

## บทที่ 3

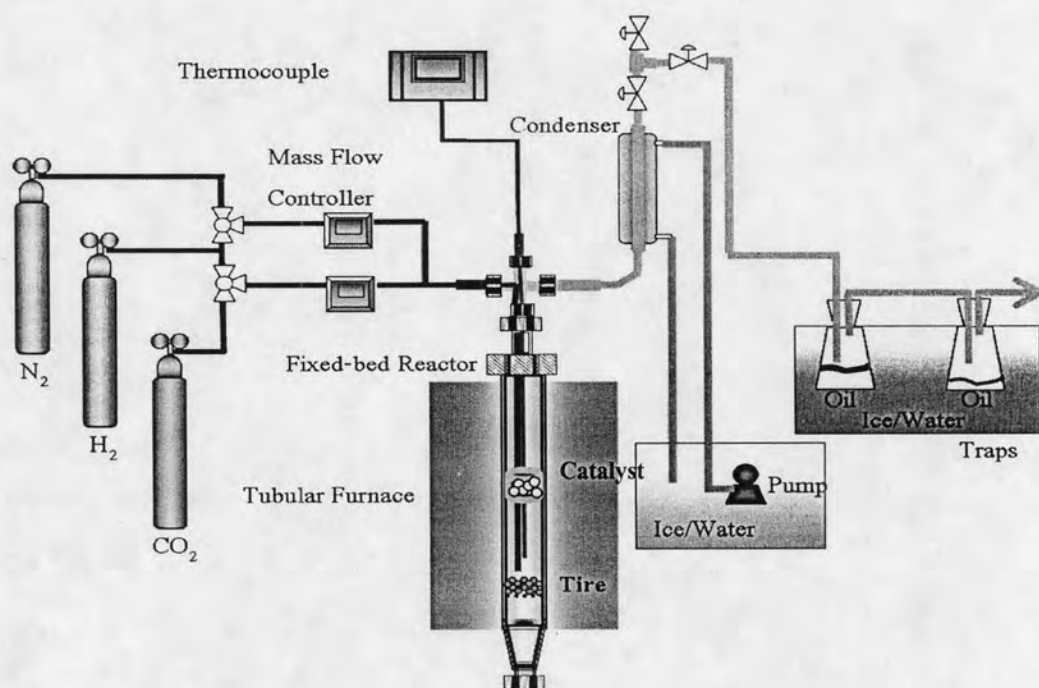
### เครื่องมือและวิธีการทดลอง

งานวิจัยนี้เป็นการทดลองเพื่อศึกษาผลของตัวแปรต่าง ๆ ที่มีต่อกระบวนการผลิตเชื้อเพลิงสะอาดจากยางรถยนต์ใช้แล้วโดยวิธีดำเนินการสองขั้นได้แก่ ไฮโดรดีซัลเฟอไรเซชันและไพโรไลซิส แสดงดังรูปที่ 3.1 ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการแปรรูป คือ แก๊ส ของเหลว และกากของแข็ง จากนั้นทำการวิเคราะห์สมบัติและปริมาณต่างๆของผลิตภัณฑ์ เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมสำหรับ ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์น้ำมัน และ แนฟทา

#### 3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์การทดลอง

1. เครื่องบดถ่านหินชนิดหยาบและชนิดละเอียด Retsch SM100
2. ตะแกรงร่อนขนาด 250 และ 850 um และเครื่องร่อนแยก
3. เครื่อง CHN Analyzer (Leco CHN-2000) สำหรับวิเคราะห์ยางรถยนต์แบบแยกธาตุ (Ultimate Analysis)
4. เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง (Fixed Bed Reactor) ทำจากท่อแสดงเลข 316 (Stainless Steel Tube 316) ตามมาตรฐาน ASTM A269 เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 1.80 นิ้ว ความหนา 0.035 นิ้ว และความยาว 32 นิ้ว แสดงดังรูปที่ 3.2
5. เครื่องปฏิกรณ์ (Reactor) ผลิตโดย Parr Instrument Company model 4843 แสดงในรูปที่ 3.3 ปริมาตร 250 มิลลิลิตร ทำจากเหล็กกล้าเหนียวไร้สนิม SUS 316 ประกอบไปด้วยเทอร์โมคัปเปิลพร้อมชุดควบคุมอุณหภูมิ (Temperature Controller) อุปกรณ์วัดความดันซึ่งประกอบด้วย มาตรฐานวัดความดันและอุปกรณ์วัดความดันแบบดิจิตอล (Pressure Transducer) ไบกวนพร้อมอุปกรณ์กำหนดและวัดความเร็วรอบของไบกวน ทำงานที่อุณหภูมิสูงสุด 500 องศาเซลเซียส และความดันสูงสุด 34 เมกะพาสคัล
6. เตาเผาแบบท่อ (Tubular Furnace) Lenton Model Eurotherm 2416 CG
7. เครื่องควบคุมอัตราการไหลแก๊ส (Mass Flow Controller) Aalborg Model GFC 171
8. เครื่องระเหยแบบหมุน (Rotary Evaporator) Bunchi Rotavapor R-200
9. เครื่องแคลอริมิเตอร์ (Oxygen Bomb Calorimeter) ผลิตโดยบริษัท Parr Instrument Company Model 1341EE
10. เตาอบ (Oven) WTB Binder Model ED – 115i
11. อ่างหล่อเย็น (Cooling Water) Heto Model OBN 18

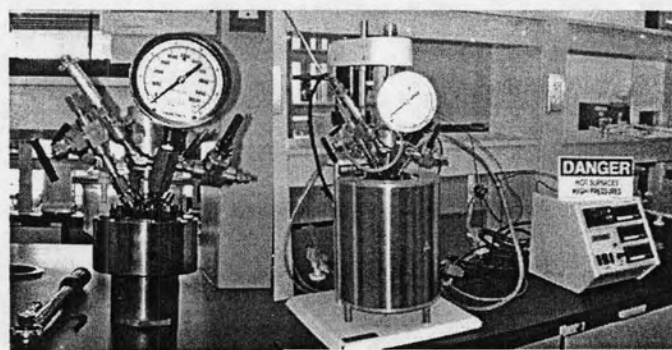
12. อุปกรณ์การกรองพร้อมกระดาษกรอง Whatman Glass Microfibre Filters (GF/C)
13. เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatograph) Shimadzu GC-2014 พร้อม ดีเทคเตอร์ (Detector) แบบ TCD และคอลัมน์แบบ Packed column คือ Porapak Q สำหรับวิเคราะห์องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์แก๊ส
14. เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatograph) และซอฟต์แวร์จำลองการกลั่น (Simulated Distillation) Agilent 6890N พร้อมดีเทคเตอร์แบบ FID และคอลัมน์ CP-SIL 5 CP สำหรับวิเคราะห์องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์น้ำมันตามจุดเดือด ตามมาตรฐาน ASTM D2887
15. เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatograph) แบบ Mass Spectroscopy VARIAN CP-3800 สำหรับวิเคราะห์สารประกอบในผลิตภัณฑ์น้ำมัน



รูปที่ 3.1 แผนภาพกระบวนการผลิตเชื้อเพลิงสะอาดจากยางรถยนต์ใช้แล้วโดยวิธีดำเนินการสองขั้น ได้แก่ ไฮโดรดีซัลเฟอไรเซชันและไพโรไลซิส.



รูปที่ 3.2 เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง (Fixed Bed Reactor).



รูปที่ 3.3 เครื่องปฏิกรณ์ Parr Reactor Model 4843.

### 3.2 สารตั้งต้นและสารเคมี

1. ยางรถยนต์ใช้แล้ว ขนาด 250 – 850 ไมครอน
2. เตตระไฮโดรฟูแรน 99.99% จาก Fisher Chemicals
3. คาร์บอนไดซัลไฟด์ 99% จาก Merck
4. แก๊สมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์แก๊สจาก Supelco
5. โซเดียมซัลไฟด์ จาก Panreac Quimica
6. ไอออน (III) คลอไรด์ จาก Analar
7. นิกเกิล (II) ไนเตรต จาก Analar
8. แอมโมเนียมโมลิบเดต จาก Analar
9. แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ( $\text{CO}_2$ ) 99.99%, แก๊สไนโตรเจน ( $\text{N}_2$ ) 99.99% และ แก๊สไฮโดรเจน ( $\text{H}_2$ ) 99.99% จาก Linde Gas
10. ตัวเร่งปฏิกิริยา นิกเกิลโมลิบดินัมทางการค้า(M8-21) จาก BASF

### 3.3 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

#### 3.3.1 การเตรียมตัวอย่างยางรถยนต์เพื่อใช้ในการวิเคราะห์สมบัติเริ่มต้นและใช้ในการทดลอง

1. ร่อนยางรถยนต์ให้มีขนาด 250 ไมโครเมตร โดยตะแกรงเบอร์ 60 จากนั้นเก็บไว้ในเดซีคเคเตอร์เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปวิเคราะห์สมบัติเริ่มต้น
2. ร่อนยางรถยนต์ให้มีขนาด 250 – 850 ไมโครเมตร โดยตะแกรงเบอร์ 20 และ 60 จากนั้นเก็บไว้ในเดซีคเคเตอร์เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปทำการทดลองไพโรไลซิส

#### 3.3.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ทำการทดลองคือ ไอร์ออน (III) ซัลไฟด์บนถ่านกัมมันต์ (ปริมาณเหล็กร้อยละ 3.0 ต่อกรัมถ่านกัมมันต์) นิกเกิลโมลิบดีนัม บนถ่านกัมมันต์ (ปริมาณนิกเกิลร้อยละ 1 และปริมาณโมลิบดีนัมร้อยละ 2 ต่อกรัมถ่านกัมมันต์) และ โดโลไมต์บนถ่านกัมมันต์ (ปริมาณโดโลไมต์ ร้อยละ 3 ต่อกรัมถ่านกัมมันต์) และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลโมลิบดีนัมทางการค้า

ก) การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาทำโดยวิธีอิมเพกเนต (Impregnation) โดยทำการอิมเพกเนต ไอร์ออน (III) ซัลไฟด์บนถ่านกัมมันต์ ดังแสดงในปฏิกิริยาที่ 3.1



โดยมีขั้นตอนการเตรียมดังต่อไปนี้ [46]

1. ปริมาณเหล็กบนถ่านกัมมันต์ร้อยละ 3.0 เตรียมสารละลาย  $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  เข้มข้น 0.097 โมลต่อลิตร จำนวน 100 มิลลิลิตร และสารละลาย  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  เข้มข้น 0.065 โมลต่อลิตร จำนวน 100 มิลลิลิตร
2. ชั่งถ่านกัมมันต์ขนาด 1 – 2 มิลลิเมตร ที่ผ่านการอบแห้งแล้ว จำนวน 60 กรัม
3. เติมสารละลาย  $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  ลงในปีกเกอร์ขนาด 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. เติมถ่านกัมมันต์ลงในสารละลาย กวนให้เข้ากันเป็นเวลา 2 ชั่วโมง
5. กรองสารละลายที่ได้ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 และล้างไอร์ออนที่ตกค้างอยู่กับของแข็งด้วยน้ำกลั่น
6. อบถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้เป็นเวลา 1 คืนที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้ให้เย็น

ข) สำหรับการเตรียมนิกเกิลโมลิบดีนัม (ปริมาณนิกเกิลร้อยละ 1 และปริมาณโมลิบดีนัมร้อยละ 2 กรัมต่อกรัม) บนถ่านกัมมันต์ ทำได้ดังต่อไปนี้ [47]

1. เตรียมสารละลาย  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  เข้มข้น 0.0085 โมลต่อลิตร จำนวน 100 มิลลิลิตร และสารละลาย  $(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  เข้มข้น 0.0103 โมลต่อลิตร
2. เติมสารละลาย  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ลงในบีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร จากนั้นเติมสารละลาย  $(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  ลงไป กวนให้เข้ากัน
3. ชั่งถ่านกัมมันต์ขนาด 1 – 2 มิลลิเมตร ที่ผ่านการอบแห้งแล้ว จำนวน 60 กรัม
4. เติมถ่านกัมมันต์ลงในสารละลาย กวนให้เข้ากันเป็นเวลา 2 ชั่วโมง
5. ให้ความร้อน จนอุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียส กวนต่อไปจนน้ำเริ่มแห้ง
6. อบตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้เป็นเวลา 1 คืนที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้ให้เย็นในเดซิเคเตอร์

ค) สำหรับการเตรียมโคโลไมต์บนถ่านกัมมันต์ (ปริมาณโคโลไมต์ ร้อยละ 3 ต่อกรัมถ่านกัมมันต์) ทำได้ดังต่อไปนี้

1. นำโคโลไมต์ไปเผาที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
2. เตรียม โคโลไมต์ 7.5 กรัม ผสมน้ำจำนวน 100 มิลลิลิตร กวนให้เข้ากัน
3. ชั่งถ่านกัมมันต์ขนาด 1 – 2 มิลลิเมตร ที่ผ่านการอบแห้งแล้ว จำนวน 20 กรัม
3. เติมถ่านกัมมันต์ลงในสารละลาย กวนให้เข้ากันเป็นเวลา 2 ชั่วโมง
4. ให้ความร้อน จนอุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียส กวนต่อไปจนน้ำเริ่มแห้ง
5. อบถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้เป็นเวลา 1 คืนที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้ให้เย็นในเดซิเคเตอร์

ง) ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลโมลิบดีนัมทางการค้าแสดงสมบัติ ในภาคผนวก จ

### 3.3.3 กระบวนการผลิตเชื้อเพลิงสะอาดจากยางรถยนต์ใช้แล้วโดยวิธีดำเนินการสองขั้น ได้แก่ ไฮโดรคิซัลเฟอโรเซชันและไพโรไลซิส

1. ชั่งยางรถยนต์ปริมาณ 50 กรัม ใส่ลงในเครื่องปฏิกรณ์
2. นำเครื่องปฏิกรณ์ใส่ในเตาเผาแบบท่อ ประกอบเครื่องมือและอุปกรณ์ต่างๆพร้อมกับทดสอบรอยรั่ว ไล่อากาศภายในเครื่องปฏิกรณ์ด้วยแก๊สที่ใช้ในการทดลอง จากนั้นตั้งค่าอุณหภูมิโดยระบบของเครื่องควบคุมอุณหภูมิมีอัตราการให้ความร้อนประมาณ 25 - 30 องศาเซลเซียสต่อนาที จับเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาโดยเริ่มนับเวลาตั้งแต่อุณหภูมิถึงค่าที่กำหนด
3. เมื่อครบระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา นำเครื่องปฏิกรณ์ออกจากเตาเผา เป่าเครื่องปฏิกรณ์ด้วยพัดลมไฟฟ้าจนอุณหภูมิลดลงถึงอุณหภูมิห้อง

4. เก็บผลิตภัณฑ์แก๊สที่ได้ด้วยถุงเก็บแก๊ส
5. วิเคราะห์ผลิตภัณฑ์แก๊สด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี
6. เก็บผลิตภัณฑ์น้ำมันที่อยู่ในขวดรูปชมพู่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียสเพื่อป้องกันการระเหย
7. ชะล้างผลิตภัณฑ์ที่เหลืออยู่ในเครื่องปฏิกรณ์ด้วยเตตระไฮโดรฟูแรน ปิดฝาขวดให้สนิทเพื่อป้องกันการระเหย ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 1 วัน เพื่อให้เตตระไฮโดรฟูแรนสกัดผลิตภัณฑ์น้ำมันออกจากกากของแข็ง
8. กรองสารละลายของเหลวออกจากกากของแข็งด้วยอุปกรณ์การกรองสุญญากาศ นำกากของแข็งที่เหลืออยู่ไปอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วนำมาชั่งน้ำหนัก
9. นำสารละลายของเหลวที่ได้ไประเหยตัวทำละลายเตตระไฮโดรฟูแรนออกที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส ความดันสุญญากาศ 400 มิลลิบาร์ เป็นเวลา 40 นาที หลังจากนั้นลดความดันลงเป็น 200 มิลลิบาร์ 1 ชั่วโมงเพื่อแยกตัวทำละลายออกจากผลิตภัณฑ์น้ำมันด้วยเครื่องระเหยแบบหมุน (Rotary evaporator)
10. เก็บผลิตภัณฑ์น้ำมันส่วนนี้ไว้ที่อุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียสเพื่อป้องกันการระเหย เรียกผลิตภัณฑ์น้ำมันส่วนนี้ว่า "น้ำมันหนัก (Pyrolytic Heavy Oil)"

### 3.3.4 กระบวนการไฮโดรดีซัลเฟอร์ไรเซชัน

1. เตรียมผลิตภัณฑ์น้ำมันที่ได้จากไพโลไรซิส 10 กรัม และตัวเร่งปฏิกิริยา 1 กรัม ใส่ลงในเครื่องปฏิกรณ์ Parr Reactor
2. ประกอบเครื่องปฏิกรณ์พร้อมกับทดสอบรอยรั่ว ใส่อากาศภายในเครื่องปฏิกรณ์ด้วยแก๊สไฮโดรเจนและ ให้ภายในเครื่องปฏิกรณ์มีความดันแก๊สไฮโดรเจน 30 บรรยากาศ จากนั้นตั้งค่าอุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส เวลา 1 ชั่วโมงโดยระบบของเครื่องควบคุมอุณหภูมิมีอัตราการให้ความร้อนประมาณ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ตั้งค่าความเร็วรอบของใบกวน 350 รอบต่อนาที จับเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาโดยเริ่มนับเวลาตั้งแต่อุณหภูมิถึงค่าที่กำหนด
3. เมื่อครบระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา ลดอุณหภูมิของเครื่องปฏิกรณ์ จนเหลือ 80 องศาเซลเซียส จากนั้นยกเครื่องปฏิกรณ์ออกจากอุปกรณ์ให้ความร้อน เป่าเครื่องปฏิกรณ์ด้วยพัดลมไฟฟ้าจนอุณหภูมิลดลงถึงอุณหภูมิต่ำ
4. กรองผลิตภัณฑ์น้ำมันออกจากตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยอุปกรณ์การกรองสุญญากาศ
5. เก็บผลิตภัณฑ์น้ำมันไว้ในขวดเพื่อรอการวิเคราะห์ต่อไป

### 3.3.5 การดูดซับกำมะถันในของเหลว

1. นำซีโอไลต์ชนิด NaY เมาที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
2. เตรียมผลิตภัณฑ์น้ำมันที่ได้จากไพโลไรซิส 10 กรัม และ ซีโอไลต์ชนิด NaY 1 กรัม กวนผสมที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
3. แยกผลิตภัณฑ์น้ำมันออกด้วยเครื่องเหวี่ยงแยก และเก็บผลิตภัณฑ์น้ำมันไว้ในขวดเพื่อรอการวิเคราะห์ต่อไป

### 3.3.6 การวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ของยางรถยนต์เริ่มต้นและผลิตภัณฑ์ [52-60]

ก) การวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ของยางรถยนต์เริ่มต้นก่อนการทดลอง

1. การวิเคราะห์แบบประมาณ (Proximate Analysis, ASTM D 3173-3175)
2. การวิเคราะห์แบบแยกธาตุ (Ultimate Analysis)
3. ค่าความร้อนและปริมาณกำมะถันรวม (ASTM D 2015 และ ASTM D 3172 Method B)
4. การสูญเสียน้ำหนักของยางรถยนต์ซึ่งเป็นฟังก์ชันกับเวลาและอุณหภูมิด้วยเครื่อง TG/DTA (Thermogravimetric/Differential Thermal Analyzer) ดังภาคผนวก ค

ข) การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์น้ำมันด้วย Simulated Distillation Gas Chromatograph

การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์น้ำมันด้วยวิธีนี้จะวิเคราะห์ตามจุดเดือดของสารดังต่อไปนี้[15-16]

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

การวิเคราะห์เริ่มด้วยการนำผลิตภัณฑ์น้ำมันไปละลายในคาร์บอนไดซัลไฟด์ในอัตรา 1 ส่วนใน 100 ส่วน โดยปริมาตร วิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟียี่ห้อ 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) ซึ่งใช้เป็นแบบโปรแกรมอุณหภูมิ (Temperature Program) 1 ขั้นตอน และมีไนโตรเจนเหลวเป็นตัวให้

ความเย็นเพื่อควบคุมอุณหภูมิด้วย คือ เริ่มต้นที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.01 นาที จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตราการให้ความร้อน 20 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึงอุณหภูมิสุดท้ายที่ 320 องศาเซลเซียสแล้วรักษาให้คงที่ เป็นเวลา 8.50 นาที

- อุณหภูมิดีเทคเตอร์ (Detector Temperature) เท่ากับ 320 องศาเซลเซียส
- แก๊สตัวพา (Carrier Gas) เป็นแก๊สฮีเลียมโดยมีอัตราการไหล 1.5 มิลลิลิตรต่อนาที ด้วย Split ratio เท่ากับ 2

ค) การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์น้ำมันด้วย Gas Chromatography-Mass Spectrometry การวิเคราะห์เริ่มด้วยการนำผลิตภัณฑ์น้ำมันไปละลายในคาร์บอนไดซัลไฟด์ในอัตรา 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 อุณหภูมิหัวฉีด (Injector Temperature) เท่ากับ 298 องศาเซลเซียส

- อุณหภูมิคอลัมน์ (Column Temperature or Oven Temperature) ซึ่งจะใช้เป็นแบบ โปรแกรมอุณหภูมิ (Temperature Program) 1 ขั้นตอน และมีไนโตรเจนเหลวเป็นตัวให้ความเย็นเพื่อควบคุมอุณหภูมิด้วย คือ เริ่มต้นที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 นาที จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตราการให้ความร้อน 20 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึงอุณหภูมิสุดท้ายที่ 300 องศาเซลเซียสแล้ว คงที่ เป็นเวลา 3 นาที
- อุณหภูมิดีเทคเตอร์ (Detector Temperature) เท่ากับ 230 องศาเซลเซียส
- แก๊สตัวพา (Carrier Gas) เป็นแก๊สฮีเลียมโดยมีอัตราการไหล 1.5 มิลลิลิตรต่อนาที ด้วย Split ratio เท่ากับ 150

ง) การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์แก๊สด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

เก็บผลิตภัณฑ์แก๊สที่เกิดขึ้น โดยใช้ถุงเก็บแก๊ส เริ่มเก็บที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ขณะให้ความร้อนจนกระทั่งถึงอุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ขณะลดอุณหภูมิ โดยวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatograph) Shimadzu GC-2014 ดีเทคเตอร์ (Detector) แบบ TCD และคอลัมน์แบบ packed column คือ Porapak-Q และ เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatograph) Thermo Finigan TRANCE ดีเทคเตอร์ (Detector) แบบ TCD และคอลัมน์แบบ packed column คือ HayeSep-Q โดยข้อมูลและภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี แสดงอยู่ในส่วนของภาคผนวก ง



จ) การวิเคราะห์ค่าความร้อนและปริมาณกำมะถันรวมของผลิตภัณฑ์น้ำมัน (ASTM D 240 และ ASTM D 3172 Method B)

ฉ) การวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ของผลิตภัณฑ์ของแข็ง

1. การวิเคราะห์แบบประมาณ (Proximate Analysis, ASTM D 3173-3175)
2. ค่าความร้อนและปริมาณกำมะถันรวม (ASTM D 2015 และ ASTM D 3172 Method B)

### 3.3.7 การคำนวณผลลัพธ์จากการทดลอง

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

(% Total conversion)

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

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

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

โดย  $W1_{daf}$  = น้ำหนักรวมของยางรถยนต์ที่ปราศจากความชื้นและเถ้า  
 $W_R$  = น้ำหนักกากของแข็งที่ปราศจากความชื้นและเถ้าหลังล้างด้วยเตตระไฮโดรฟูแรน  
 $W_{Liq}$  = น้ำหนักของผลิตภัณฑ์น้ำมัน

## 3.4 การดำเนินการวิจัย

### 3.4.1 การออกแบบการทดลองของการผลิตเชื้อเพลิงสะอาดจากยางรถยนต์ใช้แล้วโดยวิธีดำเนินการสองขั้นได้แก่ ไฮโดรดีซัลเฟอไรเซชันและไพโรไลซิส

งานวิจัยนี้ศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อกระบวนการ ผลิตเชื้อเพลิงสะอาดจากยางรถยนต์ใช้แล้วโดยวิธีดำเนินการสองขั้นได้แก่ ไฮโดรดีซัลเฟอไรเซชันและไพโรไลซิส

ในส่วนเริ่มแรกของงานวิจัยทำการออกแบบการทดลองเป็นแบบแฟกทอเรียล 2 ระดับ เพื่อกรองปัจจัยที่มีอยู่ให้เหลือน้อยลง ซึ่งสมมติว่าผลตอบสนองที่ได้มีลักษณะเป็นเส้นตรงตลอดช่วงของปัจจัยที่เลือกขึ้นมาทำการศึกษา โดยตัวแปรที่นำมาศึกษาในการทดลองสำหรับไพโรไลซิสยางรถยนต์มี 4 ตัวแปร คือ อุณหภูมิ เวลา อัตราการไหลแก๊ส และชนิดของแก๊ส และตัวแปรที่นำมาศึกษาในการทดลองสำหรับไฮโดรดีซัลเฟอไรเซชันยางรถยนต์มี 3 ตัวแปร คือ อุณหภูมิ เวลา และอัตราการไหลแก๊สไฮโดรเจน การออกแบบการทดลองของไพโรไลซิสยางรถยนต์ และไฮโดรดีซัลเฟอไรเซชันยางรถยนต์ได้แสดงดังตารางที่ 3.1 และ 3.2 ตามลำดับ

ตารางที่ 3.1 การออกแบบการทดลองแฟกทอเรียล  $2^4$  ของไพโรไลซิสยางรถยนต์

การทดลอง	การออกแบบ แฟกทอเรียล	ตัวแปร			
		อุณหภูมิ ( $^{\circ}\text{C}$ ), A	เวลา (นาที), B	อัตราการไหลแก๊ส (ลิตรต่อนาที), C	ชนิดของ แก๊ส, D
1	(1)	400	10	1.0	$\text{CO}_2$
2	a	500	10	1.0	$\text{CO}_2$
3	b	400	30	1.0	$\text{CO}_2$
4	ab	500	30	1.0	$\text{CO}_2$
5	c	400	10	2.0	$\text{CO}_2$
6	ac	500	10	2.0	$\text{CO}_2$
7	bc	400	30	2.0	$\text{CO}_2$
8	abc	500	30	2.0	$\text{CO}_2$
9	d	400	10	1.0	$\text{N}_2$
10	ad	500	10	1.0	$\text{N}_2$
11	bd	400	30	1.0	$\text{N}_2$
12	abd	500	30	1.0	$\text{N}_2$
13	cd	400	10	2.0	$\text{N}_2$
14	acd	500	10	2.0	$\text{N}_2$
15	bcd	400	30	2.0	$\text{N}_2$
16	abcd	500	30	2.0	$\text{N}_2$

A: อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) = 400(-) – 500(+)

B: เวลา (นาที) = 10(-) – 30(+)

C: อัตราการไหลแก๊ส (ลิตรต่อนาที) = 1.0(-) – 2.0(+)

D: ชนิดของแก๊ส =  $\text{CO}_2$  (-) –  $\text{N}_2$  (+)



ตารางที่ 3.2 การออกแบบการทดลองแฟกทอเรียล  $2^3$  ของไฮโดรดีซัลไฟด์เฟอโรเซชันยางรถยนต์

การทดลอง	การออกแบบแฟกทอเรียล	ตัวแปร		
		อุณหภูมิ ( $^{\circ}\text{C}$ ), A	เวลา (นาที), B	อัตราการไหลแก๊ส $\text{H}_2$ (ลิตรต่อนาที), C
1	(1)	200	10	0.1
2	a	300	10	0.1
3	b	200	60	0.1
4	ab	300	60	0.1
5	c	200	10	1.0
6	ac	300	10	1.0
7	bc	200	60	1.0
8	abc	300	60	1.0

A: อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) = 200(-) – 300(+)

B: เวลา (นาที) = 10(-) – 60(+)

C: อัตราการไหลแก๊สไฮโดรเจน (ลิตรต่อนาที) = 0.1(-) – 1.0(+)

### 3.4.2 ศึกษาผลของตัวแปร อุณหภูมิ อัตราการไหลแก๊ส และชนิดของแก๊สที่มีต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้ของไพโรไลซิสยางรถยนต์

#### ก) ศึกษาผลของอุณหภูมิ

ทำการทดลองที่อุณหภูมิ 400, 450, 500 และ 550 องศาเซลเซียส อัตราการไหลแก๊ส 1.0 ลิตรต่อนาที ด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ แก๊สไนโตรเจน และแก๊สผสมระหว่างคาร์บอนไดออกไซด์และไนโตรเจน อัตราส่วน 1 ต่อ 1 เวลา 10 นาที (เมื่ออุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกิริยถึงค่าที่กำหนดไว้)

#### ข) ศึกษาผลของอัตราการไหลแก๊ส

ทำการทดลองที่อัตราการไหลแก๊ส 0.1, 0.5, 1.0 และ 2.0 ลิตรต่อนาที ที่อุณหภูมิ 400 และ 500 องศาเซลเซียส ด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ แก๊สไนโตรเจน และแก๊สผสมระหว่างคาร์บอนไดออกไซด์และไนโตรเจน อัตราส่วน 1 ต่อ 1 เวลา 10 นาที (เมื่ออุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกิริยถึงค่าที่กำหนดไว้)

#### ค) ศึกษาผลของอัตราส่วนของแก๊ส $\text{CO}_2/\text{N}_2$

ทำการทดลองด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ แก๊สไนโตรเจน และแก๊สผสมระหว่างคาร์บอนไดออกไซด์และไนโตรเจน อัตราส่วน 1 ต่อ 1 ที่อุณหภูมิ 400, 450, 500 และ 550 องศา

เซลเซียส อัตราการไหลแก๊ส 1.0 ลิตรต่อนาที เวลา 10 นาที (เมื่ออุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกรณ์ถึงค่าที่กำหนดไว้)

### 3.4.3 ศึกษาผลของไฮโดรดีซัลเฟอไรเซชันและไพโรไลซิสยางรถยนต์ที่มีต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้

ก) ศึกษาผลของไฮโดรดีซัลเฟอไรเซชันที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส อัตราการไหลแก๊ส ไฮโดรเจน 0.1 ลิตรต่อนาที เวลา 60 นาที (เมื่ออุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกรณ์ถึงค่าที่กำหนดไว้) ตามด้วยไพโรไลซิสยางรถยนต์ที่ อุณหภูมิ 400 และ 500 องศาเซลเซียส อัตราการไหลแก๊ส 1 ลิตรต่อนาที และอัตราส่วนของแก๊ส  $N_2/CO_2$  เป็น 0 และ 1 เวลา 10 นาทีเมื่ออุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกรณ์ถึงค่าที่กำหนดไว้

ข) ศึกษาผลของไฮโดรไพโรไลซิสยางรถยนต์ที่ อุณหภูมิ 400 และ 500 องศาเซลเซียส อัตราการไหลแก๊ส  $N_2$  หรือ  $CO_2$  เป็น 1 ลิตรต่อนาที อัตราการไหลแก๊สไฮโดรเจน 0.1 ลิตรต่อนาที เวลา 10 และ 60 นาที(เมื่ออุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกรณ์ถึงค่าที่กำหนดไว้)

### 3.4.3 ศึกษาผลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้

ทำการทดลองที่ อุณหภูมิ 400 และ 500 องศาเซลเซียส อัตราการไหลแก๊ส  $N_2$  หรือ  $CO_2$  1 ลิตรต่อนาที อัตราการไหลแก๊สไฮโดรเจน 0.1 ลิตรต่อนาที และ เวลา 10 นาทีเมื่ออุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกรณ์ถึงค่าที่กำหนดไว้ โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาจากหัวข้อ 3.3.2

### 3.4.4 ศึกษาผลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อไฮโดรดีซัลเฟอไรเซชัน

นำตัวเร่งปฏิกิริยา นิกเกิลโมลิบดีนัมบนถ่านกัมมันต์ ที่เตรียมได้ และตัวเร่งปฏิกิริยา นิกเกิลโมลิบดีนัมทางการค้าไปรีดิวซ์ด้วยแก๊ส ไฮโดรเจนซัลไฟด์ ร้อยละ 5 ในแก๊สไฮโดรเจนที่ อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมงจากนั้นนำไปไฮโดรดีซัลเฟอไรเซชันผลิตภัณฑ์น้ำมันที่ได้

### 3.4.5 ศึกษาผลของตัวดูดซับต่อปริมาณกำมะถันในผลิตภัณฑ์น้ำมัน

การดูดซับกำมะถันอินทรีย์ในน้ำมันเชื้อเพลิงทดลองโดยดูดซับในระบบแบตช์ (Batch system) โดยใช้ซีโอไลต์ชนิด NaY (Si/Al = 2.39) จากบริษัท Tosoh Coporation ประเทศญี่ปุ่น ทำการดูดซับโดยใช้อัตราส่วนของผลิตภัณฑ์น้ำมันต่อตัวดูดซับเป็น 10:1 โดยน้ำหนัก ทำการดูดซับที่อุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศ เป็นเวลา 1 วัน หลังจากนั้นนำผลิตภัณฑ์น้ำมันที่ผ่านการดูดซับแล้วมาแยกเอาตัวดูดซับออก และนำของเหลวที่ได้ไปวิเคราะห์หาร้อยละการขจัดกำมะถัน