หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3

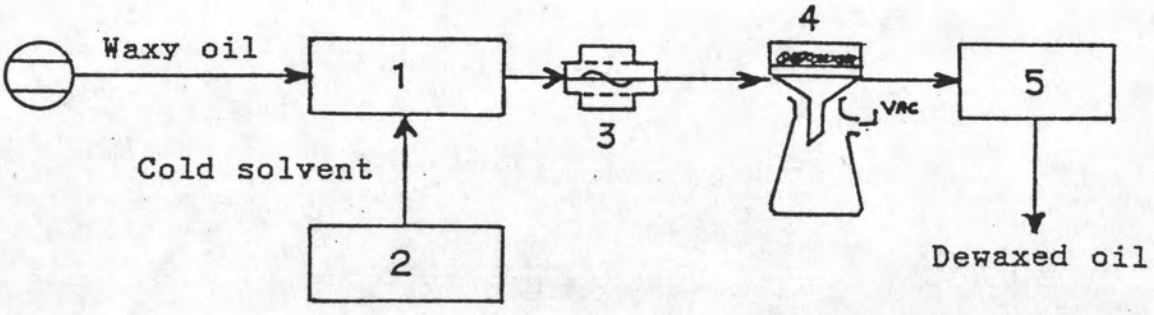
อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 สารที่ใช้ในการทดลอง

- น้ำมันเตาใสหนักของโรงกลั่นน้ำมันฝางที่ถูกแยกไขออกบางส่วน
- น้ำมันเตาใสเบาของโรงกลั่นน้ำมันฝางที่ถูกแยกไขออกบางส่วน
- เมทิลเอทิลคีโตน (methyl ethyl ketone, MEK) commercial grade ของบริษัทเชลล์แห่งประเทศไทย
- โทลูอีน (toluene) commercial grade ของบริษัทเชลล์แห่งประเทศไทย
- furfural commercial grade จากจีนแดง

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง แบ่งออกเป็นส่วนได้ดังนี้

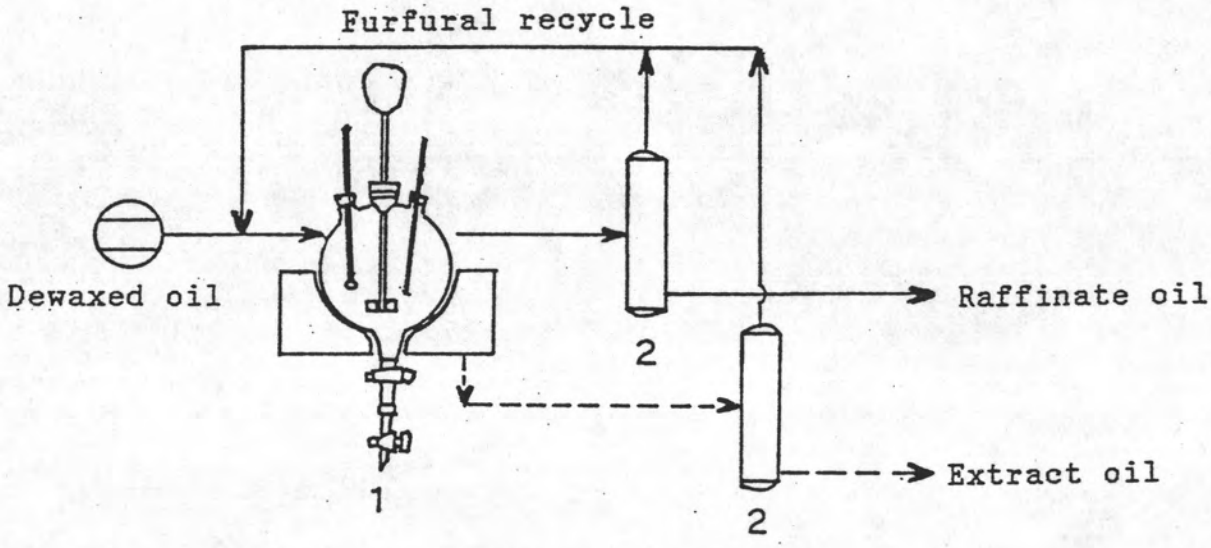
3.2.1 อุปกรณ์ในกระบวนการแยกไขออกจากน้ำมันด้วยตัวทำละลาย อุปกรณ์ที่ใช้ในขั้นตอนนี้ แบ่งออกเป็นส่วนใหญ่ ดังรูปที่ 3.1



1 Crystallizer; 2 Solvent chiller; 3 Scraped surface chiller; 4 Vacuum filter; 5 Solvent recovery

รูปที่ 3.1 กระบวนการแยกไขด้วยตัวทำละลาย

3.2.2 อุปกรณ์ในกระบวนการสกัดน้ำมันด้วยตัวทำละลาย อุปกรณ์ที่ใช้แบ่งออกได้เป็น 2 ส่วน ดังรูปที่ 3.2



1 Single-stage extractor; 2 Solvent recovery

รูปที่ 3.2 กระบวนการสกัดน้ำมันด้วยตัวทำละลาย

3.2.3 อุปกรณ์ที่ใช้วิเคราะห์ ดังนี้

(1) ^{13}C-NMR spectroscopy - เครื่อง JEOL model FX 90Q

(2) Thermogravimetric balance (TG) - เครื่อง Shimazu model DT-30

3.3 <u>วิธีทดลอง</u>

<u>การแยกไขออกจากน้ำมันด้วยตัวทำละลาย</u> มีขั้นตอนการทดลองดังนี้

3.3.1 หาสมบัติทางกายภาพบางประการของน้ำมันเตาใสหนัก และน้ำมันเตาใสเบา

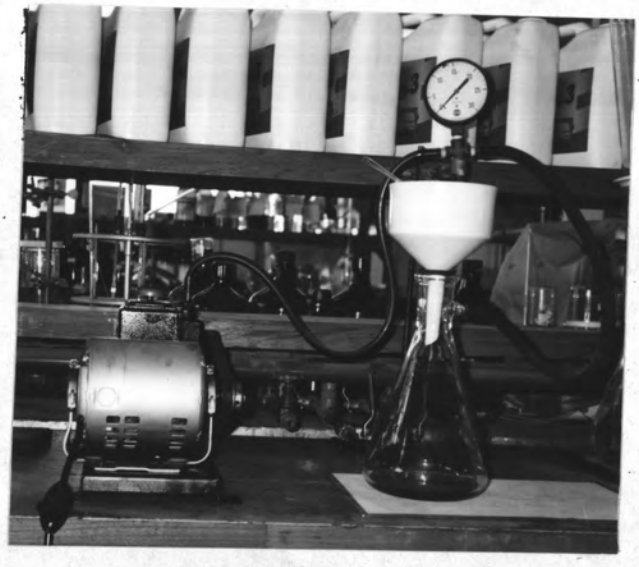
หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Crystallizer

Solvent chiller

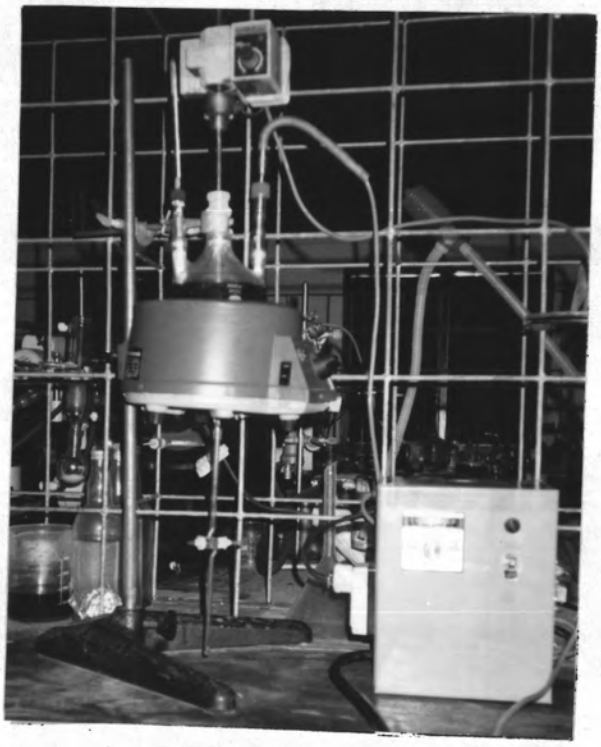
รูปที่ 3.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในกระบวนการแยกไขด้วยตัวทำละลาย

Scraped surface chiller



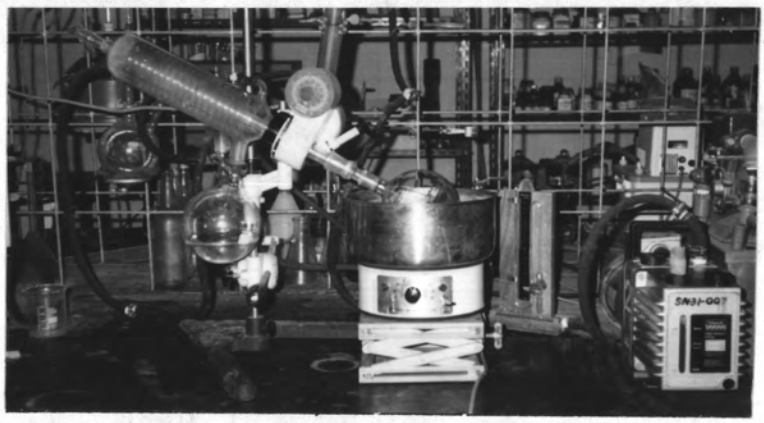
Vacuum filter

รูปที่ 3.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในกระบวนการแยกไขด้วยตัวทำละลาย (ต่อ)



Single-stage extractor

รูปที่ 3.4 อุปกรณ์ที่ใช้ในกระบวนการสกัดด้วยตัวทำละลาย



Solvent recovery

รูปที่ 3.4 อุปกรณ์ที่ใช้ในกระบวนการสกัดด้วยตัวทำละลาย (ต่อ)

น้ำมันก่อนการสกัด

น้ำมันภายหลังการสกัดด้วยตัวทำละลาย

รูปที่ 3.5 ลักษณะน้ำมันก่อนและหลังการสกัดด้วยตัวทำละลาย

อันได้แก่ จุดไหลเท ความถ่วงจำเพาะ ความหนืดคิเนมาติก (kinematic viscosity) ที่อุณหภูมิ 40 และ 100 °ซ ค่าดรรชนีความหนืด

3.3.2 ศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อประสิทธิภาพการแยกไขด้วยตัวทำละลาย โดยใช้ตัวทำละลายผสมของ MEK ผสมกับ toluene ในอัตราส่วน 1:1 ขั้นตอนการทำการทดลองดังรูปที่ 3.1 อุ่นน้ำมันเตาใสหนักที่อุณหภูมิ ประมาณ 45 °ซ เพื่อละลายผลึกไขที่อยู่ในน้ำมัน แล้วเทน้ำมันลงในอุปกรณ์ตกผลึก (crystallizer) เปิดมอเตอร์ให้ใบกวนหมุน จากนั้นค่อย ๆ เติมตัวทำละลายผสมที่ถูกทำให้เย็นจนถึงอุณหภูมิของการแยกไขที่กำหนดในอุปกรณ์หล่อเย็นตัวทำละลาย (dilution solvent chiller) โดยที่อัตราการเติมตัวทำละลายผสมที่เย็นนั้นจะมากในช่วงแรกและค่อย ๆ ลดลง เพื่อให้น้ำมันกับตัวทำละลานที่เย็นผสมเข้ากันในทันทีนั้นอัตราการหมุนของใบกวนจะต้องเพิ่มมากขึ้นเมื่อน้ำมันมีการตกผลึกไขเกิดขึ้น นำของผสมที่ได้ซึ่งมีผลึกไขเกิดขึ้นบางส่วนไปลดอุณหภูมิให้ถึงอุณหภูมิของการแยกไขที่กำหนดในอุปกรณ์ถ่ายเทความร้อนแบบผิว (scraped surface chiller) โดยที่มีการกวนอย่างช้า ๆ เพื่อป้องกันการเกาะของผลึกไขที่ผิวของอุปกรณ์ เมื่อของผสมมีอุณหภูมิลดลงจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการแล้ว กรองแยกผลึกไขออกทีละน้อยโดยใช้ชุดกรองสุญญากาศซึ่งใช้กรวย-กรองแบบ Buchner ใช้กระดาษกรอง Whatman No.1 เป็นตัวกลางในการกรอง และเพื่อป้องกันการอุดตันของผลึกไขบนกระดาษกรองจะต้องมีการขูดเอาไขบนกระดาษกรองออกทุกครั้งของการกรอง นำส่วนที่กรองได้ (filtrate) ไปกลั่นแยกตัวทำละลายออกโดยใช้เครื่องกลั่นสุญญากาศ วิเคราะห์หาจุดไหลเทของน้ำมันที่ผ่านการแยกไขแล้ว และคำนวณหาร้อยละโดยน้ำหนักของน้ำมันที่แยกไขแล้ว ในการทดลองจะศึกษาผลตัวแปรต่อประสิทธิภาพการแยกไขออกจากน้ำมันดังนี้

(1) ศึกษาผลของอัตราส่วนของตัวทำละลายผสมต่อน้ำมันเตาใสหนัก โดยศึกษาที่อัตราส่วนโดยปริมาตรของน้ำมันเตาใสหนักต่อตัวทำละลายผสมเท่ากับ 1/2, 1/3, 1/4, 1/5 และ 1/6 โดยให้ตัวแปรอื่น ๆ คงที่

(2) ศึกษาผลของอุณหภูมิของการตกผลึกไข โดยใช้สภาวะของอัตราส่วนของตัวทำละลายผสมต่อน้ำมันเตาใสหนักที่เหมาะสมในข้อ (1) และให้ตัวแปรอื่น ๆ คงที่ แล้วทำการตกผลึกไขที่อุณหภูมิ -20, -15, -10, -5, 0, 5 °ซ ตามลำดับ

(3) ศึกษาผลของจำนวนครั้งของการตกผลึกไข โดยใช้สภาวะที่เหมาะสมในข้อ (1) และ (2) โดยการนำส่วนที่กรองแยกได้ (filtrate) นำกลับไปแยกไขที่อุณหภูมิแยกไขนั้น ๆ ซ้ำอีกในอุปกรณ์ถ่ายเทความร้อนแบบผิว

3.3.3 หาสภาวะที่เหมาะในการลดจุดไหลเทของน้ำมันเตาใสหนักและน้ำมันเตาใสเบา เพื่อใช้เป็นน้ำมันตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษาสกัดน้ำมันด้วยตัวทำละลายต่อไป

<u>การสกัดน้ำมันด้วยตัวทำละลาย</u> มีขั้นตอนการทดลองดังนี้

3.3.4 หาสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมีบางประการของน้ำมันเตาใสหนัก และน้ำมันเตาใสเบา (ที่ผ่านกระบวนการแยกไขภายใต้สภาวะที่เหมาะสม) อันได้แก่ ความถ่วงจำเพาะ จุดไหลเท จุดวาบไฟ สีของน้ำมัน ความหนืดคิเนมาติกที่อุณหภูมิ 40 และ 100 °ซ ค่าดรรชนีความหนืด ค่า V.G.C. % สารประกอบที่ถูกออกซิไดซ์ (oxidation compounds) และองค์ประกอบของน้ำมันในรูป $\%C_A$, $\%C_P$ และ $\%C_N$

3.3.5 ศึกษาสมดุลของการสกัดน้ำมันด้วยตัวทำละลายที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยใช้ furfural เป็นตัวทำละลาย กระบวนการสกัดน้ำมันด้วยตัวทำละลาย ดังรูปที่ 3.7 เตรียมอนุกรมตัวอย่างการสกัดน้ำมันด้วยตัวทำละลายที่อุณหภูมิหนึ่ง ๆ โดยเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนระหว่างน้ำมันกับตัวทำละลายระหว่าง 65/35 ถึง 15/85 ทำการสกัดในรูปแบบการสกัดแบบไม่ต่อเนื่องขั้นตอนเดียว (single-stage batch extraction) อุณหภูมิที่ใช้ศึกษาสมดุล ได้แก่ 60, 80, 100 และ 120 °ซ ทำการทดลองดังนี้

นำแต่ละตัวอย่างมาทำให้เกิดสมดุลที่อุณหภูมิที่กำหนด โดยกวนให้น้ำมันกับตัวทำละลายผสมกันที่อุณหภูมิผสมกันเป็นเนื้อเดียวในอุปกรณ์สกัดแบบไม่ต่อเนื่องขั้นตอนเดียว (single-stage batch extractor) จากนั้นลดอุณหภูมิลงจนถึงอุณหภูมิสมดุลนั้น ๆ แล้วทิ้งให้เกิดการแยกชั้นของของเหลวอย่างสมบูรณ์โดยไม่มีการกวน แยกแต่ละเฟสมาชั่งน้ำหนัก ทำการแยกตัวทำละลายออกจากแต่ละเฟสโดยการกลั่นภายใต้ความดันต่ำ ชั่งน้ำหนักของน้ำมันที่เหลืออยู่ในแต่ละเฟส คำนวณหาร้อยละโดยปริมาตรที่ 15 °ซ ของน้ำมันและตัวทำละลายในแต่ละเฟส

3.3.6 หาร้อยละโดยปริมาตรที่ 15 °ซ ของน้ำมันภายหลังการสกัดด้วยตัวทำละลาย และวิเคราะห์สมบัติของน้ำมันภายหลังการสกัดด้วยตัวทำละลายเช่นเดียวกับข้อ 3.3.4

3.3.7 นำข้อมูลที่ได้มาศึกษาผลของตัวแปรอุณหภูมิของสมดุลการสกัด และอัตราส่วนระหว่างน้ำมันกับตัวทำละลาย ที่มีผลต่อประสิทธิภาพการสกัดน้ำมันด้วยตัวทำละลาย

3.3.8 วิธีวิเคราะห์ ใช้วิธีวิเคราะห์ดังนี้

(1) ร้อยละโดยปริมาตรที่ 15 °ซ อาศัยน้ำหนักและความถ่วงจำเพาะที่ 15 °ซ

(2) ความถ่วงจำเพาะ (specific gravity) โดยใช้วิธี ASTM D-97

(3) ความหนืดคิเนมาติก (kinematic viscosity) โดยวิธี ASTM D-445

(4) ค่าดรรชนีความหนืด (viscosity index) โดยวิธี ASTM D-567

(5) จุดวาบไฟ (flash point) โดยวิธี ASTM D-92

(6) จุดไหลเท (pour point) โดยวิธี ASTM D-97

(7) สีของน้ำมัน (oil colour) โดยวิธี ASTM D-1500

(8) ค่า V.G.C. โดยวิธีของ Hill และ Coats

(9) เปอร์เซนต์สารที่ถูกออกซิไดส์ (% oxidative compounds) โดยวิธี Thermogravimetric balance (TG)

(10) องค์ประกอบของน้ำมันในรูป $\%C_A$, $\%C_P$ และ $\%C_N$ โดยวิธี ^{13}C-NMR

3.3.9 ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างองค์ประกอบของน้ำมันในรูป $\%C_A$ กับ เปอร์เซนต์ของสารประกอบที่ถูกออกซิไดส์ (O.C.) ของน้ำมันเตาใสหนักและน้ำมันเตาใสเบาภายหลังการสกัดด้วยตัวทำละลาย