บทที่ 3

การดำเนินการทดลอง

จากการทดสอบการผลิตน้ำมันไบโอดีเซลจากกระบวนการทรานซ์เอสเทอริฟีเคชันโดยใช้สนามไฟฟ้า ระหว่างน้ำมันพืชใช้แล้วที่มีการลดกรดไขมันอิสระน้อยกว่า 1 % กับเมทานอล โดยมีตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ นอกจากนั้นยังได้มีการศึกษาถึงผลของการใช้สนามไฟฟ้าขณะทำปฏิกิริยา การทดสอบในส่วนแรกจะศึกษาถึงผลที่เกิดจาก สัดส่วนและปริมาณสารตั้งต้นที่เหมาะสม ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา ลักษณะของอิเล็กโทรด และปริมาณแรงดันไฟฟ้า ทั้งนี้เพื่อศึกษาอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น การทดสอบในส่วนที่ 2 เป็นการเปรียบเทียบประสิทธิภาพของการผลิตไบโอดีเซลด้วยปฏิกิริยาทรานซ์เอสเทอริฟีเคชันโดยมีสนามไฟฟ้าเป็นตัวให้ความร้อน กับการผลิตไบโอดีเซลด้วยปฏิกิริยาทรานซ์เอสเทอริฟีเคชัน โดยมีแผ่นความร้อนไฟฟ้าเป็นตัวให้ความร้อน เพื่อเปรียบเทียบถึงความเหมาะสมทั้งทางด้านพลังงาน และต้นทุนการผลิตที่เกิดขึ้น ขั้นตอนการดำเนินการวิจัยแสดงรายละเอียดดังนี้

3.1 การเตรียมอุปกรณ์ เครื่องมือ สำหรับการทดสอบ

อุปกรณ์ เครื่องมือ รวมถึงสารเคมีที่ใช้สำหรับการทดสอบแสดงรายละเอียดที่สำคัญดังนี้

3.1.1 วงจรสร้างสนามไฟฟ้า

ในงานวิจัยนี้ ได้ดัดแปลงอุปกรณ์สร้างไฟฟ้าแรงดันสูงให้กับหลอดไฟแรงดันสูงซึ่งมีแรงดันทางด้านขาเข้า 0 – 220 โวลท์ 0.45 แอมป์ 50/60 เฮิรตซ์ สามารถให้แรงดันทางด้านขาออก 0 – 12 กิโลโวลท์ 30 มิลลิแอมป์ โดยมี Variable Voltage Transformer เป็นอุปกรณ์ควบคุมแรงดันทางด้านขาเข้า แสดงลักษณะของอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.1 วงจรสนามไฟฟ้านั้น จะต้องมีการทดสอบการรั่วไหลของกระแสไฟฟ้า ณ แรงดันไฟฟ้าระดับต่างๆ ก่อนเริ่มใช้งานอุปกรณ์ ทั้งนี้ ควรมีฉนวนป้องกันชุดอุปกรณ์สำหรับยึดขั้วอิเล็กโทรด เพื่อให้แน่ใจว่าไม่มีการรั่วไหลของกระแสไฟฟ้า และเพื่อความปลอดภัยขณะทำการทดสอบ

รูปที่ 3.1 อุปกรณ์สร้างสนามไฟฟ้า และอุปกรณ์ควบคุมแรงดัน (http://th.element14.com)

3.1.2 อุปกรณ์ และสารเคมี สำหรับการทดสอบ

อุปกรณ์ที่ใช้สำหรับการ ชั่ง ตวง วัด และผสม สารเคมีในปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชั่น เพื่อผลิตน้ำมันไบโอดีเซล แสดงดังตารางที่ 3.1

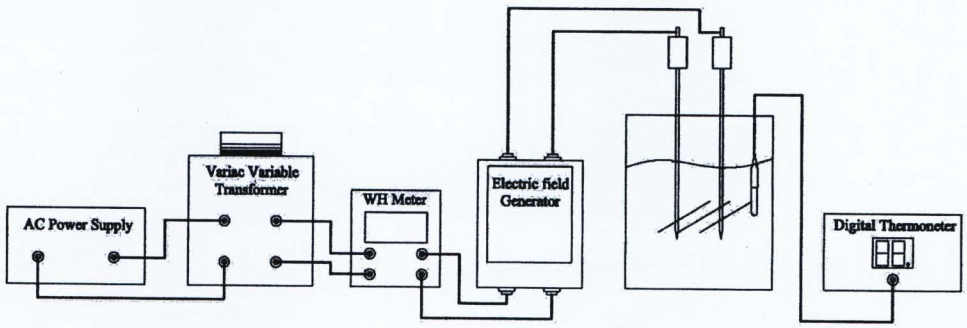
ตารางที่ 3.1 สารเคมี และอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบ

รายการสารเคมี	อุปกรณ์สำหรับการทดสอบ
1. น้ำมันปาล์มเพียวริไฟล์ยี่ห้อ มรกต 2. เมทานอล (CH_3OH) 3. โปแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) 4. เฮกเซน (C_6H_{14})	1. บีกเกอร์ขนาด 100, 150, 200, 250 และ500 มิลลิลิตร 2. ขวดแก้วพร้อมฝาปิดขนาด 200 มิลลิลิตร 3. กระบอกตวงขนาด 100 มิลลิลิตร 4. หลอดฉีดยาขนาด 5 มิลลิลิตร และ 50 มิลลิเมตร 5. Magnetic Stirrer แบบมีฮีทเตอร์ในตัว 6. เครื่องชั่งดิจิตอล 0-600 กรัม ทศนิยมสองตำแหน่ง 7. ขดลวดความร้อนไฟฟ้าขนาด 1500 วัตต์

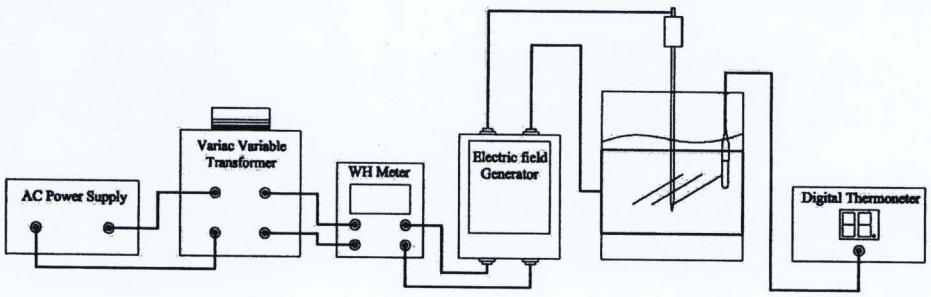
3.2 ชุดทดสอบการผลิตไบโอดีเซลจากกระบวนการทรานซ์เอสเทอริฟิเคชันด้วยสนามไฟฟ้า

ชุดทดสอบได้แบ่งออกเป็นสองแบบ ตามลักษณะของอิเล็กโทรด โดยในแบบที่ 1 เป็นอิเล็กโทรดแบบแท่งคู่แสดงดังรูปที่ 3.2 และแบบที่ 2 เป็นการวางอิเล็กโทรดแบบแท่งกับวงแหวนแสดงดังรูปที่ 3.3 การทำงานของชุดทดสอบทั้งสองแบบจะเริ่มจากแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสสลับ

220 โวลท์ (AC power supply) ที่ป้อนกระแสไฟฟ้าเข้าไปยังอุปกรณ์ควบคุมแรงดัน (Variable voltage transformer) ที่มีย่านแรงดัน 0 – 220 โวลท์ ซึ่งจะมีอุปกรณ์เครื่องมือวัดทางไฟฟ้า (WH meter) ที่สามารถวัดค่า แรงดัน กระแส ความถี่ และค่าพลังงานไฟฟ้า ก่อนจ่ายให้กับอุปกรณ์สร้างสนามไฟฟ้า (Electric field generator) ที่สามารถสร้างแรงดันได้ 0 – 10 kV โดยค่าแรงดันจะแปรผันตามกับอุปกรณ์ควบคุมแรงดัน และมีเทอร์โมมิเตอร์ไฟฟ้า (Digital thermometer) สำหรับวัดอุณหภูมิของการทำปฏิกิริยา



รูปที่ 3.2 ลักษณะอิเล็กโทรดแบบแท่งคู่



รูปที่ 3.3 ลักษณะอิเล็กโทรดแบบแท่งกับวงแหวน

3.3 ขั้นตอนการหาปริมาณกรดไขมันอิสระ

เนื่องจากน้ำมันพืชใช้แล้วอาจจะมีสภาพเป็นไขในอุณหภูมิปกติจึงทำให้การหาปริมาณกรดไขมันอิสระด้วยวิธีการไทเตรตอาจไม่เหมาะสมทำให้ไม่ได้ค่าที่ถูกต้อง ดังนั้นจึงเลือกใช้วิธีการสะเทินกรดด้วยสารละลายด่างแล้ววัดปริมาณน้ำมันพืชใช้แล้วที่เหลือด้วยขั้นตอนดังนี้

3.3.1 นำน้ำมันพืชใช้แล้วที่กรองสิ่งสกปรกออกแล้วชั่งให้ได้น้ำหนัก 100 กรัม นำไปให้ความร้อนจนมีอุณหภูมิ 80°C

3.3.2 เติมสารฟีนอล์ฟทาลีนลงไป 10 หยด กวนเป็นเวลา 30 วินาที

3.3.3 เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร ลงไปทีละหยดและคนให้เข้ากันจนสารละลายมีค่า pH อยู่ในช่วง 8-9 หรือสังเกตจากสีที่เปลี่ยนเป็นสีแดง

3.3.4 นำน้ำมันพืชใช้แล้วที่ได้มาล้างด้วยน้ำกลั่นอุณหภูมิ 80°C หลายๆ รอบจนเห็นว่าน้ำที่ใช้ล้างนั้นมีความใส

3.3.5 กำจัดน้ำออกจากน้ำมันพืชใช้แล้วด้วยขดลวดความร้อนไฟฟ้าจนเห็นว่าน้ำมันมีความใสและไม่มีฟองไอน้ำเกิดขึ้นและหากยังมีไขสบู่ลอยอยู่ให้ตักออก คำนวณหาเปอร์เซ็นต์กรดไขมันอิสระจากสมการที่ 3.1 หากพบว่ามีปริมาณกรดไขมันอิสระมากกว่า 1% ให้ทำการลดปริมาณกรดไขมันอิสระด้วยกระบวนการเอสเทอริฟิเคชัน แต่ถ้าปริมาณกรดไขมันอิสระน้อยกว่า 1% ให้ทำการทดสอบในกระบวนการทรานซ์เอสเทอริฟิเคชันได้ตามหัวข้อที่ 3.5

$$\text{เปอร์เซ็นต์กรดไขมันอิสระ} = \frac{Mwb}{100W} \tag{3.1}$$

เมื่อ

Mw = มวลโมเลกุลของน้ำมันพืชใช้แล้ว

b = ปริมาณของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการไตเตรท

M = น้ำหนักของน้ำมันที่ชั่งตอนเริ่มต้น

Mw = มลวโมเลกุลของน้ำมันพืชใช้แล้ว

3.4 ขั้นตอนการทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชั่น

เพื่อศึกษาวิธีการกำจัดกรดไขมันอิสระด้วยปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชั่นด้วยตัวเร่งปฏิกิริยากรดเพื่อพิจารณาความเหมาะสมทั้งในด้านความยากง่าย, การใช้พลังงาน และระยะเวลาที่ใช้ โดยกระบวนการเอสเทอริฟิเคชั่นมีขั้นตอนดังนี้

3.4.1 นำน้ำมันพืชใช้แล้วที่กรองสิ่งสกปรกออกแล้วมา 100 กรัม นำไปอุ่นให้ละลายที่อุณหภูมิ 60°C

3.4.2 เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้นปริมาณ 1 กรัม (1%wt) ลงในน้ำมันพืชใช้แล้ว หลังจากนั้นเติมเมทานอล 33.93 กรัม (1:9) คนให้เข้าจนเป็นเนื้อเดียวกัน

3.4.3 นำสารผสมที่ได้นำไปให้ความร้อนด้วยขดลวดความร้อนไฟฟ้า ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 60°C เป็นเวลา ครึ่งชั่วโมง

3.4.4 เมื่อทำปฏิกิริยาเสร็จแล้วนำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เกิดการแยกชั้น 5 นาทีแล้วแยกสารที่อยู่ชั้นล่างออก

3.4.5 ใช้น้ำอุ่น 80°C ล้างน้ำมันพืชใช้แล้วที่ได้ ประมาณ 4 ครั้ง จนน้ำที่ล้างใสไม่ขุ่น

3.4.6 กำจัดน้ำออกจากน้ำมันพืชใช้แล้วด้วยการให้ความร้อนที่ 100°C จนน้ำมันพืชใช้แล้วใสและไม่มีฟองอากาศเกิดขึ้น หลังจากนั้นนำน้ำมันพืชใช้แล้วที่ได้ไปหาปริมาณกรดไขมันอิสระที่เหลืออยู่

3.5 วิธีการทดสอบ และการผลิตไบโอดีเซลด้วยปฏิกิริยาทรานซ์เอสเทอริฟิเคชั่น

การทดสอบและวิธีการผลิตไบโอดีเซลมีกระบวนการที่สำคัญดังนี้

3.5.1 ผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 0.75 กรัม ลงในเมทานอล ปริมาณ 11.31 กรัม ละลายให้เข้ากัน

3.5.2 เตรียมน้ำมันพืชใช้แล้ว 100 กรัม ใส่บีกเกอร์ กวนด้วยเครื่อง Magnetic Stirrer จากนั้นเทสารผสมในข้อที่ 1 ลงไปอย่างช้าๆ กวนผสมให้เข้ากันโดยใช้เวลาในการกวนประมาณ 60 วินาที

3.5.3 จุ่มขั้วอิเล็กโทรดในบีกเกอร์ข้อที่ 3.2.2 พร้อมป้อนสนามไฟฟ้าที่แรงดัน 1 กิโลโวล์ท จับเวลา 10 วินาที แล้วหยุดป้อนสนามไฟฟ้า

3.5.4 หยุดการเกิดปฏิกิริยา ด้วยการหยดน้ำกลั่นที่มีอุณหภูมิประมาณ 80°C ปริมาณ 100 มิลลิลิตร น้ำจะเข้าแทรกระหว่างชั้นของเอสเทอร์ และชั้นของกลีเซอรี

3.5.5 แยกชั้นเอสเทอร์ที่ได้ และทำความสะอาดด้วยการล้างน้ำอุ่น อุณหภูมิ 80°C ครั้งละ 100 มิลลิลิตร จำนวน 3 ครั้ง ทำการกำจัดน้ำด้วยการนำไปอุ่นที่อุณหภูมิ 110°C ใช้เวลาประมาณ 5 นาที

3.5.6 แยก และทำให้กลีเซอรีนบริสุทธิ์ด้วยการอุ่นที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลาประมาณ 5 นาที ก่อนนำไปชั่งน้ำหนักหาปริมาณ กลีเซอรีนที่เกิดขึ้น

3.5.7 วิเคราะห์สมดุลมวลเพื่อหาปริมาณร้อยละของเอสเทอร์ที่ได้ (%Yield)

3.5.8 ทำการทดสอบซ้ำ เพื่อหาพารามิเตอร์ที่เหมาะสมกับการเกิดปฏิกิริยา โดยปรับเปลี่ยนตัวแปรในการศึกษาที่สำคัญดังนี้

- ศึกษาถึงผลของปริมาณโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ โดยเปลี่ยนปริมาณสารต่อน้ำมันเป็น 0.50 และ0.75 wt %
- ศึกษาอัตราส่วนโมลน้ำมันต่อเมทานอล โดยปรับสัดส่วนของน้ำมันต่อสารละลายเมทานอลที่ระดับสัดส่วน 1:6 และ1:9

- ศึกษา %Yield ต่อเวลาที่เปลี่ยนไป โดยทำการทดลองทุกๆ 10 วินาที เป็นเวลา 120 วินาที
- ศึกษาผลที่เกิดจากความแรงของสนามไฟฟ้า โดยเปลี่ยนแรงดันไฟฟ้าเป็น 5 และ10 กิโลโวลท์
- ศึกษาผลการเปลี่ยนแปลงลักษณะอิเล็คโทรด โดยเปลี่ยนลักษณะของอิเล็คโทรดจากแท่งคู่ เป็นแบบแท่งกับวงแหวน
- ทำการทดสอบซ้ำ 3 ครั้ง

3.5.9 นำตัวอย่างการทดลองที่ให้ปริมาณ %Yield สูงสุดไปทดสอบหาองค์ประกอบของสาร ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์แบบแก๊สโครมาโตกราฟฟี เทียบกับองค์ประกอบของน้ำมันไบโอดีเซลมาตฐาน นำข้อมูลจากการวิเคราะห์ศึกษาอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น

3.6 การวิเคราะห์สมดุลโมล

การวิเคราะห์สมดุลโมลของการเกิดปฏิกิริยา ทำให้ทราบถึงสัดส่วนของการเกิดผลิตภัณฑ์ในแต่ละสภาวะการทดสอบ ซึ่งจากสมการเคมีปฏิกิริยาทรานซ์เอสเทอริฟิเคชั่นที่เกิดขึ้นพบว่าสัดส่วนโดยโมลขึ้นอยู่กับสัดส่วนการทำปฏิกิริยาระหว่างน้ำมันกับเมทานอล ดังสมการที่ 3.2

(1 โมล)น้ำมัน(triglyceride) + (3 โมล)เมทานอล → (3 โมล)เอสเทอร์ + (1 โมล)กลีเซอรีน (3.2)

สมการที่ 3.2 ทำให้ทราบว่า จะต้องใช้ น้ำมัน 1 โมล เพื่อทำปฏิกิริยาพอดีกับ เมทานอล ปริมาณ 3 โมล จึงจะเกิดสารในกลุ่มเอสเอสเทอร์จะนวน 3 โมล และ กลีเซอรีน ปริมาณ 1 โมล และหากเทียบสัดส่วนตามน้ำหนักที่ได้สามารถเขียนสมการความสัมพันธ์ ตามน้ำหนักโมลเลกุลของแต่ละองค์ประกอบได้ดังนี้

$$(1)\frac{W_{Triglyceride}}{858.5}+(3)\frac{W_{Methanol}}{32.5}=(3)\frac{W_{Ester,T}}{288.50}+(1)\frac{W_{Glyserin,T}}{92} \qquad (3.3)$$

จากสมการที่ 3.3 ทำให้ทราบถึงปริมาณน้ำหนักของ กรีเซอรีนตามทฤษฎีได้ จากปริมาณของสารตั้งต้น ดังนั้นเราสามารถหาเปอร์เซ็นต์ผลผลิต ($\%yield$) ได้จากปริมาณของกลีเซอรีนที่เกิดขึ้นจริง ทำให้สามารถหา $\%yield$ ได้ด้วยสมการที่ 3.4

$$\%yield = \frac{\lfloor G_r - KOH \rfloor}{G_a} \times 100 \qquad (3.4)$$

เมื่อ

G_r = ปริมาณกลีเซอรีนที่วัดได้จริง (g)

G_a = ปริมาณกลีเซอรีนตามทฤษฎี (g)

KOH = ปริมาณสารโปแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ (g)

เมื่อ x คือปริมาณ น้ำหนักของกลีเซอรีนที่ได้ และ $W_{Glyserin,T}$ คือ ปริมาณกลีเซอรีนทางทฤษฎีซึ่งคำนวณได้ในสมการที่ 3.3

3.7 การวิเคราะห์ด้วยวิธีแก๊สโครมาโตกราฟ (GC)

การวิเคราะห์ไบโอดีเซลด้วยวิธีแก๊สโครมาโตกราฟ (GC) ในงานวิจัยนี้เป็นการวิเคราะห์โดยนำตัวอย่างการทดลองมาหาความเข้มข้นของโมโนกลีเซอไรด์ ไดกลีเซอไรด์ ไตรกลีเซอไรด์ และศึกษาองค์ประกอบเฉพาะ เมทิลเอสเทอร์ ซึ่งวิธีการดังกล่าวอ้างอิงการตรวจสอบมาตรฐานตามกำหนดลักษณะและคุณภาพของไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเตอร์ของกรดไขมัน พ.ศ. 2550 ประกาศกรมธุรกิจพลังงาน

ในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาเฉพาะลักษณะความคล้ายของสารองค์ประกอบในแต่ละตำแหน่งการตรวจจับของเครื่องมือ (GC) โดยมีการกำหนดให้มีการตั้งค่าต่างๆของการวิเคราะห์ดังนี้

คอลัมน์ที่ใช้	Capillary column BP-1
ขนาด	ยาว 2 เมตร x 0.32 มิลลิเมตร
ก๊าซพา (Carrier Gas)	ก๊าซฮีเลียม ความดัน 70 psi
Detector	FID อุณหภูมิที่ใช้ 350°C
Injector	อุณหภูมิที่ใช้ 350°C
โปรแกรมอุณหภูมิ	อุณหภูมิตู้อบเริ่มต้นที่ 100°C เป็นเวลา 1 นาที อัตราเพิ่มอุณหภูมิ 15°C ต่อนาที มีอุณหภูมิสุดท้ายคือ 350°C และทิ้งไว้เป็นเวลา 12 นาที
Split Ratio	50 ต่อ 1

นำผลจากกราฟของน้ำมันไบโอดีเซลที่ผลิตได้มาเทียบตัวอย่างในตารางที่ 3.2 เพื่อตรวจว่าค่าอยู่ในช่วงเดียวกับกลุ่มสาร Internal Standard หรือไม่ เพราะกลุ่มสารดังกล่าวจะมีสารองค์ประกอบคาร์บอนอยู่ในช่วง C-18 ถึง C -22 ซึ่งเป็นสารที่บ่งชี้และแสดงให้เห็นว่า เป็นสารเมทิลเอสเทอร์

ตารางที่ 3.2 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ และเทียบสาร Internal Standard ด้วยวิธีการ GC ของน้ำมันไบโอดีเซลจากปาล์มดิบ

Ret.Time	Area	Height	Name
2.574	300560869.2	141651761	HEPTANE
3.579	3181.6	1345.6	C8:0
5.006	3486.1	1270.7	C10:0
7.988	49307.9	13969.2	C12:0
12.628	176658.8	40471	C14:0
18.372	8689882.7	976021	C16:0
18.939	24126.8	5330.3	C16:1
21.513	3971183.7	458642.4	Internal standard
25.327	725619	85439.1	C18:0
26.293	7608150.4	669690.7	C18:1
26.391	100396.9	25060.5	C18:1
27.834	1748825.2	261534.2	C18:2
30.032	37706.9	6663.6	C18:3
32.375	53935.9	9882.5	C20:0
33.006	17230.6	3430.7	C20:1
39.771	9866.3	1160.3	C22:0
Total area = 323780428			

(ที่มา : http://www.tistr.or.th/)

3.8 การทดสอบสมบัติน้ำมันไบโอดีเซล

3.8.1 จุดขุ่นตัว (Cold Point)

มาตรฐาน ASTM D2500

อุปกรณ์

1. หลอดทดลองพร้อมจุกปิด ตรงกลางเสียบด้วยเทอร์โมมิเตอร์
2. ไบโอดีเซล
3. เกลือ
4. น้ำแข็ง

วิธีการทดลอง

1. ใส่ไบโอดีเซลลงในหลอดประมาณ 10 มิลลิลิตร จากนั้นปิดจุกที่มีเทอร์โมมิเตอร์อยู่ตรงกลาง
2. นำหลอดไปใส่ไว้ในบีกเกอร์ที่มีน้ำแข็งผสมเกลือค่อยๆ ทำให้เย็นลงช้าๆ
3. ยกหลอดออกมาตรวจดูการขุ่นทุกช่วงอุณหภูมิที่ลดลง (ไม่ต้องคน)
4. บันทึกอุณหภูมิที่เริ่มมองเห็นรอยขุ่น

3.8.2 จุดเทตัว (Pour Point)

มาตรฐาน ASTM D97

อุปกรณ์

5. หลอดทดลองพร้อมจุกปิด ตรงกลางเสียบด้วยเทอร์โมมิเตอร์
6. ไบโอดีเซล
7. เกลือ
8. น้ำแข็ง

วิธีการทดลอง

1. ใส่ไบโอดีเซลลงในหลอดทดลองประมาณ 10 มิลลิลิตร แล้วปิดจุกคอร์กที่มีเทอร์โมมิเตอร์เสียบอยู่พร้อมกับคนตลอดเวลา ด้านนอกหลอดล้อมรอบด้วยน้ำแข็งผสมเกลือ
2. วัดอุณหภูมิเรื่อยๆ ทุกช่วง 3 องศาเซลเซสที่ลดลง
3. ยกหลอดขึ้นแล้วเอียงดูว่ามีการไหลตัวของน้ำมันหรือไม่ ถ้าเอียงหลอดเกิน 5 วินาทีแล้วยังไม่มีการไหลก็แสดงว่าถึงจุดเทตัว
4. บันทึกอุณหภูมิที่อ่านได้เป็นอุณหภูมิเทตัวของน้ำมัน

3.8.3 ความหนืด (Viscosity)

มาตรฐาน ASTM D88

อุปกรณ์

1. เครื่องมือ Saybolt Viscometer
2. เทอร์โมมิเตอร์
3. นาฬิกาจับเวลา
4. ขวดปากกว้าง (Receiving flask) ขนาด 60 มิลลิลิตร

วิธีการทดลอง

1. ทำความสะอาดกระบอกที่บรรจุน้ำมันให้สะอาด เอาจุกคอร์กอุดรูล่างของ viscometer
2. ปรับอุณหภูมิของอ่างน้ำมันของเครื่อง Saybolt ให้ได้ตามต้องการ
3. เมื่ออุณหภูมิของน้ำมันในกระบอกเท่ากับอุณหภูมิของอ่างน้ำมัน นำขวดที่ได้ทำความสะอาดแล้วไปรองรับเตรียมจับเวลา
4. ดึงจุกคอร์กที่อุดน้ำมันออกให้น้ำมันลงในขวด และเริ่มจับเวลาทันที
5. เมื่อน้ำมันถึงขีดกำหนดที่คอขวดหยุดเวลา และบันทึกเวลาที่อ่านได้ ซึ่งการทดสอบทำได้โดยจับเวลาในการไหลของน้ำมันผ่านรูมาตรฐานขนาด 1.765 มิลลิเมตร ลงในขวดปริมาตรขนาด 60 มิลลิลิตร จนถึงขีดกำหนดในช่วง 21-99°C

3.8.4 ค่าความร้อน (Heating Value)

อุปกรณ์

1. เครื่อง Isothermal Bomb Calorimeter
2. เครื่องชั่งน้ำหนักแบบละเอียด
3. เครื่องบรรจุก๊าซออกซิเจนพร้อมถังออกซิเจน
4. นาฬิกาจับเวลา

วิธีการทดลอง

1. ชั่งน้ำมันตัวอย่างประมาณ 1 กรัมใส่ใน Combustion capsule และประกอบเข้ากับขายึด
2. ตัดลวดนิโครม 10 เซนติเมตร และผูกกับแกนเหล็กที่เป็นขั้วไฟฟ้า 2 ขั้ว แล้วงอส่วนกลางของลวดให้แตะกับน้ำมันตัวอย่าง
3. บรรจุน้ำลงในบอมบ์ 1 มิลลิลิตร
4. ปิดฝา และขันเกลียวให้แน่น นำไปบรรจุออกซิเจนความดัน 25 บรรยากาศ

5. วางบอมบ์ลงในถังที่มีน้ำ 2 ลิตร เริ่มกวนใบให้อุณหภูมิคงที่
6. กดปุ่มจุดระบิด เริ่มบันทึกอุณหภูมิ เลิกบันทึกอุณหภูมิเมื่ออุณหภูมิคงที่
7. หยุดกวน ถอดบอมบ์ออกจากถังน้ำ เปิดวาล์ลดความดัน และถอดทำความสะอาด
8. หาค่าความร้อน (Hg) ของน้ำมันจากสมการ

$$Hg = (tW - e_3)/m \qquad (3.5)$$

เมื่อ

W = ค่าพลังงานเทียบเท่าของแคลอรีมิเตอร์ของชุดอุปกรณ์นี้มีค่าเท่ากับ 2,410 cal/°C

m = มวลของน้ำมันตัวอย่าง (g)

e_3 = ค่าความร้อนของลวดที่เผาไหม้

= 2.3 (cal/cm) x ความยาวของลวดนิโครมที่เผาไหม้ (cm)

t = อุณหภูมิเริ่มต้น – อุณหภูมิสุดท้าย

Hg = ค่าความร้อนของน้ำมัน (cal/g)