



เอกสารอ้างอิง

1. Thiessen, R., G.C. Sprunk and H.J. O'Donnell, U.S. Bur. Mines
I.C. 7021, Fuel 17, 307-315, 1939.
2. Burgess, Wheeler, "Fuel in Science and Practice 9", p. 40-51, 1930
3. Ronald F. Probststein, R. Edwin Hicks, "Synthesis Fuels", McGraw-
Hill, 1982.
4. Lowry H.H., "Chemistry of Coal Utilization," Volume 1, John
Wiley and Sons, 1945. pp. 466, 487.
5. George R. Gavalas, Paul How-Kel, and Ravl Jain, "Model of Coal
Pyrolysis", Ind. Eng. Chem. Fundam., 1981, 20, 113-122.
6. Spiro, "Review of Modern Physics", Vol 53, No.4, Part 11,
October 1981. pp. S19 - S24.
7. Wender, I., "Catalytic of Chemicals from Coal", Catalytic Reviews
Science and Engineering, 14(1), 101, fig 2.
8. Lyle F. Albright, Billy L. Crynes, William Corcoran, "Pyrolysis
Theory and Industrial Practice", Academic Press, Inc.,
1983. pp. 158.
9. Lowry H.H., (editor), "Chemistry of Coal Utilization" Supplemen-
tary Volume, John Wiley and Sons, Inc, 1963. pp. 373, 380.
10. Bernard D. Blaustein, Bradley C. Bockrath, and Sidney Friedman,
"New Approaches in Coal Chemistry" American Chemical
Society Washington, D.C., 1981. pp. 63.
11. Wen, C.Y., and Dutta, S., "Rates of Coal Pyrolysis and Gasification
Reaction," in Coal Conversion Technology (C.Y. Wen and
E.S. Lee, eds). p 57-170, Addison - Wesley, Reading,
Mass, 1979.

12. Howard, J.B., "Fundamentals of Coal Pyrolysis and Hydrolysis," in Chemistry of Coal Utilization, Second Supplementary Volume (M.A. Elliott, ed), p. 665-784, John Wiley, New-York, 1982.
13. Goodman, J.B., Gomex, M. and Parry, U.F., "Laboratory Carbonization Assay of Low Rank Coal at Low, Medium and High Temperature," U.S. Bureau of Mines Report of Investigations 5383, Government Printing Office, Washington, D.C., 1958.
14. Ralph J. Tyler, "Flash Pyrolysis of Coals Devolatilization of Bituminous Coals in a small Fluidized-Bed Reactor," Fuel, Volume 59, April, 1980. pp. 218 - 226.
15. Cypres R. and Soudan - Moinet C., "Pyrolysis of Coal and Iron Oxides Mixtures," Fuel, Vol 59, January, 1980. pp. 48 - 54.
16. Perry Nowacki, "Coal Liquefaction Processes," Noyes Data Corporation, Park Ridge, 1979. pp. 14.
17. Howard - Smith I., Wernes G.J., Noyes, "Coal Conversion Technology," Noyes Data Corporation, 1976.
18. Steinberg M., Sheehan T.V., and Iee Q., "Flash Hydrolysis Process for Conversion of Lignite to Liquid and Gaseous Products," Brookhaven National Laboratory, Upton, New-York, October, 1976.
19. Howard-Smith I., Werner G.J., "Coal Liquefaction Quarterly," Noyes Data Corporation, 1976.
20. วีระชัย เปรมโยธิน และประสม สถาปิตานนท์, การกลั่นสลายถ่านหินลิกไนท์ที่อุณหภูมิต่ำและผลิตผลที่ได้, รายงานผลวิจัยคณะวิทยาศาสตร์เล่ม 5, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย 2523 หน้า 134-141.

21. ผกามาศ ภูวัฒน์านุสรณ์, การกลั่นสลายถ่านหินลิกไนต์ในประเทศไทย, วิทยานิพนธ์
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต, ภาควิชาวิศวกรรมเคมีบัณฑิตวิทยาลัยจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
(2520).
22. ศัตรณีย์ ศัตรพลรักษ์, การศึกษา , พัฒนาการโย้ประโยชน์ของถ่านลิกไนต์แหล่งลี้,
เอกสารแจกในที่ประชุม วิชาการสมาคมวิทยาศาสตร์แห่งประเทศไทย,
กรุงเทพมหานคร 2521.
23. นารา พัทธ์กษิรรรณ, วิทยาบุญครอง, วิโรจน์ มีสุนทร, การผลิตเชื้อเพลิงแข็งจากลิกไนต์,
รายงานฉบับที่ 3, กรุงเทพมหานคร , สถาบันวิทยาศาสตร์ประยุกต์, 2522
(อัดสำเนา)
24. กัญจนา บุญเกียรติ และสมชาย โอสุวรรณ, การปรับปรุงคุณภาพถ่านหินเพื่อใช้ใน
อุตสาหกรรมและครัวเรือน, วารสารเคมีวิศวกรรมเทคโนโลยีทางอาหาร
และเชื้อเพลิง ปีที่ 4 ฉบับที่ 2 กรกฎาคม 2525.
25. Forbes W. Sharp, "Chemical Engineering in the Coal Industry"
An International Conference, June, 1956 pp. 104.



ศูนย์วิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาคผนวก ก.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิธีการวิเคราะห์

ข.1 การหาปริมาณความชื้นในถ่านหิน (Moisture content in coal), ASTM D3173

หลักการ นำตัวอย่างถ่านหินที่จะวิเคราะห์มาร่อนผ่านตะแกรงขนาด 250 ไมครอน นำมาให้ความร้อนคงที่ในตู้อบ (dry oven) ที่อุณหภูมิประมาณ $104 - 110^{\circ}\text{C}$ เพื่อให้ไอน้ำระเหยออกจากถ่านหิน ค่าความชื้นที่ได้สามารถคำนวณจากน้ำหนักของถ่านหินที่ลดลง

เครื่องมือ ตู้อบ (dry oven), crucible, dessicator

วิธีการทดลอง

1. อบ crucible ที่อุณหภูมิ 110°C ประมาณ 30 นาที นำออกจากตู้อบทั้งให้เป็นใน dessicator แล้วชั่งน้ำหนัก
2. นำถ่านหินใส่ใน crucible ชั่งให้ได้น้ำหนักของถ่านหินประมาณ 1 กรัม
3. นำเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 110°C อบจนน้ำหนักคงที่
4. นำ crucible ออกจากตู้อบทั้งให้เป็นใน dessicator ชั่งน้ำหนัก

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$M = \frac{W_2 - W_3}{W_2 - W_1} \times 100$$

เมื่อ M = ร้อยละของปริมาณความชื้น (%moisture)

W_1 = น้ำหนักของ crucible (กรัม)

W_2 = น้ำหนักของ crucible และน้ำหนักถ่านหินก่อนเข้าตู้อบ (กรัม)

W_3 = น้ำหนักของ crucible กับน้ำหนักของถ่านหินภายหลังจากนำออกมาจากตู้อบ (กรัม)

ข.2 การหาปริมาณสารระเหยในถ่านหิน (Volatile matter in coal), ASTM D3175

หลักการ นำตัวอย่างถ่านหินที่จะวิเคราะห์มาผ่านตะแกรงขนาด 250 ไมครอน นำมาเผาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ $950 \pm 25^{\circ}\text{C}$ ในเตาเผา (muffle furnace) เป็นเวลา 7 นาที ปริมาณสารระเหยสามารถคำนวณโดยการสูญเสียน้ำหนักของตัวอย่างถ่านหิน

เครื่องมือ เตาเผา (muffle furnace), crucible พร้อมฝาปิด และ dessicator

วิธีการทดลอง

1. เตา crucible และฝาปิดที่อุณหภูมิ $950 \pm 25^{\circ}\text{C}$ ในเตาเผาประมาณ 30 นาที นำออกจากเตาเผาทั้งให้เป็นใน dessicator นำไปชั่งหาน้ำหนักของ crucible และฝาปิด
2. ชั่งน้ำหนักถ่านหินใส่ใน crucible ประมาณ 1 กรัม
3. นำ crucible พร้อมถ่านหินเข้าเตาเผาโดยปิดฝา crucible เตาที่ $950 \pm 25^{\circ}\text{C}$ นาน 7 นาที แล้วนำออกจากเตาเผาทั้งให้เป็นใน dessicator
4. ชั่งน้ำหนักของ crucible และถ่านหินที่เหลือพร้อมฝาปิด

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$V = \frac{W_2 - W_3}{W_2 - W_1} \times 100 - M$$

เมื่อ V = ร้อยละของสารระเหย (% volatile matter)

M = ร้อยละของปริมาณความชื้น (% moisture content)

W_1 = น้ำหนักของ crucible พร้อมฝาปิด (กรัม)

W_2 = น้ำหนักของ crucible รวมกับน้ำหนักถ่านหินพร้อมฝาปิดก่อนเข้าเตาเผา (กรัม)

W_3 = น้ำหนักของ crucible รวมกับน้ำหนักถ่านหินพร้อมฝาปิดภายหลังจากนำออกมาจากเตาเผา (กรัม)

ข.3 การหาปริมาณเถ้าในถ่านหิน (Ash in coal), ASTM D3174

หลักการ นำตัวอย่างถ่านหินที่จะวิเคราะห์มาผ่านตะแกรงขนาด 250 ไมครอน นำไปเผาให้ความร้อนในเตาเผา ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 30 นาที และค่อย ๆ เพิ่มความร้อนเป็น $700 - 750^{\circ}\text{C}$ จนกระทั่งได้น้ำหนักที่คงที่ของ crucible รวมกับน้ำหนักของ เถ้าที่เหลือพร้อมฝาปิด crucible จำนวนร้อยละของปริมาณเถ้าสามารถคำนวณได้จากน้ำหนัก ที่เหลืออยู่ภายหลังการเผาแล้ว

เครื่องมือ เตาเผา, crucible พร้อมฝาปิดและ dessicator

วิธีการทดลอง

1. เมา crucible พร้อมฝาปิดที่อุณหภูมิ $700-750^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลาประมาณ 30 นาที ในเตาเผา แล้วนำออกมาทิ้งให้เย็นใน dessicator ชั่งน้ำหนัก crucible พร้อมฝาปิด
2. ชั่งถ่านหินประมาณ 1 กรัม ใส่ใน crucible
3. นำเข้าเผาพร้อมปิดฝาให้มีช่องว่างเล็กน้อยเผาที่อุณหภูมิ 500°C นานประมาณ 30 นาที แล้วเพิ่มอุณหภูมิเป็น $700 - 750^{\circ}\text{C}$ เมาประมาณ 2-3 ชั่วโมง นำ crucible ออกจากเตาเผาทิ้งให้เย็นใน dessicator ชั่งน้ำหนักจนน้ำหนักคงที่

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$A = \frac{W_2 - W_1}{W_2 - W_1} \times 100$$

เมื่อ A = ร้อยละของปริมาณเถ้า (% Ash)

W_1 = น้ำหนักของ crucible พร้อมฝาปิด (กรัม)

W_2 = น้ำหนักของ crucible พร้อมฝาปิดและตัวอย่างถ่านหินก่อนเข้าเตาเผา (กรัม)

W_3 = น้ำหนักของ crucible พร้อมฝาปิดและเถ้าหลังจากการเผา (กรัม)

ข.4 การหาปริมาณคาร์บอนคงตัวในถ่านหิน (Fixed carbon)

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$\text{ร้อยละของคาร์บอนคงตัว} = 100 - \text{ร้อยละของปริมาณความชื้น} - \text{ร้อยละของปริมาณสารระเหย} - \text{ร้อยละของปริมาณเถ้า}$$

ข.5 การหาปริมาณกำมะถันรวม (Total sulfur) โดยวิธี Eschka

หลักการ ตัวอย่างถ่านหินจะถูกเผาพร้อมกับ Eschka mixture ($\text{CaO} + \text{Na}_2\text{CO}_3$) โดยที่กำมะถันที่อยู่ในถ่านหินจะเกิดปฏิกิริยากับ Eschka แล้วนำไปออกซิไดซ์และตกตะกอนซัลเฟตในรูปของแบเรียมซัลเฟต (BaSO_4)

เครื่องมือ เตาเผา (Muffle furnace), crucible, ปีกเกอร์, dessicator, hot plate และกรวยกรองพร้อมกระดาษกรอง

สารเคมี

- ก. น้ำกลั่น
- ข. สารละลายแบเรียมคลอไรด์ (BaCl_2) ความเข้มข้น 100 กรัมต่อลิตร
- ค. น้ำโบรมีนอิ่มตัว
- ง. Eschka mixture ประกอบด้วย แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) หรือแคลเซียมออกไซด์ (CaO) กับโซเดียมคาร์บอเนต (NaCO_3) ในอัตราส่วน 2:1 โดยน้ำหนัก
- จ. สารละลายกรดเกลือ (HCl 1 : 1)
- ฉ. สารละลายกรดเกลือ (HCl 1 : 9)
- ช. Methyl orange indicator โดยละลาย 0.02 กรัม Methyl orange ในน้ำร้อน 100 มล. แล้วกรอง
- ซ. สารละลาย NaOH โดยละลาย 100 กรัม ของ NaOH ในน้ำกลั่น 1000 มล.
- ณ. สารละลาย AgNO_3 โดยละลาย 3.00 กรัม ของ AgNO_3 ในน้ำกลั่น 100 มล.

วิธีการทดลอง

1. ชั่งน้ำหนักของ Eschka mixture ประมาณ 3 กรัมกับ crucible และเผาก่อน
2. ชั่งน้ำหนักถ่านหินอย่างละเอียด 1 กรัม และผสมกับ Eschka mixture ให้เข้ากันใน crucible แล้วปิดทับหน้าด้วย 1 กรัมของ Eschka mixture
3. นำเข้าเตาเผาที่ตั้งอุณหภูมิคงที่ไว้แล้ว, $800 \pm 25^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2-3 ชั่วโมง (สังเกตเห็นได้ว่าอนุภาคของถ่านสีน้ำตาลไป)
4. นำ crucible ออกจากเตาเผาด้วยน้ำร้อน 100 มล. เป็นเวลา 1/2 - 1 ชั่วโมง
5. นำตะกอนไปกรองด้วยกระดาษกรอง และใช้น้ำร้อนล้างตะกอน
6. ล้างละลายที่กรองได้มาเติมน้ำโบรมีน 20 มล. และกรด HCl(1:1) เล็กน้อยต้มจนสีโบรมีนหายไป (สังเกตจากการเติม Methyl orange จะเกิดสีชมพูแดง)
7. ทำสารละลายนี้ให้เป็นกลางด้วยสารละลาย NaOH (สังเกตจากสารละลายกลายเป็นสีเหลืองอ่อน)
8. เติมกรด HCl(1:9) และค่อย ๆ เติมสารละลาย BaCl_2 พร้อมทั้งคนอย่างช้า ๆ 10 มล. ต้มจนเดือดประมาณ 1/2 ชั่วโมง (สังเกตจนตะกอน BaSO_4 ไม่เกิดการแขวนลอย) กึ่งให้เป็นประมาณ 1 ชั่วโมง
9. นำตะกอน BaSO_4 มากรองผ่านกระดาษกรอง ashless และล้างด้วยน้ำร้อนจนคลอรีนของไอออนหมด (สังเกตจากการใช้สารละลาย AgNO_3 ทดสอบสารละลายที่กรองได้ว่าขุ่นหรือไม่)
10. นำกระดาษกรองที่มี BaSO_4 ใส่ใน crucible และเผาที่ทราบน้ำหนักอย่างละเอียด แล้วไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ $900 \pm 25^{\circ}\text{C}$ ประมาณ 1/2 ชั่วโมง จนกระดาษกรองไหม้หมดกึ่งให้เป็นใน dessicator
11. นำไปชั่งน้ำหนักอย่างละเอียดก็จะทราบน้ำหนักของ BaSO_4
12. ทำ Blank โดยทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ 1-12 โดยไม่ต้องใส่ตัวอย่างถ่านหิน

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$\% \text{ Sulfur} = \frac{(A - B) \times 13.738}{C}$$

เมื่อ A = น้ำหนักของ BaSO₄ ที่ได้จากตัวอย่าง (กรัม)

B = น้ำหนักของ BaSO₄ ที่ได้จาก Blank (กรัม)

C = น้ำหนักของถ่านหินที่ใช้หาค่าอะแทิน (กรัม)

ข.6 การหาค่าปริมาณความร้อนของถ่านหิน (Heating value of solid fuel), ASTM D3286

หลักการ ตัวอย่างของสารไหมเผาไหม้อย่างสมบูรณ์ในตัว bomb ที่มีออกซิเจนอยู่ปริมาณเกินพอ ความร้อนของการเผาไหม้ที่เกิดขึ้นเป็นผลให้อุณหภูมิของ jacket สูงขึ้นและสามารถคำนวณความร้อนที่เกิดขึ้นได้

เครื่องมือ Bomb, Isothermal Jacket bomb Calorimeter, ถังออกซิเจน, ลวด, ถ้วย, และเครื่องอัดเม็ดถ่าน

วิธีการทดลอง

1. อัดตัวอย่างถ่านหินเป็นเม็ด โดยอัดให้มีน้ำหนัก 0.9 - 1.0 กรัม
2. ชั่งน้ำหนักอย่างละเอียดของถ่านหินที่อัดได้ใส่ในถ้วยโลหะ
3. ผูกลวดเผาไหม้ 10 ซม. ไว้กับเครื่องมือให้แน่น โดยให้ส่วนล่างของเส้นลวดแตะกับถ่านหินอัดเม็ด
4. อัดออกซิเจนใน bomb ให้มีความดันประมาณ 28 - 30 บรรยากาศ
5. ใส่น้ำลงใน jacket ประมาณ 2000 มล.
6. นำ bomb ใส่ใน jacket ปิดฝาและเปิดเครื่องกวน และบันทึกอุณหภูมิของ jacket ทุก ๆ 1 นาที จนกระทั่งอุณหภูมิคงที่ (ประมาณ 5 นาที)
7. กดปุ่ม ignite สับเวลาและบันทึกอุณหภูมิทุก ๆ 1 นาที จนกระทั่งอุณหภูมิคงที่
8. นำ bomb ออกมาปล่อยออกซิเจนให้หมด และล้างภายใน bomb ด้วยน้ำกลั่นที่ใส่ Methyl orange จนหมดกรด แล้วนำน้ำล้างนี้ไปติเตรทกับสารละลาย Na₂CO₃
9. วัดส่วนของลวดที่เหลือที่ไม่เผาไหม้สำหรับการคำนวณ

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$H_g = \frac{tw - e_1 - e_2 - e_3}{m}$$

เมื่อ H_g = Gross heat of combustion (แคลอรีต่อกรัม)

t = ความแตกต่างของอุณหภูมิเริ่มต้นและสุดท้าย ($^{\circ}\text{C}$)

w = พลังงานคงที่ของเครื่องแคลอรีมิเตอร์ซึ่งมีค่าเท่ากับ 1440 แคลอรีต่อ $^{\circ}\text{F}$

e_1 = Correction in calories for heat of formation of nitric acid (ในที่นี้ให้เท่ากับศูนย์)

e_2 = Correction in calories for heat of formation of sulfuric acid

= $14 \times (\% \text{ Total sulfur}) \times$ น้ำหนักกำนดินที่อัดเป็นเม็ด

e_3 = Correction in calories for heat of combustion of fuse wire

= $2.3 \times$ ความยาวลวดเผาไหม้ที่ใช้ไป (แคลอรี)

m = น้ำหนักของกำนดินที่อัดเป็นเม็ด (wet basis) (กรัม)

หมายเหตุ ค่า w ของแคลอรีมิเตอร์หาได้กำหนดไว้กับการหาค่า H_g ของกำนดินเพียงแต่ใช้ Benzoic acid แทนกำนดินในการทดลอง

ข.7 การหาปริมาณกำมะถันทั้งหมดในน้ำมันทาร์ (Sulfur in tar oil product), ASTM D129-64

หลักการ น้ำมันทาร์ถูกออกซิไดซ์ด้วยออกซิเจนให้อยู่ในรูปของออกไซด์ของกำมะถัน ออกไซด์ตัวนี้ทำปฏิกิริยากับสารละลาย Na_2CO_3 ที่อยู่ใน bomb ทำให้หาปริมาณกำมะถันได้ในรูปของแบเรียมซัลเฟต

เครื่องมือ Bomb, Isothermal jacket bomb calorimeter, ถังออกซิเจน, ลวด, ค่าย, ถ้วย

สารเคมี

- ก. น้ำกลั่น
- ข. สารละลายแบเรียมคลอไรด์ (BaCl_2) ความเข้มข้น 100 กรัมต่อลิตร
- ค. น้ำโบรมีนเข้มข้น
- ง. สารละลายกรดเกลือ (HCl 1:9)
- จ. สารละลายกรดเกลือ (HCl 1:1)
- ฉ. Methyl orange indicator โดยละลาย 0.02 กรัม Methyl orange ในน้ำ 100 มล.
- ช. สารละลาย Na_2CO_3 โดยการละลาย 135 กรัม ของ $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ในน้ำกลั่น

วิธีการทดลอง

1. ตัดลวดและด้ายให้ยาวเส้นละ 10 ซม.
2. นำถ้วยไปอบในเตาอบประมาณ 110°C เป็นเวลา 20 นาที แล้วทิ้งให้เป็นใน dessicator
3. ชั่งน้ำหนักอย่างละเอียดของน้ำมันทาร์ในถ้วย ปริมาณน้ำมันทาร์ ประมาณ 0.6 - 0.8 กรัม
4. ผูกลวด 10 ซม. เข้ากับเครื่องมือให้แน่น จากนั้นก็ผูกด้าย 10 ซม. ไว้ตรงกลางของขดลวด แล้วนำปลายทั้งสองข้างของเส้นด้ายให้แตะกับน้ำมันทาร์ เพื่อเป็นสื่อสำหรับการเผาไหม้
5. ใช้ปิเปตตูด 5 มล. ของสารละลาย Na_2CO_3 ใสลงใน bomb โดยพยายามให้แห้งด้านในของ bomb เปียกด้วยสารละลาย Na_2CO_3 (เพื่อช่วยในการดูดออกซิเจนของกำมะถัน)
6. ปิดฝา bomb และอัดออกซิเจนประมาณ 28-30 บรรยากาศ น้ำ bomb ใสใน jacket และเติมน้ำ 2000 มล.
7. ปิดฝาและเปิดเครื่องกวน กดปุ่ม ignite ให้เกิดการเผาไหม้ของน้ำมันทาร์
8. เมื่อสิ้นสุดการเผาไหม้น้ำมันทาร์แล้วเปิดวาล์วของ bomb ประมาณ 1 นาที เทสารละลายของ bomb ลงใน beaker และทำให้มีปริมาณ 250 มล.

9. เติม 10-20 มล. สารละลายโบรมีน และเติม HCl เล็กน้อย นำไปต้มจนสีของโบรมีนหายไป ทดสอบโดยใช้ Methyl orange หยดลงไปจะเกิดสีแดงชมพู
10. ปรับสารละลายนี้ให้แตกต่างด้วยสารละลาย Na_2CO_3 จนเกิดเป็นสีเหลืองอ่อน
11. ต้มต่อไปจนเดือดและเติม HCl เล็กน้อยจะเกิดสีชมพูแดง ค่อย ๆ เติมสารละลาย BaCl_2 10 มล. จะเกิดตะกอนสีขาวของ BaSO_4 ทั้งไว้นั้นเป็น
12. นำตะกอนไปกรองและล้างด้วยน้ำร้อนจนไม่มีอนุผลของคลอไรด์อยู่ สังเกตโดยใช้สารละลาย AgNO_3
13. ทำ blank โดยทำการทดลองตั้งแต่ข้อ 1-13 โดยไม่ใส่ตัวอย่างน้ำมันทาร์
14. นำ crucible และฝาเผาจนร้อนแดงที่อุณหภูมิ $900 \pm 25^\circ\text{C}$ 20 นาที ทั้งให้เป็นใน dessicator
15. นำกระดาษกรองที่มี BaSO_4 ใสใน crucible และเผาที่อุณหภูมิ $900 \pm 25^\circ\text{C}$ ประมาณ 30 นาที ทั้งให้เป็นใน dessicator และชั่งน้ำหนักอย่างละเอียดจนได้น้ำหนักคงที่

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$\% \text{ Sulfur} = \frac{(A - B) \times 13.73}{C}$$

เมื่อ A = น้ำหนักของ BaSO_4 ของตัวอย่างน้ำมันทาร์ (กรัม)

B = น้ำหนักของ BaSO_4 ของ blank (กรัม)

C = น้ำหนักของน้ำมันทาร์ที่ใช้ (กรัม)

ข.8 การหาปริมาณความร้อนของน้ำมันทาร์ (Heat of combustion of liquid hydrocarbon), ASTM D240-76.

หลักการ น้ำมันทาร์ใน bomb ที่อัดออกซิเจน หลังจาก ignite แล้วจะเกิดการเผาไหม้ของตัวอย่างน้ำมันทาร์ ความร้อนของการเผาไหม้น้ำมันทาร์จะถ่ายเทไปยังน้ำใน jacket อุณหภูมิน้ำสูงขึ้น และสามารถคำนวณค่าความร้อนได้

เครื่องมือ Bomb, Isothermal jacket bomb calorimeter, Oxygen tank, ลวด, ต้าย, ถ้วย

สารเคมี

1. น้ำกลั่น
2. สารละลายต่างของ 0.0725 N.
3. Methyl orange indicator

วิธีการทดลอง

1. ชั่งน้ำหนักอย่างละเอียดของน้ำมันทาร์ 0.9 - 1.0 กรัม
2. ผูกหลอดยาว 10 ซม. เข้ากับเครื่องมือให้แน่น จากนั้นก็ผูกด้วย 10 ซม. ไม้ตรงกลางของขดลวด แล้วนำปลายทั้งสองข้างของ เส้นด้ายให้แตะกับน้ำมันทาร์ เพื่อเป็นสื่อ สำหรับการเผาไหม้
3. ใช้นิเปตดูดน้ำ 1 มล. ลงใน bomb และอัดออกซิเจนเข้าไป 28-30 บรรยากาศ
4. นำ bomb ใส่ใน jacket และเติมน้ำลงไป 2000 มล.
5. ปิดฝาเครื่องกวน บันทึกจุดหมุยของ jacket ทุก ๆ 1 นาที จนกระทั่ง จุดหมุยคงที่ (ประมาณ 5 นาที)
6. กดปุ่ม ignite จับเวลาและบันทึกจุดหมุยทุก ๆ 1 นาที จนกระทั่งจุดหมุย คงที่
7. นำ bomb ออกมาปล่อยออกซิเจนให้หมด และล้างภายใน bomb ด้วยน้ำกลั่น ที่ใส่ Methyl orange จนหมดกรด แล้วนำน้ำล้างนี้ไปติเตรทกับสารละลาย
8. วัดส่วนของลวดที่ไม่เผาไหม้สำหรับการคำนวณ

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$Hg = \frac{tw - e_1 - e_2 - e_3}{g}$$

เมื่อ Hg = Gross heat of combustion (แคลอรีต่อกรัม)

t = ความแตกต่างของจุดหมุย เริ่มต้นและสุดท้าย

w = พลังงานคงที่ของเครื่องแคลอรีมิเตอร์มีค่าเท่ากับ 1440 แคลอรี-ต่อ $^{\circ}\text{F}$

e_1 = Correction in calories for heat of formation of nitric acid

e_2 = Correction in calories for heat of formation of sulfuric acid

= $14 \times (\% \text{ Total sulfur}) \times$ น้ำหนักกำถ่านหินที่อัดเป็นเม็ด

e_3 = Correction in calories for heat of combustion of fuse wire

= $2.3 \times$ ความยาวลวดเผาไหม้ที่ใช้ไป

g = น้ำหนักของน้ำในหาร์ (wet basis)

ข.9 การหาปริมาณกรด ต่าง และน้ำในที่มีคุณสมบัติเป็นกลาง (Acid, Base, and Neutral oil)

สารเคมี

1. เบนซีน
2. อีเทอร์
3. โคโรฟอร์ม
4. แอลกอฮอล์
5. สารละลายอิ่มตัวของ NaHCO_3
6. สารละลาย 10 % H_2SO_4 (โดยน้ำหนัก)

ก. แยกส่วนของ Benzene insoluble tar ออกมาก่อน

วิธีการทดลอง

1. เปิดดูดน้ำในหาร์ 20 มล. ละลายในสารละลาย 200 มล. ใน separating funnel เขย่าแรง ๆ 15 นาที ตั้งทิ้งไว้จนเกิดการแยกชั้นออกเป็น 2 ชั้น
2. แยกสองชั้นออกจากกัน ชั้นล่างที่แยกได้คือส่วนที่เรียกว่า benzene insoluble ชั้นบนเรียกว่า benzene solution

3. นำส่วนของ benzene insoluble มาสกัดด้วยแอลกอฮอล์ 70 มล. ใช้ separating funnel เขย่าแรง ๆ 15 นาที ตั้งทิ้งไว้จนแยกออกเป็น 2 ชั้น

4. แยกเอาสองชั้นนี้ออกจากกัน ชั้นล่างที่แยกได้คือส่วนที่เรียกว่า entrained coal หรือ alcohol insoluble ส่วนชั้นบนเรียกว่า benzene insoluble tar หรือ alcohol soluble

ข. แยกส่วนที่เป็นกรด

วิธีการทดลอง

1. นำส่วนของ benzene solution นั้นมาสกัดด้วยสารละลาย NaHCO_3 400 - 600 มล. ใช้ separating funnel เขย่าแรง ๆ 15 นาที ตั้งทิ้งไว้จนเกิดการแยกชั้นออกเป็น 2 ชั้น

2. แยกเอาส่วนของชั้นล่างที่เป็น aqueous extract ออกจากส่วนบนที่เรียกว่า benzene raffinate เก็บไว้ก่อน

3. นำส่วนของ aqueous extract มาทำให้เป็นกรด (acidified) ด้วย HCl จากนั้นก็สกัดด้วยสารละลายอีเทอร์ประมาณ 300 - 400 มล. ใส่ใน separating funnel เขย่าแรง ๆ 15 นาที ตั้งทิ้งไว้จนเกิดการแยกชั้น

4. จากนั้นก็แยกเอาส่วนล่างออกมาจะเป็นส่วนของ aqueous และส่วนบนจะเป็นส่วนของ phenol และอีเทอร์ มีลักษณะสีเหลืองอ่อน ๆ

5. นำส่วนของ phenol และอีเทอร์ไปทำการระเหยหรือทำการกลั่นเอาอีเทอร์ออกจะได้ส่วนของ phenol ที่เรียกว่า กรดส่วนแรก (Phenol extracted by NaHCO_3 solution)

6. นำส่วนของ benzene raffinate ในข้อ 2 มาสกัดด้วยสารละลาย 5% NaOH ประมาณ 300 - 400 มล. ใน separating funnel เขย่าแรง ๆ 15 นาที ตั้งทิ้งไว้จนเกิดการแยกชั้น

7. แยกเอาส่วนบนและส่วนล่างออกจากการ ส่วนล่างเราเรียกว่า aqueous extract ส่วนบนเรียกว่า benzene raffinate

8. นำส่วนของ aqueous extract มาทำให้เป็นกรด (acidified) ด้วย HCl (เข้มข้น) จากนั้นก็นำมาสกัดด้วยสารละลายอีเทอร์ 300 - 400 มล. ใส่ใน separating funnel เขย่าแรง ๆ 15 นาที และตั้งทิ้งไว้จนแยกชั้น

9. จะเห็นว่าส่วนของชั้นล่างคือ aqueous และส่วนบนจะเป็นส่วนของ phenol และอีเทอร์มีลักษณะสีแดงคล้ำ

10. นำส่วนที่เป็นชั้นของ phenol และอีเทอร์ ไปทำการระเหยหรือกลั่นเอาอีเทอร์ออกก็จะได้ส่วนของ phenol ที่เรียกว่า กรดส่วนที่สอง (phenol extracted by NaOH solution)

ค. แยกส่วนที่เป็นต่างและน้ำมันที่มีสมบัติเป็นกลาง

วิธีการทดลอง

1. นำส่วน benzene raffinate ที่ได้จากการแยกกรดในข้อ 7 มาสกัดด้วยสารละลายของ 10% H_2SO_4 (โดยน้ำหนัก) ประมาณ 200 - 300 มล. เขย่าแรง ๆ 15 นาที ตั้งทิ้งไว้จนแยกชั้นให้เห็น

2. แยกส่วนของชั้นล่างและบนออกจากกัน ส่วนชั้นบนคือ benzene raffinate และชั้นล่างคือ base และ aqueous ที่มีลักษณะสีน้ำตาลอ่อนนํ้าใส

3. นำส่วนของชั้นล่างมาทำให้เป็นด่างใช้เม็ดของ NaOH ค่อย ๆ เติมจะเกิดความร้อนสูง จะสังเกตเห็นว่าสารละลายจะเปลี่ยนสีเป็นน้ำตาลเข้มขึ้น และมีลักษณะขุ่นขาว (ตั้งทิ้งให้เป็นสีกักหนึ่ง)

4. นำมาสกัดด้วยสารละลาย ประมาณ 100 - 200 มล. ใส่ใน separating funnel เขย่าแรง ๆ ตั้งทิ้งไว้จนแยกชั้นให้เห็น ส่วนของชั้นล่างคือ aqueous ส่วนบนคือ base มีสีน้ำตาลเข้ม (กลิ่นเหม็นมาก)

5. ส่วนของ benzene raffinate มาสกัดด้วยน้ำประมาณ 200 - 250 มล. ใส่ใน separating funnel เขย่าแรง ๆ 15 นาที ตั้งทิ้งไว้จนแยกชั้นให้เห็น ส่วนของชั้นบนคือ benzene และ neutral oil ชั้นล่างคือ tarry residue และ aqueous

6. น้ำส่วนของ benzene และ neutral oil ไประเหยหรือกลั่นเอา benzene ออกจะได้ส่วนของ neutral ที่มีลักษณะสีดำ

7. ส่วนของ aqueous และ tarry residue ไประเหยหรือกลั่นจะได้ ส่วนของ tarry residue สีดำ

ข.10 การหาปริมาณของ Light, Middle และ Heavy (Distillation of Grude Petreleum), IP 24/55

หลักการ นำตัวอย่างน้ำมันทาร์มา 100 มล. และทำการกลั่นด้วยความร้อนที่ค่อย ๆ เพิ่มขึ้นทุก ๆ 25°C อุณหภูมิของน้ำมันที่กลั่นได้ การกลั่นวิธีนี้เหมาะสำหรับการกลั่นน้ำมันชนิด naphtha, kerosine, gas oil, distillate fuel oil, และผลิตภัณฑ์ที่มีสมบัติคล้าย ซีโตรเลียม

เครื่องมือ

- ก. Flask ขนาด 100 มล.
- ข. Condenser และ Cooling bath
- ค. Shield
- ง. Heater (ใช้ gas burner)
- จ. Flask support
- ฉ. Cylinder 100 มล.
- ช. Thermometer 450°C

วิธีการทดลอง

1. นำ flask ไปอบให้แห้งก่อนที่อุณหภูมิ 100°C
2. นำน้ำมันทาร์ใส่ใน flask 100 มล. พยายามอย่าให้น้ำมันทาร์นี้ติดที่ข้าง flask) นำเทอร์โมมิเตอร์ที่เสียบจุกก็อกปิด flask โดยให้ส่วนล่างของเทอร์โมมิเตอร์อยู่ที่ระดับคอขวด
3. วาง flask ลงในเครื่องกลั่น พร้อมด้วยลวดคอกของ flask กับ condenser ให้ลึกลงมาประมาณ 25 มม. - 50 มม. โดยใช้จุกก็อกช่วยกันรั่ว

4. นำ cylinder 100 มล. รองรับสำหรับละลายที่กั้นไต้ที่ปลาย condenser รอบ ๆ condenser จะมี bath cover สำหรับใส่น้ำแข็ง เพื่อช่วยในการกั้นตัวของน้ำมันที่กั้นไต้

5. พยายามปรับอัตราความร้อนที่ใช้ในการกั้นให้ไต้ 2.5 มล. ต่อ นาที และกั้นจนถึงอุณหภูมิ 450°C ระหว่างกั้นจะสังเกตเห็นไต้ว่าไต้ น้ำมันออกมา 3 ช่วง คือ ช่วง Light oil , ช่วง Middle oil และ Heavy oil วัดปริมาณแต่ละชนิดที่กั้นไต้ พร้อมทั้งจดอุณหภูมิแต่ละช่วงด้วย

6. ทำการคำนวณเปอร์เซ็นต์ของแต่ละผลิตภัณฑ์ที่กั้นไต้ (water free - sample)

ข.11 การหาองค์ประกอบและปริมาณของก๊าซแต่ละชนิด

หลักการ Chromatography สามารถทำการแยกสารได้โดยอาศัยหลักการที่ว่า สารแต่ละชนิดจะมีคุณสมบัติการดูดซับ (Adsorption) หรือการละลาย (Solubility) (กรณี Stationary phase เป็นของแข็งหรือของเหลว) ไม่เท่ากัน โดยตัวอย่างที่ต้องการแยกจะถูกหน่วงเหนี่ยวอยู่บนผิวหน้าสัมผัสของเหลวหรือของแข็งนั้น

เครื่องมือ Gas chromatography, column porapak N, column Molecular Sieve 5A, standard gas (CH_4 , CO , CO_2 , H_2 , H_2S , C_2H_2 , C_3H_8 , C_2H_6 , O_2 , N_2) ครอบเก็บก๊าซและ gas tight syringe

วิธีการทดลอง

1. นำ column porapak N เข้าไปต่อใน oven (เพื่อหา C_1 , C_2 , C_3 , CO_2 , H_2S) โดยเลือกใช้ระบบ TCD

2. ตั้งอุณหภูมิของ column 80°C , อุณหภูมิ injection A และ B 70°C อุณหภูมิ detect 100°C และอุณหภูมิของ filament 130°C

3. เปิดอัตราไหลของ He 60 มล. ต่อ นาที ประมาณ 15 นาที เพื่อจะได้ไล่ impurity ที่อยู่ใน column ให้ออกไปก่อน แล้วจึงเปิดสวิสซ์ของเครื่อง G.C., เครื่องบันทึกกราฟ (Recorder) , และเครื่องคำนวณ จากนั้นก็ปรับอัตราไหลของ He

กลับมาก็ 10 มล. ต่อ นาที รอให้เครื่องทำงานสักพักหนึ่งประมาณ 1/2 - 1 ชั่วโมง

4. ตรวจสอบจุดอุณหภูมิต่าง ๆ ของ column, injection, detection และ filament ว่าถึงที่ตั้งแล้วหรือยัง จากนั้นก็ปรับ base line โดยปุ่ม adjust line และ coarse

5. ต่อจากนั้นก็กดปุ่ม start เพื่อตรวจสอบว่าเครื่องพร้อมที่จะทำงานแล้วหรือยัง ถ้าหลังกดแล้วพบว่าเครื่องปรากฏ ready ให้เห็นแสดงว่าเครื่องพร้อมที่จะทำงาน

6. นำเข็มฉีดตัวอย่างก๊าซที่จะวิเคราะห์เข้าไปที่ injection A พร้อมทั้งกดปุ่ม injection ของเครื่องคำนวณ ด้วย

7. หลังจากที่ได้ปรากฏออกมาหมดแล้วบนกระดาษกราฟ ซึ่งใช้ใช้เวลาประมาณ 10 นาที ก็กดปุ่ม Computerize ก็จะคำนวณเปอร์เซ็นต์ของก๊าซ C_1 , C_2 , C_3 , CO_2 , H_2S บนกระดาษคอมพิวเตอร์

8. ถอด column porapak N. ออกแล้วนำ column molecular sieve 5A เข้าไปแทนเพื่อหาปริมาณของ CO , H_2 , C_1 , O_2

9. ตั้งจุดอุณหภูมิของ column $40 - 35^{\circ}C$ จุดอุณหภูมิ injection A & B $70^{\circ}C$ จุดอุณหภูมิ detect $100^{\circ}C$ และจุดอุณหภูมิ filament $130^{\circ}C$

10. จากนั้นก็ทำเหมือนข้อ 3-6 เพียงแต่เปลี่ยนอัตราไหล ของ He เป็น 5 มล. ต่อ นาที

11. หลังจากที่ได้ปรากฏออกมาหมดแล้วบนกระดาษ ซึ่งใช้เวลา 5 นาที ก็กดปุ่ม Computerize จะได้เปอร์เซ็นต์ของก๊าซ CO , H_2 , C_1 , O_2 บนกระดาษคอมพิวเตอร์

12. จากข้อ 7 และ 11 ไปคำนวณเปอร์เซ็นต์ก๊าซรวมแต่ละชนิด

หมายเหตุ

1. ใย Porapak N แยก (ความดัน = 5 atm)
- | | | |
|------------------------|-----|------------|
| - flow rate ของ He | 10 | มล.ต่อนาที |
| - column temperature | 80 | °C |
| - inject temperature | 70 | °C |
| - detect temperature | 100 | °C |
| - filament temperature | 130 | °C |
2. ใย Molecular Sieve 5A (ความดัน = 5 atm)
- | | | |
|------------------------|---------|------------|
| - flow rate He | 5 | มล.ต่อนาที |
| - column temperature | 40 - 35 | °C |
| - inject temperature | 70 | °C |
| - detect temperature | 100 | °C |
| - filament temperature | 130 | °C |

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาคผนวก ข.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตัวอย่าง การคำนวณผลรวมความร้อนรวมขององค์ประกอบเคมีในก๊าซผ่านหินกระป๋องที่ 300°C

องค์ประกอบ ก๊าซแต่ละ ชนิด	H_i	$\sqrt{b_i}$	X_i	$X_i\sqrt{b_i}$	X_iH_i
Air	-	0.0202	0.4544	0.0092	-
CH ₄	1,012.00	0.0436	0.0212	0.0009	21.45
CO	321.30	0.0217	0.0992	0.0022	31.87
CO ₂	-	0.0640	0.3964	0.0254	-
C ₂ H ₂	1,476.20	0.0833	0.0053	0.0004	7.82
C ₂ H ₆	1,772.90	0.0917	0.0023	0.0002	4.08
C ₃ H ₈	2,523.00	0.1342	0.0048	0.0006	12.11
H ₂	324.90	-	0.0008	-	0.26
H ₂ S	638.60	0.0985	0.0156	0.0015	9.96
			1.0000	0.0404	87.55

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สูตรที่ใช้

$$Z = 1 - (\sum X_i \sqrt{b_i})^2 + (2X_H - X_H^2) (0.0005)$$

$$H_r = 0.9826 H/Z \text{ บีบีบีต่อลูกบาศก์ฟุต}$$

$$H = \sum X_i H_i$$

$$H_r = \text{ปริมาณความร้อนรวมของก๊าซที่ต้องการหา}$$

(Total calorific value)

$$X_i = \text{Mole fraction ขององค์ประกอบทางเคมีต่าง ๆ ในก๊าซถ่านหิน}$$

$$Z = \text{เป็นค่าคงที่ขององค์ประกอบทางเคมีของก๊าซแต่ละชนิด}$$

(Compressibility factor) หาได้จากค่า b (Summation factor)

$$G = \text{เป็นค่าคงที่ขององค์ประกอบทางเคมีของก๊าซแต่ละชนิด}$$

(Ideal gas specific gravity)

$$H = \text{ค่าความร้อนคงที่ของก๊าซแต่ละชนิดมีหน่วย บีบีบีต่อลูกบาศก์ฟุต}$$

(Ideal gas total calorific value) หาได้จากการนำก๊าซแต่ละชนิดปริมาณ 378.601 ลูกบาศก์ฟุต (10.798 M³) เมาใหม่ที่ 60°F, 14.73 Psia.

$$\text{จาก } Z = 1 - (\sum X_i \sqrt{b_i})^2 + (2X_H - X_H^2) (0.0005)$$

$$\text{แทนค่า } \sum X_i \sqrt{b_i} = 0.0404$$

$$Z = 1 - (0.0404)^2 = 0.9984$$

$$\text{และ } H_r = 0.9826 H/Z$$

$$\text{แทนค่า } \sum X_i H_i = H = 87.55$$

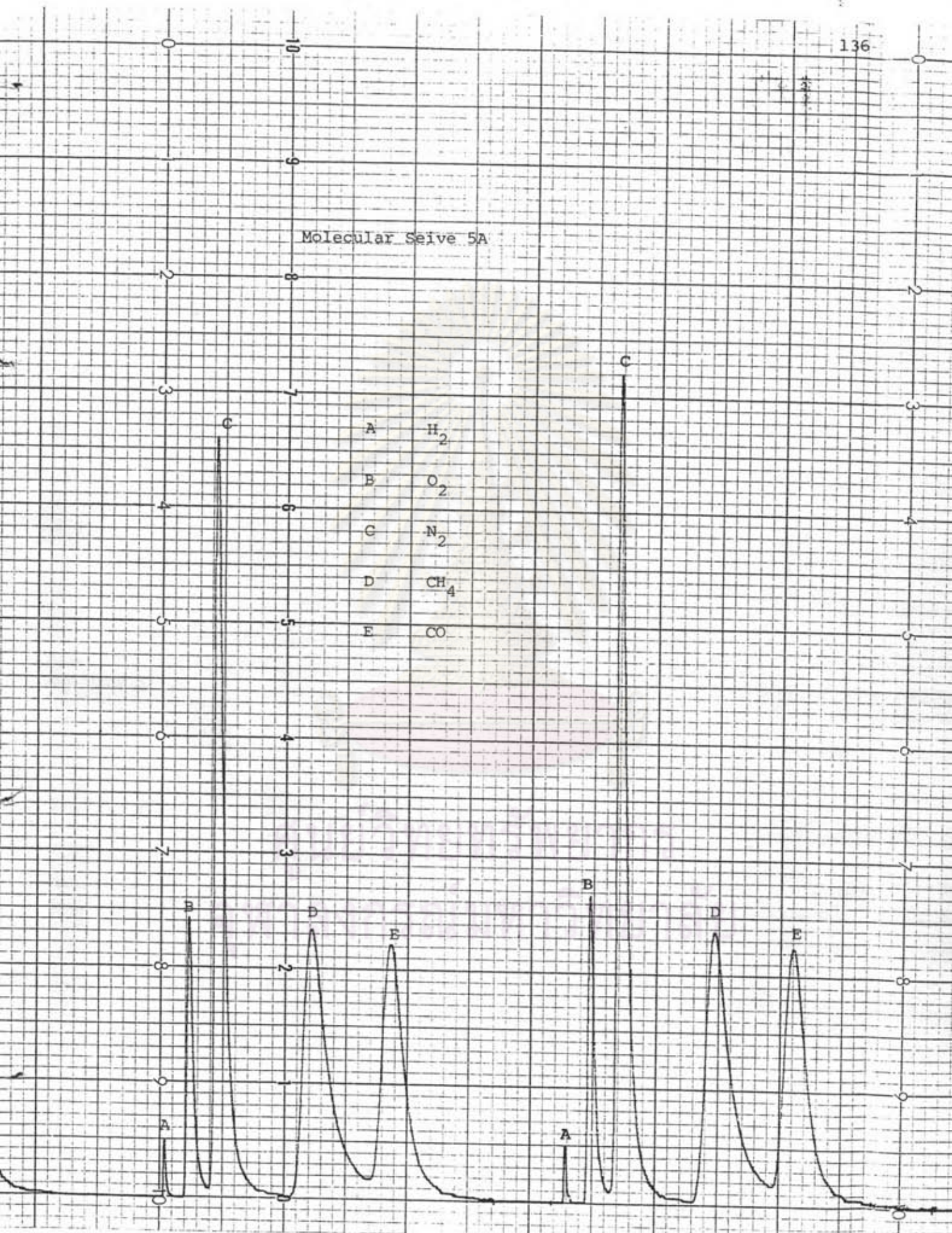
$$H_r = 0.9826 \times 87.55 / 0.9984$$

$$= 86.16 \text{ บีบีบีต่อลูกบาศก์ฟุต}$$

136

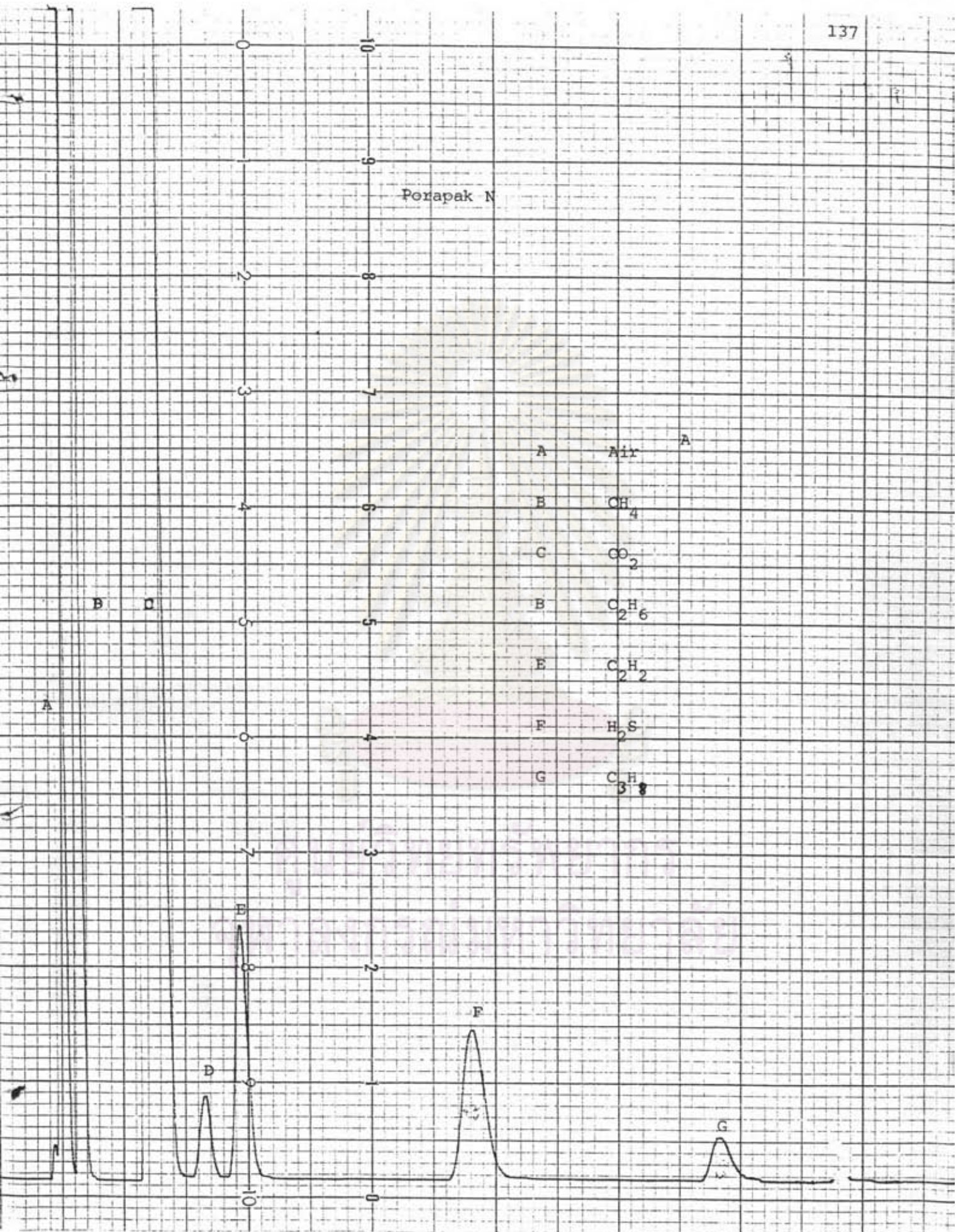
Molecular Sieve 5A

- A H₂
- B O₂
- C N₂
- D CH₄
- E CO



Porapak N

- A Air
- B CH₄
- C CO₂
- B C₂H₆
- E C₂H₂
- F H₂S
- G C₃H₈





ภาคผนวก ค.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

$$\text{ร้อยละพลังงานของผลิตภัณฑ์ถ่านคาร์บอน} = \frac{\text{ปริมาณถ่านคาร์บอน} \times \text{ค่าความร้อนถ่านคาร์บอน}}{\text{ปริมาณถ่านหินเริ่มต้น} \times \text{ค่าความร้อนถ่านหินเริ่มต้น}} \times 100$$

$$\text{ร้อยละพลังงานของผลิตภัณฑ์น้ำมันทาร์} = \frac{\text{ปริมาณน้ำมันทาร์} \times \text{ค่าความร้อนของน้ำมันทาร์}}{\text{ปริมาณถ่านหินเริ่มต้น} \times \text{ค่าความร้อนถ่านหินเริ่มต้น}} \times 100$$

$$\text{ร้อยละพลังงานของผลิตภัณฑ์ก๊าซถ่านหิน} = \frac{\text{ปริมาณก๊าซ} \times \text{ค่าความร้อนของก๊าซถ่านหิน}}{\text{ปริมาณถ่านหินเริ่มต้น} \times \text{ค่าความร้อนถ่านหินเริ่มต้น}} \times 100$$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ประวัติผู้เขียน

นาย ประโยชน์ ศิริสุภวัฒน์ จบปริญญาตรีเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัย
รามคำแหง ปัจจุบันอยู่บ้านเลขที่ 344/44 ถนนลาดหญ้าประดิษฐาน ตำบลบางโพธิ์กลาง อำเภอ
ยานนาวา กรุงเทพฯ ฯ



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย