณหภูมิของเตาฟลูอิดไธซ์เบดถึงอุณหภูมิที่ต้องการ ทำการปรับอัตราไหลของก๊าซตามต้องการ แล้วเริ่มทำการจับเวลา

ณ. เมื่อครบกำหนดเวลาในการทดลองตามที่ต้องการแล้ว เปิดปั๊มสุญญากาศเพื่อดึงเอาผลิตภัณฑ์ในรูปของก๊าซไปวิเคราะห์

ญ. ทำการปิดสวิตช์ลดอุณหภูมิตัวหลัก หน่วยเพิ่มความร้อนแก๊ส และลดอุณหภูมิที่ส่วนกระจายอากาศ

ช. เมื่ออุณหภูมิภายในเตาฟลูอิดไธซ์ลดลงถึงอุณหภูมิห้อง ทำการปิดวาล์วเพื่อลดอัตราการป้อนก๊าซ และทำการปิดสวิตช์เครื่องป้อนก๊าซ พร้อมกับปิดน้ำหล่อเย็นของเครื่องแลกเปลี่ยนความร้อนแล้วเก็บตัวอย่างที่ได้นำไปวิเคราะห์

3.3.1 ตัวแปรที่ศึกษาในการทดลองนี้ คือ

- ก. ปริมาณแกลบ 30, 45 และ 60 กรัม
- ข. เวลาที่แกลบอยู่ในเตา 15, 30, 45 และ 60 นาที
- ค. อุณหภูมิของการคาร์บอไนซ์ 300 ถึง 600 องศาเซลเซียส
- ง. อัตราการไหลของก๊าซ 1.2 , 1.6, 2.0 และ 2.4 เซนติเมตรต่อวินาที

3.4 วัตถุประสงค์

แกลบที่ผ่านการการปรับสภาพด้วยการล้างน้ำ และต้มด้วยกรดไฮโดรคลอริก 1 โมลต่อลิตร เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ตามขั้นตอนต่างๆมีลักษณะดังรูปข้างล่าง



รูปที่ 3.8 ลักษณะของแกลบที่ผ่านการปรับสภาพจากขั้นตอนต่างๆ

- ก. ล้างด้วยน้ำ
- ข. ผ่านการต้มด้วยกรดไฮโดรคลอริก