บทที่ 3

เครื่องมือและวิธีการทดลอง

3.1 รูปแบบการศึกษา

เป็นการวิจัยเชิงทดลองในห้องปฏิบัติการ (Experimental research) เพื่อศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในกระบวนการร่วมระหว่างลิกไนต์และพอลิพรอพิลีน และวิเคราะห์สมบัติของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น เพื่อนำมาเป็นข้อมูลในการผลิต และการนำไปใช้ประโยชน์อย่างเหมาะสมต่อไป

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการศึกษา

3.2.1 เครื่องปฏิกรณ์ (Reactor) ขนาดเล็กแสดงดังรูปที่ 3.1 ตัวเครื่องปฏิกรณ์มีลักษณะเป็นทรงกระบอก ทำด้วยเหล็กกล้าไร้สนิม SS.316 มีปริมาตร 75 ml. ด้านบนมีฝาครอบปิดที่มีชุดอุปกรณ์สำหรับอัดแก๊ส และเทอร์โมคับเปิลสำหรับตรวจวัดอุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกรณ์โดยเทอร์โมคับเปิลที่เลือกใช้สำหรับงานวิจัยเป็นชนิดเค มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.6 มิลิเมตร ซึ่งต่อเข้ากับอุปกรณ์ชุดควบคุมอุณหภูมิ (temperature control) แบบดิจิตอล และตัวเครื่องปฏิกรณ์นั้นจะถูกให้ความร้อนโดยขดลวดให้ความร้อนขนาดกำลังไฟ 450 วัตต์ และหุ้มด้วยใยเซรามิกที่ทนความร้อน เพื่อป้องกันการสูญเสียความร้อนขณะที่ทำการทดลอง โดยเครื่องปฏิกรณ์นี้ต่อเข้ากับเครื่องเขย่า แสดงดังรูปที่ 3.2 ในขณะที่ทำการทดลอง

3.2.2. เครื่องกรองแบบสูญญากาศ เป็นการแยกส่วนที่เป็นผลิตภัณฑ์เหลวออกจากส่วนที่เป็นของแข็ง และกระดาษกรองที่นำมาใช้เป็นกระดาษกรองใยแก้วซึ่งจะช่วยให้ลดเวลาในการกรองและกรองได้อย่างมีประสิทธิภาพ แสดงดังรูปที่ 3.3

3.2.3. ตู้อบไฟฟ้า (oven)

3.2.4 เครื่องบดหยาบ

3.2.5 เครื่องบดละเอียด

3.2.6 เครื่องเขย่า (sieve shaker)

3.2.7 แร่งขนาด 60 mesh

3.2.8 เครื่องวิเคราะห์โดยประมาณของคาร์บอน

3.2.9 เครื่องชั่งที่ใช้มี 2 ชนิด

ชนิดชั่งได้ละเอียด 2 ตำแหน่ง

ชนิดชั่งได้ละเอียด 4 ตำแหน่ง

3.2.10 นาฬิกาจับเวลา

3.2.11 เครื่องแก้ว

I19654056

ได้แก่ beaker, volumetric flask, spectular และขวดใส่สารตัวอย่าง

3.3 วัตถุดิบและสารเคมี

3.3.1 ลิกไนต์ จากจังหวัดลำปาง

3.3.2 พอลิพรอพิลีน จากบริษัทอุตสาหกรรมปิโตรเคมีกัลไทย จำกัด (มหาชน)

3.3.3 แก๊สไฮโดรเจน 99.5%

3.3.4 โทลูอีน 99.5%

3.4 ขั้นตอนการดำเนินการศึกษา

3.4.1 วิเคราะห์สมบัติเบื้องต้นของ ลิกไนต์และพอลิพรอพิลีน

- VM, FC , Ash, Moisture

3.4.2 วิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุ ของลิกไนต์และพอลิพรอพิลีน

- C , H, N, O, S

3.4.3 ศึกษาตัวแปรที่มีผลในการทดลองของกระบวนการร่วมของลิกไนต์และพอลิพรอพิลีน โดยมีเหล็กบนถ่านกัมมันต์ที่เตรียมจากกะลาปาล์มน้ำมันเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

3.4.3.1 ศึกษาผลของตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กบนถ่านกัมมันต์ โดยแบ่งออกเป็น

- เปอร์เซ็นต์ของเหล็ก 1 % 5% 10% และไม่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยา
- น้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เติมลงไป 0.75 , 1.5 และ 3.0 กรัม

3.4.3.2 ศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อการเกิดปฏิกิริยา

- 380, 400, 420 และ 440 องศาเซลเซียส

3.4.3.3 ศึกษาผลของความดัน

- 27, 48 , 55, 62 และ 75 bar

3.4.3.4 ศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

- 15, 30, 45, 60 และ 90 นาที

3.4.3.5 ศึกษาผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนัก (กรัม) ของพอลิพรอพิลีน และลิกไนต์

- 15: 0, 12:3, 10 :5, 3:12 และ 8:3

3.4.4 การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์

ในการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้นั้น วิเคราะห์โดยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี แบบ simulated distillation โดยในการวิเคราะห์เป็นไปตามมาตรฐาน ASTM D-2887

3.5 ขั้นตอนการทดลอง ในการทดลองนี้แบ่งออกเป็น

3.5.1 การเตรียมวัตถุดิบ

-ลิกไนต์ ที่ได้มาจากจังหวัดลำปางนั้น มาทำการบดย่อยเพื่อให้ได้ขนาด 60 mesh และนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 °C จนกระทั่งน้ำหนักคงที่ ส่วนพอลิพรอพิลีนที่ได้มาจาก บริษัท อุตสาหกรรมปิโตรเคมีกัลไทย จำกัด (มหาชน) มาทำการอบที่ 80 องศาเซลเซียสจนน้ำหนักคงที่และเก็บในdesicator สำหรับทำการทดลองต่อไป และนำไปวิเคราะห์โดยวิธีแบบประมาณ (proximate) และแบบละเอียด (ultimate) ต่อไป

3.5.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กบนถ่านกัมมันต์ที่เตรียมจากกะลาปาล์ม

1. ชั่งถ่านกัมมันต์ 9.5 กรัม และ $Fe(NO_3)_3 9H_2O$ 3.62 กรัม
2. รินน้ำลงไปในถ่านกัมมันต์ที่เตรียมไว้ให้เปียกชุ่ม จากนั้นนำไปเข้าเครื่องสูญญากาศเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ขณะเดียวกันนำ $Fe(NO_3)_3 9H_2O$ ที่ชั่งเตรียมไว้มาละลายในน้ำ 15 มิลลิลิตร ให้หมด
3. เมื่อไล่อากาศออกจากถ่านกัมมันต์แล้ว ให้เอาสารละลาย $Fe(NO_3)_3 9H_2O$ ที่เตรียมไว้ค่อยๆเทลงไปแล้วกวน ทำซ้ำอีก 4 ครั้ง จนสารละลายหมด นำบีกเกอร์ที่ใส่สารละลาย $Fe(NO_3)_3$ มาเติมน้ำอีก 10มิลลิลิตร แล้วกวนทำซ้ำอีก 2 ครั้ง เติมน้ำอีก 10 มิลลิลิตร ทิ้งไว้ 15 นาที แล้วจึงนำถ่านกัมมันต์ที่กำลัง impregnate ไปเข้าเครื่องสูญญากาศอีก เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
4. เมื่อครบกำหนดเวลานำสารละลายไปอบที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จนแห้งเหมือนกับถ่านกัมมันต์ตอนเริ่มต้น
5. นำไปอบที่อุณหภูมิ 120 °C ทิ้งไว้ข้ามคืน
6. นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ทำการ impregnate แล้วไปทำการ reduction ด้วย H_2 ด้วยอัตรา 120 ml/min ที่ 450 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
7. ถ้าจะเพิ่มซัลไฟด์ให้แก่ตัวเร่งปฏิกิริยา ทำได้โดยผ่าน $H_2 : H_2S$ ที่อัตราส่วน 4: 1 ที่อุณหภูมิ 400 °C เป็นเวลา 1ชั่วโมง
8. วิเคราะห์หาพื้นที่ผิว (surface area) โดยเครื่อง BET method

3.5.3 ขั้นตอนการทดลอง

1. ชั่งลิกไนต์และพอลิพรอพิลีน และตัวเร่งปฏิกิริยา ตามอัตราส่วนที่กำหนด
2. นำสารตั้งต้นและตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดใส่ลงในถังปฏิกรณ์ปิดฝาให้เรียบร้อย

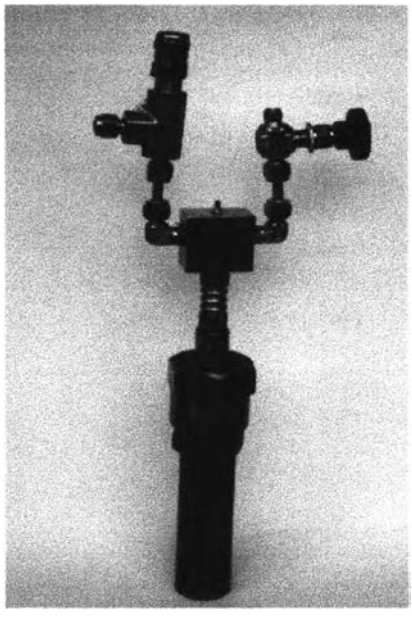
3. นำเครื่องปฏิกรณ์ไปทำการไล่อากาศที่อยู่ภายในออกด้วยแก๊สไฮโดรเจนและทำการอัดแก๊สไฮโดรเจนลงไปในถังปฏิกรณ์อย่างช้าๆ และทำการตรวจสอบว่ามีการรั่วของแก๊สโดยใช้น้ำสบู่ทดสอบตามข้อต่อของเครื่องปฏิกรณ์ จากนั้นค่อยๆหมุนวาล์วปิดเพื่อไม่ให้แก๊สออก

4. นำเครื่องปฏิกรณ์ไปต่อเข้ากับ เครื่องเขย่า และต่อชุดอุปกรณ์ขดลวดให้ความร้อนลงไป หุ้มด้วยฉนวนเพื่อป้องกันการสูญเสียความร้อน และทำการต่อเทอร์โมคับเปิลเข้ากับเครื่องปฏิกรณ์และทำการเขย่า เริ่มจับเวลาเมื่อถึงอุณหภูมิที่ตั้งไว้จนครบเวลาที่ตั้งไว้

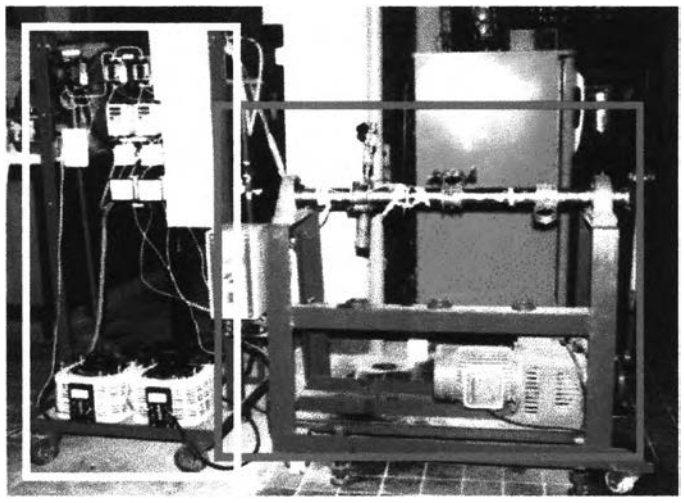
5. เมื่อครบเวลาที่ทำปฏิกิริยานำฉนวนออกแล้วใช้พัดลมเป่าจนกระทั่งภายในเครื่องปฏกรณ์มีอุณหภูมิใกล้เคียงอุณหภูมิห้อง และนำเครื่องปฏิกรณ์ไปชั่งน้ำหนัก จากนั้นปล่อยแก๊สออกที่เครื่องดูดอากาศ และนำเอาผลิตภัณฑ์ที่อยู่ภายในออกมา โดยผลิตภัณฑ์ที่ได้มีลักษณะเป็นของผสมที่ข้น

6. นำผลิตภัณฑ์มาทำการกรอง โดยเครื่องกรองแบบสูญญากาศ และใช้กระดาษกรองแบบใยแก้ว แยกเอาส่วนที่เป็นของเหลวเก็บไว้ในขวดแก้วที่ชั่งน้ำหนักแล้วและทำการล้างเครื่องปฏิกรณ์ด้วยตัวทำละลายโทลูอีน 95 % จากนั้นเช็ดทำความสะอาดด้วยกระดาษซับมันที่ชั่งเตรียมไว้แล้ว นำส่วนที่เป็นของแข็งและกระดาษซับมันไปอบที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 คืน แล้วนำมาชั่งน้ำหนัก และทำการคำนวณร้อยละการเปลี่ยนแปลงต่อไป

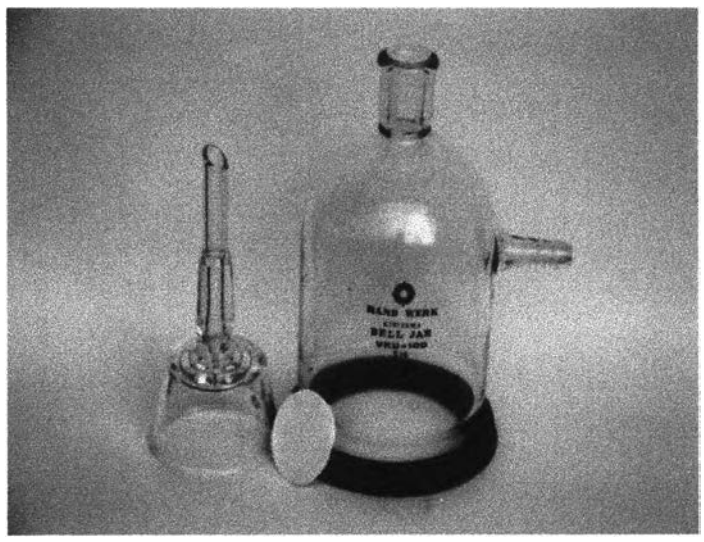
7. นำผลิตภัณฑ์ที่เป็นของเหลวไปทำการวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง Simulated distillation gas chromatography เพื่อวิเคราะห์หาการกระจายตัวของผลิตภัณฑ์น้ำมันในช่วงจุดเดือดอุณหภูมิต่างๆ



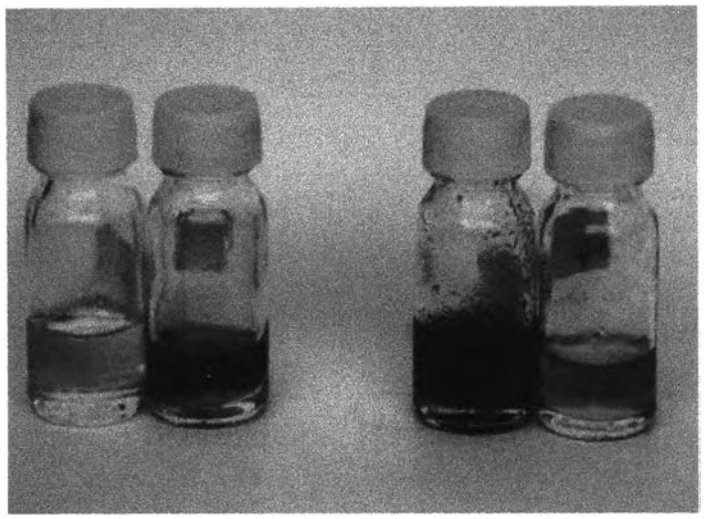
รูปที่ 3.1 เครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กที่ทนความดันสูง



รูปที่ 3.2 ชุดควบคุมอุณหภูมิ และ เครื่องเขย่า



รูปที่ 3.3 ชุดเครื่องกรอง



รูปที่ 3.4 ผลิตภัณฑ์น้ำมันตัวอย่าง