

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 วัสดุ

3.1.1 วัสดุเชิงประกอบเอทิลีนไวนิลแอสีเตตโคพอลิเมอร์และยางธรรมชาติจากเศษยางพื้นรองเท้า

- วัสดุเชิงประกอบเอทิลีนไวนิลแอสีเตตโคพอลิเมอร์และยางธรรมชาติ (EVA/NR) จากเศษยางพื้นรองเท้าได้รับความอนุเคราะห์จากโรงงานผลิตรองเท้าแต่ละภายในประเทศ โดยโครงสร้างของยางพื้นรองเท้าประกอบไปด้วยชั้น 3 ชั้น โดยชั้นบนและล่างสุดมีส่วนประกอบของยางธรรมชาติ (NR) 70% และเอทิลีนไวนิลแอสีเตตโคพอลิเมอร์ (EVA) 30% ส่วนชั้นกลางนั้นประกอบด้วย EVA 70% และ LDPE 30%

3.1.2 ซิลิกอนคาร์ไบด์

- ซิลิกอนคาร์ไบด์ขนาด 16 mesh ที่ใช้เป็นตัวดูดซับคลื่นไมโครเวฟได้รับความอนุเคราะห์จากศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC)

3.1.3 ก๊าซพา

- ก๊าซอาร์กอน และแอร์ซีวีโร่ (purified air) ที่ใช้เป็นก๊าซพาได้สั่งซื้อจาก บริษัท ไทย อินดัสเตรียล จำกัด (มหาชน)

3.1.4 ไดคลอโรมีเทน (Dichloromethane, DCM)

- ไดคลอโรมีเทน (เกรดสำหรับวิเคราะห์) ใช้สำหรับล้างและสกัดของเหลวที่ได้จากการทดลอง ได้สั่งซื้อจาก บริษัท แล็บสแกนเอเชีย (ประเทศไทย) จำกัด

3.2 เครื่องมือ

3.2.1 เตาไมโครเวฟ

- เตาไมโครเวฟที่ใช้เป็นแหล่งกำเนิดคลื่นไมโครเวฟเป็นของบริษัทพานาโซนิค รุ่น NN-S674MF ซึ่งจะนำมาทำการดัดแปลงเพื่อใช้ในการทดลองต่อไป

3.2.2 หลอดแก้วควอตซ์

- หลอดแก้วควอตซ์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 13 มม. และเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 9 มม. สำหรับใช้เป็นเตาปฏิกรณ์

3.2.3 เทอร์โมคัปเปิล ชนิดอาร์ (R-type thermocouple)

- เทอร์โมคัปเปิล ชนิดอาร์ ใช้สำหรับวัดอุณหภูมิระหว่างเกิดการแปรสภาพทางความร้อนในหลอดแก้วควอตซ์

3.2.4 ถังเก็บก๊าซ

- ถังเก็บก๊าซที่มีวาล์วเปิด-ปิดได้ขนาด 300 ซม³ ใช้สำหรับเก็บก๊าซผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป

3.2.5 เส้นใยควอร์ต

- เส้นใยควอร์ตที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5-20 ไมโครเมตร ใช้สำหรับรองรับวัตถุดิบในการแปรสภาพทางความร้อนและยังช่วยในการกรองก๊าซและฝุ่นละอองก่อนเข้าสู่เตาปฏิกรณ์

3.2.6 เครื่องควบคุมการไหลของก๊าซ

- เครื่องควบคุมการไหลของก๊าซ (AALBORC[®]) สำหรับควบคุมการไหลของก๊าซได้รับความอนุเคราะห์จากศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ

3.2.7 ก๊าซมาตรฐาน

- ‘ ก๊าซมาตรฐานอยู่ในรูปของก๊าซผสมที่มีสัดส่วนขององค์ประกอบโดยปริมาตรดังตารางที่ 3.1 เพื่อใช้สำหรับเปรียบเทียบชนิดของก๊าซที่ได้จากการแปรสภาพทางความร้อน

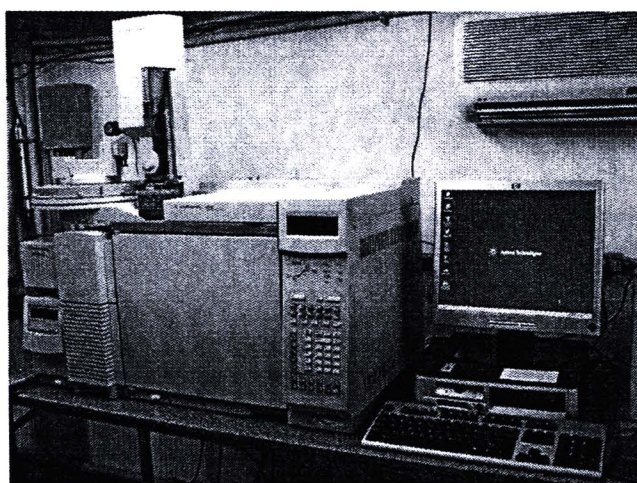
ตารางที่ 3.1 แสดงสัดส่วนของก๊าซที่มีในถังก๊าซมาตรฐาน

ชนิด	ร้อยละโดยปริมาตร	ชนิด	ร้อยละโดยปริมาตร
Methane (C ₁)	5	1-Butene (C ₄)	10
Ethane (C ₂)	10	cis-2-Butene (C ₄)	5
Ethylene (C ₂)	1	Isopentane (C ₅)	2
Propane (C ₃)	5	n-Pentane (C ₅)	1
Propylene (C ₃)	1	CO ₂	5
Isobutane (C ₄)	10	H ₂	15
n-Butane (C ₄)	5	CO	5
trans-2-Butene (C ₄)	5	N ₂	15

3.3 เครื่องทดสอบ

3.3.1 Gas Chromatography

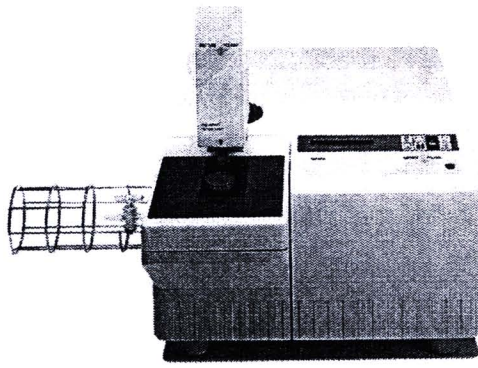
- ใช้ทดสอบหาปริมาณและเปรียบเทียบชนิดของผลิตภัณฑ์ที่เป็นก๊าซที่ได้จากการแปรรูปทางความร้อนกับก๊าซมาตรฐานด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Varian CP-3800) ดังแสดงในรูปที่ 3.1 โดยใช้ตัววิเคราะห์ Thermal Conductivity Detector (TCD) และ Flame Ionization Detector (FID) โดยใช้คอลัมน์ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.32 มม. ยาว 30 ม. และภายในเคลือบด้วย dimethyl polysiloxane 95%



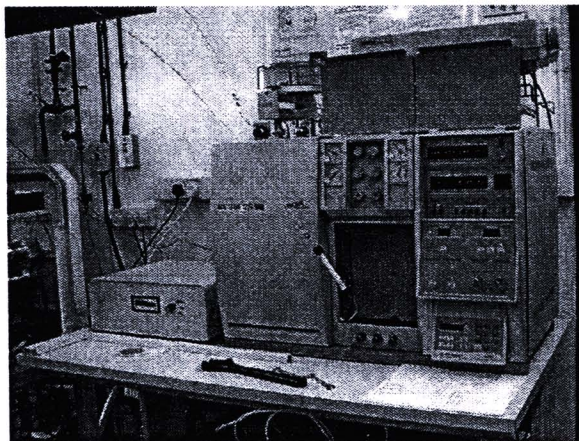
รูปที่ 3.1 เครื่อง Gas Chromatography; Varian CP-3800

3.3.2 วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนและธาตุองค์ประกอบของ EVA/NR

การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของวัสดุเชิงประกอบเอทิลวีนิลแอสีเตตโคพอลิเมอร์ (EVA/NR) ดำเนินการโดยใช้เทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลซิส (Thermogravimetric analysis, TGA) ยี่ห้อ METTLER TOLEDO TGA รุ่น TGA/SDTA 851 (รูปที่ 3.2) ด้วยการทำให้ EVA/NR เกิดการสลายตัวด้วยความร้อนภายใต้บรรยากาศเฉื่อยที่อัตราการไหล 20 มล./นาที อุณหภูมิที่ใช้ในการสลายตัว 60-600 °C ที่อัตราการให้ความร้อน 20 °C/นาที จากนั้นข้อมูลที่ได้จะถูกประมวลผลและวิเคราะห์ด้วยโปรแกรม STARe version 8.1 ในส่วนของการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบนั้นได้ทำการทดสอบด้วยเครื่อง Elemental Analyzer FISON model NA-2000 (รูปที่ 3.3) โดยทำให้ EVA/NR เกิดการสลายตัวได้เป็นก๊าซจากนั้นจึงทำการวิเคราะห์ธาตุ คาร์บอน (C) ไฮโดรเจน (H) และ ไนโตรเจน (N) โดยในส่วนของการออกซิเจน (O) นั้นทำการคำนวณจากส่วนต่างของร้อยละโดยน้ำหนัก



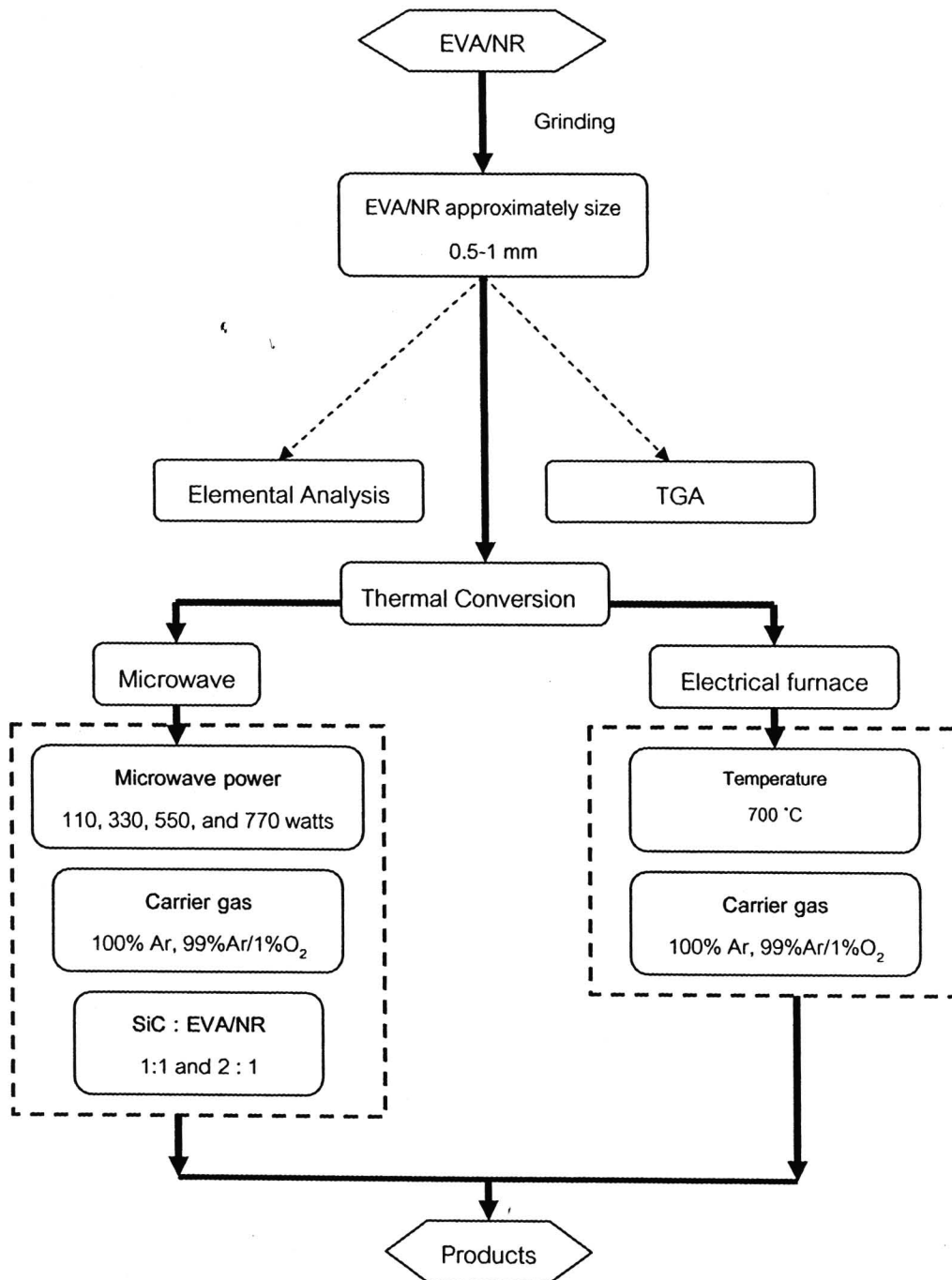
รูปที่ 3.2 TGA ยี่ห้อ METTLER TOLEDO รุ่น รุ่น TGA/SDTA 851

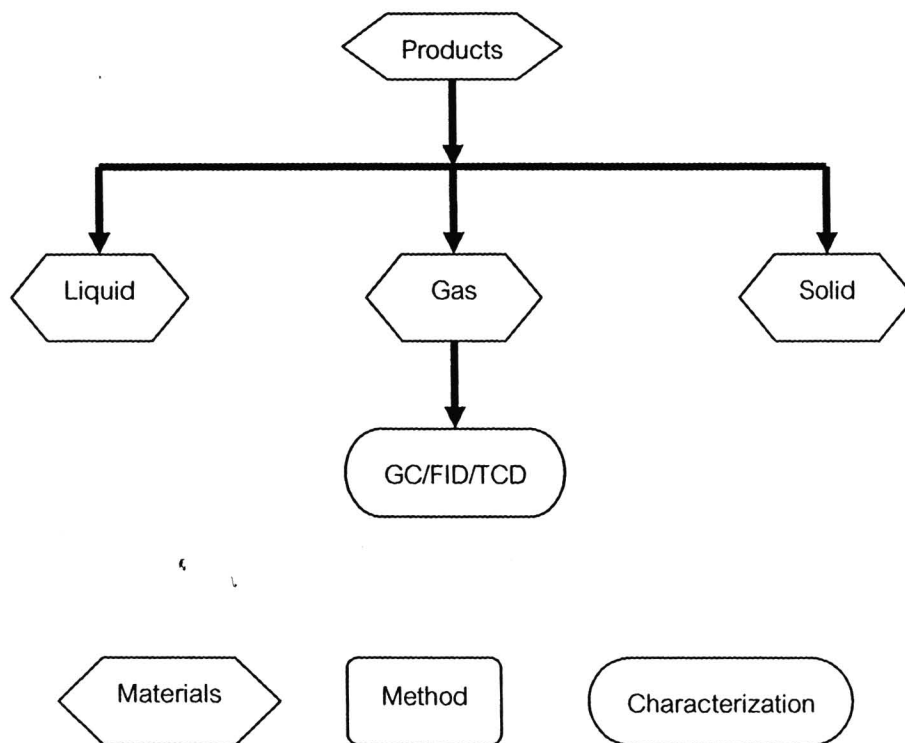


รูปที่ 3.3 Elemental analyzer ยี่ห้อ FISIONS รุ่น NA-2000

3.4 วิธีการทดลอง

วิธีการทดลองในงานวิจัยนี้จะดำเนินการภายใต้ลำดับขั้นตอนดังรูปที่ 3.4 ซึ่งประกอบด้วยการเตรียมวัตถุดิบ และการออกแบบระบบและดัดแปลงระบบเตาปฏิกรณ์ที่จะใช้ในการแปรสภาพทางความร้อน การเปรียบเทียบก๊าซมาตรฐาน การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนและธาตุองค์ประกอบของวัตถุดิบ และการแปรสภาพทางความร้อนโดยเตาปฏิกรณ์ไมโครเวฟและเตาปฏิกรณ์ไฟฟ้า

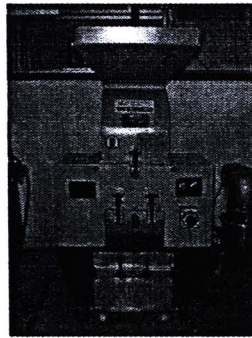




รูปที่ 3.4 ขั้นตอนการทดลองโดยรวมในงานวิจัยนี้

3.4.1 การเตรียมวัตถุดิบ

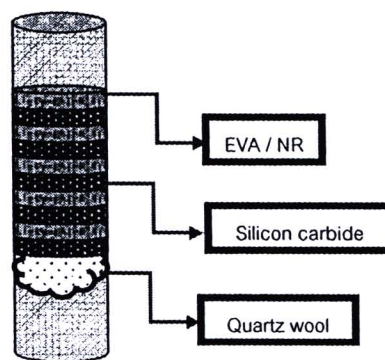
นำเศษยางพื้นรองเท้าที่ใช้ในการทดลองไปบดให้มีขนาด 0.5-1 มม. เพื่อสะดวกในการทดลองด้วยเครื่องบด MING LEE STRONG CRUSHER ที่ได้รับความอนุเคราะห์จากกรมวิทยาศาสตร์บริการดังรูปที่ 3.5 จากนั้นเศษยางพื้นรองเท้าที่บดแล้วจะถูกนำไปวิเคราะห์อุณหภูมิการสลายตัวด้วยเครื่อง Thermogravimetric analyzer (TGA) และ นำไปวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบ (Elemental analysis) ด้วยเครื่อง CHON analyzer ต่อไป



รูปที่ 3.5 เครื่องบด MING LEE STONG CRUSHER

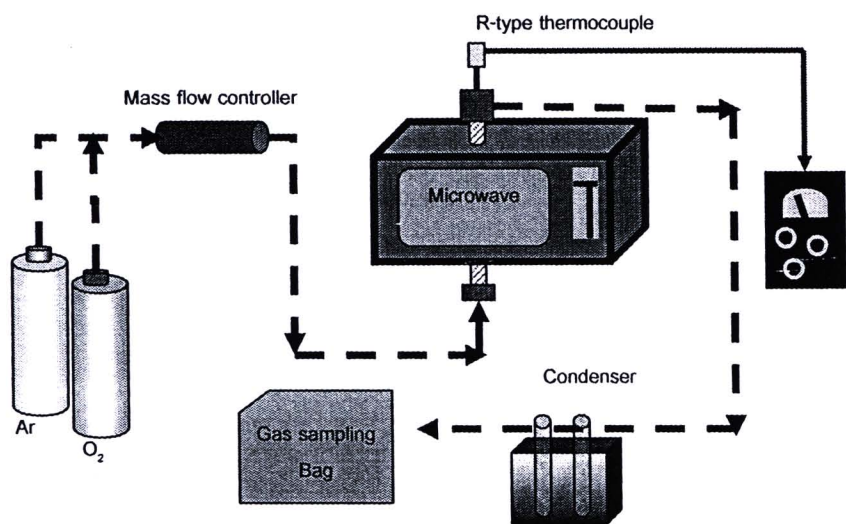
3.4.2 การเตรียมระบบการแปรสภาพทางความร้อน

ก่อนทำการทดลองเศษยางพื้นรองเท้าที่ผ่านการบดแล้วจะถูกผสมให้อยู่ร่วมกับซิลิกอนคาร์ไบด์ในลักษณะที่เป็นชั้นๆแบบแซนด์วิชเพื่อกระจายลักษณะการให้ความร้อน (heat profile) ให้มีความสม่ำเสมอ ดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 การผสมเศษยางพื้นรองเท้า (EVA/NR) ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) และเส้นใยควอตซ์ (quartz wool) ในเตาปฏิกรณ์ควอตซ์

การแปรสภาพทางความร้อนที่ดำเนินการนี้เป็นการแปรสภาพทางความร้อนในชั้นตอนเดียว โดยจะใส่เตาปฏิกรณ์ทอควอตซ์เข้าไปสู่ภายในเตาไมโครเวฟในตำแหน่งศูนย์กลางของเตาจากนั้นทำการต่อระบบก๊าซพาทางด้านล่าง ต่อเทอร์โมคัปเปิลและทางออกของก๊าซทางด้านบนดังรูปที่ 3.7 จากนั้นจะต่อท่อซิลิโคนและคอนเดนเซอร์เพื่อเก็บของเหลวที่ได้ โดยในส่วนของก๊าซที่ได้จะถูกเก็บในถุงเก็บก๊าซเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป



รูปที่ 3.7 ระบบการแปรสภาพทางความร้อนโดยการเหนี่ยวนำไมโครเวฟ

สำหรับปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการแปรสภาพนั้นจะคำนวณตามสมการที่ (3.1)-(3.5) โดยของแข็งที่เหลือจากกระบวนการซึ่งอยู่ในเตาปฏิกรณ์ควอร์ตซ์จะถูกชั่งน้ำหนัก ในขณะที่ของเหลวที่ได้จากการทดลองซึ่งเก็บอยู่ในคอนเดนเซอร์จะถูกชะล้างออกมาด้วย dichloromethane (DCM) จากนั้นเมื่อ DCM ระเหยออกหมดจะทำการชั่งน้ำหนักที่ได้ ส่วนสัดส่วนของก๊าซซึ่งอยู่ในถุงเก็บก๊าซจะคำนวณโดยอาศัยผลต่างของน้ำหนักตามสมการ

$$\text{น้ำหนักของก๊าซและของเหลว} = W_{\text{ก่อน}} - W_{\text{หลัง}} \dots\dots\dots (3.1)$$
$$\text{น้ำหนักของก๊าซ} = W_{\text{ก๊าซ}} = (W_{\text{ก่อน}} - W_{\text{หลัง}}) - W_{\text{ของเหลว}} \dots\dots\dots (3.2)$$
$$\text{ร้อยละของแข็ง} = (W_{\text{ของแข็ง}} / W_{\text{ก่อน}}) \times 100 \dots\dots\dots (3.3)$$
$$\text{ร้อยละของของเหลว} = (W_{\text{ของเหลว}} / W_{\text{ก่อน}}) \times 100 \dots\dots\dots (3.4)$$
$$\text{ร้อยละของก๊าซ} = (W_{\text{ก๊าซ}} / W_{\text{ก่อน}}) \times 100 \dots\dots\dots (3.5)$$

- เมื่อ

$W_{\text{ก่อน}}$

=

น้ำหนักของ EVA/NR ก่อนการทดลอง
- $W_{\text{หลัง}}$

=

น้ำหนักของ EVA/NR หลังการทดลอง = $W_{\text{ของแข็ง}}$
- $W_{\text{ของเหลว}}$

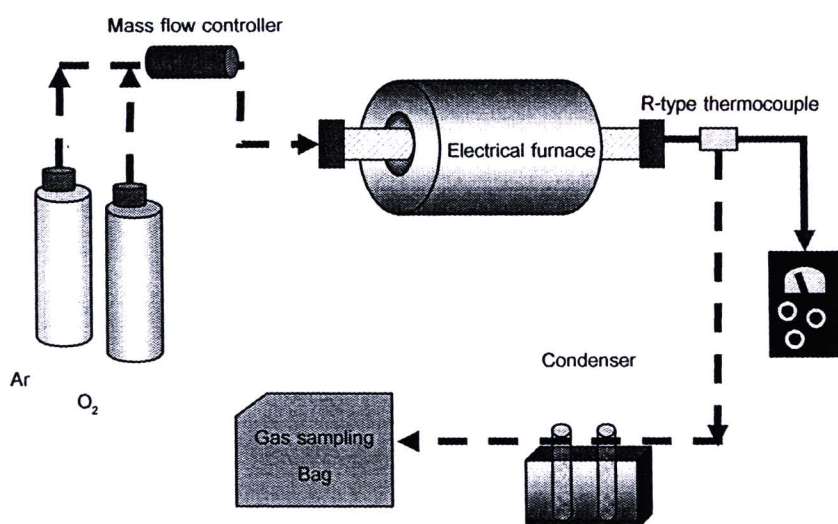
=

น้ำหนักของของเหลว
- $W_{\text{ก๊าซ}}$

=

น้ำหนักของก๊าซ

และเพื่อทำการเปรียบเทียบกับระบบการให้ความร้อนทั่วไปได้ทำการติดตั้งระบบการให้ความร้อน
ยเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 700°C ดังรูปที่ 3.8 โดยการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะเท่าเทียมกันกับการให้
ความร้อนโดยไมโครเวฟ



รูปที่ 3.8 ระบบการให้ความร้อนโดยใช้เตาไฟฟ้า

3.4.3 การเปรียบเทียบก๊าซมาตรฐาน

ในส่วนของผลิตภัณฑ์ที่เป็นก๊าซนั้นคาดว่าจะประกอบด้วยก๊าซชนิดต่างๆ อาทิ CO_2 , CO , H_2 , และ ก๊าซไฮโดรคาร์บอน ดังนั้นเพื่อทำการเปรียบเทียบชนิดและปริมาณของก๊าซที่ได้จากการทดลองจึงต้องทำการเปรียบเทียบกับก๊าซมาตรฐานโดยการฉีดก๊าซที่จะทำการวิเคราะห์เข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography) แล้วจึงเปรียบเทียบโครมาโตแกรม (Chromatogram) ของก๊าซที่ผลิตได้กับโครมาโตแกรมของก๊าซมาตรฐานโดยใช้สภาวะในการทดสอบเดียวกันดังนี้

Injector	=	35°C คงที่ไว้ 5 นาที
คอลัมน์	=	50°C คงที่ไว้ 5 นาที
		75°C คงที่ไว้ 15 นาที ที่อัตราการให้ความร้อน 15°C/นาที
		100°C คงที่ไว้ 10 นาที ที่อัตราการให้ความร้อน 10°C/นาที
อัตราการไหล	=	4 $\text{cm}^3/\text{นาที}$

จากนั้นนำพื้นที่ใต้กราฟที่ได้จากก๊าซมาตรฐานในช่วงของ H_2 , CO_2 และก๊าซไฮโดรคาร์บอน (C_1 - C_2 , C_3 , C_4 , C_5) มาเปรียบเทียบกับปริมาณของก๊าซที่ผลิตได้

3.4.4 การแปรสภาพทางความร้อนโดยเตาปฏิกรณ์ไมโครเวฟ

ในส่วนของการแปรสภาพทางความร้อนโดยเตาปฏิกรณ์ไมโครเวฟนั้นได้ดำเนินการภายในแก้วเวอตซ์ที่ได้ออกแบบไว้ในช่วงแรก ที่กำลังของไมโครเวฟ 110, 330, และ 550 วัตต์ อัตราส่วนโดยปริมาตรระหว่าง $\text{Ar}:\text{O}_2$ ในก๊าซพาเท่ากับ 100:0 และ 99:1 อัตราส่วนโดยปริมาตรระหว่าง $\text{SiC}:\text{EVA/NR}$ เท่ากับ

1:1 และ 2:1 โดย SiC นี้ทำหน้าที่เป็นตัวดูดซับไมโครเวฟ และแผ่ความร้อนไปถึง EVA/NR ต่ไปอีกทอดหนึ่ง โดยใช้เวลาในการทดลองทั้งหมด 6 นาที ภายหลังจากสิ้นสุดระยะเวลาในการแปรสภาพทางความร้อนผลิตภัณฑ์ที่เป็นของแข็ง ของเหลว และก๊าซ จะถูกชั่งน้ำหนัก และคำนวณหาสัดส่วนเปรียบเทียบกับน้ำหนักของ EVA/NR เริ่มต้นที่ใช้ในการแปรสภาพทางความร้อนซึ่งในแต่ละการทดลองจะใช้น้ำหนักประมาณ 5 กรัม สำหรับในส่วนขององค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ที่เป็นก๊าซ จะวิเคราะห์หาในเชิงปริมาณ และเชิงคุณภาพด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography) ที่สภาวะดังต่อไปนี้

Injector	=	35°C คงที่ไว้ 5 นาที
คอลัมน์	=	50°C คงที่ไว้ 5 นาที
		75°C คงที่ไว้ 15 นาที ที่อัตราการให้ความร้อน 15°C/นาที
		100°C คงที่ไว้ 10 นาที ที่อัตราการให้ความร้อน 10°C/นาที
อัตราการไหล	=	4 ซม ³ /นาที

จากนั้นนำพื้นที่ใต้กราฟของก๊าซที่ผลิตได้ มาเปรียบเทียบกับพื้นที่ใต้กราฟของก๊าซมาตรฐานที่ได้ทำการทดสอบไว้แล้ว (H₂, CO₂ และก๊าซไฮโดรคาร์บอน C₁-C₂, C₃, C₄, C₅) เพื่อวิเคราะห์ชนิด และปริมาณ เป็นความเข้มข้นโดยปริมาตรของก๊าซชนิดนั้นๆ

3.4.5 การแปรสภาพทางความร้อนโดยเตาปฏิกรณ์ไฟฟ้า

การแปรสภาพทางความร้อนโดยใช้เตาปฏิกรณ์ไฟฟ้านั้นได้ดำเนินการเพื่อเปรียบเทียบกับระบบเตาปฏิกรณ์ไมโครเวฟ โดยได้ดำเนินการที่อุณหภูมิ 700 °C ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่สูงที่สุดที่เตาไฟฟ้าที่ได้จัดหาสามารถดำเนินการได้ และมีค่าที่ใกล้เคียงกับอุณหภูมิที่ได้จากระบบเตาไมโครเวฟที่กำลัง 330 วัตต์ อัตราส่วนโดยปริมาตรระหว่าง Ar:O₂ ในก๊าซพาเท่ากับ 100:0 และ 99:1 โดยในการทดลองนั้นได้ทำการเปิดระบบขดลวดให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิ 700 °C ก่อน จากนั้นจึงนำแก้วควอตซ์ที่อยู่ในบรรจุ EVA/NR อยู่เข้าไปภายในเพื่อจำลองการเกิดการแปรสภาพทางความร้อนแบบเร็วซึ่งเป็นการเกิดลักษณะเดียวกันในเตาปฏิกรณ์ไมโครเวฟ ในส่วนของผลิตภัณฑ์นั้นได้ดำเนินการวิเคราะห์ และทดสอบเช่นเดียวกันกับผลิตภัณฑ์ที่ได้จากระบบเตาปฏิกรณ์ไมโครเวฟ ดังที่ได้กล่าวแล้วในหัวข้อ 3.4.4