



ภาคผนวก

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ภาคผนวก ก

การวิเคราะห์ปริมาณกลุ่มสารของขี้เถ้า

วิธีการวิเคราะห์ปริมาณกลุ่มสารทำได้ดังนี้

1. วิเคราะห์ความชื้น (ASTM E871-82)⁽²⁵⁾

ชั่งตัวอย่างขี้เถ้าประมาณ 1 กรัม ใส่ในถ้วยพอสเลน (porcelain crucible) ที่รู้น้ำหนักที่แน่นอนแล้วไปอบในเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 104 - 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 18 ชั่วโมง ทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์ แล้วชั่งน้ำหนักของขี้เถ้าหลังอบ คำนวณหาปริมาณความชื้นเป็นร้อยละดังนี้

$$\text{ร้อยละความชื้น} = \frac{(\text{น.น.ของขี้เถ้า} - \text{น.น.ของขี้เถ้าหลังอบที่ 104 องศาเซลเซียส}) \times 100}{\text{น.น.ของขี้เถ้า}}$$

2. วิเคราะห์หาปริมาณสารระเหย (ASTM E872-82)⁽²⁶⁾

ชั่งตัวอย่างขี้เถ้าประมาณ 1 กรัม ใส่ในถ้วยพอสเลน ที่รู้น้ำหนักแล้วพร้อมทั้งปิดฝา นำไปเผาในเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 750 ± 20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 7 นาที ทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักที่หายไป คำนวณปริมาณของสารระเหยเป็นร้อยละดังนี้

ร้อยละของสารระเหย

$$= \frac{(\text{น.น.ของขี้เถ้า} - \text{น.น.ของขี้เถ้าหลังเผาที่ 750 องศาเซลเซียส}) \times 100}{\text{น.น.ของขี้เถ้า}}$$

3. วิเคราะห์หาปริมาณเถ้า (ASTM D1102-84)⁽²⁷⁾

ชั่งตัวอย่างขี้เถ้าประมาณ 1 กรัม ใส่ในถ้วยพอสเลน ที่รู้น้ำหนักแล้วพร้อมทั้งปิดฝา นำไปเผาในเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง แล้วเผาต่อที่อุณหภูมิ 600 - 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง นำออกมาทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักเถ้าแล้วคำนวณเป็นร้อยละดังนี้

$$\text{ร้อยละของเถา} = \frac{\text{น.น.ของเถา} \times 100}{\text{น.น.ของขี้เลื่อย}}$$

4. วิธีวิเคราะห์หาคาร์บอนคงตัว

ค่าผลต่างของร้อยละด้วยผลบวกของความชื้น เถา และสารระเหยที่คิดเป็นร้อยละ ดังนี้

$$\text{ร้อยละคาร์บอนคงตัว} = 100 - (\text{ร้อยละความชื้น} + \text{ร้อยละสารระเหย} + \text{ร้อยละเถา})$$

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ภาคผนวก ข

การวิเคราะห์ปริมาณกลุ่มสารของถ่านหิน

วิธีการวิเคราะห์ปริมาณกลุ่มสารทำได้ดังนี้

1. วิธีวิเคราะห์ความชื้น (ASTM D3173-00) ⁽²⁹⁾

ชั่งตัวอย่างถ่านหินประมาณ 1 กรัม ใส่ในถ้วยพอสเลน (porcelain crucible) ที่รู้น้ำหนักที่แน่นอนแล้วไปอบในเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 104 - 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์ แล้วชั่งน้ำหนักของถ่านหินหลังอบ คำนวณหาปริมาณความชื้นเป็นร้อยละดังนี้

$$\text{ร้อยละความชื้น} = \frac{(\text{น.น.ของถ่านหิน} - \text{น.น.ของถ่านหินหลังอบที่ } 104^{\circ}\text{C}) \times 100}{\text{น.น.ของถ่านหิน}}$$

2. วิธีวิเคราะห์หาปริมาณสารระเหย (ASTM D3175-00) ⁽³¹⁾

ชั่งตัวอย่างถ่านหินประมาณ 1 กรัม ใส่ในถ้วยพอสเลน ที่รู้น้ำหนักแล้วพร้อมทั้งปิดฝานำไปเผาในเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 950 ± 20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 7 นาที ทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักที่หายไป คำนวณปริมาณของสารระเหยเป็นร้อยละดังนี้

$$\text{ร้อยละของสารระเหย} = \frac{(\text{น.น.ของถ่านหิน} - \text{น.น.ของถ่านหินหลังเผาที่ } 950^{\circ}\text{C}) \times 100}{\text{น.น.ของถ่านหิน}}$$

3. วิธีวิเคราะห์หาปริมาณเถ้า (ASTM D3174-00) ⁽³⁰⁾

ชั่งตัวอย่างถ่านหินประมาณ 1 กรัม ใส่ในถ้วยพอสเลน ที่รู้น้ำหนักแล้วพร้อมทั้งปิดฝานำไปเผาในเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง แล้วเผาต่อที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง นำออกมาทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักเถ้าแล้วคำนวณเป็นร้อยละดังนี้

$$\text{ร้อยละของเถา} = \frac{\text{น.น.ของเถา} \times 100}{\text{น.น.ของถ่านหิน}}$$

4. วิธีวิเคราะห์หาคาร์บอนคงตัว

ค่าผลต่างของร้อยละด้วยผลบวกของความชื้น เถา และสารระเหยที่คิดเป็นร้อยละ ดังนี้

$$\text{ร้อยละคาร์บอนคงตัว} = 100 - (\text{ร้อยละความชื้น} + \text{ร้อยละสารระเหย} + \text{ร้อยละเถา})$$



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ภาคผนวก ค

การวิเคราะห์แบบแยกธาตุของซีลีเนียมและถ่านหิน

วิธีการวิเคราะห์แยกธาตุทำได้ดังนี้⁽³²⁾

1. ทำการทดสอบแบลงค์ (blank) โดยให้ค่าคาร์บอน ไฮโดรเจน และไนโตรเจน อยู่ในช่วงที่ยอมรับได้โดยมีเกณฑ์มาตรฐานแสดงอยู่ที่เครื่อง
2. ทำการทดสอบมาตรฐาน คือ ซีสทีน (Cystine) โดยทำการทดสอบจนกว่าค่าร้อยละคาร์บอน ไฮโดรเจน และไนโตรเจน จะมีค่าใกล้เคียงกับค่าที่ระบุไว้ข้างขวของสารมาตรฐาน
3. ชั่งตัวอย่างซีลีเนียมถ่านหินให้อยู่ในช่วง 1.5 ถึง 2.0 มิลลิกรัมในถ้วยดีบุก (Tin capsule) บนที่ก้นน้ำหนักของตัวอย่างไว้แล้วใช้ครีมครีปปากถ้วยดีบุกไว้ให้แน่น
4. นำถ้วยดีบุกใส่ในหลุมของเครื่องทำการเผาไหม้
5. ผลการวิเคราะห์คาร์บอน ไฮโดรเจน และไนโตรเจน จะแสดงออกทางเครื่องพิมพ์

ภาคผนวก ง

การวิเคราะห์หาค่าความร้อนสูงและปริมาณแคลฟอ์ของจีเลื้อยและถ่านหิน

ทำการ Standardized calorimeter เพื่อหา Energy equivalent of calorimeter โดยใช้กรดเบนโซอิก (Benzoic acid) ทำการทดลองเหมือนการหาค่าความร้อนสูงทุกประการ

$$W = \frac{Hm + e_1 + e_2}{t}$$

เมื่อ W = energy equivalent of calorimeter (แคลอรีต่อองศาเซลเซียส)

H = ค่าความร้อนในการเผาไหม้ของสารมาตรฐานกรดเบนโซอิก (2440 แคลอรีต่อกรัม)

M = มวลของสารมาตรฐานกรดเบนโซอิกที่ใช้ (กรัม)

t = ค่าแก้ไขของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น (องศาเซลเซียส)

e_1 = ค่าแก้ไขสำหรับความร้อนในการเกิดของ HNO_3

e_2 = ค่าแก้ไขสำหรับความร้อนในการเผาไหม้ของลวด (2.3 แคลอรี/เซนติเมตร), (แคลอรี)

ข้อมูลที่เก็บได้มีดังนี้

a = เวลาที่เริ่มกดปุ่ม ignition

b = เวลาที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 60 ของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นทั้งหมด

(ละเอียดถึง 0.01 องศาเซลเซียส)

c = เวลาอุณหภูมิเพิ่มขึ้นจะคงที่ (หลังจากการเผาไหม้แล้ว)

t_a = อุณหภูมิที่เวลา a

t_c = อุณหภูมิที่เวลา c

r_1 = อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ (องศาเซลเซียสต่อนาที) ภายใน 5 นาทีก่อนการเผาไหม้

r_2 = อัตราการลดลงของอุณหภูมิ (องศาเซลเซียสต่อนาที) หลังจาก 5 นาที หลังเวลา c

(ถ้าหลังเวลา c ไปแล้วอุณหภูมิมีการเพิ่มขึ้นอีกก็ให้ลบค่า $r_2(c-b)$ ออกจากค่า t

แทนที่จะใช้การบวก)

c_1 = มิลลิลิตรของ 0.0725 N Na_2CO_3 ที่ใช้ในการไตเตรท

c_2 = ร้อยละของสารกำมะถันในสารตัวอย่าง

c_3 = เซนติเมตรของหลอดที่ถูกเผาไหม้

W = energy equivalent of calorimeter ซึ่งหาได้จากการ standardized

m = มวลของสารตัวอย่าง (กรัม)

Corrected temperature rise (t)

$$t = t_c - t_a - r_1(b - a) + r_2(c - b)$$

ถ้าหลังจากเวลา c แล้วอุณหภูมิเพิ่มขึ้นอีก ให้คำนวณดังนี้

$$t = t_c - t_a - r_1(b - a) - r_2(c - b)$$

Thermo chemical corrections

1. ถ้าใช้ 0.0725 N Na_2CO_3 แล้ว $c_1 = e_1$ = ค่าแก้ไขสำหรับความร้อนในการเกิด HNO_3 (แคลอรี) ถ้าไม่ได้ใช้ 0.0725 N ต้องคิดเทียบเป็น 0.0725N Na_2CO_3 ที่มีลิลิตรที่ใช้
2. e_2 = ค่าแก้ไขสำหรับความร้อนในการเกิดของ H_2SO_4 (แคลอรี)
 $= 14(c_2)(m)$
3. e_3 = ค่าแก้ไขสำหรับความร้อนในการเผาไหม้ของหลอด (แคลอรี)
 $= 2.3(c_3)$

ค่าความร้อนสูงของสารตัวอย่าง

$$W = \frac{tW - e_1 - e_2 - e_3}{m}$$

ร้อยละกำมะถัน

$$\text{ร้อยละกำมะถัน} = \frac{\text{น.น. BaSO}_4 \times 13.738}{\text{น.น. สาร}}$$

ตัวอย่างการคำนวณ ค่าความร้อนสูงของซีลีออย

ผลการทดลองในการวิเคราะห์หาค่าความร้อนสูงโดยเครื่องบอมป์แคลอริมิเตอร์ แสดงดังตาราง ง-1 แล้วนำข้อมูลที่ได้ไปพล็อตกราฟ แสดงในรูป ง-1 และข้อมูลที่ใช้ในการคำนวณ แสดงดังตาราง ง-2

น้ำหนักของซีลีออย	= 1.0104	กรัม
ความยาวของหลอดก่อนการทดลอง	= 10.00	เซนติเมตร
หลอดที่ไม่ถูกเผาไหม้	= 2.90	เซนติเมตร
หลอดที่ถูกเผาไหม้	= 7.10	เซนติเมตร
ปริมาตรของ 0.0725 N Na ₂ CO ₃ ที่ใช้ไป	= 0.30	มิลลิลิตร
น้ำหนักตะกอนของ BaSO ₄	= 0.0022	กรัม

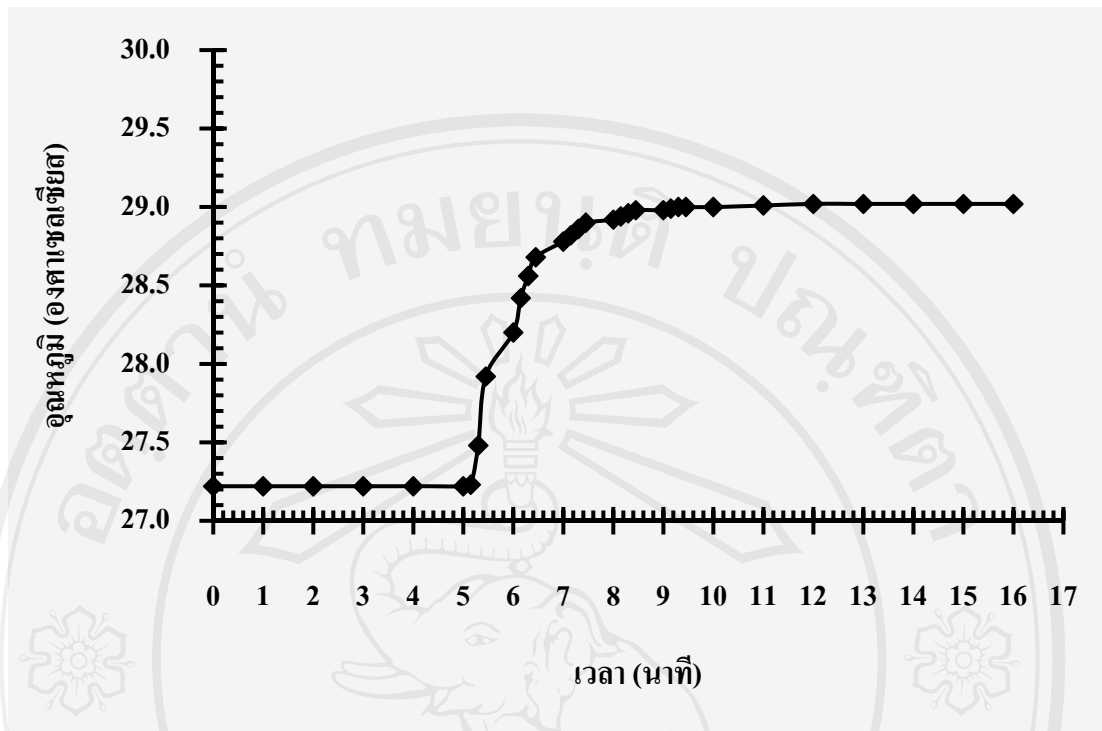
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University

All rights reserved

ตาราง ง-1 การวิเคราะห์หาค่าความร้อนสูงในการทดลอง

เวลา (นาทีก)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลา (นาทีก)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)
0.00	27.22	8.00	28.92
1.00	27.22	8.15	28.94
2.00	27.22	8.30	28.96
3.00	27.22	8.45	28.98
4.00	27.22	9.00	28.98
5.00	27.22	9.15	28.99
5.15	27.23	9.30	29
5.30	27.48	9.45	29
5.45	27.92	10.00	29
6.00	28.2	10.15	29.01
6.15	28.42	10.30	29.02
6.30	28.56	10.45	29.02
6.45	28.68	11.0	29.02
7.00	28.78	12.00	29.02
7.15	28.82	13.00	29.02
7.30	28.86	14.00	29.02
7.45	28.9	15.00	29.02



รูป ง-1 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงกับเวลาในการทดลองบอมบ์แคลอริมิเตอร์ของจีเลื้อย

ตาราง ง-2 ข้อมูลต่างๆ ที่ใช้ในการคำนวณค่าความร้อนสูงของจีเลื้อย

ข้อมูล	ค่าที่ได้	ข้อมูล	ค่าที่ได้
a	5.00 min	c_1	0.3 ml.
b	6.10 min	c_2	0.03 %S
c	10.30 min	c_3	7.1 cm.
t_a	27.22 °C	e_1	0.3 cal
t_b	29.02 °C	$e_2 = 14(c_2)(m)$	0.42 cal
t_c	29.01 °C	$e_3 = 2.3(c_3)$	16.33 cal
r_1	0 °C/min	W	2,540.55 cal/°C
r_2	0 °C/min	m	1.0104 g

สรุปข้อมูลต่างๆ ที่ได้จากรูป ง-1 แสดงในตาราง ง-2

ภายใน 5 นาทีก่อนการเผาไหม้ จะมีอุณหภูมิเพิ่มขึ้น

ดังนั้นอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ (r_1) = 0 องศาเซลเซียสต่อนาที

หลังจาก 5 นาที หลังเวลา c มีอุณหภูมิ = 27.22 องศาเซลเซียส

ดังนั้นอัตราการลดลงของอุณหภูมิ (r_2) = 0 องศาเซลเซียสต่อนาที

ค่าร้อยละการกัมมันต์ในเชื้อเพลิงตัวอย่าง

$$\text{ร้อยละแคลฟอรี่} = \frac{0.0022 \times 13.738}{1.0000} = 0.03$$

1. การคำนวณค่า Corrected temperature rise (t)

$$t = t_c - t_a - r_1(b - a) + r_2(c - b)$$

$$= 29.02 - 27.22$$

$$= 1.80$$

2. คำนวณค่าความร้อนสูงของเชื้อเพลิง

$$W = \frac{tW - e_1 - e_2 - e_3}{m}$$

$$= \frac{1.80(2540.55) - 0.3 - 0.42 - 16.33}{1.0104}$$

$$= 4,509.05 \text{ แคลอรีต่อกรัม}$$

หมายเหตุ : W = energy equivalent of calorimeter ซึ่งหาได้จากการ standardized

$$= 4,509.05 \text{ แคลอรีต่อองศาเซลเซียส}$$

สำหรับตัวอย่างอื่นๆ ก็สามารถคำนวณได้ในทำนองเดียวกัน

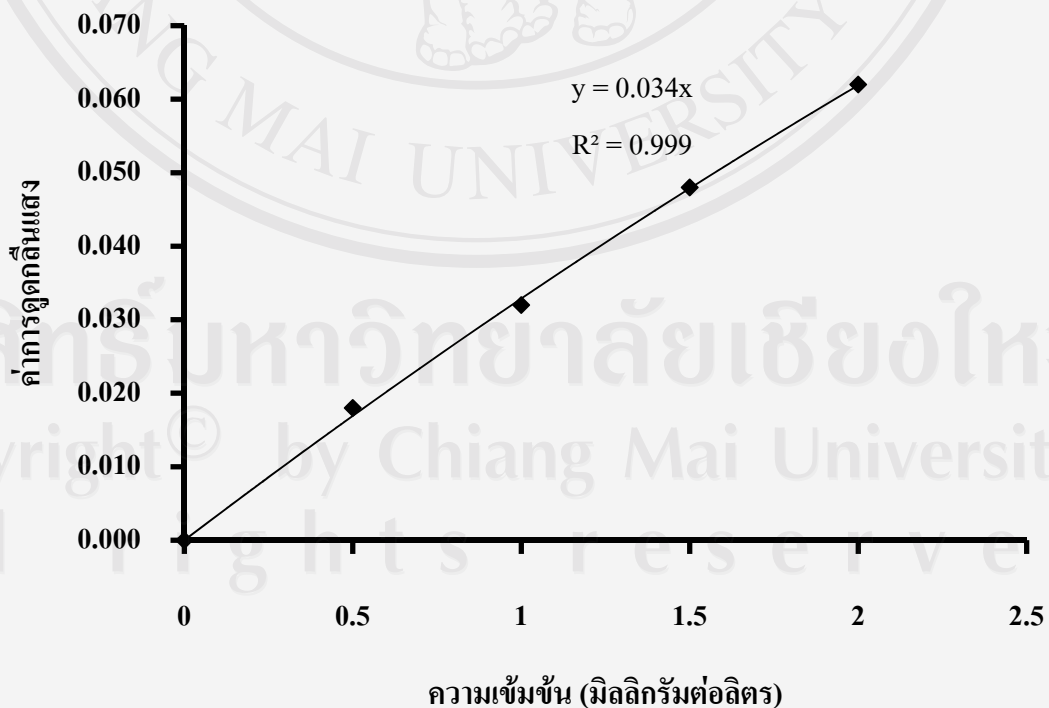
ภาคผนวก จ

การหาปริมาณร้อยละโดยน้ำหนักของนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนถ่านหินลิกไนต์

การคำนวณหาปริมาณร้อยละของนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนถ่านหินลิกไนต์ที่เตรียมโดยการแลกเปลี่ยนไอออน ผลการทำกราฟมาตรฐานนิกเกิลแสดงดังตาราง จ-1 และ รูป จ-1

ตาราง จ-1 ค่าการดูดกลืนแสงของสารมาตรฐานนิกเกิลที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

ความเข้มข้น (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ค่าการดูดกลืนแสง
0.5	0.018
1.0	0.032
1.5	0.048
2.0	0.062



รูป จ-1 กราฟมาตรฐานนิกเกิล

ตัวอย่างการคำนวณปริมาณนิกเกิลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากถ่านหินที่ไม่ผ่านการชะละลาย

นำสารตัวอย่างมาทำการเจือจาง 1000 เท่า ก่อนนำไปวิเคราะห์โดยวิธีอะตอมมิกแอพ-ซอร์พชันเพื่อหาปริมาณนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยาจากถ่านหินที่ไม่ผ่านการชะละลายแล้ว หลังจากทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่าง พบว่ามีความเข้มข้นเท่ากับ 0.458 มิลลิกรัมต่อลิตร

แต่เนื่องจากสารตัวอย่างถูกเจือจางมา 1000 เท่า ดังนั้นความเข้มข้นของนิกเกิลที่แท้จริงมีค่าเท่ากับ $1000 \times 0.458 = 458$ มิลลิกรัมต่อลิตร

แสดงว่าใน 1000 มิลลิตร มีนิกเกิล 0.458 กรัม
แต่เตรียมสารตัวอย่างปริมาณ 100 มิลลิตร มีนิกเกิล $\frac{0.458 \times 100}{1000} = 0.0458$ กรัม

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการย่อยมา 0.20 g มีนิกเกิล 0.0458 กรัม
คิดเป็นร้อยละเท่ากับ $\frac{0.0458 \times 100}{0.20} = 22.90 \%$

ดังนั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจะมีนิกเกิลอยู่ร้อยละ 22.90 โดยน้ำหนัก

ปริมาณร้อยละนิกเกิลของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนถ่านหินลิกไนต์ชนิดอื่น สามารถคำนวณได้ดังตัวอย่าง โดยปริมาณร้อยละนิกเกิลบนถ่านหินลิกไนต์ แสดงดังตาราง จ-2

ตาราง จ-2 ปริมาณร้อยละนิกเกิลของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนถ่านหินลิกไนต์

ตัวเร่งปฏิกิริยา	ร้อยละโดยน้ำหนัก
ตัวเร่งปฏิกิริยาจากถ่านหินที่ไม่ผ่านการชะละลายแล้ว	22.90
ตัวเร่งปฏิกิริยาจากถ่านหินที่ผ่านการชะละลายแล้ว 60 นาที	23.80
ตัวเร่งปฏิกิริยาจากถ่านหินที่ผ่านการชะละลายแล้ว 120 นาที	21.70

ภาคผนวก จ

การวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟของผลิตภัณฑ์แก๊ส

1. เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ (Gas chromatograph) ⁽³⁸⁾

ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟยี่ห้อ Agilent 6890 แสดงดังรูป น-1 เป็นเทคนิคที่ใช้ในการแยกสารผสมที่ระเหยง่าย โดยสารผสมจะถูกฉีดเข้าไปในคอลัมน์ (Column) ที่บรรจุด้วยสารที่ทำหน้าที่เป็นตัวยึดจับที่เรียกว่า Stationary phase และมีแก๊สพา (Carrier gas) เป็นเฟสเคลื่อนที่ (Mobile phase) เคลื่อนที่ไปตามคอลัมน์เข้าสู่เครื่องวัด (Detector) สัญญาณที่เครื่องตรวจวัดได้รับนั้นจะถูกส่งไปบันทึกเป็นโครมาโทแกรม (Chromatogram) โดยเครื่องบันทึก

โดยแก๊สโครมาโทกราฟมีส่วนประกอบที่สำคัญ

1. แก๊สพา (Carrier gas)
2. ตัวควบคุมการไหล (Flow controller)
3. ส่วนที่ฉีดสารตัวอย่าง (Injector port)
4. คอลัมน์ (Column)
5. ดีเทคเตอร์ (Detector)
6. เครื่องบันทึก (Recorder)



รูป น-1 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ

1.1 รายละเอียดของส่วนประกอบสำคัญมีดังนี้

1. แก๊สพา

แก๊สพาเป็นแก๊สที่ใช้สำหรับพาสารตัวอย่างที่ถูกทำให้เป็นไอหรือแก๊สที่ส่วนเจือปนตัวอย่างให้เข้าสู่คอลัมน์ต่อไป แก๊สพานี้ต้องมีการควบคุมอัตราการไหลให้คงที่เสมอ โดยสามารถเลือกให้อัตราการไหลให้เหมาะสมได้ตามต้องการ อัตราการไหลของแก๊สพามีส่วนสำคัญต่อการวิเคราะห์ทั้งเชิงคุณภาพและปริมาณดังนั้นจึงต้องมีการควบคุมให้คงที่

แก๊สพาโดยทั่วไปมีคุณสมบัติคือ มีสมบัติเฉื่อยไม่เกิดปฏิกิริยากับสารตัวอย่าง มีมวลโมเลกุลต่ำและมีการแพร่กระจายมีความบริสุทธิ์สูงและราคาไม่แพง แก๊สพาที่ใช้กันโดยทั่วไปได้แก่ แก๊สไนโตรเจน ฮีเลียม และแก๊สไฮโดรเจน

2. คอลัมน์

คอลัมน์เป็นส่วนสำคัญของการแยกสารด้วยเทคนิคทางแก๊สโครมาโทกราฟี เมื่อแก๊สหรือไอของสารผสมในตัวอย่างผ่านคอลัมน์ สารที่บรรจุอยู่ในคอลัมน์เปล่านั้นจะทำหน้าที่เป็นตัวแยกแก๊สหรือไอของสารผสมเหล่านั้นออกจากกันเป็นส่วน ๆ ดังนั้นโครมาโทแกรมที่จะดีหรือไม่จึงขึ้นอยู่กับชนิดของคอลัมน์มาก

3. ดีเทคเตอร์

ดีเทคเตอร์คือเครื่องที่สามารถบ่งบอกว่ามีสารที่ต้องการวิเคราะห์หรือมีสารอื่นที่แตกต่างไปจากแก๊สพาออกมาจากคอลัมน์หรือไม่ ถ้ามีก็จะสามารถวัดได้ว่ามีปริมาณเท่าไรได้ด้วย ดังนั้นเครื่องตรวจวัดจึงต้องเป็นเครื่องมือที่มีลักษณะเฉพาะ สามารถให้สัญญาณกับสารต่าง ๆ ได้ ให้สภาพไวที่สูงพอ มีการตอบสนองที่ดีในช่วงความเข้มข้นของสารที่กว้างพอ และมีหลากหลายชนิดตามความเหมาะสมของงานก็ได้ ลักษณะเฉพาะที่ต้องการของดีเทคเตอร์นั้น ควรจะมีลักษณะเฉพาะในการตอบสนองต่อสารเคมีที่ต้องการวิเคราะห์ดังต่อไปนี้

- ให้สภาพความไวสูง (High sensitivity)
- มีความเฉพาะต่อการตรวจหา (Selectivity)
- ให้ผลการวิเคราะห์เชิงปริมาณในช่วงความเข้มข้นที่กว้างพอที่จะวัดได้อย่างถูกต้อง
- มีเสถียรภาพ (Stability) ความเที่ยง (Reproducibility)

ดีเทคเตอร์ที่นิยมใช้มี 2 ชนิดคือ ทอร์มอลคอนดักติวิตีดีเทคเตอร์ (TCD) และเฟลม-ไอออนไนเซชันดีเทคเตอร์ (FID) โดยในงานวิจัยนี้ใช้ดีเทคเตอร์แบบ TCD

ดีเทคเตอร์แบบ TCD

วิเคราะห์สารที่ออกมาจากแก๊สพาโดยให้หลักการทำงานดังนี้แก๊สพาบริสุทธิ์ (Reference gas) กับแก๊สพาที่มีสารตัวอย่างอยู่ด้วยจะมีคุณสมบัติในการนำความร้อน (Thermal conductivity) ที่แตกต่างกัน เมื่อสารตัวอย่างที่ถูกแยกจากคอลัมน์พร้อมด้วยแก๊สพาผ่านเข้าไปเครื่องตรวจวัดและผ่านขดลวด (Filament) ซึ่งทำให้ร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าปริมาณหนึ่งขดลวดจะเสียความร้อนให้กับแก๊สพาที่มีสารตัวอย่างที่เข้ามาในดีเทคเตอร์แล้วดีเทคเตอร์ก็จะทำการปรับกระแสไฟฟ้าเพื่อให้ขดลวดมีความร้อนเท่าเดิม กระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการปรับความร้อนนี้จะเป็นสัญญาณส่งเข้าเครื่องบันทึกออกมาเป็นโครมาโทแกรม

2. สภาพะการทดลองการวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟ

สภาวะที่ใช้ในการทดลอง

HP6890 GC METHOD

OVEN

Initial temp. : 35 °C (On)

Maximum temp. : 300 °C

Initial time : 5.00 min

Equilibration time : 1.00 min

Ramps :

#	Rate	Final temp.	Final time
1	45.00	150	9.00
2	10.00	170	2.00
3.	0.0 (off)		

Post temp. : 0 °C

Post time : 0.00 min

Run time : 20.56 min

FRONT INLET (PURGED PACKED)

Initial temp. : 120 °C (On)

Pressure : 20.51 psi (On)

Gas type : Helium

COLUMN GC

Capillary Column

Model Number : HP 19091P-Q04

HP-PLOT MoleSieve 5A

Max temp. : 350 °C

Nominal length: 30.0 m

BACK DETECTOR (TCD)

Temperature: 250 °C (On)

Reference flow: 20.0 ml/min (On)

Mode: Constant makeup flow

Makeup Gas Type: Helium

Filament : On

Negative polarity : off

COLUMN GC (ต่อ)Nominal diameter: 320.00 μm Nominal film thickness: 12.00 μm

Mode: constant pressure

Pressure: 20.51 psi

Nominal initial flow: 4.4 ml/min

Average velocity: 61 cm/sec

Inlet: Front Inlet

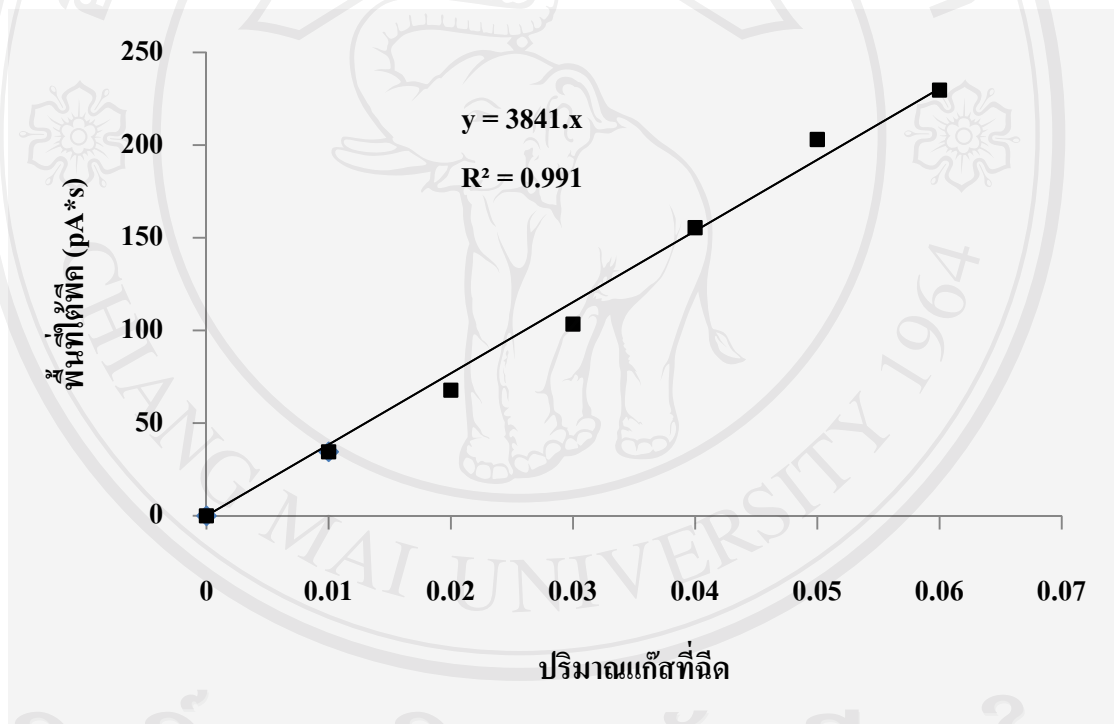
Outlet: Back Detector (TCD) 250 °C

Outlet pressure: ambient

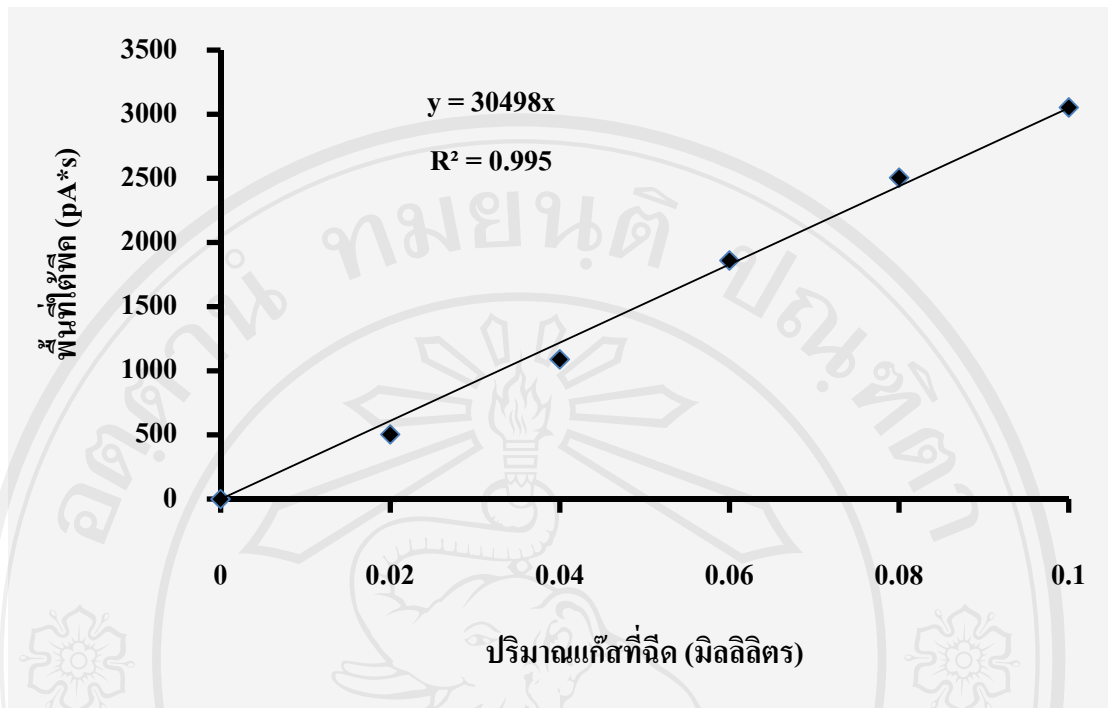
ภาคผนวก ข

กราฟมาตรฐานของผลิตภัณฑ์แก๊ส

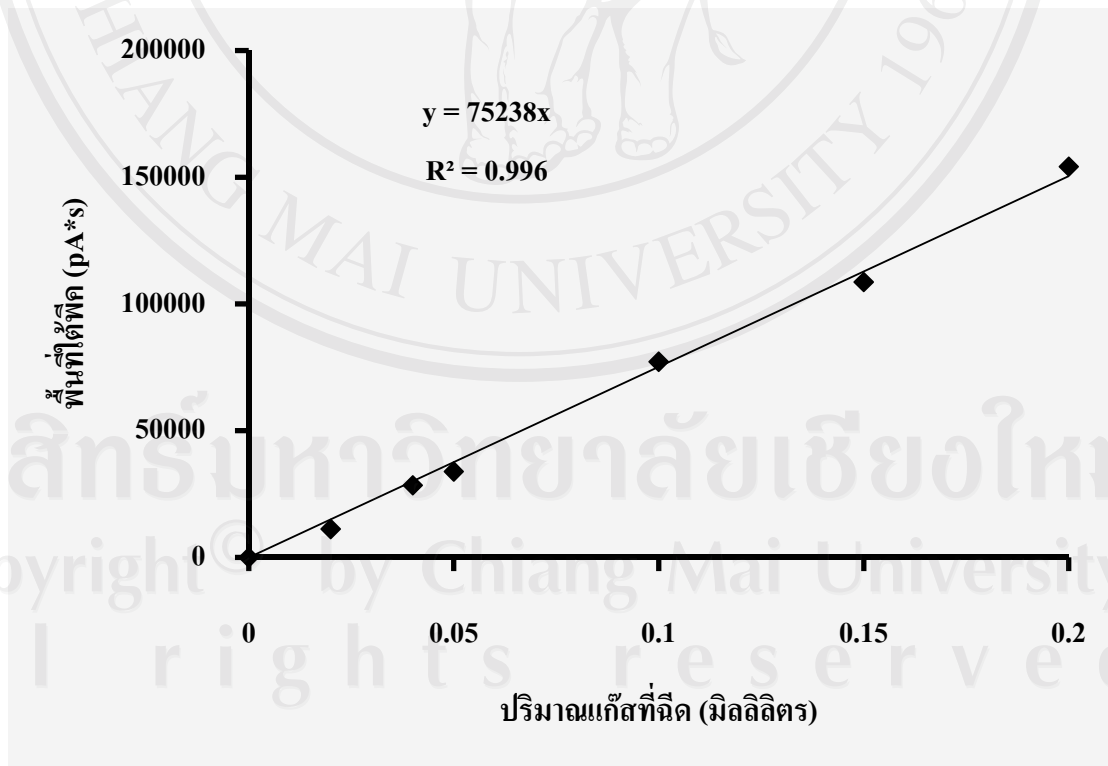
กราฟมาตรฐานของผลิตภัณฑ์แก๊สไฮโดรเจนแสดงดัง รูป ข-1 แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์แสดงดัง รูป ข-2 และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์แสดงดังรูป ข-3 เพื่อนำไปคำนวณหาปริมาณของผลิตภัณฑ์แก๊สที่ได้จากการแก๊สไฟเคชั่นชีเลื้อยด้วยไอน้ำแบบมีตัวเร่งปฏิกิริยาที่สภาวะต่าง ๆ



รูป ข-1 กราฟมาตรฐานของแก๊สไฮโดรเจน



รูป ช-2 กราฟมาตรฐานของแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์



รูป ช-3 กราฟมาตรฐานของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์

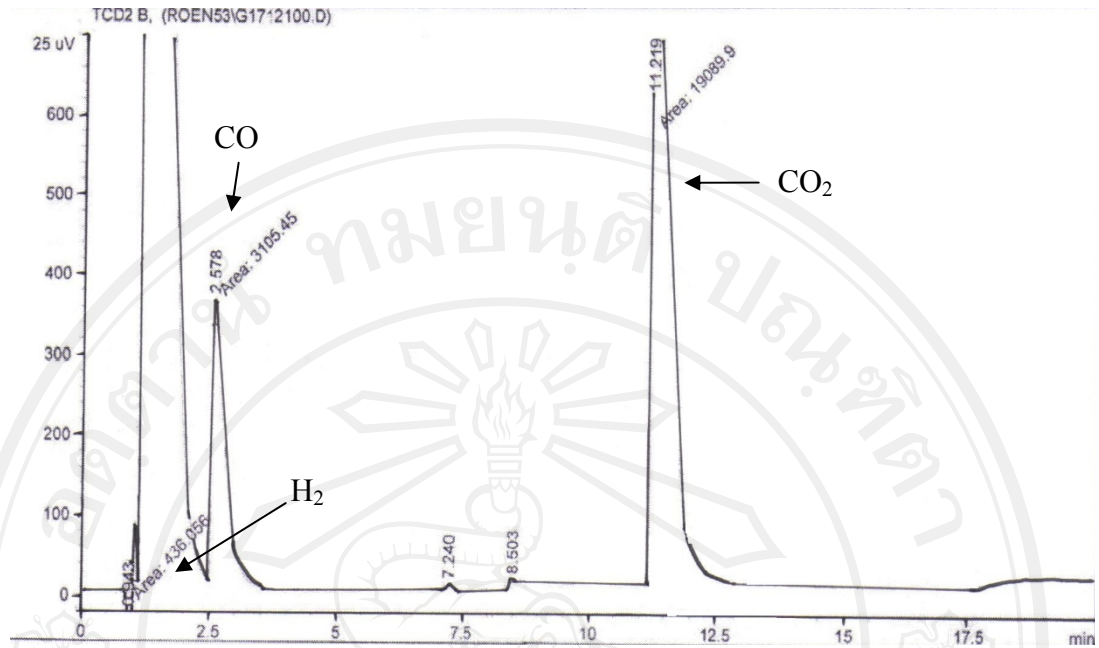
ภาคผนวก ข

โครมาโทแกรมของผลิตภัณฑ์แก๊ส

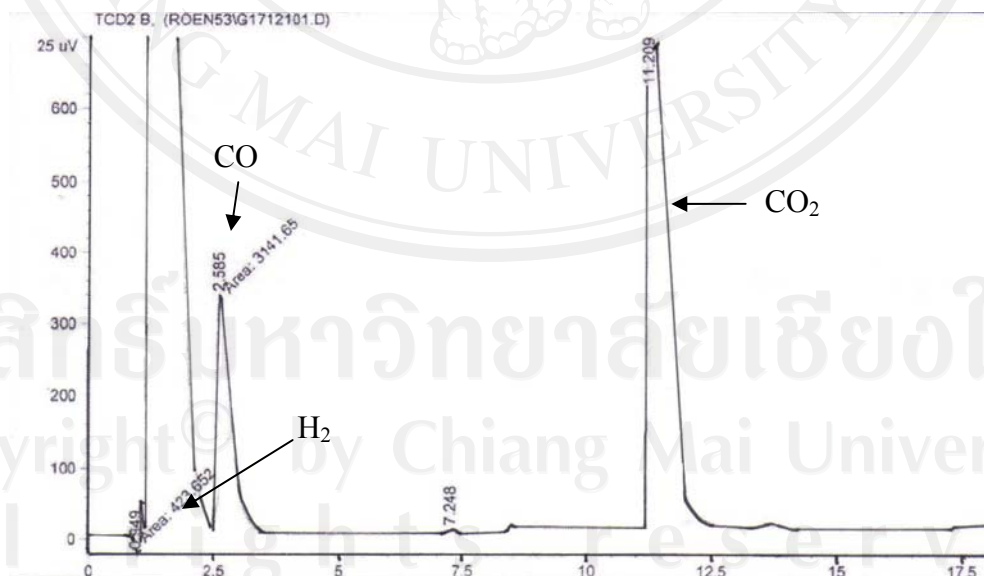
การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์แก๊สจากการแกสลิฟเคชันจีเลียดด้วยไอน้ำแบบมีตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนถ่านหินลิกไนต์โดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟ ค่า Retention time เปรียบเทียบแสดงในตาราง ข-1 และตัวอย่างโครมาโทแกรมของผลิตภัณฑ์แก๊สแสดงดังรูป ข-1 และ ข-2

ตาราง ข -1 ค่า Retention time ของผลิตภัณฑ์แก๊สและแก๊สมาตรฐาน

แก๊ส	Retention time ของผลิตภัณฑ์ที่ 700 องศาเซลเซียส	Retention time ของแก๊สมาตรฐาน
H ₂	0.943	0.988
CH ₄	-	1.812
CO	2.578	2.598
CO ₂	12.209	11.226



รูป ข-1 โครมาโทแกรมของผลิตภัณฑ์แก๊สที่ได้จากการแกสซิฟิเคชันชีเลื่อยด้วยไอน้ำ โดยใช้ถ่านหินที่ไม่ผ่านการชะละลายเถ้าเตรียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ความดันไอน้ำ 30 กิโลปาสกาล ปริมาณชีเลื่อยประมาณ 1 กรัม และอัตราส่วนโดยมวลของชีเลื่อยต่อตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 1:3



รูป ข-2 โครมาโทแกรมของผลิตภัณฑ์แก๊สที่ได้จากการแกสซิฟิเคชันชีเลื่อยด้วยไอน้ำ โดยใช้ถ่านหินที่ไม่ผ่านการชะละลายเถ้าเตรียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ความดันไอน้ำ 30 กิโลปาสกาล ปริมาณชีเลื่อยประมาณ 1 กรัม และอัตราส่วนโดยมวลของชีเลื่อยต่อตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 1:5

ภาคผนวก ฅ

การคำนวณ

1. การคำนวณหาความดันย่อยของไอน้ำ

$$\text{อัตราการไหลโดยโมลของไอน้ำ}(n_w) = 2.06 \times 10^{-3} \text{ mol/min}$$

$$\text{อัตราการไหลโดยโมลของไนโตรเจน}(n_{N_2}) = 4.87 \times 10^{-3} \text{ mol/min}$$

$$\begin{aligned} \text{อัตราการไหลโดยโมลของแก๊สรวม} &= n_w + n_{N_2} \\ &= 2.06 \times 10^{-3} + 4.87 \times 10^{-3} \\ &= 6.93 \times 10^{-3} \text{ mol/min} \end{aligned}$$

เพราะฉะนั้นอัตราการไหลโดยโมลของแก๊สรวมเท่ากับ $6.93 \times 10^{-3} \text{ mol/min}$

ความดันย่อยของไอน้ำ:

- ความดันของระบบเท่ากับความดันบรรยากาศ

จากสูตร

$$P_i = X_i P_T$$

$$\begin{aligned} \text{จะได้ความดันไอน้ำ} &= \left(\frac{2.06 \times 10^{-3}}{6.93 \times 10^{-3}} \right) \times 101.3 \text{ kPa} \\ &\approx 30 \text{ kPa} \end{aligned}$$

เพราะฉะนั้นความดันไอน้ำมีค่าเท่ากับ 30 kPa

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University

All rights reserved

2. การคำนวณระยะเวลาที่สารตั้งต้นอยู่ในเครื่องปฏิกรณ์เปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์ (Resident time)

ตัวอย่างการคำนวณกรณีที่ตัวเจือจางเบดกับตัวเร่งปฏิกิริยามีความสูงเท่ากับ 2.5 เซนติเมตร ที่อัตราส่วนของซีลี้อยต่อตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 1:1 โดยคิดเทียบกับปริมาตรของแก๊ส ณ อุณหภูมิห้อง

- ความสูงของเบด = 2.5 cm
- อัตราการไหลของแก๊สทั้งหมด 130 ml/min = 2.17 cm³/s
- เส้นผ่านศูนย์กลางของท่อปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง = 4 cm

$$\begin{aligned} \text{สูตรการคำนวณ Resident time} &= \frac{\pi r^2 \times \text{ความสูงของเบด (cm)}}{\text{อัตราการไหลของแก๊สรวม (cm}^3/\text{sec)}} \\ &= \frac{3.14 \times (2)^2 \times 2.5}{2.17} = 14.47 \text{ sec} \end{aligned}$$

เพราะฉะนั้นระยะเวลาที่สารตั้งต้นอยู่ในเครื่องปฏิกรณ์เปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์มีค่าเท่ากับ 14.47 sec

ในการคำนวณ Resident time ของอัตราส่วนโดยมวลของซีลี้อยต่อตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วน 1:3 และ 1:5 ก็สามารถคำนวณได้ในทำนองเดียวกัน ซึ่งค่า Resident time ของอัตราส่วนโดยมวลของซีลี้อยต่อตัวเร่งปฏิกิริยา 1:3 และ 1:5 มีค่าเท่ากับ 15.05 และ 15.63 วินาที ตามลำดับ

3. หาสัดส่วนช่องว่างเบดของตัวเร่งปฏิกิริยา (Void fraction; ϵ)

ตัวอย่างการคำนวณกรณีที่ตัวเจือจางเบดกับตัวเร่งปฏิกิริยามีความสูงเท่ากับ 2.5 เซนติเมตร ที่อัตราส่วนโดยมวลของซีลี้อยต่อตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 1:1

$$\epsilon = \text{Void fraction} = \frac{V_b - V_p}{V_b}$$

V_b = ปริมาตรของเบด

V_p = ปริมาตรรวมของอนุภาคของแข็ง
จะได้

$$\begin{aligned} \epsilon &= 16.31 / 26.54 \\ &= 0.6145 \end{aligned}$$

เพราะฉะนั้นสัดส่วนช่องว่างเบดของตัวเร่งปฏิกิริยาเท่ากับ 0.6145

การคำนวณหาสัดส่วนช่องว่างเบคของตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนโดยมวลของซีลีเยตต่อตัวเร่งปฏิกิริยาที่ 1:3 และ 1:5 ก็สามารถคำนวณได้ในทำนองเดียวกัน ซึ่งที่อัตราส่วนโดยมวลของซีลีเยตต่อตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 1:3 และ 1:5 มีค่าสัดส่วนช่องว่างเบคของตัวเร่งปฏิกิริยาเท่ากับ 0.6185 และ 0.6215 ตามลำดับ

4. หาระยะเวลาที่ตัวเร่งปฏิกิริยาสัมผัสกับสารระเหยง่าย (Contact time)

กรณีตัวเจือจางเบค + ตัวเร่งปฏิกิริยาสูง 2.5 cm (อัตราส่วนโดยมวลของซีลีเยตต่อตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 1:1 โดยคิดเทียบกับปริมาตรของแก๊ส ณ อุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกรณ์ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส

$$\text{สัดส่วนช่องว่าง (}\epsilon\text{)} = 0.6145$$

จากสูตร V_g = ปริมาตรช่องว่างที่อยู่ภายในภาชนะทรงกระบอก

$$V_g = \pi r^2 \times \text{ความสูงของเบค (cm)} \times \epsilon$$

$$V_g = [(22/7 \times 2^2)] \times 2.5 \times 0.6145$$

$$V_g = 19.31 \text{ cm}^3$$

ยกตัวอย่างทำการทดลองที่อุณหภูมิของเครื่องปฏิกรณ์แบบเบคนิ่งป็น 650 ° C จะได้

$$V_{25}/T_{25} = V_{650}/T_{650}$$

$$130/298 = V_{650}/923$$

$$V_{650} = 403 \text{ ml / min}$$

$$\text{เพราะฉะนั้น } V_g/V_{(T650)} = 19.31/403 \text{ นาที}$$

$$= 0.0479 \text{ นาที}$$

$$= 2.874 \text{ วินาที}$$

เพราะฉะนั้นระยะเวลาที่ตัวเร่งปฏิกิริยาสัมผัสกับสารระเหยง่ายมีค่าเท่ากับ 2.874 วินาที

การคำนวณหา Contact time ที่อัตราส่วนโดยมวลของซีลีเยตต่อตัวเร่งปฏิกิริยา 1:3 และ 1:5 ก็สามารถคำนวณได้ในทำนองเดียวกัน ซึ่งที่อัตราส่วนโดยมวลของซีลีเยตต่อตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 1:3 และ 1:5 มีค่า Contact time เท่ากับ 3.012 และ 3.192 วินาทีตามลำดับ

ภาคผนวก ญ

การทำสมดุลคาร์บอน

การคำนวณสมดุลคาร์บอน โดยใช้ผลจากการวิเคราะห์แบบแยกธาตุในตาราง 3.1 จี๊เลี้ยง ตัวอย่างมีปริมาณคาร์บอนร้อยละ 49.83 โดยน้ำหนัก คิดเป็นปริมาณคาร์บอนเท่ากับประมาณ 52 มิลลิ-โมล

สูตรการคำนวณ

$$C \text{ in biomass} = C \text{ in gas phase} + C \text{ in liquid phase (Tar)} + C \text{ in solid phase (char)}$$

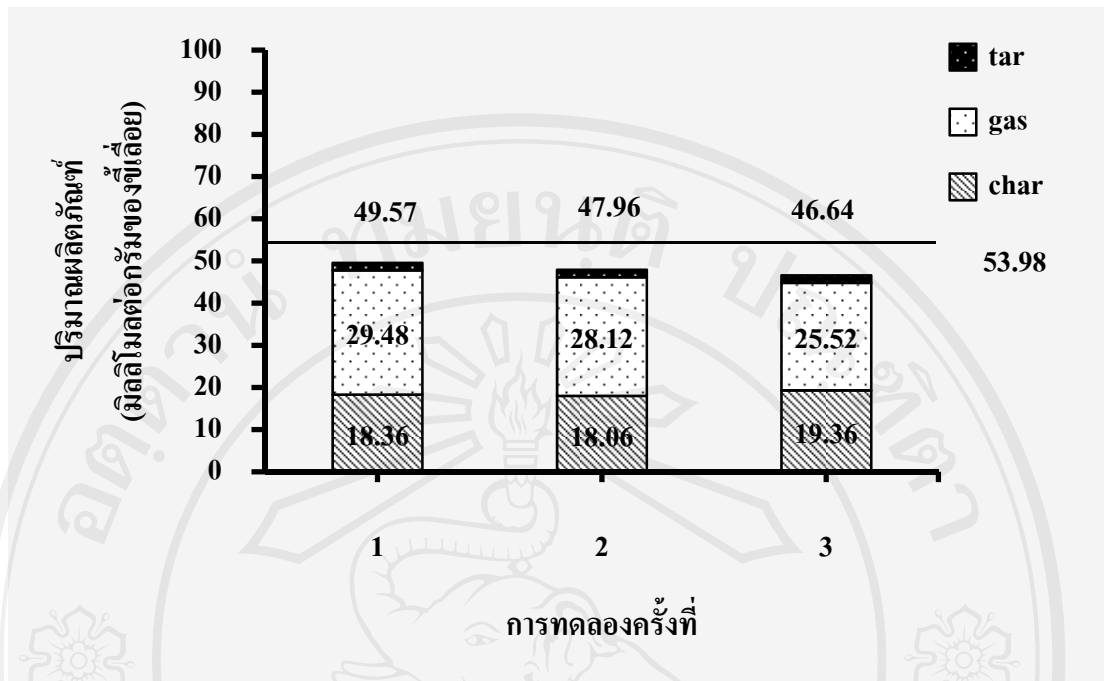
โดยที่

$$C \text{ in gas phase} = C \text{ in gasification of biomass} - C \text{ in gasification of catalyst}$$

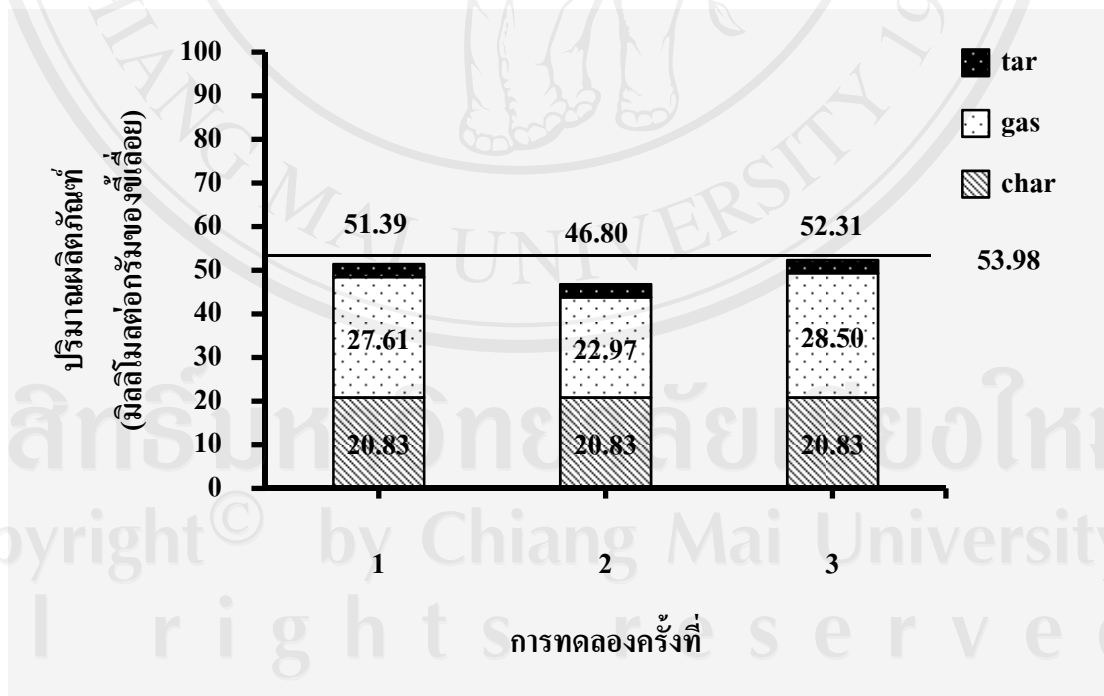
$$C \text{ in liquid phase} = C \text{ on wall deposit after biomass gasification} - C \text{ on catalyst char burning}$$

$$C \text{ in solid phase} = C \text{ in biomass char (คำนวณจากการวิเคราะห์แบบแยกธาตุของถ่านชาร์จี๊เลี้ยง)}$$

กราฟแสดงการทำสมดุลคาร์บอนที่สถานะต่าง ๆ ในการแก๊สฟิเคชันจี๊เลี้ยงด้วยไอน้ำแบบมีตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนถ่านหินลิกไนต์แสดงรูป ญ-1 ถึง ญ-2



รูป ญ-1 สมดุลคาร์บอนที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียสที่อัตราส่วนโดยมวลของขี้เลื่อยต่อตัวเร่งปฏิกิริยา 1:1



รูป ญ-2 สมดุลคาร์บอนที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียสที่อัตราส่วนโดยมวลของขี้เลื่อยต่อตัวเร่งปฏิกิริยา 1:3

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ - สกุล

นายเจริญ ติะโปง

วัน เดือน ปีเกิด

3 มิถุนายน 2528

ประวัติการศึกษา

สำเร็จการศึกษาระดับมัธยมศึกษาตอนปลาย โรงเรียนยุพราชวิทยาลัย
จังหวัดเชียงใหม่ ปีการศึกษา 2546

สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม
คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ปีการศึกษา 2550

ผลงานวิจัย

เสนอผลงานวิจัยแบบบรรยายในหัวข้อ การผลิตแก๊สไฮโดรเจนจากชี-
เลื่อยไม้สักโดยแก๊สฟิเคชันไอน้ำ โดยใช้ถ่านหินที่ผ่านการชะล้างเป็น
ตัวเร่งปฏิกิริยา, การประชุมทางวิชาการเครือข่ายพลังงานแห่งประเทศไทย
ครั้งที่ 6 ระหว่างวันที่ 5-7 พฤษภาคม 2553 ณ โรงแรม สอติเคย์อินน์
ริสอร์ท รีเจนท์ บีช ชะอำ จังหวัดเพชรบุรี