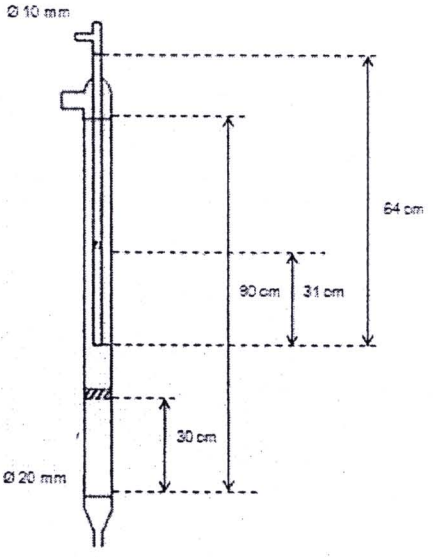
# บทที่ 3
# เครื่องมือและวิธีการทดลอง

## 3.1 การออกแบบเครื่องปฏิกรณ์

งานวิจัยนี้ต้องการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในกระบวนการไพโรไลซิสต่อการสลายตัวทางความร้อนของทาร์ในกระบวนการรีฟอร์มิงเชิงเร่งปฏิกิริยาด้วยไอน้ำ จึงทำการออกแบบเครื่องปฏิกรณ์โดยแยกกระบวนการไพโรไลซิสและกระบวนการรีฟอร์มิงออกจากกัน

### 3.1.1 การออกแบบเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งสองขั้นตอน

ทำการออกแบบเครื่องปฏิกรณ์เป็นท่อ 2 ชั้น โดยท่อชั้นในทำจากแก้วควอทซ์ (quartz) ทนความร้อน มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 1 เซนติเมตร หนา 0.12 เซนติเมตร ยาว 64 เซนติเมตร จากนั้นทำการคอดท่อแก้วควอทซ์ที่ตำแหน่ง 31 เซนติเมตร เหนือปลายท่อด้านล่างเพื่อใช้รองรับชีวมวล ส่วนท่อชั้นนอกทำจากแก้วควอทซ์เช่นเดียวกัน มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 2 เซนติเมตร หนา 0.12 เซนติเมตร ยาว 90 เซนติเมตร จากนั้นทำการคอดท่อแก้วควอทซ์ที่ตำแหน่ง 30 เซนติเมตร เหนือปลายท่อด้านล่างเพื่อใช้รองรับตัวเร่งปฏิกิริยา แสดงได้ดังรูปที่ 3.1




**รูปที่** 3. 1 การออกแบบเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งสองขั้นตอน (two-stage fixed bed reactor)

## 3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

### 3.2.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมกระถินยักษ์และขี้เลื่อย

1. เครื่องบดชีวมวลชนิดหยาบ
2. เครื่องบดชีวมวลชนิดละเอียด
3. ตะแกรงร่อนขนาด 250 และ 425 ไมครอน

### 3.2.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งสองขั้นตอน (two-stage fixed bed reactor) แสดงได้ดังรูปที่ 3.2

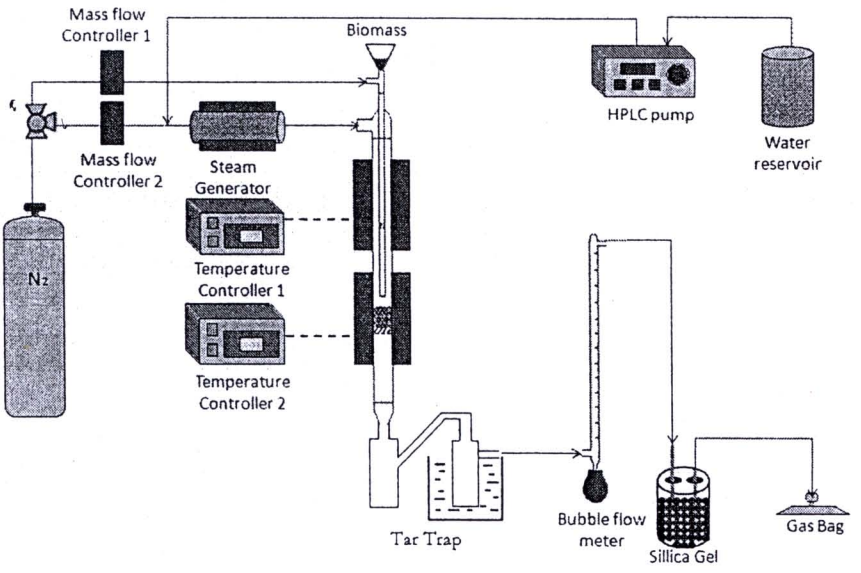
เครื่องปฏิกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย ประกอบด้วยส่วนต่างๆ ดังต่อไปนี้

1. ถังแก๊สไนโตรเจน 99.99%
2. อุปกรณ์วัดและควบคุมอัตราการไหล (mass flow controller)
3. เครื่องปั๊มน้ำเพื่อผลิตไอน้ำ (HPLC pump)
4. เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (temperature controller)
5. เทอร์โมคัปเปิล (thermocouple) ชนิด K
6. เครื่องให้ความร้อน (tube furnace)
7. ชุดเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งสองขั้นตอน (two-stage fixed bed reactor)
8. อุปกรณ์ดักจับทาร์ (tar trap)

9. อุปกรณ์วัดอัตราการไหล (bubble flow) ของแก๊สขาออก

10. อุปกรณ์ดูดความชื้น (siliga gel)

11. ถุงเก็บแก๊สตัวอย่าง (sampling bag) ขนาด 2 ลิตร




**รูปที่** 3. 2 แบบจำลองของอุปกรณ์ต่างๆ ที่ใช้กับเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งสองขั้นตอน

### 3.2.3 **อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา** $NiO/MgO/Al_2O_3$

เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์แมกนีเซียมออกไซด์บนตัวรองรับอะลูมินาด้วยวิธีเคลือบฝังตามลำดับ (sequential impregnation) โดยมีวัสดุอุปกรณ์ดังนี้

1. นิกเกิลอะซีเตรท ($Ni(C_2H_3O_2)_2.4H_2O$) จาก บริษัท Fluka

2. แมกนีเซียมไนเตรท ($Mg(NO_3)_2.6H_2O$) จากบริษัท UNILAB

3. เทอร์โมมิเตอร์ (thermometer)

4. บีกเกอร์ (beaker) ขนาด 250 มิลลิลิตร

5. แท่งแก้วคน

6. ขวดวัดปริมาตร (volumetric flask)

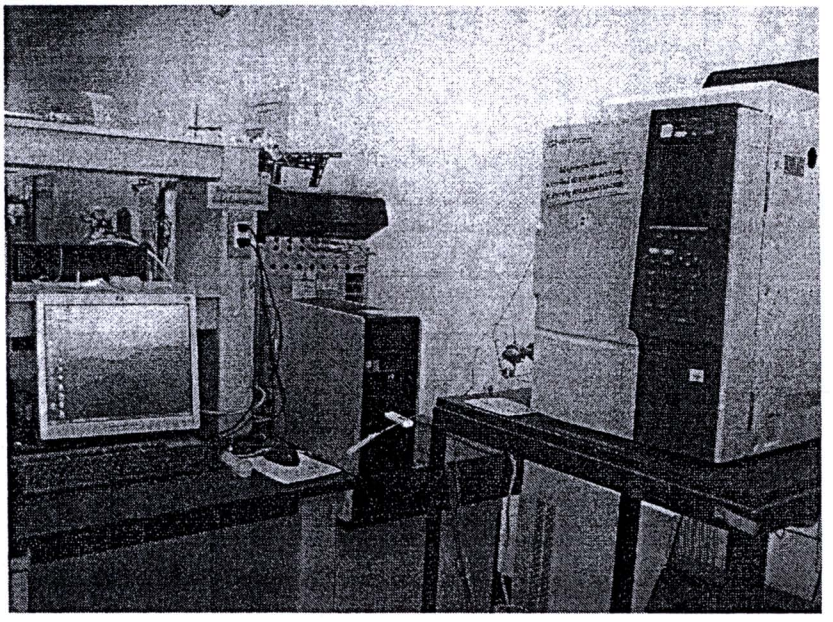
7. เตาอบ (oven)

8. เตาเผาความร้อนสูง (muffle furnace)

9. ครูซิเบิล (crucible)

### 3.2.4 **เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี** (gas chromatography)

งานวิจัยนี้ใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น GC-2014 ดังแสดงในรูปที่ 3.3 สำหรับใช้ในการวิเคราะห์องค์ประกอบและปริมาณของแก๊สผลิตภัณฑ์ที่ผลิตได้จากเครื่องปฏิกรณ์ โดยสภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์แก๊สแสดงดังตารางที่ 3.1



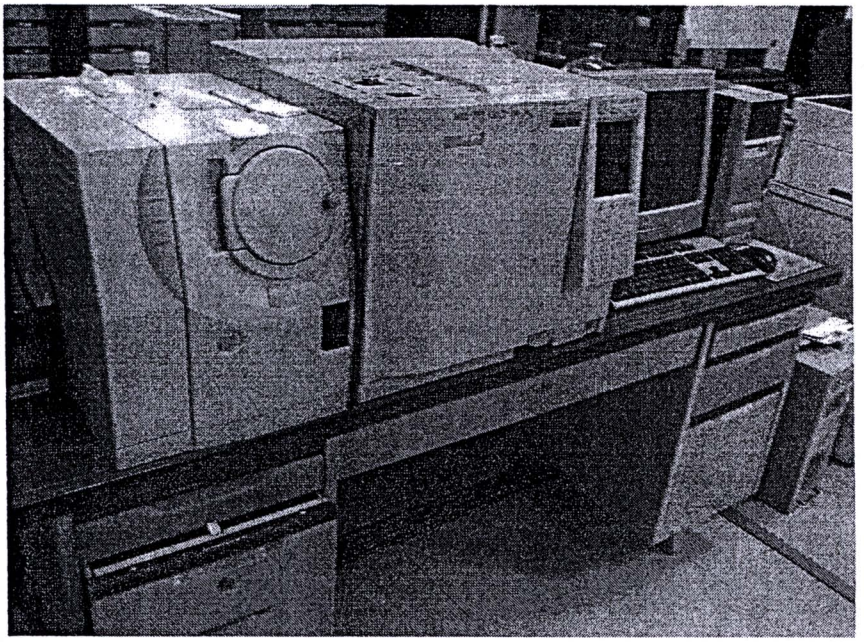
**รูปที่** 3. 3 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (gas chromatography)

**ตารางที่** 3. 1 สภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์แก๊สด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (gas chromatography)

| | |
|---|---|
| แก๊สพา (carrier gas) | แก๊สอากอน (Ar) |
| ชนิดคอลัมน์ | unibeads C packed |
| อุณหภูมิการฉีด (injector temperature) | 120 องศาเซลเซียส |
| อุณหภูมิคอลัมน์ | 50 ถึง 180 องศาเซลเซียส |
| ระบบตรวจวัด (detector) | ระบบวัดสภาพการนำความร้อน (TCD) |

### 3.2.5 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรเมตรี (gas chromatography-mass spectrometry)

งานวิจัยนี้ใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรเมตรี ยี่ห้อ shimadzu รุ่น GC-2010 ดังแสดงในรูปที่ 3.4 สำหรับใช้ในการวิเคราะห์องค์ประกอบของทาร์ที่เก็บได้จากเครื่องปฏิกรณ์ โดยสภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์องค์ประกอบของทาร์นั้น แสดงดังตารางที่ 3.2



**รูปที่** 3. 4 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรเมตรี (gas chromatography-mass spectrometry)

**ตารางที่** 3. 2 สภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์แก๊สด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรเมตรี (gas chromatography-mass spectrometry)

| | |
|---|---|
| แก๊สพา (carrier gas) | แก๊สฮีเลี่ยม (He) |
| ชนิดคอลัมน์ | DB-5 column |
| อุณหภูมิการฉีด (injector temperature) | 200 องศาเซลเซียส |
| อุณหภูมิคอลัมน์ (oven column temperature) | 40 ถึง 200 องศาเซลเซียส |
| อุณหภูมิท่อส่งผ่าน (transfer line temperature) | 200 องศาเซลเซียส |
| อุณหภูมิในการผลิตไอออน (ion source temperature) | 200 องศาเซลเซียส |

## 3.3 วิธีการทดลอง

### 3.3.1 การเตรียมชีวมวล

บดและคัดขนาดไม้กระถินยักษ์และขี้เลื่อยให้มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 250 ถึง 425 ไมโครเมตร

### 3.3.2 การวิเคราะห์สมบัติของชีวมวล

#### 3.3.2.1 การวิเคราะห์แบบประมาณ (proximate analysis)

วิเคราะห์แบบประมาณตามวิธีมาตรฐานของ ASTM D3172-3175 ได้แก่ ปริมาณความชื้น ปริมาณเถ้า ปริมาณสารระเหยได้ และปริมาณคาร์บอนคงตัว

#### 3.3.2.2 การวิเคราะห์แบบแยกธาตุ (ultimate analysis)

วิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบต่างๆ ได้แก่ คาร์บอน (C) ไฮโดรเจน (H) และไนโตรเจน (N) ด้วยเครื่อง CHN analyzer

### 3.3.3 ขั้นตอนในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์บนตัวรองรับแมกนีเซียมออกไซด์อะลูมินา $NiO/MgO/Al_2O_3$ โดยวิธีเคลือบฝังตามลำดับ (sequential impregnation)

1. เตรียมสารละลายอิมเพรกแนนต์ (impregnant) โดยเตรียมสารละลายแมกนีเซียมไนเตรท เข้มข้น 2 โมลต่อลิตร โดยตวงปริมาตรของสารละลายตามร้อยละของแมกนีเซียมในตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต้องการ (แมกนีเซียมร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก)

2. นำสารละลายอิมเพรกแนนต์ที่เตรียมได้มาใส่บนตัวรองรับอะลูมินา แล้วให้ความร้อนโดยแช่ในอ่างน้ำร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 70 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งคนตลอดเวลาจนกระทั่งสารละลายมีลักษณะข้น

3. นำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชม.

4. นำไปแคลไซน์ในเตาเผาความร้อนสูง (muffle furnace) ที่อุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จะได้ $MgO/Al_2O_3$

5. เตรียมสารละลายนิกเกิลอะซีเตรท เข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร โดยตวงปริมาตรของสารละลายตามร้อยละของนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต้องการ (นิกเกิลร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก)

6. นำสารละลายอิมเพรกแนนต์ที่เตรียมได้มาใส่บน $MgO/Al_2O_3$ ที่เตรียมได้จากขั้นตอนที่ 4 ให้ความร้อนโดยการแช่ในอ่างน้ำร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 70 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งคนตลอดเวลาจนกระทั่งสารละลายมีลักษณะข้น

7. นำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมงแคลไซน์ตัวเร่งปฏิกิริยาในเตาเผาความร้อนสูง (muffle furnace) ที่อุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยา $NiO/MgO/Al_2O_3$ ที่ต้องการ

### 3.3.4 ขั้นตอนในกระบวนการไพโรไลซิสชีวมวล

1. ชั่งชีวมวลหนัก 120 มิลลิกรัม ใส่ลงในลูกตุ้มสายยางซึ่งใช้เป็นภาชนะกักเก็บชีวมวลก่อนปล่อยลงสู่ท่อชั้นในของเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง โดยท่อชั้นในใส่ quart wool ไว้ตรงบริเวณส่วนที่คอดของท่อ เพื่อรองรับชาร์ไว้ไม่ให้ร่วงลงสู่ท่อชั้นนอก

2. ชั่งอะลูมินาบอล 7.5 กรัม ใส่ลงในท่อชั้นนอก ซึ่งท่อชั้นนอกนี้จะต้องใส่ quart wool ไว้ตรงบริเวณส่วนที่คอดของท่อก่อน โดยจะมีความสูงของเบดประมาณ 2 เซนติเมตร

3. ประกอบท่อชั้นในและท่อชั้นนอกเข้าด้วยกันแล้วนำไปใส่ลงในเตาให้ความร้อนตามลักษณะที่ได้ออกแบบไว้ดังรูปที่ 3.1

4. เปิดแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่ระบบด้วยอัตราการไหลเข้าท่อชั้นใน 30 มิลลิลิตรต่อนาที และเข้าท่อชั้นนอก 80 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที รวมอัตราการไหลทั้งหมด 110 มิลลิลิตรต่อนาที เพื่อไล่อากาศที่อยู่ภายในระบบออก

5. ให้ความร้อนกับเครื่องผลิตไอน้ำที่อุณหภูมิขาออกเท่ากับ 350 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งเปิดสวิทช์ของเตาให้ความร้อนทั้งส่วนที่ 1 และส่วนที่ 2 โดยให้ทั้งสองส่วนนี้มีอุณหภูมิเท่ากัน ซึ่งทำการทดลองในช่วงอุณหภูมิ 400 ถึง 800 องศาเซลเซียส

6. เมื่ออุณหภูมิในเครื่องปฏิกรณ์ถึงสภาวะที่กำหนด แล้วจึงป้อนชีวมวลปริมาณ 120 มิลลิกรัมเข้าทางด้านบนของเครื่องปฏิกรณ์

7. เก็บแก๊สที่ได้ทุกๆ 10 นาที เป็นเวลา 50 นาที โดยใช้ถุงเก็บแก๊สขนาด 2 ลิตรแล้วนำแก๊สที่ได้ไปวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (GC)

8. ปิดเครื่องปั๊มน้ำ เครื่องให้ความร้อนสำหรับผลิตไอน้ำ และเตาให้ความร้อน

9. เมื่ออุณหภูมิลดลงต่ำกว่า 200 องศาเซลเซียส จึงปิดแก๊สไนโตรเจน แล้วทำการเก็บชาร์ที่เหลือออกมาชั่งน้ำหนักและวิเคราะห์หาปริมาณคาร์บอนด้วยเครื่อง CHN analyzer ต่อไป

### 3.3.5 ขั้นตอนในกระบวนการรีฟอร์มิงด้วยไอน้ำแบบใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

1. ชั่งชีวมวลหนัก 120 มิลลิกรัม ใส่ลงในลูกตุ้มสายยาง

2. ใส่ quart wool ไว้ตรงบริเวณส่วนที่คอดของท่อชั้นใน และท่อชั้นนอก

3. ชั่งตัวเร่งปฏิกิริยา 1.5 กรัม อะลูมินาบอล 7.5 กรัม แล้วใส่ลงในท่อชั้นนอกเพื่อบรรจุตัวเร่งปฏิกิริยา โดยจะมีความสูงรวมประมาณ 3 เซนติเมตร

4. ประกอบท่อชั้นในและท่อชั้นนอกเข้าด้วยกันแล้วนำไปใส่ลงในเตาให้ความร้อนตามลักษณะที่ได้ออกแบบไว้ดังรูปที่ 3.1

5. เปิดแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่ระบบ ด้วยอัตราการไหลเข้าท่อชั้นใน 30 มิลลิลิตรต่อนาที และเข้าท่อชั้นนอก 80 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที รวมอัตราการไหลทั้งหมด 110 มิลลิลิตรต่อนาที

6. ให้ความร้อนกับเครื่องผลิตไอน้ำที่อุณหภูมิขาออกเท่ากับ 350 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งเปิดสวิทซ์ของเตาให้ความร้อนทั้งส่วนที่ 1 และส่วนที่ 2 โดยในส่วนที่ 1 ทำการทดลองในช่วงอุณหภูมิ 400 ถึง 800 องศาเซลเซียส และส่วนที่ 2 ควบคุมอุณหภูมิอยู่ที่ 800 องศาเซลเซียส

7. เมื่ออุณหภูมิในเครื่องปฏิกรณ์ถึงสภาวะที่กำหนดแล้ว เปิดปั๊มน้ำเพื่อผลิตไอน้ำ เป็นเวลาประมาณ 20 นาที

8. ป้อนชีวมวลปริมาณ 120 มิลลิกรัม ทางด้านบนของเครื่องปฏิกรณ์

9. เก็บแก๊สที่ได้ทุกๆ 10 นาที เป็นเวลา 50 นาที โดยใช้ถุงเก็บแก๊สขนาด 2 ลิตรแล้วนำแก๊สที่ได้ไปวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (GC)

10. ปิดเครื่องปั๊มน้ำ เครื่องให้ความร้อนสำหรับผลิตไอน้ำ และเตาให้ความร้อน

11. เมื่ออุณหภูมิลดลงต่ำกว่า 200 องศาเซลเซียส จึงปิดแก๊สไนโตรเจน แล้วทำการเก็บชาร์ที่เหลือมาชั่งน้ำหนัก

### 3.3.6 วิธีการสำหรับเก็บทาร์

สำหรับส่วนดักจับทาร์ (tar trap) แบ่งออกได้เป็น 2 ส่วน คือ ขวดที่ 1 ใช้ในการดักเก็บทาร์ที่เกิดขึ้นจากกระบวนการเพื่อนำไปวิเคราะห์หาองค์ประกอบด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทรกราฟี-แมสสเปกโทรเมตรี (GC/MS) ต่อไป ส่วนขวดที่ 2 ใช้ในการดักจับทาร์ที่อาจหลงเหลือจากการเก็บขวดที่ 1

#### 3.3.6.1 กระบวนการไพโรไลซิส

ทำตามขั้นตอนในหัวข้อที่ 3.3.4 แต่ใช้ชีวมวลเริ่มต้น จำนวน 4 กรัม ทำการทดลองซ้ำ จำนวน 2 ครั้ง และเก็บทาร์โดยให้ผลิตภัณฑ์แก๊สผ่านขวดที่ 1 ซึ่งบรรจุตัวทำละลายไอโซโพรพานอล (2-isopropanal) ปริมาตร 50 มิลลิลิตร และเม็ดแก้ว (glass bead) ปริมาณ 60 กรัม วางอยู่ในสภาวะอุณหภูมิห้อง ส่วนขวดที่ 2 บรรจุตัวทำละลายไอโซโพรพานอล ปริมาตร 50 มิลลิลิตร และเม็ดแก้ว ปริมาณ 60 กรัมเช่นกัน วางอยู่ในถังบรรจุน้ำแข็ง ซึ่งวิธีการนี้จะไม่ทำการเก็บผลิตภัณฑ์แก๊สไปพร้อมกัน เนื่องจากการใส่เม็ดแก้วลงไปส่งผลให้อัตราการไหลของผลิตภัณฑ์แก๊สลดลงอย่างมาก นอกจากนี้จะทำการวิเคราะห์ทาร์ที่เกิดขึ้นจากการดักเก็บในขวดที่ 1 เพียงอย่างเดียว เพราะจากการวิเคราะห์ทาร์ในขวดที่ 2 พบว่ามีปริมาณและองค์ประกอบที่ค่อนข้างน้อยเมื่อเปรียบเทียบกับขวดที่ 1

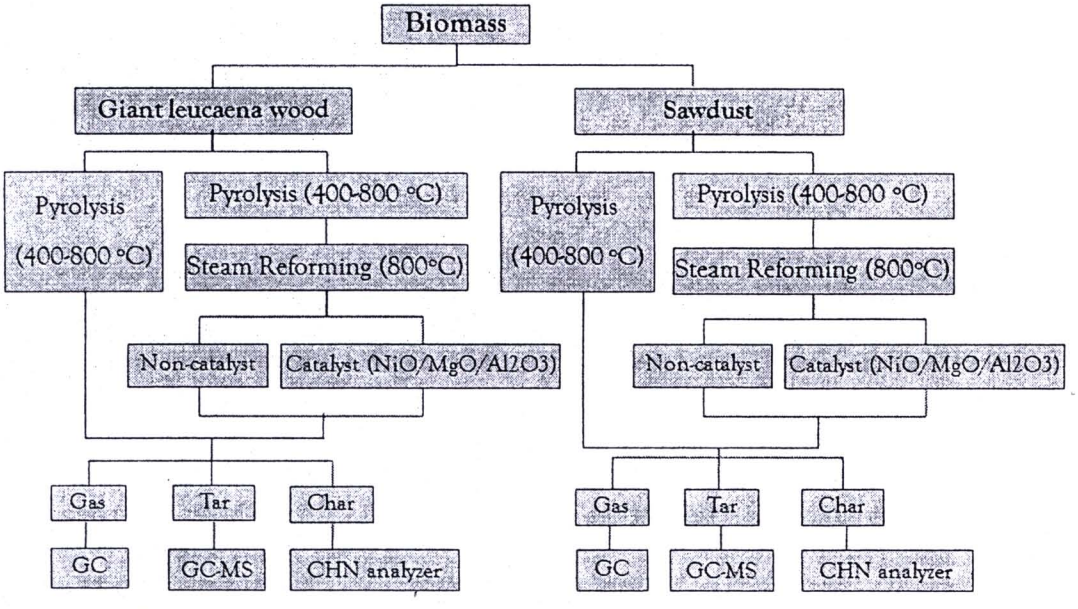
#### 3.3.6.2 กระบวนการรีฟอร์มิงด้วยไอน้ำแบบใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

ทำตามขั้นตอนในหัวข้อที่ 3.3.5 โดยทำการเก็บทาร์ด้วยวิธีเช่นเดียวกับกระบวนการไพโรไลซิส แต่สารละลายทาร์ที่เก็บได้จะมีน้ำปนเป็นจำนวนมาก ซึ่งไม่สามารถนำไป

วิเคราะห์หาองค์ประกอบด้วยเครื่องโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรเมตรีได้ ดังนั้นจึงต้องนำสารละลายทาร์มาระเหยน้ำที่อุณหภูมิประมาณ 110 องศาเซลเซียสก่อน อย่างไรก็ตามจะทำให้ตัวทำละลายไอโซโพรพานอล พร้อมทั้งสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่มีจุดเดือดต่ำกว่า 110 องศาเซลเซียสระเหยออกไปด้วย ดังนั้นเมื่อระเหยน้ำและตัวทำละลายออกหมดแล้ว จึงต้องนำตัวทำละลายไอโซโพรพานอล ปริมาตร 3 มิลลิลิตร มาทำละลายทาร์ที่เหลืออยู่อีกครั้งหนึ่ง

### 3.3.7 ขั้นตอนและวิธีการในการดำเนินงานวิจัย

วิธีการดำเนินงานวิจัย เลือกใช้ชีวมวล 2 ชนิดคือ ไม้กระถินยักษ์ และขี้เลื่อย โดยทำการทดลอง 2 แบบ แบบแรกคือ ทำกระบวนการไพโรไลซิสอย่างเดียว ซึ่งทำการทดลองตามหัวข้อ 3.3.4 ส่วนแบบที่สอง คือ ทำกระบวนการไพโรไลซิสก่อนแล้วนำทาร์ที่เกิดจากกระบวนการดังกล่าวมาทำปฏิกิริยารีฟอร์มิงด้วยไอน้ำ โดยในขั้นตอนนี้แบ่งได้เป็น 2 แบบคือ การใช้และไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งทำการทดลองตามหัวข้อ 3.3.5 และผลิตภัณฑ์ที่ได้คือ แก๊ส ทาร์ และชาร์ จะถูกนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆ ดังแผนภาพในรูปที่ 3.5




**รูปที่** 3. 5 แผนผังวิธีการดำเนินงานวิจัย