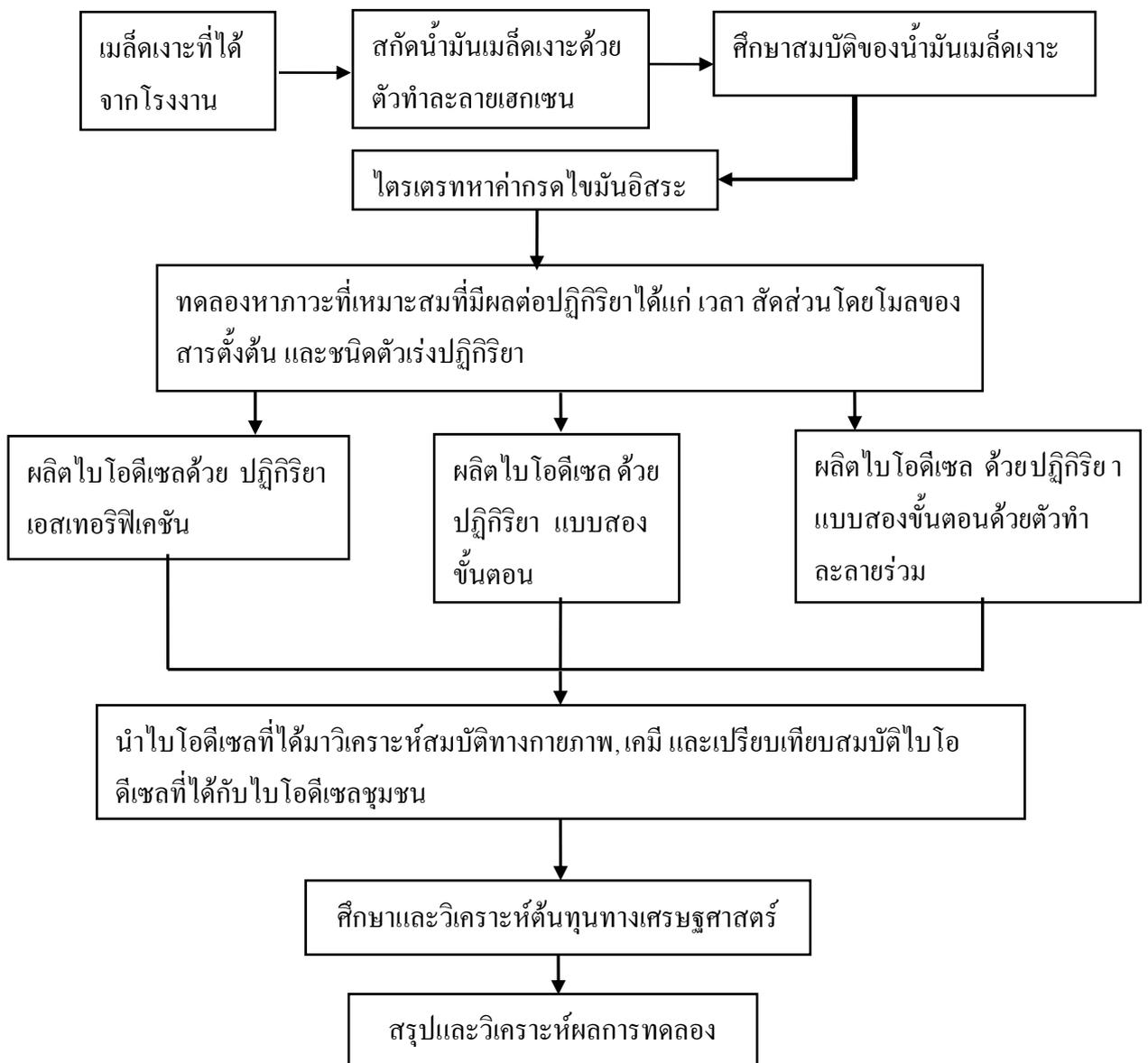


บทที่ 3 วิธีการดำเนินการวิจัย

ในการศึกษาวิจัยครั้งนี้ เป็นการศึกษาวิจัยเชิงวิศวกรรม เพื่อศึกษาการผลิตน้ำมันไบโอดีเซลจากเมล็ดงาโดยใช้ตัวทำละลายร่วมและใช้แคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยสามารถแสดงขั้นตอนและวิธีการดำเนินการดังรูป 3.1

3.1 ขั้นตอนการวิจัย



รูปที่ 3.1 แผนภาพขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

3.2 วัสดุอุปกรณ์

- เครื่องชั่งสารละเอียด 4 ตำแหน่ง (Analytical Balance) รุ่น A200S ผลิตโดยบริษัท Sartorius ประเทศเยอรมัน
- ตู้อบความร้อน (Oven)
- เครื่องให้ความร้อน (Hot Plate)
- อ่างควบคุมอุณหภูมิ (Water Bath)
- ไฮโดรมิเตอร์ชนิดเบากว่าน้ำ
- เทอร์โมมิเตอร์
- เครื่องกรองสุญญากาศ
- เครื่องระเหยสุญญากาศ
- เครื่องแก้วและอุปกรณ์ที่ใช้ทดลอง
 - จุกปิดคอขวด
 - ปีกเกอร์ขนาด 250 ml
 - ปีเปต
 - กระจบอกลงขนาด 100 ml
 - ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 ml
 - บิวเรตขนาด 50 ml
 - หลอดทดลองขนาด 10 ml
 - ขวดเก็บตัวอย่างขนาดเล็กขนาด 4 ml
 - หลอดฉีดยาขนาด 5 ml
 - Micro syringe filter ขนาด 0.45 μm
 - ซ้อนตักสาร
 - หลอดหยดสาร

3.3 สารเคมี

- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium Hydroxide, NaOH) Pellet GR for Analysis ของบริษัท Merck ประเทศเยอรมัน
- เมทานอล (Methanol, CH_3OH) AR grade ของบริษัท RCI Labscan Limited ประเทศไทย
- กรดอะซิติก กลacial (Glacial Acetic acid, CH_3COOH) ของบริษัท RCI Labscan Limited ประเทศไทย

- กรดซัลฟูริก
- เฮกเซน
- เตรตระไฮโดรฟูแรน
- โทลูอิน (Toluene, $C_6H_5CH_3$) AR grade ของบริษัท RCI Labscan Limited ประเทศไทย
- โซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัส (Sodium Sulfate Anhydrous, Na_2SO_4) ของบริษัท RCI Labscan Limited ประเทศไทย
- เอทานอล (Ethanol, C_2H_5OH) AR grade ของบริษัท RCI Labscan Limited ประเทศไทย
- ฟีนอล์ฟทาลีน (Phenolphthalein) ของบริษัท RCI Labscan Limited ประเทศไทย

3.4 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

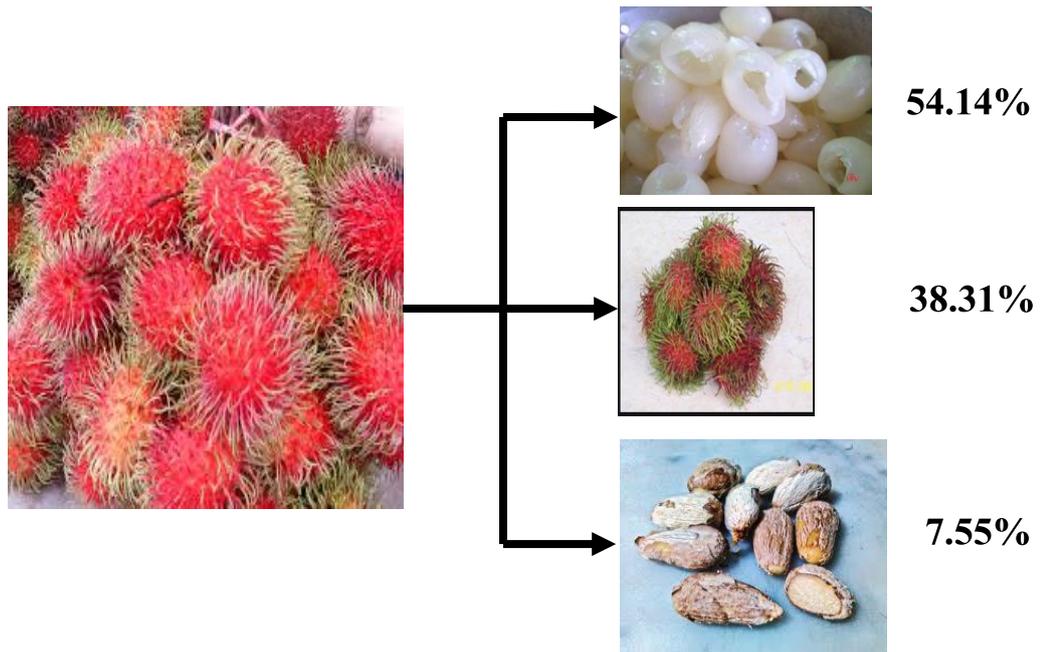
- เครื่อง High Performance Liquid Chromatography (HPLC) ติดตั้งเครื่องตรวจวัดแบบอีแวพออเรทีฟไลต์สแคทเทอริง (Evaporative Light Scattering Detector; ELSD) รุ่น Sedex 55 คอลัมน์ชนิด size exclusion ขนาดคอลัมน์ 7.08 x 300 mm. บรรจุด้วยโพลีเมอร์ขนาด 5 μm ความพรุน 100 $^{\circ}A$ ยี่ห้อ Phenogel ของบริษัท Phenomenex ประเทศสหรัฐอเมริกา ใช้วิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซล
- เครื่องวัดความหนืดแบบคิวิตอล ยี่ห้อ BROOKFIELD รุ่น DV-I+Viscometer ของบริษัท Brookfield Engineering Laboratories ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.5 วัตถุดิบ

วัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง คือ เมล็ดงา ที่เหลือทิ้งจาก โรงงานผลิตงากระป๋อง บริษัท มาลีสามพราน จำกัด (มหาชน) ซึ่งเมล็ดงาที่ได้มานี้ ไม่ได้นำไปใช้ประโยชน์ใดๆ ทาง โรงงานจึงทิ้งโดยการฝังกลบหรือทิ้งลงขยะภายใน โรงงาน ซึ่งจะเป็นปัญหาด้านสิ่งแวดล้อมต่อไป ดังนั้นเพื่อเป็นการเพิ่มมูลค่าเมล็ดงาที่ปกติจะเป็นของเสีย ทาง โรงงานจึงยินดีให้โดยไม่ต้องเสียค่าใช้จ่ายใดๆ เมล็ดงาที่ได้จะมีเนื้องาหุ้มอยู่เล็กน้อย โดยที่งา 1 kg จะมีน้ำหนักเมล็ดประมาณ 75.5 g คิดเป็น 7.55% ของน้ำหนักผล ดังแสดงในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.2 เมล็ดงาที่ได้จากโรงงาน



รูปที่ 3.3 ปริมาณเมล็ดเงาะต่อเงาะ 1 Kg

3.5.1 การสกัดน้ำมันจากเมล็ดเงาะ

สารเคมีและอุปกรณ์ในการสกัดน้ำมันจากเมล็ดเงาะ

- 1) เมล็ดเงาะ
- 2) บีกเกอร์ขนาด 1000 ml
- 3) เครื่องบด
- 4) เตาอบ
- 5) ตัวทำละลายเฮกเซน
- 6) เครื่องกรองสุญญากาศ
- 7) เครื่องระเหยสุญญากาศ
- 8) ขวดสีชาที่ใช้เก็บน้ำมันเมล็ดเงาะขนาด 1000 ml

3.5.2 วิธีการสกัดน้ำมันจากเมล็ดเงาะ

การทดลองนี้ใช้วิธีการสกัดน้ำมันจากเมล็ดเงาะด้วยตัวทำละลายเฮกเซน โดยมีขั้นตอนดังนี้

- 1) นำเมล็ดเงาะที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 65-70 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 2) นำเมล็ดเงาะที่อบเสร็จแล้วไปบดให้ละเอียด ชั่งน้ำหนักและบันทึกผล
- 3) แช่เมล็ดเงาะที่บดแล้วด้วยตัวทำละลายเฮกเซนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 4) นำมารองกากออกด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ

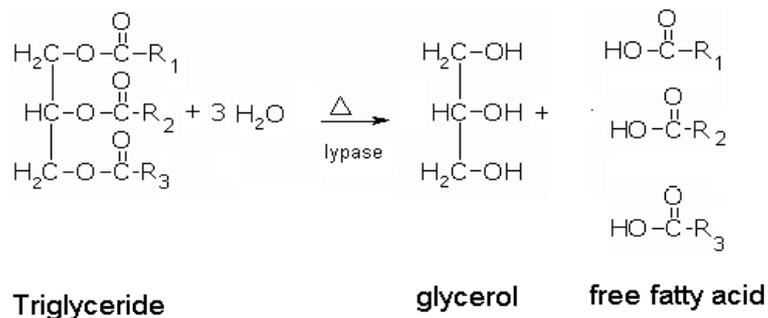
5) นำน้ำมันที่ได้ไประเหยเฮกเซนออกด้วยเครื่องระเหยสุญญากาศ ชั่งน้ำหนักน้ำมันที่ได้และบันทึกผล



รูปที่ 3.4 เมล็ดงาที่แช่ในตัวทำละลายเฮกเซน

3.6 การวิเคราะห์กรดไขมันอิสระของน้ำมันจากเมล็ดงามาตรฐาน ASTM D5555-95

โดยตามธรรมชาติแล้วน้ำมันและไขมันจะมีไตรกลีเซอไรด์เป็นองค์ประกอบหลัก โดยไตรกลีเซอไรด์เมื่อถูกไฮโดรไลซิส โดยมีเอนไซม์ไลเปสในไขมันเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จะให้องค์ประกอบเป็นกรดไขมัน 3 โมเลกุลและกลีเซอรอล 1 โมเลกุล ดังรูปที่ 3.5 ถ้าวัตถุดิบมีน้ำเป็นองค์ประกอบจะมีโอกาสไฮโดรไลซิสตัดสายโซ่กิ่งของไตรกลีเซอไรด์ออกมาทำให้เกิดเป็นกรดไขมันอิสระในน้ำมัน ซึ่งกรดไขมันอิสระเป็นอุปสรรคในการผลิตไบโอดีเซลที่คอยก่อกวนการเกิดปฏิกิริยา เนื่องจากกรดไขมันอิสระจะไปทำปฏิกิริยาสะปอนนิฟิเคชันกับด่างก่อนจึงเป็นการลดประสิทธิภาพการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยาด่างลง กรดไขมันอิสระจึงนับว่าเป็นตัวบ่งชี้คุณภาพน้ำมันที่จะใช้ในการผลิตไบโอดีเซล



รูปที่ 3.5 ปฏิกิริยาการเกิดกรดไขมันอิสระ

3.6.1 ขั้นตอนการวิเคราะห์ค่ากรดไขมันอิสระในน้ำมันจากเมล็ดเงาะ

- 1) เตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 0.25 N โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 1 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 100 ml เพื่อใช้เป็นสารไตเตรท
- 2) เตรียมสารละลายฟีนอล์ฟทาลีนใช้เป็นอินดิเคเตอร์โดยใช้ฟีนอล์ฟทาลีน 2 กรัม ผสมกับ เอทานอล 90% ปริมาตร 60 ml แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 100 ml ด้วยน้ำกลั่น
- 3) เตรียมสารละลาย Potassium Hydrogen Phthalate ความเข้มข้น 0.25 นอร์มัล เป็นสารมาตรฐานเพื่อตรวจวัดความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยใช้ Potassium Hydrogen Phthalate ปริมาณ 5 g ละลายในน้ำกลั่น 100 ml นำไปตวงปริมาตร 5 ml แล้วเติมฟีนอล์ฟทาลีน ประมาณ 2 ml ทำการไตเตรทด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมไว้ในข้อที่ 1 จนกว่าฟีนอล์ฟทาลีนจะเปลี่ยนเป็นสีชมพู เพื่อตรวจวัดค่าความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยคำนวณได้จากสมการที่ 3.1

$$N \times V = 0.25 \times 5 \quad (3.1)$$

เมื่อ V คือ ปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการไตเตรท (ml)

N คือ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

0.25 คือ ความเข้มข้นของสารละลาย Potassium Hydrogen Phthalate ที่เตรียม

5 คือ ปริมาตรสารละลาย Potassium Hydrogen Phthalate ที่เตรียม (ml)

- 4) ทำการชั่งน้ำมันที่เป็นสารตัวอย่าง 7 g ผสมกับตัวทำละลายที่เป็นแอลกอฮอล์ คือ เอทานอล ที่ทำให้ร้อนแล้วเป็นปริมาตร 75 ml เติมฟีนอล์ฟทาลีนประมาณ 2 ml
- 5) ทำการไตเตรทด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมไว้ในข้อ 1 จนกว่าฟีนอล์ฟทาลีนจะเปลี่ยนเป็นสีชมพู และคงตัวอยู่ 30 วินาที ดังรูปที่ 3.5 แล้วคำนวณหาปริมาณกรดไขมันอิสระได้จากสมการที่ 3.2

$$\text{Free Fatty Acids (\%)} = \frac{\text{ปริมาณ NaOH ที่ใช้} \times N \times 28.2}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง}} \quad (3.2)$$

เมื่อ N คือ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียม

28.2 คือ ร้อยละ โดยน้ำหนักของกรดโอเลอิก



รูปที่ 3.6 การไตรเตรทเพื่อหาปริมาณกรดไขมันอิสระ

3.7 การผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันเมล็ดงาด้วยปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน

การทดลองนี้ศึกษาปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันแบบกะ (Batch) โดยใช้ น้ำมันจาก เมล็ดงา ทำปฏิกิริยากับเมทานอลที่อัตราส่วนโดยโมลต่างๆ โดยใช้ กรดซัลฟูริก เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา วัตถุประสงค์จะเป็นไขที่อุณหภูมิห้อง 26°C จึงต้องละลายด้วยการให้ความร้อนโดยใช้อุณหภูมิที่ใกล้เคียงจุดเดือดของน้ำหรือสูงกว่าเล็กน้อย ถ้าต่ำกว่านี้ก็ใช้ได้แต่จะใช้เวลานานกว่าไขจะละลายเป็นน้ำมัน แต่ถ้าใช้อุณหภูมิสูงไปจะเป็นการเร่งการเกิดกรดไขมันอิสระให้เพิ่มขึ้น จึงทำการละลายไขด้วยอุณหภูมิ $100-110^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลาประมาณ 15 นาที เพื่อละลายไขให้เป็นน้ำมัน และยังเป็น การไล่น้ำออกจากน้ำมันอีกด้วย

3.7.1 การเร่งปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันน้ำมันจากเมล็ดงามีขั้นตอนดังต่อไปนี้

- 1) วัตถุประสงค์ที่ใช้ในการผลิตเป็นน้ำมันจาก เมล็ดงาที่มีปริมาณกรดไขมันอิสระ มากกว่าร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ซึ่งเมื่อมีกรดไขมันอิสระสูงจะ ส่งผลต่อปฏิกิริยาโดย ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันที่ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทำให้เกิดปฏิกิริยาสะปอนนิฟิเคชันกับแอลกอฮอล์ ซึ่งก่อให้เกิดสบู่ ทำให้ลดประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาลง
- 2) ตวงน้ำมันจากเมล็ดงาใส่กระบอกตวงปริมาตร 50 ml นำไปใส่ในขวดรูปชมพู่แล้วนำไปอุ่นใน Water Bath แล้วควบคุมอุณหภูมิที่จะใช้ทำปฏิกิริยาที่ 60°C เป็นการอุ่นน้ำมันก่อนจะใช้ทำปฏิกิริยา
- 3) เตรียมกรดซัลฟูริกที่ความเข้มข้น 2M และใช้อัตราส่วนโดยโมลของ เมทานอลต่อน้ำมันจาก เมล็ดงา 6:1, 9:1 และ 12:1 เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมไบโอดีเซล
- 4) ตวงเมทานอลด้วยกระบอกตวงปริมาตร และกรดซัลฟูริกเทใส่ในขวดผสมสารละลายปิดฝาเพื่อป้องกันการระเหยของเมทานอลกวนด้วยแท่งแม่เหล็กจนสารผสมกัน

- 5) เมื่อสารผสมกันแล้ว ค่อยๆเทสารละลายกรดซัลฟูริกในเมทานอลลงในขวดรูปชมพู่ที่เตรียมไว้จากข้อ 2 จากนั้นกวนผสมด้วยแท่งแม่เหล็ก ตามระยะเวลาที่ 60, 90 และ 120 นาที ขั้นตอนการทำปฏิกิริยาจะต้องปิดจุกที่คอให้มิด เพื่อป้องกันการระเหยของเมทานอล เก็บตัวอย่างช่วงเวลาที่กำหนด เก็บตัวอย่างด้วยปิเปตใส่หลอดทดลองขนาด 10 ml
- 6) นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ใส่หลอดทดลองขนาด 10 ml ปล่อยให้แยกชั้นเป็นเวลาประมาณ 12 ชั่วโมง
- 7) แยกกลีเซอรินที่อยู่ชั้นล่างออกไป จากนั้นนำไปโอดีเซลที่ได้ไปล้างด้วยน้ำอุ่น ที่อุณหภูมิ 50-55 °C โดยล้างน้ำจนวนกว่าน้ำก่อนและหลังล้างจะใสเหมือนกัน และวัดค่า pH ของน้ำล้างไปโอดีเซลทุกครั้ง ถ้าวัดได้ค่าประมาณ 7 แล้วเติมโซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัสประมาณ 10-20% ของปริมาณน้ำมันที่ใส่ในภาชนะบรรจุ เพื่อกำจัดน้ำที่เหลืออยู่
- 8) เตรียมสารตัวอย่างโดยละลายในโทลูอิน เตรียมสำหรับฉีดวิเคราะห์ HPLC และวิเคราะห์ผลการทดลอง

3.8 การผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันเมล็ดเงาะด้วยการทำปฏิกิริยาแบบสองขั้นตอน

การทดลองนี้ศึกษาปฏิกิริยา ทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันแบบ สองขั้นตอน โดยใช้น้ำมันจาก เมล็ดเงาะ ทำปฏิกิริยากับเมทานอลที่อัตราส่วนโดยโมลต่างๆโดยใช้ กรดซัลฟูริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวิธีการทดลองจะแบ่งออกเป็น 2 การทดลอง การทดลองแรกจะศึกษาปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันแบบไม่ใช้ตัวทำละลายร่วม การทดลองที่สองจะศึกษา ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันแบบใช้ตัวทำละลายร่วม ตัวทำละลายร่วมที่ใช้ คือ เฮกเซน, เตรตระไฮโดรฟูแรนและ โทลูอิน

3.8.1 การทำปฏิกิริยาแบบสองขั้นตอนแบบไม่ใช้ตัวทำละลายมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

- 1) วัตถุดิบที่ใช้ในการผลิตเป็นน้ำมันจาก เมล็ดเงาะที่มีปริมาณกรดไขมันอิสระ มากกว่าร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ซึ่งเมื่อมีกรดไขมันอิสระสูงจะ ส่งผลต่อปฏิกิริยาโดย ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันที่ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทำให้เกิดปฏิกิริยาสะปอนนิฟิเคชันกับแอลกอฮอล์ ซึ่งก่อให้เกิดสบู่ ทำให้ลดประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาลง
- 2) ตวงไบโอดีเซลที่ได้จากปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันอัตราส่วนโดยโมล 9:1 เป็นเวลา 120 นาทีในหัวข้อ 3.7.1 ใส่กระบอกตวงปริมาตร 20 ml นำไปใส่ในขวดรูปชมพู่แล้วนำไปอุ่นใน Water Bath แล้วควบคุมอุณหภูมิที่จะใช้ทำปฏิกิริยาที่ 60 °C เป็นการอุ่นน้ำมันก่อนจะใช้ทำปฏิกิริยา
- 3) เตรียมโซเดียมไฮดรอกไซด์ร้อยละ 1.00 โดยน้ำหนัก และใช้อัตราส่วนโดยโมลของ เมทานอลต่อไบโอดีเซลจากเมล็ดเงาะ 6:1, 9:1 และ 12:1 เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมไบโอดีเซล

- 4) ตวงเมทานอลด้วยกระบอกตวงปริมาตร และซังโซเดียมไฮดรอกไซด์เทใส่ในขวดผสมสารละลาย ปิดฝาเพื่อป้องกันการระเหยของเมทานอลกวนด้วยแท่งแม่เหล็กจนกว่าจะละลายหมด
- 5) เมื่อละลายจนหมดแล้ว ค่อยๆ เทสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในเมทานอลลงในขวด รูปชมพูที่เตรียมไว้จากข้อ 2 จากนั้นกวนผสมด้วยแท่งแม่เหล็ก ตามระยะเวลาที่ 20, 40 และ 60 นาที ขั้นตอนการทำปฏิกิริยาจะต้องปิดจุกที่คอให้มิด เพื่อป้องกันการระเหยของเมทานอล เก็บตัวอย่างช่วงเวลาที่กำหนด เก็บตัวอย่างด้วยปิเปตใส่หลอดทดลองขนาด 10 ml
- 6) นำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาหยุดปฏิกิริยาด้วยกรดอะซิติก จนไปโอดีเซลมีค่า pH ประมาณ 6-7
- 7) นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ใส่หลอดทดลองขนาด 10 ml ปล่อยให้แยกชั้นเป็นเวลาประมาณ 12 ชั่วโมง
- 8) แยกกลีเซอรินที่อยู่ชั้นล่างออกไป จากนั้นนำไปโอดีเซลที่ได้ไปล้างด้วยน้ำอุ่น ที่อุณหภูมิ 50-55 °C โดยล้างน้ำจนวนกว่าน้ำก่อนและหลังล้างจะใสเหมือนกัน และวัดค่า pH ของน้ำล้างไปโอดีเซลทุกครั้ง ถ้าวัดได้ค่าประมาณ 7 แล้วเติมโซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัสประมาณ 10-20% ของปริมาตรน้ำมันที่ใส่ในภาชนะบรรจุ เพื่อกำจัดน้ำที่เหลืออยู่
- 9) เตรียมสารตัวอย่างโดยละลายในโทลูอีน เตรียมสำหรับฉีดวิเคราะห์ HPLC และวิเคราะห์ผลการทดลอง

3.8.2 การทำปฏิกิริยาแบบสองขั้นตอนแบบใช้ตัวทำละลายมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

- 1) ตวงไปโอดีเซลที่ได้จากปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันอัตราส่วนโดยโมล 9:1 เป็นเวลา 120 นาทีในหัวข้อ 3.7.1 ใส่กระบอกตวงปริมาตร 20 ml นำไปใส่ในขวดรูปชมพูแล้วนำไปอุ่นใน Water Bath แล้วควบคุมอุณหภูมิที่จะใช้ทำปฏิกิริยาที่ 60 °C เป็นการอุ่นน้ำมันก่อนจะใช้ทำปฏิกิริยา
- 2) ใช้เฮกเซนในอัตราส่วนเฮกเซนต่อเมทานอล 1:1 โดยปริมาตร เมื่อได้ปริมาตรของเฮกเซนแล้วนำเฮกเซนมาผสมกับไปโอดีเซลจากเมล็ดเงาะปิดจุกที่คอขวดป้องกันการระเหยของ เฮกเซนบางส่วน ก่อนนำไปทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน
- 3) เตรียมโซเดียมไฮดรอกไซด์ร้อยละ 1.00 โดยน้ำหนัก และใช้อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อไปโอดีเซลจากเมล็ดเงาะ 6:1, 9:1 และ 12:1 เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมไปโอดีเซล
- 3) ตวงเมทานอลด้วยกระบอกตวงปริมาตร และซังโซเดียมไฮดรอกไซด์เทใส่ในขวดผสมสารละลาย ปิดฝาเพื่อป้องกันการระเหยของเมทานอลกวนด้วยแท่งแม่เหล็กจนกว่าจะละลายหมด
- 4) เมื่อละลายจนหมดแล้ว ค่อยๆ เทสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในเมทานอลลงในขวดสามคอ ที่เตรียมไว้จากข้อ 3 จากนั้นกวนผสมด้วยแท่งแม่เหล็ก ตามระยะเวลาที่ 20, 40 และ 60 นาที ขั้นตอนการทำปฏิกิริยาจะต้องปิดจุกที่คอให้มิด เพื่อป้องกันการระเหยของเมทานอล เก็บตัวอย่างช่วงเวลาที่กำหนด เก็บตัวอย่างด้วยปิเปตใส่หลอดทดลองขนาด 10 ml
- 5) ทำเหมือนข้อ 6, 7, 8 และ 9 ของหัวข้อ 3.8.1

3.9 ศึกษาสมบัติทางเคมีและกายภาพน้ำมันไบโอดีเซลจากเมล็ดเงาะ

นำน้ำมันไบโอดีเซลที่ได้ไปวิเคราะห์สมบัติทางเคมีและกายภาพตามรายละเอียดที่แสดงไว้ในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 วิเคราะห์สมบัติทางเคมีและกายภาพ

ลำดับ	คุณสมบัติ	วิธีการตรวจวัดโดย	หน่วยการวัด
1	ค่าความหนาแน่น ณ.อุณหภูมิ 25 °C	ไฮโดรมิเตอร์ชนิดเบากว่าน้ำ	kg/m ³
2	ค่าความหนืด ที่อุณหภูมิ 30 °C	เครื่องวัดความหนืด	cSt
3	ค่าความร้อนของการเผาไหม้	เครื่องบอมแคลอรีมิเตอร์	kJ/kg
4	ค่ากรดไขมันอิสระ	ชุดอุปกรณ์ไตเตรท	ร้อยละโดยน้ำหนัก
5	ปริมาณเมทิลเอสเทอร์	HPLC	ร้อยละโดยน้ำหนัก

3.10 การวิเคราะห์ค่าความหนาแน่นของน้ำมันไบโอดีเซลจากเมล็ดเงาะ

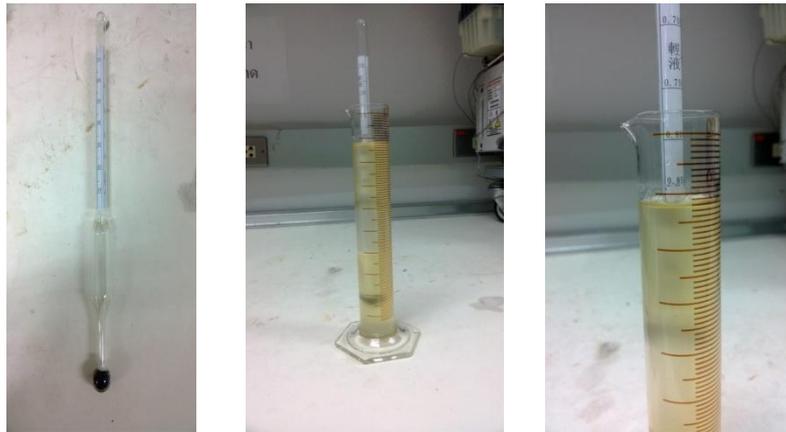
การวัดค่าความหนาแน่นของน้ำมันไบโอดีเซลตามมาตรฐาน ASTM D1298 จะใช้ไฮโดรมิเตอร์ชนิดเบากว่าน้ำที่มีตะกั่วถ่วงอยู่ที่ปลายและมีกระเปาะอากาศซึ่งทำให้ไฮโดรมิเตอร์นั้นลอยในน้ำได้ ค่าที่วัดออกมาอ่านได้จากสเกลเป็นค่าความถ่วงจำเพาะหรือความหนาแน่นสัมพัทธ์ เป็นค่าที่บ่งบอกถึงความหนาแน่นของน้ำมันที่มีความหนาแน่นเป็นจำนวนเท่าของความหนาแน่นของน้ำที่อุณหภูมิ 4 °C ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่น้ำมีความหนาแน่นมากที่สุด วิธีการวัดค่าความหนาแน่นของน้ำมันไบโอดีเซลจากเมล็ดเงาะสามารถดำเนินการตามขั้นตอนต่อไปนี้

- 1) นำน้ำมันที่ต้องการทดสอบเทลงในกระบอกตวงประมาณ 3 ใน 4 ของกระบอกตวงหรือให้มากกว่าขนาดของไฮโดรมิเตอร์ โดยเอียงกระบอกตวงแล้วเทน้ำมันให้ไหลลงไปตามผนังของกระบอกตวงเพื่อป้องกันการเกิดฟองอากาศ
- 2) กำจัดฟองอากาศที่ลอยขึ้นมาที่ผิวหน้าของน้ำมันออก แล้ววางกระบอกตวงให้อยู่ในแนวตั้ง จากนั้นวัดอุณหภูมิของน้ำมันด้วยเทอร์โมมิเตอร์ ทำการทดสอบที่อุณหภูมิ 25 °C

3) ค่อยๆ หย่อนไฮโดรมิเตอร์ชนิดเบากว่าน้ำลงไปใ้ในกระบอกตวง แล้วปล่อยให้ไฮโดรมิเตอร์ลอยอยู่อย่างอิสระ ไม่เกาะติดกับกระบอกตวง จากนั้นอ่านค่าความถ่วงจำเพาะที่ขีดระดับของไฮโดรมิเตอร์ แล้วนำมาคำนวณในสมการที่ 3.3

$$\text{ความหนาแน่นของสาร} = \text{ความถ่วงจำเพาะ SG} \times \text{ความหนาแน่นของน้ำที่ } 4^{\circ}\text{C} \quad (3.3)$$

หมายเหตุ: ความหนาแน่นของน้ำที่ $4^{\circ}\text{C} = 1000 \text{ kg/m}^3$



รูปที่ 3.7 ไฮโดรมิเตอร์วัดความถ่วงจำเพาะของชนิดที่เบากว่าน้ำ

3.11 การวิเคราะห์ค่าความหนืดของน้ำมันไบโอดีเซลจากเมล็ดงา

การวิเคราะห์ค่าความหนืดจะใช้การวิเคราะห์ตามมาตรฐาน ASTM D445 ซึ่งความหนืดมีความสำคัญมากในการพิจารณาในการนำน้ำมันไปใช้งาน โดยทั่วไปน้ำมันที่มีความหนืดน้อยจะไหลได้เร็วกว่าน้ำมันที่มีความหนืดมาก น้ำมันที่มีความหนืดมากจะมีแรงต้านมากกว่าน้ำมันที่มีความหนืดน้อย สำหรับการนำไปใช้งานในเครื่องยนต์แล้วจะมีผลต่อการทำงานของปั๊มและหัวฉีดของเครื่องยนต์ เมื่อใช้ปั๊มและหัวฉีดที่ไม่เหมาะสมกับความหนืดของน้ำมันส่งผลให้เกิดการเผาไหม้ไม่สมบูรณ์และเกิดควันดำ ในการทดลอง จะใช้เครื่องวัดความหนืดยี่ห้อ BROOKFIELD รุ่น DV-I+Viscometer หรือมาตรความหนืดแบบบรูคฟิลด์ (Brookfield Viscometer) เป็นการวัดความหนืด(Viscometer) ประเภท Rotational Viscometer ที่ใช้วัดความหนืดของของเหลว ค่าความหนืดที่วัดได้มีหน่วยเป็นเซ็นติพอยส์ (cP) วัดความหนืดได้ตั้งแต่ 1 - 104,000,000 cP (mPa.s) ความเร็วรอบที่ใช้อยู่ในช่วง LVDV-I+: 1+ - 2,000,000 cP (mPa.s) - ความเร็วรอบ 0.3 - 100 RPM ตัวเครื่องประกอบด้วย แท่งโลหะทรงกระบอก (Spindle) จะหมุนอยู่ในน้ำมันที่ต้องการวัด โลหะทรงกระบอกนี้หมุนได้โดยต่อกับมอเตอร์ การวัด

ความหนืดจะวัดแรงเสียดทานของน้ำมันออกมาเป็นค่าเซ็นติพอยส์ (cP) ซึ่งอ่านได้โดยตรงจากหน้าจอ ดิจิตอลของเครื่องวัดความหนืด

วิธีการวัดค่าความหนืดของน้ำมันไบโอดีเซลจากเมล็ดเงาะ คือ

- 1) ก่อนที่จะใช้เครื่องวัดความหนืดแบบบรูคฟิลด์ต้องตั้งตราบาน้ำที่เป็นฟองอากาศให้อยู่ตรงศูนย์กลาง ถ้ำตราบาน้ำเอียงจะทำให้การวัดคลาดเคลื่อนประมาณ 60%
- 2) กดปุ่มตั้งค่าความเร็วรอบที่ 60 RPM และตั้งค่าอุณหภูมิที่ใช้ในการวัดความหนืด
- 3) ใช้หัววัดแท่งโลหะทรงกระบอก (Spindle) ใช้เบอร์ S34 นำไปติดตั้งบนแกนมอเตอร์ของเครื่องวัดความหนืดแล้วเข้าไปตั้งค่า Spindle บนเครื่องให้ตรงกับหมายเลขที่ใช้
- 4) นำน้ำมันไบโอดีเซลมาประมาณ 30 ml ใส่ในกระบอกวัดความหนืดแบบบรูคฟิลด์ถึงระดับที่กำหนดไว้ นำไปต่อกับตัวเครื่อง
- 5) นำหัววัดแท่งโลหะทรงกระบอก (Spindle) ที่ติดตั้งบนแกนมอเตอร์ของเครื่องวัดแล้วค่อยๆ จุ่มลงไป ในกระบอกที่มีน้ำมันระวังอย่าให้มีฟองอากาศในน้ำมันเมื่อเสร็จแล้ว กด on มอเตอร์
- 6) รอให้ Spindle หมุนในน้ำมันประมาณ 3 นาที แล้วกดปุ่ม Off มอเตอร์ แล้วอ่านค่าความหนืดจากหน้าจอดิจิตอลที่ได้หน่วยที่ได้จะเป็น Centipoise (cP) นำค่าที่ได้ไปแปลงเป็นหน่วย (cSt) คำนวณได้จากสมการที่ 3.4

$$\text{Kinematic Viscosity (cSt)} = \text{Absolute Viscosity (cP)} / \text{Density} \quad (3.4)$$

หมายเหตุ: $1 \text{ m}^2/\text{s} = 1000000 \text{ centistoke (Kinematic Viscosity)}$

$1 \text{ kg/m}\cdot\text{s} = 1000 \text{ centipoise (Absolute Viscosity)}$



(A)



(B)



(C)

รูปที่ 3.8 เครื่องวัดความหนืดแบบบรูคฟิลด์

(A) แท่งหัววัดความหนืดแบบบรูคฟิลด์ขนาดเบอร์ต่างๆ

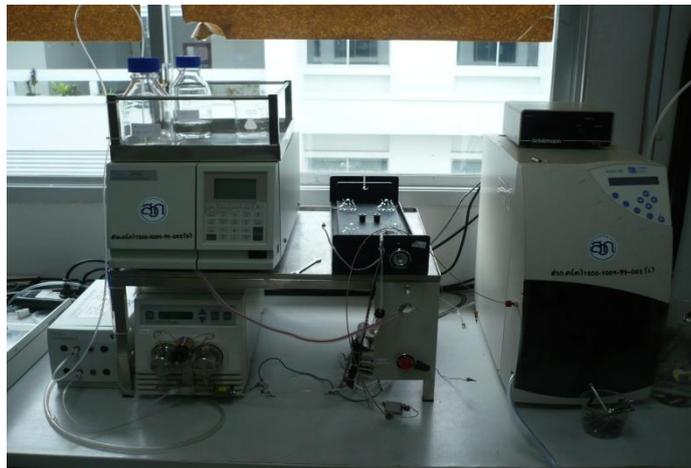
(B) การติดตั้งเครื่องวัดความหนืดแบบบรูคฟิลด์

(C) แท่งหัววัดความหนืดวัดความหนืดในกระบอกตวงน้ำมัน

3.12 การวิเคราะห์ร้อยละผลผลิตของเมทิลเอสเทอร์

การวิเคราะห์หาปริมาณเมทิลเอสเทอร์ที่ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน โดยวิเคราะห์ จากเครื่อง High Performance Liquid Chromatography (HPLC) ติดตั้งเครื่องตรวจวัดแบบอีแวพออเรทีฟไลต์สแคทเทอริง (Evaporative Light Scattering Detector; ELSD) รุ่น Sedex 55 คอลัมน์ชนิด Size exclusion ขนาดคอลัมน์ 7.08 x 300 mm. บรรจุด้วยโพลีเมอร์ขนาด 5 μm ความพรุน 100 \AA ยี่ห้อ Phenogel ของบริษัท Phenomenex ประเทศ สหรัฐอเมริกา มีขั้นตอนการวิเคราะห์ดังนี้

- 1) ปิเปตสารตัวอย่างที่เป็นไบโอดีเซลมา 0.1 ml ใส่ในหลอดทดลองขนาด 10 ml จากนั้นทำให้เจือจางด้วยโทลูอินปริมาตร 9.9 ml จะได้การเจือจาง 100 เท่า
- 2) จากนั้นปิเปตสารละลายจากข้อ 1 มาปริมาตร 0.4 ml ใส่ในหลอดเก็บตัวอย่างขนาดเล็กขนาด 4 ml จากนั้นเจือจางด้วยโทลูอินปริมาตร 3.6 ml จะได้การเจือจางเป็น 1000 เท่า
- 3) เตรียมเฟสเคลื่อนที่ (Mobile Phase) โดยใช้ตัวทำละลายกรดอะซิติก:โทลูอิน 0.25:100 (v/v) อัตราการไหลของเฟสเคลื่อนที่ 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที
- 4) ใช้ไมโครไซริงขนาด 50 ไมโครลิตร ดึงสารตัวอย่างเพื่อฉีดเข้าเครื่อง HPLC เพื่อหาค่าเวลาคงค้างและอ่านค่าร้อยละปริมาณเมทิลเอสเทอร์ที่ได้จากพื้นที่ใต้พีคของ โครมาโตแกรม



รูปที่ 3.9 เครื่อง High Performance Liquid Chromatography

3.13 การวิเคราะห์หาค่าความร้อนของน้ำมันไบโอดีเซลจากน้ำมันเมล็ดเงาะ

ค่าความร้อนเป็นค่าที่บ่งบอกถึงความร้อนที่เกิดจากการเผาไหม้น้ำมันเชื้อเพลิง ค่าความร้อนทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D240 ค่าความร้อนที่ถูกปลดปล่อยออกมาเมื่อเกิดการเผาไหม้ เรียกว่า ค่าความ

ร้อนของเชื้อเพลิง (Heating Value of Fuel) ซึ่งโดยทั่วไปแล้ว ค่าความร้อนจะแบ่งออกเป็น 2 แบบด้วยกัน คือ

1) ค่าความร้อนสูง (Higher Heating Value: HHV)

2) ค่าความร้อนต่ำ (Lower Heating Value: LHV)

ความแตกต่างระหว่างค่าความร้อนทั้งสอง อยู่ที่ว่าค่าความร้อนแบบ HHV จะคิดเมื่อสมมติให้ไอน้ำที่เป็นผลิตภัณฑ์หนึ่งจากการเผาไหม้ กลับตัวเป็นของเหลวทั้งหมด โดยจะรวมเอาค่าความร้อนเนื่องจากการกลั่นตัว (Heat of Condensation) ของไอน้ำไว้ด้วย ซึ่งจะมีค่าประมาณ 10% ของค่าความร้อนทั้งหมด ในขณะที่ LHV จะไม่รวมค่าความร้อนเนื่องจากการกลั่นตัวของไอน้ำนี้ คือ ให้ไอน้ำที่เกิดจากการเผาไหม้ยังคงอยู่ในสภาพไอ ดังนั้น HHV จึงมีค่าสูงกว่า LHV เสมอ ในการทดลองนี้ได้ส่งตัวอย่างไปวิเคราะห์ที่กรมวิทยาศาสตร์บริการ



รูปที่ 3.10 เครื่อง Bomb Calorimeter รุ่น AC600 – LECO

3.14 การคำนวณสัดส่วนร้อยละประกอบของกรดไขมันเมทิลเอสเทอร์

การคำนวณค่าสะปอนิฟิเคชัน (Saponification Number, SN)

ค่าสะปอนิฟิเคชันเป็นค่าบอกถึงขนาดของโมเลกุลเฉลี่ยของไขมันวิเคราะห์ค่าสะปอนิฟิเคชันโดยนำข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของน้ำมันด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ เพื่อใช้ในการคำนวณค่าสะปอนิฟิเคชัน ดังสมการที่ 3.5 และ 3.6

$$SN = \sum SN_x (X\%) \quad (3.5)$$

$$SN_x = \frac{56(1000)}{MW_x} \quad (3.6)$$

โดย SN_x = ค่า SN ของกรดไขมันที่เป็นองค์ประกอบในน้ำมัน
 MW_x = น้ำหนักโมเลกุลของกรดไขมัน x
 $X\%$ = สัดส่วนของกรดไขมัน x ที่มีอยู่ในองค์ประกอบของน้ำมัน

การคำนวณค่าไอโอดีน (Iodine Value, *IV*)

ค่าไอโอดีนเป็นค่าบอกระดับความไม่อิ่มตัวของไขมัน การวิเคราะห์หาค่าไอโอดีนโดยนำข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของกรดไขมันเมทิลเอสเทอร์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี มาคำนวณค่าไอโอดีน ดังสมการที่ 3.7 และ 3.8

$$IV = \sum IV_x (X\%) \quad (3.7)$$

$$IV = \frac{(126.9 \times 2) \times 100 \times \text{จำนวนพันธะคู่}}{MW_x} \quad (3.8)$$

โดย IV_x = ค่า IV ของกรดไขมันเมทิลเอสเทอร์ที่ไม่อิ่มตัวที่เป็นองค์ประกอบในลิปิด
 MW_x = น้ำหนักโมเลกุลของกรดไขมันเมทิลเอสเทอร์
 $X\%$ = สัดส่วนของกรดไขมัน x ที่มีอยู่ในองค์ประกอบของน้ำมัน

การคำนวณค่าซีเทน (Cetane Index, *CI*)

วิเคราะห์ค่าซีเทนโดยนำข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของกรดไขมันเมทิลเอสเทอร์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี มาคำนวณค่าซีเทน ดังสมการที่ 3.9

$$CI = 46.3 + 5,458/SN - 0.225IV \quad (3.9)$$

การคำนวณค่าพลังงานความร้อนในกระบวนการสันดาป (Heat of Combustion, *HG*)

การวิเคราะห์ค่าพลังงานความร้อนในกระบวนการสันดาป [29] คำนวณดังสมการที่ 3.10 และ 3.11

Heat of combustion of fatty acid methyl ester (HF) (MJ/kg)

$$HF = \left(\frac{618,000}{SN} - 0.08IV - 430 \right) \times \frac{SN}{56000} \quad (3.10)$$

Heat of combustion of oil (HO) (MJ/kg)

$$HO = \left(\frac{1896000}{SN} - 0.08IV - 430 \right) \times \frac{SN}{168000} \quad (3.11)$$

3.14.1 การคำนวณราคาไบโอดีเซล (B100)

สูตรการคำนวณของสำนักงานนโยบายและแผนพลังงานเพื่อใช้ในการอ้างอิง 15-21 กรกฎาคม 2556
ราคาไบโอดีเซลที่ผลิตจากน้ำมันปาล์มดิบ (CPO)

$$B100CPO = 0.94CPO + 0.1MtOH + 3.82$$

(3.12)

ราคาไบโอดีเซลที่ผลิตจากสเดียร์น (ST)

$$B100ST = 0.86ST + 0.09MtOH + 2.69$$

(3.13)

ราคาไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มกิ่งบริสุทธิ์ (RBD)

$$B100RBD = 0.93RBD + 0.1MtOH + 2.69$$

(3.14)

สูตรการคำนวณราคาไบโอดีเซล B100

$$B100 = ((B100CPO \times QCPO) + (B100RBD \times QRBD) + (B100ST \times QST)) / Qtotal$$

(3.15)

โดย QCPO = ปริมาณการผลิตไบโอดีเซลจาก CPO = 259,047 ลิตร/วัน

QST = ปริมาณการผลิตไบโอดีเซลจาก ST = 672,191 ลิตร/วัน

QRBD = ปริมาณการผลิตไบโอดีเซลจาก RBD = 1,407,574 ลิตร/วัน

Qtotal = ปริมาณการผลิตไบโอดีเซลรวม = 2,338,812 ลิตร/วัน

ราคา CPO = 24.13 บาท/กิโลกรัม

ราคา ST = 24.13 บาท/กิโลกรัม

ราคา RBD = 27.13 บาท/กิโลกรัม

ราคามetanอลเฉลี่ย = 15.06 บาท/กิโลกรัม