

อุปกรณ์และวิธีการ

อุปกรณ์

1. วัตถุดิบและสารเคมีสำหรับการผลิตไบโอดีเซล

- 1.1 น้ำมันสุรุดำ หีบด้วยเครื่องหีบแบบสกรูเพรส , บริษัท 80 – ok จำกัด, ประเทศไทย
- 1.2 กรดโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ : A.R. Grade, Ajax Chemical Co., Ltd.
- 1.3 เมทานอล (ความเข้มข้น 99.99% โดยน้ำหนัก) : A.R. Grade, J.T. Baker, U.S.A.
- 1.4 โซเดียมซัลเฟต(Anhydrous) : A.R. Grade, Ajax Chemical Co., Ltd.
- 1.5 น้ำกลั่น

2. อุปกรณ์สำหรับผลิตไบโอดีเซล

- 2.1 ชุดเครื่องแก้ว
- 2.2 ชุดอุปกรณ์การกวนด้วยแท่งแม่เหล็กและให้ความร้อน: Chatcharee Holding Co., Ltd.
- 2.3 เทอร์โมมิเตอร์
- 2.4 แท่งแม่เหล็ก (Magnetic Stirrer)
- 2.5 กระดาษกรอง Whatman เบอร์ 4
- 2.6 เครื่องชั่งทศนิยม 2 ตำแหน่ง: METTLER PM 6100, Mettler – Toledo (Thailand).

2.7 กระดาษลิทมัส

3. สารเคมีสำหรับการวิเคราะห์ค่าความเป็นกรด (Acid Value)

3.1 2 – โพรพานอล(ความเข้มข้น 99.99% โดยน้ำหนัก) : A.R. Grade, J.B. Baker, U.S.A.

3.2 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) : Analysis grade, Merek, Germany

3.3 น้ำกลั่น

3.4 สารละลายฟีนอล์ฟทาลีน

4. สารเคมีสำหรับการวิเคราะห์เมทิลเอสเทอร์ (Methyl Ester)

4.1 n-Heptane: Analysis grade, Labscan, Ireland

4.2 เมทิลเฮปตะดิกาโนเอท (methyl heptadecanoate): ค่าความบริสุทธิ์ 95 เปอร์เซ็นต์

4.3 สารละลายเมทิลเฮปตะดิกาโนเอท 10 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร เตรียมโดยชั่งเมทิลเฮปตะดิกาโนเอท 500 มิลลิกรัม ใส่ลงใน volumetric flask ขนาด 50 มิลลิลิตร แล้วเติมด้วย n-Heptane จนกระทั่งมีปริมาตรครบ 50 มิลลิลิตร

5. อุปกรณ์สำหรับการวิเคราะห์เมทิลเอสเทอร์

5.1 เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี: model GC – 2010, Shimadzu, Japan

แก๊สดำเนิน: He

คอลัมน์: DB – Wax, 30 เมตร x 0.32 มิลลิเมตร

ดีเทคเตอร์: FID, 380 องศาเซลเซียส

อินเจคเตอร์: 260 องศาเซลเซียส (DB – Wax), split ratio 25

5.2 เครื่องชั่งไฟฟ้าทศนิยม 4 ตำแหน่ง: model BL210S, Sartorius, Goettingen, Germany

5.3 เครื่องผสม (Vortex Mexer): model KMC-1300V, VISION, Korea

5.4 ขวด Vial ขนาด 10 มิลลิลิตร

วิธีการ

1. การออกแบบการทดลองแบบ Response Surface Methodology ด้วยโปรแกรม MINITAB

ออกแบบการทดลองเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตไบโอดีเซลด้วยโปรแกรม MINITAB Release 13.20 โดยเลือกการออกแบบแบบ Box – Behnken (Myers and Montgomery, 2002) โดยมีตัวแปร (variable) ที่เลือกศึกษาและมีอิทธิพลต่อการผลิตไบโอดีเซลจำนวน 4 ตัวแปร ได้แก่ อุณหภูมิการทำปฏิกิริยา เวลาการทำปฏิกิริยา ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) และอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมัน โดยอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยามี 3 ระดับคือ 30 45 และ 60 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยามี 3 ระดับคือ 60 90 และ 120 นาที ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์มี 3 ระดับคือ 0.5 1.0 และ 1.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันมี 3 ระดับคือ 3:1 6:1 และ 9:1 ดังแสดงในตารางที่ 8 และเมื่อใช้โปรแกรม MINITAB ออกแบบจะได้ดังตารางที่ 9 ซึ่งสามารถออกแบบการทดลองได้ทั้งหมด 27 การทดลอง โดยน้ำมันสบู่ดำชุดที่ 1 ซึ่งมีค่าความเป็นกรด 1.683 มิลลิกรัม โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัมถูกใช้ในการทดลองที่ 1 ถึง 11 ส่วนน้ำมันสบู่ดำชุดที่ 2 ซึ่งมีค่าความเป็นกรด 1.391 มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัมถูกใช้ในการทดลองที่ 12 ถึง 27

ตารางที่ 8 ตัวแปรและระดับค่าของตัวแปรของการออกแบบแบบ Box – Behnken

ตัวแปร	-1	0	1
อุณหภูมิการทำปฏิกิริยา (องศาเซลเซียส) (T)	30	45	60
เวลาการทำปฏิกิริยา (นาที) (t')	60	90	120
ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (KOH) (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) (M)	0.5	1.0	1.5
อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน (C)	3:1	6:1	9:1

ตารางที่ 9 ตารางการออกแบบการทดลองแบบ Box – Behnken โดยใช้โปรแกรม MINITAB

การทดลองที่	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลา (นาที)	ปริมาณตัวเร่ง KOH (เปอร์เซ็นต์)	อัตราส่วนโดยโมล MeOH:Oil
1	45	90	1.0	6
2	60	90	0.5	6
3	45	90	1.0	6
4	45	60	0.5	6
5	45	90	0.5	3
6	45	90	1.5	3
7	60	90	1.0	3
8	45	120	1.0	3
9	30	120	1.0	6
10	60	120	1.0	6
11	60	90	1.0	9
12	45	60	1.0	9
13	60	60	1.0	6
14	45	120	1.0	9
15	30	60	1.0	6
16	45	90	1.5	9
17	45	120	0.5	6
18	30	90	1.0	9
19	30	90	1.0	3
20	45	90	1.0	6
21	30	90	0.5	6
22	30	90	1.5	6
23	45	120	1.5	6
24	45	90	0.5	9
25	45	60	1.0	3
26	45	60	1.5	6
27	60	90	1.5	6

2. การผลิตไบโอดีเซลด้วยกระบวนการทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน

ชั่งน้ำมันสุญุดำ 100 กรัม ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร นำไปให้ความร้อนจนกระทั่งน้ำมันมีอุณหภูมิเกินที่กำหนดไว้เล็กน้อย ขณะเดียวกันนำเมทานอล (วิธีการคำนวณอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันดูได้จากภาคผนวก ก) และ KOH ตามปริมาณที่กำหนดในแต่ละการทดลองมาละลายจนเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำสารละลายที่ได้เทใส่ลงในน้ำมันสุญุดำที่อุ่นไว้ ทำการกวนผสมด้วย Magnetic Stirrer และเริ่มจับเวลา ในขณะที่ทำปฏิกิริยาต้องควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ที่อุณหภูมิที่กำหนดไว้ เมื่อครบเวลาที่กำหนดนำของผสมที่ได้จากการทำปฏิกิริยาเทใส่ลงในกรวยแยกเพื่อให้ของผสมแยกชั้น ของผสมจะแยกเป็น 2 ชั้น แยกเอากลีเซอรอลซึ่งอยู่ชั้นล่างออกให้เหลือแต่ชั้นบนซึ่งเป็นไบโอดีเซล นำไบโอดีเซลที่ได้มาทำการล้างด้วยน้ำกลั่นล้างจนกระทั่งน้ำกลั่นที่ออกมาจากกระบวนการล้างมีค่าพีเอชเท่ากับตอนก่อนล้าง นำไบโอดีเซลที่ผ่านกระบวนการล้างแล้วมาทำการดูดซับน้ำด้วย Na_2SO_4 โดยชั่ง Na_2SO_4 ประมาณ 1 – 2 กรัม แล้วใส่ลงไปในไบโอดีเซล กวนด้วย Magnetic stirrer หลังจากนั้นนำไปกรองด้วยกระดาษกรอง ชั่งน้ำหนักไบโอดีเซลที่ได้จากการกรองเพื่อนำไปคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ผลได้ (วิธีการคำนวณดูได้จากภาคผนวก ข) พร้อมทั้งนำไปวิเคราะห์หาปริมาณเมทิลเอสเทอร์ รวมไปถึงวิเคราะห์หาคุณสมบัติและค่าความเป็นกรด (Acid Value) ของไบโอดีเซล

3. การวิเคราะห์หาปริมาณเมทิลเอสเทอร์โดยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี (gas chromatography)

การวิเคราะห์หาปริมาณเมทิลเอสเทอร์ ได้วิเคราะห์ตามมาตรฐานของ EN 14103: 2003 โดยมีขั้นตอนคือ ชั่งตัวอย่าง (ไบโอดีเซล) 250 มิลลิกรัม ใส่ลงในขวด vial ขนาด 10 มิลลิลิตร หลังจากนั้นเติมสารละลายเมทิลเฮปตะดิกาโนเอทความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ลงไปในปริมาณ 5 มิลลิลิตร แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณเมทิลเอสเทอร์โดยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี วิธีการคำนวณดูได้จากภาคผนวก ก

4. การวิเคราะห์หาค่าความเป็นกรด (Acid Value)

4.1 ชั่งน้ำหนักน้ำมันตัวอย่างตั้งต้นหรือไบโอดีเซล 1 กรัม ใส่ขวดรูปชมพู่

4.2 เติมด้วยสาร 2-โพรพานอล ปริมาตร 10 มิลลิลิตร

4.3 หยดสารละลายฟีนอล์ฟทาไลน์ 2-3 หยด

4.4 นำมาทำการไทเทรตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์

4.5 ไทเทรตจนสารละลายเปลี่ยนเป็นสีชมพูจางๆ คงที่ ประมาณ 30 วินาที ณ จุดนี้ถือเป็น
จุดยุติ

4.6 บันทึกปริมาตรสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ เพื่อนำไปคำนวณหาค่าความเป็นกรด(Acid Value) วิธีการคำนวณดูได้จากภาคผนวก ง