

บทที่ 3

วิธีการวิจัย

3.1 แผนการทดลอง (Experimental Plan)

เนื่องจากระยะเวลาการศึกษาวิธีการวัดและทดสอบต่าง ๆ และเวลาการทดลองที่จำกัด เราจึงออกแบบการทดลองไว้ 2 ส่วนคือ การศึกษาการเสื่อมสภาพของน้ำมันปาล์มใช้แล้ว และเมทิลเอสเทอร์ที่ผลิตได้ เป็นการเก็บน้ำมัน และเริ่มวัดการเปลี่ยนแปลงเลย โดยใช้ดัชนีชี้วัดเพียง 2 ตัวคือ ค่า AV (ซึ่งแสดงด้วยค่า FFA) และค่าความหนืด และในส่วนที่ 2 เป็นการทยอยเก็บน้ำมันพร้อมกับศึกษาวิธีการวัดต่าง ๆ ให้พร้อม แล้วจึงทำการวัดดัชนีต่าง ๆ ของน้ำมันที่ทยอยเก็บมาพร้อม ๆ กัน ซึ่งจะทำให้ได้ค่าดัชนีที่หลากหลายมากขึ้นของน้ำมันที่มีอายุการเก็บต่าง ๆ กัน

3.1.1 การทดลองเกี่ยวกับน้ำมันปาล์มใช้แล้ว

ส่วนที่ 1 การศึกษาการเสื่อมสภาพของน้ำมันปาล์มใช้แล้ว และเมทิลเอสเทอร์ (ระยะเวลาการทดลอง ประมาณ 13 เดือน) ศึกษาเกี่ยวกับปัจจัยต่าง ๆ ที่เกี่ยวข้อง โดยลักษณะการทดลองเป็นไปตามตารางที่ 3.1

การทดลองนี้เป็นการศึกษาการเสื่อมสภาพของน้ำมันวัตถุดิบ และเมทิลเอสเทอร์ โดยใช้ น้ำมันปาล์มใช้แล้ว และเมทิลเอสเทอร์ที่ผลิตจากน้ำมันปาล์มใช้แล้วนี้ ทำการศึกษาที่ระยะเวลาใน

การเก็บรักษาทั้งหมด 13 เดือนสำหรับน้ำมันปาล์มใช้แล้ว และ 10 เดือนสำหรับเมทิลเอสเทอร์ที่ผลิตได้ และใช้น้ำมันปาล์มโกลีนบริสุทธิ์ตรา เกสร และเมทิลเอสเทอร์ที่ผลิตได้จากน้ำมันชนิดนี้ทำการเก็บรักษาที่อุณหภูมิห้องเป็นตัวอย่างอ้างอิง (Reference) ในช่วงระยะเวลาการเก็บรักษา เราได้ทำการศึกษาการเปลี่ยนแปลงของ ปริมาณกรดไขมันอิสระ (Free Fatty Acid: FFA) [ซึ่งมีความสัมพันธ์โดยตรงกับค่าความเป็นกรด (Acid Value: AV)] และค่าความหนืดเชิงจลน์ (Kinematic Viscosity) โดยขั้นตอนการทดลองเป็นดังต่อไปนี้

1. เก็บตัวอย่างน้ำมันปาล์มใช้แล้วตั้งแต่ มกราคม 2549 (เดือนที่ 1) ไว้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ กันเป็นเวลา 3 เดือน จากนั้นจึงทำการผลิตเมทิลเอสเทอร์เมื่อเดือนเมษายน 2549 (เดือนที่ 4) แล้วทำการเก็บรักษาทั้งน้ำมันวัตถุดิบและเมทิลเอสเทอร์ที่ผลิตได้ไว้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ต่อไป จนกระทั่งเดือนมกราคม 2550 (เดือนที่ 13)
2. ทำการทดสอบคุณสมบัติต่าง ๆ ของทั้งน้ำมันวัตถุดิบและเมทิลเอสเทอร์ที่ผลิตได้ในทุก ๆ เดือน จนกระทั่งสิ้นสุดช่วงระยะเวลาการทดลอง (เดือนที่ 13)

ตารางที่ 3.1 การทดลองเกี่ยวกับการเสื่อมสภาพของน้ำมันปาล์มใช้แล้ว และเมทิลเอสเทอร์

การทดลองที่	ลักษณะตัวอย่างที่เก็บ	อุณหภูมิในการเก็บ	สภาวะการเก็บ	สถานที่เก็บ	ความถี่การทดสอบ	วิธีทดสอบ
1	น้ำมันพืชใช้แล้ว และเมทิลเอสเทอร์ที่ผลิตได้จากน้ำมันใช้แล้วเก็บนาน 3 เดือน	20 °C	ภาชนะปิด	ตู้แช่	ทุกเดือน	FFA, viscosity
2		อุณหภูมิห้อง (30 องศาโดยประมาณ)	ภาชนะปิด	ห้องแล็บ		
3		40 °C	ภาชนะปิด	Water bath ที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ตลอดเวลา		

หมายเหตุ

1. ความถี่ในการเก็บ เริ่มเก็บในครั้งแรกครั้งเดียว แล้วเก็บต่อเนื่องไปจนถึงระยะเวลาที่กำหนด คือ ตั้งแต่ เดือนมกราคม 2549 ถึง มกราคม 2550
2. สารอ้างอิงที่ใช้คือ น้ำมันปาล์มบริสุทธิ์ (น้ำมันปาล์มตรา เกสร) เก็บที่อุณหภูมิห้อง และไบโอดีเซลที่ผลิตได้จากน้ำมันนี้

ส่วนที่ 2 การศึกษาการเสื่อมสภาพของน้ำมันปาล์มใช้แล้ว และผลที่มีต่อประสิทธิภาพในการผลิตน้ำมันดีเซลชีวภาพ (ระยะเวลาการทดลอง ประมาณ 8 เดือน) ศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่เกี่ยวข้อง ดังนี้ โดยลักษณะการทดลองเป็นไปตามตารางที่ 3.2

การทดลองนี้เป็นการศึกษาถึงผลของสภาวะที่ใช้ในการเก็บรักษา (ภาชนะปิด และเปิด) เวลาในการเก็บรักษา และผลของอุณหภูมิในการเก็บรักษาต่อคุณภาพและร้อยละผลได้ของไบโอดีเซล หลังจากทำปฏิกิริยา Transesterification ในช่วงระยะเวลาการเก็บรักษา เราได้ทำการศึกษาการเปลี่ยนแปลงของ ปริมาณกรดไขมันอิสระ (Free Fatty Acid: FFA) [ซึ่งมีความสัมพันธ์โดยตรงกับ ค่าความเป็นกรด (Acid Value: AV)] ค่าความหนืดเชิงจลน์ (Kinematic Viscosity) ค่าไอโอดีน (Iodine Value: IV) ค่าเปอร์ออกไซด์ (Peroxide Value: PV) และค่าความบริสุทธิ์ของเอสเตอร์ (% ester content)

โดยลักษณะของการทดลองจะแตกต่างกับการทดลองในส่วนแรกตรงความถี่ในการเก็บ ตัวอย่างจะทำการเก็บในทุก ๆ เดือน โดยขั้นตอนการทดลองเป็นดังต่อไปนี้

1. เก็บตัวอย่างน้ำมันปาล์มใช้แล้วในทุก ๆ เดือน รวมเป็นเวลา 8 เดือน ตั้งแต่ มิถุนายน 2549 (เดือนที่ 1) จนถึง มกราคม 2550 (เดือนที่ 8) ที่อุณหภูมิต่าง ๆ และที่สภาวะการเก็บรักษาในภาชนะปิด และเปิดฝา
2. ตรวจสอบคุณสมบัติต่าง ๆ ของน้ำมันที่เก็บมา ด้วยการวัดค่า FFA & viscosity ในตอนเริ่มต้นทุกเดือนที่เก็บ
3. ในช่วงท้ายของการทดลอง ในเดือนมีนาคม 2550 (เดือนที่ 10) นำตัวอย่างน้ำมันปาล์มใช้แล้วที่เก็บมาในช่วงเดือนต่าง ๆ และเก็บรักษาในภาชนะปิด และเปิด ที่อุณหภูมิการเก็บรักษาต่าง ๆ มาทำปฏิกิริยา Transesterification เพื่อศึกษาผลต่าง ๆ ต่อไปนี้
 - 3.1 การศึกษาผลความแตกต่างของสภาวะที่ใช้ในการเก็บรักษา ทำได้โดยเลือกตัวอย่างน้ำมันที่เก็บมาจากเดือนที่ 1, 3, 4, และ 5 ของการทดลอง มาทำปฏิกิริยา Transesterification เปรียบเทียบระหว่างน้ำมันที่เก็บที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ในภาชนะปิดและเปิด
 - 3.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเก็บรักษา โดยการเลือกตัวอย่างน้ำมันที่เก็บมาจากเดือนที่ 4 ของการทดลอง มาทำปฏิกิริยา Transesterification เปรียบเทียบระหว่างน้ำมันที่เก็บในภาชนะปิด

ที่อุณหภูมิ 20, อุณหภูมิห้อง (30 องศาเซลเซียสโดยประมาณ) และ 40 องศาเซลเซียส

4. จากนั้นจึงทำการทดสอบคุณสมบัติต่าง ๆ ของทั้งน้ำมันวัตถุดิบและเมทิลเอสเทอร์ ที่ผลิตได้

ตารางที่ 3.2 การทดลองเกี่ยวกับการเสื่อมสภาพของน้ำมันปาล์มใช้แล้ว และผลที่มีต่อประสิทธิภาพในการผลิตน้ำมันดีเซลชีวภาพ

การทดลองที่	ลักษณะตัวอย่างที่เก็บ	ความถี่ในการเก็บ	อุณหภูมิในการเก็บ	สภาวะการเก็บ	สถานที่เก็บ	ความถี่การทดสอบ	วิธีทดสอบ
1	น้ำมันพืชใช้แล้ว	เริ่มตั้งแต่ มิ.ย. 49 – ม.ค. 50	20 °C	ภาชนะปิด	ตู้แช่	เมื่อสิ้นสุด	FFA, viscosity, Iodine value, Peroxide value, & % composition
2			อุณหภูมิห้อง (30 องศาโดยประมาณ)	ภาชนะปิด	ห้องแล็บ	ระยะเวลาการทดลอง (ประมาณ	
3			40 °C	ภาชนะปิด	Water bath ที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ตลอดเวลา	เดือนมกราคม 2550)	
4		เริ่มตั้งแต่ ส.ค. 49 – ม.ค. 50	40 °C	ภาชนะเปิด			

3.1.2 การทดลองเกี่ยวกับน้ำมันสุญดำ (ระยะเวลาการทดลอง ประมาณ 15 เดือน) เป็นการศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฉพาะวัตถุดิบ

ขั้นตอนการทดลอง มีรายละเอียดดังนี้

1. นำน้ำมันสบู่ดำ ที่ได้มาจาก จ.ชัยนาท เมื่อประมาณ พฤศจิกายน 2548 มาวัดค่า FFA จนกระทั่งสิ้นสุดช่วงเวลาการทดลอง คือ มกราคม 2550 เพื่อไว้ใช้เทียบกับค่าเริ่มต้น
2. ทำการวัดค่าคุณสมบัติต่าง ๆ คือค่า FFA และความหนืดต่อไปในทุก ๆ เดือน
3. วิเคราะห์เปรียบเทียบผลในแต่ละเดือน แล้วสรุปผลการทดลอง

3.2 การเตรียมการดำเนินงานวิจัย

3.2.1 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. น้ำมันพืชใช้แล้ว (น้ำมันปาล์ม) ซื้อจากร้านขายไก่ทอดข้างหอพักทรงพิเชษฐ มธ.
2. น้ำมันสบู่ดำ ซื้อจากศูนย์ส่งเสริมและพัฒนาทางการเกษตร จังหวัดชัยนาท
3. เมทิลแอลกอฮอล์ หรือเมทานอล (Methyl Alcohol or Methanol: MeOH)
 - เกรด Analytical Reagent (A.R.) ซื้อจากบริษัท Carlo Erba และบริษัท Merck ความเข้มข้น 99.8 - 99.9 % v/v น้ำหนักโมเลกุล 32.042 g/mol ความหนาแน่น 0.79 g/cm³ และจุดเดือด (Boiling Point หรือ B.P.) 64.6 ± 0.5 องศาเซลเซียส
 - เกรด Commercial ซื้อจากบริษัท เค.ดี. เคมีคอล จำกัด
4. ไอโซโพรพิล แอลกอฮอล์ หรือไอโซโพรพานอล (Isopropyl alcohol or Isopropanol) เกรด A.R. ซื้อจากบริษัท Scharlau มีความบริสุทธิ์ > 99.8 % น้ำหนักโมเลกุล 60.10 g/mol ความหนาแน่น 0.78 g/cm³
5. Cyclohexane เกรด A.R. ซื้อจากบริษัท Univar มีความบริสุทธิ์ > 99.0 % น้ำหนักโมเลกุล 84.16 g/mol
6. Potassium hydroxide (KOH) เกรด Commercial น้ำหนักโมเลกุล 56.11 g/mol จุดหลอมเหลว (Melting Point หรือ M.P.) 360 องศาเซลเซียส และ B.P. 1320 องศาเซลเซียส

7. Potassium Iodide (KI) เกรด A.R. ซื้จากบริษัท Merck มีความบริสุทธิ์ $> 99.5 \%$ น้ำหนักโมเลกุล 166.01 g/mol
8. Sodium hydroxide (NaOH) เกรด Commercial น้ำหนักโมเลกุล 40 g/mol M.P. 324 และ B.P. 1390 องศาเซลเซียส
9. Sodium Thiosulfate เกรด A.R. ซื้จากบริษัท Merck มี Identity 99.5 – 101.0 % น้ำหนักโมเลกุล 248.21 g/mol
10. Toluene เกรด A.R. ซื้จากบริษัท Panreac มีความบริสุทธิ์ 99.5 % น้ำหนักโมเลกุล 92.14 g/mol ความหนาแน่น 0.865 – 0.870 g/cm³
11. Methyl Heptadecanoate เกรด A.R. ซื้จากบริษัท Fluka มีความบริสุทธิ์ $\geq 99.5 \%$ น้ำหนักโมเลกุล 284.49 g/mol และ จุดวาบไฟ (flash point) ≥ 110 องศาเซลเซียส
12. Iso-Octane เกรด A.R. ซื้จากบริษัท Univar มีความบริสุทธิ์ $> 99.0 \%$ น้ำหนักโมเลกุล 114.23 g/mol
13. Heptane เกรด A.R. ซื้จากบริษัท Lab-Scan มีความบริสุทธิ์ 99.0 % น้ำหนักโมเลกุล 100.2 g/mol และ B.P. 98.4 องศาเซลเซียส
14. กรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid) เกรด A.R. ซื้จากบริษัท Merck มีความบริสุทธิ์ $> 85.0 \%$ น้ำหนักโมเลกุล 296.22 g/mol ความหนาแน่น 1.71 g/cm³
15. กรดอะซิติกชนิดเข้มข้น (Glacial Acetic acid) เกรด A.R. ซื้จากบริษัท Merck มีความบริสุทธิ์ $> 99.8 \%$ น้ำหนักโมเลกุล 60.05 g/mol ความหนาแน่น 1.05 g/cm³
16. Wijs Reagent เกรด A.R. ซื้จากบริษัท Panreac มีความเข้มข้น 0.1 mol/l ความหนาแน่น 1.063 g/cm³ และประกอบด้วย Iodine mono-Chloride 1.8 กรัม กับ Glacial Acetic acid s.q.m. 100 ml

3.2.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. อุปกรณ์ในการผลิตน้ำมันดีเซลชีวภาพ ประกอบด้วย
 - Hot Plate และ Stirrer

- Magnetic Stir Bar
- Water Bath
- Thermometer
- Separatory Funnel

2. อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์องค์ประกอบ

การวิเคราะห์องค์ประกอบของเมทิลเอสเทอร์ ทำได้โดยใช้เครื่อง Gas Chromatograph ยี่ห้อ FISON รุ่น HRGC 8000 SERIES ที่มีระบบ split/splitless injection และใช้ column ชนิด Rtx-65TG ขนาด 30 m x 0.53 mm, ID 0.1 μ m

3. อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์คุณสมบัติ ประกอบด้วย

- Viscometer แบบ Calibrated Viscometer ยี่ห้อ Cannon-Fenske Routine No.200 L79 และ No.75 P573 ใช้สำหรับวัดค่าความหนืดของ น้ำมันวัตถุดิบและเมทิลเอสเทอร์ที่ผลิตได้ ซึ่งมีค่า Viscometer constant ที่ 40°C คือ 0.1047 และ 0.007617 cSt/s ตามลำดับ
- ชุดทดสอบอายุการใช้งานของน้ำมันดีเซลชีวภาพ (Oxidation Stability Tester)

3.3 การผลิตน้ำมันดีเซลชีวภาพ

ในงานวิจัยนี้ มีการควบคุมการผลิตน้ำมันไบโอดีเซล โดยทำการผลิตด้วยวิธี Straight-Transesterification (การทำปฏิกิริยา Transesterification เพียงขั้นตอนเดียว) ด้วยอัตราส่วนของ น้ำมันต่อเมทานอลเท่ากับ 1 ต่อ 7 โดยโมล และใช้คะตะลิสต์เป็น KOH ปริมาณ KOH ที่ใช้คือ 0.49% wt./vol. of oil รวมกับส่วนที่ต้องใช้ในการทำปฏิกิริยาพอดีกับกรดไขมันในน้ำมัน (ได้จากการไตเตรต) ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 ถึง 60 °C ใช้ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 1 ชั่วโมง จากนั้นตั้งทิ้งไว้ให้สารละลายแยกชั้น จะได้ชั้นของเอสเทอร์ซึ่งอยู่ส่วนบน แยกไปล้างกับน้ำด้วยวิธี

Bubble Washing จนกระทั่งวัดค่า pH ของน้ำมันดีเซลชีวภาพ และน้ำล้างได้ใกล้เคียง 7 จึงนำน้ำมันดีเซลชีวภาพนั้นไปทำให้ปราศจากน้ำด้วยการต้มระเหย ก็จะได้เป็นไบโอดีเซลสำหรับการทดลองต่อไป

3.3.1 ขั้นตอนในการผลิตน้ำมันดีเซลชีวภาพ โดยวิธี Straight-Transesterification

1. กรองน้ำมันพืชที่ใช้แล้วนี้ก่อน โดยใช้การกรองแบบลดความดัน หรือใช้ปั๊มแบบสุญญากาศ

2. ใส่น้ำมันที่มีหลงเหลืออยู่ในน้ำมันพืชออกก่อน โดยการให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูงกว่า 100 องศาเซลเซียส โดยใช้เทอร์โมมิเตอร์วัดค่าอุณหภูมิ สังเกตที่ค่าอุณหภูมิ จะมีลักษณะคงที่ไปเรื่อย ๆ จนกระทั่งเริ่มมีการเปลี่ยนแปลง คือเริ่มเพิ่มขึ้นไปเรื่อย ๆ สักครู่ แปลว่า น้ำมันที่อยู่ในน้ำมันพืชที่ใช้แล้ว ได้ระเหยออกไปหมดแล้ว

3. ทำการไตเตรต เพื่อหาปริมาณกรดไขมันอิสระ (FFA) โดยมีวิธีการดังต่อไปนี้
วิธีที่ใช้นี้เรียกว่า Acid Value Measurement (AV)

- เตรียมขวดรูปชมพู่ขนาด 250 ml จำนวน 2 ใบ แล้วเติมสารละลายบีกเกอร์ละ 25 ml โดยที่สารละลายเป็นส่วนผสมของ Isopropyl Alcohol (IPA) 50% และ Toluene 50%
- เติมตัวอย่างน้ำมัน 1 กรัม ลงในบีกเกอร์ใบแรก
- เติม Indicator Phenolphthalein 1 ml ลงในบีกเกอร์ทั้งสองใบ
- ไตเตรตสารละลายผสมในบีกเกอร์ทั้งสองด้วย สารละลาย KOH ความเข้มข้น 0.025 mol/l สังเกตสีของสารละลายที่ได้ จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีเป็นสีชมพู
- บันทึกปริมาณสารละลาย KOH ที่ใช้ไป

$$AV(\%) = \frac{(A-B) \times N \times M.W.}{W}$$

คำนวณปริมาณ FFA จาก

$$FFA(\%) = \frac{AV(\%)}{2}$$

เมื่อ A = ปริมาณของสารละลาย KOH ที่ใช้ในการไตเตรตตัวอย่างน้ำมัน (ml)

- B = ปริมาณของสารละลาย KOH ที่ใช้ในการไตเตรต blank (ml)
 N = ความเข้มข้นของ KOH ที่ใช้ (ในกรณีนี้เป็น 0.025 N)
 M.W. = มวลโมเลกุลของเบสที่ใช้ (ในกรณีนี้ KOH = 56.1)
 W = ปริมาณตัวอย่างน้ำมันที่ใช้ (g)

4. หาปริมาณเบสที่ต้องใช้ในการทำปฏิกิริยา Transesterification

(www.journeytoforever.org)

4.1 หาปริมาณ KOH ที่ใช้ (ผสมกับ CH₃OH เพื่อให้ได้ KOCH₃)

- เติมสารละลาย KOH 0.025 N ไปยังสารละลายผสมระหว่าง น้ำมัน (1 ml) + IPA (10 ml) + phenolphthalein (2 หยด) จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีเป็นสีชมพู (ในระหว่างนี้ให้คนไปด้วย พร้อมกับวัดค่า pH ของสารละลาย จนกระทั่งได้ค่าเท่ากับ 7)
- บันทึกปริมาณ KOH ที่ใช้ไป จะได้ปริมาณของเบสที่ต้องใช้ทำปฏิกิริยากับ FFA ต่อปริมาตรของน้ำมัน 1 ลิตร (คิดเป็น มิลลิลิตรหรือกรัมของเบสต่อลิตรของน้ำมัน)
- ดังนั้น ปริมาณ KOH ที่ต้องใช้ทำปฏิกิริยาทั้งหมด คือ ค่าที่ได้จากการไตเตรตบวกกับปริมาณที่ใช้ทำปฏิกิริยากับน้ำมัน ซึ่งปริมาณที่เหมาะสม คือ 4.9 กรัมต่อน้ำมัน 1 ลิตร (หรือคิดเป็น KOH 0.49 %wt. / Vol. of oil)

∴ KOH ที่ใช้ต่อน้ำมัน 1 ลิตร = KOH (ที่ใช้ไตเตรต) + 0.49 % wt. / Vol. of oil

4.2 การเตรียมสารละลายโพแทสเซียมเมทอกไซด์ (KOCH₃ solution)



- ผสมสารละลาย KOH ที่หาได้จากข้อ 4.1 กับ CH₃OH (ใช้อัตราส่วนของน้ำมันต่อเมทานอล เท่ากับ 1 ต่อ 7 โดยโมล)
- ให้ความร้อนสารละลายที่ได้ พร้อมทั้งคนไปด้วย จนกระทั่งแน่ใจว่า KOH ละลายใน CH₃OH หมดแล้ว

5. เติมสารละลาย KOCH₃ ที่เตรียมได้จากข้อ 4 ลงในน้ำมันที่กำลังอุ่นอยู่ (อุณหภูมิประมาณ 55 - 60 องศาเซลเซียส) คนให้เข้ากันใช้เวลาประมาณ 1 ชั่วโมง

6. ตั้งสารละลายผสมนี้ทิ้งไว้ 1 คืน จะได้ชั้นของน้ำมันดีเซลชีวภาพที่ด้านบน ส่วนชั้นล่างจะเป็นกลีเซอรอล

3.3.2 ขั้นตอนการล้างน้ำมันดีเซลชีวภาพ (www.journeytoforever.org)

ขั้นตอนการล้างน้ำมันดีเซลชีวภาพ ใช้หลักการที่เรียกว่า Bubble washing เพื่อกำจัด แอลกอฮอล์ คะตะลิสต์ รวมไปถึงสบู่ที่อาจเกิดขึ้น และหลงเหลืออยู่ในชั้นเอสเทอร์ โดยสารต่าง ๆ เหล่านี้เป็นสารที่มีขั้วทั้งสิ้น จึงสามารถละลายอยู่ในชั้นน้ำและถูกแยกออกจากเอสเทอร์ได้ โดยขั้นตอนการล้างน้ำมันดีเซลชีวภาพ สามารถทำได้ดังนี้

1. ปรับ pH ของน้ำมันดีเซลชีวภาพ ด้วยการเติมกรดฟอสฟอริก จนกระทั่งน้ำมัน มีสภาพเป็นกรดอ่อน ๆ (เพื่อป้องกันการเกิดสบู่หลังจากนี้)
2. เติมน้ำกลั่นในสัดส่วนร้อยละ 30 ของปริมาณน้ำมันดีเซลชีวภาพที่จะใช้ในการล้าง
3. เปิดปั๊มลมเพื่อให้เกิดแรงดัน แล้วต่อเข้ากับถังล้างไบโอดีเซล ทำให้เกิดฟองอากาศ จากนั้นฟองอากาศจะเข้าไปดั่งสารที่มีขั้วต่าง ๆ จากในชั้นน้ำมันซึ่งอยู่ด้านบนลงสู่ด้านล่างคือในชั้นน้ำ ทิ้งไว้ 5 นาที แล้วจึงแยกน้ำล้างด้านล่างออก
4. ทำข้อ 2 และ 3 ซ้ำจนกระทั่ง วัดค่า pH ของน้ำล้าง และน้ำมันดีเซลชีวภาพ ได้เท่ากับ 7 ซึ่งแสดงถึงสารปนเปื้อนในชั้นเอสเทอร์ได้ถูกกำจัดออกไปหมดแล้ว

3.3.3 ขั้นตอนการทำน้ำมันดีเซลชีวภาพให้ปราศจากน้ำ เป็นการกำจัดน้ำที่เกิดจากขั้นตอนการล้างน้ำมันดีเซลชีวภาพให้หมดไป

การกำจัดน้ำจากเอสเทอร์ เป็นการกำจัดน้ำที่เกิดจากขั้นตอนการล้างน้ำมันดีเซลชีวภาพ ให้หมดไปโดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูงกว่า 100 °C เล็กน้อย

3.4 การวิเคราะห์คุณสมบัติต่าง ๆ

การวิเคราะห์คุณสมบัติของเมทิลเอสเทอร์ที่ผลิตได้จากน้ำมันปาล์มใช้แล้ว เป็นไปตามมาตรฐาน ASTM D6751-03a และ EN 14214 โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้ การวัดปริมาณกรด

ไขมันอิสระทำได้ด้วยการไตเตรตด้วยสารละลาย KOH ที่ความเข้มข้น 0.025 โมลต่อลิตร ตามมาตรฐาน ASTM D664-04, การวัดค่าความหนืดเชิงจลน์ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่อง Calibrated Cannon-Fensky Viscometer ตามมาตรฐาน ASTM D445-03, การวัดค่าไอโอดีนด้วยการไตเตรตโดยใช้สารละลาย Wijs ตามมาตรฐาน BS EN 14111, การวัดค่าเปอร์ออกไซด์ด้วยการไตเตรตโดยใช้สารละลายผสมระหว่างกรดอะซิติกและไฮโซออกเทน ตามมาตรฐาน ISO 3960, การวิเคราะห์ Oxidation Stability ด้วยการประกอบเครื่อง Rancimat tester ตามมาตรฐาน BS EN 14112 และการหาค่าร้อยละของเอสเทอร์ด้วยเครื่อง GC รุ่น 8000 SERIES ยี่ห้อ FISONS ที่มี detector เป็นแบบ FID โดยใช้ column ชนิด RTX-65G ของ RESTEK ซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.53 มิลลิเมตร ความยาว 30 เมตร มีช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ 40 ถึง 370 องศาเซลเซียส โดยตั้งโปรแกรมอุณหภูมิที่ 160 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 นาที ให้ความร้อนด้วยอัตรา 3 องศาเซลเซียสต่อนาที จนอุณหภูมิถึง 180 องศาเซลเซียส คงที่ไว้ 4 นาที แล้วให้ความร้อนต่อด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที จนอุณหภูมิถึง 240 องศาเซลเซียส คงที่ไว้ 5 นาที ให้ความร้อนด้วยอัตรา 4 องศาเซลเซียสต่อนาที จนกระทั่งสุดท้ายอุณหภูมิถึง 360 องศาเซลเซียส จึงทิ้งไว้ให้คงที่อีก 5 นาที โดยตั้งอุณหภูมิ injector และ detector ที่ 250 และ 330 องศาเซลเซียส ตามลำดับ สำหรับขั้นตอนการวิเคราะห์โดยละเอียดตามมาตรฐานต่าง ๆ นั้น ได้แสดงไว้ในภาคผนวก ก