

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 สารที่ใช้ในการทดลอง

- น้ำมันเตาใสหนักจากโรงกลั่นน้ำมันผาง มีจุดไหลเทประมาณ 51 °ซ และมีปริมาตรไฮโดรคาร์บอนประมาณ 47.46 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

- เมทิลเอทิลคีโตน (methyl ethyl ketone, MEK) commercial grade ของบริษัทเชลล์แห่งประเทศไทย

- โทลูอีน (toluene) commercial grade ของบริษัทเชลล์แห่งประเทศไทย

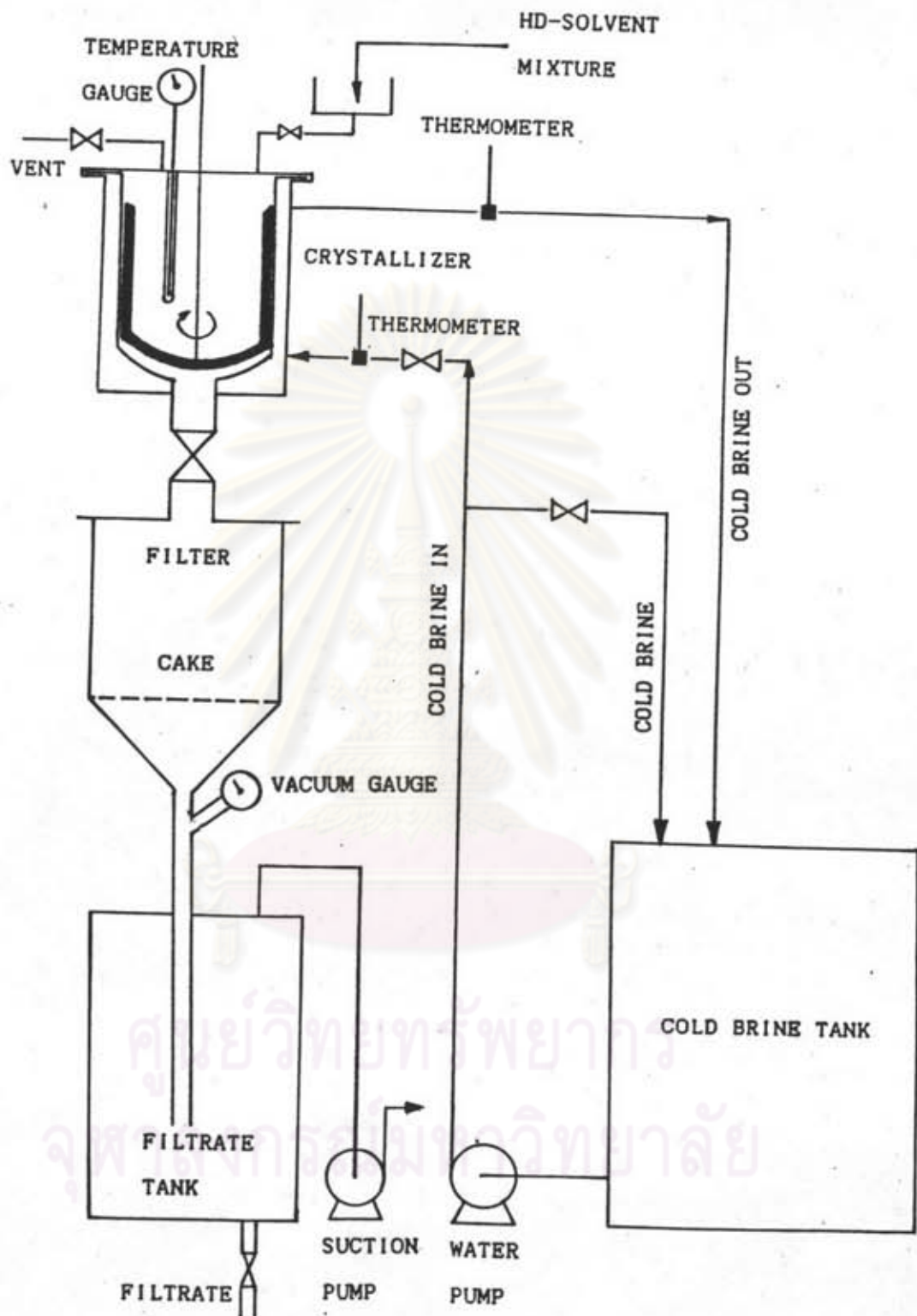
- ไดเอทิลอีเทอร์ (diethyl ether) commercial grade

- เอทิลแอลกอฮอล์ (ethyl alcohol) 95 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรของ

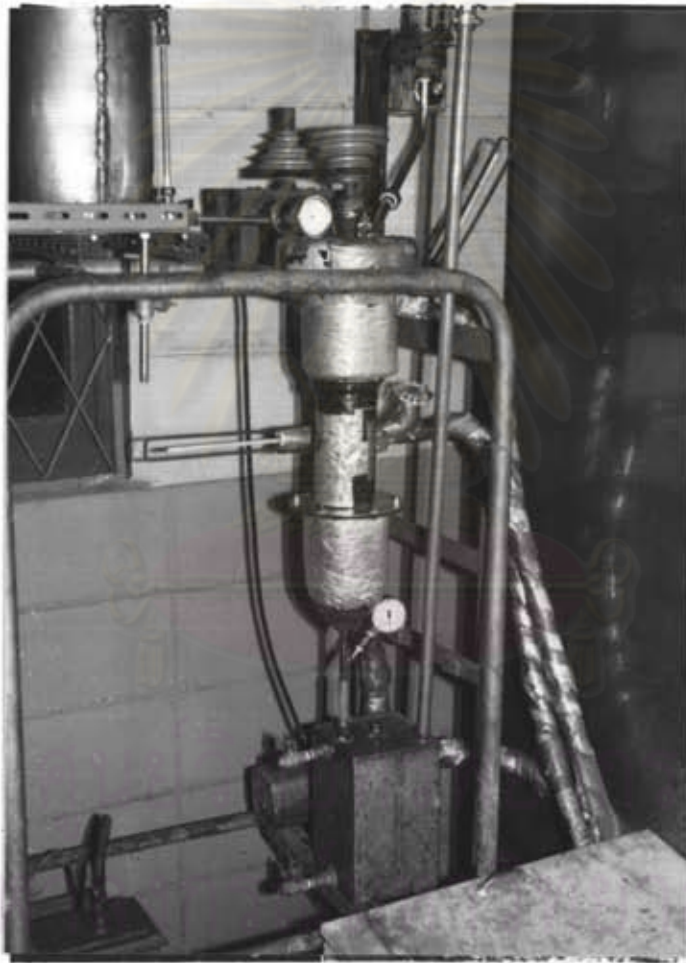
กรมสรรพสามิต

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง แบ่งออกได้เป็น 3 ส่วนใหญ่ๆ ดังรูปที่ 3.1 และ 3.2 ดังนี้

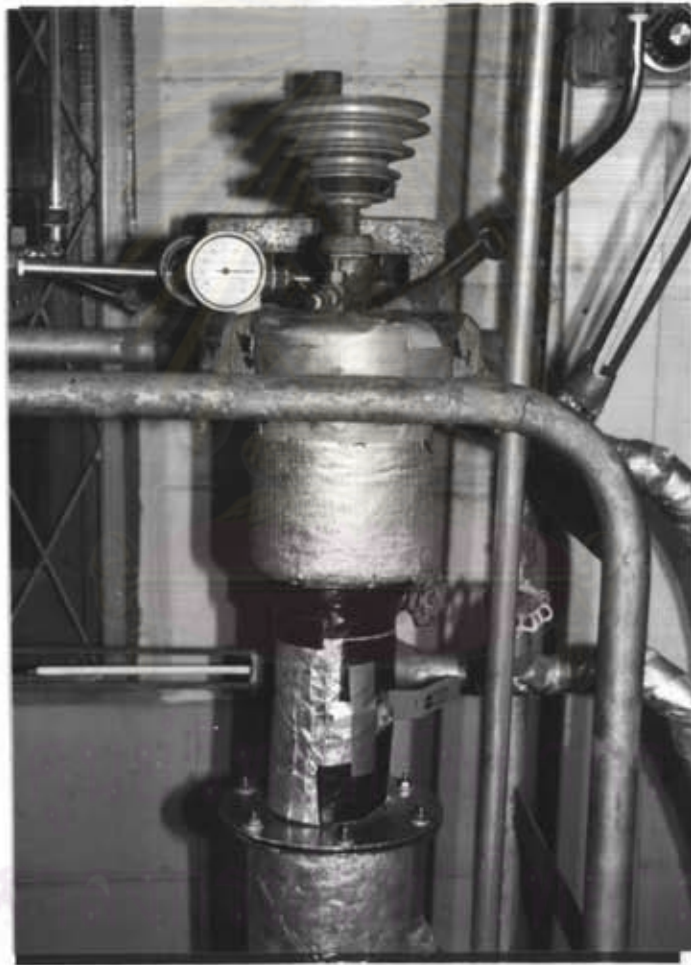
3.2.1 เครื่องตกผลึก (crystallizer) มีลักษณะดังรูปที่ 3.1 และ 3.3 เป็นถังทรงรูปทรงกระบอกที่ทำด้วยเหล็กปลอดสนิมเส้นผ่านศูนย์กลางของทรงกระบอก 10 เซนติเมตร สูง 14 เซนติเมตร ปริมาตรของถัง 1.1 ลิตร และมีพื้นที่ผิว 520 ตารางเซนติเมตร ที่ก้นถังจะโค้งมนและมีท่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3.2 เซนติเมตร (1 1/4 นิ้ว) พร้อมวาล์วต่ออยู่สำหรับเป็นทางออกของของผสมไปที่กรวยกรองเพื่อทำการกรอง รอบนอกของถังจะหุ้มด้วย jacket ซึ่งมีทางเข้าออกสำหรับสารทำความเย็นเพื่อถ่ายเทความร้อนให้ของผสมและมีเทอร์มอมิเตอร์ติดอยู่เพื่อวัดอุณหภูมิของสารทำความเย็น ด้านบนของถังจะปิดด้วยฝาเหล็กปลอดสนิม ที่ฝาปิดนี้จะมีช่องระบายอากาศพร้อมวาล์วเปิดปิด มีเทอร์มอมิเตอร์แบบเกจ (gauge) ช่วง -40 ถึง 40 °ซ ติดอยู่เพื่อวัดอุณหภูมิของของผสมที่อยู่ในถังโดยเทอร์มอมิเตอร์นี้จะจุ่มอยู่ในเปลือก (thermowell) ซึ่งยื่นลงไปในถังภายในเปลือกบรรจุด้วยน้ำเกลือเข้มข้นประมาณ 20 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีท่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 เซนติเมตรต่อไว้สำหรับใส่สารที่จะทำการทดลอง นอกจากนี้จะมีแกนเพลลาของใบกวนติดอยู่ที่ตรงกลางของฝาปิดซึ่งต่อเข้ากับชุดขับเคลื่อนด้วยมอเตอร์กระแสไฟสลับ 220 โวลต์ 0.25 แอมแปร์ 1/22 แรงม้า 57 รอบต่อนาที เพื่อหมุนใบกวนที่จุ่มอยู่ในถัง ใบกวนนี้มีลักษณะเป็นรูปตัวอักษรดังรูปที่ 3.1 กึ่งกลางตัวอยู่ติดกับแกนเพลลา ตัวใบกวนกว้างประมาณ 1 เซนติเมตร หนา 0.3 เซนติเมตร สูงประมาณ 12 เซนติเมตร ทำหน้าที่หมุนกวาดผลึกไซท์ที่เกาะติดอยู่ตรงผิวของถังออกเพื่อให้เกิดการถ่ายเทความร้อนดีขึ้นผลึกไซท์ไม่จับตัวเป็นก้อนใหญ่ ดังนั้นใบกวนนี้จึงถูกติดตั้งให้ตัวใบกวนชิดกับผนังของถังกวนให้มากที่สุดเพื่อที่จะทำการกวาดผลึกของไซท์ออก



รูปที่ 3.1 ลักษณะของเครื่องมือที่ใช้ในการทดลองแยกไซ



รูปที่ 3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง



รูปที่ 3.3 เครื่องตกผลึก (crystallizer)

จากผนังถังกวนให้ได้มากที่สุด ทำให้ลักษณะการทำงานของถังกวนนี้คล้ายกับการทำงานของเครื่อง ตกผลึกแบบ scraped surface

3.2.2 เครื่องกรอง (filter) ประกอบด้วยกรวยกรองที่ทำด้วยเหล็กปลอดสนิมมี ลักษณะคล้ายกรวยกรองแบบ buchner มีฝาปิดซึ่งต่ออยู่ที่ด้านล่างของถังกวนดังรูปที่ 3.4 ส่วนบน ของกรวยกรองเป็นทรงกระบอกเส้นผ่านศูนย์กลาง 11 เซนติเมตร สูง 12 เซนติเมตร มีปริมาตร 1.14 ลิตร ด้านล่างของหน้าตัดทรงกระบอกมีตะแกรงเหล็กปลอดสนิมติดอยู่สำหรับวางผ้ากรองซึ่ง ใช้เป็นตัวกลางในการกรอง ที่รอยต่อระหว่างขอบตะแกรงและทรงกระบอกปะด้วยกาวยซิลิโคนเพื่อ ป้องกันการรั่วของของผสมขณะกรอง ดังรูปที่ 3.5 คิดเป็นพื้นที่ในการกรองประมาณ 50 ตาราง- เซนติเมตร ส่วนล่างของกรวยกรองซึ่งต่อจากตะแกรงจะเป็นกรวยซึ่งมีท่อขนาด 1.2 เซนติเมตร ต่ออยู่ที่ก้นกรวย ท่อนี้จะมีทางแยกสำหรับติดเกจสุญญากาศ (vacuum gauge) เพื่อวัดความดันใน การกรอง ปลายท่อจะจุ่มอยู่ในถังซึ่งทำด้วยเหล็กปลอดสนิมสำหรับรองรับของเหลวที่ผ่านการกรอง (filtrate tank) ดังรูปที่ 3.1 ซึ่งที่ก้นถังนี้มีท่อระบายพร้อมวาล์วขนาดประมาณ 1 เซนติเมตร (3/8 นิ้ว) ต่ออยู่เพื่อไขเปิดเอาของเหลวที่ผ่านการกรองออกไปวิเคราะห์ ส่วนด้านบนของถังจะมีท่อขนาดประมาณ 2 เซนติเมตร (3/8 นิ้ว) ต่อออกไปที่ปั๊มสุญญากาศ 220 โวลท์ ขนาด 1/4 แรงม้า 2.7 แอมแปร์

3.2.3 ถังน้ำเกลือเย็น (cold brine tank) ดังรูปที่ 3.1 ประกอบด้วยถัง สี่เหลี่ยมสองชั้น ตรงกลางมีฉนวนกันความร้อนบรรจุอยู่ ถังชั้นในมีปริมาตรประมาณ 60 ลิตร บรรจุ ด้วยน้ำเกลือเย็นที่มีความเข้มข้นประมาณ 25 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีท่อขนาด 1.2 เซนติเมตร (1/2 นิ้ว) ต่อไปยังปั๊ม 220 โวลท์ 2.5 แอมแปร์ 250 วัตต์ ซึ่งสามารถปั้มน้ำได้สูงสุด 40 ลิตรต่อนาที เพื่อปั้มน้ำเกลือเย็นเข้าไปที่ด้านล่างของ jacket เพื่อหล่อเย็นของผสมในถังกวน แล้วน้ำเกลือเย็นจะไหลออกทางด้านบนของ jacket ที่ทางเข้าออกของน้ำเกลือเย็นจะมีเทอร์โม- มิเตอร์ติดอยู่เพื่อวัดอุณหภูมิ นอกจากนี้จะมีทางแยกที่ก่อนทางเข้า jacket สำหรับน้ำเกลือเย็น ไหลย้อนกลับ และมีวาล์วขนาด 1.2 เซนติเมตร (1/2 นิ้ว) 2 ตัวติดที่ปากทางเข้า jacket และหลังท่อแยกไหลกลับเพื่อปรับอัตราการไหลของน้ำเกลือเย็นให้ได้ตามต้องการ

ทั้งเครื่องตกผลึก กรวยกรองและท่อน้ำเกลือเย็นจะหุ้มด้วยฉนวนเพื่อป้องกันการสูญเสีย ความร้อน

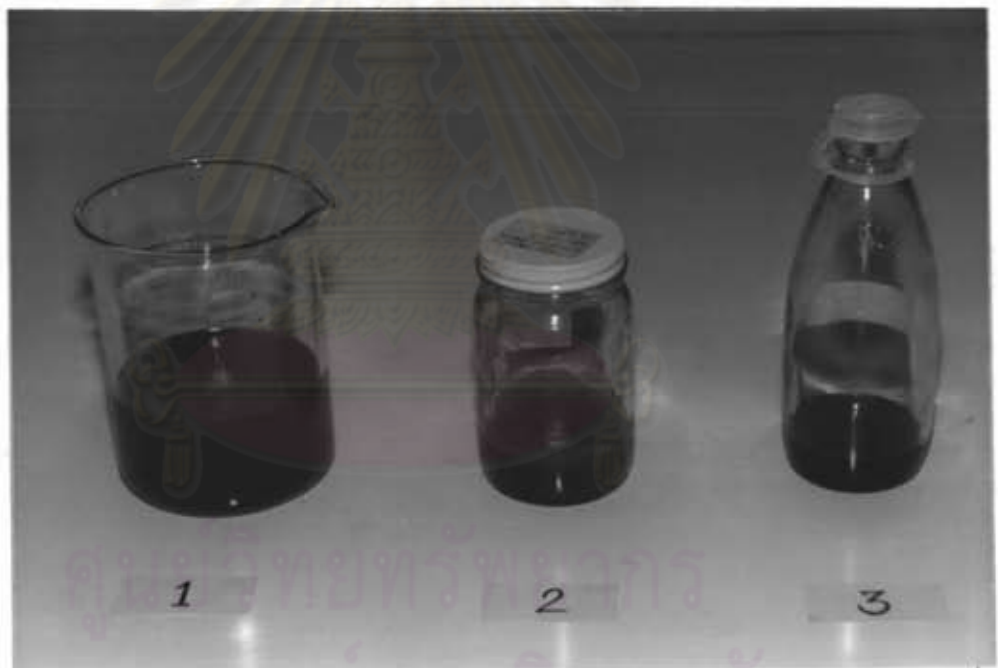


รูปที่ 3.4 กรวยกรอง (filter)



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 3.5 ลักษณะของตะแกรงภายในกรวยกรอง



รูปที่ 3.6 ตัวอย่างของน้ำมันดีเซลที่เลขชนิดหนัก [1] ไชที่แยกได้ [2]
และน้ำมันที่แยกไชออกบางส่วน [3]

3.3 วิธีทดลอง แบ่งออกเป็นขั้นตอนดังนี้

3.3.1 หาสมบัติทางกายภาพบางประการของน้ำมันดิสทิลเลชันชนิดหนัก อันได้แก่ ปริมาณไซที่ปนอยู่ในน้ำมัน จุดไหลเทและความถ่วงจำเพาะ (specific gravity) กับความหนืดคิเนมาติก (kinematic viscosity) ที่อุณหภูมิต่างๆตามวิธีมาตรฐานในภาคผนวก ก.

3.3.2 หาสภาวะที่เหมาะสมในการแยกไซ เมื่อประกอบเครื่องมือดังรูปที่ 3.1 แล้ว เตรียมของผสมของน้ำมันดิสทิลเลชันชนิดหนักและตัวทำละลายให้มีปริมาตรรวม ๑.๘ ลิตร อุ่นให้ของผสมละลายเป็นสารละลายเนื้อเดียวกันหมด แล้วเทใส่ลงในถังกวน เปิดมอเตอร์ให้ใบกวนหมุนที่อัตราการหมุน 15๐ รอบต่อนาทีคงที่ตลอดทุกการทดลอง จากนั้นปั้มน้ำเกลือเย็นเข้าไปหล่อเย็นและเริ่มจับเวลาของการหล่อเย็นพร้อมทั้งปรับอัตราการไหลของน้ำเกลือเย็นให้เหมาะสมด้วยวาล์วที่ทางไหลเข้าและทางไหลแยกกลับ เพื่อให้ได้อัตราการลดอุณหภูมิของของผสมตามต้องการ เมื่อของผสมในถังกวนมีอุณหภูมิลดลงจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการแล้ว เปิดปั้มน้ำเกลือเย็นและเปิดวาล์วกันถังกวนให้ของผสมไหลลงในกรวยกรองเพื่อกรองแยกผลึกไซ โดยใช้ความดันตกในการกรองที่สูงที่สุดคือ 4 นิ้วปรอท เพื่อให้อัตราการกรองเร็วที่สุดและอุณหภูมิของผสมเปลี่ยนแปลงน้อยที่สุด หลังจากกรองเสร็จโดยสังเกตจากความดันตกในการกรองเป็นศูนย์ หยุดเดินเครื่องทั้งหมดแล้วเปิดกรวยกรองนำเค็กลงของไซออกและเปิดวาล์วกันถัง filtrate เพื่อนำ filtrate ออก ทั้งเค็กลงของไซและ filtrate จะนำไปวิเคราะห์โดยกลั่นแยกตัวทำละลายออก วิเคราะห์หาปริมาณไซ หากจุดไหลเทของน้ำมันที่ผ่านการแยกไซแล้ว และจุดหลอมเหลวของไซที่แยกได้ตามวิธีมาตรฐานในภาคผนวก ก. ทำการทดลองเช่นนี้เพื่อศึกษาถึงผลและสภาวะที่เหมาะสมของตัวแปรต่างๆคือ

(1) ศึกษาผลของอัตราส่วนตัวทำละลาย คืออัตราส่วนร้อยละโดยปริมาตรที่อุณหภูมิ 2๐ °ซ ระหว่าง MEK/toluene โดยให้ตัวแปรอื่นๆคงที่ และเปลี่ยนอัตราส่วนของ MEK/toluene ไปเรื่อยๆดังนี้ ๐/10๐, 2๐/8๐, 4๐/6๐, 6๐/4๐, 8๐/2๐ และ 1๐๐/๐

(2) ศึกษาผลของอัตราส่วนของตัวทำละลายผสม (ใช้อัตราส่วนที่เหมาะสมของ MEK/toluene ที่ได้จากข้อ (1) เป็นตัวทำละลายผสม) ต่อน้ำมันดิสทิลเลชันชนิดหนักที่อัตราส่วนโดยปริมาตรของน้ำมันดิสทิลเลชันชนิดหนักต่อตัวทำละลายผสม (HD/solvent) เท่ากับ 1/8, 1/1๐, 1/12, 1/14, 1/16 และ 1/18 ที่ 6๐ °ซ โดยให้ตัวแปรอื่นๆคงที่

(3) ศึกษาผลของอุณหภูมิที่ตกผลึกไซ โดยใช้สภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากข้อ (1) และ (2) และให้ตัวแปรอื่นๆคงที่ แล้วทำการตกผลึกไซที่อุณหภูมิ -5, ๐, 5, 1๐, 15 °ซ ตามลำดับ

(4) ศึกษาผลของอัตราการลดอุณหภูมิที่ ๐.25, ๐.5๐, ๐.75, 1 และ 1.25 °ซ ต่อนาที โดยใช้สภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากข้อ (1), (2) และ (3) และให้ตัวแปรอื่น ๆ คงที่

3.3.3 ทดลองตกผลึกและกรองไซแบบต่อเนื่องที่สภาวะเหมาะสมที่ได้จากข้อ 3.3.2 โดยค่อยๆเปิดวาล์วกันถังกวนให้ของผสมค่อยๆไหลลงมากกรองที่ละน้อย

3.3.4 ศึกษาความต้านทานในการกรองของเค้กของไซ โดยใช้สภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากข้อ 3.3.2 การทดลองส่วนนี้จะทดลองโดยใช้ขวดแก้วสำหรับต่อกับชุดสุญญากาศ (suction flask) ขนาดความจุ 1 ลิตร ซึ่งมีขีดวัดระดับของเหลวแทนถัง filtrate ขณะกรองจะอ่านค่าปริมาณของ filtrate และเวลาตั้งแต่เริ่มกรองเป็นช่วง ๆ แล้วนำข้อมูลไปสร้างกราฟและคำนวณหาค่าเฉลี่ยของความต้านทานในการกรองของเค้กของไซ (average cake resistance, α_{av})

3.3.5 ศึกษาสมมูลของระบบน้ำมัน ไซ และตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 28.5, 20, 10, 5 และ 0 °C ในห้องปฏิบัติการโดยผสมน้ำมันดิสทิลเลทกับตัวทำละลายผสม MEK/toluene (ใช้อัตราส่วนที่เหมาะสมที่ได้จากข้อ (1) ในหัวข้อ 3.3.2) ที่อัตราส่วนต่างๆและทำให้เย็นจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการแล้วกรองด้วยชุดกรองสุญญากาศซึ่งใช้กรวยกรองแบบ Buchner ใช้กระดาษกรอง Whatman No. 1 เป็นตัวกลางในการกรอง พยายามทำการกรองให้เร็วที่สุด เพื่อให้อุณหภูมิของของผสมเปลี่ยนน้อยที่สุด นำเค้กของไซและ filtrate ที่ได้ในการทดลองแต่ละครั้งไปวิเคราะห์หาปริมาณตัวทำละลาย ไซ และน้ำมัน แล้วคำนวณเป็นสัดส่วนโดยน้ำหนัก (weight fraction) เพื่อสร้างกราฟในระบบของแผนภูมิสามเหลี่ยมตามเท่า

3.3.6 ศึกษาสมบัติทางกายภาพบางประการของไซที่ได้จากการแยกและน้ำมันที่แยกไซแล้ว ที่สภาวะที่เหมาะสมข้างต้นและเปรียบเทียบกับไซบริสุทธิ์ และน้ำมันที่แทบจะปราศจากไซที่ได้จากการแยกไซออกจากน้ำมันดิสทิลเลทชนิดหนักในห้องปฏิบัติการที่อุณหภูมิ -20 °C ซึ่งสมบัติเหล่านี้ได้แก่ ความถ่วงจำเพาะ และความหนืดคิเนมาติกที่อุณหภูมิต่าง ๆ

3.3.7 วิธีวิเคราะห์ (ภาคผนวก ก) ในงานวิจัยใช้วิธีวิเคราะห์ดังนี้

- (1) ปริมาณไซที่ปนอยู่ในน้ำมัน (wax content) โดยวิธีของ Allen
- (2) ความถ่วงจำเพาะ (specific gravity) โดยวิธี ASTM D-97
- (3) ความหนืดคิเนมาติก (kinematic viscosity) โดยวิธี ASTM
- (4) จุดไหลเท (pour point) โดยวิธี ASTM D-97
- (5) จุดหลอมเหลว (melting point) โดยวิธี ASTM D-87