

## บทที่ 2

### วัสดุอุปกรณ์และวิธีการ

#### 1. วัสดุ

1.1 วัสดุดิบ : กัสเซอร์อลดิบที่ได้จากการผลิตไบโอดีเซลของภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ดังภาพที่ 19 และไขปาล์มสเตียรีนจาก บจก.ชุมพรอุตสาหกรรมน้ำมันปาล์ม



ภาพที่ 19 กัสเซอร์อลดิบที่ได้จากกระบวนการผลิตไบโอดีเซล

#### 1.2 สารเคมี

- 1.2.1 โซเดียมไฮดรอกไซด์
- 1.2.2 กรดซัลฟิวริก
- 1.2.3 กรดไฮโดรคลอริก
- 1.2.4 โปตัสเซียมไฮโดรเจนทาเลต
- 1.2.5 โซเดียมเปอร์ไอโอดेट
- 1.2.6 เอธิลีนไกลคอล
- 1.2.7 โบโรไมโทมอลบูลินติเคเตอร์
- 1.2.8 ฟีนอล์ฟทาลินอินติเคเตอร์
- 1.2.9 ไอโซออกเทน

1.2.10 กรดบอริก

1.2.11 คอลโรฟอร์ม

1.2.12 กรดอะซิติก

1.2.13 เบนซิน

1.2.14 ไอโซออกเทน

1.2.14 กลีเซอรอลบริสุทธิ์ 95 เปอร์เซ็นต์ (เกรดการค้า)

หมายเหตุ : สารเคมีที่ใช้เป็นเกรดวิเคราะห์ ยกเว้นกรดไฮโดรคลอริกใช้เกรดวิเคราะห์ และเกรดการค้า

## 2. อุปกรณ์

2.1 ถังปฏิกรณ์ขนาด 10 ลิตร ดังแสดงในภาพที่ 20 เป็นถังสแตนเลส 2 ชั้น โดยชั้นใน สำหรับใส่สารเพื่อทำปฏิกิริยา ส่วนชั้นนอกออกแบบสำหรับการใช้น้ำเป็นสารหล่อเย็นหลังทำปฏิกิริยาลิ้นสุด และให้ความร้อนด้านล่างถังปฏิกรณ์โดยใช้แก๊สให้ความร้อน มีตัวดักจับสารที่ระเหยจากถังปฏิกรณ์ 2 ตัว ใช้น้ำแข็งผสมเกลือให้ความเย็น ไดอะแกรมการทำงานดังภาพที่ 21

2.2 เครื่อง Thin-Layer Chromatography/Flame Ionization Detection analyzer (TLC/FID) รุ่น Iatroscan MK-5 ของ Iatron Laboratories ประเทศญี่ปุ่น

2.3 เครื่อง Gas Chromatography/Mass Spectrometer (GC/MS) Gas Chromatograph รุ่น 5890 Series II plus ของ Hewlett Packard ประเทศอเมริกา Mass Spectrometer รุ่น 5972 Series ของ Hewlett Packard ประเทศอเมริกา

2.4 อ่างควบคุมอุณหภูมิ

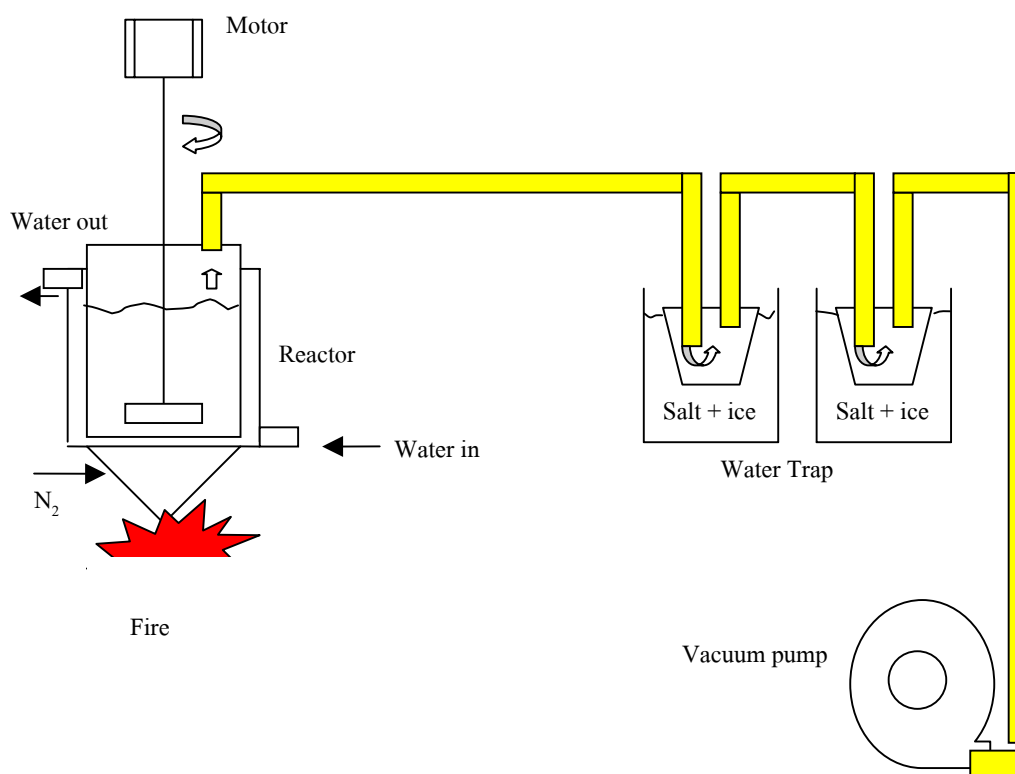
2.5 เครื่องวิเคราะห์การกลั่น ตามมาตรฐาน ASTM D86

2.6 เครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) รุ่น DSC7 ของ Perkin Elmer ประเทศอเมริกา

2.7 Magnetic Stirrer



ภาพที่ 20 ถังปฏิกรณ์ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาคลอรีนไฮโดรไลซิส



ภาพที่ 21 ไดอะแกรมการทำงานของชุดทำปฏิกิริยาคลอรีนไฮโดรไลซิส

### 3. วิธีการวิจัย

#### 3.1 สภาวะที่เหมาะสมของการเกิดปฏิกิริยากลิเซอโรไลซิส

3.1.1 อุณหภูมิ, เวลาและสัดส่วนโมลกลีเซอรอลต่อไฮปาล์มสเตียรีนที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยากลิเซอโรไลซิส

หลังนำกลีเซอรอลดิบมาวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์กลีเซอรอล ตาม มอก.336 (ภาคผนวก ก) ได้ 70 เปอร์เซ็นต์ และหาความเป็นต่างของ NaOH (ในรูป  $\text{Na}_2\text{O}$ ) ได้ 2.8 เปอร์เซ็นต์ (ภาคผนวก ก) ไฮปาล์มสเตียรีนที่นำมาวิเคราะห์ หาน้ำหนักโมเลกุลด้วยการวิเคราะห์ค่าสaponification (Saponification value) ตามวิธีของ IUPAC (1979) (ภาคผนวก ก) ได้ 834 กรัม/โมล

เลือกอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 180, 200, 230 และ 250 องศาเซลเซียส แต่ละอุณหภูมิเก็บตัวอย่างมาวิเคราะห์หาปริมาณโมโนกลีเซอไรด์ด้วยเครื่อง TLC/FID (ภาคผนวก ก) ที่เวลา 15, 20, 30, 60 และ 90 นาที โดยควบคุมสัดส่วนโมลกลีเซอรอลต่อไฮปาล์มสเตียรีนที่ 2:1 ความเร็วของไบพัดคงที่ที่ 200 รอบ/นาที และควบคุมความดันที่ 26 – 36 เซนติเมตรปรอท ทำปฏิกิริยากับไฮปาล์มสเตียรีนโดยไม่มีการปรับปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา คือ NaOH ซึ่งเป็นสารที่เหลือจากการใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตไบโอดีเซล ขั้นตอนการทำปฏิกิริยาดังภาคผนวก ก

หลังจากนั้นทำการเปลี่ยนสัดส่วนโมลกลีเซอรอลต่อไฮปาล์มสเตียรีนเป็น 2.5 : 1 และ 3 : 1 แต่ละสัดส่วนโมลทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิและเวลาเก็บตัวอย่างเหมือนสัดส่วนโมล 2 : 1 (ปริมาณสารที่ใช้ดังภาคผนวก ก)

3.1.2 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยากลิเซอโรไลซิส ทำการปรับปริมาณ NaOH เป็น 0.05 - 0.2 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับกลีเซอรอล ตาม Muniyapa *et al.* (1996) โดยใช้กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 37 เปอร์เซ็นต์ เพื่อให้ปริมาณของ NaOH ลดลง

#### 3.2 ศึกษาปฏิกิริยาย้อนกลับของปฏิกิริยากลิเซอโรไลซิส

ทำปฏิกิริยาตามสภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลองที่ 3.1 หลังทำปฏิกิริยาเสร็จแล้ว ปล่อยให้สารเย็นตัวลงตามธรรมชาติที่อุณหภูมิห้อง โดยเก็บตัวอย่างวิเคราะห์หาปริมาณโมโนกลีเซอไรด์ด้วย TLC/FID ทุก 30 นาที จนสารมีอุณหภูมิลดลงเหลือ 80 องศาเซลเซียส และทำการเปรียบเทียบกับการใช้ น้ำเป็นสารหล่อเย็นเพื่อให้อุณหภูมิลดลงอย่างรวดเร็วจนถึง 80 องศาเซลเซียส

### 3.3 ศึกษาการทำให้โมนอกลีเซอไรด์มีความบริสุทธิ์มากขึ้น

ทำปฏิกิริยากลีเซอโรไลซิสตามสภาวะที่เหมาะสม นำของผสมที่ผ่านการทำปฏิกิริยากลีเซอโรไลซิสมายแยกผลผลิตที่ได้และศึกษาการทำให้โมนอกลีเซอไรด์มีความบริสุทธิ์ยิ่งขึ้น

#### 3.3.1 การแยกกลีเซอรอลส่วนเกิน

##### (1) การล้างด้วยน้ำ

ใช้น้ำร้อนที่ 90 องศาเซลเซียส ใช้ Magnetic Stirrer กวนผสมกับสารที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส โดยใช้น้ำ 100 มิลลิลิตรต่อสาร 100 กรัม

##### (2) การล้างด้วยหยดน้ำ

ใช้หลอดหยดตูดน้ำร้อน 90 องศาเซลเซียส หยดลงบนของผสมที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ให้กระจายทั่วผิวหน้าของของผสม เพื่อให้ น้ำล้างกลีเซอรอลส่วนเกินออกมา โดยใช้น้ำ 100 มิลลิลิตรต่อสาร 100 กรัม

##### (3) การเติมกรดไฮโดรคลอริก

นำตัวอย่างของผสมที่ได้จากการทำปฏิกิริยากลีเซอโรไลซิส มาทำให้มีอุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 37 เปอร์เซ็นต์ ลงไปโดยใช้ปริมาตร 1, 2, 3 และ 4 มิลลิลิตรต่อตัวอย่างสาร 100 กรัม แล้วกวนผสมด้วย Magnetic Stirrer หลังจากนั้นปล่อยให้กลีเซอรอลแยกชั้นลงมาด้านล่าง ตามแรงโน้มถ่วงโลก นำเฟสกลีเซอรอลไปหาปริมาณกลีเซอรอลด้วยการไทเทรต (ภาคผนวก ก) เพื่อคำนวณปริมาณกลีเซอรอลที่สามารถกำจัดออกมาได้ และนำตัวอย่างสารเฟสบนไปวิเคราะห์หาปริมาณโมนอกลีเซอไรด์ด้วย TLC/FID หลังเติมกรด

(4) การเติมกรดไฮโดรคลอริก 37 เปอร์เซ็นต์ 1 มิลลิลิตรต่อสารผสม 100 กรัม ตามด้วยการกลั่นสุญญากาศ

นำตัวอย่างสารผสมที่ผ่านการกำจัดกลีเซอรอลด้วยการเติมกรดและดึงกลีเซอรอลเฟสล่างออกแล้ว ไปกลั่นด้วยชุดกลั่นสุญญากาศ ซึ่งได้ประยุกต์ใช้เครื่องวิเคราะห์การกลั่นตามมาตรฐาน ASTM D86 ดังภาพที่ 22 ทำการกลั่นที่ 250 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิสูงสุดของการกลั่น เนื่องจากให้อุณหภูมิตั้งแต่ 260 องศาเซลเซียส โมนอกลีเซอไรด์จะสลายตัว (Hui, 1996) หากความดันที่เหมาะสมเพื่อกำจัดกลีเซอรอลที่ไม่สามารถกำจัดได้หมดด้วยการเติมกรด



ภาพที่ 22 ชุดกลั่นที่ได้จากการประยุกต์เครื่องกลั่น ASTM D86

(5) การเติมกรดไฮโดรคลอริก 37 เปอร์เซ็นต์ 1 มิลลิลิตรต่อสารผสม 100 กรัม ตามด้วยการล้างด้วยน้ำร้อน

นำเฟสโมโนกลีเซอไรต์ที่ผ่านการแยกกลีเซอรอลด้วยการเติมกรดมากำจัดกลีเซอรอลที่เหลือต่อด้วยน้ำร้อน 90 องศาเซลเซียส กวนผสมกับสารที่ 90 องศาเซลเซียส ด้วย Magnetic Stirrer ใช้น้ำ 100 มิลลิลิตรต่อสาร 100 กรัม หลังจากปั่นจนเข้ากันดีแล้ว ตั้งทิ้งให้เกิดการแยกชั้นระหว่างชั้นน้ำและชั้นของสาร นำตัวอย่างสารไประเหยน้ำที่ 120 องศาเซลเซียส แล้วนำตัวอย่างสารไปหาปริมาณโมโนกลีเซอไรต์ด้วย TLC/FID พร้อมกับไทเทรตหาปริมาณกลีเซอรอลที่เหลือ

### 3.3.2 การเพิ่มความบริสุทธิ์ของโมโนกลีเซอไรต์

(1) การตกผลึกสารโดยการควบคุมอุณหภูมิ

นำตัวอย่างสารที่ผ่านการกำจัดกลีเซอรอลด้วยขั้นตอนการกำจัดกลีเซอรอลแล้วไปวิเคราะห์หาอุณหภูมิสารประกอบต่างๆ เริ่มการตกผลึกด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) นำตัวอย่างสารอุ่นให้มีอุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เพื่อทำลาย Nuclei (ชาคริต และคณะ, 2544) หลังจากนั้นควบคุมอุณหภูมิที่เริ่มมีการตกผลึกในอ่างควบคุมอุณหภูมิเป็นเวลา 8 ชั่วโมง นำสารไปกรองเอาส่วนของเหลวออกด้วยกระดาษกรองด้วยการกรองด้วยสุญญากาศและการกรองให้ของเหลวไหลผ่านตามแรงโน้มถ่วงของโลก

## (2) การตกผลึกสารโดยใช้ตัวทำละลาย Isooctane

นำตัวอย่าง 20 กรัมละลาย Isooctane 100 มิลลิลิตร ให้ความร้อนที่ 70 องศาเซลเซียส โดยใช้อุณหภูมิเริ่มต้นการตกผลึกจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) ทำการแกว่งในอ่างควบคุมอุณหภูมิจนสังเกตเห็นผลึกจึงวางสารให้เกิดการตกผลึก 8 ชั่วโมง เมื่อเกิดการตกผลึกขึ้นนำสารมากรองด้วยกระดาษกรองโดยใช้แรงโน้มถ่วงของโลก นำส่วนใสที่ได้ไปตกผลึกซ้ำที่อุณหภูมิต่ำกว่าเดิม 1 องศาเซลเซียส นำไปกรองผลึกเมื่อเวลาการตกผลึกครบ 8 ชั่วโมงเหมือนเดิม นำส่วนใสไปตกผลึกต่อเรื่อยๆ จนการเกิดผลึกเริ่มไม่เกิดขึ้น นำผลึกที่ได้แต่ละอุณหภูมิไปหาปริมาณโมโนกลีเซอไรต์ด้วย TLC/FID พร้อมทั้งหาเปอร์เซ็นต์ Yield ผลึกที่ได้ในแต่ละอุณหภูมิ

นำผลึกจากอุณหภูมิที่ให้ความเข้มข้นของโมโนกลีเซอไรต์สูงและเปอร์เซ็นต์ Yield สูง มาตกผลึกซ้ำด้วยสภาวะเดิมเพื่อให้ความเข้มข้นของโมโนกลีเซอไรต์เพิ่มขึ้นอีก พร้อมกับการนำผลึกที่ได้ก่อนการตกผลึกครั้งที่ 2 และผลึกครั้งที่ 2 ไปวิเคราะห์หาว่าโมโนกลีเซอไรต์ที่ได้มาจากกรดไขมันตัวใดโดยวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Gas Chromatography/Mass Spectrometer (GC/MS)

## 3.4 ออกแบบถึงปฏิกรณ์ยาในระดับอุตสาหกรรมขนาดเล็ก

3.4.1 ออกแบบถึงปฏิกรณ์ในการทำปฏิกิริยาคลีเซอโรไลซิสในระดับอุตสาหกรรมขนาดเล็กซึ่งมีกำลังการผลิตวันละ 0.1 ตันกลีเซอรอลดิบ