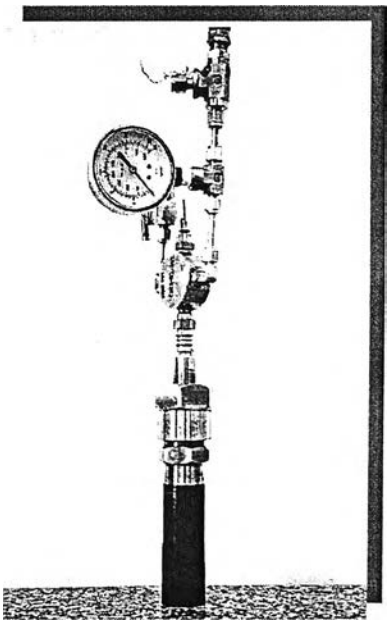
บทที่ 3
เครื่องมือและวิธีการทดลอง

งานวิจัยนี้เป็นการทดลองเพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เชื้อเพลิงเหลวโดยการแตกตัวของน้ำมันพืชใช้แล้วบนตัวเร่งปฏิกิริยา และทำการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์น้ำมันที่ได้เพื่อหาภาวะของการทดลองที่ให้ร้อยละผลิตภัณฑ์น้ำมัน และองค์ประกอบที่ดีที่สุด

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

3.1.1 เครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็ก (Microreactor) รูปทรงกระบอก ปริมาตร 70 มิลลิลิตร ทำจากเหล็กกล้าเหนียวไร้สนิม SS 316 โดยด้านบนมีชุดฝาปิดทำจากสเตนเลสเหนียวอย่างดี มีชุดอุปกรณ์สำหรับอัดแก๊ส และวาล์วนิรภัย สามารถทำการทดลองภายใต้ภาวะที่ทนความร้อนได้ถึง 500 องศาเซลเซียส ความดัน 10 เมกะพาสคัล มีชุดสำหรับใส่เทอร์โมคัพเพิลสำหรับตรวจวัดอุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกรณ์ระหว่างทำการทดลอง



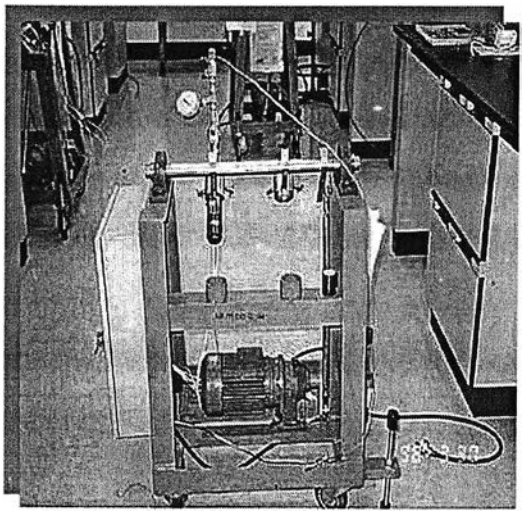
รูปที่ 3.1 เครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กขนาด 70 มิลลิลิตร (Microreactor)

3.1.2 ชุดอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิแบบดิจิทัล (Temperature Control) ทำหน้าที่ควบคุมการจ่ายกระแสจากหม้อแปลงไฟฟ้าไปยังขดลวดความร้อนและตัดการจ่ายกระแสเมื่อได้อุณหภูมิตามที่กำหนดไว้ มีความสามารถในการควบคุมอุณหภูมิได้ในระดับ $\pm$ 10 องศาเซลเซียส

3.1.3 ขดลวดความร้อนแบบ Injection แรงดัน 230 โวลต์ กำลัง 350 วัตต์

3.1.4 เทอร์โมคัพเพิล สำหรับตรวจวัดอุณหภูมิ เป็นแบบเค (K-Type) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.6 มิลลิเมตร

3.1.5 ชุดควบคุมเครื่องปฏิกรณ์ โดยมีมอเตอร์เป็นต้นกำลังขับเคลื่อนแกนหมุนให้เครื่องปฏิกรณ์เกิดการแกว่ง สามารถปรับความเร็วรอบการเขย่าได้จากชุดควบคุมความเร็ว



รูปที่ 3.2 ชุดทดลองประกอบด้วยชุดอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิแบบดิจิทัล และเครื่องเขย่า

3.1.6 ชุดกรองสุญญากาศ ประกอบด้วยชุดเครื่องแก้วต่อกับเครื่องดูดอากาศเพื่อทำการกรองแยกแบบสูญญากาศ สำหรับแยกส่วนของผลิตภัณฑ์ที่เป็นของเหลวออกจากส่วนที่เป็นกากของแข็ง โดยผ่านการกรองโดยใช้กระดาษกรองใยแก้ว

รูปที่ 3.3 ชุดกรองสุญญากาศ และกระดาษกรองใยแก้ว

3.1.7 เครื่องชั่งน้ำหนัก ชั่งได้ละเอียดถึงทศนิยม 2 ตำแหน่ง

3.1.8 เครื่องชั่งน้ำหนัก ชั่งได้ละเอียดถึงทศนิยม 4 ตำแหน่ง

3.1.9 นาฬิกาจับเวลา

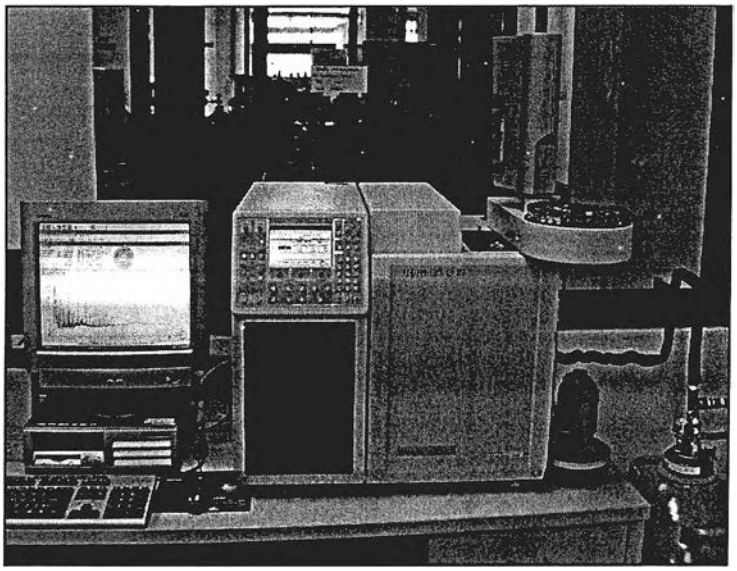
3.1.10 ตู้อบ (Oven)

3.1.11 เดสิกเคเตอร์

3.1.12 เครื่องแก้ว ประกอบด้วย บีกเกอร์ ขวดใส่สารตัวอย่าง

3.1.13 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography) และซอฟต์แวร์จำลองการกลั่น (Simulated Distillation) Varian CP-3800 พร้อมดีเทคเตอร์แบบ FID และคอลัมน์ CP-SIL 5 CP สำหรับวิเคราะห์องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์น้ำมันตามจุดเดือด ตามมาตรฐาน ASTM D2887 แสดงในรูปที่ 3.4

3.1.14 เครื่องไมโครแก๊สโครมาโทกราฟี (3000MicroGC) สำหรับวิเคราะห์องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์แก๊ส แสดงในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.4 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟจำลองการกลั่น

(Simulated Distillation Gas Chromatography Varian CP-3800)

รูปที่ 3.5 เครื่องไมโครแก๊สโครมาโทกราฟี

(3000MicroGC – SN: US10314007)

3.2 สารตั้งต้นและสารเคมี

3.2.1 น้ำมันพืชที่ใช้ประกอบอาหารแล้ว จากร้านประกอบอาหารไก่ทอด

3.2.2 แก๊สไฮโดรเจน 99.99 % บรรจุในถังเก็บแบบ High Pressure ขนาด 6 ลูกบาศก์เมตร จากบริษัท TIG Trading

3.2.3 โทลูอีน 99% จาก Fisher Chemicals

3.3 การดำเนินการวิจัย

3.3.1 การวิเคราะห์สมบัติเบื้องต้นของน้ำมันพืชใช้แล้ว

วิเคราะห์องค์ประกอบกรดไขมันของน้ำมันพืชใช้แล้ว โดยสำนักวิจัยและพัฒนาวิทยาการหลังการเก็บเกี่ยวและแปรรูปผลิตผลเกษตร กรมวิชาการเกษตร กทม.

3.3.2 การออกแบบการทดลองแบบแฟกทอเรียลสองระดับเพื่อศึกษาอิทธิพลของตัวแปรต่าง ๆ ที่มีผลต่อร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์น้ำมันจากปฏิกิริยาการแตกตัวของน้ำมันพืชใช้แล้ว บนตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กบนถ่านกัมมันต์ (5 % Fe/Active carbon) และ HZSM-5 โดยวางรูปแบบการทดลองเป็น 2^4 แฟกทอเรียล ตัวแปรที่ทำการศึกษาคือ อุณหภูมิ ความดันแก๊สไฮโดรเจนเริ่มต้น เวลา และน้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยา ดังแสดงในตารางที่ 3.1 และ ตารางที่ 3.2

121502733

ตารางที่ 3.1 ตัวแปรและระดับของตัวแปรที่ทำการศึกษาบนตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กบนถ่านกัมมันต์

ตัวแปร	ระดับต่ำ(-)	ระดับสูง(+)
1. อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส), A	400	430
2. ความดันไฮโดรเจนเริ่มต้น (บาร์), B	10	30
3. เวลา (นาที), C	45	60
4. น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กบนถ่านกัมมันต์ (กรัม), D	0.5	2.0

ตารางที่ 3.2 ตัวแปรและระดับของตัวแปรที่ทำการศึกษาบนตัวเร่งปฏิกิริยาHZSM-5

ตัวแปร	ระดับต่ำ(-)	ระดับสูง(+)
1. อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส), A	400	430
2. ความดันไฮโดรเจนเริ่มต้น (บาร์), B	10	20
3. เวลา (นาที), C	45	60
4. น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยา HZSM-5 (กรัม), D	0.05	0.2

3.3.3 การศึกษาอิทธิพลของตัวแปรต่าง ๆ ที่มีผลต่อการกระจายตัวขององค์ประกอบที่สำคัญในผลิตภัณฑ์น้ำมัน

ตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กบนถ่านกัมมันต์

- ศึกษาผลของอุณหภูมิ
  400, 415 และ 430 องศาเซลเซียส
- ศึกษาผลของความดันแก๊สไฮโดรเจนเริ่มต้น
  10, 20, 30 บาร์ และไม่มีการอัดความดันแก๊สไฮโดรเจนเริ่มต้น
- ศึกษาเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา
  45 และ 60 นาที
- ศึกษาผลของน้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กบนถ่านกัมมันต์
  0.5, 1.5, 2.0, 3.0 กรัม และไม่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยา HZSM-5

- ศึกษาผลของอุณหภูมิ

  400, 415 และ 430 องศาเซลเซียส

- ศึกษาผลของความดันแก๊สไฮโดรเจนเริ่มต้น

  10, 15, 20 บาร์ และไม่มีการอัดความดันแก๊สไฮโดรเจนเริ่มต้น

- ศึกษาเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

  45 และ 60 นาที

- ศึกษาผลของน้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยา HZSM-5

  0.05, 0.1, 0.2, 0.5 กรัม และไม่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยา

3.3.4 การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์น้ำมัน

-วิเคราะห์ปริมาณร้อยละผลได้ผลิตภัณฑ์น้ำมันจากการแตกตัวของน้ำมันพืชใช้แล้ว

-วิเคราะห์องค์ประกอบผลิตภัณฑ์น้ำมันด้วยเครื่อง Simulated Distillation Gas Chromatography มีวิธีการตามมาตรฐาน ASTM D-2887

3.3.5 การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์แก๊สด้วยเครื่องไมโครแก๊สโครมาโทกราฟ

3.4 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

3.4.1 การเตรียมวัตถุดิบ

น้ำมันพืชใช้แล้วนำไปกรองแบบสุญญากาศเพื่อกรองแยกสิ่งสกปรกออก

3.4.2 ขั้นตอนทำการทดลอง

1. ชั่งน้ำหนักน้ำมันพืชใช้แล้ว และตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่องชั่งแบบละเอียด 4 ตำแหน่ง ตามสัดส่วนที่กำหนด

2. นำสารตั้งต้นและตัวเร่งปฏิกิริยาใส่ลงในเครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็ก แล้วปิดฝาให้เรียบร้อย

3. นำเครื่องปฏิกรณ์ไปไล่อากาศที่อยู่ภายในออกโดยผ่านแก๊สไฮโดรเจนเข้าไปอย่างช้า ๆ แล้วอัดแก๊สไฮโดรเจนจนได้ความดันที่กำหนด โดยสังเกตความดันจาก Regulator ที่ต่อระหว่างถังบรรจุแก๊สไฮโดรเจนกับเครื่องปฏิกรณ์ ทำการตรวจสอบรอยรั่วของแก๊สโดยใช้น้ำสบู่ทดสอบตามข้อต่อของเครื่องปฏิกรณ์ หากปรากฏว่าไม่มีการรั่วของแก๊สไฮโดรเจน ค่อย ๆ หมุนวาล์วปิดเพื่อไม่ให้แก๊สออก

4. นำเครื่องปฏิกรณ์ต่อเข้ากับชุดควบคุมเครื่องปฏิกรณ์ และต่ออุปกรณ์ขดลวดความร้อนแบบ Injection เข้ากับเครื่องปฏิกรณ์ แล้วหุ้มด้วยฉนวนทับเพื่อป้องกันการสูญเสียความร้อนระหว่างการทดลอง ต่อเทอร์โมคัพเปิลเข้ากับเครื่องปฏิกรณ์

5. ปรับกระแสไฟฟ้าจากหม้อแปลงไฟฟ้าให้กับขดลวดให้ความร้อน และเปิดสวิตช์เครื่องเขย่า

6. เริ่มทำการจับเวลาเมื่ออุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกรณ์คงที่ตามที่กำหนดเมื่อครบเวลาที่ทำปฏิกิริยาแล้ว นำฉนวนและขดลวดความร้อนออก ใช้พัดลมเป่าเครื่องปฏิกรณ์จนภายในเครื่องปฏิกรณ์มีอุณหภูมิใกล้เคียงอุณหภูมิห้อง ปล่อยแก๊สภายในเครื่องปฏิกรณ์ออกใช้ gas sampling cylinder เก็บตัวอย่างแก๊สที่อุณหภูมิห้อง เพื่อนำไปวิเคราะห์แก๊สผลิตภัณฑ์ด้วยเครื่องไมโครแก๊สโครมาโทกราฟ

7. กรองผลิตภัณฑ์ของเหลวด้วยอุปกรณ์การกรองแบบสุญญากาศ โดยใช้กระดาษกรองใยแก้วเพื่อแยกส่วนที่เป็นของเหลวเก็บไว้ในขวดแก้วเพื่อรอการวิเคราะห์ ล้างเครื่องปฏิกรณ์ด้วยสารละลายโทลูอีน เช็ดทำความสะอาดด้วยกระดาษซับที่ชั่งน้ำหนักเตรียมไว้ จากนั้นนำส่วนที่เป็นของแข็งและกระดาษซับไปอบในตู้อบ Dry Oven ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 คืน แล้วนำไปชั่งเพื่อคำนวณหาร้อยละของการเปลี่ยนต่อไป

8. นำผลิตภัณฑ์ของเหลว (ผลิตภัณฑ์น้ำมัน) ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Simulated Distillation Gas Chromatography เพื่อวิเคราะห์ค่าการกระจายองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์น้ำมันในช่วงจุดเดือดอุณหภูมิต่าง ๆ