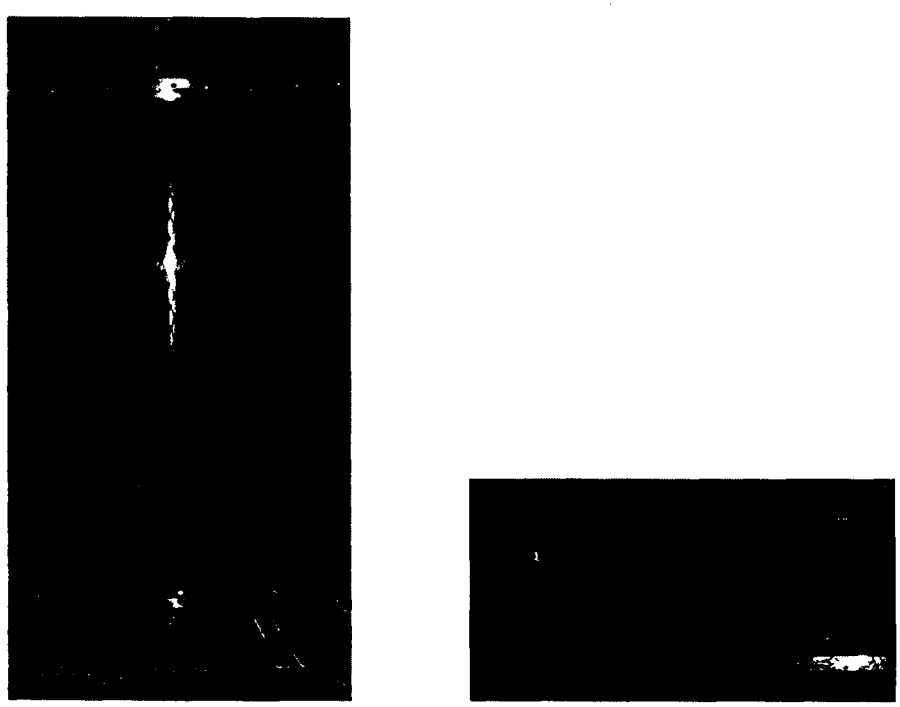
บทที่ 3

เครื่องมือและวิธีการทดลอง

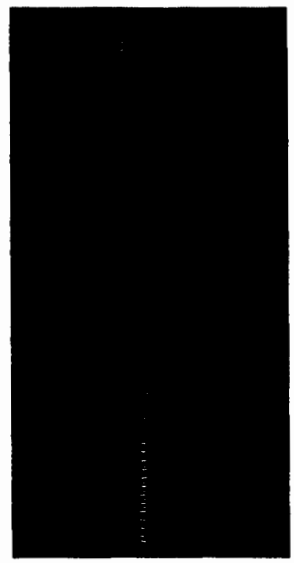
3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

3.1.1 เตาเผาอุณหภูมิสูง (Tubular Furnace) เป็นทรงกระบอกกลวงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.07 เมตร ยาว 0.68 เมตร สามารถให้ความร้อนได้ถึง 1000 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่องควบคุมอุณหภูมิ (Temperature controller) ดังรูป 3.1



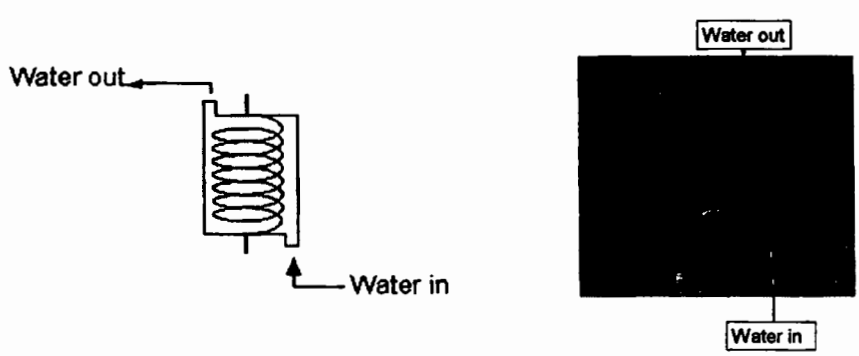
รูปที่ 3.1 เตาเผาอุณหภูมิสูง และ เครื่องควบคุมอุณหภูมิ

3.1.2 เครื่องปฏิกรณ์ เป็นท่อสแตนเลส ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.0045 เมตร ความยาว 12 เมตร ดังรูป 3.2



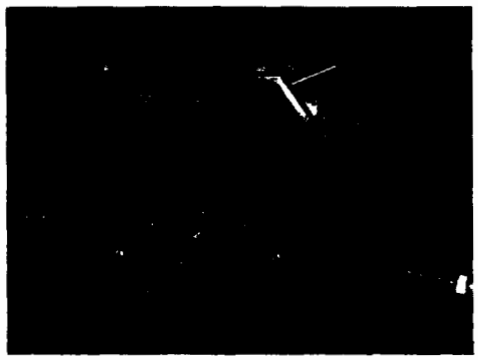
รูปที่ 3.2 **เครื่องปฏิกรณ์แบบท่อ เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน** 0.0045 **เมตร ยาว** 12 **เมตร**

3.1.3 **ชุดลดอุณหภูมิสารผลิตภัณฑ์** (Condenser) **ทำจากท่อสแตนเลส ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง** 8 **นิ้ว มีท่อสแตนเลสขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน** 0.0045 **เมตร อยู่ภายใน เพื่อลดอุณหภูมิของสารผลิตภัณฑ์ และควบแน่นแก๊สที่เกิดขึ้น ดังรูป** 3.3



รูปที่ 3.3 **ชุดลดอุณหภูมิสารผลิตภัณฑ์ที่ใช้ในการทดลอง**

3.1.4 **ปั๊มเพอริสแตติก** (Peristaltic pump) **บริษัท** Cole-Parmer Instrument Company **สำหรับควบคุมอัตราการไหลของสารตัวอย่างเข้าเครื่องปฏิกรณ์ ดังรูป** 3.4

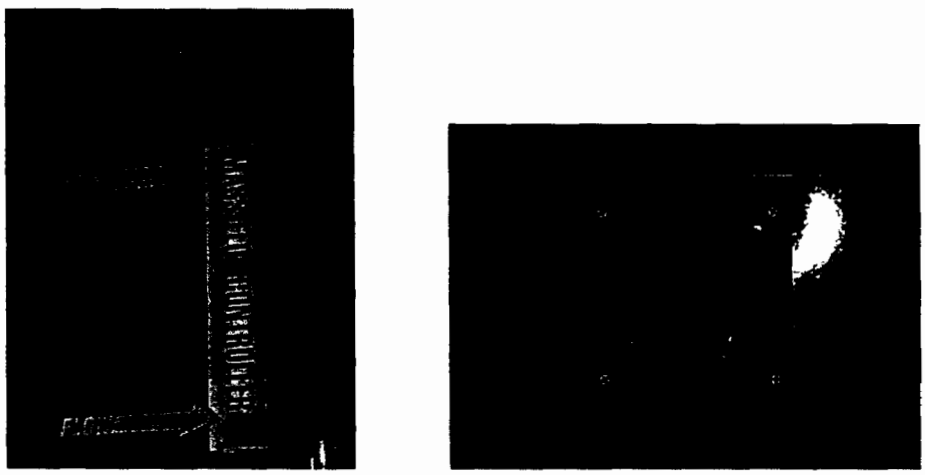


รูปที่ 3.4 ปั๊มเพอริสแตติก (Peristatic pump)

3.1.5 สายยาง Masterflex จากบริษัท Cole-Parmer Instrument Company สำหรับใช้กับปั๊มเพอริสแตติก

3.1.6 ใบพัดปั่นกวน (Motor stirrer) สำหรับกวนให้สารตั้งต้นให้มีอัตราส่วนเสมอกันตลอดทั่วทั้งภาชนะ

3.1.7 ชุดวัดและควบคุมปริมาณการไหล (Mass flow and mass flow controller) สำหรับควบคุมปริมาณการไหลของแก๊สไฮโดรเจนเข้าเครื่องปฏิกรณ์ ดังรูป 3.5



รูปที่ 3.5 ชุดควบคุมปริมาณการไหล

3.1.8 เทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple) สำหรับตรวจวัดอุณหภูมิ เป็นชนิดเค (K-type) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.6 มิลลิเมตร

3.1.9 ชุดเลือกบอกอุณหภูมิแบบดิจิตอล (Temperature indicator and Temperature switch) สำหรับเลือกดูอุณหภูมิในตำแหน่งที่ต้องการ ดังรูป 3.6

รูปที่ 3.6 ชุดเลือกบอกอุณหภูมิแบบดิจิตอล

3.1.10 เครื่องชั่งน้ำหนัก ทศนิยม 2 ตำแหน่ง

3.1.11 เครื่องชั่งน้ำหนัก ทศนิยม 4 ตำแหน่ง

3.1.12 นาฬิกาจับเวลา

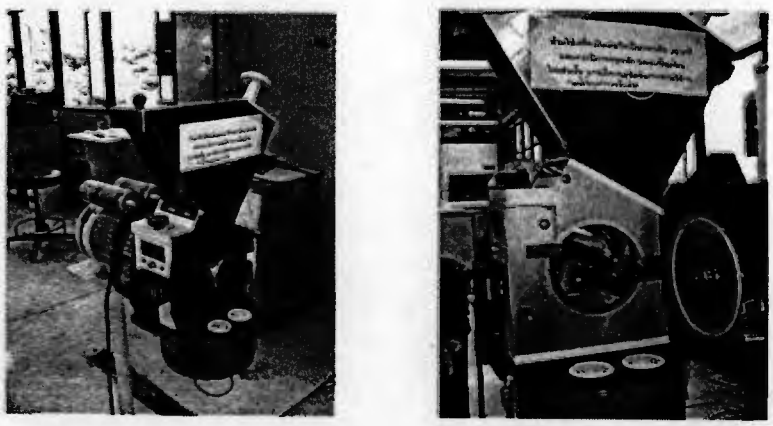
3.1.13 ตู้อบแบบ Dry oven

3.1.14 ตู้ดูดความชื้น (Desiccator)

3.1.15 เครื่องอัดอากาศ (Air compressor)

3.1.16 เครื่องเหวี่ยง (Centrifuge)

3.1.17 เครื่องบดย่อย สำหรับบดเม็ดพลาสติกโพลีพรอพิลีน และพอลิสไตรีน แสดงดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 เครื่องบดย่อย

3.1.18 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี(Gas Chromatography) และซอฟต์แวร์จำลองการกลั่น (Simulated Distillation) AC SIMDIS D3710 บริษัท AC Analytical Controls จำกัด พร้อมเครื่องตรวจวิเคราะห์แบบ FID สำหรับวิเคราะห์องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์น้ำมันตามจุดเดือดตามมาตรฐาน ASTM D2887 แสดงดังรูป 3.8

รูปที่ 3.8 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีแบบจำลองการกลั่น

3.1.19 เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FT-IR) บริษัท Thermo electron corporation รุ่น NICOLET NEXUS 470 FT-IR สำหรับวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของผลิตภัณฑ์น้ำมันที่ได้ แสดงดังรูปที่ 3.9

รูปที่ 3.9 เครื่อง FT-IR

3.1.20 เครื่องหาพื้นที่ผิวรูพรุนทั้งหมด (BET Surface Area) บริษัท micromeritics รุ่น ASAP 2020 สำหรับหาพื้นที่ผิวรูพรุนทั้งหมดของตัวเร่งปฏิกิริยา แสดงดังรูป 3.10

รูปที่ 3.10 หาพื้นที่ผิวรูพรุนทั้งหมด

3.2 สารตั้งต้นและสารเคมี

3.2.1 เม็ดพลาสติกพอลิพรอพิลีน จากบริษัท ทีพีไอ โพลีน จำกัด

3.2.2 เม็ดพลาสติกพอลิสไตรีน จากบริษัท ทีพีไอ โพลีน จำกัด

3.2.3 น้ำมันหล่อลื่นใช้แล้ว จากศูนย์เปลี่ยนถ่ายน้ำมันเครื่องรถยนต์ จังหวัดราชบุรี

3.2.4 คาร์บอนไดซัลไฟด์ (CS_2) จากบริษัท MERCK

3.2.5 Ferric nitrate nanohydrate ($FeN_3O_9.9H_2O$) จากบริษัท S.R. Lab จำกัด

3.2.6 น้ำมันก๊าด

3.2.7 แก๊สไฮโดรเจนร้อยละ 99.5 จากบริษัท Praxair จำกัด

3.2.8 แก๊สออกซิเจนร้อยละ 99.7 จากบริษัท United Industrial จำกัด

3.2.9 ตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กบนถ่านกัมมันต์ (Fe/Activated carbon)

3.3 การดำเนินการวิจัย

3.3.1 วิเคราะห์องค์ประกอบของน้ำมันหล่อลื่นใช้แล้ว

3.3.2 เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กร้อยละ 5 บนถ่านกัมมันต์

3.3.3 ศึกษาอิทธิพลของตัวแปรต่างๆ ที่มีผลต่อการแตกตัวของน้ำมันหล่อลื่นใช้แล้ว พอลิพรอพิลีน และพอลิสไตรีนด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กบนถ่านกัมมันต์

โดยแบ่งการทดลองออกเป็น 3 ส่วนการทดลองดังนี้

1. การศึกษาหาอิทธิพลของตัวแปรต่าง ๆ ที่มีผลต่อการแตกตัวของน้ำมันหล่อลื่นใช้แล้ว เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมของตัวแปรที่มีอิทธิพลต่อการกระจายตัวขององค์ประกอบผลิตภัณฑ์น้ำมันที่ได้ ตาม ASTM D2887 เป็นแนฟทา (Naphtha) เคโรซีน (Kerosene) แก๊สออยล์เบา (Light gas oil) แก๊สออยล์หนัก (Heavy gas oil) และกากน้ำมันหนัก (Long residue) โดย
   1.1 ศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อการแตกตัวของน้ำมันหล่อลื่นใช้แล้วที่ 390, 410, 430 และ 450 องศาเซลเซียส
   1.2 ศึกษาผลของอัตราการไหลเข้าของน้ำมันหล่อลื่นใช้แล้ว ที่มีต่อการแตกตัวที่ 0.32, 0.60 และ 1.23 กรัมต่อนาที
   1.3 ศึกษาผลของอัตราการไหลเข้าแก๊สไฮโดรเจนที่มีต่อการแตกตัวของน้ำมันหล่อลื่นใช้แล้วที่ 5 และ 10 มิลลิลิตรต่อนาที
   1.4 ศึกษาผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กบนถ่านกัมมันต์มีต่อการแตกตัวของน้ำมันหล่อลื่นใช้แล้วที่ร้อยละ 0.10, 0.50, 0.75 และ 1.00 โดยน้ำหนัก และไม่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยา
2. ศึกษาผลของปริมาณพลาสติกผสมของพอลิพรอพิลีน และพอลิสไตรีนที่มีผลต่อปฏิกิริยาการแตกตัวเป็นผลิตภัณฑ์น้ำมันที่ร้อยละ 1.00, 2.50, 4.00 และ 10.00 โดยน้ำหนักของน้ำมันหล่อลื่นใช้แล้ว
3. วิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของผลิตภัณฑ์น้ำมันที่ได้จากการแตกตัวของน้ำมันหล่อลื่นใช้แล้วกับพลาสติกผสมของพอลิพรอพิลีน พอลิสไตรีนด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กบนถ่านกัมมันต์ด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FT-IR)

3.4 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

3.4.1 การเตรียมวัตถุดิบและสารตั้งต้น

<u>พอลิพรอพิลีนและพอลิสไตรีน</u> นำไปบดด้วยเครื่องบดย่อย ผ่านตระแกรงร่อนขนาด 0.25 มิลลิเมตร จากนั้นนำไปอบในตู้อบแบบ Dry Oven ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จนได้น้ำหนักคงที่แล้วเก็บในตู้ดูดความชื้น เพื่อเตรียมไว้ใช้ทดลองต่อไป

<u>น้ำมันหล่อลื่นใช้แล้ว</u> วิเคราะห์หาองค์ประกอบของน้ำมันหล่อลื่นใช้แล้วด้วยเครื่อง Simulated Distillation Gas Chromatograph (DGC)

ตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กร้อยละ 5 บนถ่านกัมมันต์

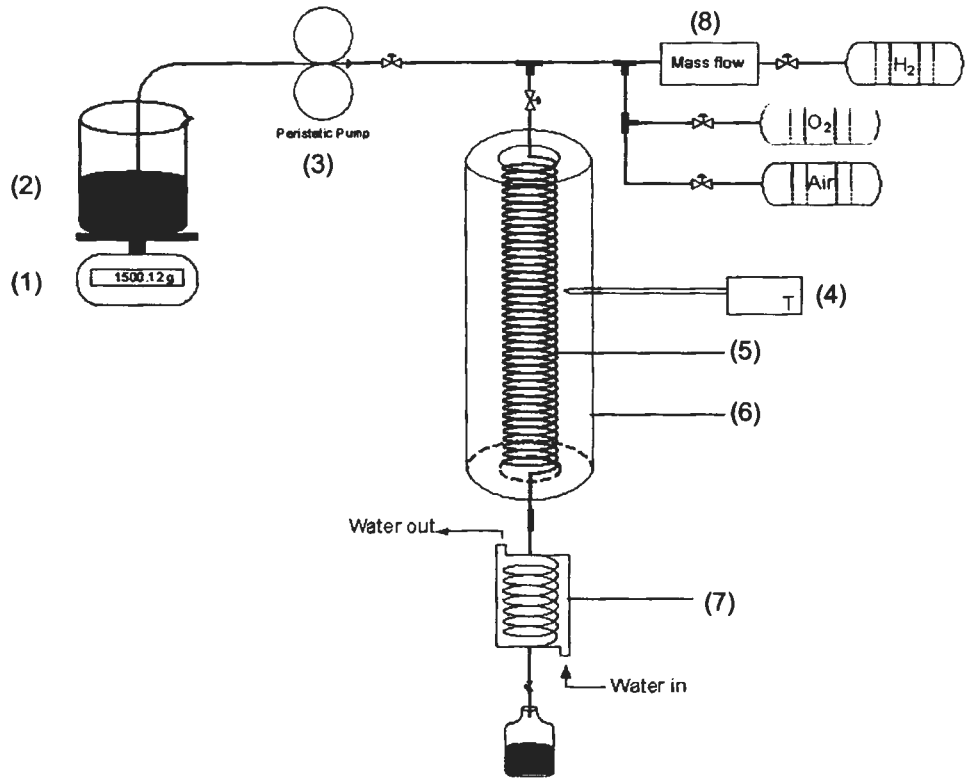
ตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กร้อยละ 5 บนถ่านกัมมันต์จำนวน 50 กรัม เตรียมโดยวิธีการฝังตัวแบบเปียก (wet impregnation) [43]

1 ร่อนถ่านกัมมันต์ให้ได้ถ่านหนัก 50 กรัมที่มีขนาดเท่าๆ กันผ่านตระแกรงร่อนขนาด 1 มิลลิเมตร
2 รินสารละลาย Ferric nitrate nanohydrate ($FeN_3O_9.9H_2O$) จำนวน 15.31 กรัม ที่ละลายในน้ำกลั่นลงบนถ่านจนเปียกชุ่ม เพื่อให้ได้เหล็ก (Fe) จำนวนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักบนถ่านกัมมันต์
3 กวนให้สารละลายแห้งผสมกับถ่านกัมมันต์อย่างทั่วถึงในอ่างน้ำร้อนอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส
4 นำสารผสมไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
5 แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง
6 ก่อนใช้งานนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการ Impregnation แล้วไปรีดิวซ์ด้วยแก๊สไฮโดรเจนด้วยอัตราการไหล 120 มิลลิลิตรต่อนาที ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
7 วิเคราะห์หาพื้นที่ผิว (Surface area) โดยใช้เครื่อง Surface area and porosity analyzer
8 หาปริมาณเหล็กบนถ่านกัมมันต์ด้วย XRF Analysis

3.4.2 ขั้นตอนการทำการทดลอง

3.4.2.1 เตรียมสารตั้งต้นตามสภาวะการทดลองที่กำหนดเช่น ผสมตัวเร่งปฏิกิริยาหรือพลาสติก หรือน้ำมันหล่อลื่นเพียงอย่างเดียว ชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งละเอียดทศนิยม 2 ตำแหน่ง ตลอดการทดลอง

3.4.2.2 ประกอบเครื่องปฏิกรณ์เข้ากับส่วนประกอบต่างๆ โดยใส่เครื่องปฏิกรณ์ในเตาเผาอุณหภูมิสูง สารตั้งต้นจะถูกป้อนและควบคุมอัตราการป้อนด้วยปั๊มเพอริสแตติก ด้านล่างของเครื่องปฏิกรณ์ต่อกับชุดลดอุณหภูมิ เทอร์โมคัปเปิลวัดอุณหภูมิจริงภายในเตา แสดงดังรูป 3.12



รูปที่ 3.11 ชุดทดลองประกอบด้วย (1)เครื่องชั่งน้ำหนัก ทศนิยม 2 ตำแหน่ง (2)บีกเกอร์สารตัวอย่าง (3)ปั๊มเพอริสแตติก (4)อุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิแบบดิจิตอล (5)ท่อปฏิกรณ์ (6)เตาเผา (7)ชุดลดอุณหภูมิ และ(8)ชุดควบคุมอัตราการไหลของแก๊ส

3.4.2.3 ทำการทดลองและเก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่ตัวแปรตามที่กำหนด

3.4.2.4 ชั่งน้ำหนักผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยเครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง

3.4.2.5 นำผลิตภัณฑ์น้ำมันที่ได้ไปวิเคราะห์ค่าการกระจายขององค์ประกอบผลิตภัณฑ์น้ำมันในช่วงคาบจุดเดือดที่อุณหภูมิต่างๆด้วยเครื่อง Simulated Distillation Gas Chromatograph

3.4.2.6 คำนวณร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ แสดงการคำนวณดังภาคผนวก ข