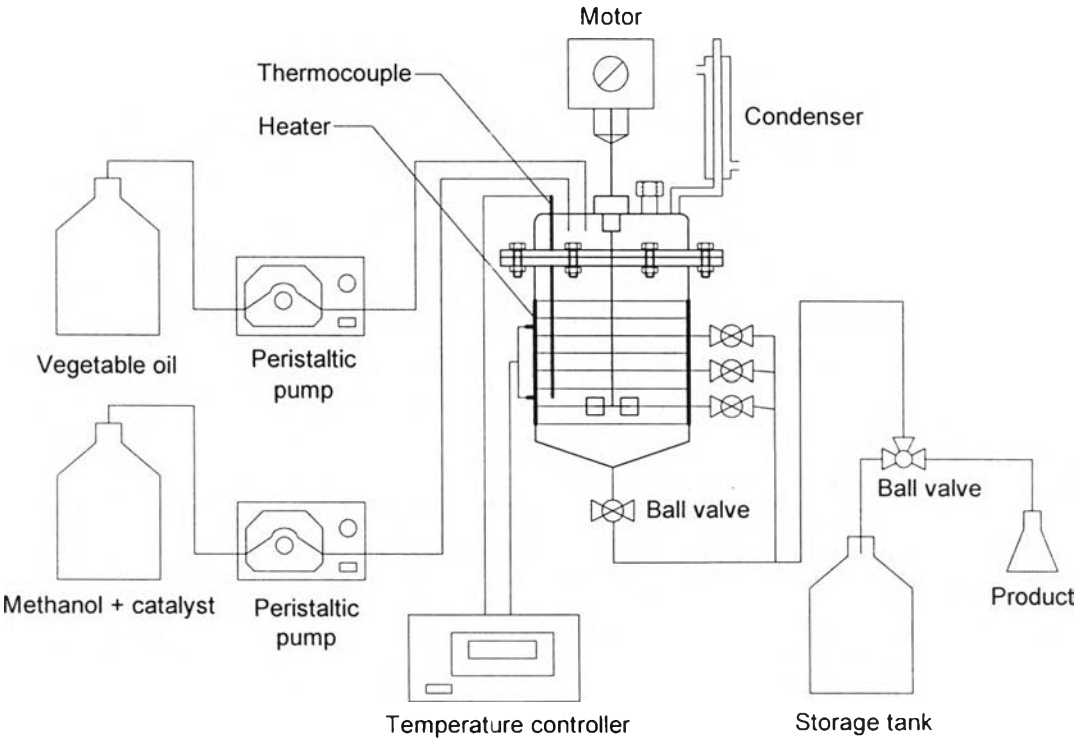
บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1. เครื่องมือในการทดลอง

เครื่องมือที่ใช้ในการทดลองผลิตไบโอดีเซลอย่างต่อเนื่องจากน้ำมันพืชเป็นเครื่องปฏิกรณ์แบบไหลผสมซึ่งออกแบบดังรูปที่ 3.1



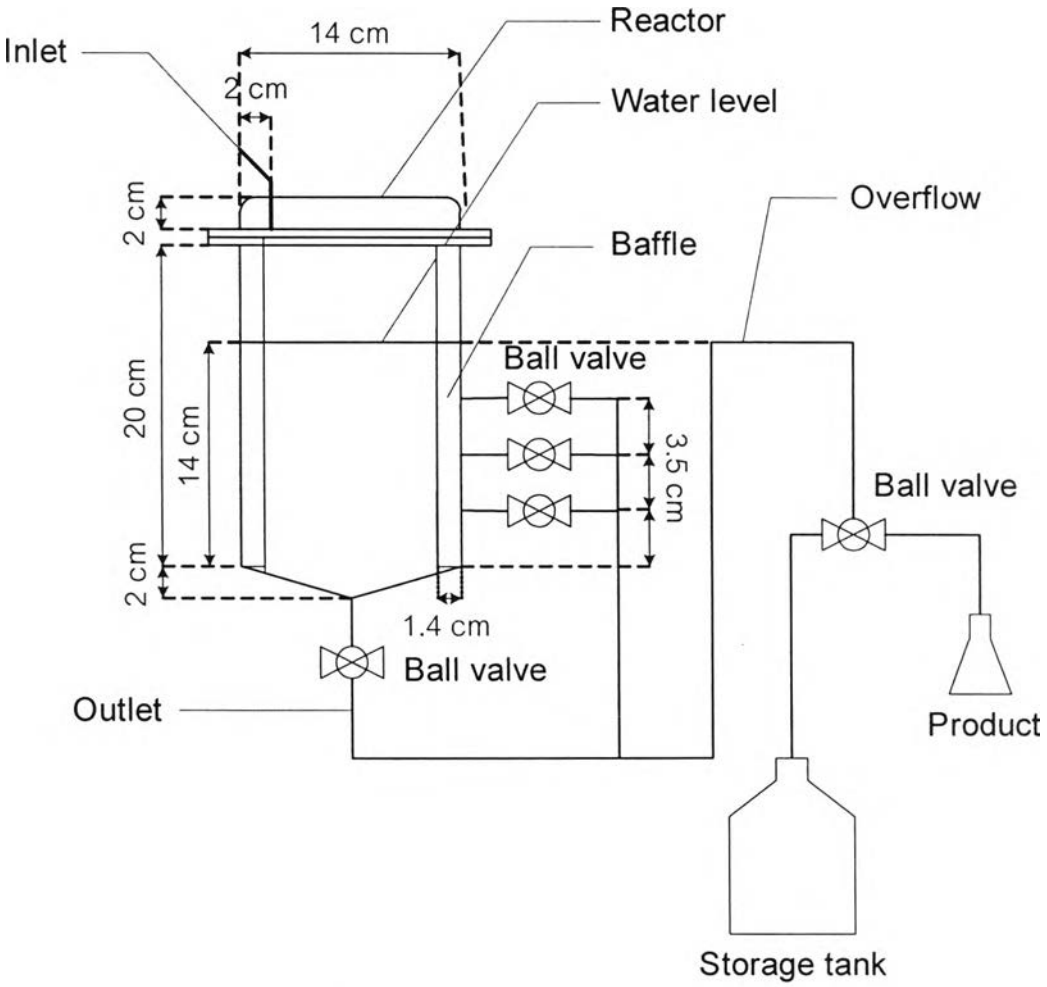
รูปที่ 3.1 แผนภาพอุปกรณ์ที่ใช้ในการผลิตไบโอดีเซลอย่างต่อเนื่อง

3.1.1. ถังปฏิกรณ์จำลอง

ถังทำจากแก้ว ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 14.8 เซนติเมตร สูง 18.5 เซนติเมตร สามารถจุปริมาตรได้สูงสุด 2600 มิลลิลิตร

3.1.2. ถังปฏิกรณ์

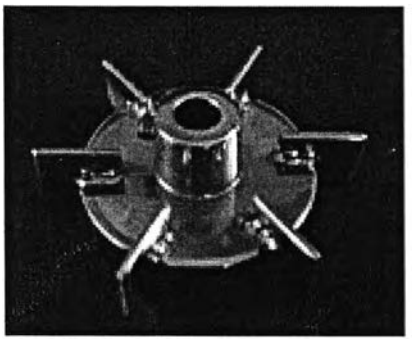
ถังทำจากเหล็กกล้าไร้สนิม เบอร์ 316 หนา 3 มิลลิเมตร ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 14 เซนติเมตร สูง 22 เซนติเมตร ปริมาตรใช้งานที่ 2000 มิลลิลิตร ซึ่งภายในถังติดตั้งแผ่นกั้นจำนวน 4 ด้าน ขนาดความกว้าง 1.4 เซนติเมตร ยาวตลอดความสูงของถัง ดังรูปที่ 3.2



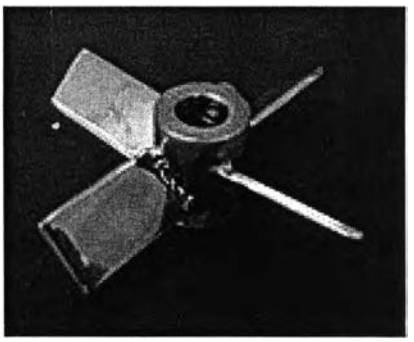
รูปที่ 3.2 ถังปฏิกรณ์ที่ใช้ในการผลิตไบโอดีเซลอย่างต่อเนื่อง

3.1.3. ใบพัดกวน

การทดลองใช้ใบพัดกวนทำจากเหล็กกล้าไร้สนิม เบอร์ 316 มี 2 แบบ ด้วยกันคือ ใบพัดกวนแบบกังหันใบ 6 ใบแบบติดบนจาน (6 blade flat blade turbine) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 50 มิลลิเมตร ตัวใบพัดกว้าง 10 มิลลิเมตร ยาว 13 มิลลิเมตร และใบพัดกวนแบบกังหัน 4 ใบแบบเอียง 45° (4 blade 45° pitched blade turbine) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 50 มิลลิเมตร ตัวใบพัดกว้าง 10 มิลลิเมตร ยาว 20 มิลลิเมตร แสดงดังภาพที่ 3.1 และ 3.2



ภาพที่ 3.1 ใบพัดกวนแบบกังหัน 6 ใบ แบบติดบนจาน



ภาพที่ 3.2 ใบพัดกวนแบบกังหัน 4 ใบ แบบเอียง 45°

3.1.4. มอเตอร์ (Motor)

จากบริษัท Kika Labortechnik รุ่น RW 20.n กำลังมอเตอร์ 70 W สามารถปรับความเร็วรอบได้ในช่วง 60-2000 รอบต่อนาที

3.1.5. เครื่องอังน้ำ (Water Bath)

จากบริษัท Heto Lab Equipment รุ่น AT Thermostat CT 52 สามารถให้ความร้อนสูงสุดได้ 100 $\pm$ 0.1 องศาเซลเซียส

3.1.5. ปั๊มรีดสาย (Peristaltic Pump)

จากบริษัท Cole Parmer Instrument Company หัวปั๊มแบบ Esay-Load II รุ่น 77200-60 ตัวปั๊ม รุ่น 7554-95 สามารถปรับอัตราการไหลได้ในช่วง 0.06 ถึง 2900 $\pm$ 0.01 มิลลิลิตร

3.1.6. ชุดควบคุมอุณหภูมิ

ประกอบด้วยเครื่องให้ความร้อน (Heater) ขนาด 220 V 1500 W เทอร์มอคัปเปิล (Thermocouple) และ กล่องควบคุม (Controller) จาก บริษัท Maxthermo รุ่น MC-2438 ซึ่งสามารถให้อุณหภูมิสูงสุด 200 $\pm$ 0.1 องศาเซลเซียส

3.1.7. เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ (Gas Chromatograph, GC)

เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟรุ่น CP–3800 จากบริษัท Varian จำกัดประกอบกับ เครื่องฉีดตัวอย่างอัตโนมัติ (Auto injector) โดยใช้ Capillary column รุ่น DB-1 จากบริษัท J&W Scientific จำกัด ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25 มิลลิเมตร ยาว 30 เมตร ซึ่งใช้ Dimethylpolysiloxane หนา 0.25 ไมโครเมตร (μm) เป็นวัฏภาคนิ่ง (Stationary phase) ซึ่งสามารถใช้ได้ในช่วงอุณหภูมิ -60 – 325 องศาเซลเซียส (350 องศาเซลเซียส) โดยใช้ FID (Flame Ionization Detector) เป็นดีเทคเตอร์

3.2. สารที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1. น้ำมันดีเซลชนิดหมุนเร็วและหมุนช้า จากบริษัท Shell

3.2.2. น้ำมันเมล็ดในปาล์ม (Palm kernel oil) ได้รับความอนุเคราะห์จาก
บริษัท ชุมพรอุตสาหกรรมน้ำมันปาล์ม จำกัด (มหาชน) จ.ชุมพร

3.2.3. น้ำมันมะพร้าวดิบ (Coconut oil) ได้รับความอนุเคราะห์จาก
บริษัท น้ำมันมะพร้าวทับสะแก จำกัด จ.ประจวบคีรีขันธ์

3.2.4. เมทานอล (Methanol) เกรด commercial
ความบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์

3.2.5. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide) เกรด analytical Reagent
ความบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์

3.2.6. โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (Potassium hydroxide) เกรด analytical Reagent
ความบริสุทธิ์ 85 เปอร์เซ็นต์

3.2.7. กรดซัลฟิวริก (Sulphuric acid) เกรด analytical Reagent
ความบริสุทธิ์ 96 เปอร์เซ็นต์

3.2.8. โซเดียมซัลเฟต (Sodium sulfate) เกรด analytical Reagent
ความบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์

3.2.9. เดกเคน (Decane) เกรด analytical Reagent
ความบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์

3.2.10. สารมาตรฐานบริสุทธิ์ ได้แก่ เมทิลคาไพรเลต (Methyl caprylate), เมทิลลอเรต(Methyl laurate), เมทิลไมริสเตต (Methyl myristate) และ เมทิลปาล์มิเตต (Methyl palmitate) จาก บริษัท Acros Organics

3.3. ขั้นตอนการวิจัย

3.3.1. การวิเคราะห์สมบัติสารตั้งต้น

- จุดวาบไฟ (Flash Point) ตามมาตรฐาน ASTM D 93
- ค่าความหนืด (Kinematics Viscosity) ตามมาตรฐาน ASTM D 445
- ค่าความร้อน (Heating Value) ตามมาตรฐาน ASTM D 240
- ค่าความถ่วงจำเพาะ (Specific Gravity) ตามมาตรฐาน ASTM D 1298
- ค่าดัชนีซีเทน (Cetane Index) ตามมาตรฐาน ASTM D 976 ซึ่งใช้ค่าความถ่วงจำเพาะ API และค่าอุณหภูมิการกลั่นตามมาตรฐาน ASTM D 1298 และ D 2887 ตามลำดับ
- ค่ากรด (Acid Value) ตามมาตรฐาน AOCS Cd 3d-63
- ค่าสะพอนิฟิเคชัน (Saponification Value) ตามมาตรฐาน AOCS Cd 3b-76
- ค่าไอโอดีน (Iodine Value) ตามมาตรฐาน AOCS Cd 1-25
- ชนิดและปริมาณกรดไขมัน (fatty acid composition) ตามมาตรฐาน AOCS Ce 2-66 (ส่งวิเคราะห์ที่ศูนย์บริการทางวิชาการแบบเบ็ดเสร็จ กรมวิชาการเกษตร)

3.3.2. การทดลอง

3.3.2.1. การศึกษารูปแบบการไหลของใบพัดกวนแต่ละชนิดในถังปฏิกรณ์จำลองแบบกะที่ปริมาตรต่างๆ

1) อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมันเมล็ดในปาล์ม 6 ต่อ 1 ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมไฮดรอกไซด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ที่ปริมาตรรวม 1600 มิลลิลิตร

2) ให้ความร้อนแก่น้ำมันเมล็ดในปาล์มในถังปฏิกรณ์แก้วด้วยเครื่องอังน้ำ (Water bath) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

3) ติดตั้งเครื่องกวนและเครื่องควบแน่นกับถังปฏิกรณ์

4) ละลายตัวเร่งปฏิกิริยาในเมทานอล

5) นำสารละลายเมทานอลจากข้อ 2 เทลงในถังปฏิกรณ์

6) จดบันทึกและทำการบันทึกภาพการกวนภายในถังปฏิกรณ์ ของใบพัดกวนแต่ละชนิดที่ความเร็วรอบ 300, 600, 900 และ 1200 รอบต่อนาที

7) ทำการทดลองเหมือนข้อ 1 ถึง 6 โดยเปลี่ยนปริมาตรรวมเป็น 2000 และ 2400 มิลลิลิตร

3.3.2.2. การหาภาวะการทดลองของการผลิตไบโอดีเซลโดยใช้ถังปฏิกรณ์จริงแบบกะ

การออกแบบการทดลองในขั้นนี้ออกแบบการทดลองแบบ 2^3 แฟกทอเรียล เนื่องจากการออกแบบชนิดนี้มีประโยชน์มากต่องานทดลองในช่วงเริ่มแรก เมื่อมีปัจจัยเป็นจำนวนมากที่ต้องการที่จะตรวจสอบ การออกแบบเช่นนี้จะทำให้เกิดการทดลองจำนวนน้อยที่สุดที่สามารถจะทำได้ โดยให้ผลการศึกษาอิทธิพลของปัจจัยทุกปัจจัยได้อย่างสมบูรณ์ การออกแบบการทดลองแบบ 2^3 แฟกทอเรียล โดยมีค่าสูงสุดและต่ำสุดดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ค่าสูงสุดและต่ำสุดสำหรับการทดลองแบบ 2^3 แฟกทอเรียล

ตัวแปร	A	B	C
	อัตราส่วนโดยโมล	ตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิ
หน่วย	mole	wt.%	^{o}C
ค่าสูง	15:1	2.0	70
ค่าต่ำ	3:1	0.5	50

โดยการวิเคราะห์ผลการทดลองใช้โปรแกรม Design Expert เวอร์ชัน 6.0.10

ขั้นตอนการทดลอง

1) ให้ความร้อนแก่น้ำมันพืชในถังปฏิกรณ์ตามอุณหภูมิที่กำหนด

2) ติดตั้งเครื่องกวนและเครื่องควบแน่นกับถังปฏิกรณ์ รวมถึงปรับความเร็วรอบของใบพัดกวนตามที่กำหนด

2) ละลายตัวเร่งปฏิกิริยาในเมทานอล

3) นำสารละลายเมทานอล จากข้อ 2 เทลงในถังปฏิกรณ์ พร้อมกับเริ่มจับเวลา ซึ่งใช้เวลาการทดลอง 60 นาที

4) เมื่อถึงเวลาที่กำหนดเติมกรดซัลฟิวริกลงไปเพื่อสะเทินเบสที่ไม่ได้ทำปฏิกิริยา

5) นำผลผลิตที่ได้จากข้อ 4 เทใส่กรวยแยกแล้วตั้งทิ้งไว้ประมาณ 1 วัน เพื่อให้เมทิลเอสเทอร์และกลีเซอรอลแยกชั้นกันอย่างสมบูรณ์

6) นำเมทิลเอสเทอร์ที่ได้จากข้อ 5 ไปกลั่นแยกเมทานอลที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาออกจากเอสเทอร์

7) นำเมทิลเอสเทอร์ที่ได้จากข้อ 6 มาล้างน้ำอุ่นจนกระทั่งน้ำที่ล้างเป็นกลาง

8) กำจัดน้ำที่เหลืออยู่ในเมทิลเอสเทอร์ด้วย anhydrous Na_2SO_4 แล้วนำน้ำมันที่ได้มากรองเพื่อแยกเกลือซัลเฟตออก

9) นำตัวอย่างเมทิลเอสเทอร์ที่ได้วิเคราะห์หาปริมาณด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ

3.3.2.3. การหาภาวะการทดลองของการผลิตไบโอดีเซลอย่างต่อเนื่องในเครื่องปฏิกรณ์แบบไหลผสม

1) ให้ความร้อนแก่น้ำมันในถังปฏิกรณ์ตามอุณหภูมิที่กำหนด

2) ติดตั้งชุดอุปกรณ์การทดลองดังรูปที่ 3.1 รวมถึงปรับความเร็วรอบของใบพัดกวนตามที่กำหนด

3) ละลายตัวเร่งปฏิกิริยาในเมทานอล

4) นำสารละลายเมทานอล จากข้อ 2 เทลงในถังปฏิกรณ์ พร้อมกับเริ่มจับเวลาซึ่งใช้เวลาการทดลองตามเวลาเฉลี่ยที่สารอยู่ในเครื่องปฏิกรณ์ (residence time) ที่กำหนด

5) เมื่อถึงเวลาที่กำหนดจึงเปิดปั๊มเพื่อป้อนน้ำมันและป้อนเมทานอลซึ่งมีตัวเร่งปฏิกิริยาละลายอยู่ด้วยอัตราการไหลที่กำหนดเข้าสู่ถังปฏิกรณ์ทางด้านบน ซึ่งทางออกของเครื่องปฏิกรณ์จะเป็นแบบปล่อยให้ของเหลวล้นออก (over flow)

6) ทำการเก็บตัวอย่างผลผลิตของเหลวล้นออกทุกๆ การแทนที่ปริมาณ 1/2 ของถังปฏิกรณ์ หรือ 1/2 ของเวลาเฉลี่ยที่สารอยู่ในถังปฏิกรณ์ จนมีการแทนที่ปริมาตรของถังปฏิกรณ์ 3 เท่า

7) นำตัวอย่างผลผลิตที่ได้มาเติมด้วยกรดซัลฟิวริกลงไปเพื่อสะเทินเบสที่ไม่ได้ทำปฏิกิริยา

8) นำผลผลิตที่ได้จากข้อ 7 เทใส่กรวยแยกแล้วตั้งทิ้งไว้ประมาณ 1 วัน เพื่อให้เมทิลเอสเทอร์และกลีเซอรอลแยกชั้นกันอย่างสมบูรณ์

9) นำเมทิลเอสเทอร์ที่ได้จากข้อ 8 ไปกลั่นแยกเมทานอลที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาออกจากเมทิลเอสเทอร์

10) นำเมทิลเอสเทอร์ที่ได้จากข้อ 9 มาล้างน้ำอุ่นจนกระทั่งน้ำที่ล้างเป็นกลาง

11) กำจัดน้ำที่เหลืออยู่ในเมทิลเอสเทอร์ด้วย anhydrous Na_2SO_4 แล้วนำน้ำมันที่ได้มากรองเพื่อแยกเกลือซัลเฟตออก

12) นำตัวอย่างเมทิลเอสเทอร์ที่ได้วิเคราะห์หาปริมาณด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ

3.4. การวิเคราะห์ปริมาณเมทิลเอสเทอร์

การวิเคราะห์ปริมาณเมทิลเอสเทอร์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ ซึ่งมีภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 3.2 เนื่องจากน้ำมันเมล็ดในปาล์มและน้ำมันมะพร้าวมีปริมาณองค์ประกอบกรดไขมันโดยเฉลี่ยใกล้เคียงกัน การทำ Calibration curve ของเมทิลเอสเทอร์จึงใช้สารมาตรฐาน ซึ่งมีปริมาณเมทิลเอสเทอร์เทียบเคียงกับปริมาณองค์ประกอบกรดไขมันของน้ำมันทั้งสองชนิด โดยการหาปริมาณเมทิลเอสเทอร์ใช้วิธีวิเคราะห์แบบ Internal standard สำหรับลำดับการออกมาของเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันแต่ละชนิดสามารถทราบได้จากการเทียบลำดับการออกมาของสารมาตรฐาน ซึ่งการคำนวนหาปริมาณเมทิลเอสเทอร์แสดงไว้ในภาคผนวก ก

ตารางที่ 3.2 ภาวะการวิเคราะห์ปริมาณเมทิลเอสเทอร์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ

Condition	Value
Carrier Gas (He) Flow rate	1.5 ml/min
Make Up Gas (He) Pressure	25 ml/min
Hydrogen Pressure (for FID)	30 ml/min
Air Pressure (for FID)	300 ml/min
Detector Temperature (FID)	250 °C
Spilt Ratio	1 : 50
Injection Temperature	250 °C
Inject Volume	1 µl
Column Initial Temperature	100 °C
Temperature Program Rate	8 °C/min
Column Final Temperature	240 °C

3.5. การวิเคราะห์สมบัติทางเชื้อเพลิง

การวิเคราะห์สมบัติทางเชื้อเพลิงของน้ำมันไบโอดีเซลตามรายการที่แสดงในตารางที่ 3.3 ซึ่งรายละเอียดการวิเคราะห์แสดงไว้ในภาคผนวก ข

ตารางที่ 3.3 รายการการวิเคราะห์สมบัติทางเชื้อเพลิงและมาตรฐานอ้างอิง

Properties	ASTM No.
Kinematics Viscosity, 40 ^{0}C	D445
Specific Gravity at 15.6/15.6 ^{o}C	D1298
Cetane index	D976
Flash point	D93
Heating Value	D240