

บทที่ 3

วิธีการวิจัย

3.1 อุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 เครื่องมือ

3.1.1.1 Hot plate, Yellow MAG HS7, IKA, Germany

3.1.1.2 ตู้อบ Fisher scientific, England

3.1.1.3 เตาเผา Lenton, United Kingdom

3.1.1.4 เครื่องลดความดันโดยใช้น้ำ, Yamato, Japan

3.1.1.5 Buchi Rotavaper R-114, Buchi, Switzerland

3.1.1.6 Buchi Waterbath B-480, Buchi, Switzerland

3.1.1.7 เครื่องเขย่า Heidolph unimax 2010, Heidolph, Germany

3.1.1.8 เครื่อง X-ray diffractometer, Philips model X'pert, Panalytical, Netherland

3.1.1.9 เครื่อง Autosorb-1, Quantachrome, U.S.A.

3.1.1.10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด, JOEL model JSM-6480LV,
Evisa, Germany

3.1.1.11 เครื่องวิเคราะห์ความหนืด Petrotest, NR.0263 01 43 94, Germany

3.1.1.12 เครื่องวิเคราะห์จุดวาบไฟ Petrotest, NR. 0526 01 42 94, Germany

3.1.1.13 เครื่องวิเคราะห์จุดไหลเท Petrotest, NR. 0127 01 48 94, Germany

3.1.1.14 เครื่องวิเคราะห์การกัดกร่อนทองแดง Petrotest, NR. 0170 01 45 94,
Germany

3.1.2 สารเคมี

3.1.2.1 น้ำมันถั่วเหลือง บริษัท ธนากรผลิตภัณฑ์น้ำมันพืช จำกัด

3.1.2.2 Methyl alcohol, QReC, New Zealand

3.1.2.3 Potassium iodide, QReC, New Zealand

3.1.2.4 Silica-alumina catalyst support, Sigma-Aldrich Inc., USA.

3.1.2.5 Sodium chloride, Ajax Finechem, Australia

3.1.2 สารเคมี (ต่อ)

3.1.2.6 Sodium sulfate anhydrous, QReC, New Zealand

3.1.2.7 Indicator, Bromothymol Blue, Carlo, Italy

3.1.2.8 Indicator, Methyl Red, Carlo, Italy

3.1.2.9 Indicator, Neutral Red, Fluka, USA.

3.1.2.10 Indicator, Phenolphthalein, Carlo, Italy

3.1.2.11 Indicator, Thymol Blue, Carlo, Italy

3.1.2.12 Indicator, 4-nitroaniline, Fluka, USA.

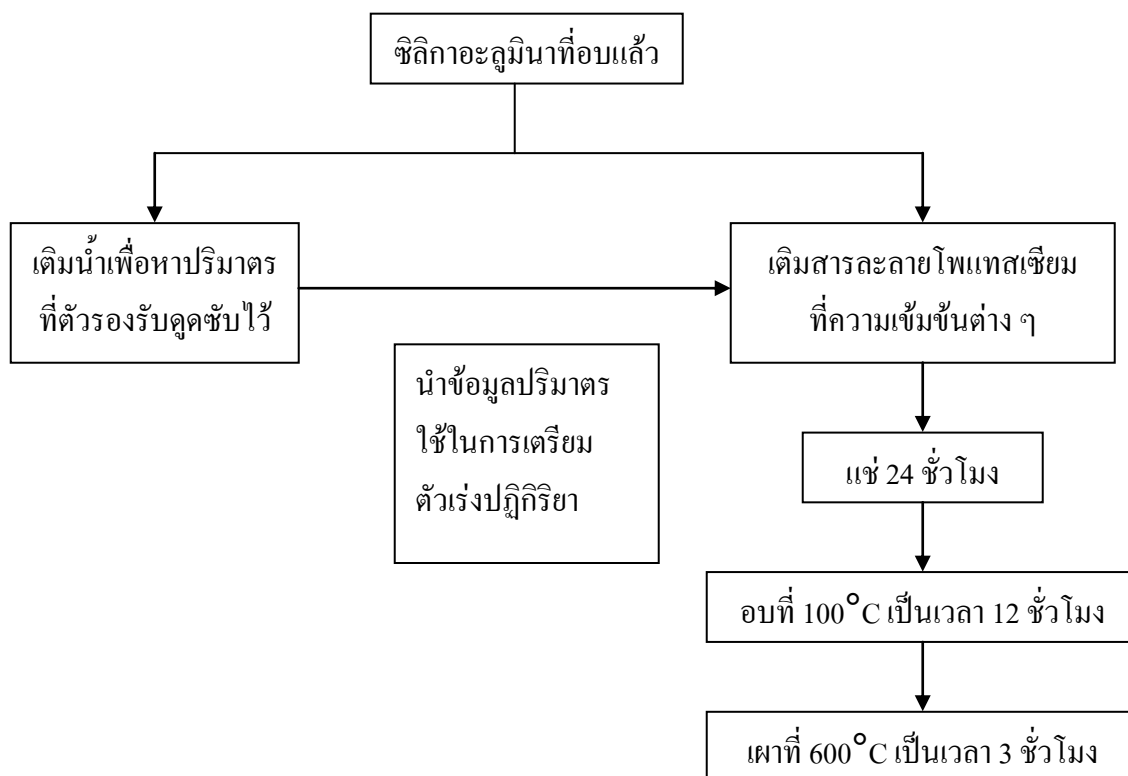
3.1.2.13 Indicator, 2,4-dinitroaniline, Aldrich, USA.

3.2 การทดลอง

3.2.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา $KI/SiO_2/Al_2O_3$

นำตัวรองรับซิลิกาอะลูมินาไปอบแห้งที่อุณหภูมิ $100^{\circ}C$ เป็นเวลา 12 ชั่วโมง และทิ้งไว้ให้เย็นในโถปราศจากความชื้น ตัวรองรับซิลิกาอะลูมินาจะถูกนำมาหาปริมาณตัวทำละลาย (น้ำ) ที่ตัวรองรับดูดซับได้โดยนำตัวรองรับซิลิกาอะลูมินาที่เตรียมไว้ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ในสภาวะสุญญากาศหยดน้ำกลั่นจากบิวเรตลงบนตัวรองรับซิลิกาจนชุ่มปริมาณที่ได้เป็นปริมาณของตัวทำละลายที่ตัวรองรับดูดซับได้

ตัวเร่งปฏิกิริยาถูกเตรียมโดยละลายสารประกอบโพแทสเซียมไอโอไดด์ในน้ำกลั่น ในปริมาณที่ตัวรองรับดูดซับได้พอดี ความเข้มข้นของปริมาณโพแทสเซียมเท่ากับ 10% 15% และ 20% โดยน้ำหนัก จากนั้นเติมสารละลายลงในตัวรองรับซิลิกาอะลูมินาที่เตรียมไว้ในสภาวะสุญญากาศ แล้วแช่ทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ $100^{\circ}C$ เป็นเวลา 12 ชั่วโมง และเผาที่อุณหภูมิ $600^{\circ}C$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยา $KI/SiO_2/Al_2O_3$ ที่มีความเข้มข้นของปริมาณโพแทสเซียมบนตัวรองรับต่าง ๆ โดยวิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมไอโอไดด์บนตัวรองรับซิลิกาอะลูมินาสรุปได้ดังภาพที่ 14 จากนั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้จะถูกนำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางกายภาพ และเทคนิคทางเคมีต่อไป



ภาพที่ 14 แผนภาพขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

3.2.2 การวิเคราะห์สมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{KI/SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3$ ด้วยเทคนิคทางกายภาพและทางเคมี

นำตัวเร่งปฏิกิริยามาทำการทดสอบความแรงของเบสด้วยวิธี Hammett indicator ดังนี้ โดยชั่งตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{KI/SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3$ ที่เตรียมได้ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ 0.05 กรัม เติมนีโตนอล 5 มิลลิลิตร แล้วเติมอินดิเคเตอร์จำนวน 1 หยด จากนั้นนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าเป็นเวลา 2 ชั่วโมง สังเกตสีของสารละลายที่เปลี่ยนไป โดยอินดิเคเตอร์ที่ใช้แสดงดังตารางที่ 4

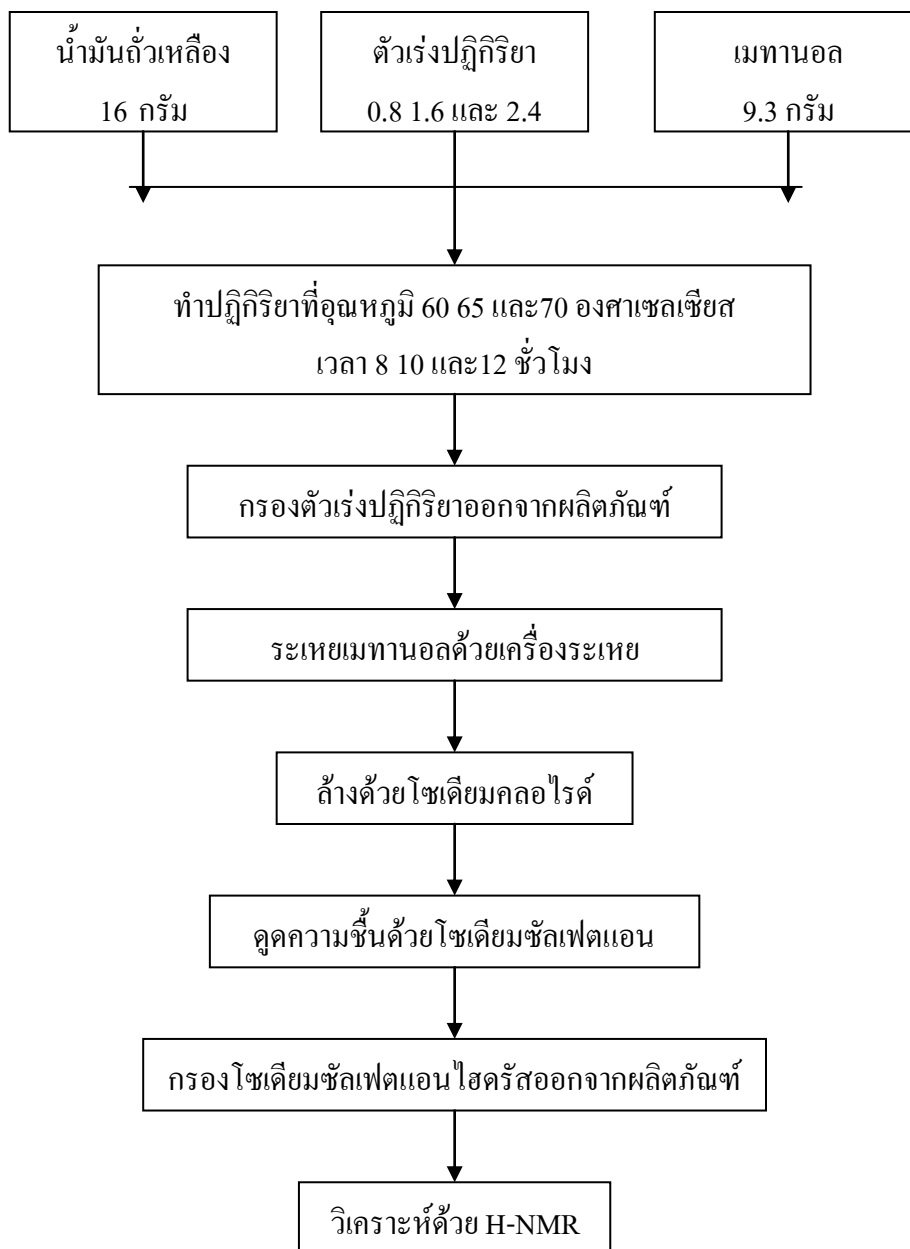
ตารางที่ 4 ค่า pKa ของอินดิเคเตอร์

อินดิเคเตอร์	ค่า pKa
เมทิล เรด (แดง-เหลือง)	5.1
นิวทรอล เรด (แดง-เหลือง)	6.8
โบรโมไทมอล บลู (เหลือง-น้ำเงิน)	7.0
ไทมอล บลู (เหลือง-น้ำเงิน)	8.9
ฟีนอล์ฟทาลีน (ไม่มีสี-ชมพู)	9.7

ตัวเร่งปฏิกิริยาถูกนำมาวิเคราะห์โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction) เพื่อวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก ขนาดของอนุภาคและองค์ประกอบทางเคมี โดยใช้เครื่อง X-ray diffractometer (Philips model X'Pert, Panalytical, ประเทศเนเธอร์แลนด์) การวิเคราะห์จะทำในช่วงมุม 2θ ระหว่าง $20^\circ - 80^\circ$ พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุน และปริมาตรรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกระบุโดยวิเคราะห์การดูดซับของก๊าซไนโตรเจน (Autosorb-1, Quantachrome, ประเทศสหรัฐอเมริกา) ตัวเร่งปฏิกิริยาถูกวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) (JOEL model JSM-6480LV, Evisa, ประเทศเยอรมัน) เพื่อวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้กำลังขยายเท่ากับ $10\times - 100,000\times$

3.2.4 การทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันถั่วเหลือง

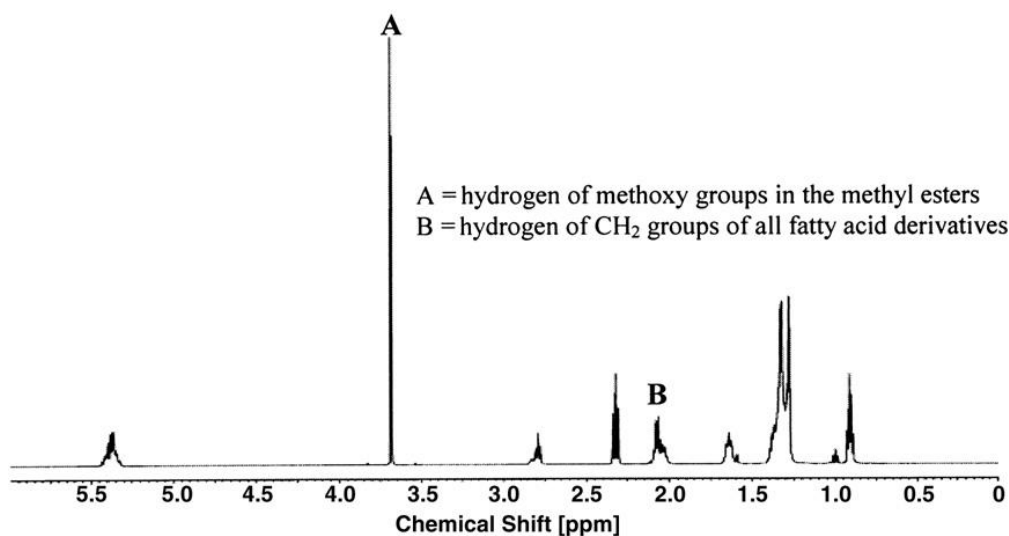
ซึ่งน้ำมันถั่วเหลือง 16 กรัม เมทานอล 9 กรัม (อัตราส่วนโดยโมลของน้ำมันถั่วเหลือง : เมทานอล เท่ากับ 16:1) และตัวเร่งปฏิกิริยาจำนวน 0.8 1.6 และ 2.4 กรัม (5%, 10% และ 15% โดยน้ำหนักของน้ำมัน) ใส่ลงขวดก้นกลมขนาด 100 มิลลิลิตร ทำการปั่นกวนด้วย Hot plate stirrer ที่อุณหภูมิ 60 65 และ 70 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 8 10 และ 12 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำการกรอง และระเหยเมทานอลที่เหลือออกด้วยเครื่องระเหย ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นซึ่งจะเกิดการแยกชั้นของไบโอดีเซล (ส่วนบน) กับกลีเซอรอล (ส่วนล่าง) ให้นำของเหลวส่วนบนล้างด้วยสารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัว 3 ครั้ง ตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น ทิ้งสารละลายส่วนล่าง ส่วนสารละลายส่วนบนนำมากำจัดน้ำด้วยโซเดียมซัลเฟตปราศจากน้ำแล้วกรองเอาโซเดียมซัลเฟตออกจากผลิตภัณฑ์



ภาพที่ 15 แผนภาพขั้นตอนการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน (transesterification)

3.2.5 การวิเคราะห์ปริมาณการเกิดเมทิลเอสเทอร์

น้ำมันไบโอดีเซลที่เตรียมได้จะนำไปวิเคราะห์ปริมาณการเกิดเมทิลเอสเทอร์ โดยเทคนิคโปรตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรสโกปี ด้วยการเปรียบเทียบพื้นที่ใต้กราฟของเมทอกซี กับเมทิลีนโปรตอน ซึ่งเมทอกซีโปรตอนจะมี chemical shifts เท่ากับ 3.7 ppm และเมทิลีนโปรตอนจะมี chemical shifts เท่ากับ 2.3 ppm แสดงดังภาพที่ 16



ภาพที่ 16 ตำแหน่งของเมทอกซีโปรตอน และเมทิลีนโปรตอน

ที่มา : Samart และคณะ (2009)

การคำนวณ % conversion สามารถหาได้จากสมการดังต่อไปนี้

$$\% \text{ conversion} = [(A/3) / (B/2)] \times 100$$

เมื่อ A = พื้นที่ใต้กราฟของเมทอกซีโปรตอน

B = พื้นที่ใต้กราฟของเมทิลีนโปรตอน

3.2.6 การวิเคราะห์สมบัติทางเชื้อเพลิง

น้ำมันไบโอดีเซลจากภาวะที่เหมาะสมที่สุดจะถูกนำมาวิเคราะห์สมบัติทางเชื้อเพลิง ได้แก่ ค่าความหนืด ตามวิธี ASTM D 445 สำหรับจุดวาบไฟซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ต่ำสุดที่ทำให้ไอน้ำมันเกิดการวาบไฟ จะทำการวิเคราะห์ตาม ASTM D 93 เพื่อความปลอดภัยในการเก็บ และส่งถ่าย จุดไหลเทวิเคราะห์ตาม ASTM D 97 โดยต้องมีข้อกำหนดไว้เพื่อให้ น้ำมันไหลถ่ายเทได้เมื่อต้องการใช้ที่อุณหภูมิต่ำ การวิเคราะห์การกัดกร่อนแผ่นทองแดง ตามวิธี ASTM D 130 เพื่อทดสอบการกัดกร่อนที่อาจเกิดกับเครื่องยนต์