

อุปกรณ์และวิธีการ

อุปกรณ์

1. การผลิตไบโอดีเซลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบสองขั้นตอน

- 1.1. เครื่องกวนแม่เหล็กและให้ความร้อน (บริษัท Schott, รุ่น SLR)
- 1.2. กระดาษกรองเบอร์ 4 (บริษัท Whatman)
- 1.3. เครื่องชั่ง (บริษัท Ohaus, รุ่น Adventure)
- 1.4. กรวยแยก ขนาด 500 มิลลิลิตร (ยี่ห้อ Witeg, รุ่น Perciso)
- 1.5. เทอร์โมมิเตอร์ ช่วงอุณหภูมิ 0 - 100 องศาเซลเซียส (ยี่ห้อ SK)
- 1.6. แผ่นฟิล์ม (Laboratory Film) ปิดบีกเกอร์และอุปกรณ์เครื่องแก้ว (ยี่ห้อ Parafilm)
- 1.7. เครื่องกวนด้วยแม่เหล็กให้ความร้อน (ยี่ห้อ Favorit)
- 1.8. เครื่องล้างอุปกรณ์ด้วยคลื่นเสียงอัลตราโซนิก (ยี่ห้อ Mettler Electronic, รุ่น ME11)
- 1.9. กระดาษยูนิเวอร์แซลอินดิเคเตอร์ ช่วง pH 1 - 14
- 1.10. เครื่องแก้วควบแน่นของเหลว (Condenser)
- 1.11. ตู้อบให้ความร้อน

2. การวิเคราะห์เมทิลเอสเทอร์ในผลิตภัณฑ์โดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

- 2.1. ขวดสีชาขนาดเล็ก (บริษัท National Scientific Company)
 - 2.2. เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี รุ่น GC-2010 (บริษัท Shimadzu)
- เฟลมไอออไนเซชัน ดีเทคเตอร์ (FID detector) ใช้แก๊สฮีเลียมเป็นแก๊สดำพา (Carrier Gas) โดยใช้ Capillary Column DB-5ht (บริษัท J&W) เฟสคงที่ : 5% Phenylpolydimethylsiloxane ความยาว : 15 m เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน : 0.32 mm ความหนาของฟิล์ม : 0.1 μm อุณหภูมิ : -60 - 400 องศาเซลเซียส
- 2.3. เครื่องชั่ง (บริษัท Ohaus Corp, รุ่น Adventure)
 - 2.4. ไมโครปิเปต
 - 2.4. ขวด Vial ขนาด 1 มิลลิลิตร

3. การวิเคราะห์คุณสมบัติของไบโอดีเซล

- 3.1. เครื่อง Constant-Temperature Bath และหลอดวัดความหนืด (Viscometer)
- 3.2. เครื่องวัดความหนาแน่น (บริษัท Mettler, รุ่น Toledo DE40)
- 3.3. เครื่องมือทดสอบจุดวาบไฟ (Pensky-martens Closed Flash Tester)
- 3.4. ชุดเครื่องมือวิเคราะห์จุดหมอกควัน และจุดไหลเท
- 3.5. นาฬิกาจับเวลา
- 3.6. ขวดรูปชมพู่ ขนาด 250 มิลลิลิตร

สารเคมี

1. การผลิตไบโอดีเซลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบสองขั้นตอน

1.1. น้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้ว (Waste Frying Oil, โรงอาหารคณะวิทยาศาสตร์ ม.เกษตรศาสตร์)

1.2. กรดซัลฟิวริก (ความบริสุทธิ์ 98% จากบริษัท Carlo Erba Reagent)

1.3. โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (ความบริสุทธิ์ 98%, บริษัท Carlo Erba Reagent)

1.4. เมทานอล (ความบริสุทธิ์ 99.99%, บริษัท Carlo Erba Reagent)

1.5. โซเดียมซัลเฟต (ความบริสุทธิ์ 99%, บริษัท Merck KGaA)

1.6. น้ำกลั่น (pH = 5.5)

2. การวิเคราะห์เมทิลเอสเทอร์ในผลิตภัณฑ์โดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (ตาม

มาตรฐาน EN 14103)

2.1. Methyl Heptadecanoate (C17:0) (ความบริสุทธิ์ 99%, บริษัท Fluka)

2.2. นอร์มอลเฮปเทน (ความบริสุทธิ์ 99%, บริษัท Fluka)

2.3. Tricaprin (Analytical Grade, บริษัท Fluka)

3. การวิเคราะห์ค่าความเป็นกรด

3.1. นอร์มอลโพรพานอล (ความบริสุทธิ์ 96%, บริษัท Fluka)

3.2. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (บริษัท Carlo Erba Reagent)

3.3. ฟีนอล์ฟทาลิน (ความบริสุทธิ์ 99.99%, บริษัท Carlo Erba Reagent)

วิธีการทดลอง

1. การผลิตไบโอดีเซลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบสองขั้นตอน

1.1 ขั้นตอนการบำบัดน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้ว (Pre-treatment)

เนื่องจากวัตถุดิบเป็นน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วจึงมีสิ่งเจือปนอยู่หลายชนิด จึงต้องทำการบำบัดโดยการกรองน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วด้วยกระดาษกรองเบอร์ 4 ด้วยเครื่องกรองแบบสุญญากาศ และนำมาให้ความร้อนที่ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อเป็นการไล่ไอน้ำออกจากน้ำมัน

1.2. ขั้นตอนที่ 1: การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรด

ชั่งน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้ว 30 กรัม ใส่ลงในขวดก้นกลม แล้วอุ่นจนได้อุณหภูมิที่ต้องการ เตรียมเมทานอลตามอัตราส่วนโดยโมลที่กำหนด ดังแสดงไว้ในภาคผนวก ก เตรียมเมทานอลและกรดซัลฟิวริกที่เตรียมไว้ผสมกับน้ำมัน โดยทำการประกอบเครื่องมือที่ใช้ในการทดลองแสดงดังภาพที่ 10 ในการทำปฏิกิริยาต้องควบคุมอุณหภูมิและอัตราเร็วการกวนเท่ากับ 400 รอบต่อนาที ให้คงที่ตลอดระยะเวลาที่กำหนด เมื่อทำปฏิกิริยาจนครบกำหนดเวลาที่ตั้งไว้ นำขวดก้นกลมไปแช่ในน้ำเย็นอย่างรวดเร็วเพื่อหยุดปฏิกิริยา หลังจากนั้นเทสารในขวดก้นกลมลงในกรวยแยก ตั้งทิ้งไว้หนึ่งชั่วโมง ทำการไขผลิตภัณฑ์ที่อยู่ด้านล่างออกเพื่อนำไปทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่สองต่อไป แบ่งตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทำการวิเคราะห์ค่าความเป็นกรด (Acid Value)

1.3. ขั้นตอนที่ 2: การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นเบส

นำผลิตภัณฑ์ได้จากขั้นตอนที่หนึ่งมาชั่งน้ำหนัก แล้วใส่ลงในขวดก้นกลมตามภาพที่ 11 เตรียมเมทานอลตามอัตราส่วนโดยโมลที่กำหนดไว้ อุ่นจนได้อุณหภูมิที่ต้องการ ชั่งโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์และนำไปละลายในเมทานอลที่เตรียมไว้ จากนั้นนำสารละลายที่เตรียมผสมกับผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่หนึ่งลงในขวดก้นกลม เมื่อสิ้นสุดการทำปฏิกิริยาผลิตภัณฑ์ที่ได้ลงในกรวยแยก ตั้งทิ้งไว้ 1 คืน แล้วทำการไขกลีเซอรอลที่อยู่ชั้นล่างออก นำเมทิลเอสเตอร์ที่อยู่ด้านบนไประเหยเมทานอลที่เหลืออยู่ออก โดยการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส

เป็นเวลา 15 นาที หลังจากนั้นทำการล้างผลิตภัณฑ์ในกรวยแยกด้วยน้ำกลั่นอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ทำการล้างซ้ำจนกระทั่งน้ำล้างมีค่า pH เท่ากับน้ำกลั่นที่ใช้ หลังจากนั้นนำเมทิลเอสเทอร์ที่ได้มาผ่านกระบวนการดูดซับน้ำด้วยโซเดียมซัลเฟตประมาณ 1 กรัม และทำการกรองโซเดียมซัลเฟต ออกด้วยกระดาษกรองเบอร์ 4 แสดงดังภาพที่ 12 แบ่งตัวอย่างเมทิลเอสเทอร์ไปวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ ค่าความเป็นกรด และคุณสมบัติต่างๆ



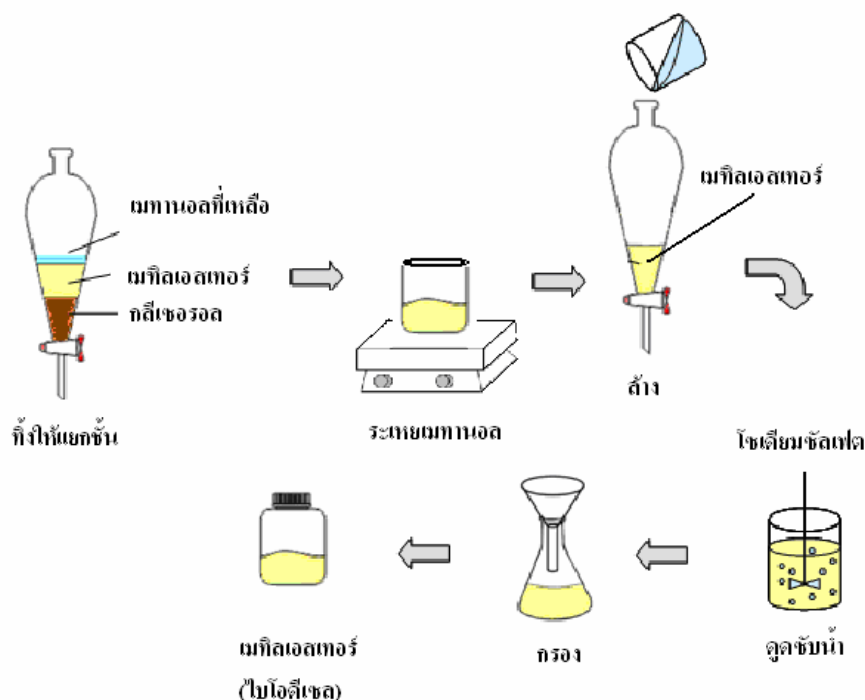
ภาพที่ 10 แผนภาพอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองผลิตไบโอดีเซลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

แบบสองขั้นตอน ในส่วนขั้นตอนที่ 1 : การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรด



ภาพที่ 11 แผนภาพอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองผลิตไบโอดีเซลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

แบบสองขั้นตอน ในส่วนขั้นตอนที่ 2 : การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นเบส



ภาพที่ 12 แผนภาพขั้นตอนการแยกผลิตภัณฑ์จากการทดลองผลิตไบโอดีเซลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบสองขั้นตอน

2. การวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ในผลิตภัณฑ์โดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

2.1. การวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ตามมาตรฐาน EN 14103

2.1.1 วิธีเตรียมสารตัวอย่าง

ปิเปตสารตัวอย่าง 60 ไมโครลิตร ใส่ในขวด Vial ขนาด 1 มิลลิลิตร ทำการชั่งน้ำหนักของสารตัวอย่าง จากนั้นปิเปตสารละลายมาตรฐาน Methyl Heptadecanoate ($C_{17:0}$) ในนอร์มอลเฮปเทน (n-Heptane) ความเข้มข้น 10 mg/ml ปริมาณ 1000 ไมโครลิตร เติมนลงในขวด Vial และเขย่าอย่างรุนแรงให้เข้ากันก่อนนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

2.1.2. วิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี รุ่น GC-2010 จากบริษัท Shimadzu

ปรับอัตราการไหลของแก๊สฮีเลียมซึ่งใช้เป็นแก๊สดำพา (Carrier Gas) ด้วยอัตราเร็ว 35.2 มิลลิลิตรต่อนาที ให้มีความดันคงที่เท่ากับ 77.2 kPa ปรับอุณหภูมิของเตาอบเป็น 210 องศาเซลเซียส จากนั้นตั้งค่าสภาวะในการวิเคราะห์ของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีดังนี้ ปรับอุณหภูมิของ Detector (FID) เท่ากับ 250 องศาเซลเซียส ปรับอุณหภูมิของ Injector เท่ากับ 220 องศาเซลเซียส และปรับ Split Ratio เท่ากับ 25:1 แล้วจึงทำการฉีดสารตัวอย่างในปริมาณ 1 ไมโครลิตร โดยผลโครมาโทแกรมที่ได้ จะนำไปวิเคราะห์หาปริมาณเมทิลเอสเทอร์ตามสมการในภาคผนวก ก

3. การวิเคราะห์ค่าความเป็นกรด

ชั่งสารตัวอย่าง 5 กรัมใส่ขวดรูปชมพู่ เติมน้ำละลายโพรพานอล 50 มิลลิลิตร หยดฟีนอล์ฟทาไลน์ 2 - 3 หยด จากนั้นนำสารละลายผสมที่ได้มาไตเตรตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 N สารละลายจะเปลี่ยนจากไม่มีสีไปเป็นสีชมพูที่จุดยุติ บันทึกปริมาตรสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ เพื่อนำไปคำนวณหาค่าความเป็นกรด ตามสมการในภาคผนวก ก

4. การคำนวณร้อยละของผลได้ (Yield)

โดยคำนวณร้อยละของผลได้ตามวิธีของ Leung and Guo (2006) โดยสามารถคำนวณจากสมการ

$$\text{Yield} = \frac{\text{Weight of Product (g)}}{\text{Weight of Raw Oil (g)}} \times 100$$

เมื่อ Weight of Product = น้ำหนักผลิตภัณฑ์ที่ได้ หน่วยเป็น กรัม

Weight of Raw Oil = น้ำหนักน้ำมันเริ่มต้น หน่วยเป็น กรัม