

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

การดำเนินการวิจัย ประกอบด้วยหัวข้อที่สำคัญในการดำเนินการดังนี้

1. ศึกษาการสังเคราะห์ไบโอดีเซลในห้องปฏิบัติการด้วยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน โดยใช้ด่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา
2. เปรียบเทียบผลผลิต (Yield) ของไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้
 - 2.1 เปรียบเทียบผลผลิตของไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้โดยการเปรียบเทียบวัตถุดิบที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ไบโอดีเซล โดยใช้ด่าง NaOH และเมธานอลชนิด เกรดวิเคราะห์ (Analytical reagent grade; AR grade) และเกรดทางการค้า (Commercial grade)
 - 2.2 เปรียบเทียบผลผลิตของไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้โดยการเปรียบเทียบในขั้นตอนของการทำปฏิกิริยาซึ่งได้ทำการศึกษาและเปรียบเทียบการทำปฏิกิริยาโดยการกวนสารด้วย Magnetic bar โดยใช้ความเร็วรอบ 500 รอบ/นาที เปรียบเทียบกับขั้นตอนการทำปฏิกิริยาโดยใช้ระบบการสั่นด้วย Ultrasonic ที่ความถี่ 59 kHz
3. การทดสอบสมบัติของไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้

วิธีการดำเนินการวิจัย

ตอนที่ 1 การสังเคราะห์ไบโอดีเซลในห้องปฏิบัติการ

1. เครื่องมือและอุปกรณ์-สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

- 1.1.1 ชุดเครื่องแก้ว
- 1.1.2 ชุดอุปกรณ์การกวนด้วยแท่งแม่เหล็กและให้ความร้อน
- 1.1.3 แท่งกวนแม่เหล็ก (Magnetic bar)
- 1.1.4 ชุดอุปกรณ์ไทเทรต
- 1.1.5 ชุดกรวยแยก (Separator funnel)
- 1.1.6 เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)
- 1.1.7 ยูนิเวอร์แซลอินดิเคเตอร์ (Universal indicator)
- 1.1.8 เครื่องชั่งทศนิยม 3 ตำแหน่ง (Balance)
- 1.1.9 เครื่องอัลตราโซนิก (Ultrasonic)

1.1.10 เครื่องวัดโคมิเตอร์ (Viscometer)

1.1.11 ขวดพิกโนมิเตอร์ (Pycnometer)

1.2 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

1.2.1 น้ำมันพืชใช้แล้ว

1.2.2 น้ำมันพืชปาล์ม, น้ำมันมะพร้าว และน้ำมันถั่วเหลือง

1.2.3 เมทานอล (Methanol: CH_3OH)

1.2.4 เอทานอล (Ethanol: $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)

1.2.5 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide: NaOH)

1.2.6 โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (Potassium hydroxide: KOH)

1.2.7 2-โพรพานอล (2-Propanol: $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$)

1.2.8 ฟีนอล์ฟทาลิน อินดิเคเตอร์

1.2.9 โทลูอิน (Toluene: $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$)

1.2.10 โซเดียมซัลเฟต แอนไฮไดรอส (Sodium sulphate anhydrous: Na_2SO_4)

2. การเตรียมน้ำมันก่อนการทำปฏิกิริยา

2.1 การขจัดน้ำออกจากน้ำมันพืชใช้แล้วก่อนการทำปฏิกิริยา

2.1.1 นำตัวอย่างน้ำมันใช้แล้วมากรองด้วยผ้าขาวบางเพื่อกรองสิ่งสกปรกที่ปนมากับน้ำมันออกไป ในกรณีตัวอย่างน้ำมันชนิดอื่น ๆ (น้ำมันพืชปาล์ม น้ำมันมะพร้าว และน้ำมันถั่วเหลือง) ให้นำมาใช้ได้เลย

2.1.2 จากนั้นนำตัวอย่างน้ำมันที่ผ่านการกรองแล้วมาให้ความร้อนจนน้ำมันมีอุณหภูมิประมาณ 110 องศาเซลเซียส โดยมีการกวนเพื่อให้การระเหยของน้ำเป็นไปได้อย่างทั่วถึงยิ่งขึ้น จากนั้นให้ความร้อนต่อไปเป็นเวลา 30 นาที

2.1.3 ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 1 คืนที่อุณหภูมิห้อง

2.2 การวิเคราะห์หาค่าความเป็นกรด (Acid value)

2.2.1 เตรียมสารละลายมาตรฐาน KOH ในน้ำกลั่น ความเข้มข้น 0.1 นอร์มัล โดยชั่ง KOH 5.61 กรัม ละลายในน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 1 ลิตร

2.2.2 เตรียมสารผสม 2-โพรพานอลกับโทลูอินในอัตราส่วน 1 ต่อ 1 โดยปริมาตร และทำให้เป็นกลางต่อฟีนอล์ฟทาลินด้วยสารละลายมาตรฐาน KOH 0.1 นอร์มัล

2.2.3 เตรียมสารละลายฟีนอล์ฟทาลินอินดิเคเตอร์ โดยละลายฟีนอล์ฟทาลิน 1 กรัมใน 2-โพรพานอล ปริมาตรให้เป็น 100 มิลลิลิตร

2.2.4 ชั่งตัวอย่างน้ำมัน (น้ำมันพืชใช้แล้ว น้ำมันพืชปาล์ม น้ำมันมะพร้าว และน้ำมันถั่วเหลือง) หนัก 10 กรัม ใส่ลงในขวดรูปชมพู่

2.2.5 เติมน้ำผสม 2-โพรพานอลกับโทลูอินในอัตราส่วน 1 ต่อ 1 โดยปริมาตร ปริมาตร 125 มิลลิลิตรลงไป เขย่าตัวอย่างน้ำมันให้ละลาย (อาจใช้ความร้อนในกรณีที่ตัวอย่างน้ำมันไม่ละลายในสารละลาย)

2.2.6 เติมน้ำละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ ปริมาตร 2 มิลลิลิตร

2.2.7 ไทเทรตสารตัวอย่างน้ำมันด้วยสารละลายมาตรฐาน KOH ความเข้มข้น 0.1 นอร์มัล จนกระทั่งสารละลายเริ่มเปลี่ยนสีเป็นสีชมพูอ่อน และคงตัวอย่างนานประมาณ 30 วินาที บันทึกปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน KOH ที่ใช้ เพื่อนำไปคำนวณหาค่าความเป็นกรด (Acid value) ดังสมการ 3.1

$$AV = \frac{56.1 \times N \times V}{m} \quad (3.1)$$

เมื่อ

AV = ค่าความเป็นกรด, มิลลิกรัม KOH/กรัมไขมัน

N = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน KOH, นอร์มัล

V = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน KOH ที่ใช้ในการไทเทรต, มิลลิลิตร

m = น้ำหนักตัวอย่างน้ำมัน, กรัม

3. การสังเคราะห์ไบโอดีเซลด้วยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน โดยใช้ด่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

3.1 การเตรียมสารละลายแอลกอฮอล์

3.1.1 คำนวณปริมาณแอลกอฮอล์ (เมทานอลและเอทานอล) และด่าง (NaOH และ KOH) ที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

3.1.2 เตรียมสารละลายแอลกอฮอล์ (เมรอกไซด์และเอรอกไซด์) โดยชั่งด่าง (NaOH และ KOH) ตามที่คำนวณได้ จากนั้นนำมาละลายในแอลกอฮอล์ (เมทานอลและเอทานอล) ตามที่คำนวณไว้

3.2 ตวงสารตัวอย่างน้ำมัน (น้ำมันพืชปาล์ม น้ำมันมะพร้าว น้ำมันถั่วเหลือง และน้ำมันพืชใช้แล้ว) ปริมาณ 200 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ จากนั้นวางบนเครื่องกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก และให้ความร้อน จนน้ำมันมีอุณหภูมิ 50-60 องศาเซลเซียส และรักษาอุณหภูมิไว้

3.3 เทสารละลายแอลกอฮอล์ที่เตรียมไว้ลงในสารตัวอย่างน้ำมัน (ข้อ 3.2) อย่างช้า ๆ โดยทำการกวนอยู่ตลอดเวลาด้วยความเร็วรอบประมาณ 500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที

3.4 จากนั้นนำสารละลายตัวอย่างจากข้อ 3.3 เทใส่ลงในกรวยแยก ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 1 คืนที่อุณหภูมิห้อง

3.5 แยกชั้นกลีเซอรอลออกจากชั้น ไบโอดีเซล

3.6 วัดค่า pH ก่อนทำการล้างไบโอดีเซล

3.7 ล้างไบโอดีเซลโดยขั้นตอนการล้างไบโอดีเซล คือ

3.7.1 วัดปริมาตรของไบโอดีเซลที่ต้องการล้างใส่ลงในกรวยแยก

3.7.2 เติมน้ำอุ่นอุณหภูมิ 40-50 องศาเซลเซียส ลงในกรวยแยกประมาณ 20-25% ของชั้นไบโอดีเซลที่ต้องการล้าง ตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้นโดยใช้เวลา 15-20 นาที

3.7.3 แยกชั้นไบโอดีเซลออกจากชั้นน้ำ

3.7.4 ทำการล้างไบโอดีเซลประมาณ 4-5 ครั้งจนกว่าจะได้ไบโอดีเซลที่มีค่า pH เป็นกลาง

3.8 ทำการขจัดน้ำล้างที่เหลืออยู่ในชั้นไบโอดีเซลออกโดยทำการดึงน้ำออกจากชั้นไบโอดีเซลโดยใช้วิธีการดูดซับด้วยโซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัส จากนั้นเก็บตัวอย่างไบโอดีเซลที่ได้นำไปเข้าเครื่องเหวี่ยงแยกเพื่อตรวจสอบว่ามีน้ำปนอยู่หรือไม่ ถ้าพบว่าไบโอดีเซลที่ได้ไม่มีน้ำปะปนอยู่แล้วแต่มีตะกอนปนอยู่โดยสังเกตได้จากไบโอดีเซลที่ได้จะมีลักษณะขุ่น (นำไปเข้าเครื่องเหวี่ยงแยกแล้วมีตะกอนที่ก้นหลอด) ให้นำไบโอดีเซลไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 40 องศาเซลเซียส จากนั้นตั้งทิ้งไว้ 1 คืนที่อุณหภูมิห้อง

3.9 เปรียบเทียบผลผลิตของไบโอดีเซลที่ได้ โดยการหาร้อยละผลได้ของไบโอดีเซลโดยน้ำหนัก (% Yield by weight) ตามสมการ 3.2

$$\% \text{ Yield by weight} = \frac{\text{น้ำหนักของไบโอดีเซลที่ได้จากปฏิกิริยา (กรัม)}}{\text{น้ำหนักของน้ำมันพืชที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (กรัม)}} \times 100 \quad (3.2)$$

4. เปรียบเทียบขั้นตอนการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันโดยใช้ด่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

4.1 เปรียบเทียบขั้นตอนการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันโดยใช้ด่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยการกวนสารด้วย Magnetic bar โดยใช้ความเร็วรอบ 500 รอบ/นาที เป็นเวลา 30 นาที

4.2 เปรียบเทียบกับขั้นตอนการทำปฏิกิริยาโดยใช้ระบบการสั่นด้วย Ultrasonic โดยใช้เครื่อง Ultrasonic ที่ความถี่ 59 kHz เป็นเวลา 30 นาที และ

4.3 เปรียบเทียบกับขั้นตอนการทำปฏิกิริยาโดยการกวนสารด้วย Magnetic bar โดยใช้ความเร็วรอบ 500 รอบ/นาที เป็นเวลา 15 นาที แล้วตามด้วยการทำปฏิกิริยาโดยใช้ระบบการสั่นด้วย Ultrasonic โดยใช้เครื่อง Ultrasonic ที่ความถี่ 59 kHz เป็นเวลา 15 นาที

ตอนที่ 2 การทดสอบสมบัติของน้ำมันไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้

ในการทดสอบสมบัติของน้ำมันไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้จะทำการทดสอบคุณสมบัติ ดังนี้ คือ

1. การวัดค่าความหนืด (Viscosity, cSt)
2. การวัดค่าความหนาแน่น (Density, kg/m^3)
3. การหาค่าร้อยละโดยน้ำหนักของน้ำ (% Water, %Wt)
4. การทดสอบหาค่าของกรดในน้ำมันไบโอดีเซล (Acid value, mg KOH/g)

โดยสมบัติของน้ำมันไบโอดีเซลที่ทดสอบอ้างอิงกับค่ามาตรฐาน โดยให้เป็นไปตามประกาศกรมธุรกิจพลังงานเรื่อง การกำหนดลักษณะและคุณภาพของไบโอดีเซล