

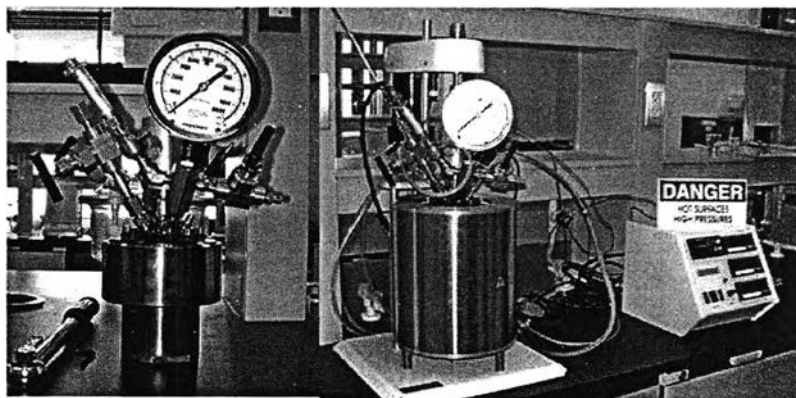
บทที่ 3

เครื่องมือและวิธีการทดลอง

งานวิจัยนี้เป็นการทดลองเพื่อศึกษาผลของตัวแปรต่าง ๆ ที่มีต่อกระบวนการแปรรูปร่วมของถ่านหินและพลาสติกผสมให้เป็นของเหลวในน้ำภาวะเหนือวิกฤต โดยทำการทดลองภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนความดันเริ่มต้น 1 บรรยากาศ (0 Psig) ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการแปรรูป คือ แก๊ส ของเหลว และกากของแข็ง จากนั้นทำการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ของเหลวเพื่อหาภาวะที่เหมาะสมสำหรับร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ของเหลว

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์การทดลอง

1. เครื่องบดถ่านหินชนิดหยาบและชนิดละเอียด Retsch SM100
2. ตะแกรงร่อนถ่านหินและเครื่องร่อนแยก
3. เครื่อง CHN Analyzer (Leco CHN-2000) สำหรับวิเคราะห์ถ่านหินและพลาสติกผสมแบบแยกธาตุ (Ultimate Analysis)
4. เครื่องปฏิกรณ์ (Reactor) ผลิตโดย Parr Instrument Company model 4843 แสดงในรูปที่ 3.1 ปริมาตร 250 มิลลิลิตร ทำจากเหล็กกล้าเหนียวไร้สนิม SUS 316 ประกอบไปด้วยเทอร์โมคัปเปิลพร้อมชุดควบคุมอุณหภูมิ (Temperature Controller) อุปกรณ์วัดความดันซึ่งประกอบด้วย มาตรวัดความดันและอุปกรณ์วัดความดันแบบดิจิทัล (Pressure Transducer) ไบกวนพร้อมอุปกรณ์กำหนดและวัดความเร็วรอบของไบกวน ทำงานที่อุณหภูมิสูงสุด 500 องศาเซลเซียส และความดันสูงสุด 34 เมกะพาสคัล



รูปที่ 3.1 เครื่องปฏิกรณ์ Parr Reactor Model 4843

5. เครื่องอัลตราโซนิก (Ultrasonic) Branson 521 สำหรับทำการสกัดของเหลวด้วยตัวทำละลายเตตระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran) จากกากของแข็ง ด้วยเทคนิคการสกัดแบบอัลตราโซนิก
6. เครื่องระเหยแบบหมุน (Rotary Evaporator) Bunchi Rotavapor R-200
7. เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatograph) Shimadzu GC-2014 พร้อม ดีเทคเตอร์ (Detector) แบบ TCD และคอลัมน์แบบ packed column คือ Porapak Q สำหรับวิเคราะห์องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์แก๊ส
8. เครื่องแคลอริมิเตอร์ (Oxygen Bomb Calorimeter) ผลิตโดยบริษัท Parr Instrument Company model 1341EE
9. เตาอบ (Oven)
10. อุปกรณ์การกรองพร้อมกระดาษกรอง Whatman glass microfibre filters (GF/C)
11. เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatograph) และซอฟต์แวร์จำลองการกลั่น (Simulated Distillation) Agilent 6890N พร้อมดีเทคเตอร์แบบ FID และคอลัมน์ CP-SIL 5 CP สำหรับวิเคราะห์องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ของเหลวตามจุดเดือด ตามมาตรฐาน ASTM D2887
12. เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatograph) แบบ Mass Spectroscopy VARIAN CP-3800 สำหรับวิเคราะห์สารประกอบในผลิตภัณฑ์ของเหลว

3.2 สารตั้งต้นและสารเคมี

1. ถ่านหินลิกไนต์บดละเอียดขนาด 250 – 850 ไมครอน จาก การไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย อำเภอแม่เมาะ จังหวัดลำปาง
2. เม็ดพลาสติก 4 ชนิด คือ พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง พอลิเอทิลีนความหนาแน่นต่ำ พอลิพรอพิลีน และพอลิสไตรีน จากบริษัท ทีพีโอ โพลีน จำกัด มหาชน และพลาสติกผสม ของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง/พอลิเอทิลีนความหนาแน่นต่ำ/พอลิพรอพิลีน/พอลิสไตรีน ในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 27/25/35/13 (สำนักรายงานนโยบายอุตสาหกรรมรายสาขา1, 2546)
3. เตตระไฮโดรฟูแรน 99.99% จาก Fisher Chemicals
4. ไดคลอโรมีเทน จาก CARLO ERBA
5. ผงลิกโซเดียมซัลเฟต จาก CARLO ERBA
6. คาร์บอนไดซัลไฟด์ 99% จาก Merck
7. แก๊สมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์แก๊สผลิตภัณฑ์ จาก Supelco
8. โซเดียมซัลไฟด์ จาก Panreac Quimica
9. ไอออน (III) คลอไรด์ จาก AnalaR

10. นิกเกิล (II) ไนเตรต จาก AnalaR
11. แอมโมเนียมโมลิบเดต จาก AnalaR

3.3 การดำเนินการวิจัย

3.3.1 การออกแบบการทดลองของการแปรปรู่มของถ่านหินและพลาสติกผสมให้เป็นของเหลวในน้ำภาวะเหนือวิกฤต

งานวิจัยนี้ศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อกระบวนการแปรปรู่มของถ่านหินและพลาสติกผสมให้เป็นของเหลว ซึ่งพลาสติกมีอัตราส่วนไฮโดรเจนต่อคาร์บอนอะตอมสูงกว่าถ่านหินจึงสามารถเป็นแหล่งไฮโดรเจนแก่ถ่านหินได้ โดยใช้ น้ำภาวะเหนือวิกฤตเป็นตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยา

ในส่วนเริ่มแรกของงานวิจัยทำการออกแบบการทดลองเป็นแบบแฟกทอเรียล 2 ระดับ เพื่อกรองปัจจัยที่มีอยู่ให้เหลือน้อยลง ซึ่งสมมติว่าผลตอบสนองที่ได้จะมีลักษณะเป็นเส้นตรงตลอดช่วงของปัจจัยที่เลือกขึ้นมาทำการศึกษา โดยปัจจัยที่นำมาศึกษาในการทดลองเบื้องต้นของการสลายตัวของพลาสติกผสมคือ อุณหภูมิและอัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่อพลาสติกผสม และปัจจัยที่นำมาศึกษาสำหรับการแปรปรู่มของถ่านหินลิกไนต์และพลาสติกผสมให้เป็นของเหลวคือ อุณหภูมิ อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่อถ่านหินและพลาสติกผสมและร้อยละโดยน้ำหนักของพลาสติกผสม โดยตารางที่ 3.1 และตารางที่ 3.2 แสดงปัจจัยและระดับของการทดลองเบื้องต้น 4 การทดลองและการออกแบบการทดลองแบบ 2^3 แฟกทอเรียล ตามลำดับ

ตารางที่ 3.1 ตัวแปรและระดับของตัวแปรที่ทำการศึกษา ของการทดลองเบื้องต้นสำหรับศึกษาการสลายตัวของพลาสติกผสม

| ตัวแปร | ระดับต่ำ | ระดับสูง |
|---|----------|----------|
| อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส), A | 450 | 480 |
| อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่อพลาสติกผสม, B | 2:1 | 10:1 |

ตารางที่ 3.2 ตัวแปรและระดับของตัวแปรที่ทำการศึกษา ของการออกแบบการทดลองสำหรับศึกษาการแปรปรู่มของถ่านหินและพลาสติกผสม

| ตัวแปร | ระดับต่ำ(-) | ระดับสูง(+) |
|---|-------------|-------------|
| อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส), A | 450 | 480 |
| อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่อถ่านหินและพลาสติกผสม, B | 2:1 | 10:1 |
| ร้อยละโดยน้ำหนักของพลาสติกผสม, C | 40 | 70 |

แจกแจงแต่ละการทดลองเบื้องต้นของการศึกษาการสลายตัวของพลาสติกผสมและการออกแบบการทดลองของการศึกษาการแปรปรวนของถ่านหินและพลาสติกผสมให้เป็นของเหลว ได้ดังตารางที่ 3.3 และ 3.4 ตามลำดับ

ตารางที่ 3.3 การทดลองเบื้องต้นของการสลายตัวของพลาสติกผสม

| การทดลอง | ปัจจัย | |
|----------|---------------------|-------------------------------------|
| | อุณหภูมิ (°C), A | อัตราส่วนของน้ำ ต่อพลาสติกผสม, B |
| 1 | 450 | 2:1 |
| 2 | 480 | 2:1 |
| 3 | 450 | 10:1 |
| 4 | 480 | 10:1 |

ตารางที่ 3.4 การออกแบบแบบ 2^3 แฟกทอเรียล ของการแปรปรวนของถ่านหินและพลาสติกผสม

| การทดลอง | การออกแบบ แฟกทอเรียล | ปัจจัย | | |
|----------|-------------------------|---------------------|---|--------------------------------------|
| | | อุณหภูมิ (°C), A | อัตราส่วนของน้ำต่อ ถ่านหินและพลาสติกผสม, B | ร้อยละโดยน้ำหนัก ของพลาสติกผสม, C |
| 1 | (1) | 450 | 2:1 | 40 |
| 2 | a | 480 | 2:1 | 40 |
| 3 | b | 450 | 10:1 | 40 |
| 4 | ab | 480 | 10:1 | 40 |
| 5 | c | 450 | 2:1 | 70 |
| 6 | ac | 480 | 2:1 | 70 |
| 7 | bc | 450 | 10:1 | 70 |
| 8 | abc | 480 | 10:1 | 70 |

3.3.2 ศึกษาผลของตัวแปร อุณหภูมิ อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่อถ่านหิน และพลาสติกผสม และร้อยละโดยน้ำหนักของพลาสติกผสมที่มีต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้

- ศึกษาผลของ อุณหภูมิ 450-480 องศาเซลเซียส

ทำการทดลองที่อุณหภูมิ 450-480 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่อถ่านหินและพลาสติกผสม 2:1 และ 6:1 (ของการศึกษาการแปรปรวน) และร้อยละโดยน้ำหนักของ

พลาสติกผสม 70 (สำหรับการแปรรูปร่วม) ความดันเริ่มต้น 1 บรรยากาศ เวลา 1 นาที เมื่ออุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกรณ์ถึงค่าที่กำหนดไว้ โดยเวลาทั้งหมดและความดันสุดท้ายของแต่ละการทดลอง แสดงในภาคผนวก จ ตาราง จ3

- ศึกษาผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่อถ่านหินและพลาสติกผสม

ทำการทดลองที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่อถ่านหินและพลาสติกผสม 2:1-10:1 อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส ร้อยละโดยน้ำหนักของพลาสติกผสม 70 (สำหรับการแปรรูปร่วม) ความดันเริ่มต้น 1 บรรยากาศ เวลา 1 นาที เมื่ออุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกรณ์ถึงค่าที่กำหนดไว้ โดยเวลาทั้งหมดและความดันสุดท้าย แสดงในภาคผนวก จ ตาราง จ3

- ศึกษาผลของร้อยละโดยน้ำหนักของพลาสติกผสม (สำหรับการแปรรูปร่วมของถ่านหินและพลาสติกผสม)

ทำการทดลองที่ร้อยละโดยน้ำหนักของพลาสติกผสม 40-70 อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่อถ่านหินและพลาสติกผสม 6:1 ความดันเริ่มต้น 1 บรรยากาศ เวลาในการทำปฏิกิริยา 1 นาที โดยเริ่มนับเวลาจากอุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกรณ์ถึงค่าที่กำหนดไว้ โดยเวลาทั้งหมดและความดันสุดท้ายของแต่ละการทดลอง แสดงในภาคผนวก จ ตาราง จ3

- ศึกษาผลของพลาสติกแต่ละชนิดในการสลายตัวของพลาสติกผสมและการแปรรูปร่วมของถ่านหินและพลาสติกผสมให้เป็นของเหลว

ทำการทดลองที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่อถ่านหินและพลาสติกผสม 2:1 และ 6:1 (ของการศึกษาการแปรรูปร่วม) และร้อยละโดยน้ำหนักของพลาสติกผสม 70 (สำหรับการแปรรูปร่วม) ความดันเริ่มต้น 1 บรรยากาศ เวลา 1 นาที เมื่ออุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกรณ์ถึงค่าที่กำหนดไว้

3.3.3 ศึกษาผลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้

ทำการทดลองที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 1 บรรยากาศ อัตราส่วนน้ำต่อถ่านหินและพลาสติกผสม 6:1 ร้อยละพลาสติกผสม 70 เวลา 1 นาที โดยเริ่มนับจากอุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกรณ์ถึงค่าที่กำหนดไว้

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ทำการทดลองคือ ไอร์ออน (III) ซัลไฟด์บนถ่านหิน (ปริมาณเหล็กร้อยละ 2.5 ต่อกกรัมถ่านหิน) (บำรุงสุข, 2546) และนิกเกิลโมลิบดีนัม (ปริมาณนิกเกิลร้อยละ 0.2 และปริมาณโมลิบดีนัมร้อยละ 0.6 กรัมต่อถ่านหิน) (Artanto et al, 1996)

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาทำโดยวิธีอิมเพกเนต สำหรับไอร์ออน (III) ซัลไฟด์ ทำการอิมเพกเนตบนถ่านหินจากปฏิกิริยา



โดยมีขั้นตอนการเตรียมดังต่อไปนี้ (Liu et al, 1996)

1. ปริมาณเหล็กบนถ่านหินร้อยละ 2.5 เตรียมสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ เข้มข้น 0.081 โมลต่อลิตร จำนวน 100 มิลลิลิตร และสารละลาย $\text{FeCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เข้มข้น 0.054 โมลต่อลิตร จำนวน 100 มิลลิลิตร
2. ชั่งถ่านหินบดละเอียดขนาดเดียวกับที่ใช้ในการทดลอง ที่ผ่านการอบแห้งแล้ว จำนวน 60 กรัม
3. เติมสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ลงในปิกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร จากนั้นเติมสารละลาย $\text{FeCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ลงไป เกิดเป็นตะกอนสีดำ ($\text{Fe}_2\text{S}_3 + 6\text{NaCl} + 39\text{H}_2\text{O}$) คนให้เข้ากัน
4. เติมถ่านหินลงในสารละลาย กวนให้เข้ากันเป็นเวลา 2 ชั่วโมง
5. กรองสารละลายที่ได้ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 และล้างไอออนที่ตกค้างอยู่กับของแข็งด้วยน้ำกลั่น
6. อบถ่านหินที่เตรียมได้เป็นเวลา 1 คืนที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้ให้เย็น

สำหรับการเตรียมนิกเกิลโมลิบดีนัม (ปริมาณนิกเกิลร้อยละ 0.2 และปริมาณโมลิบดีนัมร้อยละ 0.6 กรัมต่อถ่านหิน) บนถ่านหิน ทำได้ดังต่อไปนี้ (Artanto et al, 2000)

1. เตรียมสารละลาย $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เข้มข้น 0.0017 โมลต่อลิตร จำนวน 100 มิลลิลิตร และสารละลาย $(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ เข้มข้น 0.0031 โมลต่อลิตร
2. เติมสารละลาย $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ลงในปิกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร จากนั้นเติมสารละลาย $(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ลงไป กวนให้เข้ากัน
3. เติมถ่านหินลงในสารละลาย กวนให้เข้ากันเป็นเวลา 2 ชั่วโมง
4. ให้ความร้อน จนอุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียส กวนต่อไปจนน้ำเริ่มแห้ง
5. อบถ่านหินที่เตรียมได้เป็นเวลา 1 คืนที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้ให้เย็นในเดซิเคเตอร์

3.4 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

3.4.1 การเตรียมตัวอย่างถ่านหินเพื่อใช้ในการวิเคราะห์สมบัติเริ่มต้นและใช้ในการทดลอง

1. ตากถ่านหินทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเพื่อไล่ความชื้นอิสระจนน้ำหนักคงที่
2. บดถ่านหินให้มีขนาดเล็กลงด้วยเครื่องบดหยาบและบดละเอียดตามลำดับ

3. นำถ่านหินที่บดได้มาร้อนโดยตะแกรงเบอร์ 60 จากนั้นตากถ่านหินจนมีความชื้นสมดุลกับอากาศประมาณ 3 วัน แล้วนำไปวิเคราะห์สมบัติเริ่มต้น
4. ถ่านหินสำหรับการทดลองจะนำมาอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส จนน้ำหนักคงที่เพื่อกำจัดความชื้น เก็บไว้ในเดซิکเคเตอร์

3.4.2 การวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ของถ่านหินเริ่มต้น ก่อนการแปรรูปให้เป็นของเหลว

1. การวิเคราะห์แบบประมาณ (Proximate Analysis, ASTM D 3173-3175)
2. การวิเคราะห์แบบแยกธาตุ (Ultimate Analysis)
3. ค่าความร้อนและปริมาณกำมะถันรวม (ASTM D 2015 และ ASTM D 3177)

3.4.3 การเตรียมตัวอย่างพลาสติกเพื่อใช้ในการทดลอง

1. อบเม็ดพลาสติกที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 คืนเพื่อไล่ความชื้นที่มีอยู่
2. เก็บเม็ดพลาสติกแต่ละชนิดที่ผ่านการอบไว้ในเดซิกเคเตอร์ ทิ้งไว้ให้เย็น

3.4.4 การวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ของพลาสติกเริ่มต้นก่อนการแปรรูปให้เป็นของเหลว

1. การวิเคราะห์แบบประมาณ (Proximate Analysis, ASTM E790, E830, E897)
2. การวิเคราะห์แบบแยกธาตุ (Ultimate Analysis)

3.4.5 การแปรรูปถ่านหินและพลาสติกผสมให้เป็นของเหลวในน้ำภาวะเหนือวิกฤต

1. ชั่งพลาสติกแต่ละชนิดให้ได้อัตราส่วนตามพลาสติกผสมที่ต้องการ คำนวณปริมาณน้ำเพื่อให้ได้ความดันเกินจุดวิกฤต ชั่งถ่านหิน พลาสติกผสม (น้ำหนักถ่านหินรวมกับพลาสติกผสมเท่ากับ $W_{1, \text{daf}}$) และน้ำอัตราส่วนที่กำหนด ใส่ลงในเครื่องปฏิกรณ์
2. ประกอบเครื่องปฏิกรณ์พร้อมกับทดสอบรอยรั่ว ใส่อากาศภายในเครื่องปฏิกรณ์ด้วยแก๊สไนโตรเจน ให้ภายในเครื่องปฏิกรณ์มีความดันแก๊สไนโตรเจน 1 บรรยากาศ (0 Psig) จากนั้นตั้งค่าอุณหภูมิ โดยระบบของเครื่องควบคุมอุณหภูมิมีอัตราการให้ความร้อนประมาณ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ตั้งค่าความเร็วรอบของใบกวน 350 รอบต่อนาที จับเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา โดยเริ่มนับเวลาตั้งแต่อุณหภูมิถึงค่าที่กำหนด
3. เมื่อครบระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา ลดอุณหภูมิของเครื่องปฏิกรณ์ จนเหลือ 80 องศาเซลเซียส จากนั้นยกเครื่องปฏิกรณ์ออกจากอุปกรณ์ให้ความร้อน เป่าเครื่องปฏิกรณ์ด้วยพัดลมไฟฟ้าจนอุณหภูมิลดลงถึงอุณหภูมิห้อง

4. นำผลิตภัณฑ์ของเหลวและกากของแข็งใส่ในขวดสกัด ชะล้างผลิตภัณฑ์ที่เหลืออยู่ในเครื่องปฏิกรณ์ด้วยเตตระไฮโดรฟูแรน ปิดฝาขวดให้สนิทเพื่อป้องกันการระเหย
5. สกัดผลิตภัณฑ์ของเหลวออกจากของแข็งด้วยเตตระไฮโดรฟูแรน ด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
6. กรองสารละลายของเหลวออกจากกากของแข็งด้วยอุปกรณ์การกรองสูญญากาศ นำกากของแข็งที่เหลืออยู่ไปอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วนำมาชั่งน้ำหนัก (W_R)
7. แยกเฟสน้ำออกจากเฟสน้ำมันโดยการเทของเหลวทั้งหมดลงในกรวยแยก เติมไดคลอโรมีเทนปริมาณ 100 มิลลิลิตร เพื่อดึงเฟสน้ำมันลงด้านล่าง หลังจากนั้นไขแยกส่วนที่เป็นเฟสน้ำมันออก และเติมผลึกโซเดียมซัลเฟตเพื่อแยกน้ำที่ตกค้างอยู่ออกจากเฟสน้ำมันให้หมด
8. นำสารละลายของเหลวที่เหลือไประเหยเพื่อแยกตัวทำละลายเตตระไฮโดรฟูแรนออกจากผลิตภัณฑ์ของเหลวด้วยเครื่องระเหยแบบหมุน ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ความดันสูญญากาศ 400 มิลลิบาร์ เป็นเวลา 30 นาที
9. ชั่งน้ำหนักของเหลวที่แยกได้ (W_{Liq}) และเก็บผลิตภัณฑ์ของเหลวไว้ในขวดเพื่อรอการวิเคราะห์ต่อไป

3.4.6 การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์แก๊สด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

หลังจากครบระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาและอุณหภูมิของเครื่องปฏิกรณ์ลดลงเหลือ 30 องศาเซลเซียสแล้ว นำเครื่องปฏิกรณ์มาต่อกับท่อนำแก๊สเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี โดยต่อท่อนำแก๊สให้เข้ากับวาล์วแก๊สขาออกของเครื่องปฏิกรณ์

เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatograph) Shimadzu GC-2014 พร้อม ดีเทคเตอร์ (Detector) แบบ TCD และคอลัมน์แบบ packed column คือ Porapak-Q โดยข้อมูลและภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี แสดงอยู่ในส่วนของภาคผนวก

3.4.7 การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ของเหลวด้วย Simulated Distillation Gas Chromatograph (SDGC)

การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ของเหลวด้วยวิธีนี้จะวิเคราะห์ตามจุดเดือดของสารดังต่อไปนี้

| | |
|-----------------|-----------------|
| IBP – 200 °C | = naphtha |
| 200 °C – 250 °C | = kerosene |
| 250 °C – 350 °C | = light gas oil |
| 350 °C – 370 °C | = gas oil |
| 370 °C – F | = long residue |

การวิเคราะห์เริ่มด้วยการนำผลิตภัณฑ์ของเหลวไปละลายในคาร์บอนไดซัลไฟด์ ในอัตรา 1 ส่วนใน 100 ส่วน โดยปริมาตร วิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ยี่ห้อ Varian รุ่น CP-3800 พร้อมทั้งดีเทคเตอร์แบบ FID ซอฟต์แวร์ Simulated Distillation รุ่น Star Simulated Distillation Version 5.5 คอลัมน์ที่ใช้เป็น Capillary Column มี Stationary Phase คือ CP-SIL 5CB ยาว 15 เมตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.25 มิลลิเมตร และความหนาของฟิล์ม 0.25 ไมครอน ภาวะที่ใช้คือ

- อุณหภูมิหัวฉีด (Injector Temperature) เท่ากับ 298 องศาเซลเซียส
- อุณหภูมิคอลัมน์ (Column Temperature or Oven Temperature) ซึ่งจะใช้เป็นแบบโปรแกรมอุณหภูมิ (Temperature Program) 1 ขั้นตอน และมีไนโตรเจนเหลวเป็นตัวให้ความเย็นเพื่อควบคุมอุณหภูมิด้วย คือ เริ่มต้นที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.01 นาทีจากนั้นเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตราการให้ความร้อน 20 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึงอุณหภูมิสุดท้ายที่ 320 องศาเซลเซียสแล้ว คงที่ เป็นเวลา 8.50 นาที
- อุณหภูมิดีเทคเตอร์ (Detector Temperature) เท่ากับ 320 องศาเซลเซียส
- แก๊สตัวพา (Carrier Gas) เป็นแก๊สฮีเลียมโดยมีอัตราการไหล 1.5 มิลลิลิตรต่อนาที ด้วย Split ratio เท่ากับ 2

3.4.8 การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ของเหลวด้วย GC/MS

การวิเคราะห์เริ่มด้วยการนำผลิตภัณฑ์ของเหลวไปละลายในคาร์บอนไดซัลไฟด์ในอัตรา 1 ส่วนใน 100 ส่วน โดยปริมาตร วิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ยี่ห้อ Shimadzu QP-2010 ที่อุณหภูมิเตา 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที แล้วเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตราเร็ว 20 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็น 320 องศาเซลเซียส คงที่ไว้ 10 นาที

3.4.9 การคำนวณผลลัพธ์จากการทดลอง

$$\text{ค่าร้อยละการเปลี่ยนรวม} = 100 [(W1_{daf} - W_R) / W1_{daf}]$$

(% Total conversion)

$$\text{ค่าร้อยละผลิตภัณฑ์ของเหลว (% Liquid yield)} = 100 [W_{Liq} / W1_{daf}]$$

$$\text{ค่าร้อยละผลิตภัณฑ์ของแข็ง (% Solid yield)} = 100 [W_R / W1_{daf}]$$

$$\text{ค่าร้อยละผลิตภัณฑ์แก๊ส (% Gas yield)} = 100 - \% \text{Liquid yield} - \% \text{Solid yield}$$

โดย $W1_{daf}$ = น้ำหนักรวมของถ่านหินและพลาสติกที่ปราศจากความชื้นและเถ้า

W_R = น้ำหนักกากที่ปราศจากความชื้นและเถ้าหลังจากชะล้างด้วยเตตระไฮโดรฟูแรน

W_{Liq} = น้ำหนักของผลิตภัณฑ์ของเหลว