

รายการอ้างอิง

ภาษาไทย

- กฤษดา พลาฤทธิ์. การปรับปรุงคุณภาพถ่านหินทางเคมีโดยเทคนิคฟลูอิดเซชัน. วิทยานิพนธ์ปริญญาโท ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2532.
- กัณทิมา ศิริจิระชัย. การขจัดกำมะถันในถ่านหินโดยวิธีออกซิเดชันในสารละลายเบส. วิทยานิพนธ์ปริญญาโท ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2528.
- เกริกชัย สุกัญจนจกั. ไอน้ำและพลังงานจากถ่านหิน. กรุงเทพมหานคร: สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2529.
- พัทธราภรณ์ เพชรานนท์. จลนพลศาสตร์ของออกซิเดชันกำมะถันไพไรต์ของถ่านหินแม่เมาะในสารละลายทองแดง. วิทยานิพนธ์ปริญญาโท ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2532.
- มนพีไล แห่งทวีย์เจริญ. จลนพลศาสตร์การขจัดกำมะถันในถ่านหินด้วยกระบวนการเมเยอร์ส. วิทยานิพนธ์ปริญญาโท ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2535.
- มานน อติวิชพงษ์ และ นัชรินทร์ วิธานิตินนท์. การขจัดกำมะถันในถ่านหิน. รายงานโครงการวิจัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2525.
- วิทยา ปิ่นสุวรรณ. การขจัดกำมะถันในถ่านหินโดยวิธีออกซิเดชัน. วิทยานิพนธ์ปริญญาโท ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2527.
- สมชัย อัครทิวา และ ประเสริฐ กลกิจสกุลผล. การขจัดกำมะถันในถ่านหินด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์. รายงานโครงการวิจัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2526.
- เอกชัย อานนท์กิจพานิช. การขจัดกำมะถันและกำมะถันในถ่านหินด้วยสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์. วิทยานิพนธ์ปริญญาโท ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2530.

ภาษาอังกฤษ

Alper, E., Calimli, A., Seven, F., and Duzgoren, M.K.

Oxydesulphurization of Turkish Lignites in Acidic and Basic Sulrries. Fuel 68 (1989): 1081-1085.

ASTM Standards, D 388. Coal by rank : American Society for testing Materials. U.S.A., 1989.

_____, D 3173. Moisture in the Analysis Sample of Coal and Coke : American Society for testing and Materials. U.S.A., 1989.

_____, D 3174. Ash in the Analysis Sample of Coal and Coke from coal: American Society for testing and Materials. U.S.A., 1989.

_____, D 3175. Volatile Matter in the Analysis Sample of Coal and Coke: American Society for testing and Materials. U.S.A., 1989.

_____, D 3175. Total Sulfur in the Analysis Sample of Coal and Coke : American Society for testing and Materials. U.S.A., 1989.

_____, D 2492. Forms of Sulfur in Coal :American Society for testing and Materials. U.S.A., 1985.

_____, D 3286. Gross Calorific values of Coal and Coke by the isothermal-Jacket Bomb Calorimeter: American Society for testing and Materials. U.S.A., 1986.

Boron, D.J., Taylor, S.R. Mild Oxidation of Coal. Fuel 64 (1985): 209-211.

Dessau, R.M. U.S. Pat. 4,022,588, May 10, 1977.

Elliot, R,C. Coal Desulfurization Prior to Combustion. 1st ed. New Jersy: Noyes Data Corporation, 1978.

- Husein, K., and Ramazan, C. Removal of Sulphur from Four Central Anatolian Lignites by NaOH. Fuel 67 (1988): 170-172.
- Joshi, J.B., Shah, Y.T. Kinetics of Organic Removal from Coal by Oxydesulphurization. Fuel 60 (1981): 612-614.
- Khoury, D.L. Coal Cleaning Technology. New Jersey: Noyes Data Co., 1981.
- King, W.E., Perlmutter, D.D. Pyrite Oxidation in Aqueous Ferric Chloride. AIChE Journal 23 (1977): 679-685.
- King, W.E., Lewis, J.A. Simultaneous Effects of Oxygen and Ferric Iron on Pyrite Oxidation in an Aqueous Slurry. Ind. Eng. Chem. Process Des. Dev. 19 (1980): 719-722.
- Kusakabe, K., Orita, M., Kato, K., Morooka, S., Kato, Y., and Kusunoki, K. Simultaneous Desulphurization and Demineralization of Coal. Fuel 68 (1989): 396-399.
- Levenspiel, O. Chemical Reaction Engineering. 2nd. ed. Singapore: John Willy & Sons, Inc., 1972.
- Ludmila Lanpa-krzymien. Complete Removal of Sulphur from Coal using Solutions Containing Cuppric Ions. Fuel 61 (1982): 871-872.
- _____. Complete Removal of Sulphur from Coal using Solutions Containing Cuppric Ions. Canadian Pat. CA1,159,001, December 20, 1983.
- Mazumder, B., Saikia, P.C., Sain, B., Varuah, B.P., and Bordoloi, C.S. Desulphurization of High Sulphur Coals of North-East Indian Coalfields by Organometallic Compounds. Fuel 68 (1989): 610-613.
- Mayers, R.A. Coal Desulphurization. New York: Marcel Dekker, Inc., 1977
- _____. Coal Handbook. 1st ed. New York: Marcel Dekker Ltd., 1981.

- _____. Desulfurize Coal Chemically. Hydrocarbon processing. 53 (June 1975): 93-95.
- _____. U.S. Pat. 3,738,988, October 30, 1973.
- Onganer, Y., Kocakerim, M.M., and Likan, M. A Kinetics Study of Meyers' Desulfurization of Asphaltite. Fuel 68 (1989): 1043-1047.
- Oshinowo, T. and Ofi, O. Kinetics of Chemical Desulphurization of Coal in Aqueous Ferric Chloride. The Canadian Journal of Chemical Engineering. 65 (1987): 481-486.
- Porter, C.R., et. al. Method for the Removal of sulfur from Carbonaceous Material. U.S. Pat. 4,324,599, April 13, 1982.
- Slagel, D., Shah, Y.T., and Joshi, J.B. Kinetics of Oxydesulfurization of Upper Freeport Coal. Ind. Eng. Chem. Process. Des. Dev. 27 (1981): 937-945.
- Van Nice, L.J., Santy, M.J., Koutsoubos, E.p., Orisini, R.A. , and Meyers, R.A. "Coal Desulfurization Test Plant Status," Coal Desulfurization Chemical and Physical Methods. T.d. wheelock(ed), ACS Symp. Series 6, Am Chem, Soc, Washington D.C., 1977.
- Vasilakos, N.P., Clinton, C.S. Chemical Benefication of Coal with Aqueous Hydrogen Peroxide / Sulphuric Acid Solution. Fuel 63 (1984), 1561-1563.



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก

วิธีวิเคราะห์

การวิเคราะห์ถ่านหินแบบประมาณ (Proximate analysis) : ASTM D 3173

1. ปริมาณความชื้นในตัวอย่างถ่านหิน (moisture in the analysis sample of coal) : ASTM D 3173

หลักการ นำตัวอย่างถ่านหินที่ร่อนผ่านตะแกรงขนาด 250 ไมครอนแล้ว มาให้ความร้อนคงที่ในตู้อบ (drying oven) ที่อุณหภูมิประมาณ 105-110°C เพื่อให้ไอน้ำระเหยออกไปจากถ่านหิน ค่าความชื้นคำนวณได้จากน้ำหนักของถ่านหินที่ลดลง

เครื่องมือ ตู้อบ (drying oven) , ถาดดอลูมิเนียมพร้อมฝาปิด , desiccator

วิธีการทดลอง

- อบถาดดอลูมิเนียมพร้อมฝาในตู้อบ (drying oven) ที่อุณหภูมิ 110 °C ประมาณ 30 นาที จากนั้นนำเข้า desiccator ทิ้งให้เย็นประมาณ 15 นาที นำไปชั่งน้ำหนักและบันทึกผล
- ชั่งตัวอย่างถ่านหินประมาณ 1 กรัม ใส่ในถาดดอลูมิเนียมที่ทราบน้ำหนักแล้วอย่างรวดเร็ว ปิดฝาทันที บันทึกน้ำหนักตัวอย่างถ่านหินไว้
- นำเข้าตู้อบ ที่อุณหภูมิประมาณ 105-110°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง (จนกระทั่งน้ำหนักตัวอย่างถ่านหินคงที่)
- หลังจากนั้นนำไปใส่ใน desiccator ทิ้งให้เย็นประมาณ 15 นาที แล้วชั่งน้ำหนักของถาดดอลูมิเนียมพร้อมฝาที่มีตัวอย่างถ่านหินที่อบแล้วอยู่ภายใน บันทึกผล

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$M = (W_1 - W_2) / W \times 100$$

- เมื่อ M = ร้อยละของปริมาณความชื้น
 W_1 = น้ำหนักของถาดอลูมิเนียมพร้อมฝาปิด รวมน้ำหนักตัวอย่างถ่านหิน
 เริ่มต้นก่อนการอบ (กรัม)
 W_2 = น้ำหนักของถาดอลูมิเนียมพร้อมฝา รวมน้ำหนักตัวอย่างถ่านหินที่อบ
 แล้ว (กรัม)
 W = น้ำหนักของตัวอย่างถ่านหิน (กรัม)

2. ปริมาณเถ้าในตัวอย่างถ่านหิน (ash in the analysis sample of coal) : ASTM D 3174

หลักการ นำตัวอย่างถ่านหินที่ร่อนผ่านตะแกรงขนาด 250 ไมครอนแล้ว ไปเผาไหม้ความร้อนในเตาเผา (Muffle Furnace) ที่อุณหภูมิ 500 °C จนกระทั่งได้น้ำหนักคงที่ของ crucible รวมกับน้ำหนักของเถ้าที่เหลือ จำนวนร้อยละของปริมาณเถ้า คำนวณได้จากน้ำหนักที่เหลืออยู่ภายหลังการเผา

เครื่องมือ เตาเผา (Muffle Furnace) , crucible แบบ porcelain พร้อมฝา และ desiccator

วิธีการทดลอง

- เตา crucible แบบ porcelain พร้อมฝาในเตาเผา(Muffle Furnace) ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง นำออกมาทำให้เย็นใน desiccator แล้วชั่งน้ำหนัก crucible พร้อมฝา
- ชั่งตัวอย่างถ่านหินใส่ crucible ประมาณ 1 กรัม
- นำไปเผาบนตะเกียงเบนเซน จนควันระเหยหมด
- นำไปเผาต่อในเตาเผาที่อุณหภูมิ 500 °C นานประมาณ 1 ชั่วโมง แล้วเพิ่มอุณหภูมิเป็น 750 °C เตาจนน้ำหนักคงที่ นำ crucible ออกจากเตาเผา ทำให้เย็นใน desiccator ชั่งน้ำหนักพร้อมทั้งบันทึกผล

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$A = (W_2 - W_1) / W \times 100$$

- เมื่อ A = รั้อยละของเถ้า
 W_3 = น้ำหนักของ crucible พร้อมฝา และเถ้า (กรัม)
 W_4 = น้ำหนักของ crucible พร้อมฝา (กรัม)
 W = น้ำหนักของตัวอย่างถ่านหิน (กรัม)

3. ปริมาณสารระเหยในตัวอย่างถ่านหิน (Volatile Matter in the Analysis Sample of coal) : ASTM D 3175

หลักการ นำตัวอย่างถ่านหินที่ร่อนผ่านตะแกรงขนาด 250 ไมครอนแล้ว ไปเผาไหม้ความร้อนในเตาเผาแบบท่อ (tubular furnace) ปริมาณสารระเหยคำนวณได้จากน้ำหนักตัวอย่างถ่านหินที่หายไป

เครื่องมือ เตาเผา (tubular furnace) ,nickle crucible พร้อมฝา ,desiccator
วิธีการทดลอง

- เตา nickle crucible พร้อมฝา ในเตาเผาอุณหภูมิ 950 °C ประมาณ 30 นาที นำออกจากเตาเผาทำให้เย็นใน desiccator แล้วชั่งน้ำหนักของ crucible พร้อมทั้งบันทึกผล
- ชั่งตัวอย่างถ่านหินใส่ใน nickle crucible ประมาณ 1 กรัม
- นำ nickle crucible พร้อมตัวอย่างถ่านหินที่ปิดฝาเรียบร้อยแล้วไปเผาใน tubular furnace โดยให้ความร้อนเป็น 2 ช่วง ๆ ละ 6 นาที ช่วงแรกเป็นการเริ่มต้นให้ความร้อนแก่ถ่านหินที่อุณหภูมิ 300 °C นาน 3 นาที และที่อุณหภูมิ 950 °C เป็นเวลา 6 นาที
- นำ crucible ออกจากเตาเผา ทำให้เย็นใน desiccator แล้วชั่งน้ำหนักของ crucible พร้อมฝาและถ่านหินที่เหลือ บันทึกผล

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$V = (W_4 - W_3) / W \times 100$$

เมื่อ V = รั้อยละของสารระเหย

M = ร้อยละของความชื้น

W_g = น้ำหนักของ crucible พร้อมฝา รวมกับน้ำหนักของถ่านหินก่อนเผา (กรัม)

W_e = น้ำหนักของ crucible พร้อมฝา รวมกับน้ำหนักของถ่านหินหลังเผา (กรัม)

W = น้ำหนักตัวอย่างถ่านหิน (กรัม)

4. ปริมาณคาร์บอนคงตัวในตัวอย่างถ่านหิน (Fixed carbon)

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$\text{ร้อยละของคาร์บอนคงตัว} = 100 - \text{ร้อยละของความชื้น} - \text{ร้อยละของเถ้า} - \text{ร้อยละของสารระเหย}$$

การวิเคราะห์ปริมาณกำมะถัน

1. การหาปริมาณกำมะถันรวม (total sulfur) ในตัวอย่างถ่านหินโดยวิธี Eschka Method : ASTM D 3177

หลักการ เผาตัวอย่างถ่านหินร่วมกับ Eschka mixture กำมะถันที่ประกอบอยู่ในถ่านหินจะเปลี่ยนเป็นรูปของซัลเฟตไอออน ดังนั้นสามารถหาปริมาณกำมะถันในตัวอย่างถ่านหินได้ในรูปของแบเรียมซัลเฟต ($BaSO_4$)

เครื่องมือ เตาเผา (muffle furnace) , porcelain crucible , บีกเกอร์ , electric hot plate , กรวยกรอง , กระดาษกรอง

สารเคมี

- Eschka mixture ประกอบด้วย แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) กับโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) ในอัตราส่วน 2:1 โดยน้ำหนัก
- น้ำกลั่น

- สารละลายแบเรียมคลอไรด์ (BaCl_2) ความเข้มข้น 100 กรัม / ลิตร
- สารละลายกรดเกลือ , HCl (1:9)
- สารละลายกรดเกลือ , HCl (2:3)
- methyl orange indicator โดยละลาย methyl orange 0.02 กรัมในน้ำร้อน 100 มล. แล้วกรอง
- สารละลายโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) โดยใช้ผลึกของ (Na_2CO_3) \cdot 10 H_2O 60 กรัม หรือ anhydrous Na_2CO_3 22 กรัม ละลายในน้ำกลั่นแล้วทำให้มีปริมาตรเป็น 100 มล.

วิธีการทดลอง

- ชั่งน้ำหนักตัวอย่างถ่านหินประมาณ 1 กรัม ร่วมกับ Eschka mixture 3 กรัม ใน crucible ผสมให้เข้ากันอย่างทั่วถึง แล้วปิดทับด้วย Eschka mixture 1 กรัม
- นำเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 825 °C ประมาณ 3 ชั่วโมง เผาจนกระทั่งสีดำของถ่านหินหมดไป
- นำ crucible ออกจากเตาเผา ย่อยสารใน crucible ด้วยน้ำร้อน 100 มิลลิลิตร เป็นเวลาประมาณ 30 นาที
- กรองสารละลายด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 ล้างด้วยน้ำร้อนหลาย ๆ ครั้ง จนสารละลายที่กรองได้มีปริมาตรประมาณ 250 มล.
- ทำสารละลายที่กรองได้ให้เป็นกรดด้วย HCl (1:9)
- ทำสารละลายให้เป็นกลางด้วยสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต โดยใช้เมธิล-ออเรนจ์ เป็นอินดิเคเตอร์
- ทำสารละลายให้เป็นกรดเล็กน้อยโดยเติม HCl (1:9) 1 มิลลิลิตร
- ต้มสารละลายให้เดือด แล้วเติมสารละลายแบเรียมคลอไรด์ลงไปอย่างช้า ๆ 10 มล. ด้วยปิเปต ต้มหลังจากเติมสารละลายลงไปอีกประมาณ 15 นาที ได้ตะกอนสีขาวขุ่นของแบเรียมซัลเฟต (BaSO_4) ตั้งทิ้งไว้ค้างคืน
- กรองตะกอน แบเรียมซัลเฟต (BaSO_4) ด้วยกระดาษกรอง ashless เบอร์ 42 ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อนหลาย ๆ ครั้ง จนน้ำล้างตะกอนปราศจากคลอไรด์

- อ็อน ซึ่งสามารถทดสอบโดยการเติมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต (AgNO_3)
- นำตะกอนที่กรองได้พร้อมกระดาษกรอง ใส่ใน crucible ที่ทราบน้ำหนักแล้ว นำเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 850°C เป็นเวลาประมาณ 3 ชั่วโมง หรือจนน้ำหนักของ crucible พร้อมตะกอน BaSO_4 คงที่ นำออกจากเตาเผาทำให้เย็นใน desiccator แล้วชั่งน้ำหนักของตะกอน BaSO_4
 - blank correction ทำการทดลองเหมือนข้างต้นทุกประการ แต่ไม่ใช้ตัวอย่างถ่านหินเท่านั้น เพื่อตรวจสอบว่าสารเคมีที่ใช้มีปริมาณกำมะถันอยู่มากน้อยเพียงไร

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$\text{ร้อยละของกำมะถันรวม} = 13.738(A - B) / C$$

- เมื่อ A = น้ำหนักตะกอน BaSO_4 ที่ได้จากตัวอย่าง (กรัม)
 B = น้ำหนักตะกอน BaSO_4 ที่ได้จาก blank (กรัม)
 C = น้ำหนักของตัวอย่างถ่านหินที่ใช้ (กรัม)

2. การหารูปแบบของกำมะถันในถ่านหิน (Forms of sulfur in coal) :

ASTM D 2492

2.1 การหาปริมาณกำมะถันซัลเฟต (Sulfate Sulfur)

หลักการ กำมะถันซัลเฟตจะถูกกำจัดออกจากตัวอย่างถ่านหิน โดยสารละลายกรดเกลือเจือจาง และคำนวณหาปริมาณกำมะถันซัลเฟตได้จากตะกอนแบบเรียมซัลเฟต

เครื่องมือ เตาเผา (muffle furnace) , porcelain crucible , บีกเกอร์ , electric hot plate , กรวยกรอง , กระดาษกรอง

สารเคมี

- น้ำกลั่น
- สารละลาย HCl (2:3)
- สารละลาย HCl (ถ.พ. 1.19) เข้มข้น 12 โมลาร์
- สารละลายเอธิลแอลกอฮอล์ร้อยละ 95 โดยปริมาตร
- สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) เข้มข้น 5 โมลาร์
- สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) (1:10)
- น้ำโบรมีนอิ่มตัว (Br_2)
- สารละลายแบเรียมคลอไรด์ (BaCl_2) เข้มข้น 100 กรัม / ลิตร
- methyl orange indicator เตรียมโดยละลาย methyl orange 0.02 กรัมในน้ำร้อน 100 มล.

วิธีการทดลอง

- ชั่งตัวอย่างถ่านหินประมาณ 2 กรัมใส่ในบีกเกอร์ เติมสารละลาย HCl (2:3) 50 มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลายเอธิลแอลกอฮอล์ประมาณ 2 มิลลิลิตร คนให้ถ่านหินเปียกทั่ว ปิดด้วยกระดาษฟิลา
- ต้มบน electric hot plate ให้สารละลายค่อย ๆเดือดประมาณ 30 นาที
- กรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อนหลาย ๆ ครั้ง จนแน่ใจว่าล้าง HCl จากตะกอนหมดแล้ว เก็บตะกอนที่ได้จากการกรองไว้เพื่อนำไปวิเคราะห์หากจำเป็นไฟไรต์ต่อไป
- นำสารละลายที่ได้จากการกรองมาเติมน้ำโบรมีน 5 มิลลิลิตร แล้วต้มให้เดือดอย่างน้อย 5 นาที
- เติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 5 โมลาร์ อย่างช้า ๆ จนกระทั่งเป็นด่างเล็กน้อย (ทดสอบโดยใช้กระดาษลิตมัส) แล้วเติมให้มากเกินพออีก 5 มล. คนสารละลายสม่ำเสมอ จนเกิดตะกอนสีน้ำตาลแดงของเฟอริกไฮดรอกไซด์
- กรองตะกอนด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 ล้างตะกอนด้วยสารละลาย NH_4OH (1:10)
- นำสารละลายที่ได้จากการกรองมาเติม methyl orange 2-3 หยด ทำให้เป็นกรดด้วยสารละลาย HCl เข้มข้น 12 โมลาร์

- ต้มสารละลายให้เดือดบน electric hot plate เติมสารละลายแบเรียมคลอไรด์ อย่างช้า ๆ 10 มล. คนสารละลายตลอดเวลาขณะเติมสารละลายแบเรียมคลอไรด์ ต้มสารละลายให้เดือดต่อไปอีกประมาณ 15 นาที ได้ตกอนสีขาวขุ่นของแบเรียมซัลเฟต (BaSO_4) ตั้งทิ้งไว้ค้างคืน
- กรองตะกอน แบเรียมซัลเฟต (BaSO_4) ด้วยกระดาษกรอง ashless เบอร์ 42 ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อนหลาย ๆ ครั้ง จนน้ำล้างตะกอนปราศจากคลอไรด์อีออน ซึ่งสามารถทดสอบโดยการเติมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต (AgNO_3)
- นำตะกอนที่กรองได้พร้อมกระดาษกรองใส่ใน crucible ที่ทราบน้ำหนักแล้ว นำเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลาประมาณ 3 ชั่วโมง หรือจนน้ำหนักของ crucible พร้อมตะกอน BaSO_4 คงที่ นำออกจากเตาเผาทำให้เย็นใน desiccator แล้วชั่งน้ำหนักของตะกอน BaSO_4
- blank correction ทำการทดลองเหมือนข้างต้นทุกประการ แต่ไม่ใช้ตัวอย่างถ่านหิน เพื่อตรวจสอบว่าสารเคมีที่ใช้มีปริมาณกำมะถันซัลเฟตอยู่มากน้อยเพียงไร

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$\text{ร้อยละของกำมะถันซัลเฟต} = 13.735(A'' - B'') / C''$$

เมื่อ A'' = น้ำหนักตะกอน BaSO_4 ที่ได้จากตัวอย่าง (กรัม)

B'' = น้ำหนักตะกอน BaSO_4 ที่ได้จาก blank (กรัม)

C'' = น้ำหนักของตัวอย่างถ่านหินที่ใช้ (กรัม)

2.2 การหาปริมาณกำมะถันไพไรต์ (Pyritic Sulfur)

หลักการ กำมะถันไพไรต์จะถูกสกัดออกจากถ่านหินโดยใช้สารละลาย HNO_3 (1:7) วิเคราะห์ผลออกมาในรูปของเหล็กโดยใช้เครื่องมือ atomic absorption spectrophotometer แล้วคำนวณหาปริมาณกำมะถันไพไรต์ได้จากปริมาณเหล็ก

เครื่องมือ atomic absorption spectrophotometer , มาตรฐาน , บีเปต

สารเคมี สารละลาย HNO_3 (1:7)

วิธีการทดลอง

- นำตะกอนที่ได้จากการวิเคราะห์หาปริมาณกำมะถันซิลเฟตมาชั่งด้วยสารละลาย HNO_3 (1:7) 50 มิลลิลิตร ประมาณ 30 นาที หรือทิ้งค้างคืน
- กรองสารละลายด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 ล้างตะกอนด้วยน้ำเย็นอย่างน้อย 6 ครั้ง
- ทำสารละลายให้เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 250 มล. ในขวดปริมาตร
- นำไปวัดหาปริมาณของเหล็กด้วยเครื่อง atomic absorption spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 248.3 นาโนเมตร

การเตรียม Standard curve ของเหล็ก

- นำสารละลายมาตรฐานของเหล็กที่มีความเข้มข้น 1000 ppm มา 2.5 มล. ทำให้เป็น 100 มล. ในขวดปริมาตรขนาด 100 มล. จะได้ความเข้มข้นของเหล็ก 25 ppm
- บีบสารละลายที่มีความเข้มข้นของเหล็ก 25 ppm มา 1 มล. ทำให้เป็น 10 มล. ในขวดปริมาตรขนาด 10 มล. จะได้ความเข้มข้นของเหล็ก 2.5 ppm
- บีบสารละลายที่มีความเข้มข้นของเหล็ก 25 ppm มา 2 มล. ทำให้เป็น 10 มล. ในขวดปริมาตรขนาด 10 มล. จะได้ความเข้มข้นของเหล็ก 5 ppm
- บีบสารละลายที่มีความเข้มข้นของเหล็ก 25 ppm มา 3 มล. ทำให้เป็น 10 มล. ในขวดปริมาตรขนาด 10 มล. จะได้ความเข้มข้นของเหล็ก 7.5 ppm
- บีบสารละลายที่มีความเข้มข้นของเหล็ก 25 ppm มา 4 มล. ทำให้เป็น 10 มล. ในขวดปริมาตรขนาด 10 มล. จะได้ความเข้มข้นของเหล็ก 10 ppm
- นำสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นของเหล็ก 2.5 , 5 , 7.5 และ 10 ppm มาวัดค่า absorbance โดยเครื่อง atomic absorption spectrophotometer
- สร่าง standard curve ระหว่างค่า absorbance กับความเข้มข้นของเหล็ก
- จากค่า absorbance ของสารละลายที่วิเคราะห์ได้สามารถหาปริมาณเหล็กได้
- จากปริมาณเหล็กที่ทราบนำไปคำนวณหาปริมาณกำมะถันไฟรต์ในตัวอย่างถ่านหิน

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$\text{ร้อยละของเหล็ก} = 0.025 (X / W)$$

เมื่อ X = ความเข้มข้นของเหล็กที่อ่านจาก standard curve (ppm)

W = น้ำหนักของตัวอย่างถ่านหิน (กรัม)

$$\text{ร้อยละกำมะถันไพไรต์} = \text{ร้อยละของเหล็ก} \times 1.148$$

หมายเหตุ แสดงที่มาของสูตร

หน่วย ppm = มิลลิกรัม / ลิตร

สมมติว่ามีปริมาณเหล็ก X มิลลิกรัม/ลิตร ในสารละลายตัวอย่าง 250 มล.

นั่นคือ สารละลายตัวอย่าง 1000 มล. มีปริมาณเหล็ก X มิลลิกรัม

สารละลายตัวอย่าง 250 มล. มีปริมาณเหล็ก $250X/1000$ มิลลิกรัม

น้ำหนักถ่านหิน W กรัม มีปริมาณเหล็ก $0.25X(10^{-3})$ กรัม

น้ำหนักถ่านหิน 100 กรัม มีปริมาณเหล็ก $0.025 (X/W)$ กรัม

ถ้ามีปริมาณเหล็ก 55.85 กรัม จะเป็นซัลเฟอร์ในรูป FeS_2 32×2 กรัม

ปริมาณเหล็ก $1/4(X/W)$ กรัม จะเป็นซัลเฟอร์รูป FeS_2

$$= (32 \times 2 / 55.85) (0.025) (X/W) \text{ กรัม}$$

$$= 1.148 \times \text{ร้อยละของเหล็ก}$$

2.3 การหาปริมาณกำมะถันอินทรีย์ (Organic Sulfur)

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$\begin{aligned} \text{ร้อยละของกำมะถันอินทรีย์} &= \text{ร้อยละของกำมะถันรวม} - \text{ร้อยละของกำมะถันซัลเฟต} - \\ &\quad \text{ร้อยละกำมะถันไพไรต์} \end{aligned}$$

การคำนวณความเข้มข้นไฟไรต์ในถ่านหิน

$$\begin{aligned}
 \text{ความหนาแน่นของถ่านหิน} &= Z \text{ กก. / ลบ.ม.} \\
 \text{ดังนั้น น้ำหนักของถ่านหิน } x \text{ กก. (MAF) มีปริมาตร} &= X/Z \text{ ลบ.ม.} \\
 \text{ถ่านหิน 100 กก. มีกำมะถันไฟไรต์} &= Y \text{ กก. (MAF)} \\
 \text{ถ่านหิน } X \text{ กก. มีกำมะถันไฟไรต์} &= XY / 100 \text{ กก.} \\
 \text{กำมะถัน 64 กก. เป็นไฟไรต์} &= 119.98 \text{ กก.} \\
 \text{กำมะถัน } XY/100 \text{ กก. เป็นไฟไรต์} &= 116.98 / 64 \times XY / 100 \text{ กก.} \\
 &= XY / 64 / 100 \text{ กิโลโมล} \\
 \text{ดังนั้นคิดเป็นความเข้มข้น} &= YZ / 100 / 64 \text{ กิโลโมล/ลบ.ม.}
 \end{aligned}$$

การหาค่าความร้อนของถ่านหิน (Gross Heating Value) : ASTM D 3286

หลักการ การทำงานภายในเครื่องบอมบ์คาลอริมิเตอร์ คือ ปรับอุณหภูมิของน้ำในถังให้เท่ากับเครื่องชั่งบอมบ์ เพื่อป้องกันการสูญเสียความร้อนและวัดอุณหภูมิของน้ำที่เพิ่มขึ้นเมื่อได้รับความร้อนจากตัวอย่างที่ถูกเผาไหม้ แล้วนำมาคำนวณหาค่าความร้อนของการเผาไหม้ตัวอย่างถ่านหิน และค่าน้ำหนักสมมูลของเครื่องบอมบ์คาลอริมิเตอร์คำนวณได้จากค่าความร้อนของการเผาไหม้กรดเบนโซอิก

1. การหาค่าน้ำหนักสมมูล (water equivalent)
ของเครื่องบอมบ์คาลอริมิเตอร์

เครื่องมือ oxygen bomb calorimeter

สารเคมี

- กรดเบนโซอิก (benzoic acid)
- 0.072 N ของ Na_2CO_3
- methyl orange
- ก๊าซออกซิเจน
- น้ำกลั่น

วิธีการทดลอง

- ชั่งกรดเบนโซอิก (benzoic acid) หนัก 0.9 ถึง 1.0 กรัม อัดเป็นเม็ด โดยใช้เครื่องอัด แล้วนำกรดเบนโซอิกอัดก้อนนี้มาซึ่งน้ำหนักอีกครั้ง บันทึกผลไว้
- ตัดลวด (fuse wire) ยาว 10 เซนติเมตร มาผูกระหว่างปลายทั้งสองของ หัวบอมม์
- นำกรดเบนโซอิกอัดก้อนมาวางใน crucible นำ crucible ไปวางใน ตำแหน่งบนหัวบอมม์ จัดให้ลวดที่ผูกไว้แตะที่ผิวหน้าของกรดเบนโซอิก
- เติมน้ำกลั่นลงในออกซิเจนบอมม์ 1 มิลลิลิตร โดยใช้ปิเปต
- ประกอบหัวบอมม์กับออกซิเจนบอมม์เข้าด้วยกัน ชันเกลียวให้แน่น แล้วนำไปอัด ก๊าซออกซิเจน จนมีความดัน 20-25 บรรยากาศ
- เติมน้ำลงในถังบอมม์ 1 ลิตร โดยให้น้ำมีอุณหภูมิประมาณ 24-25 °C นำออกซิเจนบอมม์ที่อัดก๊าซเรียบร้อยแล้ววางในถังบอมม์ เติมน้ำลงไปในถังอีก 1 ลิตร เสียบสายจลจรเบ็ด 2 เส้นต่อกับบอมม์ บิดฝาของเครื่อง
- เปิดสวิทช์ให้เครื่องกวนทำงานทุก ๆ นาที บันทึกค่าอุณหภูมิของน้ำ เมื่อเครื่อง เดิน ประมาณ 5 นาที กดปุ่มจลจรเบ็ด บันทึกค่าอุณหภูมิที่จลจรเบ็ดนี้ และอ่าน อุณหภูมิของน้ำที่เพิ่มสูงขึ้นทุกครั้งมาที จนกระทั่งถึงอุณหภูมิสูงสุด แล้วลดลงหรือ คงที่ในที่สุด
- ปิดสวิทช์ของเครื่อง นำออกซิเจนบอมม์ออกมาจากเครื่อง ปล่อก๊าซจากบอมม์ อย่างช้า ๆ ให้หมด
- ล้างหัวบอมม์และออกซิเจนบอมม์รวมทั้ง crucible ด้วยน้ำกลั่นที่เติม methyl orange จนหมดกรด (น้ำที่ล้างไม่เป็นสีชมพู)
- นำน้ำล้างที่ได้ไปไตเตรตกับ 0.072 N ของ Na_2CO_3 บันทึกจำนวนมิลลิลิตร ของ Na_2CO_3 ที่ใช้ไป
- วัดความยาวของลวดที่เหลือจากการเผาไหม้

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$W = (\text{Hg} + e_1 + e_2) / t$$

- เมื่อ W = ค่าน้ำหนักสมมูลของเครื่องบอมบ์แคลอรีมิเตอร์ , แคลอรี ต่อ °ฟ
- H = ค่าความร้อนของการเผาไหม้กรดเบนโซอิก 6318 แคลอรีต่อกรัม
- g = น้ำหนักของกรดเบนโซอิก (กรัม)
- e_1 = การแก้ค่าความร้อนของการเกิดกรดไนตริก , แคลอรี
= จำนวนมิลลิลิตรของ 0.072 N ของ Na_2CO_3 ที่ใช้ไตเตรต
- e_2 = การแก้ค่าความร้อนของลาวด , แคลอรี
= $(2.3) \times$ (ความยาวลาวดที่ใช้ไป , เซนติเมตร)
- t = อุณหภูมิที่เพิ่มสูงขึ้น , °ฟ

2. การหาค่าความร้อนของถ่านหิน

วิธีการทดลอง

- วางใยแก้วลงใน crucible แล้วชั่งน้ำหนักตัวอย่างถ่านหินใส่ลงไปประมาณ 1 กรัม
- ทำการทดลองเช่นเดียวกับกรดเบนโซอิก

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$H = (tw - e_1 - e_2 - e_3) / g$$

- เมื่อ H = ค่าความร้อนของการเผาไหม้ถ่านหิน (แคลอรีต่อกรัม)
- t = อุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น ซึ่งได้แก้ค่าเนื่องจากเทอร์โมมิเตอร์แล้ว (°ฟ)
= $t_c - t_u$
- t_c = อุณหภูมิสูงสุดของการเผาไหม้เมื่อแก้ค่าเนื่องจากเทอร์โมมิเตอร์แล้ว (°ฟ)
- t_u = อุณหภูมิเริ่มจุดระเบิดที่แก้ค่าเนื่องจากเทอร์โมมิเตอร์แล้ว (°ฟ)
- W = ค่าน้ำหนักสมมูล (แคลอรี ต่อ °ฟ)
- e_1 = การแก้ค่าความร้อนของการเกิดกรดไนตริก
= จำนวน มล. ของ 0.072 N ของ Na_2CO_3 ที่ใช้ในการไตเตรต

- e_2 = การแก้ค่าความร้อนของการเกิดกรดซัลฟูริก
 = $14 \times (\% \text{ กำมะถัน})$
 e_3 = การแก้ค่าความร้อนของการเผาไหม้ลาวาด
 = $(2.3) \times (\text{ความยาวลาวาดที่ใช้ไป, เซนติเมตร})$
 ϵ = น้ำหนักของตัวอย่างถ่านหิน (กรัม)

3. การหาปริมาณกำมะถันในถ่านหิน

เครื่องมือ

เตาเผา (muffle furnace) , porcelain crucible , บีกเกอร์ , ตะเกียงเบนเซน , กรวยกรอง , กระดาษกรอง

สารเคมี

- น้ำโบรมีนอิ่มตัว
- สารละลาย HCl (1:9)
- สารละลายแบเรียมคลอไรด์ 100 กรัม / ลิตร

วิธีการทดลอง

- นำน้ำล้างบอมบ์ภายหลังการไตเตรตกับ Na_2CO_3 แล้ว มาต้มจนเดือด กรองขณะที่ร้อนด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อนหลาย ๆ ครั้ง
- นำสารละลายที่ได้มาเติมน้ำโบรมีนอิ่มตัว 1 มิลลิลิตร
- ทำให้เป็นกรดด้วยสารละลาย HCl (1:9) แล้วนำไปต้มจนเดือด
- ค่อย ๆ เติม สารละลายแบเรียมคลอไรด์ ตั้งทิ้งไว้ค้างคืนที่อุณหภูมิห้อง
- กรองตะกอน แบเรียมซัลเฟต (BaSO_4) ด้วยกระดาษกรอง ashless เบอร์ 42 ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อนหลาย ๆ ครั้ง จนน้ำล้างตะกอนปราศจากคลอไรด์ อีออน ซึ่งสามารถทดสอบโดยการเติมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต (AgNO_3)
- นำตะกอนที่กรองได้พร้อมกระดาษกรองใส่ใน crucible ที่ทราบน้ำหนักแล้ว นำเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 925°C เป็นเวลาประมาณ 3 ชั่วโมง หรือจนน้ำหนักของ crucible พร้อมตะกอน BaSO_4 คงที่
- นำออกจากเตาเผา แล้วทำให้เย็นใน desiccator แล้วชั่งน้ำหนักของตะกอน BaSO_4

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$\text{ร้อยละของกำมะถัน} = 13.738 (A - B) / W$$

เมื่อ A = น้ำหนักตะกอน BaSO₄ จากตัวอย่างถ่านหิน (กรัม)

B = น้ำหนักตะกอน BaSO₄ จากการทำ blank correction (กรัม)

W = น้ำหนักของตัวอย่างถ่านหิน (กรัม)



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การคำนวณ

$$\text{ร้อยละของปริมาณเก่า} = \text{ร้อยละของปริมาณเก่า} \times 100 / (100-m)$$

(แบบไม่รวมความชื้น)

$$\text{ร้อยละของปริมาณสารระเหย} = \text{ร้อยละของปริมาณสารระเหย} \times 100 / (100-m)$$

(แบบไม่รวมความชื้น)

$$\text{ร้อยละของปริมาณคาร์บอนคงตัว} = \text{ร้อยละของปริมาณคาร์บอนคงตัว} \times 100 / (100-m)$$

(แบบไม่รวมความชื้น)

$$\text{ร้อยละของปริมาณกำมะถันรวม} = \text{ร้อยละของปริมาณกำมะถันรวม} \times 100 / (100-m)$$

(แบบไม่รวมความชื้น)

$$\text{ร้อยละของปริมาณกำมะถันไฟโรต์} = \text{ร้อยละของปริมาณกำมะถันไฟโรต์} \times 100 / (100-m)$$

(แบบไม่รวมความชื้น)

$$\text{ร้อยละของปริมาณกำมะถันซัลเฟต} = \text{ร้อยละของปริมาณกำมะถันซัลเฟต} \times 100 / (100-m)$$

(แบบไม่รวมความชื้น)

$$\text{ร้อยละของปริมาณกำมะถันอินทรีย์} = \text{ร้อยละของปริมาณกำมะถันอินทรีย์} \times 100 / (100-m)$$

(แบบไม่รวมความชื้น)

หมายเหตุ

m คือ ร้อยละความชื้น

ภาคผนวก ข

การหาค่ารัศมีอนุภาคเฉลี่ย

ในงานวิจัยชิ้นนี้ ใช้วิธีการหาค่ารัศมีเฉลี่ยของอนุภาคถ่านหิน โดยการหาค่าการกระจายของขนาด (Size distribution) ซึ่งสามารถทำได้โดย ในช่วงอนุภาคถ่านหิน 75-250 ไมครอน จะใช้ตะแกรงร่อนแยกขนาดเป็น 4 ช่วง คือ 75-90 , 90-125 , 125-150 และ 150-250 ไมครอน ซึ่งน้ำหนักในแต่ละช่วงขนาดอนุภาค และบันทึกผล ทำการทดลองซ้ำอีกครั้งหนึ่งเพื่อหาค่าเฉลี่ย ในช่วงอนุภาคถ่านหิน 250-850 ไมครอน ทำเช่นเดียวกับช่วงอนุภาคถ่านหิน 75-250 ไมครอน แต่ใช้ตะแกรงร่อนแยกขนาดเป็น 3 ช่วง คือ 250-355 355-500 และ 500-850 ไมครอน ในช่วง 1-2 มิลลิเมตร ทำเช่นเดียวกับช่วงขนาดอนุภาคอื่น ๆ แต่ใช้ตะแกรงร่อนแยกเป็น 1-1.18 1.18-1.4 และ 1.4-2 มิลลิเมตร ผลการทดลองหาค่ารัศมีอนุภาคเฉลี่ย แสดงดังตารางที่ ข1

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ๑1

การหาค่ารัศมีอนุภาคด้านหินเฉลี่ย

ขนาดอนุภาคด้านหิน (ไมครอน)	จุดถึงกลางชั้น (Y, ไมครอน)	ครั้งที่ 1					ครั้งที่ 2					รัศมีอนุภาค เฉลี่ย (ไมครอน)
		น้ำหนักด้านหิน (W, กรัม)	% W	WxY	เส้นผ่านศูนย์กลาง เฉลี่ย (ไมครอน)	รัศมีอนุภาค เฉลี่ย (ไมครอน)	น้ำหนักด้านหิน (W, กรัม)	% W	WxY	เส้นผ่านศูนย์กลาง เฉลี่ย (ไมครอน)	รัศมีอนุภาค เฉลี่ย (ไมครอน)	
75-90	82.5	4.73	7.10	390.31			5.32	7.81	439.23			
90-125	107.5	25.37	38.11	2727.60			24.57	36.05	2640.93			
125-150	137.5	13.34	20.03	1834.25			14.12	20.73	1942.05			
150-250	200	23.14	34.76	4628.60			24.13	35.41	4826.40			
รวม		66.59	100.00	9580.76	143.88	71.94	68.15	100.00	9848.81	144.52	72.26	72.10
250-355	302.5	115.04	38.74	34799.60			104.00	35.13	31480.00			
355-500	427.5	180.02	60.62	76958.55			190.00	64.18	81225.00			
500-850	675	1.90	0.64	1283.85			2.03	0.69	1370.25			
รวม		296.96	100.00	113042.00	380.66	190.33	296.03	100.00	114055.25	385.26	192.64	191.49
850-1000	925	-	100.00	-	925	462.5						462.50
1000-1180	1090	92.35	20.60	100661.50			91.68	20.45	99931.20			
1180-1400	1290	80.01	17.85	103212.90			93.05	20.76	120034.50			
1400-2000	1700	275.94	61.55	469098.00			263.54	58.79	448018.00			
รวม		448.30	100.00	672972.40	1501.17	750.58	448.27	100.00	667983.70	1490.14	745.07	747.83

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ประวัติผู้เขียน

นางสาว รุติมา ทวีศรี เกิดเมื่อวันที่ 28 ตุลาคม พ.ศ. 2513 ที่จังหวัด กรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาปริญญาตรีวิทยาศาสตร์ สาขาเคมีวิศวกรรม ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2534 และเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต ที่จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อ พ.ศ. 2535



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย