บทที่ 3

เครื่องมือและวิธีการทดลอง

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์การทดลอง

3.1.1 ชุดอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์บนตัวรองรับโดโลไมต์

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์บนตัวรองรับโดโลไมต์ ที่ใช้ศึกษาในงานวิจัยนี้เตรียมโดยวิธีอิมเพรกเนชันหรือวิธีการฝังตัว โดยมีวัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ดังนี้

1) อ่างอะลูมิเนียม (water bath)
2) เทอร์โมมิเตอร์ (thermometer)
3) บีกเกอร์ (beaker) ขนาด 250 มิลลิลิตร
4) แท่งคน
5) ขวดวัดปริมาตร (volumetric flask)
6) เตาอบ (oven)
7) เตาเผาความร้อนสูง (muffle furnace)
8) โกร่ง (mortar)
9) ช้อนตักสาร
10) หลอดหยด (dropper)
11) ครูซิเบิล (crucible)

3.1.2 เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง (drop-tube fixed-bed)

เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งที่ใช้ในการทดลองนี้ แสดงดังรูปที่ 3.1 และ 3.2 ซึ่งประกอบด้วยส่วนต่างๆ ดังนี้

1) เครื่องปฏิกรณ์แบบ drop-tube fixed-bed ทำจากแก้วควอทซ์ (quartz) ทนความร้อนสูง 43.5 เซนติเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 20 มิลลิเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 22 มิลลิเมตร โดยที่บริเวณกึ่งกลางมีการคอดแก้วเพื่อรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา

2) อุปกรณ์วัดและควบคุมอัตราการไหลของแก๊สออกซิเจนและไนโตรเจน โดยควบคุมอัตราการไหลรวมให้คงที่ที่ 120 มิลลิลิตรต่อนาที

3) HPLC pump ทำหน้าที่ปั้มน้ำเพื่อผลิตไอน้ำ โดยใช้ร้อยละของไอน้ำ (0 52 62 โดยปริมาตร)

4) เทอร์โมคัพเพิล (thermocouple) ชนิด K

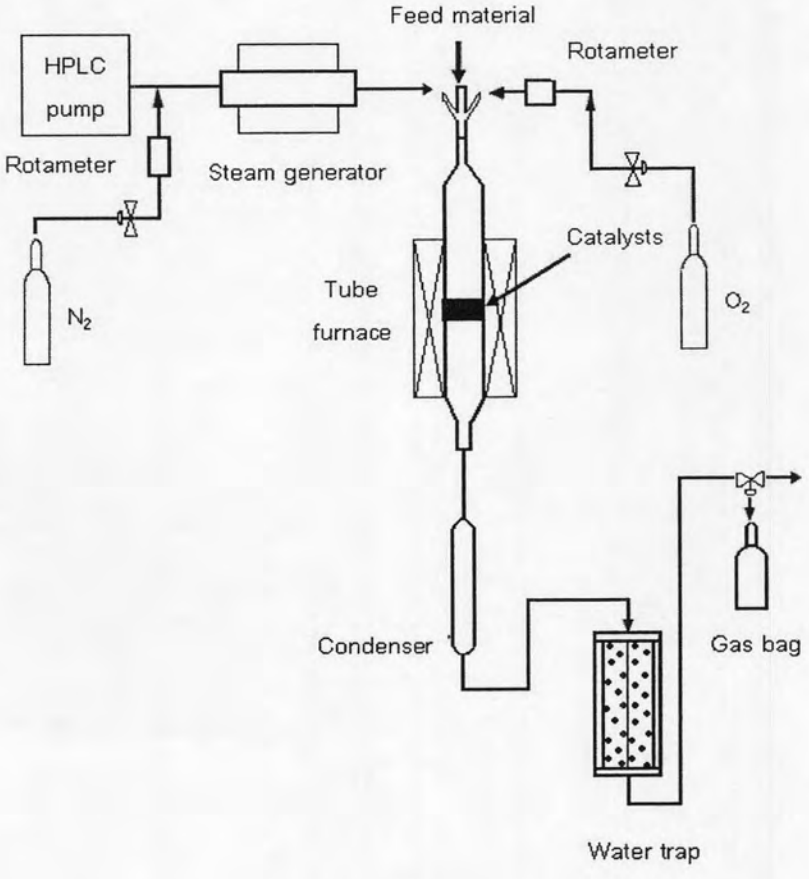
5) เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (temperature controller) สำหรับผลิตไอน้ำ

6) เครื่องให้ความร้อน (tube furnace) ในการเกิดปฏิกิริยาตามอุณหภูมิที่ต้องการ (650 750 และ 850 องศาเซลเซียส)

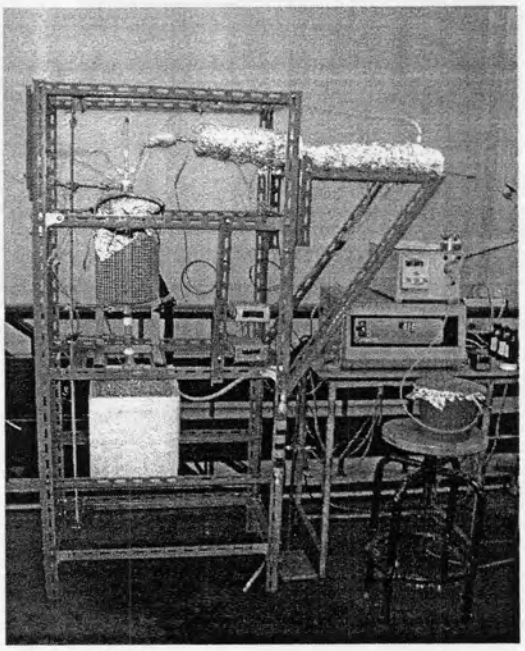
7) เครื่องควบแน่น ทำจากแก้ว สูง 30 เซนติเมตร

8) อุปกรณ์ดูดความชื้น บรรจุด้วยซิลิกาเจล

9) ถุงเก็บตัวอย่างแก๊ส (sampling bag) ขนาด 2 ลิตร



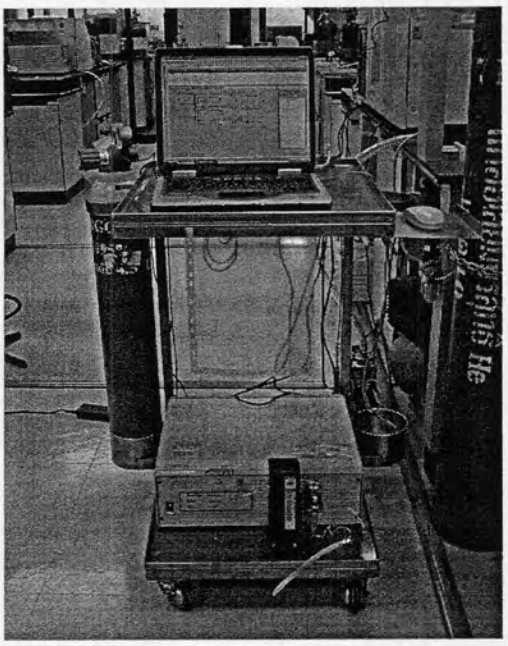
รูปที่ 3.1 แบบจำลองเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง



รูปที่ 3.2 เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง

3.1.3 **เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ** (Gas Chromatograph)

งานวิจัยนี้ใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ ยี่ห้อ agilent 3000A ดังรูปที่ 3.3 โดยภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์แก๊ส แสดงดังตารางที่ 3.1



รูปที่ 3.3 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ

ตารางที่ 3.1 ภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์แก๊สด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ

แก๊สพา (carrier gas)	แก๊สฮีเลียม (He) , แก๊สอาร์กอน (Ar)
ชนิดคอลัมน์	ประกอบด้วย 3 คอลัมน์ คือ - Molecular Sieve - Plot Q - OV-1
อุณหภูมิการฉีด (injector temperature)	70 องศาเซลเซียส
อุณหภูมิคอลัมน์	110 , 60 และ 90 องศาเซลเซียส
ระบบตรวจวัด (detector)	ระบบวัดสภาพการนำความร้อน

โดยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ (gas chromatograph) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการแยกสารผสมที่ระเหยง่าย โดยสารผสมจะถูกฉีดเข้าไปในคอลัมน์ (column) ที่บรรจุด้วยสารที่ทำหน้าที่เป็นตัวยึดจับที่เรียกว่า stationary phase และมีแก๊สพา (carrier gas) เป็นเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) เคลื่อนที่ไปตามคอลัมน์เข้าสู่เครื่องวัด (detector) สัญญาณที่เครื่องตรวจวัดได้รับนั้นจะถูกส่งไปบันทึกเป็นโครมาโทแกรม (chromatogram) โดยเครื่องบันทึก (recorder) โดยแก๊สโครมาโทกราฟมีส่วนประกอบที่สำคัญดังนี้

1. แก๊สพา (carrier gas)
2. ตัวควบคุมการไหล (flow controller)
3. ส่วนที่ฉีดสารตัวอย่าง (injector port)
4. คอลัมน์ (column)
5. ดีเทคเตอร์ (detector)
6. เครื่องบันทึก (recorder)

รายละเอียดของส่วนประกอบที่สำคัญมีดังนี้

1. แก๊สพา

แก๊สพาเป็นแก๊สที่ใช้สำหรับพาสารตัวอย่าง ที่ถูกทำให้เป็นไอหรือแก๊สเฟสแล้วที่ส่วนที่ฉีดสารตัวอย่างให้เข้าสู่คอลัมน์ แก๊สพานี้ต้องมีการควบคุมอัตราการไหล (flow rate) ให้คงที่ โดยอัตราการไหลของแก๊สพามีส่วนสำคัญต่อการวิเคราะห์ทั้งเชิงคุณภาพและปริมาณ ดังนั้นจึงต้องมีการควบคุมให้คงที่

แก๊สพาโดยทั่วไปควรมีคุณสมบัติเฉื่อย ไม่เกิดปฏิกิริยากับสารตัวอย่าง มีมวลโมเลกุลต่ำและมีการแพร่น้อย มีความบริสุทธิ์สูงและราคาไม่แพง แก๊สพาที่ใช้กันโดยทั่วไป ได้แก่ ไนโตรเจน ฮีเลียม และอาร์กอน

2. คอลัมน์

คอลัมน์เป็นส่วนสำคัญของการแยกสารด้วยเทคนิคทาง GC เมื่อแก๊สหรือไอของสารผสมในสารตัวอย่างผ่านคอลัมน์ สารที่บรรจุในคอลัมน์เปล่าจะทำหน้าที่เป็นตัวแยกแก๊สหรือไอของสารผสมเหล่านั้นออกจากกันเป็นส่วนๆ ดังนั้นโครมาโทแกรมที่ได้จะดีหรือไม่จึงขึ้นอยู่กับชนิดของคอลัมน์

3. ดีเทคเตอร์

ดีเทคเตอร์คือเครื่องที่สามารถบ่งบอกว่ามีสารที่ต้องการวิเคราะห์หรือมีสารอื่นที่แตกต่างไปจากแก๊สพาออกมาจากคอลัมน์หรือไม่ ถ้ามีก็จะสามารถวัดได้ว่ามีปริมาณเท่าใด ดังนั้นเครื่องตรวจวัดจึงต้องเป็นเครื่องที่มีลักษณะเฉพาะ สามารถให้สัญญาณกับสารต่างๆ ได้ ให้สภาพไวที่สูงพอ มีการตอบสนองที่ดีในช่วงความเข้มข้นของสารที่กว้างพอ และมีหลากหลายชนิด ตามความเหมาะสมของงานก็ได้

ลักษณะเฉพาะที่ต้องการของดีเทคเตอร์นั้น ควรจะมีลักษณะเฉพาะในการตอบสนองต่อสารเคมีที่ต้องการวิเคราะห์ดังต่อไปนี้

- ให้สภาพความไวสูง (high sensitivity)
- มีความเฉพาะต่อการตรวจหาสาร (selectivity)
- ให้ผลการวิเคราะห์เชิงปริมาณมีช่วงความเข้มข้นที่กว้างพอที่จะวัดได้อย่างถูกต้อง
- มีเสถียรภาพ (stability) และความเที่ยง (reproducibility)

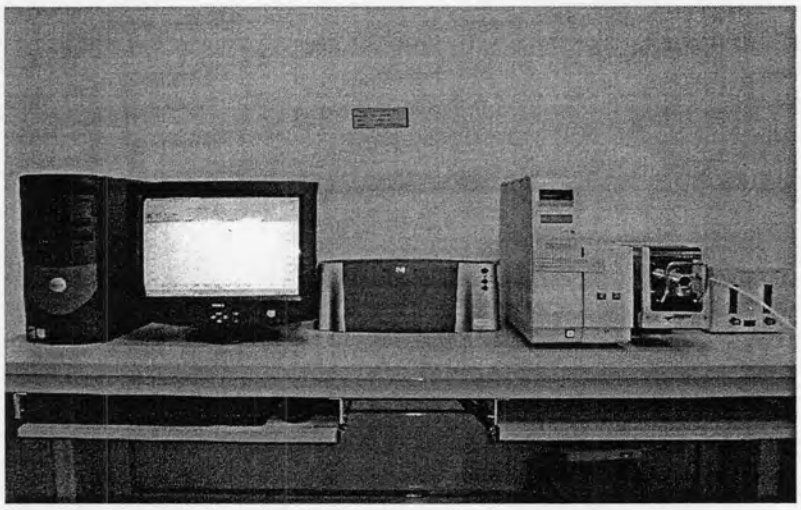
ดีเทคเตอร์ที่นิยมใช้มี 2 ชนิดคือ เทอร์มอลคอนดักติวิตีดีเทคเตอร์ (TCD) และเฟลมไอออนไนเซชันดีเทคเตอร์ (FID) โดยในงานวิจัยนี้ใช้ดีเทคเตอร์แบบ TCD

- ดีเทคเตอร์แบบ TCD

วิเคราะห์สารที่ออกมากับแก๊สพา โดยใช้หลักการทำงานดังนี้ แก๊สพาบริสุทธิ์ (reference gas) กับแก๊สพาที่มีสารตัวอย่างอยู่ด้วยจะมีคุณสมบัติในการนำความร้อน (thermal conductivity) ที่ต่างกัน เมื่อสารตัวอย่างที่ถูกแยกจากคอลัมน์พร้อมด้วยแก๊สพาผ่านเข้าไปในเครื่องตรวจวัดและผ่านขดลวด (filament) ซึ่งทำให้ร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าปริมาณหนึ่งขดลวดจะเสียความร้อนให้กับแก๊สพาที่มีสารตัวอย่างที่เข้ามาในดีเทคเตอร์ แล้วดีเทคเตอร์ก็จะทำการปรับกระแสไฟฟ้าเพื่อให้ขดลวดมีความร้อนเท่าเดิม กระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการปรับความร้อนนี้จะเป็นสัญญาณส่งเข้าเครื่องบันทึกออกมาเป็นโครมาโทแกรม

3.1.4 **เครื่อง** Pyris Diamond TG/DTA, Thermogravimetric/Differential Thermal Analyzer

เครื่อง TG/DTA เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาการสลายตัวทางความร้อนหรือพฤติกรรมทางความร้อนของเม็ดพลาสติกทั้ง 4 ชนิด ได้แก่ พอลิสไตรีน (PS) พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (LDPE) และพอลิโพรพิลีน (PP) ดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 เครื่อง thermogravimetric/differential thermal analyzer

3.2 สารตั้งต้นและสารเคมี

1) เม็ดพลาสติก ได้แก่ พอลิสไตรีน (PS) พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (LDPE) และพอลิโพรพิลีน (PP)

2) นิกเกิลอะซีเตรต ($Ni(C_2H_3O_2)_2.4H_2O$) จาก บริษัท Fluka

3) โดโลไมต์ ($CaMg(CO_3)_2$)

4) ซิลิกาเจล จาก บริษัท วิทยาศรม จำกัด

5) แก๊สไนโตรเจน 99.5% จาก บริษัท แพรกแอร์ (ประเทศไทย) จำกัด

6) แก๊สออกซิเจน 99.95% จาก บริษัท TIG

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การวิเคราะห์สมบัติของพลาสติก

3.3.1.1 การวิเคราะห์แบบประมาณ (proximate analysis)

วิเคราะห์ตามมาตรฐานของ ASTM D3172-3175 ได้แก่ ปริมาณความชื้น ปริมาณเถ้า ปริมาณสารระเหยได้ และปริมาณคาร์บอนคงตัว

3.3.1.2 การวิเคราะห์แบบแยกธาตุ (ultimate analysis)

วิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบต่างๆ ได้แก่ คาร์บอน ไฮโดรเจน และไนโตรเจน ด้วยเครื่อง CHN analyzer

3.3.1.3 การวิเคราะห์สมบัติการสลายตัวทางความร้อน

การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนด้วยเครื่อง thermogravimetric analysis (TGA)

3.3.2 การเตรียมตัวรองรับโดโลไมต์

นำโดโลไมต์มาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วจึงนำไปเก็บในเดสิเคเตอร์

3.3.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล-โดโลไมต์โดยวิธีอิมเพรกเนชัน

1. เตรียมสารละลายอิมเพรกแนนต์ (impregnant) โดยการละลายนิกเกิลอะซีเตรตในน้ำกลั่นโดยชั่งน้ำหนักนิกเกิลอะซีเตรตตามร้อยละของนิกเกิลที่ต้องการ (ร้อยละ 1 5 และ 9)
2. นำสารละลายอิมเพรกแนนต์ที่เตรียมได้มาใส่บนตัวรองรับโดโลไมต์ ให้ความร้อนด้วยการแช่ในอ่างน้ำร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 70 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งคนตลอดเวลาจนกระทั่งเป็นเนื้อเดียวกัน สารที่ได้จะมีลักษณะข้นเหนียว

3. หลังจากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
4. นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มาบดให้ละเอียด จากนั้นนำไปแคลไซด์ในเตาเผาความร้อนสูง (muffle furnace) ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้ NiO/dolomite แล้วจึงนำไปวิเคราะห์ปริมาณพื้นที่ผิว BET (BET surface area) และลักษณะพื้นที่ผิว SEM

3.3.4 การแกซิฟิเคชันพลาสติกด้วยไอน้ำและออกซิเจนโดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

1. เตรียมเม็ดพลาสติก ได้แก่ พอลิสไตรีน (PS) พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (LDPE) และพอลิโพรพิลีน (PP)
2. ชั่งเม็ดพลาสติกหนัก 100 มิลลิกรัม เพื่อเตรียมปล่อยลงในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง
3. ใส่ quartz wool รองบริเวณกึ่งกลางท่อ เพื่อรองรับเม็ดพลาสติกขณะเกิดปฏิกิริยา
4. เปิดปั๊มน้ำเพื่อผลิตไอน้ำ ที่ร้อยละของไอน้ำที่ต้องการ (0 52 62 โดยปริมาตร)
5. เปิดแก๊สไนโตรเจนซึ่งใช้เป็นแก๊สพาเข้าสู่เตาปฏิกรณ์พร้อมกับไอน้ำ พร้อมทั้งเปิดสวิตช์เตาให้ความร้อน
6. เปิดแก๊สออกซิเจน โดยควบคุมอัตราการไหลรวมให้คงที่ที่ 120 มิลลิลิตรต่อนาที
7. เมื่ออุณหภูมิในเครื่องปฏิกรณ์ถึงอุณหภูมิที่ต้องการ (650 750 และ 850 องศาเซลเซียส) รอจนเข้าสู่ภาวะคงที่ จากนั้นปล่อยเม็ดพลาสติกจากทางด้านบนของเครื่องปฏิกรณ์
8. เก็บแก๊สที่ได้ทุกๆ10 นาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้ถุงเก็บแก๊ส ขนาด 2 ลิตร แล้วนำแก๊สที่เก็บได้ไปวิเคราะห์หาชนิดของแก๊สและสัดส่วนของแก๊สแต่ละชนิดด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ
9. ปิดเครื่องปั๊มน้ำ เครื่องให้ความร้อนสำหรับผลิตไอน้ำ แก๊สไนโตรเจน แก๊สออกซิเจนและเครื่องให้ความร้อนในการเกิดปฏิกิริยา
10. เมื่ออุณหภูมิลดลงถึงอุณหภูมิห้อง จึงเก็บตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ เพื่อนำไปวิเคราะห์สมบัติต่างๆ เช่น การหาการเกาะติดของคาร์บอนบนตัวเร่งปฏิกิริยา

3.3.5 การแกซิฟิเคชันพลาสติกด้วยไอน้ำและออกซิเจนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

1. เตรียมเม็ดพลาสติก ได้แก่ พอลิสไตรีน (PS) พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (LDPE) และพอลิโพรพิลีน (PP)
2. ชั่งเม็ดพลาสติกหนัก 100 มิลลิกรัม เพื่อเตรียมปล่อยลงในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง
3. ชั่งตัวเร่งปฏิกิริยา 3 กรัม รวมกับอะลูมินาบอล 10 กรัม ใส่ลงในท่อบริเวณกึ่งกลาง โดยใช้ quartz wool รองรับ จะได้ความสูงของตัวเร่งปฏิกิริยาประมาณ 2 เซนติเมตร
4. เปิดปั้มน้ำเพื่อผลิตไอน้ำ ที่ร้อยละของไอน้ำที่ต้องการ (0 52 62 โดยปริมาตร)
5. เปิดแก๊สไนโตรเจนซึ่งใช้เป็นแก๊สพาเข้าสู่เตาปฏิกรณ์พร้อมกับไอน้ำ พร้อมทั้งเปิดสวิตช์เตาให้ความร้อน
6. เปิดแก๊สออกซิเจน โดยควบคุมอัตราการไหลรวมให้คงที่ที่ 120 มิลลิลิตรต่อนาที
7. เมื่ออุณหภูมิในเครื่องปฏิกรณ์ถึงอุณหภูมิที่ต้องการ (650 750 และ 850 องศาเซลเซียส) รอจนเข้าสู่ภาวะคงที่ จากนั้นปล่อยเม็ดพลาสติกจากทางด้านบนของเครื่องปฏิกรณ์
8. เก็บแก๊สที่ได้ทุกๆ 10 นาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้ถุงเก็บแก๊ส ขนาด 2 ลิตร แล้วนำแก๊สที่เก็บได้ไปวิเคราะห์หาชนิดของแก๊สและสัดส่วนของแก๊สแต่ละชนิดด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ
9. ปิดเครื่องปั้มน้ำ เครื่องให้ความร้อนสำหรับผลิตไอน้ำ แก๊สไนโตรเจน แก๊สออกซิเจน และเครื่องให้ความร้อนในการเกิดปฏิกิริยา
10. เมื่ออุณหภูมิลดลงถึงอุณหภูมิห้อง จึงเก็บตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ เพื่อนำไปวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ต่อไป