

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมีและอุปกรณ์

3.1.1 สารเคมี

1. แก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์ 99 % บริษัท Praxair ประเทศไทย
2. อะซีโตน (C_3H_6O) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Merck, ประเทศเยอรมนี
3. โทลูอิน (C_7H_8) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Merck, ประเทศเยอรมนี
4. 2-โพรพานอล (C_3H_8O) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Merck, ประเทศเยอรมนี
5. เอทานอล (C_2H_6O) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Merck, ประเทศเยอรมนี
6. เมทานอล (CH_4O) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Merck, ประเทศเยอรมนี
7. กรดไฮโดรคลอริก (HCl) เข้มข้น 6 M เกรดวิเคราะห์ ยี่ห้อ Lab Scan บริษัท Analytical Science, ประเทศโปแลนด์
8. โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Ajax Finechem, ประเทศออสเตรเลีย
9. สารละลายมาตรฐานกรดเบนโซอิก (C_6H_5COOH) บริษัท Merck, ประเทศเยอรมนี
10. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Ajax Finechem, ประเทศออสเตรเลีย

3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้

1. เครื่องปฏิกรณ์ไพโรไลซิสแบบถ่วงน้ำหนักแบบ พร้อมระบบควบคุมไฟฟ้า
2. เทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric Analyzer, TGA) รุ่น TGA Pyris1, บริษัท Perkin Elmer, ประเทศอังกฤษ
3. แก๊สโครมาโทกราฟี - แมสสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (GC-MS) รุ่น Agilent Technologies GC-MS 6890, บริษัท Palo Alto, ประเทศสหรัฐอเมริกา
4. เครื่องวัดความหนืด (Viscometer) รุ่น SpectroVISC Q300, Semi-Automatic Kinematic Viscometer, บริษัท Spectro Inc, ประเทศสหรัฐอเมริกา
5. เตาเผาไฟฟ้า (Electric Muffle Furnace) รุ่น 6000, บริษัท Thermolyne, ประเทศสหรัฐอเมริกา
6. เครื่องปั่นเหวี่ยงตะกอน (Centrifuge) รุ่น EBA 20, บริษัท Hettich, ประเทศเยอรมนี
7. เทอร์โมมิเตอร์

8. ตะแกรงกรองตะกอนขนาด 100 เมช
9. เครื่องแก้วต่างๆ
10. หน้ากากกันสารเคมี, บริษัท 3M, ประเทศไทย
11. ถุงมือไนไตร (Disposable nitrile glove), บริษัท Touch N Tuff , ประเทศไทย

3.2 ตัวอย่างน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้ว

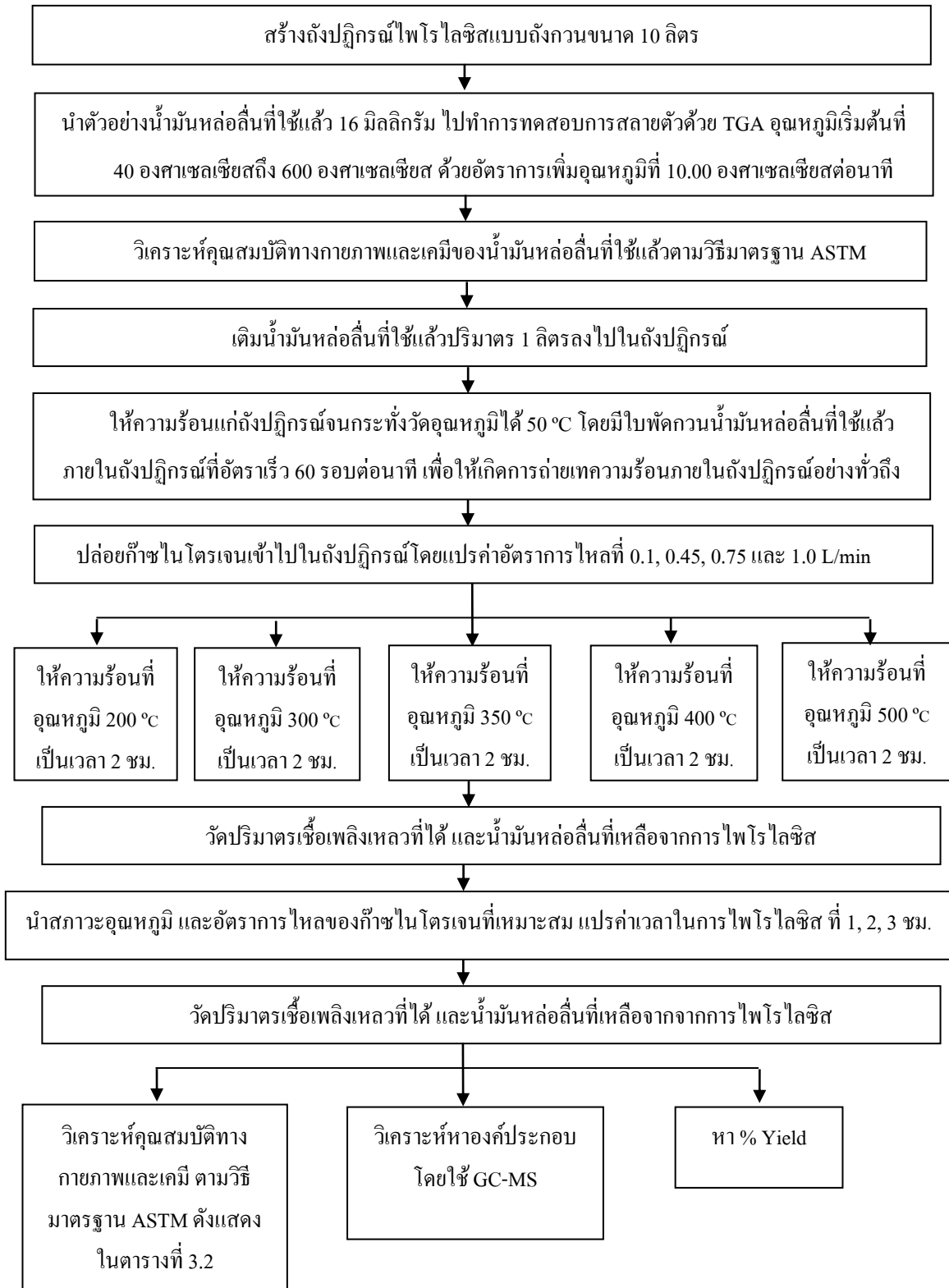
น้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้วได้รับความอนุเคราะห์ตัวอย่างน้ำมันหล่อลื่นประเภทที่ใช้กับยานยนต์ (น้ำมันดำ) จากบริษัท ที โอ อาร์ อินดัสตรี จำกัด ซึ่งเก็บรวบรวมน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้วจากศูนย์รถยนต์ต่างๆ และจากยานยนต์ที่ใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ ผ่านการบำบัดเบื้องต้นโดยการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน แล้วกรองด้วยตะแกรงขนาด 100 เมช เพื่อกำจัดสิ่งสกปรกออก (รูปที่ 3.1)



รูปที่ 3.1 ตัวอย่างน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้ว

3.3 วิธีการดำเนินงานวิจัย

ขั้นตอนในการทดลองสรุปได้ดังรูปที่ 3.2

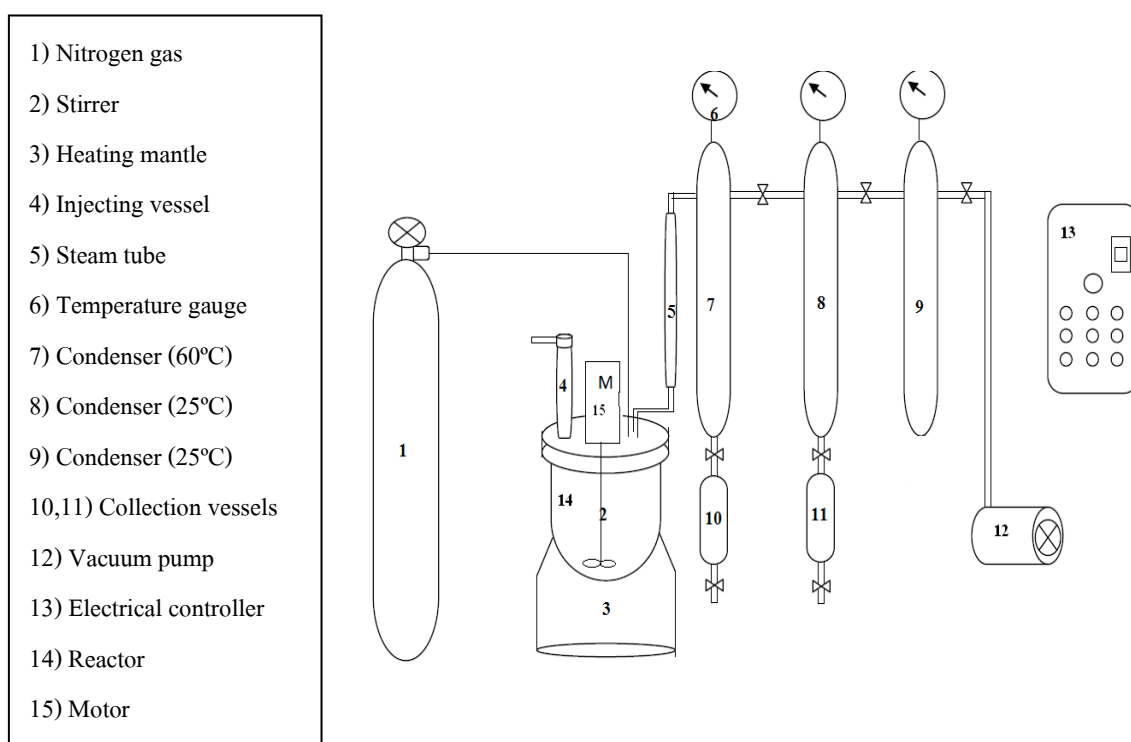


รูปที่ 3.2 แผนภูมิขั้นตอนการทดลอง

3.3.1 การสร้างถังปฏิกรณ์ไพโรไลซิส

ในการทดลองนี้เลือกใช้ถังปฏิกรณ์ไพโรไลซิสแบบถังกวน เนื่องจากวัตถุดิบที่ใช้เป็นของเหลว โดยมีการกวนวัตถุดิบที่ป้อนเข้าภายในถังปฏิกรณ์ด้วยใบกวนที่อยู่ด้านในของถัง เพื่อให้เกิดการเคลื่อนตัวของวัตถุดิบภายในถังตลอดเวลาและมีการถ่ายเทความร้อนได้มากขึ้น วัตถุดิบแตกตัวอย่างรวดเร็วภายในถังปฏิกรณ์ขณะเคลื่อนตัวด้วยใบกวน จึงเหมาะสำหรับใช้เป็นถังปฏิกรณ์ในกระบวนการไพโรไลซิสน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้ว

ถังปฏิกรณ์ในการไพโรไลซิสขนาดความจุ 10 ลิตร (รูปที่ 3.3) สร้างโดยใช้สแตนเลสเกรด 304 เป็นวัสดุ มีส่วนประกอบดังแสดงในตารางที่ 3.1



รูปที่ 3.3 ระบบการไพโรไลซิสต้นแบบ

ตารางที่ 3.1 ส่วนประกอบและหน้าที่ของเครื่องปฏิกรณ์ไพโรไลซิสน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้ว

หมายเลข	ส่วนประกอบ	ขนาด	หน้าที่
1	ก๊าซไนโตรเจน	ความบริสุทธิ์ 99 %	ไล่น้ำออกจากน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้วในขณะที่ให้ความร้อน
2	ไบพัตกวน	ขนาดยาว 25 cm ความกว้าง 1.5 cm	ช่วยกระจายความร้อนให้แก่วัตถุดิบที่อยู่ภายในถังปฏิกรณ์
3	เตาให้ความร้อนไฟฟ้า	กำลังไฟฟ้า 700 วัตต์	ให้ความร้อนแก่วัตถุดิบในถังปฏิกรณ์
4	ท่อสำหรับเติมวัตถุดิบ	ความสูง 30 cm เส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 3 cm	เป็นตัวส่งวัตถุดิบเข้าสู่ถังปฏิกรณ์
5	ท่อส่งไอระเหย	ความสูง 60 cm เส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 5 cm	ส่งไอระเหยที่ได้จากการให้ความร้อนในถังปฏิกรณ์ไปสู่ถังควบแน่น
6	เทอร์โมมิเตอร์	0 – 250 °C	วัดอุณหภูมิไอระเหย
7, 8, 9	ถังควบแน่น	ความสูง 60 cm เส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 9.5 cm	ควบแน่นไอระเหย
10, 11	ถังรองรับผลิตภัณฑ์	ความสูง 30 cm เส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 9.5 cm	รองรับผลิตภัณฑ์เชื้อเพลิงเหลวที่ได้จากการไพโรไลซิส
12	ปั๊มสุญญากาศ	-	ดูดอากาศออกจากถังปฏิกรณ์และช่วยในการเคลื่อนที่ของไอระเหย
13	ตู้ควบคุม	-	ควบคุมระบบไพโรไลซิสด้วยระบบไฟฟ้า
14	ถังปฏิกรณ์	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20.5 cm สูง 30 cm	เป็นถังปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในกระบวนการไพโรไลซิส
15	มอเตอร์	Max. vacuum 33 mbar Max. capacity 24 m ³ /hr	หมุนกวนสารตั้งต้นในถังปฏิกรณ์ไพโรไลซิส

3.3.2 ศึกษาสถานะและการสลายตัวของน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้วโดย TGA

- 1) เตรียมน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้วตามขั้นตอนในหัวข้อ 3.2
- 2) ชั่งตัวอย่างน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้วประมาณ 16 มิลลิกรัม
- 3) นำตัวอย่างน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้วไปทำการทดสอบการสลายตัวด้วย TGA ที่อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 40 องศาเซลเซียส ถึง 600 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ 10.00 องศาเซลเซียสต่อนาที
- 4) ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 1-3 อีก 2 ซ้ำ

3.3.3 ศึกษาสถานะที่เหมาะสมในการไฟโรไลซิส

- 1) วิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพและเคมีของน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้วตามวิธีมาตรฐาน ASTM ดังแสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 วิธีมาตรฐานในการวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพและเคมีของน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้ว

การทดสอบ	วิธีมาตรฐาน
ความถ่วงจำเพาะ ที่ 15.6/15.6 °C	ASTM D 4052-09
จุดวาบไฟ (°C)	ASTM D 93-10a
ค่าความจุความร้อน (Cal/g)	ASTM D 240-09
ค่าความหนืดที่ 50 °C (mm ² /s)	ASTM D 445-11
ปริมาณคลอไรด์ (mg/kg)	ASTM D 4929-07
ปริมาณซัลเฟอร์ (% wt)	ASTM D 4294-10
ปริมาณน้ำและตะกอน (% vol)	ASTM D 1796-04
ปริมาณเถ้า (% wt)	ASTM D 482-07

- 2) เติมน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้วปริมาตร 1 ลิตรลงไปในถังปฏิกรณ์ขนาด 10 ลิตร
- 3) ให้ความร้อนแก่ถังปฏิกรณ์จนกระทั่งวัดอุณหภูมิได้ 50 °C (ขณะให้ความร้อนมีการกวนด้วยใบพัดกวนที่ความเร็ว 60 รอบต่อนาที ภายในถังปฏิกรณ์ เพื่อให้เกิดการถ่ายเทความร้อนภายในถังปฏิกรณ์อย่างทั่วถึง)
- 4) ทำการทดลองหาอัตราการไหลของก๊าซในโตรเจน และอุณหภูมิไฟโรไลซิสที่เหมาะสมของถังปฏิกรณ์ไฟโรไลซิสโดยแปรค่าอัตราการไหลของก๊าซในโตรเจนที่ 0.1, 0.45, 0.75

และ 1.0 ลิตรต่อนาที และแปรค่าอุณหภูมิ 200, 300, 350, 400 และ 500 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้ระบบสุญญากาศ

5) ไอระเหยของน้ำมันจะถูกควบแน่นในถังควบแน่นภายใต้ระบบสุญญากาศโดยใช้ปั๊มสุญญากาศ ช่วยในการเคลื่อนที่ของไอระเหย ดังแสดงในรูปที่ 3.3

6) วัดปริมาตรเชื้อเพลิงเหลวที่ได้ และปริมาตรน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้วที่เหลือจากการบวนการไพโรไลซิส

7) นำสภาวะอุณหภูมิไพโรไลซิส และอัตราการไหลของก๊าซในโตรเจนที่เหมาะสมไปแปรค่าเวลาการไพโรไลซิสที่ 1, 2 และ 3 ชั่วโมง

8) วัดปริมาตรเชื้อเพลิงเหลวที่ได้ และปริมาตรน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้วที่เหลือจากการไพโรไลซิส

9) วิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพและเคมีของเชื้อเพลิงเหลว และน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้วที่เหลือจากการกระบวนการไพโรไลซิสที่สภาวะอุณหภูมิ อัตราการไหลของก๊าซในโตรเจน และเวลาในการไพโรไลซิสที่เหมาะสม ดังแสดงในตารางที่ 3.2

10) ทำการทดลองอีก 2 ครั้ง

3.3.4 ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้ว และเชื้อเพลิงเหลวที่ได้จากการไพโรไลซิส

วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้ว และเชื้อเพลิงเหลวที่ได้จากการกระบวนการไพโรไลซิส โดยใช้ GC-MS ตามมาตรฐาน ASTM D 2887-08 (2008) ดังนี้

- 1) นำตัวอย่างน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้ว 1 มิลลิลิตร ใส่ลงไปในหลอดทดลอง
- 2) เติมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 1 โมลต่อลิตร 10 มิลลิลิตรแล้วเขย่าที่ความเร็ว 60 รอบต่อนาที เป็นเวลา 1 นาที
- 3) ตั้งทิ้งไว้ให้เกิดการแยกชั้นด้วยกรวยแยก
- 4) นำส่วนที่แยกชั้นด้านบน มาชะล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 6 โมลต่อลิตร 10 มิลลิลิตร
- 5) จากนั้นนำน้ำมันหลังจากล้างกรดไฮโดรคลอริก 0.5 มิลลิลิตร มาเติมเมทานอล 0.5 มิลลิลิตรในอัตราส่วน 1 ต่อ 1 โดยปริมาตร
- 6) เขย่าให้เข้ากัน แล้วนำไปทำการวิเคราะห์ด้วย GC-MS ดังสภาวะในตารางที่ 3.3
- 7) ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 1-6 อีก 2 ครั้ง
- 8) ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 1-7 แต่ใช้ตัวอย่างเชื้อเพลิงเหลวที่ได้จากการกระบวนการไพโรไลซิสแทน

ตารางที่ 3.3 สภาวะที่ใช้วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้ว และน้ำมันเชื้อเพลิงเหลวด้วย GC-MS

พารามิเตอร์	สภาวะในการเดินระบบ
Gas Chromatograph	Agilent Technologies GC-MS 6890 (Agilent Technologies, USA)
Mobile phase	He Flow rate 10 ml/min (99.999% purity) (Praxair Co., Ltd., Thailand)
Injector Mode	1 µl Splitless
Injector temperature	250 °C
Column	HP-5 GC (5% - Diphenyl) - Dimethyl Siloxane capillary column, 10 m x 0.53 mm I.D.x 0.25 µm (film thickness) (J&W Scientific, USA)
Temperature Program	Oven temp program: Initial temp. 40 °C, Final temp. 300 °C, Heating rate 5 °C/min, holding at 300 °C for 5 mins
Detector	Mass Spectrometer 5973 N (Agilent Technologies, USA)
Type of sample analyzer	Ion trap
Mass Detector Mode	EI 70 eV
Detection Mode	TIC
Mass range	30-500 amu
Scan time	1 s
Transfer line between GC and MS temperature	300 °C