

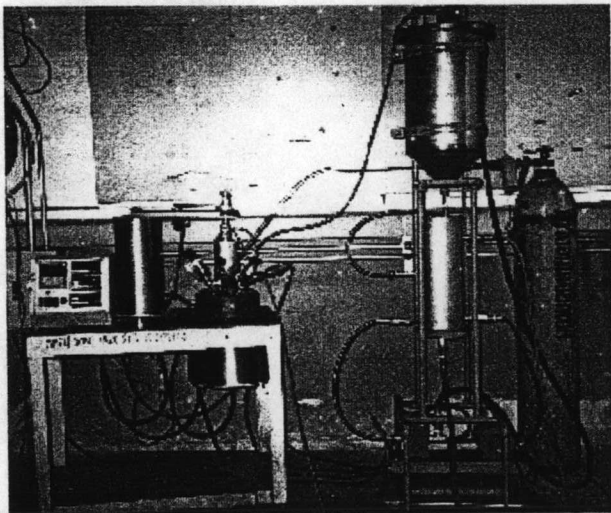
บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1. เครื่องมือในการทดลอง

3.1.1. เครื่องปฏิกรณ์

เครื่องปฏิกรณ์ที่ใช้ในการทดลองนี้เป็นเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ (batch reactor) ทนแรงดันสูงของบริษัทพาร์ (Parr) ตัวเครื่องปฏิกรณ์ทำจากเหล็กกล้าไร้สนิม ปริมาตร 4 ลิตร (รูปที่ 3.1) ภายในเครื่องปฏิกรณ์ประกอบด้วยเทอร์โมคัปเปิลวัดอุณหภูมิ (thermocouple) ทรานสดิวเซอร์วัดความดัน (pressure transducer) ไบพัตควมปรับความเร็วรอบได้ และชุดท่อสำหรับหล่อเย็น โดยทั้งหมดประกอบติดกับส่วนฝาของเครื่องปฏิกรณ์ ด้านข้างและด้านล่างของเครื่องปฏิกรณ์ มีขดลวดให้ความร้อนควบคุมอุณหภูมิด้วยระบบดิจิทัล ด้านบนของฝาเครื่องปฏิกรณ์มีทางเข้าและออกของแก๊สโดยมีน็อดิวาล์ว (needle valve) เป็นตัวควบคุม



รูปที่ 3.1 เครื่องปฏิกรณ์



3.1.2. เครื่องบดถ่านหินชนิดครอสบีทเทอร์มิล (cross beater mill)

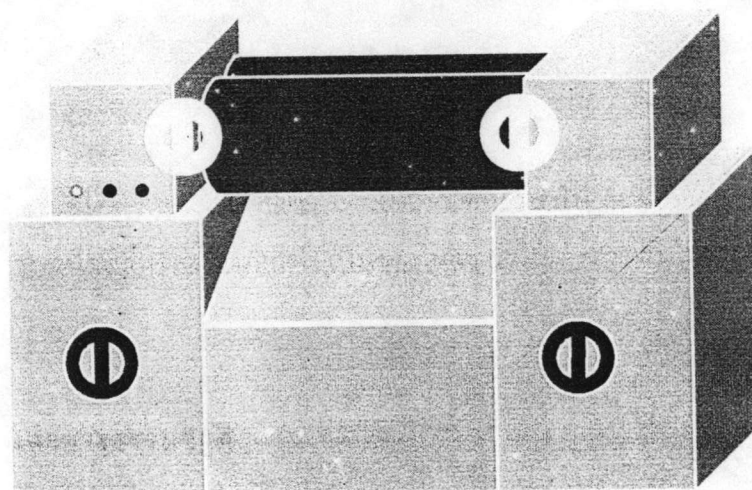
ประกอบด้วยตะแกรงขนาดต่างๆคือ 1.0, 0.75 และ 0.25 มิลลิเมตร สามารถเปลี่ยนแปลงขนาดเพื่อบดถ่านหินให้มีขนาดเล็กตามต้องการได้

3.1.3. ตะแกรงร่อนถ่านหินและเครื่องร่อนแยก

ตะแกรงที่ใช้มีขนาดต่างๆคือ 100, 250 และ 500 ไมโครเมตร และ 1 มิลลิเมตร

3.1.4. เครื่องรีดยาง

มีลักษณะเป็นลูกกลิ้งเหล็ก 2 อันขนานกัน สามารถปรับความเร็วและทิศทางการหมุนได้ (รูปที่ 3.2)



รูปที่ 3.2 เครื่องรีดยาง

3.2. ตัวอย่างและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.2.1. ถ่านหินลิกไนต์จากบริษัทบ้านปู จำกัด มหาชน (องค์ประกอบแสดงในภาคผนวก ก)
- 3.2.2. ยางแผ่น (องค์ประกอบแสดงในภาคผนวก ก)
- 3.2.3. แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์

- 3.2.4. เหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3)
- 3.2.5. ซิงค์คลอไรด์ (ZnCl_2)
- 3.2.6. เตตระไฮโดรฟูแรน (tetrahydrofuran)
- 3.2.7. สารเคมีที่จำเป็นในการวิเคราะห์ถ่านหิน

3.3. การดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการทดลองแปรรูปร่างธรรมชาติผสมลิกไนต์ให้เป็นของเหลวในคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต โดยมีตัวแปร 5 ตัว ได้แก่ อุณหภูมิ ความดัน เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา อัตราส่วนระหว่างถ่านหินกับยาง และตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวแปรต่างๆถูกกำหนดค่าไว้ดังนี้

- 1) อุณหภูมิ 250, 300, 340 และ 375 องศาเซลเซียส
- 2) ความดัน 20, 40 และ 60 บรรยากาศ
- 3) เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 30, 45, 60 และ 90 นาที
- 4) อัตราส่วนระหว่างถ่านหินกับยาง 0:1, 1:3, 1:1, 3:1 และ 1:0
- 5) ตัวเร่งปฏิกิริยา เหล็กออกไซด์และซิงค์คลอไรด์

ทำการทดลองโดยแปรค่าตัวแปรต่างๆตามที่ได้กำหนดไว้แบบสุ่ม ผลผลิตภัณฑ์ที่ได้นำไปคำนวณหาค่าร้อยละผลได้ และวิเคราะห์ค่าความหนืดสำหรับผลิตภัณฑ์ที่เป็นของเหลว

3.4. ขั้นตอนการวิจัย

3.4.1. การเตรียมตัวอย่างถ่านหินและยางธรรมชาติ

3.4.1.1. บดถ่านหินให้มีขนาด 250 ไมโครเมตรหรือเล็กกว่า โดยนำถ่านหินที่ได้มาผึ่งไว้ที่อุณหภูมิห้องจนมีน้ำหนักคงที่ ทบถ่านหินที่มีขนาดใหญ่ให้มีขนาดเล็กลงจนมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1 นิ้ว จากนั้นนำถ่านหินไปบดด้วยเครื่องบดถ่านหินแบบครอสบีทเทอร์มิลโดยใช้ตะแกรงขนาด 0.25 มิลลิเมตร นำถ่านหินที่บดแล้วไปร่อนแยกขนาดโดยใช้ตะแกรงขนาด 250 ไมโครเมตร ผึ่งถ่านหินที่ร่อนได้ให้มีความชื้นสมดุลกับอากาศแล้วจึงเก็บใส่ภาชนะปิด

3.4.1.2. นำถ่านหินที่บดแล้วมาบดผสมกับยางธรรมชาติด้วยเครื่องรีดยาง โดยผสมถ่านหินกับยางตามอัตราส่วนที่กำหนดไว้ บดผสมจนถ่านหินกับยางรวมเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นนำไปเก็บไว้ในภาชนะปิด

3.4.1.3. นำยางธรรมชาติที่ไม่ได้บดผสมกับถ่านหินมาตัดให้มีขนาดประมาณ 1 ตารางนิ้ว แล้วนำไปเก็บไว้ในภาชนะปิด

3.4.2. การวิเคราะห์ตัวอย่างถ่านหินและยางธรรมชาติ

3.4.2.1. การวิเคราะห์แบบประมาณ

นำถ่านหินที่บดแล้วมาวิเคราะห์แบบประมาณคือ หาปริมาณความชื้น ปริมาณเถ้า ปริมาณสารระเหยได้ โดยใช้วิธีมาตรฐาน ASTM D 3173, D 3174 และ D 3175 ตามลำดับ และหาปริมาณคาร์บอนคงตัวโดยการคำนวณ

3.4.2.2. การวิเคราะห์โดยละเอียด

นำถ่านหินและยางธรรมชาติไปวิเคราะห์หาปริมาณธาตุคาร์บอน ไฮโดรเจน ออกซิเจน ไนโตรเจน และกำมะถัน โดยใช้เครื่อง CHNS/O ANALYSER (PERKIN ELMER PE2400 SERIES II)

3.4.2.3. การวิเคราะห์ค่าความร้อน

นำถ่านหินและยางธรรมชาติไปวิเคราะห์หาค่าความร้อนด้วยเครื่อง บอมป์แคลอริมิเตอร์ตามวิธีมาตรฐาน ASTM D 3286

3.4.3. การทดลอง

3.4.3.1. นำตัวอย่างถ่านหินและยางที่เตรียมไว้แล้วตามอัตราส่วนต่างๆ 200 กรัม มาใส่ลงในเครื่องปฏิกรณ์ ใส่ปะเก็นรองฝาเครื่องปฏิกรณ์ ปิดฝาเครื่องและล็อกฝาให้แน่น

3.4.3.2. ต่อสายเทอร์โมคัปเปิล สายทรานสดิวเซอร์วัดความดัน ประกอบสายพานหมุนใบพัดกวน และต่อท่อแก๊ส แล้วจึงเปิดสวิตช์เครื่องควบคุม

3.4.3.3. เปิดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เข้าไปในเครื่องปฏิกรณ์จนมีความดันตามที่กำหนด แล้วปิดวาล์วให้เรียบร้อย

3.4.3.4. เปิดน้ำหล่อเย็น ปรับอัตราการไหลของน้ำและตรวจสอบดูว่าน้ำไหลเป็นปกติหรือไม่

3.4.3.5. ตั้งอุณหภูมิตามที่กำหนด หลังจากนั้นเครื่องจะเริ่มทำงานทันที เปิดใบพัดกวนให้มีความเร็วรอบ 75 รอบต่อนาที บันทึกการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ และความดันเมื่อเวลาเปลี่ยนไป

3.4.3.6. เมื่อถึงอุณหภูมิที่กำหนดทำการทดลองต่อไปอีกจนครบเวลาที่กำหนดไว้ แล้วทำให้เย็นลงทันทีด้วยระบบหล่อเย็น

3.4.3.7. เมื่ออุณหภูมิในระบบเย็นลงจนถึงอุณหภูมิห้องจึงนำผลิตภัณฑ์ออกโดยปล่อยให้แข็งทั้งผ่านสารละลายไฮเดียมไฮดรอกไซด์ เก็บผลิตภัณฑ์ที่เป็นของเหลวและของแข็งใส่ภาชนะปิด

3.4.3.8. ทำความสะอาดเครื่องปฏิกรณ์ให้เรียบร้อยเพื่อเตรียมพร้อมสำหรับการทดลองครั้งต่อไป

3.4.4. การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์

3.4.4.1. การหาค่าร้อยละผลได้

3.4.4.1.1. นำผลิตภัณฑ์ที่เป็นของเหลวและของแข็งไปชั่งน้ำหนัก

3.4.4.1.2. สกัดของเหลวออกจากของแข็งโดยผสมผลิตภัณฑ์กับตัวทำละลายเตตระไฮโดรฟูแรน 300 มิลลิลิตร กวนด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็กเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3.4.4.1.3. นำตัวอย่างไปกรองโดยใช้กระดาษกรองเบอร์ 42

3.4.4.1.4. นำของแข็งที่กรองได้ไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก

3.4.4.1.5. กลับตัวทำละลายออกจากผลิตภัณฑ์ที่เป็นของเหลว โดยจุดเดือดของเตตระไฮโดรฟูแรนคือ 66 องศาเซลเซียส

3.4.4.1.6. เก็บผลิตภัณฑ์ที่เป็นของเหลวใส่ภาชนะปิด

3.4.4.1.7. คำนวณค่าร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์

3.4.4.2. การวิเคราะห์ค่าความหนืด

นำผลิตภัณฑ์ที่เป็นของเหลวมาวิเคราะห์หาค่าความหนืดที่ 40 องศาเซลเซียส โดยใช้วิธีมาตรฐาน ASTM D 445-88