บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์และวิธีการ

1. วัสดุ

1.1. วัตถุดิบ : น้ำมันปาล์มดิบ จากโครงการส่งเสริมอุตสาหกรรมน้ำมันปาล์มขนาดเล็กตามพระราชดำริ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่

1.2. สารเคมี

1.2.1 ไททาเนียมไดออกไซด์ TiO_2 A.R., code no. 1.00808, Merck.

1.2.2 แอมโมเนียมเมตาวานาเดต NH_4VO_3 A.R., code no. 205559, Aldrich.

1.2.3 กรดออกซาลิก $C_2O_4H_2$ A.R., code no. 75702, Fluka.

1.2.4 กรดซัลฟิวริก H_2SO_4 A.R., code no. 1.00731, Merck.

1.2.5 โปแตสเซี่ยมไอโอไดซ์ KI A.R., code no 3162-19, J.T. Baker.

1.2.6 โซเดียมไทโอซัลเฟต $Na_2S_2O_3$ A.R., code no 72051, Fluka.

1.2.7 แอมเบอร์ลิสต์ 15 A.R., code no 53702, Fluka.

1.2.8 โซเดียมไฮดรอกไซด์ NaOH A.R., Lab-Scan.

1.2.9 เมทานอล CH_3OH Commercial Grade.

2. อุปกรณ์

1. เครื่องมือวิเคราะห์ X-Ray Diffraction, XRD, PW 3710 mpd control wide angle geniometer, Ni-filtered Cu K radiation at 30 kV and 25 MA, Philips, Amello, Netherland.

2. เครื่องมือวิเคราะห์พื้นที่ผิว BET Surface Area, SA 3100, Coulter, U.S.A.

3. เครื่องมือวิเคราะห์ Scanning Electron Microscope SEM, JEOL JSM-5800LV, High vacuum mode.

4. เครื่องมือวิเคราะห์ Fourier-transformed infrared spectrophotometer, FT-IR, Pellet (KBr), EQUINOX55, Bruker, Germany.

5. เครื่องมือวิเคราะห์ Gas Chromatography / Mass Spectrometry, HP 5890 Gas Chromatrograph – HP 5972 Mass Selective.

6. เครื่องมือวิเคราะห์ Thin Layer Chromatography/Hydrogen Flame Ionization Detection (TLC/FID), Iatroscan Model MK-6s.

7. เครื่องผลิตก๊าซโอโซน OZ-180 Bright Zone.

3. วิธีการศึกษา

3.1 การสังเคราะห์และศึกษาคุณสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาวานาเดียและไททาเนีย

วิธีการสังเคราะห์ซัลโฟเนตวานาเดียและไททาเนีย ที่มี $\%V_2O_5/TiO_2$ ดังนี้ 10 15 20 40 และ V_2O_5 (Salin Hu และ Tom M. Apple, 1996) และการซัลโฟเนตด้วยการหยดกรดซัลฟิวริกแบบ wetness point โดยนำกรดออกซาลิกละลายในน้ำตามสัดส่วนโมลที่กำหนด ดังสมการ

$$2NH_4VO_3 + C_2H_2O_4 \longrightarrow V_2O_5 + (NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$$

ทำการเติมแอมโมเนียมเมตาวานาเดตและมีการกวนตลอดการทดลอง แยกของผสมที่ได้โดยการกรองด้วยกระดาษกรอง นำสารละลายหยดลงบนไททาเนียมไดออกไซด์ตาม Wetness Point อบที่อุณหภูมิ 100 °C จนคะตะลิสต์แห้ง นำคะตะลิสต์ที่ได้บดละเอียด อบที่อุณหภูมิ 200 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และที่อุณหภูมิ 460 °C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง โดยมีก๊าซออกซิเจนไหลผ่านในอัตราการไหล 0.2 มิลลิลิตรต่อนาทีตลอดการอบคะตะลิสต์ วางคะตะลิสต์ที่ได้ไว้ที่อุณหภูมิห้องและทำการทดสอบคะตะลิสต์ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาวานาเดียและไททาเนียทำการศึกษาโดยใช้เทคนิคดังนี้

3.1.1 ศึกษาพื้นที่ผิวของคะตะลิสต์โดยใช้เทคนิค BET Surface Area (Coulter, model SA3100, U.S.A.)

3.1.2 ศึกษาลักษณะพื้นผิวและการกระจายตัวของคะตะลิสต์โดยใช้ Scanning Electron Microscope (SEM) ในโหมด High Vacuum with secondary electron image conditions and electron micrograph technique

3.1.3 ศึกษาโครงสร้างของคะตะลิสต์โดยใช้ X-Ray Diffraction (XRD)

3.1.4 ศึกษาหมู่ฟังก์ชันของคะตะลิสต์โดยใช้ FT-IR ในโหมด Diffused Reflectance ที่ 400 – 4000 cm^{-1}

3.2 การผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มดิบ

3.2.1 การศึกษาองค์ประกอบของน้ำมันปาล์มดิบที่ใช้ในการผลิตเมทิลเอสเตอร์โดยใช้ Gas Chromatography / Mass Spectroscopy

3.2.2 การศึกษาปัจจัยที่มีต่อการผลิตเมทิลเอสเตอร์จากน้ำมันปาล์มดิบโดยใช้ปฏิกิริยาเอสเตอริฟิเคชันด้วยวานาเดีย-ไททาเนียคะตะลิสต์และ Amberlyst-15

นำน้ำมันปาล์มดิบ 50 กรัม ใส่ในขวดก้นกลม ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมคะตะลิสต์และเมทานอลที่จะทำการศึกษา นำขวดก้นกลมต่อเข้ากับชุดการทดลอง มีการให้ความร้อนและมีการกวนตลอดการทดลอง ดังภาพประกอบที่ 6

ภาพประกอบที่ 6 แสดงชุดการทดลองแบบรีฟลักซ์ในการผลิตเมทิลเอสเตอร์

ทำการศึกษาผลของเวลา อุณหภูมิ และชนิดของคะตะลิสต์ที่ใช้ทำปฏิกิริยา โดยใช้สัดส่วนเชิงโมลของเมทานอลต่อน้ำมันที่เหมาะสมจากการทดลองเบื้องต้น ทำปฏิกิริยา เอสเตอริฟิเคชัน โดยใช้ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 2 4 6 8 และ 10 ชั่วโมง ด้วย 10 20 40 %V_2O_5/TiO_2 V_2O_5 และ Amberlyst-15 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาทำการซัลโฟเนตด้วยกรดซัลฟิวริกและไม่ทำการซัลโฟเนต โดยเลือกปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมจากการทดลองเบื้องต้น และ

ทำการทดลองที่อุณหภูมิ 80 100 120 องศาเซลเซียส เก็บตัวอย่างด้วยวิธีเก็บตัวอย่างตามเวลาที่กำหนด นำตัวอย่างผ่านกระบวนการล้างน้ำและขจัดน้ำออก นำตัวอย่างที่ได้วิเคราะห์หาปริมาณเมทิลเอสเตอร์ด้วยเครื่อง TLC/FID

3.2.3 การศึกษาปัจจัยที่มีต่อการผลิตเมทิลเอสเตอร์จากสภาวะที่เหมาะสมของปฏิกิริยา เอสเตอริฟิเคชันด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน

นำน้ำมันที่ผ่านกระบวนการเอสเตอริฟิเคชัน 50 กรัม ใส่ในขวดก้นกลม ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมเมทานอลที่มีความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อเมทานอล ในอัตราส่วน 5 ต่อ 100 โดยน้ำหนัก นำขวดก้นกลมต่อเข้ากับชุดการทดลอง มีการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส และมีการกวนระหว่างการทดลอง ปัจจัยที่ทำการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตเมทิลเอสเตอร์ ได้แก่ เวลาที่ทำปฏิกิริยา ศึกษาที่ 10 15 และ 20 นาที ชนิดของน้ำมันที่ได้แบ่งตามชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในกระบวนการเอสเตอริฟิเคชัน โดยเลือกใช้ 20%V_2O_5/TiO_2 40%V_2O_5/TiO_2 V_2O_5 และ Amberlyst-15 สัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันปาล์มต่อเมทานอล ทำการศึกษาที่ 1:2 1:4 และ 1:6 โดยใช้โปรแกรม Respond Surface Method (RSM) ในการออกแบบการทดลอง

การออกแบบการทดลองเมื่อใช้น้ำมันที่ได้จากกระบวนการเอสเตอริฟิเคชันซึ่งมี TiO_2 20%V_2O_5/TiO_2 40% V_2O_5/TiO_2 V_2O_5 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยกำหนดตัวแปร 3 Factors และ 3 Center Points โดยได้ชุดการทดลองดังตารางที่ 6

การออกแบบการทดลองเมื่อใช้น้ำมันที่ได้จากกระบวนการเอสเตอริฟิเคชันซึ่งมี Amberlyst-15 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยกำหนดตัวแปร 2 Factors และ 2 Center Points โดยได้ชุดการทดลองดังตารางที่ 7

เมื่อเสร็จสิ้นการทดลองนำตัวอย่างผ่านกระบวนการล้างน้ำและขจัดน้ำออก นำตัวอย่างที่ได้มาวิเคราะห์หาปริมาณเมทิลเอสเตอร์ด้วยเครื่อง TLC/FID และคำนวณร้อยละเมทิลเอสเตอร์

ตารางที่ 6 ชุดการทดลองโดยใช้โปรแกรม Respond Surface Method (RSM) ซึ่งใช้น้ำมันที่ได้จากกระบวนการเอสเตอริฟิเคชันซึ่งมี TiO_2 20%V_2O_5/TiO_2 40% V_2O_5/TiO_2 และ V_2O_5 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

การทดลองที่	น้ำมันซึ่งได้จากตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างๆ	เวลาทำปฏิกิริยา (นาที)	สัดส่วนเชิงโมล Palm oil : MeOH
1	TiO_2	10	1 : 4
2	TiO_2	15	1 : 2
3	TiO_2	15	1 : 6
4	TiO_2	20	1 : 4
5	20% V_2O_5/TiO_2	10	1 : 2
6	20% V_2O_5/TiO_2	10	1 : 6
7	20% V_2O_5/TiO_2	15	1 : 4
8	20% V_2O_5/TiO_2	15	1 : 4
9	20% V_2O_5/TiO_2	15	1 : 4
10	20% V_2O_5/TiO_2	20	1 : 2
11	20% V_2O_5/TiO_2	20	1 : 6
12	40% V_2O_5/TiO_2	10	1 : 4
13	40% V_2O_5/TiO_2	15	1 : 2
14	40% V_2O_5/TiO_2	15	1 : 6
15	40% V_2O_5/TiO_2	20	1 : 4

ตารางที่ 7 ชุดการทดลองโดยใช้โปรแกรม Respond Surface Method (RSM) ซึ่งใช้น้ำมันที่ได้จากกระบวนการเอสเตอริฟิเคชันซึ่งมี Amberlyst-15 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

การทดลองที่	เวลาทำปฏิกิริยา (นาที)	สัดส่วนเชิงโมล (Palm oil : MeOH)
1	10	1 : 2
2	10	1 : 6
3	15	1 : 4
4	15	1 : 4
5	20	1 : 2
6	20	1 : 6

3.2.4 ศึกษาคุณสมบัติทางเชื้อเพลิงของเมทิลเอสเตอร์ที่ผลิตได้ตามมาตรฐาน ASTM 6751-02

เมทิลเอสเตอร์ที่ผลิตได้จากกระบวนผลิตเมทิลเอสเตอร์แบบ 2 ขั้นตอน โดยเลือกสภาวะที่เหมาะสมที่สุด 3 ตัวอย่าง ทำการทดสอบคุณสมบัติทางเชื้อเพลิงเพื่อให้เป็นไปตามมาตรฐานที่กำหนด แสดงดังตารางที่ 8

ตารางที่ 8 วิธีวิเคราะห์สมบัติทางเชื้อเพลิงของเมทิลเอสเตอร์

ลำดับ	คุณสมบัติ	อุปกรณ์	วิธีการ	หน่วย
1	จุดวาบไฟ	ชุดอุปกรณ์วัดจุดวาบไฟ	ASTM D 93	°C
2	จุดไหลเท	ชุดอุปกรณ์วัดจุดไหลเท	ASTM D97	°C
3	จุดขุ่น	ชุดอุปกรณ์วัดจุดขุ่น	ASTM D2500	°C
4	ค่าความหนืดที่ 40 °C	เครื่องวัดความหนืด	ASTM D445	Centistokes
5	ค่าความถ่วงจำเพาะที่ 30 °C	เครื่องวัดความถ่วงจำเพาะแบบ Hydrometer	ASTM D1298	-
6	อุณหภูมิการกลั่นเทียบเท่าความดันบรรยากาศกลั่นได้ ร้อยละ 90	ชุดกลั่น ASTM D86	ASTM D86	°C
7	ชนิดกรดไขมัน	GC/MS	Typical Standard	%

3.3 การผลิตผลิตภัณฑ์ที่มีมูลค่าจากเมทิลเอสเตอร์ด้วยปฏิกิริยาโอโซเนชัน

นำเมทิลเอสเตอร์ 5 มิลลิลิตร และ methyl laurate 30 มิลลิลิตร ใส่ในกระบอกตวงขนาด 100 มิลลิลิตร ทำการเติมอากาศที่มีก๊าซโอโซนซึ่งทีความเข้มข้นของโอโซน 0.164 กรัมต่อชั่วโมง เป็นระยะเวลา 60 ชั่วโมง และเติมอากาศ 3 ชั่วโมงเพื่อให้ปฏิกิริยาโอโซเนชันเกิดอย่างสมบูรณ์ นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ทดสอบ Gas Chromatography / Mass Spectroscopy

ภาพประกอบที่ 7 แสดงชุดอุปกรณ์การทดลองปฏิกิริยาโอโซเนชัน