

บทที่ 3

การดำเนินงานวิจัย

3.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซัลเฟตเซอร์โคเนีย ($\text{SO}_4^{2-}/\text{ZrO}_2$) สารเคมี

1. $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ (Wako Pure Chemical Industries Ltd.)
2. $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (Kanto Chemical Co.,Inc.)
3. H_2SO_4 Conc. 95-98% (J.T. Baker)
4. $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (AR Grade, Qrec New Zealand Brightchem Sdn Bhd)
5. NH_4OH Conc.25% (RFCL limited)
6. $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ Conc. 98% (Kanto Chemical Co.,Inc.)
7. $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Conc. 99% (Sigma-aldrich,Inc.)
8. $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ Conc.99% (Kanto Chemical Co.,Inc.)
9. AgNO_3 (Gammaco (Thailand) Co.,Ltd.)
10. $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ (Gammaco (Thailand) Co.,Ltd.)

อุปกรณ์

1. ปีกเกอร์
2. ข้อนตักสาร
3. หลอดหยดสาร
4. กระบอกตวง
5. บิวเรต
6. กรวยกรอง
7. กระดาษกรองตัวเร่งปฏิกิริยา Pore Size 0.2 μm . (Advantec MFS, Inc)
8. เครื่องปั่นกวนและให้ความร้อน (Hot Plate & Stirr) (Yellowline / Yellow MAG HS7)
9. เครื่องวัดความเป็นกรดเบส (Eutech instruments pH510)
10. บีมหยดสาร (Tokyo rikakikai co.ltd / type MP: 100)
11. ชุดเครื่องกรองสุญญากาศ
12. เครื่องชั่ง (Mettler Toledo / AX 205)

วิธีทดลอง

เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีเคลือบฝัง/ตกตะกอนร่วมโดยใช้ $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ หรือ $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ เป็นสารเริ่มต้น (Precursor) ของ ZrO_2 , ใช้ H_2SO_4 หรือ $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ เป็นสารให้หมู่ซัลเฟต (Sulfating Agent) และใช้ Al หรือ Ce หรือ Fe เป็นสารเติมแต่ง

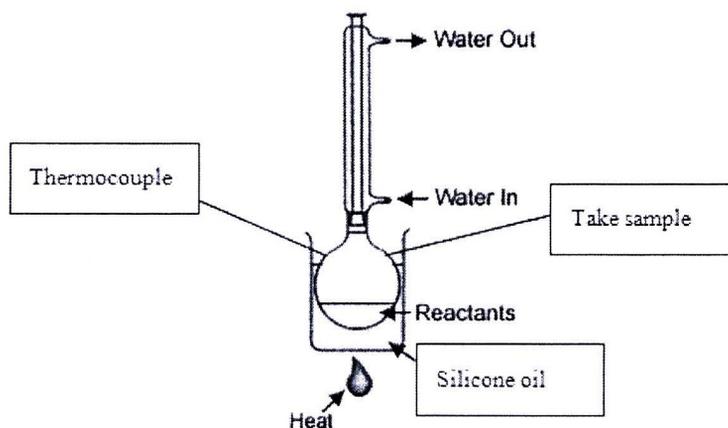
3.2 การทดสอบปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน

สารเคมี

1. กรดไขมันปาล์ม (PFAD)
2. CH_3OH (J.T. Baker)
3. ซิลิโคนออยล์

อุปกรณ์

1. ขวดก้นกลมขนาด 250 ml
2. เครื่องปั่นกวนและให้ความร้อน (Hot Plate & Stir) (Yellowline / Yellow MAG HS7)
3. เทอร์โมมิเตอร์
4. คอนเดนเซอร์ชนิดหัวเกลียว
5. กรวยกรอง
6. หัวกรองตัวเร่งปฏิกิริยา Pore Size 0.45 μm . (Chrom tech, Inc.)



รูปที่ 3.1 เครื่องปฏิกิริยาที่ใช้ในการทดสอบปฏิกิริยา

สภาวะที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

PFAD : CH_3OH	1:5 (Molar ratio)
อุณหภูมิ	65°C
น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยา	0.50 กรัม
ความดัน	ความดันบรรยากาศ
เวลา	6 ชั่วโมง

วิธีทดลอง

นำ PFAD 27.05 กรัม, CH_3OH 20.00 มิลลิลิตร และตัวเร่งปฏิกิริยา 0.50 กรัม ใส่ลงในขวดก้นกลมและติดตั้งอุปกรณ์ตามรูปที่ 3.1 ควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ จากนั้นเก็บตัวอย่างหลังการทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 6 ชั่วโมง ไปทำการวิเคราะห์หาร้อยละผลได้ของไบโอดีเซล (Y_{FAME})

วิธีวิเคราะห์

นำตัวอย่างที่ได้มาวิเคราะห์หาสัดส่วนองค์ประกอบด้วยเครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโตกราฟแบบ FID (SHIMADZU รุ่น GC-17A) โดยใช้สภาวะดังนี้

Column: DB-WAX

Injector Temp.: 250°C

Detector Temp.: 250°C

Column Temp.: 50°C Hold 1 min , 25°C/min to 200°C , 5°C/min to 230°C

Solvent: Toluene

3.3 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันบนพื้นผิวตัวเร่งปฏิกิริยา

สารเคมี

1. KBr
2. Acetone

อุปกรณ์

1. ซ้อนตักสาร
2. ครกบดสาร
3. เครื่องอัดของแข็ง

การทดลอง

วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง FTIR (Perkin-Elmer) ทำโดยผสมตัวเร่งปฏิกิริยากับ KBr แล้วบดให้ละเอียด และอัดเป็นแผ่นด้วยเครื่องอัดของแข็ง จากนั้นจึงนำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันที่ โดยสแกนในช่วง wave number เท่ากับ $400-4000\text{ cm}^{-1}$ กำหนด scan of number และ resolution เท่ากับ 20 และ 4 cm^{-1}