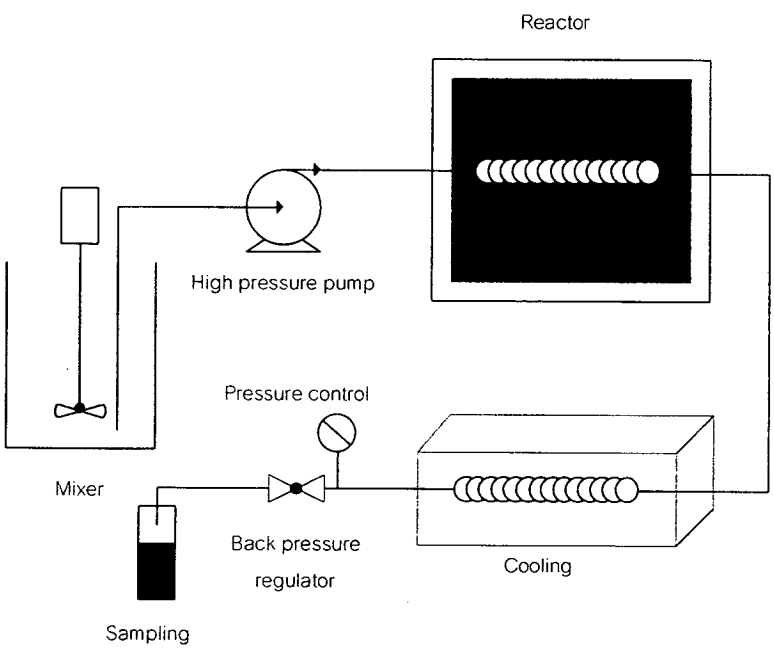
บทที่ 3

เครื่องมือและการทดลอง

งานวิจัยนี้เป็นการทดลองในห้องปฏิบัติการ เพื่อศึกษาการผลิตไบโอดีเซลแบบต่อเนื่องในเอทานอลภาวะเหนือวิกฤตจากน้ำมันปาล์มและน้ำมันปาล์มใช้แล้ว และศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อร้อยละผลได้ของเอทิลเอสเทอร์ พร้อมทั้งทดสอบสมบัติทางเชื้อเพลิงจากน้ำมันไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้จากภาวะที่เหมาะสม

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์การทดลอง

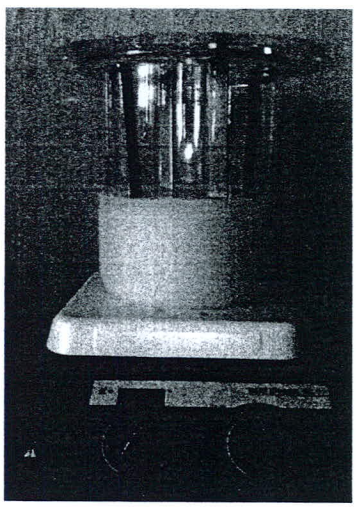
เครื่องมือที่ใช้ในการทดลองผลิตไบโอดีเซลแบบต่อเนื่องจากน้ำมันปาล์มและน้ำมันปาล์มใช้แล้วประกอบไปด้วยเครื่องผสมสาร (Mixer) ปั๊มแรงดันสูง (High pressure pump) เครื่องปฏิกรณ์แบบท่อไหล (Tubular flow reactor) ที่มีขนาดความยาวเท่ากับ 90 เมตร ให้ความร้อนโดยใช้เกลือหลอมเหลวและใช้ตัวควบคุมความดัน (Back-pressure regulator) ดังแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แผนภาพอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองผลิตไบโอดีเซลแบบต่อเนื่อง

3.1.1 เครื่องผสมสาร (Mixer)

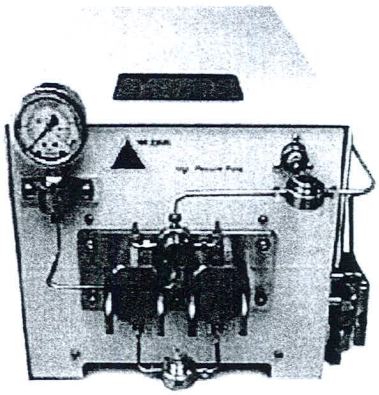
เครื่องผสมสารประกอบไปด้วยถังกวนและเครื่องกวน ถังกวนมีขนาด 3 ลิตรและมีบัฟเฟอร์ 4 อันติดอยู่ภายในถังกวน เครื่องกวนประกอบด้วยแท่งแม่เหล็ก (Magnetic bar) ขนาด 2 นิ้วและเครื่องกวน (Stirrer) ดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 เครื่องผสมสาร

3.1.2 ปั๊มแรงดันสูง (High pressure pump)

ปั๊มแรงดันสูงรุ่น P200 จากบริษัท Thar technology อัตราการป้อนสารสูงสุดเท่ากับ 200 กรัมต่อนาที (อัตราการไหลสูงสุดเท่ากับอัตราการไหลของคาร์บอนไดออกไซด์เหลวซึ่งมีความหนืดต่ำกว่าน้ำมันปาล์มและเอทานอลมาก) สามารถทำความดันสูงสุดเท่ากับ 600 บรรยากาศ



รูปที่ 3.3 ปั๊มแรงดันสูง

3.1.3 เครื่องปฏิกรณ์ (Reactor)

เครื่องปฏิกรณ์แบบท่อไหลทำมาจากท่อเหล็กกล้าไร้สนิมเบอร์ 316 เส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 1/8 นิ้ว หนา 0.028 นิ้ว ทนแรงดันได้สูงสุดเท่ากับ 8,500 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว ยาว 90 เมตร มีปริมาตรรวมทั้งหมด 217 มิลลิลิตร

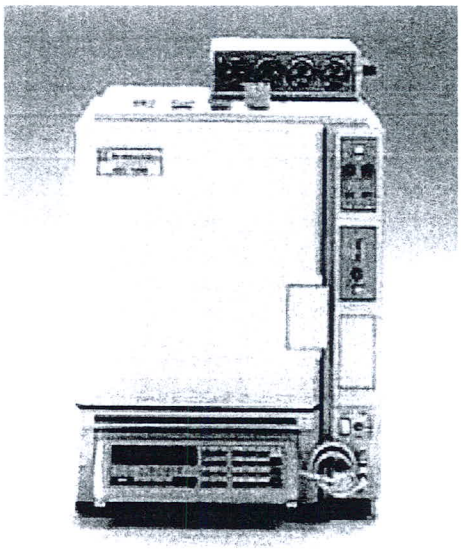
เครื่องปฏิกรณ์ได้รับความร้อนจากอ่างเกลือหลอมเหลว อ่างเกลือหลอมเหลวมีส่วนประกอบดังต่อไปนี้คือ ฝาและถังทำมาจากเหล็กกล้าไรสนิม เบอร์ 304 หนา 1 มิลลิลิตร ถังมีเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 30 เซนติเมตร สูง 30 เซนติเมตร ถังเกลือได้รับความร้อนจากเครื่องทำความร้อนไฟฟ้าแบบทรงกระบอกหุ้มเซรามิกจากภายนอกถัง โดยต่อกับชุดควบคุมอุณหภูมิและหุ้มฉนวนทำมาจากใยเซรามิกหนา 10 เซนติเมตร ภายในอ่างบรรจุเกลือ 3 ชนิด ได้แก่ โพแทสเซียมไนเตรต(KNO_3) โซเดียมไนไตรต์($NaNO_2$)และโซเดียมไนเตรต($NaNO_3$) ในอัตราส่วน 6:5:1 โดยน้ำหนัก น้ำหนักของเกลือรวม 24 กิโลกรัม ขณะที่หลอมเหลวเกลือมีการผ่านอากาศเข้าไปด้านล่างของอ่างเกลือเพื่อให้เกลือหลอมเหลวไหลเวียนส่งผลให้อุณหภูมิภายในอ่างเกลือใกล้เคียงกัน โดยมีเทอร์โมคัปเปิล 2 ชุดทำหน้าที่วัดอุณหภูมิภายในอ่างเกลือหลอมเหลวและเครื่องทำความร้อน

3.1.4 อุปกรณ์หล่อเย็น (Cooling bath)

อุปกรณ์หล่อเย็นประกอบด้วยท่อเหล็กกล้าไร้สนิมเบอร์ 316 เส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 1/8 นิ้ว หนา 0.028 นิ้ว ยาว 3 เมตร โดยแช่อยู่ในอ่างน้ำเพื่อลดอุณหภูมิและหยุดปฏิกิริยา ทั้งยังป้องกันอันตรายที่อาจจะเกิดกับตัวควบคุมความดันและตัวกรองอีกด้วย

3.1.5 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ (Gas Chromatograph, GC)

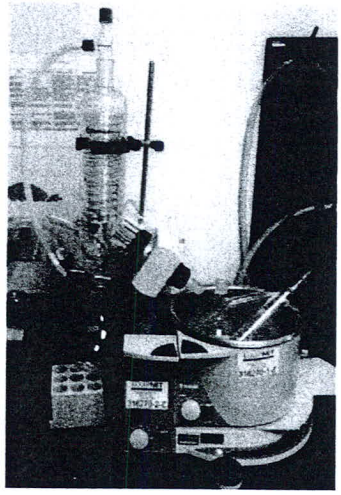
เครื่องโครมาโทกราฟรุ่น GC-14B SPL จากบริษัท Shimazdu เป็นเครื่องมือที่ใช้วัดร้อยละผลได้ของเอทิลเอสเทอร์ โดยใช้ Capillary column รุ่น DB-Wax ที่มีความยาว 30 เมตร ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25 มิลลิเมตร จากบริษัท J&W โดยใช้วัฏภาคนิ่ง (Stationary phase) เป็น Polyethylene glycol (PEG) หนา 0.25 ไมโครเมตร โดยใช้ FID (Flame Ionization Detector) เป็นดีเทคเตอร์และช่วงอุณหภูมิที่สามารถใช้ได้คือ 20-250 องศาเซลเซียส ตารางที่ 3.1 แสดงภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์หาร้อยละผลได้ของเอทิลเอสเทอร์



รูปที่ 3.6 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ

3.1.6 เครื่องระเหยแบบหมุน

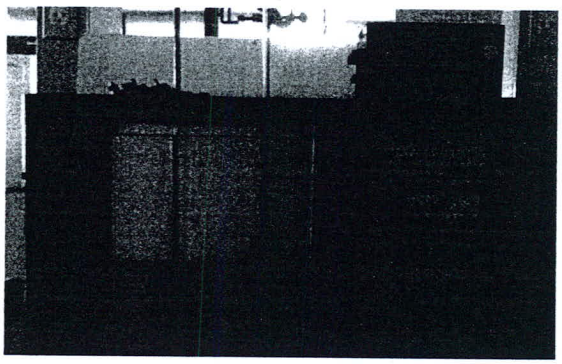
เครื่องระเหยแบบหมุนรุ่น Labarota 4003 ยี่ห้อ Heildolph สำหรับระเหยเอทานอลออกจากไบโอดีเซล ดังแสดงในรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 เครื่องระเหยแบบหมุน

3.1.7 เครื่องวัดความหนืด

เครื่องวัดความหนืด เป็นเครื่องวัดความหนืดด้วย Capillary Viscometer วัดความหนืดโดยให้ตัวอย่างไหลผ่าน Capillary และจับเวลาการไหลจากขีดบนของกระเปาะจนถึงขีดล่างของกระเปาะ แสดงดังรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.8 เครื่องวัดความหนืด

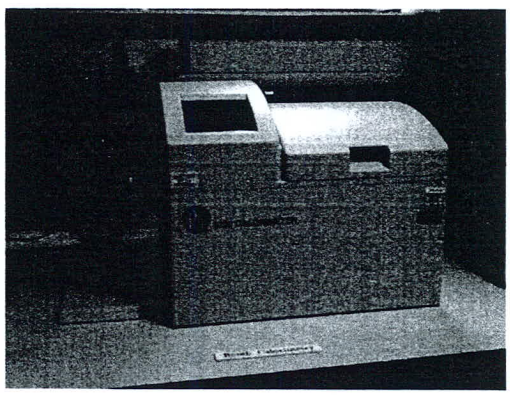
3.1.8 เครื่องวัดความถ่วงจำเพาะ

การวัดความถ่วงจำเพาะ API โดยวิธีไฮโดรมิเตอร์ (Hydrometer method) วิธีการนี้ครอบคลุมการหาความหนาแน่น (Density) ความถ่วงจำเพาะ (Gravity) และความถ่วงจำเพาะ API (API Gravity) ของน้ำมันดิบ ผลิตภัณฑ์น้ำมันปิโตรเลียมและส่วนผสมของน้ำมันปิโตรเลียม

กับของเหลวที่ไม่ใช่ปิโตรเลียม เครื่องมือที่ใช้เรียกว่า ไฮโดรมิเตอร์ เมื่อทราบหนึ่งค่าสามารถคำนวณค่าที่เหลือได้

3.1.9 เครื่องวัดค่าความร้อน

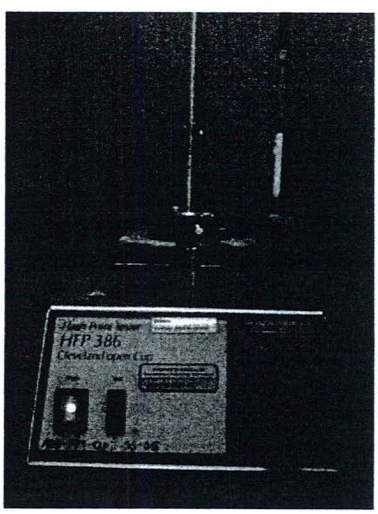
เครื่อง Parr 1341 Bomb Calorimeter เป็นเครื่องมือสำหรับวิเคราะห์หาปริมาณความร้อนของสารอินทรีย์ที่เกิดการเผาไหม้สมบูรณ์ ซึ่งเป็นระบบปิดจึงไม่มีการสูญเสียความร้อน (adiabatic) อุณหภูมิวัดด้วยเทอร์โมมิเตอร์ที่ละเอียดถึง 0.0001°C



รูปที่ 3.9 เครื่องวัดค่าความร้อน

3.1.8 เครื่องวัดจุดวาบไฟ

เครื่องวิเคราะห์จุดวาบไฟแบบ Pensky Martens opened Cup Tester วิธีทดสอบที่มีของเหลวที่มีจุดวาบไฟ ดังรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 เครื่องวัดจุดวาบไฟ

3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 น้ำมันปาล์มโอเลอิน (RPO) จากบริษัท มรกตอินดัสตรี้ส์ จำกัด

3.2.2 น้ำมันปาล์มใช้แล้ว (UPO)

3.2.3 เอทานอล (Ethanol commercial grade, 96%)

3.2.4 เมทิลเฮปตะเดคาโนเอต (Methyl heptadecanoate)

3.2.5 นอร์มอลเฮปเทน (n-heptane)

3.2.6 ปิโตรเลียมอีเทอร์

3.2.7 โบรอนไตรฟลูออไรด์/เมทานอล

3.3 การดำเนินการทดลอง

3.3.1 ผสมน้ำมันปาล์มหรือน้ำมันปาล์มใช้แล้วกับเอทานอลตามอัตราส่วนที่กำหนด และให้ความร้อนกับถังเกลือหลอมเหลวอุณหภูมิได้ตามที่ต้องการ

3.3.2 เมื่อได้อุณหภูมิตามที่กำหนดจึงป้อนสารผสมระหว่างเอทานอลกับน้ำมันพืชตามอัตราการไหลที่กำหนดด้วยปั๊มแรงดันสูง

3.3.3 เมื่ออัตราการไหลของสารขาเข้าและขาออกใกล้เคียงกัน เพิ่มความดันของระบบด้วยการปรับหมุนวาล์ว เมื่อความดันของระบบคงที่และได้ค่าตามที่ต้องการแล้วปล่อยให้ระบบเข้าสู่สถานะคงตัว (Steady state) เวลาประมาณหนึ่งชั่วโมงครึ่ง ทำการเก็บตัวอย่างประมาณ 10-15 นาทีทุกการทดลองและได้ปริมาณสารตัวอย่างประมาณ 30-50 มิลลิลิตร

3.3.4 นำสารตัวอย่างที่ได้จากการทดลองไประเหยเอทานอลออกด้วยเครื่องระเหยแบบหมุนที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส ความดัน 100 มิลลิบาร์และเวลา 15 นาที แล้วนำไปหาร้อยละผลได้ของเอทิสเอสเทอร์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟ

ตารางที่ 3.1 ภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณเอทิลเอสเทอร์

Condition	Value
Carrier Gas (He) Flow rate	1.0 ml/min
Make Up Gas (He) Pressure	80 kPa
Hydrogen and Air Pressure (For FID)	60 and 10 kPa
Detector Temperature	250°C
Spilt Ratio	1:20
Injection Temperature	250°C
Inject Volume	0.2 µL
Column Initial Temperature	180°C
Temperature Program Rate	10°C/min hold 5 min
Column Final Temperature	200°C

3.4 การวิเคราะห์ปริมาณเอทิลเอสเทอร์

สารตัวอย่างที่ได้จากการทดลองนำมาวิเคราะห์ปริมาณเอทิลเอสเทอร์โดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ (GC) รุ่น GC-14B SPL จากบริษัท Shimazdu ซึ่งภาวะที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 3.1 เนื่องจากน้ำมันปาล์มและน้ำมันปาล์มใช้แล้วมีองค์ประกอบของกรดไขมันโดยเฉลี่ยใกล้เคียงกันมาก การทำ Calibration curve ของเอทิลเอสเทอร์จึงใช้สารมาตรฐาน ซึ่งมีปริมาณเมทิลเอสเทอร์เทียบเคียงกับปริมาณองค์ประกอบกรดไขมันของน้ำมันพืชทั้งสองชนิด โดยใช้วิธีวิเคราะห์แบบ Internal standard ในการหาปริมาณของเอทิลเอสเทอร์ โดย Internal standard ที่ใช้คือสารเมทิลเฮปตะเดคาโนเอต ($C_{18}H_{36}O_2$) และนอร์มอลเฮปเทน (n-heptane) เป็นตัวทำละลาย ตัวอย่างโครมาโทกราฟที่ได้แสดงในภาคผนวก ข

3.5 การวิเคราะห์สมบัติทางเชื้อเพลิง

ไบโอดีเซลที่ผลิตได้จากภาวะที่เหมาะสมนำมาวิเคราะห์สมบัติทางเชื้อเพลิงตามค่ามาตรฐาน ASTM ที่แสดงไว้ในตารางที่ 3.2 และรายละเอียดของวิธีการวิเคราะห์แสดงในภาคผนวก ก

ตารางที่ 3.2 มาตรฐานการวิเคราะห์สมบัติของไบโอดีเซล

สมบัติ	มาตรฐาน ASTM	ค่ามาตรฐาน
ค่าความหนืด (Kinetic Viscosity)	D445	3.5-5 mm^2/s
ความถ่วงจำเพาะ API (API Gravity)	D1298	0.86-0.90 g/cm^3
ค่าความร้อน (Heating Value)	D240	-
จุดวาบไฟ (Flash Point)	D93	สูงกว่า 120°C
ค่าดัชนีซีเทน (Cetane Index)	D976	51