บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วิธีการดำเนินงาน

งานวิจัยนี้เป็นการชี้วัดปัจจัยที่ส่งผลกระทบต่อกระบวนการเอสเทอริฟิเคชันของกรดโอเลอิคซึ่งละลายในน้ำมันปาล์มคุณภาพเชิงพาณิชย์ซึ่งทำปฏิกิริยากับเอทานอล รวมถึงประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา H_2SO_4/AC พร้อมทั้งศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา จากนั้นจึงทำการตรวจสอบคุณภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยแบ่งขั้นตอนการดำเนินงานดังนี้

3.1.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการทดลอง

3.1.2 การทดลองปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน ณ สภาวะการทดลองต่างๆ

3.1.3 การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน

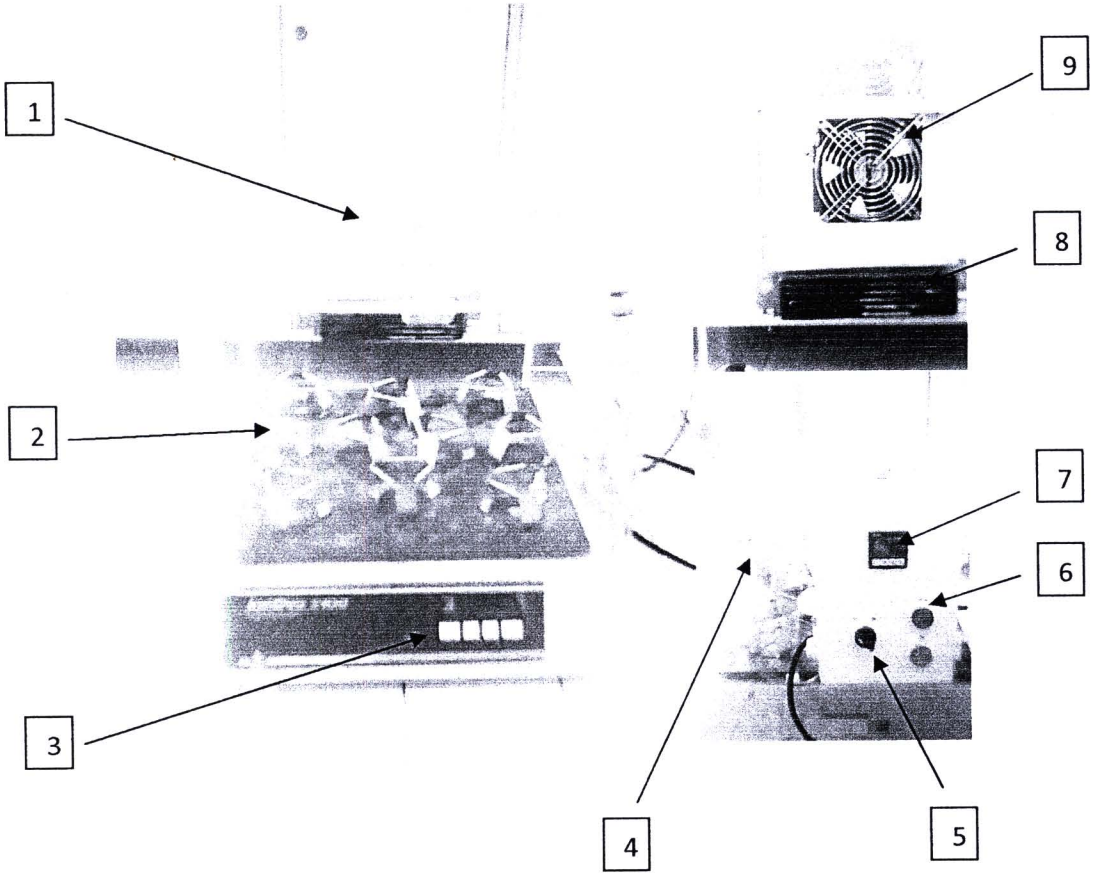
3.1.4 การวิเคราะห์คุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา

3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมี	บริษัท	คุณลักษณะ
กรดซัลฟิวริก	Science Diagnostic Materials Co., Ltd.	95-97% GR iso
เอทานอล	ARSOM CO., LTD.	>99.8%v/v
2-โพรพานอล	ARSOM CO., LTD.	Analysisemsure ACS ISO reag.PH
ฟีนอฟทาลีน	Science Diagnostic Materials Co., Ltd.	Solution 1% in ethanol
โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์	MERCK CO., LTD.	
กรดโอเลอิค	ARSOM CO., LTD.	
น้ำมันปาล์ม	OLEEN CO.,LTD.	
ถ่านกัมมันต์	C.GIGANTIC carbon CO., LTD.	

3.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน คือ เครื่องเขย่า (Shaker) รุ่น innova R100 ซึ่งถูกปรับแต่งสำหรับทำปฏิกิริยา โดยการเพิ่มในส่วนของระบบควบคุมอุณหภูมิ ซึ่งประกอบไปด้วยระบบต่างๆดังรูป



รูปที่ 14 แสดงส่วนประกอบของเครื่องที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

1. ฝาเปิด-ปิดสำหรับเก็บสารตัวอย่าง
2. ตัวจับขวดรูปชมพู่
3. ปุ่มปรับระบบความเร็วรอบในการทำปฏิกิริยา
4. ปุ่มเปิด-ปิดพัดลมปรับอากาศ
5. ปุ่มเปิด-ปิด ระบบควบคุมอุณหภูมิ
6. ไฟแสดงระบบการทำงาน
7. ปุ่มปรับอุณหภูมิ
8. ขดลวดความร้อน
9. พัดลมปรับอากาศ

3.4 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการทดลอง

3.4.1 วัดจุดอิ่มตัวของถ่านกัมมันต์เพื่อนำมาคำนวนปริมาตรของสารละลายกรดที่สามารถดูดซับบนถ่านกัมมันต์ได้อิ่มตัวพอดี เทียบเป็นหน่วยปริมาตรต่อกรัม โดยการหยดน้ำกลั่นบนถ่านกัมมันต์ลงไปเรื่อยๆ จนกว่าถ่านจะไม่ดูดซับน้ำ ซึ่งมีค่าประมาณ 0.55 มิลลิลิตรต่อกรัม

3.4.2 เตรียมสารละลายกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 5, 10 และ 20% โดยน้ำหนักของสารละลาย

3.4.3 นำสารละลายกรดที่เตรียมไว้มาหยดลงบนถ่านกัมมันต์ โดยระหว่างค่อยๆหยด ให้ใช้ช้อนคนสาร คนไปมาเพื่อให้เกิดการดูดซับอย่างทั่วถึง

3.4.4 นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมไว้แล้วไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปเก็บในโถดูดความชื้น

3.5 การทดลองปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันโดยใช้ระบบแบบกะ (Batch system)

3.5.1 เตรียมน้ำมันตั้งต้นโดยการผสม 10% กรดโอเลอิคผสมกับ 90% น้ำมันปาล์มที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพแล้ว คิดเทียบโดยน้ำหนัก (ไม่ต้องต้มไล่น้ำน้ำมันตั้งต้นก่อนเนื่องจากน้ำมันที่นำมาใช้ในการทดลองระดับห้องปฏิบัติการไม่มีน้ำปนอยู่)

3.5.2 นำน้ำมันตั้งต้นที่เตรียมไว้มาเทใส่ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร ในปริมาตรใบละ 60 กรัม นำไปอุ่นในอุปกรณ์ที่ใช้ทำการทดลอง ณ อุณหภูมิที่ต้องการทดลอง (60, 70 และ 80 องศาเซลเซียส)

3.5.3 เตรียมเอทานอลสำหรับทำปฏิกิริยาในอัตราส่วนเชิงโมล น้ำมันต่อเอทานอล 1:9 นำไปผสมกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 0, 5, 10 และ 20% โดยน้ำหนักของสารละลาย ซึ่งใช้ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาตามแต่สภาวะที่ต้องการทดลอง (0, 2, 4, 6, 8 และ 10% โดยน้ำหนักของน้ำมัน)

3.5.4 นำส่วนผสมระหว่างเอทานอลและตัวเร่งปฏิกิริยา เทใส่ลงในน้ำมันตั้งต้นเมื่อเห็นว่าน้ำมันตั้งต้นถึงอุณหภูมิที่ต้องการแล้ว

3.5.5 เก็บตัวอย่างสารทุกๆ 2 ชั่วโมง เพื่อใช้สำหรับวัดค่าความเป็นกรด และอัตราการเกิดเอสเทอร์ ณ เวลาในการทำปฏิกิริยาต่างๆ

3.5.6 นำสารผลิตภัณฑ์ที่เก็บได้ มาผ่านขั้นตอนการล้างน้ำ และการเหวี่ยงแยก โดยใช้เครื่อง Centrifuge เพื่อล้างสารละลายที่ปนมากับไบโอดีเซลออก หลังจากนั้นก็จะได้สารผลิตภัณฑ์นำไปวัดคุณสมบัติต่างๆได้

3.6 การวิเคราะห์สารผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน

การวัดคุณสมบัติของสารผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น แบ่งเป็นสองส่วนหลักๆ ด้วยกันคือ ส่วนแรกเป็นการวัดค่าความเป็นกรด (acid value, mL KOH/g) เพื่อนำมาคำนวนค่าการเปลี่ยนแปลงของกรดไขมันอิสระ (conversion FFA) ส่วนที่สองคือวัดอัตราการเกิดเอสเทอร์ (ester yield) ของสารผลิตภัณฑ์

3.6.1 วิธีการวัดค่าความเป็นกรด (acid value)

1) เตรียมสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1%w/v หรือประมาณ 0.0178 mol/L

2) เติมสารตัวอย่างที่ต้องการวัดลงในขวดรูปชมพู่ และชั่งน้ำหนักเก็บค่าของสารตัวอย่างไว้ จากนั้นเติมสารโพรพานอลปริมาตร 10 มิลลิลิตร ลงไป

3) เติมสารอินดิเคเตอร์ (สารละลายฟีนอฟทาลีน) ลงไป 5 หยด

4) ค่อยๆหยดสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ลงไปโดยต้องเขย่าขวดรูปชมพู่ไปพลางๆด้วยเพื่อให้เกิดการผสมกันอย่างทั่วถึง เมื่อสารละลายเริ่มกลายเป็นสีชมพูคงค้างไว้ 30 วินาที ก็ให้จดปริมาตรของสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ เพื่อนำไปคำนวน

สูตรการคำนวนหาค่าความเป็นกรด (acid value)

$$\text{Acid value} = \frac{V \times 1000 \times Mw \times C}{W}$$

ซึ่งค่าความเป็นกรด (acid value) มีหน่วยเป็น mL KOH/g; V คือ ปริมาตรของสารละลาย KOH ที่ใช้ในการไตเตรท ในหน่วย mL; Mw คือ น้ำหนักโมเลกุลของ KOH ในหน่วย g/mol; C คือความเข้มข้นของสารละลาย KOH ในหน่วย mol/L

3.6.2 การคำนวนค่าการเปลี่ยนแปลงของกรดไขมันอิสระ (conversion FFA)

ค่า conversion FFA สามารถคำนวนได้จากสูตร

$$\text{conversion FFA} = \frac{\text{Initial acid value} - \text{acid value at t time}}{\text{Initial acid value}}$$

ซึ่ง t คือ เวลาในการเก็บสารตัวอย่าง ในหน่วยชั่วโมง

3.6.3 การคำนวนค่าอัตราส่วนการเกิดเอทิลเอสเทอร์ (Ethyl Ester Yield)

ปริมาณของเอทิลเอสเทอร์ถูกวัดค่าโดยเครื่อง Gas Chromatograph รุ่น Shimadzu Model C-R8A ถูกต่อเข้ากับ Flame ionization detector โดยใช้โปรแกรมอุณหภูมิ (INJ temp 280 °C, DET Temp 280 °C, Oven Temp 150 °C (hold 5 min.) to 250 °C at 5 °C/min. (hold 5 min.) carrier gas - helium (He) make-up gas - nitrogen (N_2)) สูตรการคำนวนหาอัตราส่วนการเกิดเอสเทอร์

$$\%\text{Yield of ethyl ester} = \frac{\text{Weight of ethyl ester}}{\text{Weight of raw material}} \times 100$$

น้ำหนักของเอสเทอร์คำนวนจากพื้นที่ใต้กราฟของสารตัวอย่างเปรียบเทียบกับพื้นที่ใต้กราฟของสารเอทิลเอสเทอร์มาตรฐาน

3.7 การวิเคราะห์คุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา

3.7.1 X-ray powder diffraction measurement (XRD)

X-ray diffraction ใช้เพื่อวิเคราะห์พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยเครื่อง X-Ray Diffractometer รุ่น SIEMENS Model D500G วัดในสภาวะ Cu Ka radiation (k= 1.54056 °, 1.54439 ° และ 1.39222 °, KV=30, MA=30) มุมสแกน (2θ) จาก 10 ถึง 80° กับ ค่า scan-step คือ 0.04° ต่อวินาที

3.7.2 การวิเคราะห์โดยวิธีการดูดซับด้วยก๊าซไนโตรเจน

เพื่อใช้วัดพื้นที่ผิวจำเพาะ ขนาดและเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน รวมถึงการกระจายตัวของรูพรุนของถ่านกัมมันต์ โดยเครื่อง Surface Area and Porosity Analyzer รุ่น micromeritics Model ASAP 2020 ซึ่งใช้วิธีวัดแบบ Multipoint อุณหภูมิของไนโตรเจน -195.771 °C ณ สภาวะ Cold Free Space: 85.4363 cm^3 และ Low Pressure Dose: 25.000 cm^3/g ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีการดูดซับกรดซัลฟิวริกจะใช้การวัดแบบ Single point เท่านั้น เพื่อหลีกเลี่ยงปัญหาการกัดกร่อนของปั๊ม โดยจะวัด ณ สภาวะ อุณหภูมิของไนโตรเจน -195.724 °C ณ สภาวะ Cold Free Space: 85.1169 cm^3 และ ไม่มี Low Pressure Dose

3.7.3 Scanning electron microscopy (SEM)

เพื่อใช้สังเกตุลักษณะพื้นที่ผิวของรูพรุน การเกาะติดของกรดซัลฟิวริกบนถ่านกัมมันต์ โดยใช้กระแสไฟฟ้า 15 kV ณ กำลังขยาย 50 เท่า 500 เท่า และ 10,000 เท่า โดยตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกนำไปเคลือบทองก่อนนำไปสแกน