บทที่ 3

เครื่องมือและวิธีการทดลอง

3.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ ทำการทดลองโดยใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบถังกวนไม่ต่อเนื่อง (Batch-stirred tank reactor)

3.1.1 เครื่องปฏิกรณ์

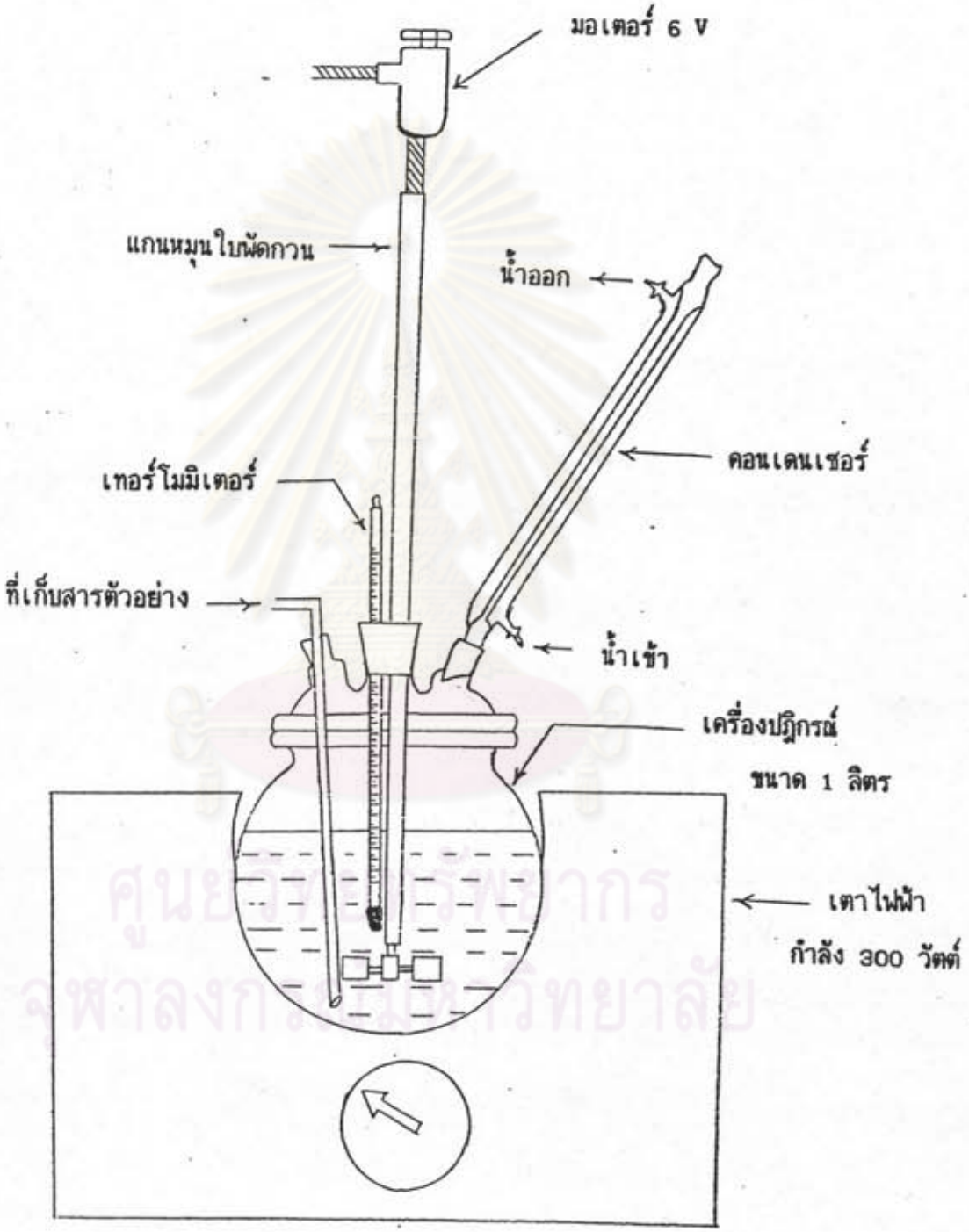
ชุดเครื่องปฏิกรณ์ แสดงดังรูปที่ 3.1 ซึ่งประกอบด้วย ขวดก้นกลมแบบสามคอ ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร คอกลางต่อเข้ากับเครื่องกวนที่เป็นมอเตอร์ขนาด 6 โวลต์ ต่อกับแกนใบพัดกวน เพื่อกวนให้สารละลายกับถ่านหินรวมเป็นเนื้อเดียวกันอย่างดีตลอดเวลา และเสียบเทอร์โมมิเตอร์เพื่ออ่านอุณหภูมิขณะทำการทดลอง คออีกสองคอ คอหนึ่งต่อเข้ากับเครื่องควบแน่น เพื่อให้สารละลายควบแน่นอยู่ภายในขวดก้นกลม อีกคอหนึ่งต่อเข้ากับท่อเก็บสารตัวอย่าง เพื่อเก็บตัวอย่างถ่านหินมาวิเคราะห์ตามเวลาที่กำหนด โดยที่ขวดก้นกลมถูกให้ความร้อนด้วยเครื่องให้ความร้อนเป็นเตาไฟฟ้า ที่มีกำลัง 300 วัตต์ และสามารถควบคุมอุณหภูมิได้คงที่ $\pm$ 2 °ซ

3.1.2 เครื่องบดถ่านหินชนิด Cross beater mill

ประกอบด้วยตะแกรงขนาดต่าง ๆ คือ 4.0, 2.0 , 1.0 , 0.75 และ 0.25 มิลลิเมตร และสามารถเปลี่ยนขนาด เพื่อบดถ่านหินให้มีขนาดเล็กตามต้องการได้

3.1.3 ตะแกรงร่อนถ่านหินและเครื่องร่อนแยก

ตะแกรงที่ใช้มีขนาดต่าง ๆ คือ ขนาด 75 ไมครอน (200 เมช) ขนาด 250 ไมครอน (60 เมช) ขนาด 850 ไมครอน (20 เมช) ขนาด 1 มิลลิเมตร (18 เมช) และขนาด 2 มิลลิเมตร (10 เมช)



รูปที่ 3.1 เครื่องปฏิกรณ์ที่ใช้ในกระบวนการขจัดกำมะถัน

3.1.4 ชุดควบแน่น

ใช้ในการหาปริมาณ Recovery ของตัวทำละลายแสดงดังรูป 3.2 ประกอบด้วย ขวดก้นกลมปริมาตร 500 มิลลิลิตร ต่อเข้ากับ เทอร์โมมิเตอร์ และเครื่องควบแน่น ทางด้านปลายของเครื่องควบแน่นต่อเข้ากับขวดรูปชมพู่ที่ใช้เก็บตัวทำละลาย โดยที่ขวดก้นกลมถูกให้ความร้อนด้วยเตาไฟฟ้า กำลัง 300 วัตต์ และสามารถควบคุมอุณหภูมิได้คงที่ $\pm$ 2 °ซ

3.2 ตัวอย่างถ่านหินและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. ถ่านหินเหมืองแม่เมาะ จ.ลำปาง ปริมาณกำมะถันในถ่านหินประมาณ 3.15 % และ 5.45 % ถ่านหินจากแหล่ง นาทราย บ้านปู และแม่ลอง
2. โลหะโซเดียม
3. เมทานอล (Methanol)
4. นอร์มัล-บิวทานอล (n-Butanol)
5. เบนซิลแอลกอฮอล์ (Benzyl alcohol)
6. สารเคมีที่จำเป็นในการวิเคราะห์ถ่านหิน

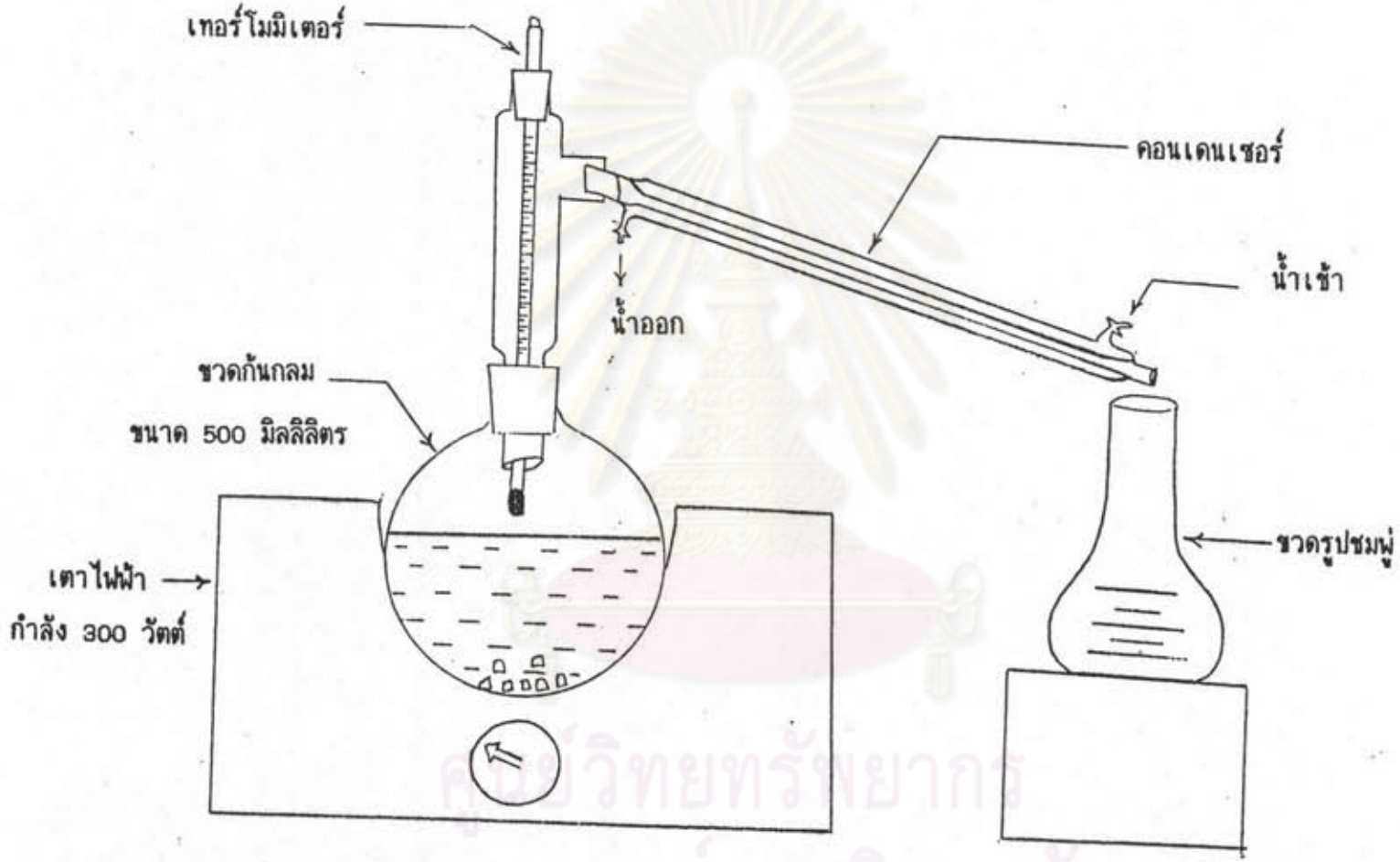
3.3 การดำเนินงานวิจัย

3.3.1 ตอนที่ 1 ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมและตัวแปรที่มีผลต่อการขจัดกำมะถัน

ใช้สารประกอบโลหะอินทรีย์เป็นตัวทำปฏิกิริยากับถ่านหินแม่เมาะ 1 ที่ความดัน 1 บรรยากาศ ความเร็วรอบมอเตอร์คงที่ แล้วเก็บตัวอย่างถ่านหินตามเวลาที่กำหนดมาวิเคราะห์

3.3.1.1 การทดลองหาผลของปริมาณโลหะโซเดียมต่อปริมาณถ่านหิน ที่มีต่อการขจัดกำมะถันในถ่านหิน โดยแปรค่า อัตราส่วนโดยน้ำหนักของโลหะโซเดียมต่อถ่านหินเป็น 1:30 , 2:30 และ 3:30 เมื่อใช้ขนาดถ่านหิน 75-250 ไมครอน สารละลาย 200 มิลลิลิตร เวลา 10 นาที สารละลายโซเดียมเบนซอกไซด์ ที่อุณหภูมิ 205 °ซ โซเดียมบิวทอกไซด์ ที่อุณหภูมิ 117 °ซ และโซเดียมเมทอกไซด์ ที่อุณหภูมิ 65 °ซ

3.3.1.2 การทดลองหาผลของชนิดสารละลายและอุณหภูมิ ที่มีต่อการขจัดกำมะถันในถ่านหิน โดยแปรชนิดของสารละลายและอุณหภูมิดังนี้



รูปที่ 3.2 ชุดควบแน่นเพื่อใช้หาปริมาณ Recovery ของตัวทำละลาย

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

โซเดียมเบนซอกไซด์ อุณหภูมิ 120 , 140 , 160 , 180 และ 205 °ซ
โซเดียมบิวทอกไซด์ อุณหภูมิ 40 , 60 , 80 , 100 และ 117 °ซ
โซเดียมเมทอกไซด์ อุณหภูมิ 40 , 55 และ 65 °ซ
ใช้โลหะโซเดียม 1 กรัม ปริมาณถ่านหิน 30 กรัม ขนาดถ่านหิน 75-250 ไมครอน สารละลาย 200 มิลลิลิตร เวลา 10 นาที

3.3.1.3 การทดลองหาผลของชนิดของถ่านหินจากแหล่งต่าง ๆ ที่มีต่อการขจัดกำมะถันในถ่านหิน โดยแปรแหล่งถ่านหินเป็น แม่เมาะ1 , แม่เมาะ2 , บ้านปู , แม่ลอง และนาทราย เมื่อใช้โลหะโซเดียม 1 กรัม ปริมาณถ่านหิน 30 กรัม ขนาดถ่านหิน 75-250 ไมครอน สารละลาย 200 มิลลิลิตร เวลา 10 นาที สารละลายโซเดียมเบนซอกไซด์ ที่อุณหภูมิ 205°ซ และโซเดียมบิวทอกไซด์ ที่อุณหภูมิ 117°ซ

3.3.1.4 การทดลองหาผลของขนาดอนุภาคถ่านหินที่เวลาต่าง ๆ ที่มีต่อการขจัดกำมะถันในถ่านหิน โดยแปรค่าขนาดถ่านหิน 75-250 , 250-850 , 850-1000 ไมครอน และ 1-2 มิลลิเมตร ตามลำดับ เมื่อใช้โลหะโซเดียม 3 กรัม ปริมาณถ่านหิน 90 กรัม สารละลาย 600 มิลลิลิตร สารละลายโซเดียมเบนซอกไซด์ ที่อุณหภูมิ 205°ซ และโซเดียมบิวทอกไซด์ ที่อุณหภูมิ 117°ซ เก็บตัวอย่างถ่านหินครั้งละประมาณ 5 กรัม ทุก ๆ 15 นาที นาน 90 นาที

3.3.1.5 การทดลองหาผลของตัวทำละลายที่ผ่านการ Recovery ที่มีต่อการขจัดกำมะถันในถ่านหิน โดยเปรียบเทียบผลการขจัดระหว่างตัวทำละลายเริ่มต้นกับตัวทำละลายที่ได้จากการ Recovery เมื่อใช้ตัวทำละลายเป็นเบนซิลแอลกอฮอล์และบิวทานอล โลหะโซเดียม 3 กรัม ปริมาณถ่านหิน 90 กรัม ขนาดถ่านหิน 75-250 ไมครอน สารละลาย 600 มิลลิลิตร สารละลายโซเดียมเบนซอกไซด์ ที่อุณหภูมิ 205°ซ และโซเดียมบิวทอกไซด์ ที่อุณหภูมิ 117°ซ เก็บตัวอย่างถ่านหินครั้งละประมาณ 5 กรัม ทุก ๆ 15 นาที นาน 90 นาที

3.3.2 <u>ตอนที่ 2 ศึกษาจลนพลศาสตร์การขจัดกำมะถันไพไรต์และกำมะถันอินทรีย์</u>

ใช้สารละลายเป็นโซเดียมเบนซอกไซด์ และ โซเดียมบิวทอกไซด์ ปริมาตร 600 มิลลิลิตร ปริมาณโลหะโซเดียม 3 กรัม ปริมาณถ่านหิน 90 กรัม ที่ความดัน 1 บรรยากาศ และความเร็วรอบมอเตอร์คงที่ เก็บตัวอย่างถ่านหินครั้งละประมาณ 5 กรัม เพื่อนำมาวิเคราะห์ตามระยะเวลา 15 , 30 , 45 , 60 , 75 และ 90 นาที ตามลำดับ

3.3.2.1 ศึกษาผลของอุณหภูมิตามระยะเวลาที่กำหนด เมื่อให้ขนาดอนุภาคคงที่ 250-850 ไมครอน โดยแปรค่าอุณหภูมิดังนี้

สารละลายโซเดียมเบนซอกไซด์ อุณหภูมิ 160 ,175 ,190 และ 205 °ซ

สารละลายโซเดียมบิวทอกไซด์ อุณหภูมิ 85 , 95 , 105 และ 117 °ซ

3.3.2.2 ศึกษาผลของขนาดอนุภาคตามระยะเวลาที่กำหนด เมื่อให้อุณหภูมิคงที่ 205 °ซ เมื่อใช้สารละลายเป็นโซเดียมเบนซอกไซด์ และ 117 °ซ เมื่อใช้สารละลายเป็นโซเดียมบิวทอกไซด์ โดยแปรค่าขนาดอนุภาคเป็น 250-850 , 850-1000 ไมครอน และ 1-2 มิลลิเมตร

3.3.3 <u>การศึกษาอัตราเร็วปฏิกิริยาเคมีของกำมะถันไพไรต์และกำมะถันอินทรีย์</u>

โดยใช้โมเดลปฏิกิริยาแบบต่อเนื่อง

3.3.3.1 การทดลองหาอันดับปฏิกิริยา (reaction order)

3.3.3.2 การคำนวณหาค่าคงที่อัตราเร็วปฏิกิริยา (rate constant) ค่าพลังงานกระตุ้น (activation energy) และสมการอัตราเร็ว (rate equation)

3.3.4 <u>การศึกษาอัตราเร็วปฏิกิริยาเคมีของกำมะถันไพไรต์</u>

โดยใช้ Shrinking Core model แบบขนาดอนุภาคไม่เปลี่ยนแปลง เพื่อหาขั้นตอนที่ควบคุมอัตราเร็วปฏิกิริยา (rate controlling step) เป็นการเปรียบเทียบอิทธิพลของการแพร่ผ่านชั้นฟิลม์ (diffusion through film) กับการแพร่ผ่านชั้นผลิตภัณฑ์ (diffusion through product layer) และการเข้าทำปฏิกิริยาเคมี (chemical-reaction) โดยทำการพลอตกราฟระหว่าง X กับเวลา $1-3(1-X)^{1/3}+2(1+X)$ กับเวลา และ $1-(1-X)^{1/3}$ กับเวลา ตามลำดับ

3.4 ขั้นตอนการทดลอง

แผนผังขั้นตอนการทดลอง แสดงดังรูปที่ 3.3

3.4.1 การเตรียมตัวอย่างถ่านหิน

ทำได้โดยนำถ่านหินมาบดด้วยเครื่อง Cross beater mill จนมีขนาดเล็กลง แล้วนำไปร่อนแยกขนาดโดยใช้ตะแกรงร่อนแยกขนาดและเครื่องร่อนแยก เพื่อให้ได้ขนาดอนุภาคตามต้องการ ผึ่งถ่านหินจนมีความชื้นสมดุลกับอากาศนาน 3 วัน (air dry) ก่อนนำถ่านหินไปวิเคราะห์

3.4.2 วิเคราะห์ตัวอย่างถ่านหินก่อนทำการทดลอง

3.4.3 เตรียมสารประกอบโลหะอินทรีย์

ใส่โลหะโซเดียมที่ตัดเป็นชิ้นเล็ก ๆ ในปริมาณที่จำเป็น ลงในตัวทำละลาย (เมทานอล , นอร์มัล-บิวทานอล , เบนซิลแอลกอฮอล์) ที่บรรจอยู่ในขวดก้นกลม เขย่าขวดก้นกลมในอ่างน้ำแข็งขณะที่ใส่โลหะโซเดียม เพื่อกระจายความร้อนที่เกิดจากปฏิกิริยา

3.4.4 การทำปฏิกิริยาถ่านหินกับสารประกอบโลหะอินทรีย์

3.4.4.1 ชั่งน้ำหนักตัวอย่างถ่านหินที่มีขนาดและปริมาณตามต้องการ และเติมสารประกอบโลหะอินทรีย์ตามปริมาตรที่กำหนด ใส่ในเครื่องปฏิกรณ์ นำเครื่องปฏิกรณ์ใส่ลงไปในเครื่องให้ความร้อน แล้วจัดอุปกรณ์ดังแสดงในรูปที่ 3.1

3.4.4.2 เก็บตัวอย่างถ่านหินตามระยะเวลาที่กำหนด เมื่อครบกำหนดแล้วปิดเครื่องกวนและเครื่องให้ความร้อน

3.4.4.3 นำตัวอย่างถ่านหินที่เก็บจากเครื่องปฏิกรณ์ ไปกรองแยกถ่านหินออกจากสารละลาย แยกเก็บสารละลายที่เหลือจากการกรองและบันทึกปริมาตรไว้ นำถ่านหินที่กรองได้มาล้างด้วยน้ำจนเป็นกลาง

3.4.4.4 อบถ่านหินให้แห้งในเตาอบ (Drying oven) ที่อุณหภูมิประมาณ 110 °ซ บันทึกน้ำหนักถ่านหิน

3.4.4.5 ผึ่งถ่านหินจนมีความชื้นสมดุลกับอากาศ นาน 3 วัน แล้วนำถ่านหินไปวิเคราะห์

3.4.4.6 นำสารละลายที่เหลือจากการกรองแยกเอาถ่านหินออก มากลั่นที่ความดันบรรยากาศ ตามจุดเดือดของตัวทำละลาย บันทึกปริมาตรของตัวทำละลายที่กลั่นได้

3.4.5 <u>การวิเคราะห์ถ่านหิน</u>

จะทำการวิเคราะห์ตัวอย่างถ่านหินดังนี้

- การวิเคราะห์ปริมาณความชื้น (ASTM D 3173)
- การวิเคราะห์ปริมาณเถ้า (ASTM D 3174)
- การวิเคราะห์ปริมาณสารระเหย (ASTM D 3175)
- การวิเคราะห์ปริมาณคาร์บอนคงตัว (คำนวณ)
- การวิเคราะห์ปริมาณกำมะถันรวม (ASTM D 3177)
- การวิเคราะห์ปริมาณกำมะถันซัลเฟต (ASTM D 2492)
- การวิเคราะห์ปริมาณกำมะถันไพไรต์ (ASTM D 2492)
- การวิเคราะห์ปริมาณกำมะถันอินทรีย์ (คำนวณ)
- การวิเคราะห์ค่าความร้อน(Gross heating value) (ASTM D 2015)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 3.3 แผนผังขั้นตอนการทดลอง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย