

การศึกษาเบื้องต้นการทำดีเชอรินจากการสังเคราะห์ไบโอดีเซลให้บริสุทธิ์



นายก่อฤกษ์ เชียงว่อง

นายวีระชัย โคนครำหาร

พร.
กช.
2544

เลขหมึก.....
เลขทะเบียน..... 45683
วัน, เดือน, ปี 13 ก.พ. 2546

b.....
i.....

ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี
คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2544

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**A PRELIMINARY STUDY OF PURIFICATION OF GLYCERINE FROM
BIODIESEL SYNTHESIS**



MR. KORERK SINGWONG

MR. WEERACHAI COATKHAMHARN

**A REPORT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENT
FOR THE DEGREE OF BACHELOR IN CHEMICAL ENGINEERING
FACULTY OF ENGINEERING
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG**

2001

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญาานิพนธ์เรื่อง การศึกษาเบื้องต้นการทำกลีเซอรินจากการสังเคราะห์ไบโอดีเซล
ให้บริสุทธิ์
โดย นายก่อฤกษ์ เชียงว่อง
นายวีระชัย โคตรคำหาร
อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร. ประกอบ กิจไชยา

ปริญญาานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญาานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ
(ผศ. ดร. ประกอบ กิจไชยา)

.....กรรมการ
(ผศ. ดร. อัญชติพร วาริตสวัสดิ์ หล่อทองคำ)

.....กรรมการ
(ดร. โจโกะ เทเรซ่า อีโต)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง การศึกษาเบื้องต้นการทำกลีเซอรินจากการสังเคราะห์ไบโอดีเซล
ให้บริสุทธิ์
โดย นายก่อฤกษ์ เชื้องว่อง
นายวีระชัย โคตรคำหาร
อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร. ประกอบ กิจไชยา
ปริญญานิพนธ์ วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี
ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษากระบวนการเบื้องต้นการทำกลีเซอรินซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ร่วมที่ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันของไตรกลีเซอไรด์กับแอลกอฮอล์ให้บริสุทธิ์ การทดลองประกอบด้วย 5 ขั้นตอน คือ การระเหยเมทานอลและน้ำโดยใช้อุณหภูมิที่ 105 องศาเซลเซียส การกำจัดด่างด้วยสารละลายกรด การสกัดสิ่งเจือปนด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ การใช้ดินกัมมันต์และคาร์บอนกัมมันต์ในการบำบัดสี กรดที่ใช้ในการกำจัดด่าง คือ กรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 1.8 โมลาร์ กรดอะซิติกความเข้มข้น 17.3 โมลาร์ และกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 2.7 โมลาร์ พบว่าการใช้กรดซัลฟิวริกและกรดอะซิติกช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการแยกตะกอนออกมาได้ดี สำหรับการสกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ ตัวทำละลายที่ใช้ทดสอบ คือ เฮกเซน นอร์มอลเฮปเทน และคาร์บอนเตตระคลอไรด์ ซึ่งตัวทำละลายที่มีความเหมาะสมที่สุด คือ เฮกเซน ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายกลีเซอรินที่ใช้ในการทดลองมีค่า 4, 5 และ 6 ซึ่งค่าที่เหมาะสมมีค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 4 ในการบำบัดโดยใช้ดินกัมมันต์ใช้อัตราส่วน โดยน้ำหนักของดินกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอริน 1:30 ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส อัตราการกวน 250 รอบต่อนาที เป็นเวลา 60 นาที ขั้นตอนสุดท้ายเป็นการบำบัดสีของผลิตภัณฑ์ด้วยคาร์บอนกัมมันต์ใช้อัตราส่วน โดยน้ำหนักของคาร์บอนกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอริน 1:3 ที่อุณหภูมิห้อง และเวลาในการบำบัด 40 ชั่วโมง จากการวิเคราะห์หาปริมาณกลีเซอรินมีค่า 75.9 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

Report Title A Preliminary Study of Purification of Glycerine from Biodiesel Synthesis
By Mr. Korerk Singwong
 Mr. Weerachai Coatkharn
Advisor Asst. Prof. Dr. Prakob Kitchaiya
Report for Bachelor Degree in Chemical Engineering
 Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering
 King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

Abstract

This preliminary study reports a purification of glycerine which is the by-product from transesterification of triglyceride with alcohol. There were five stages of purification of glycerine. First, methanol and water were removed by heat at 105°C. Next, base was neutralized by acids. Then, it was an extraction by organic solvents. Finally, there were the use of bleaching earth and activated carbon for the color treatment. 1.8 molar of sulfuric acid, 17.3 molar of acetic acid and 2.7 molar of hydrochloric acid were used and the experiment results showed that both sulfuric acid and acetic acid provided satisfied result. From extraction by using hexane, normal heptane and carbon tetrachloride; hexane was found to be the better one. The test of pH values of glycerine solution were 4, 5 and 6; and the optimum pH value was 4. The weight ratio of bleaching earth per glycerine solution was 1:30 at 120°C with the stirring rate of 250 rpm for 60 minutes. Finally, the use of activated carbon that gave a very light color product. The condition which being used was 1:3 of the weight ratio of activated carbon per glycerine solution at room temperature for 40 hours. The analysis of the glycerine content of the final product was found to be 75.9 percentage by mass.

กิตติกรรมประกาศ

ปริญญาบัตรนี้สำเร็จลุล่วงเป็นอย่างดีด้วยความช่วยเหลือจากคณาจารย์และบุคคลหลายฝ่าย ผู้จัดทำขอขอบพระคุณทุกท่านที่ให้คำแนะนำและความช่วยเหลือ ได้แก่ ผศ.ดร.ประกอบกิจ ไชยา อาจารย์ที่ปรึกษาปริญญาบัตร คุณพิสันต์ ผลโพธิ์ และคุณธีระ โชติ ศรีธีระวิโรจน์ เจ้าหน้าที่ประจำห้องปฏิบัติการของภาควิชาวิศวกรรมเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง คุณปิยนฎ อินทนกุล คุณชัชวีร์ ไทยสุชาติ และคุณจักรพงษ์ ไชยบุรี นักศึกษาปริญญาโท ภาควิชาวิศวกรรมเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง และบริษัทคาร์โบ-กาญจน์ จำกัด ที่อนุเคราะห์คาร์บอนกัมมันต์

อนึ่ง ยังมีผู้มีพระคุณอีกหลายท่าน ที่ไม่ได้กล่าวนามในที่นี้ ผู้จัดทำขอขอบคุณมา ณ โอกาสนี้ด้วย

ก่อฤกษ์ เชียงว่อง
วีระชัย โคตรคำหาร
3 เมษายน 2545

สารบัญ

บทที่	เรื่อง	หน้า
	บทคัดย่อภาษาไทย	ง
	บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
	กิตติกรรมประกาศ	ฉ
	สารบัญ	ช
	สารบัญรูป	ญ
	สารบัญตาราง	ฎ
1	บทนำ	
	1.1 ความเป็นมาของวิทยานิพนธ์	2
	1.2 วัตถุประสงค์	2
	1.3 ขอบเขตของการวิจัย	2
	1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ	2
2	ทฤษฎี	
	2.1 ไบโอดีเซล	3
	2.1.1 ความหมายของไบโอดีเซล	3
	2.1.2 การผลิตไบโอดีเซล	3
	2.1.3 ข้อดีของไบโอดีเซล	4
	2.1.4 ความเหมาะสมของไบโอดีเซลสำหรับใช้เป็นเชื้อเพลิง	5
	2.2 ก्लीเซอริน	6
	2.2.1 ความหมายของกลีเซอริน	6
	2.2.2 คุณสมบัติของกลีเซอริน	6
	2.2.3 การจำแนกและการวิเคราะห์	8
	2.2.4 การจัดเก็บและการขนส่งกลีเซอริน	9

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2.5	การใช้ประโยชน์จากกลีเซอริน	9
2.2.6	การสังเคราะห์และกระบวนการผลิตกลีเซอริน	10
2.3	แนวทางการทำกลีเซอรินให้บริสุทธิ์	12
2.4	การสกัด	14
2.4.1	เทคนิคการเลือกตัวทำละลายในการสกัด	16
2.4.2	เทคนิคการสกัด	17
2.5	ดินฟอก	19
2.5.1	นิยามของดินกัมมันต์	19
2.5.2	คุณลักษณะที่ต้องการของดินกัมมันต์	19
2.6	คาร์บอนกัมมันต์	20
2.6.1	มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมคาร์บอนกัมมันต์	20
2.6.2	ขนาดของคาร์บอนกัมมันต์	21
2.6.3	คุณลักษณะที่ต้องการ	21
2.6.4	การใช้ประโยชน์คาร์บอนกัมมันต์	22
3	การทดลอง	
3.1	เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	23
3.2	สารเคมี	23
3.3	การทดลองเพื่อทำกลีเซอรินให้บริสุทธิ์	24
3.3.1	การกำจัดเมทานอลและน้ำจากกลีเซอรินโดยการระเหย	24
3.3.2	การบำบัดด้วยกรดและการสกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์	24
3.3.3	การบำบัดด้วยดินกัมมันต์	25
3.3.4	การบำบัดด้วยคาร์บอนกัมมันต์	26
3.4	การทดสอบเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณกลีเซอริน	26
4	ผลการทดลองและวิจารณ์	
4.1	การระเหยเพื่อกำจัดเมทานอลและน้ำออกจากกลีเซอริน	29
4.2	การบำบัดกลีเซอรินด้วยการเติมกรดและสกัดการด้วยตัวทำละลายอินทรีย์	29

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3 การบำบัดด้วยดินกัมมันต์	31
4.4 การบำบัดด้วยคาร์บอนกัมมันต์	33
4.5 การทดสอบเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณกลีเซอริน	35
5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	
5.1 สรุปผลการทดลอง	37
5.2 ข้อเสนอแนะ	38
เอกสารอ้างอิง	39
ภาคผนวก	
ภาคผนวก ก การวิเคราะห์หาปริมาณกลีเซอริน	42
ภาคผนวก ข คุณสมบัติเฉพาะของสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	43
ภาคผนวก ค มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กลีเซอรินบริสุทธิ์มอก. 337-2538	45
ภาคผนวก ง มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กลีเซอรินบริสุทธิ์มอก. 336-2523	55

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 สูตรโครงสร้างของกลีเซอริน	6
รูปที่ 2.2 แนวทางการทำกลีเซอรินให้บริสุทธิ์	14
รูปที่ 2.3 ความสัมพันธ์ระหว่าง Distribution ratio กับ เปอร์เซ็นต์การสกัด	15
รูปที่ 2.4 เครื่องมือการสกัดอย่างต่อเนื่อง	18
รูปที่ 2.5 Craig extraction apparatus	18
รูปที่ 4.1 ผลการทดลองที่ 4.2 ตอนที่ 2	31
รูปที่ 4.2 ผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของคาร์บอนกัมมันต์ต่อกลีเซอริน	34

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติของ Fatty acid alkyl ester ที่ได้จากน้ำมันพืชต่างชนิดกัน เปรียบเทียบกับน้ำมันดีเซล	4
ตารางที่ 2.2 คุณสมบัติทางกายภาพของกลีเซอริน	7
ตารางที่ 2.3 ตัวทำละลายอินทรีย์ที่นิยมใช้ในการสกัด	16
ตารางที่ 2.4 คุณสมบัติของตัวทำละลายบางชนิดที่ใช้ในการสกัดสารละลาย	16
ตารางที่ 2.5 คุณลักษณะทางฟิสิกส์และทางเคมีของดินกัมมันต์	20
ตารางที่ 2.6 คุณลักษณะของคาร์บอนกัมมันต์ผง	21
ตารางที่ 2.7 คุณลักษณะของคาร์บอนกัมมันต์เม็ด	21
ตารางที่ 4.3.1 ผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของดินกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอริน	31
ตารางที่ 4.3.2 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการบำบัดด้วยดินกัมมันต์	32
ตารางที่ 4.3.3 ผลของเวลาที่ใช้ในการบำบัดด้วยดินกัมมันต์	32
ตารางที่ 4.4.1 ผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของคาร์บอนกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอริน	33
ตารางที่ 4.4.2 ผลของระยะเวลาที่ใช้ในการบำบัดด้วยคาร์บอนกัมมันต์	34

บทที่ 1

บทนำ

ปัจจุบันทั่วโลกประสบปัญหาด้านราคาน้ำมันที่สูงขึ้น จึงเป็นสาเหตุให้มีการศึกษาแหล่งเชื้อเพลิงอื่นเพื่อทดแทนน้ำมันปิโตรเลียม เชื้อเพลิงจากแหล่งที่นำกลับมาใช้ใหม่ได้ (Renewable sources) จึงเป็นอีกทางเลือกหนึ่งที่ได้รับความสนใจโดยอาจนำไปใช้กับเครื่องยนต์ทางการเกษตร เครื่องยนต์ดีเซล และเครื่องยนต์เบนซิน มีการทดลองใช้น้ำมันพืชกับเครื่องยนต์ดีเซลโดยตรง ตั้งแต่สงครามโลกครั้งที่ 2 แล้วพบว่ามีปัญหาเกิดขึ้นมากมาย เนื่องจากคุณสมบัติของน้ำมันพืชกับน้ำมันดีเซลมีความแตกต่างกัน ซึ่งเป็นผลให้เครื่องยนต์จุดติดยาก และไม่สามารถใช้งานได้ที่ความเร็วรอบต่ำ นอกจากนี้ยังก่อปัญหาการเผาไหม้ไม่สมบูรณ์ ดังนั้นการใช้น้ำมันพืชโดยตรงกับเครื่องยนต์แบบเดิมจึงไม่เหมาะสม และอาจจะต้องปรับเปลี่ยนเครื่องยนต์เสียก่อน ซึ่งเป็นเรื่องยุ่งยากมาก ปัญหาดังที่ได้กล่าวมาข้างต้นสามารถแก้ไขโดยใช้สารประกอบเอสเทอร์ ที่ได้จากการนำน้ำมันพืชมาทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์ ได้สารที่เรียกว่า น้ำมันดีเซลชีวภาพ หรือไบโอดีเซล จึงได้รับความสนใจเพื่อที่จะพัฒนามาใช้ทดแทนน้ำมัน สำหรับในประเทศไทยเริ่มมีการงานวิจัยเกี่ยวกับไบโอดีเซลขึ้นเมื่อประมาณปี พ.ศ. 2524 เริ่มมีการทดลองใช้น้ำมันถั่วลิสง น้ำมันเมล็ดสบู่ดำ น้ำมันมะพร้าว น้ำมันปาล์ม และเอสเทอร์ของน้ำมันปาล์มมาเป็นพลังงานทดแทนในเครื่องยนต์ดีเซล โดยพยายามทดลองหาไบโอดีเซลจากเมล็ดพืชที่สามารถบดแยกน้ำมันออกจากเมล็ดพืชได้ง่าย และเมื่อวิกฤตการณ์ราคาน้ำมันครั้งล่าสุดเกิดขึ้นเมื่อราวปลายปี พ.ศ. 2543 ที่ผ่านมา ทำให้ประเทศไทยตื่นตัวเรื่องการวิจัยหาพลังงานทดแทนกันอีกครั้งหนึ่ง และโครงการไบโอดีเซลก็ได้รับความสนใจเช่นเดียวกัน [1]

ในการผลิตไบโอดีเซลซึ่งเป็นปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมัน หรือไขมันจากสิ่งมีชีวิต ซึ่งรวมไปถึงน้ำมันที่ผ่านการใช้งาน หรือน้ำมันเหลือทิ้งในครัวเรือน จะเกิดผลิตภัณฑ์ร่วมชนิดหนึ่ง คือ กลีเซอริน ซึ่งเกิดขึ้นประมาณ 10% โดยน้ำหนักของไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้ กลีเซอรินดังกล่าวอาจดูเหมือนว่าเป็นของเสียที่ต้องการขั้นตอนการกำจัดทิ้ง แต่อย่างไรก็ดี กลีเซอรินที่ได้นี้ยังสามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้ หากได้รับการบำบัดให้มีความบริสุทธิ์เพียงพอ โดยกลีเซอรินบริสุทธิ์เป็นผลิตภัณฑ์ที่มีคุณค่า มีราคาสูง และเนื่องจากกลีเซอรินที่ใช้ในอุตสาหกรรมและในงานด้านอื่นๆ ต้องการความบริสุทธิ์สูง จึงสมควรที่จะได้รับการศึกษาการทำกลีเซอรินให้บริสุทธิ์ด้วยวิธีการที่เหมาะสม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.1 ความเป็นมาของวิทยานิพนธ์

ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างไตรกลีเซอไรด์กับแอลกอฮอล์ จะเกิดผลิตภัณฑ์ 2 ชนิด คือสารประกอบเอสเทอร์ หรือน้ำมันไบโอดีเซล ซึ่งถือเป็นผลิตภัณฑ์หลักและกลีเซอริน เป็นผลิตภัณฑ์ร่วม โดยกลีเซอรินที่เกิดขึ้นนี้จะมีปริมาณสิ่งเจือปน เช่น แอลกอฮอล์ ไบมันหรือกรดไขมันอิสระ ความชื้น สารที่เป็นของแข็งแขวนลอย และสิ่งเจือปนอื่นๆ อยู่ค่อนข้างสูง เนื่องจากกลีเซอรินถูกนำมาใช้ประโยชน์อย่างมากในทางอุตสาหกรรม เช่น ใช้เป็นสารตั้งต้นผลิตสารเคมี อุตสาหกรรมผลิตยาและเครื่องสำอาง เป็นต้น ปัจจุบันยังมีการศึกษาเกี่ยวกับการแยกกลีเซอรินที่เป็นผลิตภัณฑ์ร่วมจากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างไตรกลีเซอไรด์กับแอลกอฮอล์ ค่อนข้างน้อย การที่จะนำกลีเซอรินที่เกิดเป็นผลิตภัณฑ์ร่วมนี้มาใช้จึงจำเป็นต้องทำการบำบัดให้มีความบริสุทธิ์มากขึ้นเพื่อให้สามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้ต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์

- 1.2.1 ศึกษาวิธีการทำกลีเซอรินซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างไตรกลีเซอไรด์กับแอลกอฮอล์ให้บริสุทธิ์
- 1.1.2 ทำการทดลองเพื่อบำบัดกลีเซอรินให้บริสุทธิ์ โดยวิธีการบำบัดด้วยกรด วิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ วิธีการใช้ดินกัมมันต์ และวิธีการใช้คาร์บอนกัมมันต์

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1.3.1 ศึกษาข้อมูลเบื้องต้น และหลักการแยกสารด้วยวิธีการต่างๆ
- 1.3.2 ทำการทดลองเพื่อหาวิธีการทำให้กลีเซอรินซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างไตรกลีเซอไรด์กับแอลกอฮอล์ให้บริสุทธิ์ และวิเคราะห์หาปัจจัยที่เหมาะสมในการแยกสารปนเปื้อนออกจากกลีเซอริน
- 1.3.3 ใช้วิธีการทางเคมีวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณกลีเซอรินที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์ด้วยวิธีการดังกล่าว

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

- 1.4.1 สามารถเป็นแนวทางในการบำบัดกลีเซอรินที่เป็นผลิตภัณฑ์ร่วมจากการผลิตไบโอดีเซล
 - 1.4.2 เพื่อเป็นแหล่งข้อมูลและแนวทางสำหรับผู้ที่มีความสนใจในการศึกษาเพื่อพัฒนาให้มีประสิทธิภาพมากยิ่งขึ้นต่อไป
 - 1.4.3 เพิ่มพูนทักษะในการวางแผนและดำเนินงานตามเป้าหมายภายในเวลาที่กำหนดให้
- เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎี

2.1 ไบโอดีเซล [1]

2.1.1 ความหมายของไบโอดีเซล

ไบโอดีเซล (Biodiesel) หรือน้ำมันดีเซลชีวภาพ คือ สิ่งที่ได้จากสิ่งมีชีวิตไม่ว่าจะเป็นพืชหรือสัตว์ สามารถนำมาใช้หรือทำการปรับเปลี่ยนสภาพก่อนนำมาใช้เป็นเชื้อเพลิงสำหรับเครื่องยนต์ดีเซลได้

2.1.2 การผลิตไบโอดีเซล

การผลิตไบโอดีเซลมีหลายวิธี คือ

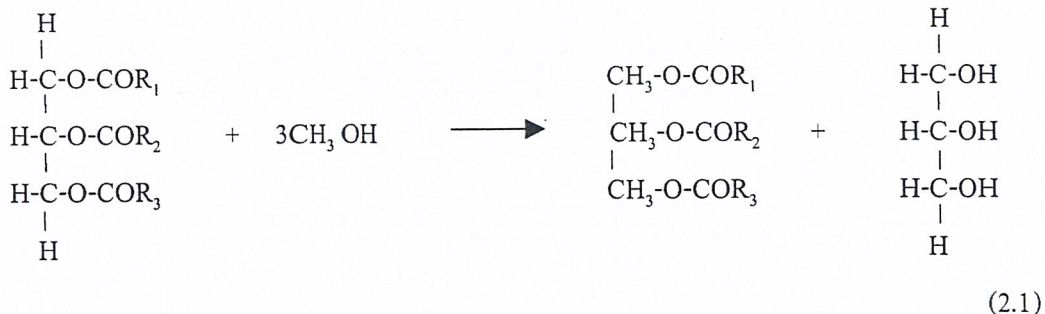
ก) การผสม (Blending) เป็นการนำน้ำมันพืชผสมกับน้ำมันดีเซล พบว่าอัตราส่วนโดยมวลของน้ำมันดีเซลต่อน้ำมันพืชที่ 80:20 ให้ผลเหมือนกรณีที่ใช้ น้ำมันดีเซล 100% อัตราส่วนนี้นิยมใช้มากที่สุด โดยไม่ต้องปรับเปลี่ยนเครื่องยนต์

ข) การทำให้เป็นไมโครอิมัลชัน (Microemulsions) เป็นกระบวนการที่ทำให้ของเหลวมีสารแขวนลอยกระจายตัวอยู่ เช่น การผสมน้ำมันพืชกับแอลกอฮอล์ ซึ่งจะมีสภาพเป็นอิมัลชันและเมื่อนำไปใช้สามารถฉีดให้เป็นฝอยได้

ค) การแตกโมเลกุลโดยใช้ความร้อน (Thermal cracking หรือ Pyrolysis) เป็นการให้ความร้อนกับน้ำมันพืชในสภาวะที่ไร้ออกซิเจน เพื่อให้ น้ำมันแตกตัวเป็น โมเลกุลที่เล็กลงและได้สารประกอบอื่นๆด้วย

ง) ทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน (Transesterification) หรือ แอลกอฮอล์ไลซิส (Alcoholysis) เป็นปฏิกิริยาของน้ำมัน หรือไขมันกับแอลกอฮอล์ โดยใช้ด่าง กรด หรือเอนไซม์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ เอสเทอร์และกลีเซอรินเป็นผลิตภัณฑ์

จากการค้นคว้าเอกสารวิจัยเบื้องต้น พบว่างานวิจัยและพัฒนาด้านไบโอดีเซลก้าวหน้าไปถึงขั้นพัฒนากระบวนการผลิตในระดับโรงงานต้นแบบแล้ว ทั้งนี้กระบวนการที่นิยมใช้คือปฏิกิริยา ทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันของไขมันกับแอลกอฮอล์ โดยมีด่างหรือกรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา แสดงเป็นตัวอย่างในสมการที่ 2.1



2.1.3 ข้อดีของไบโอดีเซล [2]

- 1) สามารถใช้กับเครื่องยนต์ดีเซลแบบเดิม โดยไม่จำเป็นต้องปรับเปลี่ยนเครื่องยนต์และสามารถเก็บได้ในที่เก็บน้ำมันดีเซลที่มีอยู่แล้ว
- 2) ลดปริมาณการปลดปล่อยสารไฮโดรคาร์บอนได้ถึง 100% ทำให้ลดปัญหาของการเกิดปรากฏการณ์เรือนกระจก (Greenhouse effect) ได้
- 3) สามารถใช้เป็นเชื้อเพลิงในเครื่องยนต์ดีเซลโดยไม่ผสม หรือผสมกับน้ำมันดีเซลได้
- 4) ช่วยรักษาอายุการใช้งานของเครื่องยนต์เพราะหล่อลื่นมากกว่าการใช้้ำมันดีเซลในขณะที่การบริโภคเชื้อเพลิง การจุดติดไฟได้เอง กำกำลังงาน และแรงขับเคลื่อนไม่ได้เปลี่ยนไปมากนัก
- 5) มีความปลอดภัยในการเก็บ เพราะไม่เป็นพิษและสามารถย่อยสลายทางชีวภาพได้
- 6) มีจุดวาบไฟสูงกว่าน้ำมันดีเซลดังแสดงในตารางที่ 2.1 ในขณะที่น้ำมันดีเซลมีจุดวาบไฟที่ 52 องศาเซลเซียส แสดงให้เห็นว่ามีความปลอดภัยในการขนส่ง

ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติของ Fatty acid alkyl ester ที่ได้จากน้ำมันพืชต่างชนิดกันเปรียบเทียบกับน้ำมันดีเซล [2]

Ester	Cetane number	Heating Value (KJ/Kg)	Viscosity (mPa*s)	Cloud Point (°C)	Pour Point (°C)	Flash Point (°C)
Diesel fuel no.2	47	45343	2.30 (38°C)	-15	-33	52
Biodisel Methyl						
Cottonseed	51.2	-	6.80 (21°C)	-	-4	110
Rapeseed	54.4	400449	6.70 (40°C)	-2	-9	84

ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติของ Fatty acid alkyl ester ที่ได้จากน้ำมันพืชต่างชนิดกันเปรียบเทียบกับน้ำมันดีเซล (ต่อ)

Ester	Cetane number	Heating Value (KJ/Kg)	Viscosity (mPa·s)	Cloud Point (°C)	Pour Point (°C)	Flash Point (°C)
Safflower	49.8	40060	-	-	-6	180
Soybean	46.2	39800	4.08 (40°C)	2	-1	171
Sunflower	46.2	39800	4.22 (40°C)	0	-4	-
Tallow	-	39949	4.11 (40°C)	12	9	96
Ethyl						
Palm	56.2	39070	4.50 (38°C)	8	6	19
Soybean	48.2	40000	4.41 (40°C)	1	-4	174
Tallow	-	-	-	15	12	-
Propyl						
Tallow	-	-	-	17	12	-
Isopropyl						
Soybean	52.6	-	-	-9	-12	185
Tallow	-	-	-	8	0	-

2.1.4 ความเหมาะสมของไบโอดีเซลสำหรับใช้เป็นเชื้อเพลิง [2]

มีรายงานเกี่ยวกับการใช้ไบโอดีเซลในประเทศอังกฤษและสหรัฐอเมริกาว่าไบโอดีเซลเป็นสารไม่มีพิษ ย่อยสลายทางชีวภาพได้ ไม่มีซัลเฟอร์และสารก่อมะเร็ง นอกจากนี้ยังสามารถใช้กับเครื่องยนต์แบบดั้งเดิมโดยไม่ต้องปรับเปลี่ยนเครื่องยนต์ แต่มีปัญหาที่ราคาของไบโอดีเซลซึ่งสูงกว่าน้ำมันดีเซลมาก เช่นในสหรัฐอเมริกา น้ำมันดีเซลมีราคา 0.7 ดอลลาร์/แกลลอน ในขณะที่ไบโอดีเซลมีราคา 2.2 ดอลลาร์/แกลลอน ดังนั้นในประเทศอังกฤษและสหรัฐอเมริกาก็ใช้เชื้อเพลิงนี้ในรูปแบบเชื้อเพลิงผสม โดยผสมน้ำมันดีเซลต่อไบโอดีเซลในอัตราส่วน 80:20 โดยน้ำหนัก

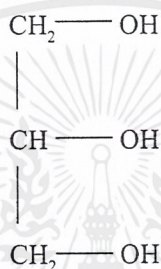
อัตราส่วนดังกล่าวสามารถทดแทนน้ำมันดีเซลได้ถึง 10% ในปี ค.ศ. 2000 และคาดว่าในปี ค.ศ. 2005 จะสามารถทดแทนได้ถึง 20%

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 กlycerin

2.2.1 ความหมายของ glycerin [3]

glycerin (Glycerine หรือ Glycerin) เรียกอีกชื่อหนึ่งว่า glycerol หมายถึง สารจำพวกโพลีไฮดรอลิกแอลกอฮอล์ (Polyhydric alcohol) ที่มีสูตรทางเคมี $C_3H_8O_3$ มีชื่อทางเคมีว่า 1,2,3-โพรเพนไตรอล (1,2,3-Propanetriol) เป็นแอลกอฮอล์ที่มีหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซี 3 หมู่ มีสูตรโครงสร้างดังรูป 2.1



รูปที่ 2.1 สูตรโครงสร้างของ glycerin [3]

glycerin ถูกค้นพบครั้งแรกในปีค.ศ. 1779 โดย Scheele ซึ่งได้จากปฏิกิริยาการเกิดสบู่ (Saponification) ระหว่างน้ำมันมะกอก (Olive oil) กับ Lead oxide ต่อมาในปีค.ศ. 1813 Chevreul ได้พบว่า glycerin เป็นส่วนประกอบในไขมัน (Fats) โดยอยู่ในรูปของ glycerol ester ของกรดไขมัน (Fatty acids) จึงได้ตั้งชื่อว่า "glycerol" ซึ่งมาจากคำในภาษากรีกที่มีความหมายว่า มีรสหวาน

glycerin ถูกใช้ในทางอุตสาหกรรมเป็นครั้งแรกในปีค.ศ. 1866 เมื่อ Alfred Noble ได้ทำการผลิตไดนาไมต์ หรือไนโตร glycerin (Nitroglycerine) ในระยะแรก glycerin ผลิตจากพืชและสัตว์ สำหรับอุตสาหกรรมการสังเคราะห์ glycerin ที่มีความสำคัญมากที่สุด คือ การผลิตโดยใช้โพรเพนเป็นสารตั้งต้น ซึ่งถูกพัฒนาขึ้นในช่วงปลายทศวรรษที่ 1930 โดย I.G. Farben ในประเทศเยอรมันและโดยบริษัทเชลล์ในประเทศสหรัฐอเมริกา

2.2.2 คุณสมบัติของ glycerin [3]

ก) คุณสมบัติทางกายภาพ

เป็นของเหลวใส หนืด มีรสหวาน ละลายน้ำและแอลกอฮอล์ได้ดี ละลายได้เล็กน้อยใน ไดเอทิลอีเทอร์ เอทิลเอสเทอร์ และไดออกเซน (Dioxane) ไม่ละลายในไฮโดรคาร์บอน จะไม่ค่อยพบผลิตภัณฑ์ glycerin เนื่องจากผสมน้ำแล้วมีจุดเยือกแข็งที่ต่ำมาก glycerin 66.7% ที่มีน้ำ 33.3% โดยน้ำหนัก มีจุดเยือกแข็ง -46.5 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.2 คุณสมบัติทางกายภาพของกลีเซอริน [3]

Property	Value
Mp, °C	18.17
Bp, °C	
at 13.33 kPa	222.4
at 101.3 kPa	290
Sp gr, 25/25 °C	
in vacuum	1.2617
100% Glycerine in air	1.2620
95% Glycerine in air	1.2491
Vapor pressure, Pa	
at 100 °C	26
at 200 °C	6100
Surface tension at 20 °C, mN/m (= dyn/cm)	63.4
Viscosity at 20 °C, mPa·s (=cP)	1499
Heat of vaporization, J/mol	
at 55 °C	88.12
at 195 °C	76.02
Thermal conductivity, W/(m·K)	0.28
Flash point, °C	
Cleveland open cup	177
Pensky-Martens closed cup	199
Fire point, °C	204

ข) คุณสมบัติทางเคมี [3]

กลีเซอรินเกิดปฏิกิริยาได้เหมือนแอลกอฮอล์ทั่วไป โดยที่คาร์บอนอะตอมนอกมีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยามากกว่าอะตอมกลางภายใต้สภาวะเป็นกลางหรือด่าง กลีเซอรินที่อุณหภูมิ 275 องศาเซลเซียส ไม่เกิดอะโครลีน (Acrolein) ในทางกลับกันในสภาวะกรดจะเกิดอะโครลีนที่ 160 องศาเซลเซียส ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส กลีเซอรินจะดีไฮเดรตเกิดเป็นอีเทอร์ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลิงค์โพลีกลีเซอรอล (Ether-linked polyglycerol) ที่อุณหภูมิห้องกลีเซอรินจะดูดซับน้ำอย่างรวดเร็ว กลีเซอรินถูกออกซิไดส์ได้ง่าย โดยที่คาร์บอนอะตอมบนอกจะถูกออกซิไดส์เป็นอัลดีไฮด์ ส่วนคาร์บอนอะตอมกลางเกิดเป็นหมู่คาร์บอนิล

2.2.3 การจำแนกและการวิเคราะห์ [4]

การตรวจสอบกลีเซอรินทำได้หลายวิธีด้วยกันดังนี้

1) ตรวจสอบคุณภาพ โดยให้ความร้อนสารตัวอย่างพร้อมโพแทสเซียมไฮโดรเจนซัลเฟต (Potassium hydrogen sulfate) โดยที่กลีเซอรินจะมีกลิ่นของอะโครลิน

2) Wet method สำหรับตรวจสอบปริมาณ โดยออกซิไดส์กลีเซอริน ด้วยโซเดียมเปอร์-ไอโอเดต (Sodium periodate) จะได้อัลดีไฮด์ และกรดฟอร์มิก (Formic acid) แล้วไทเทรตหาปริมาณของกลีเซอริน

3) ตรวจสอบปริมาณโดยใช้ High Performance Liquid Chromatography (HPLC)

4) หาปริมาณน้ำในกลีเซอรินโดยคาร์ลฟิชเชอร์ไทเทรชัน (Karl Fischer titration)

5) หาความหนาแน่นโดยใช้พิคโนมิเตอร์ (Pycnometer)

6) ทดสอบสี โดยเทียบกับสีมาตรฐาน

ผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาของกลีเซอรินที่สำคัญในอุตสาหกรรม [4]

1) กรดอินทรีย์และกรดอินทรีย์ที่มีหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิลที่ตำแหน่งที่ 1, 2 และ 3

2) โมโนและไดกลีเซอไรด์ของกรดไขมัน โดยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันของไตรกลีเซอไรด์

3) อะลิฟาติกและอะโรมาติกเอสเทอร์ โดยทำปฏิกิริยากับสารอัลคิลเลตติ้งเอเจนต์ (Alkylating agent) และอะคริลเลตติ้งเอเจนต์ (Acrylating agent)

4) โพลีกลีเซอรอล จากปฏิกิริยา Intermolecular elimination of water โดยใช้ต่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

5) Cyclic 1,2-หรือ 1,3-acetal หรือ Ketal โดยทำปฏิกิริยากับอัลดีไฮด์หรือคีโตน

6) โมโนหรือไดกลีเซอไรด์จากปฏิกิริยากับด่าง หรือ Metal alcoholates

กลีเซอรินบริสุทธิ์ หมายถึง กลีเซอรินที่ผ่านกรรมวิธีทำให้บริสุทธิ์ จนมีคุณลักษณะเหมาะสมสำหรับใช้ในอุตสาหกรรมยา อาหาร บุหรี่ วัตถุระเบิด และอุตสาหกรรมอื่นๆ [5]

สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม ได้กำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม-กลีเซอรินบริสุทธิ์ แบ่งเป็น 4 ชั้นคุณภาพ คือ [5]

ก. ชั้นคุณภาพเคมี (Chemical grade)

ข. ชั้นคุณภาพไดนาไมต์ (Dynamite grade)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ค. ชั้นคุณภาพอุตสาหกรรม (Technical grade)

ง. ชั้นคุณภาพยา (Pharmaceutical grade)

โดยได้แสดงรายละเอียดคุณลักษณะทางฟิสิกส์และทางเคมีของมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมกลีเซอรินบริสุทธิ์ทั้ง 4 ชั้นคุณภาพไว้ในภาคผนวก ค

2.2.4 การจัดเก็บและการขนส่งกลีเซอริน [4]

- การจัดเก็บ กลีเซอรินจะเสถียรที่อุณหภูมิต่ำกว่า 100 องศาเซลเซียส นิยมเก็บในถังเหล็ก สแตนเลส (Stainless steel) อะลูมิเนียม หรือนิกเกิล-แคด สตีล (Nickel-cad steel) กลีเซอริน กัดกร่อนเหล็กค่อนข้างน้อยที่อุณหภูมิต่ำ แต่เนื่องจากกลีเซอรินดูดน้ำได้ดีจึงอาจทำให้เหล็กเกิดสนิมได้ง่าย

- การขนส่ง ใช้รถบรรทุกที่มีแท่งหรือคอนเทนเนอร์ที่ทำจากสแตนเลส และดรัม (Drum) ที่ทำจากเหล็กกัลวาไนส์ (Galvanize) หรือเคลือบด้วยเรซิน

2.2.5 การใช้ประโยชน์กลีเซอริน [4,5]

- ในด้านอุตสาหกรรม มีการใช้งานอย่างกว้างขวาง ส่วนใหญ่ใช้เกี่ยวกับ ยา และผลิตภัณฑ์ดูแลช่องปาก เช่น ยาสีฟัน น้ำยาล้างปาก ใช้ในการผลิตบุหรี และ โฟมยูรีเทน (Urethane)

- ด้านอาหาร เนื่องจากไม่มีพิษจึงใช้แทนคาร์โบไฮเดรตได้ เป็นส่วนประกอบของน้ำเชื่อม (Syrup) ในลูกอม และไอซิ่ง (Icing) ในการแช่แข็งอาหาร ใช้เป็นสารหล่อลื่นเครื่องจักรในอุตสาหกรรมอาหาร และหีบห่อ

- ด้านยาและเครื่องสำอาง เป็นส่วนผสมของยาหลายชนิด สารละลายกลีเซอรินและฟีนอล (Glycerol-phenol) ใช้ในการล้างหู ในเครื่องสำอางจะผสมในครีมและโลชั่นทำให้ผิวชุ่มและชุ่มชื้น ทำยาสีฟันให้เรียบ มีความหนืด และมันวาว

- บุหรี เป็นส่วนสำคัญในการขึ้นรูปบุหรีก่อนบรรจุ ทำให้บุหรีติดไฟช้า

- วัสดุหีบห่อ ห่อเนื้อ และทำกระดาษชนิดพิเศษ

- สารหล่อลื่น ใช้เป็นสารหล่อลื่นเมื่อใช้น้ำมันหล่อลื่นไม่ได้ นิยมใช้ในงานอัดออกซิเจน เพราะทนออกซิเดชันได้ดีกว่ามีเนอรอลออยล์ (Mineral oil) ใช้หล่อลื่นปั๊มและลูกปืนที่ต้องใช้กับก๊าซโซลีนและเบนซินซึ่งละลายน้ำมัน ใช้หล่อลื่นแทนน้ำมันในงานที่ต้องสัมผัสกับสารหล่อลื่น เช่น อาหาร ยา และเครื่องสำอาง กลีเซอรินใช้เป็นสารหล่อลื่น เพราะมีความหนืดสูงและไม่เป็นของแข็งที่อุณหภูมิต่ำๆ ความหนืดจะลดลงเมื่อผสมน้ำ แอลกอฮอล์ ไกลคอล และมีความหนืดเพิ่มขึ้นเมื่อผสมแป้ง หรือเมื่อเกิดการโพลีเมอไรเซชัน ใช้ในความดันเกจสูงๆ (High-pressure gauge) และ วาล์ว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- Urethane polymer ใช้กลีเซอรินเป็น Block ใน Polyether ในการผลิตโพลิเมอร์ยูรีเทน (Urethane polymer)

- ก้นซึมของจุกคอรัค เนื่องจากมีความเหนียวและมีความดันไอต่ำ สัมผัสอาหารได้ เพราะไม่เป็นพิษ

- งานอื่นๆ เช่น สารประกอบซีเมนต์ สารอิมัลซิไฟเออร์ (Emulsifier) ยางมะตอยราดถนน (Asphalt) เซรามิก และกาว เป็นต้น

2.2.6 การสังเคราะห์และกระบวนการผลิตกลีเซอริน [4]

กลีเซอรินที่เป็นผลพลอยได้จากกระบวนการเปลี่ยนไขมันเป็นกรดไขมัน หรือกรดไขมัน ทำปฏิกิริยากับเมทานอลได้เป็นเมทิลเอสเทอร์ ซึ่งถือว่าเป็นกลีเซอรินจากธรรมชาติ แตกต่างจากการสังเคราะห์จากโพพีนหรือจากกระบวนการผลิตอื่นๆ เช่น ปฏิกิริยาการเติมไฮโดรเจนของคาร์โบไฮเดรต (Hydrogenation of carbohydrate) การหมักน้ำตาล

1) กลีเซอรินจากไขมัน

กลีเซอรินไม่พบในรูปแบบอิสระในธรรมชาติแต่พบจากเอสเทอร์ของกรดไขมันอิสระ (Fatty acid ester) เรียกว่า “ไตรกลีเซอไรด์ (Triglyceride)” โดยทั่วไปจะมีกลีเซอรินปริมาณ 8-14 % โดยน้ำหนัก ขึ้นกับการกระจายความยาวสายโซ่ของกรดไขมัน เอสเทอร์ของกรดไขมันอิสระ ซึ่งการจะได้กลีเซอรินนั้นต้องทำการแยกไขมัน และทำให้บริสุทธิ์ต่อไป

1.1) การแยกไขมัน (Fat splitting) เป็นแหล่งกลีเซอรินจากธรรมชาติหลักๆซึ่งอาจได้จากการแยกด้วยความดันสูง (High pressure splitting) ทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน และส่วนที่ได้จากปฏิกิริยาการเกิดสบู่ ซึ่งมีปริมาณน้อย

ก) การแยกด้วยความความดันสูง เริ่มใช้ในปี 1854 เป็นกระบวนการผลิตโดยใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบต่อเนื่อง น้ำและไขมันถูกป้อนเข้าสู่คอลัมน์แยกแบบการไหลสวนทางที่ความดัน 5-6 เมกกะปาสคาล อุณหภูมิ 250-260 องศาเซลเซียส จะได้สารละลายกลีเซอรินในน้ำ 15 % เรียกว่า สวีทวอเตอร์ (Sweet water)

ข) ทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน ได้จากการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันแบบต่อเนื่อง (Continuous transesterification) จากน้ำมันพืชและสัตว์ไปเป็นเมทิลเอสเทอร์

ค) ปฏิกิริยาการเกิดสบู่ ใช้ต่างทำปฏิกิริยากับน้ำมันได้สบู่

1.2) การบำบัดเบื้องต้น และการเพิ่มความเข้มข้นให้แก่กลีเซอรินดิบ (Pretreatment and concentration of crude glycerine) เป็นขั้นตอนที่สำคัญเนื่องจากกลีเซอรินที่ได้จากการแยกด้วยความดันสูงจะเป็นกรดอ่อนๆ ไขมัน และกรดไขมันที่เหลือแยกโดยใช้ Settling หรือ Centrifugation ทำให้ได้ความเข้มข้นกลีเซอรินเพิ่มขึ้นเป็น 70 ถึง 90 % ขั้นตอนที่ใช้โดยทั่วไปเพื่อกำจัดสิ่งเจือปน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คือ การใช้ คาร์บอนกัมมันต์และโซเดียมไฮดรอกไซด์ในการฟอกและดูดซับสิ่งเจือปน หลังจากนั้นจึงแยกสบู่และไขมันที่หลงเหลืออยู่โดยการกรอง

1.3) การทำให้บริสุทธิ์ (Purification and Refining) ปลายทศวรรษที่ 1950 มีความต้องการกลีเซอรินในการผลิตยาสูงขึ้นมาก ซึ่งได้จากถ่านแท่งนั้นโดยเป็นการผลิตแบบกะ (Batch process) ต่อมามีการพัฒนาเป็นการผลิตแบบต่อเนื่อง

2) กลีเซอรินจากโพรพีน

การผลิตในอุตสาหกรรมแบ่งตาม Intermediate stage ได้ดังนี้

- Allyl chloride – Epichlorohydrin
- Acrolein - Allyl alcohol – Glycidol
- Propene oxide - Allyl alcohol – Glycidol

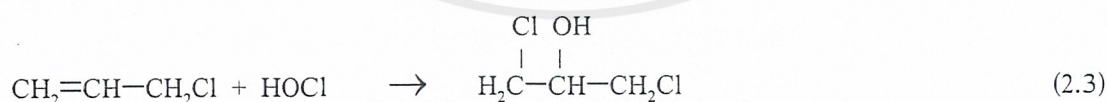
โดยการผลิตในแบบแรกจะมีความสำคัญ และเป็นที่ยอมรับทางอุตสาหกรรมมากที่สุด

2.1) การผลิตจาก Allyl chloride เริ่มในปี 1943 โดย I.G.Farben ใน Oppau และ Heydebreck ในปี 1948 โดยบริษัทเชลล์ ในเมือง Houston มลรัฐเท็กซัส ดังแสดงในสมการที่ 2.2 ถึง 2.5 เป็นการ Chlorination propene โดยใช้อนุมูลสูง เกิดเป็น Allyl chloride จากนั้นออกซิไดส์ด้วย Hypochlorite ได้ Epichlorohydrin จากนั้น Hydrolysis และเติม โซเดียมไฮดรอกไซด์ หรือ โซเดียมคาร์บอเนตในรูปของสารละลายที่ความดันบรรยากาศจะได้กลีเซอริน

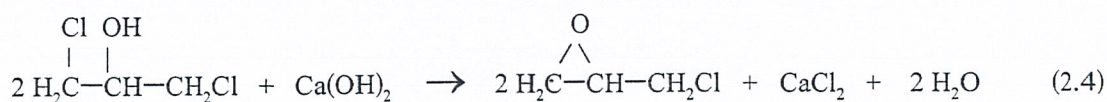
Chlorination of propene to allyl chloride:



Hypochlorination:

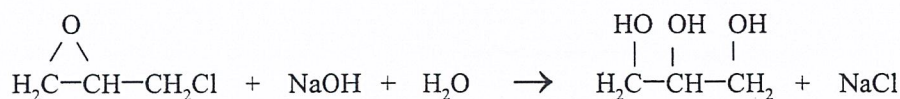


Dehydrochlorination:

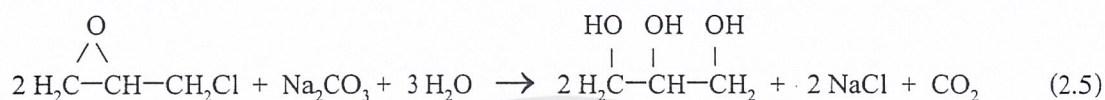


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Hydrolysis of epichlorohydrin to glycerine:



หรือ



2.2) การผลิตจากอะโครลิน มีการพัฒนาโดยบริษัทเชลล์ ซึ่งไม่ต้องใช้คลอไรด์ โรงงานแรกสร้างในปี ค.ศ. 1958 ที่มลรัฐหลุยส์เซียน่า โพรพีนถูกออกซิไดส์เป็นอะโครลิน แล้วถูกรีดิวิสต์เป็น Allyl alcohol จากนั้นจึง Epoxidize ด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ได้กลีเซอริน

2.3) การผลิตจากโพรพีนออกไซด์ เช่นเดียวกับการผลิตจากอะโครลินซึ่งไม่ต้องใช้คลอไรด์ เริ่มจาก Epoxidize โพรพีนเป็นโพรพีนออกไซด์แล้วไอโซเมอไรส์เป็น Allyl alcohol ทำการ Epoxidize อีกครั้งโดยใช้กรดเปอร์อะซิติก ได้ Glycidol ซึ่งถูกไฮโดรไลซิส เป็นกลีเซอรอล

3) การผลิตด้วยกระบวนการอื่นๆ

3.1) ปฏิบัติการหมักน้ำตาล (Fermentation of sugar)

3.2) ปฏิบัติการไฮโดรจิเนชันของคาร์โบไฮเดรต (Hydrogenation of carbohydrates) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทนอุณหภูมิสูง (เช่น นิกเกิล ทองแดง โคบอลต์ หรือโครเมียม)

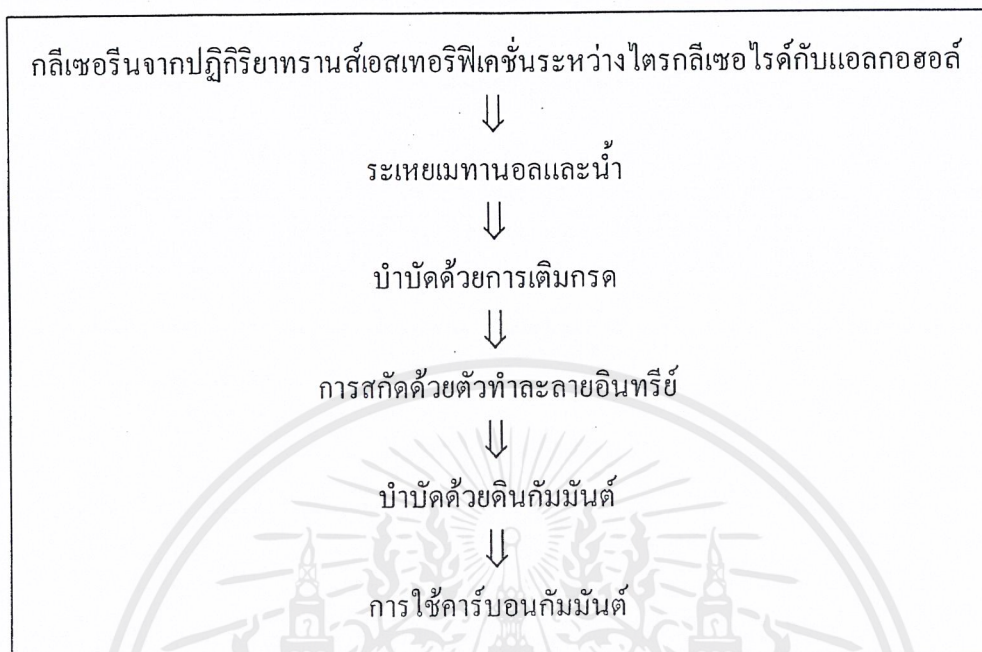
3.3) การสังเคราะห์ที่ไม่เป็นการค้าอื่นๆ เช่น การสังเคราะห์กลีเซอรินโดยใช้เอนไซม์ Lipase แยกไขมันและน้ำมันในเครื่องปฏิกรณ์แบบพิเศษ การสังเคราะห์กลีเซอรินของสาหร่ายทะเล (Algae) โดยใช้พลังงานแสงอาทิตย์ เป็นต้น

2.3 แนวทางการทำกลีเซอรินจากกระบวนการผลิตไบโอดีเซลให้บริสุทธิ์

กลีเซอรินที่ได้จากกระบวนการผลิตไบโอดีเซลซึ่งเป็นปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอร์ฟิเคชันของน้ำมันพืชหรือไขมันสัตว์ รวมไปถึงน้ำมันพืชหรือสัตว์ที่ผ่านการใช้งาน หรือเหลือทิ้งในครัวเรือนแล้ว ดังนั้นความบริสุทธิ์ หรือความสะอาดของกลีเซอรินนี้จึงขึ้นอยู่กับความสะอาดของวัตถุดิบที่ใช้ด้วย โดยถ้าเป็นน้ำมันพืชหรือน้ำมันสัตว์ที่ใช้แล้ว กลีเซอรินที่ได้จะมีสีน้ำตาลเข้ม ซึ่งในการเกิดปฏิกิริยามีเมทานอลซึ่งมากเกินไป ไขมัน และกรดไขมันที่ไม่ทำปฏิกิริยา ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ซึ่งเป็นกรดหรือด่าง (ในการทดลองนี้ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์) ทำให้มีไอออนอิสระเจือปนอยู่นอกจากนี้ยังมีสารปนเปื้อนอื่นๆ อีก เช่น เกลือ และสบู่ที่เกิดขึ้น กลีเซอรินจากกระบวนการผลิต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไบโอดีเซลจะต้องนำมาผ่านการกำจัดเมทานอลและน้ำโดยการระเหยที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส ซึ่งจุดเดือดของเมทานอลที่ความดัน 1 บรรยากาศจะมีค่าประมาณ 64 องศาเซลเซียส แต่กลีเซอรินมีจุดเดือดประมาณ 290 องศาเซลเซียส เมื่อให้ความร้อนเมทานอลและน้ำจะระเหยออกไปก่อน กลีเซอรินที่ผ่านการกำจัดเมทานอลและน้ำออกไปแล้วจะยังมีความเป็นด่างอยู่เนื่องจากใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จึงต้องนำมาบำบัดด้วยการเติมกรด เพื่อกำจัดความเป็นด่าง จากนั้นทำการสกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์เพื่อกำจัดสิ่งเจือปนในกลีเซอรินที่สามารถละลายได้ดีในชั้นของตัวทำละลายอินทรีย์ จากการทดลองหาชนิดของตัวทำละลายที่เหมาะสมในการสกัดสิ่งเจือปนที่อยู่ในกลีเซอรินซึ่งได้แก่ เฮกเซน นอร์มอลเฮปเทน และคาร์บอนเตตระคลอไรด์ โดยพิจารณาเปรียบเทียบในแง่ของประสิทธิภาพการบำบัด โดยวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของกลีเซอรินจากคุณสมบัติทางกายภาพที่สังเกตได้ง่าย เช่น กลิ่น สี และความใส คณะผู้ทำการทดลองพบว่าเฮกเซนมีความเหมาะสมที่สุดในการใช้เป็นตัวทำละลาย เมื่อเปรียบเทียบกับตัวทำละลายอีก 2 ชนิดที่เหลือ เนื่องจากเฮกเซนเป็นตัวทำละลายที่ใช้ในการกำจัดสารปนเปื้อนกันโดยทั่วไป ซึ่งเฮกเซนจัดเป็นตัวทำละลายอินทรีย์ที่ไม่มีขั้วจึงสามารถละลายสารประกอบอินทรีย์ที่โมเลกุลไม่มีขั้วที่เจือปนอยู่ในกลีเซอรินได้ดี แต่จะไม่ละลายกับกลีเซอรินซึ่งโมเลกุลมีขั้ว นอกจากนี้เฮกเซนยังทำให้แห้งได้ง่าย จึงมีความเหมาะสมในการใช้เป็นตัวทำละลายในการสกัด โดยในการทดลองสกัดซึ่งใช้เฮกเซนเป็นตัวทำละลาย ปรากฏว่าประสิทธิภาพในการสกัดยังไม่ดีเท่าที่ควร นั่นคือมีการสกัดสีและสิ่งเจือปนออกจากกลีเซอรินได้น้อย ดังนั้นเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการสกัดให้สูงขึ้น จึงทำการทดลองเพื่อศึกษาถึงบางปัจจัยที่อาจส่งผลต่อประสิทธิภาพการสกัด ได้แก่ ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายและชนิดของกรดที่ใช้บำบัดเพื่อสกัดสิ่งเจือปนที่อยู่ในกลีเซอริน หลังจากการสกัดแล้วทำการบำบัดด้วยดินกัมมันต์ และคาร์บอนกัมมันต์ ซึ่งจะช่วยในการบำบัดสีและกำจัดสิ่งปนเปื้อนอื่นๆ เพื่อให้กลีเซอรินมีความบริสุทธิ์มากขึ้นเป็นขั้นตอนสุดท้าย โดยแสดงขั้นตอนการทำกลีเซอรินบริสุทธิ์ดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 แนวทางการทำคลอโรฟิลล์ให้บริสุทธิ์

2.4 การสกัด (Extraction) [6]

การสกัด เป็นเทคนิคที่ใช้แยกสารให้บริสุทธิ์วิธีหนึ่ง โดยการเลือกตัวสกัดที่เป็นของเหลวให้เหมาะสม ถ้าใช้ของเหลวสกัดสารที่สนใจออกจากของแข็ง เราเรียกว่า Liquid-solid extraction และถ้าใช้ของเหลวสกัดสารที่สนใจออกจากของเหลว เราเรียกว่า Liquid-liquid extraction ตัวสกัดที่ใช้ใน Liquid-liquid extraction มักเป็นสารอินทรีย์ที่ไม่ละลายเป็นเนื้อเดียวกันกับตัวอย่างของเหลวที่เป็นน้ำ โดยตัวทำละลายจะละลายสารที่สนใจ (หรือตัวถูกละลาย) ออกจากชั้นน้ำให้เข้ามาอยู่ในชั้นของตัวทำละลาย ซึ่งวิธีนี้เป็นวิธีที่สะดวก รวดเร็ว และประหยัด นอกจากนี้ยังเป็นวิธีที่ใช้เพิ่มความเข้มข้น (Preconcentration) ของสารที่ต้องการแยกวิธีหนึ่ง

การกระจายตัวของตัวถูกละลาย A ระหว่างเฟส 2 เฟส จะเป็นไปตามสมการดังต่อไปนี้

$$A_a \leftrightarrow A_b \quad (2.6)$$

$$(C_A)_a / (C_A)_b = D \quad (2.7)$$

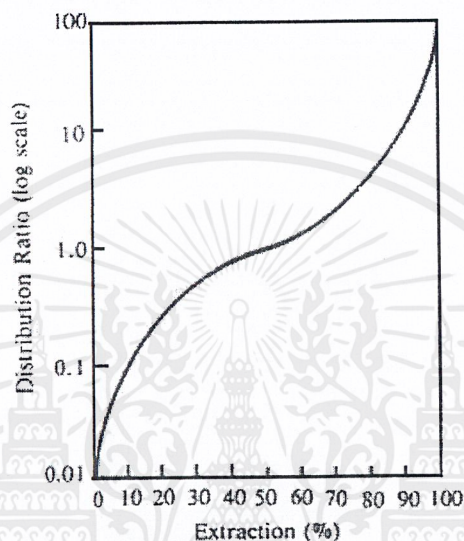
เมื่อ $(C_A)_a$ = ความเข้มข้นของ A ทุกรูปแบบในตัวทำละลาย a

$(C_A)_b$ = ความเข้มข้นของ A ทุกรูปแบบในตัวทำละลาย b

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไมอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

D = อัตราส่วนการกระจาย (Distribution ratio) หรือสัมประสิทธิ์การสกัด
(Extraction-coefficient, E)

ความสัมพันธ์ระหว่าง Distribution ratio กับ เปอร์เซ็นต์การสกัด แสดงดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 ความสัมพันธ์ระหว่าง Distribution ratio กับ เปอร์เซ็นต์การสกัด [7]

สารละลายที่มีค่าอัตราส่วนการกระจายสูงจะกระจายไปในตัวทำละลายได้เร็ว โดยเมื่ออัตราส่วนการกระจายสูงขึ้นค่าเปอร์เซ็นต์การสกัดก็จะสูงขึ้นด้วย จากรูปที่ 2.3 จะเห็นว่าที่อัตราส่วนการกระจายมีค่าเท่ากับ 1 ค่าเปอร์เซ็นต์การสกัดมีค่าเท่ากับ 50 นั่นคือ จะสามารถสกัดสารที่ต้องการแยกออกจากสารละลายได้ครึ่งหนึ่งของปริมาณสารที่ต้องการสกัดทั้งหมด และที่อัตราส่วนการกระจายมีค่าเท่ากับ 100 ค่าเปอร์เซ็นต์การสกัดมีค่าเท่ากับ 100 ด้วย แสดงว่าสามารถสกัดสารที่ต้องการแยกออกจากสารละลายได้ทั้งหมด

ถ้าสมมุติให้การสกัดตัวถูกละลายปริมาณ x_0 ที่อยู่ในชั้นน้ำที่มีปริมาตร V มิลลิลิตร ด้วยตัวทำละลายครั้งละ V มิลลิลิตร หลังจากสกัดไปได้ n ครั้ง จะเหลือตัวถูกละลายอยู่ในชั้นน้ำปริมาณ x_n ดังนี้

$$x_n = x_0(DV/DV+v)^n \quad (2.8)$$

การสกัดที่ดีและมีประสิทธิภาพสูงควรใช้ปริมาตรตัวทำละลายครั้งละน้อยๆ และทำการสกัดหลายๆครั้ง ซึ่งจะให้ผลการสกัดที่ดีกว่าการสกัดด้วยตัวทำละลายทั้งหมดเพียงครั้งเดียว ตัวถูกละลายที่ถูกสกัดนั้นมีหลายชนิด ได้แก่ ตัวถูกละลายสารอนินทรีย์ที่เป็นคีเลตที่เป็นกลางเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(Neutral metal chelate) และสารเชิงซ้อนของไอออน (Ion-association complex) ที่สามารถถูกสกัดเข้าไปอยู่ในชั้นตัวทำละลายอินทรีย์ได้ และถ้าเป็นตัวทำละลายอินทรีย์เราต้องเลือกตัวทำละลายที่ไม่สามารถละลายได้กับตัวทำละลายเดิม ตัวอย่างตัวทำละลายอินทรีย์ที่ได้แสดงในตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 ตัวทำละลายอินทรีย์ที่นิยมใช้ในการสกัด [7]

เบากว่าน้ำ	หนักกว่าน้ำ
ไดเอทิลอีเทอร์	คลอโรฟอร์ม
เบนซีน	เอทิลีนไดคลอไรด์
ปิโตรเลียมอีเทอร์	เมทิลีนคลอไรด์
เฮกเซน	คาร์บอนเตตระคลอไรด์

2.4.1 เทคนิคการเลือกตัวทำละลายในการสกัด [7]

การสกัดจำเป็นต้องเลือกตัวทำละลายให้เหมาะสมกับสารที่ต้องการจะแยก ซึ่งมีหลักที่ควรพิจารณาในการเลือกตัวทำละลายดังต่อไปนี้

- 1) สารที่มีสมบัติคล้ายคลึงกันย่อมละลายในตัวทำละลายที่คล้ายคลึงกัน
- 2) ตัวทำละลายอินทรีย์จะละลายตัวละลายอินทรีย์
- 3) น้ำใช้เป็นตัวทำละลายสารประกอบอนินทรีย์รวมทั้งเกลือของกรดและเบสอินทรีย์
- 4) กรดอินทรีย์ละลายในตัวทำละลายอินทรีย์และสามารถสกัดโดยใช้สารละลายเบส เช่น

โซเดียมไฮดรอกไซด์ โซเดียมคาร์บอเนต หรือโซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตก็ได้

ตัวอย่างคุณสมบัติของตัวทำละลายบางชนิดได้แสดงในตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 คุณสมบัติของตัวทำละลายบางชนิดที่ใช้ในการสกัดสารละลาย [7]

ตัวทำละลาย	คุณสมบัติ
ไดเอทิลอีเทอร์	เป็นตัวทำละลายที่ดี คุณน้ำได้ 1.5% สามารถเกิดเป็นเปอร์ออกไซด์ได้ง่าย
เมทิลีนคลอไรด์	เกิดเป็นอิมัลชันแต่ทำให้แห้งได้ง่าย
ปิโตรเลียมอีเทอร์	เป็นตัวทำละลายที่ดีสำหรับสารที่โมเลกุลไม่มีขั้ว ทำให้แห้งได้ง่าย
เบนซีน	เกิดอิมัลชัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.4 คุณสมบัติของตัวทำละลายบางชนิดที่ใช้ในการสกัดสารละลาย (ต่อ)

ตัวทำละลาย	คุณสมบัติ
เอทิลีนเอซีเตด	เป็นตัวทำละลายที่ดีสำหรับสารที่โมเลกุลมีขั้ว ควบแน่นได้ดี
2-บิวทานอล	เป็นตัวทำละลายที่ดีสำหรับสารที่โมเลกุลมีขั้ว ทำให้แห้งได้ง่าย
เตตระคลอโรมีเทน	เป็นตัวทำละลายที่ดีสำหรับสารที่โมเลกุลไม่มีขั้ว ทำให้แห้งได้ง่าย
คลอโรฟอร์ม	เกิดอิมัลชัน ทำให้แห้งได้ง่าย
ไดไอโซโพรพิลอีเทอร์	เกิดเป็นพวกเปอร้ออกไซด์ได้ง่าย

2.4.2 เทคนิคการสกัด [7]

เทคนิคการสกัดสามารถทำได้ 3 วิธีขึ้นอยู่กับอัตราส่วนของการกระจายของตัวถูกละลาย ดังนี้

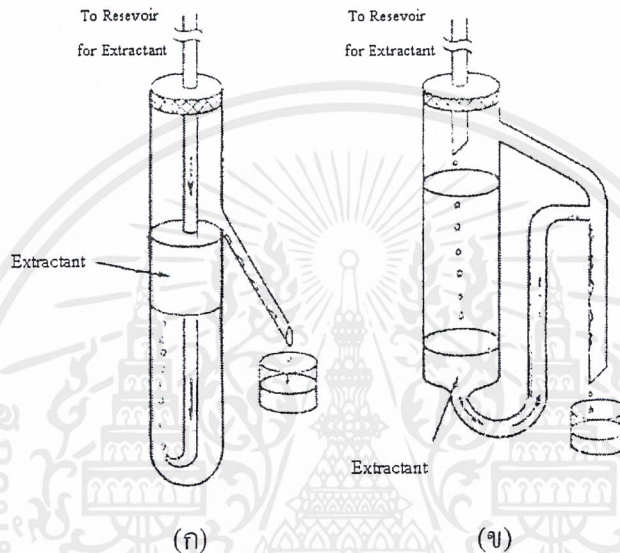
- 1) Batch extraction
- 2) Continuous extraction
- 3) Counter current extraction

1) Batch extraction วิธีการสกัดแบบนี้เป็นแบบที่ง่ายที่สุด ทำได้โดยเติมตัวทำละลายอินทรีย์ลงในสารละลายที่ต้องการสกัดที่บรรจุอยู่ในกรวยแยก หลังจากเขย่ากรวยแยกเป็นเวลานานพอที่ปล่อยให้ตัวทำละลายทั้งสองแยกชั้นออกจากกัน ถ้าตัวทำละลายอินทรีย์อยู่ชั้นล่าง ไขสารละลายชั้นตัวทำละลายอินทรีย์ออกจากจุกปิดเปิด ถ้าการสกัดไม่สามารถแยกเอาสารออกได้หมดก็สามารถทำการสกัดซ้ำใหม่ได้อีก โดยเติมตัวทำละลายอินทรีย์ลงในกรวยแยกแล้วเขย่าและทำเช่นเดียวกันอีกหลายๆ ครั้ง

วิธีการนี้เหมาะสมสำหรับการสกัดสารที่มีอัตราส่วนของการกระจายสูงทำการสกัดเพียงครั้งหรือสองครั้งก็สามารถแยกสารที่ต้องการแยกได้เกือบหมด ถ้าในการสกัดมีความจำเป็นต้องทำ Batch extraction หลายๆ ครั้ง เพื่อแยกสารที่ต้องการแยกออกมาให้ได้มากที่สุดควรทำการสกัดด้วยวิธีที่เรียกว่า การสกัดอย่างต่อเนื่อง

2) Continuous extraction เครื่องมือที่ใช้ต้องสร้างขึ้นมา 2 แบบ คือ แบบที่หนึ่งสำหรับใช้กับตัวทำละลายอินทรีย์ที่เบากว่าน้ำ แบบที่สองใช้สำหรับตัวทำละลายอินทรีย์ที่หนักกว่าน้ำ เทคนิคของวิธีนี้ คือ การผ่านตัวทำละลายที่ใช้เป็นตัวสกัดลงไปในสารละลายของน้ำที่ต้องการสกัดอย่างต่อเนื่อง

เครื่องมือที่ใช้ควรรออกแบบให้ขบวนการสกัดดำเนินต่อไปเองได้อย่างต่อเนื่องโดยไม่ต้องสนใจดูและใช้ตัวทำละลายที่ใช้สกัดเพียงเล็กน้อยก็เพียงพอ วิธีการที่จะทำให้ตัวทำละลายที่ใช้สกัดจำนวนน้อยได้นั้นต้องมีหน่วยสำหรับทำให้ตัวทำละลายที่ใช้แล้วบริสุทธิ์แล้วนำกลับมาใช้ใหม่ได้อย่างต่อเนื่อง เครื่องมือการสกัดอย่างต่อเนื่องแสดงดังรูปที่ 2.4

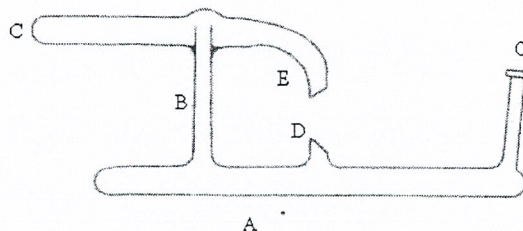


รูปที่ 2.4 เครื่องมือการสกัดอย่างต่อเนื่อง [7]

(ก) ใช้สำหรับตัวสกัดที่เบากว่าน้ำ

(ข) ใช้สำหรับตัวสกัดที่หนักกว่าน้ำ

3) Counter current extraction ในการสกัดตัวถูกละลายออกจากสารละลายผสม ถ้าสารที่มีอยู่ในสารละลายมีค่าอัตราส่วนของการแพร่กระจายใกล้เคียงกัน การแยกโดยวิธีธรรมดาจะทำให้แยกสารที่ต้องการได้ไม่บริสุทธิ์ วิธีการแยกสารออกจากสารละลายผสมให้ได้บริสุทธิ์ต้องใช้วิธีการ



รูปที่ 2.5 Craig extraction apparatus [7]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ที่เรียกว่า Counter current extraction เครื่องมือที่ใช้คือ Craig apparatus หลายๆอัน แล้วแต่ว่าการสกัดนั้นต้องการทำทั้งหมดกี่ครั้งด้วย ดังแสดงในรูปที่ 2.5 วิธีการนี้จะสามารถแยกสารสองชนิดที่มีค่าอัตราส่วนของการกระจาย (D) ใกล้เคียงกันออกจากกันได้อย่างสมบูรณ์ เพราะสารละลายที่มีค่าอัตราส่วนของการกระจายสูงกว่าจะกระจายไปในหลอด Craig อันดับต่างๆได้เร็วกว่า

2.5 ดินฟอก

ดินฟอก (Bleaching earth หรือ Fuller's earth) เป็นสารที่ได้จากแร่มอนต์โมริลโลไนต์ (Monmorillonite) ซึ่งเป็นแร่จำพวกเวเรดิน (Clay mineral) แร่มอนต์โมริลโลไนต์นี้เป็นองค์ประกอบที่สำคัญตัวหนึ่งของเบนโทไนต์ ซึ่งเป็นดินชนิดหนึ่งที่มีลักษณะเป็นรูพรุนเกิดจากเก้าภูเขาไฟ มีคุณสมบัติในการดูดซับได้ดี สูตรทางเคมีของแร่มอนต์โมริลโลไนต์คือ $(\text{NaCa})(\text{AlMg})_6(\text{OH})_6 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ หรือ Hydrated sodium calcium aluminum magnesium silicate hydroxide ลักษณะเป็นก้อนหรือเกล็ด [8]

ดินฟอกสามารถแบ่งได้เป็น 2 ประเภท คือ [9]

1) Nonactivated bleaching earth (หรือ Fuller's earth) ได้จากการเตรียมอย่างง่าย ๆ เช่น การนำแร่ที่เป็นวัตถุดิบมาทำการล้างสิ่งเจือปนออก นำมาอบแห้งและบดให้ได้ตามขนาดที่ต้องการโดยที่ไม่มีการเติมสารเคมีใดๆ ลงไป

2) Activated bleaching earth (หรือ Activated clay) หรือดินกัมมันต์ มีการใช้สารเคมีช่วยในการผลิตทำให้มีประสิทธิภาพในการฟอกสูง ข้อดีของดินฟอกแบบนี้คือสามารถจัดสีได้ดีกว่าและปริมาณน้ำมันที่ตกค้างจากการฟอกน้อยกว่าการใช้ Fuller's earth

2.5.1. นิยามของดินกัมมันต์ [10]

ความหมายของดินกัมมันต์ที่ใช้ในมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

ดินกัมมันต์ (Activated clay) หมายถึง ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการนำเบนทอไนต์มาทำปฏิกิริยากับกรดหรือสารเคมีอื่นๆ มีหลายสี เช่น สีขาว สีเหลืองอ่อน สีเทา สีน้ำตาลอ่อน สีเขียว

2.5.2 คุณสมบัติที่ต้องการของดินกัมมันต์ [10]

- ก) ลักษณะทั่วไป ต้องเป็นผงละเอียด ปราศจากสิ่งแปลกปลอมที่มองเห็นได้
การทดสอบให้ทำการตรวจพินิจ
- ข) คุณลักษณะทางฟิสิกส์และทางเคมี ต้องเป็นไปตามตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.5 คุณลักษณะทางฟิสิกส์และทางเคมีของดินกัมมันต์ [10]

รายการที่	คุณลักษณะ	เกณฑ์ที่กำหนด
1	ความชื้น ร้อยละ	8.0 ถึง 15.0
2	ความเป็นกรด (คำนวณเป็นกรดซัลฟิวริก) ร้อยละของน้ำหนักไม่เกิน	0.8
3	ความเป็นกรด-ด่าง เมื่อทำให้เป็นสารละลาย ร้อยละ 0.1 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร	2.8 ถึง 3.5
4	ประสิทธิภาพในการฟอกสี โดยโลวบอนด์สเกล ไม่เกิน -สีแดงของน้ำมันที่ฟอกสีด้วยดินกัมมันต์ตัวอย่างเข้มกว่าสีแดงของน้ำมันที่ฟอกสีด้วยดินกัมมันต์มาตรฐาน -สีเหลืองของน้ำมันที่ฟอกสีด้วยดินกัมมันต์ตัวอย่างเข้มกว่าสีเหลืองของน้ำมันที่ฟอกสีด้วยดินกัมมันต์มาตรฐาน	0.2 3
5	การลงน้ำมันไว้ ร้อยละ ไม่เกิน	35
6	ความหนาแน่นเชิงปริมาตร กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ไม่เกิน	0.9
7	กากที่ค้างบนร่ง ร้อยละ ไม่เกิน ร่ง 125 ไมโครเมตร ร่ง 53 ไมโครเมตร	20.0 40.0

2.6. คาร์บอนกัมมันต์

2.6.1 มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมคาร์บอนกัมมันต์ [11]

คาร์บอนกัมมันต์ หมายถึง ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการนำวัตถุดิบธรรมชาติที่มีคาร์บอนเป็นองค์ประกอบหลักมาผ่านกรรมวิธีก่อกัมมันต์ จนได้ผลิตภัณฑ์สีดำ มีโครงสร้างที่มีลักษณะเป็นรูพรุน มีพื้นที่ผิวสูง มีสมบัติในการดูดซับสารต่างๆ ได้เป็นอย่างดี ความสามารถในการดูดซับของคาร์บอนกัมมันต์จะพิจารณาจากค่าไอโอดีนนัมเบอร์

ค่าไอโอดีนนัมเบอร์ หมายถึง จำนวนมิลลิกรัมของไอโอดีนที่ถูกดูดซับไว้ด้วยคาร์บอนกัมมันต์ 1 กรัม เมื่อความเข้มข้นของสารละลายไอโอดีนหลังจากถูกดูดซับ และผ่านการกรองแล้ว เป็น 0.02 โมลต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

คาร์บอนกัมมันต์แบ่งเป็น 2 ชนิด คือ

1) คาร์บอนกัมมันต์ผง (Powdered activated carbon)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2) คาร์บอนกัมมันต์เม็ด (Granular activated carbon)

2.6.2 ขนาดของคาร์บอนกัมมันต์มีลักษณะดังนี้ [11]

1) คาร์บอนกัมมันต์ผง ให้เป็นไปตามข้อตกลงระหว่างผู้ซื้อกับผู้ขาย แต่ปริมาณที่ผ่านแรง 150 ไมโครเมตรต้องไม่น้อยกว่าร้อยละ 99 โดยน้ำหนัก

2) คาร์บอนกัมมันต์เม็ด ให้เป็นไปตามข้อตกลงระหว่างผู้ซื้อกับผู้ขาย แต่ปริมาณที่ผ่านแรง 150 ไมโครเมตรต้องไม่น้อยกว่าร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก

2.6.3 คุณลักษณะที่ต้องการ [11]

ลักษณะทั่วไป

1) คาร์บอนกัมมันต์ผง ต้องเป็นผงละเอียดสีดำ ปราศจากสิ่งแปลกปลอมใดๆ

2) คาร์บอนกัมมันต์เม็ด ต้องเป็นเม็ดสีดำ ปราศจากสิ่งแปลกปลอมใดๆ

การทดสอบใช้วิธี การตรวจวิเคราะห์

คาร์บอนกัมมันต์ผง ให้เป็นไปตามตารางที่ 2.5

คาร์บอนกัมมันต์เม็ด ให้เป็นไปตามตารางที่ 2.6

ตารางที่ 2.6 คุณลักษณะของคาร์บอนกัมมันต์ผง [11]

รายการที่	คุณลักษณะ	เกณฑ์ที่กำหนด
1	ค่าไอโอดีน ไม่น้อยกว่า	600
2	ความหนาแน่นปรากฏ กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร	75

ตารางที่ 2.7 คุณลักษณะของคาร์บอนกัมมันต์เม็ด [11]

รายการที่	คุณลักษณะ	เกณฑ์ที่กำหนด
1	ค่าไอโอดีน ไม่น้อยกว่า	600
2	ความชื้น ร้อยละ ไม่เกิน	8
3	ความหนาแน่นปรากฏ กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ไม่น้อยกว่า	0.36
4	ความแข็ง ร้อยละ ไม่น้อยกว่า	70

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6.4 การใช้ประโยชน์คาร์บอนกัมมันต์ [12]

FPRI (1965) ได้แบ่งประโยชน์คาร์บอนกัมมันต์ออกเป็น 2 ประเภท คือ

1) ประเภทใช้กับของเหลว (Liquid phase carbon) อุตสาหกรรมที่นำคาร์บอนกัมมันต์ไปใช้ในสารละลายหรือในของเหลว ได้แก่

- อุตสาหกรรมน้ำตาล ใช้คาร์บอนกัมมันต์เพื่อฟอกสีและทำให้น้ำตาลดิบบริสุทธิ์ขึ้น
- อุตสาหกรรมน้ำมันและไขมันสำหรับบริโภค นอกจากใช้การฟอกสีแล้ว ยังใช้ในการแยกสบู่และออกไซด์ออกจากร้ำมันและไขมันได้ด้วย

- อุตสาหกรรมอาหาร ใช้คาร์บอนกัมมันต์เพื่อดูดกลิ่นและฟอกสีของผลิตภัณฑ์อาหาร ซึ่งดีกว่าการใช้สารเคมี เพราะไม่เป็นอันตรายและไม่เกิดปฏิกิริยากับผลิตภัณฑ์อาหาร

- อุตสาหกรรมเครื่องดื่มน้ำอัดลม เช่น ไวน์ วิสกี้ มักใช้คาร์บอนกัมมันต์เพื่อดูดกลิ่นที่ไม่ต้องการ ทำให้เครื่องดื่มที่ได้มีรสชาติดีขึ้น

- อุตสาหกรรมเคมีและยา คาร์บอนกัมมันต์ใช้ในการผลิตสารเคมี และยาหลายชนิด เช่น Caffeine, Acetanilide, Atabrine, Sodium acetate, Citric acid เป็นต้น

- อุตสาหกรรมทำน้ำให้บริสุทธิ์ โดยใช้เป็นตัวดูดกลิ่น และฟอกสี
- กระบวนการคะตาไลติก คาร์บอนกัมมันต์จะทำหน้าที่เป็นตัวพาสารเร่ง (Catalytic carrier) ในปฏิกิริยาที่มีการใช้สารเร่งหลายชนิด รวมทั้งทำหน้าที่เป็นตัวกระตุ้นการทำงานของตัวเร่งให้ดีขึ้นด้วย

2) ประเภทที่ใช้ในการดูดก๊าซและไอ (Gas phase carbon)

- อุตสาหกรรมทำหน้ากากป้องกันก๊าซพิษ ทั้งที่ใช้ในการทหารและที่ใช้กันทั่วไป ทั้งนี้เพราะคาร์บอนกัมมันต์สามารถดูดซับก๊าซพิษและไอของสารอินทรีย์ได้

- อุตสาหกรรมปรับอากาศ โดยคาร์บอนกัมมันต์จะดูดมลทินในอากาศต่างๆ เช่น คาร์บอนไดออกไซด์ ไฮโดรเจน ไนโตรเจน และอะเซทิลีน

- อุตสาหกรรมบุหรี โดยใช้คาร์บอนกัมมันต์เป็นก้นกรองของบุหรี
- การนำไอระเหยของตัวทำละลายที่ใช้แล้วกลับมาใช้ใหม่ โดยคาร์บอนกัมมันต์จะดูดซับไอระเหย และจะคายออกที่ความดันของไอระเหยต่ำๆ

บทที่ 3

การทดลอง

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 ชุดเครื่องมือการผลิตไบโอดีเซลแบบถังกวนพร้อมอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิและความเร็วของใบกวน
- 3.1.2 เครื่องมือวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter)
- 3.1.3 แผ่นให้ความร้อน
- 3.1.4 บีกเกอร์ขนาด 250, 400 และ 1,000 มิลลิลิตร
- 3.1.5 กรวยแยกขนาด 250 มิลลิลิตร
- 3.1.6 เทอร์โมมิเตอร์
- 3.1.7 เครื่องชั่งสาร 2 ตำแหน่ง
- 3.1.8 หลอดหยดสาร
- 3.1.9 แท่งแก้วคนสาร
- 3.1.10 เครื่องหมุนเหวี่ยงแบบอาศัยแรงหนีศูนย์กลาง

3.2 สารเคมี

- 3.2.1 กลิเซอรินที่เป็นผลิตภัณฑ์ร่วมจากกระบวนการผลิตไบโอดีเซลจากเมทานอลและน้ำมันพืชที่ใช้แล้ว โดยมีโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา
- 3.2.2 กรดซัลฟิวริก (96 %w/w)
- 3.2.3 กรดอะซิติก (99 %w/w)
- 3.2.4 กรดไฮโดรคลอริก (37 %w/w)
- 3.2.5 ตัวทำละลายอินทรีย์ (เฮกเซน คาร์บอนเตตระคลอไรด์ นอร์มอลเฮปเทน)
- 3.2.6 ดินกัมมันต์
- 3.2.7 คาร์บอนกัมมันต์

3.3 การทดลองเพื่อบำบัดกลีเซอรินให้บริสุทธิ์

3.3.1 การทดลองการระเหยเพื่อกำจัดเมทานอลและน้ำออกจากกลีเซอริน

1) ตวงกลีเซอรินจากกระบวนการผลิตไบโอดีเซลปริมาตร 500 มิลลิลิตรใส่ในบีกเกอร์ขนาด 600 มิลลิลิตร

2) นำไปวางบนแผ่นให้ความร้อนภายในตู้ดูดควัน โดยควบคุมอุณหภูมิที่ประมาณ 105 องศาเซลเซียสโดยใช้เทอร์โมมิเตอร์วัดอุณหภูมิ เป็นเวลา 3-5 ชั่วโมง หรือจนกว่าจะไม่มีฟองก๊าซเกิดขึ้นอีกต่อไป บันทึกปริมาตรของกลีเซอรินที่เหลือจากการระเหย

3.3.2 การทดลองการบำบัดด้วยกรดและการสกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์

การทดลองตอนที่ 1

1) เตรียมกลีเซอรินที่ผ่านการกำจัดเมทานอล และน้ำแล้วให้เป็นสารละลาย 1:1 โดยปริมาตรของกลีเซอรินต่อน้ำ โดยการตวงกลีเซอรินให้มีปริมาตร 250 มิลลิลิตร เติมนลงในบีกเกอร์ขนาด 1,000 มิลลิลิตร เติมน้ำที่ปราศจากไอออนลงไป 250 มิลลิลิตร ใช้แท่งแก้วคนให้สารละลายเข้ากันดี

2) ใส่สารละลายในข้อ 1) ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ขนาด 400 มิลลิลิตร ค่อยๆเติมกรดซัลฟิวริกโดยใช้หลอดหยดสาร และใช้แท่งแก้วคนพร้อมๆ กับการเติมกรด วัดค่าความเป็นกรด-ด่างด้วยเครื่องมือวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง จนค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายที่ได้มีค่าเท่ากับ 6 (คลาดเคลื่อนไม่เกิน ± 0.1) ทำการทดลองซ้ำ โดยเปลี่ยนเป็นค่าความเป็นกรด-ด่าง 5 และ 4 ตามลำดับ

3) ทำการทดลองเช่นเดียวกับ ข้อ 1) และ 2) โดยเปลี่ยนจากกรดซัลฟิวริกเป็นกรดอะซิติก และกรดซัลฟิวริกตามลำดับ

4) นำตัวอย่างทั้งหมดมาทำการสกัดโดยใช้เฮกเซนเป็นตัวทำละลาย ปริมาตร 20 มิลลิลิตร ภายในกรวยแยกขนาด 250 มิลลิลิตร เขย่าเป็นเวลา 1 นาที จากนั้นปล่อยให้แยกชั้นกัน วิเคราะห์เปรียบเทียบประสิทธิภาพในการสกัดของแต่ละตัวอย่าง

การทดลองตอนที่ 2

เตรียมตัวอย่างเช่นเดียวกับตอนที่ 1 โดยเมื่อทำการเติมกรดแล้วตั้งตัวอย่างทั้งหมดทิ้งไว้ประมาณ 2 ชั่วโมง บันทึก และวิเคราะห์ผลการทดลอง

หมายเหตุ กรดกรดซัลฟิวริกและกรดไฮโดรคลอริก ที่ใช้ในการทดลองจะต้องนำมาเจือจางก่อน เนื่องจากกรดทั้งสองชนิดเป็นกรดแก่และมีความเข้มข้นสูง แต่เนื่องจากกรดอะซิติกเป็นกรดอ่อนจึงไม่ต้องเจือจาง โดยความเข้มข้นของกรดที่ใช้ในการทดลองเป็นดังนี้

- กรดซัลฟิวริก ปริมาตรกรดซัลฟิวริก (96%w/w) ต่อปริมาตรน้ำ 1:9 คิดเป็นความเข้มข้น 1.8 โมลาร์

- กรดอะซิติก (99%w/w) คิดเป็นความเข้มข้น 17.3 โมลาร์

- กรดไฮโดรคลอริก ปริมาตรกรดไฮโดรคลอริก (37%w/w) ต่อปริมาตรน้ำ 1:3 คิดเป็นความเข้มข้น 2.7 โมลาร์

3.3.3 การทดลองการบำบัดด้วยดินกัมมันต์

ทำการทดลองเพื่อศึกษาผลของปัจจัยต่างๆที่มีต่อประสิทธิภาพของการใช้งานดินกัมมันต์กับกลีเซอริน โดยการผสมสารละลายกลีเซอรินกับดินกัมมันต์ซึ่งมีลักษณะเป็นผงสีเทา ให้ความร้อนโดยแผ่นให้ความร้อนและใช้แท่งแม่เหล็กช่วยในการกวนผสม เมื่อถึงเวลาที่กำหนดแล้วตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนแล้วแยกเอาดินกัมมันต์ออกจากกลีเซอริน ทดลองหาอัตราส่วนที่เหมาะสมของสารละลายกลีเซอรินกับดินกัมมันต์ที่ใช้ตลอดจน อุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในการกวนผสม โดยสภาวะการใช้ดินกัมมันต์ในกระบวนการฟอกสีน้ำมันปาล์มเพื่อใช้ในอุตสาหกรรมผลิตสบู่ คือ ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส และทำการกวนผสมเป็นเวลา 45 นาที อัตราการกวนที่ใช้ในการทดลองคือ 250 รอบต่อนาที ซึ่งเป็นค่าที่เกิดการกวนผสมกันอย่างทั่วถึง แต่ไม่ทำให้เกิดการกระเด็นของของเหลว

การทดลองตอนที่ 1

การหาอัตราส่วนโดยน้ำหนักของดินกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอรินที่เหมาะสม

เตรียมอัตราส่วนโดยน้ำหนักดินกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอริน 1:10, 1:30 และ 1:50 ตามลำดับ โดยสภาวะการทดลองที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส อัตราการกวน 250 รอบต่อนาที เวลาที่ใช้ในการกวน 45 นาที เปรียบเทียบและวิเคราะห์ผล

การทดลองตอนที่ 2

การหาอุณหภูมิที่ใช้ในการบำบัดด้วยดินกัมมันต์ที่เหมาะสม

สภาวะที่ใช้ทดลอง อัตราการกวน 250 รอบต่อนาที ใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักดินกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอรินที่มีเหมาะสมที่สุดจากผลการทดลองตอนที่ 1 ใช้เวลาในการกวน 45 นาที โดยอุณหภูมิที่ใช้ในการทดลอง คือ 50, 80 และ 120 องศาเซลเซียส เปรียบเทียบและวิเคราะห์ผล
หมายเหตุ ในการทดลองใช้อุณหภูมิที่สูงกว่า 120 องศาเซลเซียสจะทำให้มีน้ำระเหยออกไปอย่างรวดเร็วทำให้สารละลายกลีเซอรินมีความหนืดสูงขึ้นและยากในการกวนผสม

การทดลองตอนที่ 3

การหาเวลาที่ใช้ในการบำบัดด้วยดินกัมมันต์ที่เหมาะสม

สภาวะที่ใช้ในการทดลองใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักดินกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอรินที่มีเหมาะสมที่สุดจากผลการทดลองตอนที่ 1 ใช้อุณหภูมิที่มีเหมาะสมที่สุดจากผลการทดลองตอนที่ 2 อัตราการกวนผสม 250 รอบต่อนาที โดยใช้เวลาในการบำบัด 30, 60 และ 120 นาที เปรียบเทียบและวิเคราะห์ผล

3.3.4 การทดลองการบำบัดด้วยคาร์บอนกัมมันต์

ทำการศึกษาและทดสอบประสิทธิภาพรวมถึงความเหมาะสม และความเป็นไปได้ของการบำบัดกลีเซอรินด้วยวิธีการใช้คาร์บอนกัมมันต์ โดยการใช้คาร์บอนกัมมันต์ในอัตราส่วนโดยน้ำหนักต่อสารละลายกลีเซอรินและเวลาต่างๆกัน ซึ่งระยะเวลาในการบำบัดด้วยคาร์บอนกัมมันต์โดยปกติจะต้องมากกว่า 24 ชั่วโมง หรืออยู่ในช่วง 1-2 วัน ดังนั้นในการทดลองเบื้องต้นผู้ทำการทดลองจึงใช้เวลาในการบำบัดด้วยคาร์บอนกัมมันต์ คือ 40 ชั่วโมง

การทดลองตอนที่ 1 ใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของคาร์บอนกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอริน

สภาวะที่ใช้ทดลอง อุณหภูมิห้อง 29 องศาเซลเซียส เวลาที่ใช้ในการบำบัด 40 ชั่วโมง โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของคาร์บอนกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอรินเป็น 1:2, 1:3, 1:5 และ 1:11 เปรียบเทียบและวิเคราะห์ผล

การทดลองตอนที่ 2 การทดลองหาระยะเวลาที่ใช้ในการบำบัดด้วยคาร์บอนกัมมันต์

สภาวะที่ใช้ทดลอง อุณหภูมิห้อง 29 องศาเซลเซียส ใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของคาร์บอนกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอรินที่มีความเหมาะสมที่สุดจากการทดลองตอนที่ 1 โดยเวลาที่ใช้ในการบำบัดคือ 16, 24, 40 และ 90 ชั่วโมง เปรียบเทียบและวิเคราะห์ผล

3.4 การทดสอบเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณกลีเซอริน [12]

การเตรียมกลีเซอรินตัวอย่างที่ใช้ในการทดสอบเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณกลีเซอริน โดยนำกลีเซอรินที่เป็นผลิตภัณฑ์ร่วมจากการผลิตไบโอดีเซลมาผ่านขั้นตอนการบำบัดภายใต้สภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลอง โดยระเหยเมทานอลและน้ำแล้วจึงเติมน้ำที่ปราศจากไอออน จากนั้นทำการบำบัดด้วยกรด ซึ่งใช้ชนิดของกรดและค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายที่เหมาะสมจากผลการทดลองที่ผ่านมา ทิ้งไว้ให้ตะกอนแยกชั้น กรองแยกเอาตะกอนออกจากสารละลายแล้วนำสารละลายมาสกัดด้วยเฮกเซนสองครั้ง หลังจากสกัดแล้วบำบัดด้วยดินกัมมันต์ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักดินกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอริน อุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในการกวนที่เหมาะสม อัตราการกวน 250 รอบต่อนาที แล้วจึงบำบัดด้วยคาร์บอนกัมมันต์ใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของคาร์บอนกัมมันต์ต่อกลีเซอริน และเวลาที่บำบัดที่เหมาะสมจากผลการทดลอง จากนั้นกรองสารละลายกลีเซอรินด้วยกระดาษกรอง และขั้นตอนสุดท้าย นำสารละลายกลีเซอรินไปให้เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความร้อนด้วยแผ่นให้ความร้อนเพื่อกำจัดความชื้น แล้วจึงกลีเซอรินที่ผ่านการให้ความร้อนแล้วไปทดสอบหาปริมาณกลีเซอริน ซึ่งมีวิธีการทดสอบดังนี้

สารเคมี สารละลาย และวิธีการเตรียม

1. โปตัสเซียมไฮโดรเจนทาเลต (Potassium hydrogen phthalate) ที่แห้งและมีคุณภาพใช้ทำบัฟเฟอร์ (Buffer) ได้
2. สารละลายโซเดียมเปอร์ไอโอเดต (Sodium periodate) ละลายโซเดียมเปอร์ไอโอเดต 60 กรัมในน้ำกลั่น 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตรแล้วเติมน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 1,000 ลูกบาศก์เซนติเมตร ละลายโซเดียมเปอร์ไอโอเดตโดยไม่ต้องใช้ความร้อน ถ้าสารละลายขุ่นให้กรองด้วยซินเตอร์ครุซิเบลที่มีขนาดช่อง 15 ถึง 40 ไมโครเมตร ถ่ายใส่ขวดสีน้ำตาลพร้อมจุกแก้วปิดสนิท แล้วเก็บไว้ในที่มืด
3. สารละลายอีเทนไดออล (Ethanediol) ผสมอีเทนไดออลที่เป็นกลางและปราศจากกลีเซอริน 1 ส่วนกับน้ำกลั่น 1 ส่วน
4. สารละลายมาตรฐานบัฟเฟอร์ สำหรับเทียบมาตรฐานกับเครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง ซึ่งโปตัสเซียมไฮโดรเจนทาเลต จากข้อ 1 จำนวน 10.21 กรัม ถ่ายใส่ขวดแก้วปริมาตรเติมน้ำจนมีปริมาตรครบ 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเขย่าให้ละลาย สารละลายนี้จะมีความเป็นกรด-ด่าง 4.0 ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส
5. สารละลายมาตรฐาน โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ปราศจากคาร์บอเนต (Carbonate-free sodium hydroxide) ความเข้มข้น 0.125 โมลต่อลูกบาศก์เซนติเมตร [13]
6. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร
7. สารละลายกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้นประมาณ 0.1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร
8. โบรโมไทมอลบลูอินดิเคเตอร์ (Bromothymol blue indicator) ละลายโบรโมไทมอลบลูที่แห้ง 0.1 กรัม ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.01 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร จำนวน 16 ลูกบาศก์เดซิเมตร โดยการบดในโกร่ง ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตร เติมน้ำจนมีปริมาตร 100 ลูกบาศก์เดซิเมตร แล้วเขย่าให้เข้ากัน

วิธีเตรียมตัวอย่าง

อุ่นตัวอย่างแล้วทำให้เข้ากันก่อนนำมาวิเคราะห์ และให้ระวังการดูดซึมน้ำและการสูญเสีย น้ำของตัวอย่างด้วย

วิธีวิเคราะห์

1. ชั่งตัวอย่างในปิเปตสำหรับชั่งหรือขวดชั่งให้ได้น้ำหนักระหว่าง $(41 \pm 9)/P$ กรัม เมื่อ P คือ ค่าร้อยละของปริมาณกลีเซอรินที่คาดว่าจะมีในตัวอย่าง แต่ถ้าไม่ทราบปริมาณกลีเซอรินให้เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คำนวณจากค่า P เท่ากับ 100 ก่อน แล้วหลังจากได้ผลการวิเคราะห์ จึงเลือกขนาดตัวอย่างที่เหมาะสมต่อไป

2. ถ่ายตัวอย่างลงในบีกเกอร์ เติมน้ำกลั่นจนมีปริมาตรประมาณ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร หยดโบรโมไทมอลบลูอินดิเคเตอร์ 5 ถึง 7 หยด แล้วทำให้เป็นกรดด้วยสารละลายกรดซัลฟิวริก 0.1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

3. ทำสารละลายให้เป็นกลางด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร อย่างระมัดระวังจนได้สารละลายสีฟ้าซึ่งไม่มีสีเขียวปนอยู่เลย ถ้าสีของสารละลายไปรบกวนการเปลี่ยนสีของอินดิเคเตอร์ หรือในตัวอย่างมีสารที่เป็นบัฟเฟอร์อยู่มาก ให้วัดด้วยเครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง แล้วปรับความเป็นกรด-ด่างให้ได้ 8.1 ± 0.1

4. ทำแบลลงก์โดยใช้น้ำกลั่น 50 ลูกบาศก์เดซิเมตร แทนตัวอย่างแล้วปฏิบัติเช่นเดียวกับข้อ 2 และข้อ 3 โดยใช้อินดิเคเตอร์ปรับความเป็นกรด-ด่างก่อนที่จะเติมสารละลายโซเดียมเปอร์ไอโอเดต

5. ใช้ปิเปตดูดสารละลายโซเดียมเปอร์ไอโอเดตมาครั้งละ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในสารละลายตัวอย่าง และแบลลงก์แก้วบีกเกอร์เบาๆ แล้วปิดด้วยกระดาษฟิคาตั้งทิ้งไว้ในที่มืดที่อุณหภูมิห้อง (ไม่เกิน 35 องศาเซลเซียส) เป็นเวลา 30 นาที เติมสารละลายอีเทนไดออล 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร แก้วบีกเกอร์เบาๆ แล้วตั้งทิ้งไว้ในที่มืดที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 20 นาที

6. เติมน้ำกลั่นจนมีปริมาตรประมาณ 300 ลูกบาศก์เซนติเมตรนำไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (0.125 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร) โดยใช้เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่างช่วยในการหาจุดยุติ (End point) ซึ่งมีความเป็นกรด-ด่าง 6.5 ± 0.1 สำหรับแบลลงก์ และ 8.1 ± 0.1 สำหรับสารละลายตัวอย่าง แล้วบันทึกปริมาตรสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้จากบิวเรต ให้ละเอียดถึง 0.01 ลูกบาศก์เซนติเมตร

วิธีคำนวณ

ปริมาณกลีเซอริน ร้อยละของน้ำหนัก = $(9.209 * N(T_1 - T_2)) / W$

เมื่อ N คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ซึ่งเท่ากับ 0.125 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

T_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไทเทรตกับตัวอย่าง เป็นลูกบาศก์เดซิเมตร

T_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไทเทรตกับแบลลงก์ เป็นลูกบาศก์เดซิเมตร

W คือ น้ำหนักของตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ เป็นกรัม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์

4.1 การระเหยเพื่อกำจัดเมทานอลและน้ำออกจากกลีเซอริน

จากการทดลองให้กลีเซอรินมีปริมาตรเริ่มต้น 500 มิลลิลิตร จะเหลือกลีเซอรินหลังจากการระเหยประมาณ 350 มิลลิลิตร คิดเป็นปริมาตรที่ลดลงประมาณ 30 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ผลิตภัณฑ์ร่วมกลีเซอรินที่เกิดจากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของไตรกลีเซอไรด์กับเมทานอล โดยมีโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยานั้น จะมีลักษณะเป็นของเหลวขุ่นสีน้ำตาลเข้มถึงดำและมีกลิ่น เมื่อนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 105 องศาเซลเซียส ที่ความดันบรรยากาศเป็นเวลา 3-5 ชั่วโมงหรือจนไม่มีฟองก๊าซปรากฏขึ้นอีก จะสามารถกำจัดเมทานอลและน้ำออกไปได้ เนื่องจากจุดเดือดของเมทานอลและน้ำมีค่า 64 และ 100 องศาเซลเซียสตามลำดับที่ความดันบรรยากาศ โดยกลีเซอรินที่ผ่านการระเหยเมทานอลและน้ำแล้วจะมีลักษณะเป็นของเหลวสีขุ่น มีความหนืดสูง พอทิ้งไว้ให้เย็นจะแข็งตัวคล้ายเจล

4.2 การบำบัดกลีเซอรินด้วยกรดและการสกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์

เนื่องจากกลีเซอรินที่ผ่านการระเหยเมทานอลและน้ำออกไปแล้วนั้นจะมีความหนืดสูงมาก และแข็งตัวที่อุณหภูมิต่ำ ไม่เหมาะสำหรับการสกัด ดังนั้นจึงได้ทำการเติมน้ำที่ปราศจากไอออนลงไปเพื่อปรับสภาพให้เหมาะสมในการสกัดมากขึ้น นอกจากนี้กลีเซอรินที่ทำการบำบัดยังมีความเป็นด่างค่อนข้างสูง คือมีค่าความเป็นกรด-ด่างประมาณ 8.7

การศึกษาถึงบางปัจจัยที่อาจมีผลต่อประสิทธิภาพการสกัดด้วยเฮกเซน ได้แก่ ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย และชนิดของกรดที่ใช้บำบัด ผลการทดลองเป็นดังนี้

ผลการทดลองตอนที่ 1

เมื่อทำการเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการสกัดโดยพิจารณาจากค่าความเป็นกรด-ด่างพบว่าประสิทธิภาพในการสกัดเรียงลำดับจากสูงไปต่ำคือ ค่าความเป็นกรด-ด่าง 4, 5 และ 6 ตามลำดับ โดยที่ความเป็นกรด-ด่าง 4 และ 5 มีประสิทธิภาพในการสกัดใกล้เคียงกัน

เมื่อทำการเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการสกัดโดยพิจารณาจากชนิดของกรดที่ค่าความเป็นกรด-ด่างเดียวกันแล้ว พบว่าประสิทธิภาพในการสกัดเรียงลำดับจากสูงไปต่ำคือ กรดซัลฟิวริก กรดอะซิติก และกรดไฮโดรคลอริก ตามลำดับ โดยกรดซัลฟิวริก และกรดอะซิติกจะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการสกัดได้ใกล้เคียงกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลการทดลองตอนที่ 2

ภายหลังจากทำการเติมกรดแล้วตั้งตัวอย่างทั้งหมดทิ้งไว้ประมาณ 2 ชั่วโมง ปรากฏว่าสารละลายกลีเซอรินจะเกิดการแยกเป็น 2 ชั้น คือชั้นของเหลวอยู่ด้านล่าง และชั้นของตะกอนจะอยู่ด้านบน ดังแสดงในรูปที่ 4.1 โดยเมื่อทำการแยกเอาตะกอนออกจากชั้นของเหลวแล้ว พบว่าสารละลายมีความใสมากขึ้น โดยเมื่อค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายกลีเซอรินมากขึ้นความใสของสารละลายจะมากขึ้นด้วย และเมื่อเปรียบเทียบความใสของสารละลายนี้กับสารละลายที่ผ่านการสกัดด้วยเฮกเซนในการทดลองตอนที่ 1 ที่ค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากันและในกรดชนิดเดียวกันแล้ว สารละลายมีความใสดุกลีเดียวกันมาก ดังนั้นภายหลังจากการเติมกรดจึงควรรอให้สารละลายกลีเซอรินแยกชั้นกับตะกอนและแยกเอาตะกอนออกไปก่อน แล้วจึงทำการสกัดด้วยเฮกเซน ซึ่งวิธีนี้จะช่วยลดขั้นตอนและจำนวนครั้งในการสกัดได้เป็นอย่างดี



ก)



ข)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ค)

รูปที่ 4.1 ผลการทดลองที่ 4.2 ตอนที่ 2

- ก) กรดซัลฟิวริก ค่าความเป็นกรด-ด่าง 4, 5 และ 6 เรียงลำดับจากซ้ายไปขวา
 ข) กรดอะซิติก ค่าความเป็นกรด-ด่าง 4, 5 และ 6 เรียงลำดับจากซ้ายไปขวา
 ค) กรดไฮโดรคลอริก ค่าความเป็นกรด-ด่าง 4, 5 และ 6 เรียงลำดับจากซ้ายไปขวา

4.3 ผลการทดลองการบำบัดด้วยดินกัมมันต์

ตารางที่ 4.3.1 ผลของอัตราส่วน โดยน้ำหนักของดินกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอริน

สถานะที่ใช้ในการทดลอง อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส อัตราการกวน 250 รอบต่อนาที เวลาที่ใช้ในการกวน 45 นาที

หมายเลข	น้ำหนักสารละลายกลีเซอริน (กรัม)	น้ำหนักดินกัมมันต์ (กรัม)	อัตราส่วน โดยน้ำหนักดินกัมมันต์ต่อกลีเซอริน	ระดับความใสของสารละลายกลีเซอริน
1	43.89	4.39	1 : 10	⊕⊕⊕+
2	45.19	1.52	1 : 30	⊕⊕⊕
3	44.58	0.90	1 : 50	⊕⊕⊕

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการทดลองพบว่า ที่อัตราส่วนดินกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอรินเป็น 1:10 และ 1:30 จะทำให้สารละลายมีความใสใกล้เคียงกันมากโดยมีความใสมากกว่าที่อัตราส่วน 1:50 เพียงเล็กน้อย

ตารางที่ 4.3.2 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการบำบัดด้วยดินกัมมันต์

สภาวะที่ใช้ทดลอง อัตราการกวน 250 รอบต่อนาที อัตราส่วน โดยน้ำหนักดินกัมมันต์ต่อสารละลาย กลีเซอริน 1:30 เวลาที่ใช้ในการกวน 45 นาที

หมายเลข	น้ำหนักสารละลายกลีเซอริน (กรัม)	น้ำหนักดินกัมมันต์ (กรัม)	อุณหภูมิที่ใช้ทดลอง (องศาเซลเซียส)	ระดับความใสของสารละลายกลีเซอริน
7	105.92	3.53	50	⊕⊕⊕
8	105.84	3.53	80	⊕⊕⊕+
9	105.30	3.51	120	⊕⊕⊕+

จากการทดลองพบว่าที่อุณหภูมิ 80 และ 120 องศาเซลเซียส ความใสของสารละลายจะมีความใสใกล้เคียงกัน และมีความใสมากกว่าที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสเล็กน้อย

ตารางที่ 4.3.3 ผลของเวลาที่ใช้ในการบำบัดด้วยดินกัมมันต์

สภาวะที่ใช้ในการทดลอง อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส อัตราการกวน 250 รอบต่อนาที อัตราส่วน โดยน้ำหนักดินกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอริน 1:30

หมายเลข	น้ำหนักสารละลายกลีเซอริน (กรัม)	น้ำหนักดินกัมมันต์ (กรัม)	เวลาที่ใช้ในการกวน (นาที)	ระดับความใสของสารละลายกลีเซอริน
4	49.40	1.64	30	⊕⊕⊕
5	46.57	1.55	60	⊕⊕⊕+
6	50.32	1.67	120	⊕⊕⊕+

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

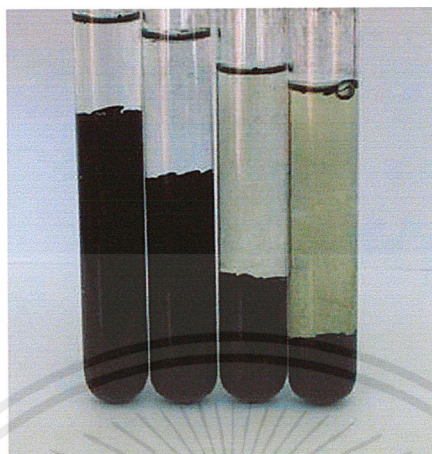
จากการทดลองพบว่า เมื่อใช้เวลาในการกวนเพิ่มขึ้น ความใสของสารละลายกลีเซอรินจะมากขึ้นด้วย โดยที่เวลา 60 นาทีและ 120 นาทีจะมีความใสใกล้เคียงกัน

4.4 ผลการทดลองการบำบัดด้วยคาร์บอนกัมมันต์

ตารางที่ 4.4.1 ผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของคาร์บอนกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอริน สภาวะที่ใช้ทดลอง อุณหภูมิห้อง 29 องศาเซลเซียส เวลาที่ใช้ในการบำบัด 40 ชั่วโมง

หลอด ที่	น้ำหนักสาร ละลาย กลีเซอริน (กรัม)	น้ำหนัก คาร์บอน กัมมันต์ (กรัม)	อัตราส่วนโดย น้ำหนักของ คาร์บอนกัมมันต์ ต่อกลีเซอริน	ระดับความใสของสาร ละลาย กลีเซอริน
1	11.62	5.07	1 : 2.3	⊕⊕⊕⊕⊕⊕⊕⊕+
2	11.48	3.92	1 : 2.9	⊕⊕⊕⊕⊕⊕⊕⊕
3	11.31	2.08	1 : 5.4	⊕⊕⊕⊕⊕⊕
4	11.31	1.01	1 : 11.4	⊕⊕⊕⊕⊕

จากการทดลองพบว่า ประสิทธิภาพในการบำบัดด้วยคาร์บอนกัมมันต์เรียงลำดับจากสูงไปต่ำ คือ อัตราส่วนโดยน้ำหนักคาร์บอนกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอริน 1:2.3, 1:2.9, 1:5.4 และ 1:11.4 ตามลำดับเมื่อใช้เวลาในการบำบัดเท่ากัน คือ 40 ชั่วโมงโดยที่อัตราส่วน 1:2.9 และ 1:2.3 สารละลายมีความใสใกล้เคียงกัน ดังนั้นที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักคาร์บอนกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอรินที่มีความเหมาะสมในการบำบัดมากที่สุดคือ 1:2.9 หรือ ประมาณ 1:3 เนื่องจากใช้ปริมาณคาร์บอนกัมมันต์น้อยกว่า ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.2 โดยเรียงจากขวาไปซ้ายตามอัตราส่วนข้างต้น



รูปที่ 4.2 ผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของคาร์บอนกัมมันต์ต่อกลีเซอริน

ตารางที่ 4.4.2 ผลของระยะเวลาที่ใช้ในการบำบัดด้วยคาร์บอนกัมมันต์
สภาวะที่ใช้ทดลอง อุณหภูมิห้อง 29 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยน้ำหนักของคาร์บอน-กัมมันต์ต่อ
สารละลายกลีเซอริน 1:3

หมายเลข	ระยะเวลาที่ใช้ในการบำบัด (ชั่วโมง)	ระดับความใสของสารละลายกลีเซอริน
1	16	⊕⊕⊕⊕⊕⊕
2	24	⊕⊕⊕⊕⊕⊕⊕
3	40	⊕⊕⊕⊕⊕⊕⊕⊕
4	90	⊕⊕⊕⊕⊕⊕⊕⊕⊕+

จากผลการทดลองพบว่า ประสิทธิภาพในการบำบัดเรียงลำดับจากสูงไปต่ำ คือ ที่เวลา 90, 40, 24 และ 16 ชั่วโมง ตามลำดับ เมื่ออัตราส่วนโดยน้ำหนักของคาร์บอนกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอรินมีค่าเท่ากัน คือ 1:3 โดยที่เวลา 90 และ 40 ชั่วโมง สารละลายมีความใสใกล้เคียงกันมาก ดังนั้นเวลาในการบำบัดด้วยคาร์บอนกัมมันต์ที่มีความเหมาะสมมากที่สุดคือ 40 นาที เพราะเมื่อเพิ่มเวลาในการบำบัดมากขึ้น แต่ประสิทธิภาพในการบำบัดก็เพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยเท่านั้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หมายเหตุ ในการวัดระดับความใสของสารละลายกลีเซอรินที่ผู้ทดลองสังเกตได้มีการใช้สัญลักษณ์แทนระดับความใสดังต่อไปนี้

เมื่อ ⊕ ใช้แทนระดับความใส และไม่มีสีของสารละลายกลีเซอรินที่ผู้ทดลองสังเกตได้
+ ใช้แทนระดับความใส และไม่มีสีของสารละลายกลีเซอรินที่เพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย

4.5 การทดสอบเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณกลีเซอริน

การทดสอบเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณกลีเซอริน (ร้อยละโดยน้ำหนัก) ของกลีเซอรินตัวอย่างที่ได้ผ่านการบำบัดภายใต้สภาวะที่เหมาะสมในแต่ละขั้นตอนดังนี้คือ

นำกลีเซอรินที่ผ่านการระเหยเมทานอลและน้ำแล้วปริมาตร 300 มิลลิลิตร เติมน้ำที่ปราศจากไอออน 300 มิลลิลิตร ละลายให้เข้ากัน จากนั้นทำการบำบัดด้วยกรดที่เหมาะสม โดยในการทดลองใช้กรดอะซิติก (99%w/w) เนื่องจากเป็นกรดอ่อนจึงมีความปลอดภัยในการใช้งานมากกว่ากรดซัลฟิวริกและกรดอะซิติกมีจุดเดือดต่ำ คือ 118.1 องศาเซลเซียส ที่ความดัน 1 บรรยากาศจึงสามารถกำจัดด้วยการระเหยออกจากสารละลายได้ ในขณะที่กรดซัลฟิวริกมีจุดเดือดสูงถึง 330 องศาเซลเซียส ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายกลีเซอรินที่ใช้กรดอะซิติกบำบัดมีค่าประมาณ 5 (ปริมาตรกรดอะซิติกที่ใช้ประมาณ 70 มิลลิลิตร) ทิ้งไว้ให้แยกชั้น แล้วแยกเอาชั้นของตะกอนออกจากชั้นสารละลาย จากนั้นนำชั้นของสารละลายกลีเซอรินที่กำจัดตะกอนแล้ว 100 มิลลิลิตร มาสกัดด้วยเฮกเซนสองครั้ง ครั้งละ 25 มิลลิลิตร ในกรวยแยกขนาด 250 มิลลิลิตร หลังจากการสกัดแล้วบำบัดด้วยดินกัมมันต์ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักดินกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอริน 1:30 อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส อัตราการวน 250 รอบต่อนาที ใช้เวลาวน 1 ชั่วโมง นำเข้าเครื่องหมุนเหวี่ยงแบบอาศัยแรงหนีศูนย์กลาง ที่อัตราเร็ว 3.7×1000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้ดินกัมมันต์ตกตะกอนได้เร็วขึ้น แยกสารละลายกลีเซอรินออกจากดินกัมมันต์ แล้วนำมาบำบัดด้วยคาร์บอนกัมมันต์โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของคาร์บอนกัมมันต์ต่อกลีเซอริน 1:3 เป็นเวลาประมาณ 40 ชั่วโมง จากนั้นกรองสารละลายกลีเซอรินด้วยกระดาษกรอง และขั้นตอนสุดท้ายนำสารละลายกลีเซอรินไปให้ความร้อนด้วยแผ่นให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 125 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อระเหยน้ำและกรดอะซิติกออกไป แล้วจึงนำกลีเซอรินที่ได้นี้ไปทดสอบเพื่อหาปริมาณกลีเซอริน

จากผลการทดสอบเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณกลีเซอริน ร้อยละโดยน้ำหนัก โดยประยุกต์ใช้วิธีการทดสอบตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กลีเซอรินดิบ มอก.336-2523 ซึ่งแสดงวิธีการคำนวณในภาคผนวก ก ผลการทดสอบเป็นดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กลีเซอรินตัวอย่าง	ปริมาณกลีเซอริน ร้อยละโดยน้ำหนัก 75.9
กลีเซอรินชั้นคุณภาพการค้า	ปริมาณกลีเซอริน ร้อยละโดยน้ำหนัก 98.1

หมายเหตุ

มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กลีเซอรินบริสุทธิ์ มอก.337-2538 ได้กำหนดเกณฑ์การทดสอบคุณลักษณะของกลีเซอรินชั้นคุณภาพอุตสาหกรรม ได้แก่ [4]

- 1) ค่าของสีจากโลวิบอนด์สเกล
- 2) กลิ่น
- 3) กลีเซอรินร้อยละโดยน้ำหนัก
- 4) ความหนาแน่นสัมพัทธ์
- 5) ความเป็นด่างหรือความเป็นกรด
- 6) เถ้าซัลเฟต
- 7) ปริมาณคลอไรด์
- 8) ปริมาณเหล็ก

โดยแสดงรายละเอียดในภาคผนวก ค

คุณสมบัติของกลีเซอรินชั้นคุณภาพการค้าที่ใช้ในทดสอบหาปริมาณกลีเซอริน

- ปริมาณกลีเซอริน ร้อยละโดยน้ำหนัก 99
- สูตรทางเคมี คือ $C_3H_8O_3$
- มวลโมเลกุล 92.1
- จุดเดือด 290 องศาเซลเซียสที่ความดัน 1 บรรยากาศ
- จุดหลอมเหลว 17.9 องศาเซลเซียสที่ความดัน 1 บรรยากาศ
- จุดวาบไฟ 117 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

ในปฏิญานีพนธ์นี้เป็นการศึกษาเบื้องต้นการบำบัดกลีเซอรินผลิตภัณฑ์รองจากกระบวนการสังเคราะห์ไบโอดีเซลให้บริสุทธิ์ โดยมีเนื้อหาการทดลองดังต่อไปนี้

5.1 สรุปผลการทดลอง

5.1.1 สารละลายกลีเซอรินที่ผ่านการระเหยเมทานอลและน้ำแล้วจะมีปริมาตรลดลงประมาณ 30 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร

5.1.2 การบำบัดโดยใช้กรดค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายที่มีความเหมาะสมในการใช้บำบัดมากที่สุดคือที่ค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 4 โดยชนิดของกรดที่ใช้ในการบำบัด ได้แก่ กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1.8 โมลาร์ กรดอะซิติกเข้มข้น 17.3 โมลาร์ และกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 2.7 โมลาร์ ประสิทธิภาพของกรดที่ช่วยในการสกัดเรียงลำดับจากสูงไปต่ำคือ กรดซัลฟิวริก, กรดอะซิติก และกรดไฮโดรคลอริก ตามลำดับ โดยกรดซัลฟิวริกและกรดอะซิติกจะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการสกัดได้ใกล้เคียงกัน

5.1.3 การบำบัดโดยใช้ดินกัมมันต์ ความแตกต่างของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของดินกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอรินในช่วง 1:50 ถึง 1:10 ช่วงอุณหภูมิ 50-120 องศาเซลเซียส และช่วงเวลาในการกวน 30-120 นาที ไม่ค่อยมีผลต่อประสิทธิภาพในการบำบัดกลีเซอริน

โดยสภาวะที่ใช้บำบัดในการทดลอง คือ ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักดินกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอริน 1:30 อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส อัตราการกวน 250 รอบต่อนาที ใช้เวลาการกวน 60 นาที

5.1.4 อัตราส่วนโดยน้ำหนักคาร์บอนกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอรินที่มีความเหมาะสมในการบำบัดมากที่สุดคือ 1:2.9 หรือ ประมาณ 1:3 เมื่อใช้เวลาในการบำบัด 40 ชั่วโมง และระยะเวลาในการบำบัดด้วยคาร์บอนกัมมันต์ที่มีความเหมาะสมมากที่สุดคือ 40 นาที เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของคาร์บอนกัมมันต์ต่อสารละลายกลีเซอริน 1:3

5.1.5 การทดสอบและวิเคราะห์คุณสมบัติของกลีเซอริน

กลีเซอรินตัวอย่าง ปริมาณกลีเซอรินร้อยละโดยน้ำหนัก 75.9

กลีเซอรินชั้นคุณภาพการค้า ปริมาณกลีเซอรินร้อยละโดยน้ำหนัก 98.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.2 ข้อเสนอแนะ

ผลการศึกษาที่ได้จากปริญาานิพนธ์นี้เป็นเพียงการศึกษาในเบื้องต้น ซึ่งอาจนำไปใช้เป็นแนวทางสำหรับผู้ที่มีความสนใจเพื่อศึกษาและพัฒนาการบำบัดกลีเซอรินที่เป็นผลิตภัณฑ์ร่วมจากการผลิตไบโอดีเซลให้บริสุทธิ์ได้ดียิ่งขึ้น โดยการขยายขอบเขตการศึกษา ทำการทดลองเพื่อหาเทคนิค สภาวะที่เหมาะสมต่อการบำบัด และทดสอบสอบให้ได้ตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม ของสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม ได้ดียิ่งขึ้นในโอกาสต่อไป

จากผลการทดลองการใช้ดินกัมมันต์ในการบำบัดกลีเซอรินให้บริสุทธิ์ มีประสิทธิภาพในการช่วยบำบัดค่อนข้างต่ำ ดังนั้นจึงอาจระงับขั้นตอนการใช้ดินกัมมันต์ หรือทำการศึกษาหาวิธีการเพิ่มประสิทธิภาพให้สูงมากขึ้น โดยอาจจะใช้ดินกัมมันต์ในการบำบัดน้ำมันที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของไตรกลีเซอไรด์กับแอลกอฮอล์ ซึ่งอาจจะเป็นการช่วยเพิ่มความบริสุทธิ์ให้กับทั้งกลีเซอริน และ ไบโอดีเซลซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์หลักด้วย

เอกสารอ้างอิง

1. ป๊วย อุ๋นใจ และสยาม ภพลือชัย. ไบโอดีเซล เชื้อเพลิงชีวภาพแห่งยุคสมัย. **Update**. สิงหาคม 2544. 50-56
2. กัญญา บุญเกียรติ และสุกัญญา มากมี. ไบโอดีเซล พลังงานทางเลือกใหม่สำหรับเครื่องยนต์ ดีเซล. **วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี**. พฤษภาคม-มิถุนายน 2544. 148-155
3. Barbara Elvers, Stephen Hawkins, and Michael Ravenscroft, **Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry: volume A12, "Glycerol"**, 5th ed., VCH, Germany, 1994.
4. Kirk Othmer, **Encyclopedia of Chemical Technology: volume 12, "Glycerol"**, 4th ed., John Wiley & Sons, Singapore, 1997.
5. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม. **กลีเซอรินบริสุทธิ์ : มอก. 337**. กรุงเทพฯ, 2538.
6. สุวรรณ ไชยสิทธิ์. **ปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์**. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง. 2539.
7. ประเสริฐ ศรีไพโรจน์. **เทคนิคทางเคมี**. พิมพ์ครั้งที่ 4 : สำนักพิมพ์ประกายพรึก. กรุงเทพฯ, 2539.
8. M. K. Hasmuddin Siddiqui, **Bleaching Earth**, 1st ed., Regional Research Laboratory, Hyderabad, India, 1968
9. H. B. W. Patterson., **Bleaching and Purifying Fat and Oil Theory and Practice**, Library of Congress Cataloging-in-Publicate Data, USA, 1992.
10. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม. **ดินกัมมันต์ : มอก. 1361**. กรุงเทพฯ, 2539.
11. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม. **คาร์บอนกัมมันต์ : มอก. 900**. กรุงเทพฯ, 2532.
12. เกศรา นุตาลัย และคณะ. การผลิตถ่านกัมมันต์จากดินพรุในห้องปฏิบัติการ. **วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี**. กันยายน-ตุลาคม 2532.
13. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม. **กลีเซอรินดิบ : มอก. 336**. กรุงเทพฯ, 2523.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 14 สุขชัย ไซ้เทียมวงศ์. ปฏิบัติการเคมีปริมาณวิเคราะห์. พิมพ์ครั้งที่ 5 : สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2539.
- 15 <http://journeytoforever.org>
- 16 <http://www.freeyellow.com/members2/suryachem.html>



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก
การวิเคราะห์หาปริมาณกลีเซอริน

วิธีคำนวณ

$$\text{ปริมาณกลีเซอริน ร้อยละโดยน้ำหนัก} = (9.209 * N(T_1 - T_2)) / W$$

เมื่อ N คือความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน โซเดียมไฮดรอกไซด์ มีค่าเท่ากับ 0.128 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

T₁ คือปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไทเทรตกับตัวอย่าง เป็นลูกบาศก์เดซิเมตร

T₂ คือปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไทเทรตกับแบลنگก์ เป็นลูกบาศก์เดซิเมตร

W คือน้ำหนักของตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ เป็นกรัม

กลีเซอรินตัวอย่าง น้ำหนัก 0.41 กรัม (W_{Sample}) ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไทเทรตเท่ากับ 31.43 ลูกบาศก์เซนติเมตร (T_{1,Sample})

กลีเซอรินชั้นคุณภาพการค้า น้ำหนัก 0.43 กรัม (W_{Commercial}) ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไทเทรตเท่ากับ 40.82 ลูกบาศก์เซนติเมตร (T_{1,Commercial})

แบลنگก์ (Blank) ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไทเทรตเท่ากับ 5.02 ลูกบาศก์เซนติเมตร (T₂)

กลีเซอรินตัวอย่าง

$$\begin{aligned} \text{ปริมาณกลีเซอริน ร้อยละโดยน้ำหนัก} &= [9.209 * N(T_{1,Sample} - T_2)] / W_{Sample} \\ &= [9.209 * 0.128(31.43 - 5.02)] / 0.41 \\ &= 75.9 \end{aligned}$$

กลีเซอรินชั้นคุณภาพการค้า

$$\begin{aligned} \text{ปริมาณกลีเซอริน ร้อยละโดยน้ำหนัก} &= [9.209 * N(T_{1,Commercial} - T_2)] / W_{Commercial} \\ &= [9.209 * 0.128(40.82 - 5.02)] / 0.43 \\ &= 98.1 \end{aligned}$$

ภาคผนวก ข
คุณสมบัติเฉพาะของสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ดินกัมมันต์

TECHNICAL INFORMATION

TONSIL SUPREME 135 FF

Loose bulk density	g/l	470
Free moisture (2h, 110°C)	% max	15
Loss on ignition (1000°C, 1h)	% max	8
pH (10% suspension)		2-3
Acid content (as H ₂ SO ₄)	% max	0.5
Surface area	square m./g	340
Screen analysis, < 63 micron	%	78

CHEMICAL ANALYSIS

SiO ₂	75	%
Al ₂ O ₃	9.6	%
Fe ₂ O ₃	3.4	%
MgO	1.7	%
CaO	0.31	%
Na ₂ O	0.1	%
H ₂ O	0.72	%
Loss on ignition	7.4	%
Total	98.23	%

Further information and technical advice

All data mention in this leaflet are typical for this product and based on average values ex-works. Certain deviations can appear due to the processing of natural clays as a raw material.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

In no case are these values to be regarded as specifications. On request, certificate of analysis for specifies values of single properties can be agreed upon. If desired, our Technical Service Department will readily provide further support.

แหล่งที่มา : P.T. SÜD-CHEM INDONESIA, KOSGORO Building, 13th floor, Jakarta 10350, Indonesia

คาร์บอนกัมมันต์

PHO Granular activated carbon : ผลิตมาจากกะลามะพร้าว

Application : Decolourization

Density (g/cm³) min 0.46

pH 9-11

แหล่งที่มา : บริษัทคาร์โบคาญน์ จำกัด (Carbokarn Co., Ltd.)

ข้อมูลเกี่ยวกับกาลีเซอรินที่ใช้ในการทดลอง

กาลีเซอรินที่ใช้ในการทดลองได้มาจากการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างน้ำมันพืชที่ใช้แล้วตามท้องตลาด (ร้านอาหารเซสเตอร์กริลล์ สาขา เดอะมอลล์ บางกะปิ) กับเมทานอล โดยมีโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ทำปฏิกิริยาภายในชุดเครื่องมือการผลิตไบโอดีเซลแบบถังกวนพร้อมอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ และความเร็วของใบกวน ซึ่งมีรายละเอียดในการเตรียมดังนี้

- อัตราส่วน โดยน้ำหนักน้ำมันพืชใช้แล้วต่อเมทานอล คือ 9:2 (9 กิโลกรัม ต่อ 2 กิโลกรัม)
- ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ 31.7 กรัม
- อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส
- อัตราการกวน 80 รอบ/นาที
- เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก
มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กลีเซอร์ีนบริสุทธิ์
มอก. 337-2538



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

กลีเซอรินบริสุทธิ์

1. ขอบข่าย

- 1.1 มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้กำหนด ^๕ชั้นคุณภาพ ลักษณะบังคับเอกลักษณ์ คุณลักษณะที่ต้องการ การบรรจุ เครื่องหมายและฉลาก การชักตัวอย่างและเกณฑ์ตัดสิน และการทดสอบกลีเซอรินบริสุทธิ์

2. บทนิยาม

ความหมายของคำที่ใช้ในมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ มีดังต่อไปนี้

- 2.1 กลีเซอริน หรือที่เรียกอีกชื่อหนึ่งว่า กลีเซอรอล (glycerol) หมายถึง สารจำพวกโพลีไฮดริก แอลกอฮอล์ (polyhydric alcohol) ที่มีสูตรเคมี $\text{HOCH}_2\text{CHOHCH}_2\text{OH}$ มีชื่อทางเคมีว่า 1,2,3-โพรเพนไตรออล (1,2,3-propanetriol)
- 2.2 กลีเซอรินบริสุทธิ์ หมายถึง กลีเซอรินผ่านกรรมวิธีทำให้บริสุทธิ์ จนมีคุณลักษณะเหมาะสมสำหรับใช้ในอุตสาหกรรมยา อาหาร บุหรี่ วัตถุระเบิด และอุตสาหกรรมอื่น ๆ

3. ชั้นคุณภาพ

- 3.1 กลีเซอรินบริสุทธิ์ แบ่งออกเป็น 4 ^๕ชั้นคุณภาพ คือ

3.1.1 ^๕ชั้นคุณภาพเคมี (chemical grade)

3.1.2 ^๕ชั้นคุณภาพไดนาไมต์ (dynamite grade)

3.1.3 ^๕ชั้นคุณภาพอุตสาหกรรม (technical grade)

3.1.4 ^๕ชั้นคุณภาพยา (pharmaceutical grade)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. ลักษณะบ่งเอกลักษณะ

4.1 ลักษณะบ่งความเป็นกลีเซอริน

เมื่อทดสอบตามข้อ 9.2 แล้ว ช่วงความยาวคลื่นและลักษณะสเปกตรัมที่สำคัญของกลีเซอริน ต้องเป็นไปตามตารางที่ 1 ซึ่งมีตัวอย่างสเปกตรัมของกลีเซอรินดังรูปที่ 1

ตารางที่ 1 ช่วงความยาวคลื่นและลักษณะสเปกตรัมที่สำคัญของกลีเซอริน

(ข้อ 4.1 และข้อ 9.2.2)

ช่วงความยาวคลื่น ไมโครเมตร	ลักษณะสเปกตรัม
2.7 ถึง 3.3	แถบกว้างที่มีความเข้มสูง
3.4 (ค่าประมาณ)	พีกกว้างที่แยกเป็นคู่
6.1 (ค่าประมาณ)	ปรากฏพีก
6.7 ถึง 8.3	ปรากฏแถบกว้างในย่านนี้
7.1 7.6 และ 8.2 (ค่าประมาณ)	ปรากฏพีก
9.0 9.6 10.1 10.9 และ 11.8 (ค่าประมาณ)	พีกที่มีความเข้มสูง

หมายเหตุ กลีเซอรินบริสุทธิ์ ที่มีปริมาณน้ำน้อย อาจปรากฏพีกไม่ชัดเจนที่ความยาวคลื่น 6.1 ไมโครเมตร

5. คุณลักษณะที่ต้องการ

5.1 ลักษณะทั่วไป

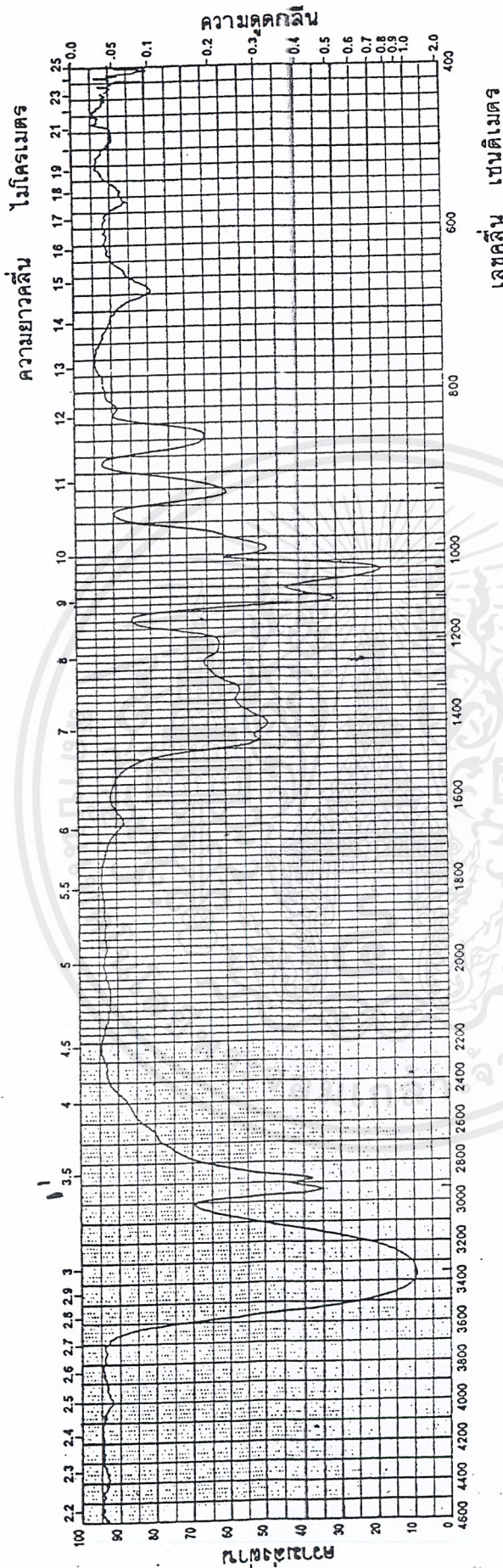
ต้องเป็นของเหลวขุ่น และปราศจากสิ่งแปลกปลอมที่มองเห็นได้

การทดสอบให้ทำโดยการตรวจพินิจ

5.2 คุณลักษณะทางฟิสิกส์และทางเคมี

ต้องเป็นไปตามตารางที่ 2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 1 ตัวอย่างสเปกตรัมของกลีเซอริน

(ข้อ 4.1)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2 คุณลักษณะทางฟิสิกส์และทางเคมี

(ข้อ 5.2)

รายการ ที่	คุณลักษณะ	เกณฑ์กำหนด				วิธีทดสอบ
		ชั้นคุณภาพ เคมี	ชั้นคุณภาพ ไดนาไมต์	ชั้นคุณภาพ อุตสาหกรรม	ชั้นคุณภาพ ยา	
1	ค่าของสีจากโพลีบอนด์สเกลเซลล์ ขนาด 113 มิลลิเมตร ไม่เกิน กัลิน	-	(5.0Y+1.2R) ต้องไม่มกลิน	(5.0Y+1.2R) ต้องไม่มกลิน	(5.0Y+1.2R) ต้องไม่มกลิน	BS 2621-5 BS 5711 : Part 19
2	กลีเซอริน ร้อยละโดยน้ำหนัก ไม่น้อยกว่า	99.0	99.0	99.0	95.0	BS 5711 : Part 3 ISO 2099
3	ความหนาแน่นสัมพัทธ์	1.261 ถึง 1.264	1.261 ถึง 1.264	1.261 ถึง 1.264	-	
4	- ที่อุณหภูมิ 20/20 องศาเซลเซียส - ที่อุณหภูมิ 25/25 องศาเซลเซียส ไม่น้อยกว่า	-	-	-	1.249	
5	ความเป็นต่างหรือความเป็นกรด มิลลิอีควิวาเลนต์ต่อ 100 กรัม ไม่เกิน	0.064	0.32	0.32	-	BS 5711 : Part 5

ตารางที่ 2 คุณลักษณะทางฟิสิกส์และทางเคมี (ต่อ)

รายการ ที่	คุณลักษณะ	เกณฑ์กำหนด				วิธีทดสอบ
		ชั้นคุณภาพ เคมี	ชั้นคุณภาพ โตนานิต	ชั้นคุณภาพ อุตสาหกรรม	ชั้นคุณภาพ ยา	
6	เก๊าะลเพท มลลลกรั้มต่อกลลลกรั้ม ไม้เก็น	0.010	0.010	0.010	0.01	ISO 1616
7	สาร์หนุ มลลลกรั้มต่อกลลลกรั้ม ไม้เก็น	2.0	-	-	1.5	มก. 1281
8	ตะกั่ว มลลลกรั้มต่อกลลลกรั้ม ไม้เก็น	1.0	-	-	-	BS 2621-5
9	โลหะหนะทงทงทงทง (เทยเบ้ปะกะว)	5.0	-	-	5	BS 5711 : Part 15
10	มลลลกรั้มต่อกลลลกรั้ม ไม้เก็น	-	0.010	0.010	0.001	BS 5711 : Part 12
11	คลอไรด์ ร้อยละโดยน้ำหนัก ไม้เก็น	สารละลายที่ได้	-	-	-	BS 5711 : Part 13
12	ซึดจ้กัคปริมาเบคโลวไรด์ (chloride limit)	ต้องไม่ขุ่น	-	-	-	BS 5711 : Part 14
13	ซึดจ้กัคปริมาเบคโลวไรด์อีนทรีย์	สารละลายที่ได้	-	-	-	
13	สาร์ประกะบะคโลวรีน (ค่านะเบ้เบคโลวไรด์)	ต้องไม่ขุ่นกว่าสาร์ ละลายคณคณ	-	-	-	
14	ร้อยละโดยน้ำหนัก ไม้เก็น	-	-	-	0.003	USP
14	เหล็ก มลลลกรั้มต่อกลลลกรั้ม ไม้เก็น	-	-	2.0	-	BS 5711 : Part 16

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2 คุณลักษณะทางฟิสิกส์และทางเคมี (ต่อ)

รายการ ผู้ ที่	คุณลักษณะ	เกณฑ์กำหนด				วิธีทดสอบ
		ชั้นคุณภาพ เคมี	ชั้นคุณภาพ 1 คนาไมต์	ชั้นคุณภาพ อุตสาหกรรม	ชั้นคุณภาพ ยา	
15	ขี้ลเเท ร้อยละโดยน้ำหนัก ไม่เกิน	-	-	0.002	USP	
16	น้ำตาล	ต้องไม่พบ	-	-	BS 5711 : Part 18	
17	ขี้ดง่ากัศปริมณสารรีติวซ์	สีของสารละลาย ต้องไม่เข้มกว่า สีของสารละลาย มาตรฐาน	สีของสารละลาย ต้องไม่เข้มกว่า สีของสารละลาย มาตรฐาน	-	BS 5711 : Part 20	
18	สะพอนิเพิเคชั่นคิวเวเลนต์	0.64	0.64	-	BS 5711 : Part 21	
19	มิลลิวคิวเวเลนต์ต่อ 100 กรัม ไม่เกิน กรดไขมันและเอสเทอร์	-	-	ทำปฏิกิริยาพอดกับ สารละลายโซเดียม ไฮดรอกไซด์ 0.5 โมลต่อลูกบาศก์เดซี เมตร ไม่เกิน 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร	USP	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6. การบรรจุ

- 6.1 ให้บรรจุกลีเซอรินเมริสูทึในภาชนะบรรจุที่เหมาะสม สะอาดแห้ง และปิดได้สนิท
- 6.2 หากมิได้ตกลงกันเป็นอย่างอื่น น้ำหนักสุทธิของกลีเซอรินเมริสูทึในแต่ละภาชนะบรรจุต้องไม่น้อยกว่า 250 กิโลกรัม

7. เครื่องหมายและฉลาก

- 7.1 ที่ภาชนะบรรจุกลีเซอรินเมริสูทึทุกหน่วย อย่างน้อยต้องมีเลข อักษร หรือเครื่องหมายแจ้งรายละเอียดต่อไปนี้ให้เห็นได้ง่าย ชัดเจน
 - (1) คำว่า "กลีเซอรินเมริสูทึ"
 - (2) ชั้นคุณภาพ
 - (3) น้ำหนักสุทธิ เป็นกิโลกรัม
 - (4) เดือน ปีที่ทำ และ/หรือรหัสรุ่นที่ทำ
 - (5) ชื่อผู้ทำหรือโรงงานที่ทำ หรือเครื่องหมายการค้าที่จดทะเบียนในกรณีที่ใช้ภาษาต่างประเทศ ต้องมีความหมายตรงกับภาษาไทยที่กำหนดไว้ข้างต้น
- 7.2 ผู้ผลิตผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมที่เป็นไปตามมาตรฐานนี้ จะแสดงเครื่องหมายมาตรฐานกับผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนั้นได้ ต่อเมื่อได้รับใบอนุญาตจากคณะกรรมการมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมแล้ว

8. การชักตัวอย่างและเกณฑ์ตัดสิน

- 8.1 รุ่น ในที่นี้ หมายถึง กลีเซอรินเมริสูทึชั้นคุณภาพเดียวกัน บรรจุในภาชนะบรรจุชนิดและขนาดเดียวกัน ที่ทำหรือส่งมอบหรือซื้อขายในระยะเวลาเดียวกัน
- 8.2 การชักตัวอย่างและการยอมรับ ให้เป็นไปตามแผนการชักตัวอย่างที่กำหนดต่อไปนี้ หรืออาจใช้แผนการชักตัวอย่างอื่นที่เทียบเท่ากันทางวิชาการกับแผนที่กำหนดไว้
 - 8.2.1 การชักตัวอย่างและการยอมรับสำหรับการทดสอบการบรรจุ และเครื่องหมายและฉลาก
 - 8.2.1.1 ให้ชักตัวอย่างโดยวิธีสุ่มจากรุ่นเดียวกันตามจำนวนที่กำหนดในตารางที่ 3
 - 8.2.1.2 จำนวนตัวอย่างที่ไม่เป็นไปตามข้อ 6. และข้อ 7. ในแต่ละรายการ ต้องไม่เกินเลขจำนวนที่ยอมรับที่กำหนดในตารางที่ 3 จึงจะถือว่ากลีเซอรินเมริสูทึรุ่นนั้นเป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3 แผนการซักร้อย่างสำหรับการทดสอบการบรรจุ และเครื่องหมายและฉลาก

(ข้อ 8.2.1)

ขนาดรุ่น หน่วยภาชนะบรรจุ	ขนาดตัวอย่าง หน่วยภาชนะบรรจุ	เลขจำนวนที่ยอมรับ
ไม่เกิน 50	2	0
51 ถึง 90	8	1
91 ถึง 150	13	2
เกิน 150	20	3

8.2.2 การซักร้อย่างและการยอมรับสำหรับการทดสอบคุณลักษณะที่ต้องการ

8.2.2.1 ให้ใช้ตัวอย่างจากข้อ 8.2.1 โดยใช้เครื่องมือที่เหมาะสมซักร้อย่างจากแต่ละภาชนะบรรจุในปริมาณเท่า ๆ กัน นำมาผสมกันให้ได้ปริมาตรรวมไม่น้อยกว่า 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร เก็บไว้ในภาชนะที่กันความชื้นได้ ในการซักร้อย่างและการเก็บรักษาตัวอย่างต้องทำอย่างรวดเร็วและระมัดระวัง โดยให้สัมผัสกับอากาศน้อยที่สุด เพราะกลีเซอรินบริสุทธิ์ดูดความชื้นจากอากาศได้ง่าย

8.2.2.2 ตัวอย่างต้องเป็นไปตามข้อ 5. หุกรายการ จึงจะถือว่ากลีเซอรินบริสุทธิ์รุ่นนั้นเป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนด

8.3 เกณฑ์ตัดสิน

ตัวอย่างกลีเซอรินบริสุทธิ์ต้องเป็นไปตามข้อ 8.2.1.2 และข้อ 8.2.2.2 ทุกข้อ จึงจะถือว่ากลีเซอรินบริสุทธิ์รุ่นนั้นเป็นไปตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้

9. การทดสอบ

9.1 ข้อกำหนดทั่วไป

9.1.1 ให้ใช้วิธีทดสอบที่กำหนดในมาตรฐานนี้ หรือวิธีอื่นใดที่ให้ผลเทียบเท่า ในกรณีที่มีข้อโต้แย้ง ให้ใช้วิธีที่กำหนดในมาตรฐานนี้

9.1.2 หากมิได้กำหนดไว้เป็นอย่างอื่น น้ำกลั่นและสารเคมีที่ใช้ต้องมีความบริสุทธิ์เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

9.2 การทดสอบลักษณะบ่งเอกลักษณ์

9.2.1 เครื่องมือ

อินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

9.2.2 วิธีทดสอบ

หยดตัวอย่างลงบนแผ่นเซลล์ ทำตัวอย่างให้เป็นฟิล์มบาง ๆ ทดสอบด้วยอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ แล้วตรวจสอบลักษณะสเปกตรัมที่ได้ตามตารางที่ 1



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ง
มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กลีเซอร์นดิบ
มอก. 336-2523



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กลีเซอรินดิบ

1. ขอบข่าย

1.1 มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้กำหนด ชนิด คุณสมบัติที่
ต้องการ การบรรจุ การทำเครื่องหมายและฉลาก การชักตัวอย่าง
และเกณฑ์ตัดสิน และการวิเคราะห์กลีเซอรินดิบ

2. บทนิยาม

ความหมายของคำที่ใช้ในมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ มีดัง
ต่อไปนี้

2.1 กลีเซอริน หมายถึง สารจำพวกโพลีไฮดรอกซิดิกแอลกอฮอล์ (polyhydric
alcohol) ที่มีสูตร $C_3H_8O_3$ มีชื่อทางเคมีว่า 1, 2, 3 - โพรเพน
ไตรอล (1, 2, 3 - propanetriol) หรือเรียกอีกชื่อหนึ่งว่า
กลีเซอรอล (glycerol)

2.2 กลีเซอรินดิบ (crude glycerine) หมายถึง กลีเซอรินที่ยังไม่ได้
ผ่านกรรมวิธีทำให้บริสุทธิ์

2.3 กลีเซอรินดิบจากอุตสาหกรรมสบู่ (soap lye crude glycerine)
หมายถึง กลีเซอรินดิบที่เตรียมได้โดยการระเหยสารละลายกลี-
เซอรินจากอุตสาหกรรมทำสบู่ ที่ได้ผ่านกรรมวิธีจัดไขมันและ
สีออกแล้ว

2.4 กลีเซอรินดิบจากการแยกตัวของไขมัน (hydrolyser or saponifi-
cation crude glycerine) หมายถึง กลีเซอรินดิบที่เตรียมได้
โดยการระเหยสวิตวอเตอร์ (sweet water) ที่ได้จากการแยกตัว



ของใหม่เมื่อเพิ่มความเร็ว หรือเมื่อตัวเร่งปฏิกิริยา (hydrolysis) ของใหม่เมื่อเพิ่มความเร็ว หรือเมื่อตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst)

3. ชนิด

3.1 กัดเซอรันดิบ แบ่งออกเป็น 2 ชนิด คือ

3.1.1 กัดเซอรันดิบจากอุตสาหกรรมปูน

3.1.2 กัดเซอรันดิบจากการแยกตัวของไขมัน

4. คุณลักษณะที่ต้องการ

4.1 กัดเซอรันดิบ เป็นของเหลวข้นหนืดลักษณะทางเคมี เป็นไป ตามตารางที่ 1

ตารางที่ 1 คุณลักษณะทางเคมีของกัดเซอรันดิบ (ข้อ 4.1)

รายการที่	คุณลักษณะที่ต้องการ	เกณฑ์ที่กำหนด		วิธีวิเคราะห์ตาม
		กัดเซอรันดิบจากอุตสาหกรรมปูน	กัดเซอรันดิบจากการแยกตัวของไขมัน	
1	ปริมาณกัดเซอรันดิบ ร้อยละของน้ำหนัก ไม่น้อยกว่า	80.0	88.0	แยก ก.
2	ปริมาณแฉะ ร้อยละของน้ำหนัก ไม่เกิน	10.0	1.0	แยก ข.
3	ปริมาณแฉะ ร้อยละของน้ำหนัก ไม่เกิน	10.0	—	แยก ค.
4	ปริมาณสารอินทรีย์ที่ไม่ใช่กัดเซอรันดิบ ร้อยละของน้ำหนัก ไม่เกิน	2.5	1.5	แยก ง.
5	ปริมาณสารอินทรีย์ที่ไม่ใช่กัดเซอรันดิบ ร้อยละของน้ำหนัก ไม่เกิน	2.5	1.5	แยก จ.
6	ปริมาณอาร์เซนิก คำนวณเป็น As มลิตกิโลกรัมต่อกิโลกรัม ไม่เกิน	2.0	2.0	แยก ฉ.
7	ปริมาณ 1, 3-ไดรอปโนไดออกไซด์ ร้อยละของน้ำหนัก ไม่เกิน	0.5	0.5	แยก ช.
8	ปริมาณซัลเฟอร์ ร้อยละของน้ำหนัก ไม่เกิน	0.5	ต้องไม่เกิน	แยก ซ.

5. การบรรจุ

5.1 ต้องบรรจุกัดเซอรันดิบในภาชนะที่สะอาด แห้ง และมีฝาปิดสนิทอากาศเข้าไปไม่ได้

6. การทำเครื่องหมายและฉลาก

6.1 ภาชนะบรรจุกัดเซอรันดิบทุกหน่วยอย่างน้อยต้องมี เลข อักษร หรือเครื่องหมายแสดงข้อความต่อไปนี้ ให้เห็นได้ง่าย และชัดเจน

- (1) คำว่า "กัดเซอรันดิบ"
- (2) ชนิด
- (3) นามบริษัทผู้บรรจุ
- (4) ชื่อผู้ทำ หรือโรงงานที่ทำหรือเครื่องหมายการค้า หรือชื่อผู้บรรจุ หรือผู้จำหน่าย
- (5) วัสดุของรุ่นและวันเดือนปีที่ทำ

ในกรณีที่ใช้ภาษาต่างประเทศ ต้องมีความหมายตรงกับภาษาไทยที่กำหนดไว้

6.2 ผู้ทำผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมที่เป็นไปตามมาตรฐาน จะแสดงเครื่องหมายมาตรฐานกับผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนั้นได้ ต่อเมื่อได้รับใบอนุญาตจากคณะกรรมการมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมแล้ว

7. การจัดทำอย่างและเกณฑ์ตัดสิน

7.1 รุ่น หมายถึง กัดเซอรันชนิดเดียวกัน ที่ทำโดยกรรมวิธีเดียวกัน หรือเพื่อส่งออกจำหน่ายในคราวเดียวกัน

7.2 หากมีได้มีการตกลงกันเป็นอย่างอื่น การชักตัวอย่างที่โรงงานที่
 ทำ เพื่อการตรวจสอบเกี่ยวข้องกับควมเรียบร้อยของภาชนะบรรจุ
 จดาก และนำหนักสุทธิ ให้ชักตัวอย่างจากแต่ละรุ่น โดยมีขนาด
 ตัวอย่างและวิธีการชักตัวอย่างเป็นไปตามกำหนด ดังนี้

7.2.1 ขนาดตัวอย่าง

ให้ชักตัวอย่างก่ลเซอรัน โดยวิธีสุ่มตามจำนวนที่กำหนดไว้
 ในแผนการชักตัวอย่างตารางที่ 2

7.2.2 เลขจำนวนที่ยอมรับ หมายถึง จำนวนสูงสุดของผลิตภัณฑ์ที่
 บกพร่องในตัวอย่งที่ยอมรับเพื่อพิจารณาปริมาณรับรุ่นนั้นในใ
 ตารางที่ 2 แผนการชักตัวอย่างเพื่อตรวจสอบความเรียบร้อย

(ข้อ 7.2.1)

ขนาดรุ่น หน่วยภาชนะบรรจุ	ขนาดตัวอย่าง หน่วยภาชนะบรรจุ	เลขจำนวนที่ยอมรับ หน่วยภาชนะบรรจุ
ไม่เกิน 90	3	0
91 ถึง 280	13	1
281 ถึง 500	20	2
501 ถึง 1 200	32	3
1 201 ถึง 3 200	50	5
3 201 ถึง 10 000	80	7
10 001 ขึ้นไป	125	10

7.2.3 เกณฑ์ตัดสิน

เมื่อตรวจสอบความเรียบร้อยของภาชนะบรรจุ จดากและ
 นำหนักสุทธิแล้วพบว่าจำนวนผลิตภัณฑ์บกพร่องมากกว่า
 เลขจำนวนที่ยอมรับในตารางที่ 2 ให้ถือว่าผลิตภัณฑ์รุ่น
 นั้นไม่เป็นไปตามมาตรฐาน

7.3 การชักตัวอย่างเพื่อการตรวจสอบคุณลักษณะทางเคมี ให้ชัก
 ตัวอย่างโดยวิธีสุ่มจากแต่ละรุ่น ขนาดตัวอย่างให้เป็นไปตาม
 ตารางที่ 3

ตารางที่ 3 แผนการชักตัวอย่างเพื่อตรวจสอบคุณลักษณะทางเคมี

(ข้อ 7.3)

ขนาดรุ่น หน่วยภาชนะบรรจุ	ขนาดตัวอย่าง หน่วยภาชนะบรรจุ
1	1
2 ถึง 275	2
276 ถึง 545	3
546 ถึง 900	4
901 ถึง 1 345	5
1 346 ถึง 1 875	6
1 876 ถึง 2 500	7

หมายเหตุ ขนาดตัวอย่างต่ำรับรุ่นที่เกิน 2 500 หน่วยภาชนะบรรจุ
 กำหนดได้จากสูตรต่อไปนี้

$$n = 0.15\sqrt{N}$$

เมื่อ n คือ ขนาดตัวอย่าง
 N คือ ขนาดรุ่น

7.3.1 เมื่อกตัวอย่างงานใดขนาดตัวอย่างตามตารางที่ 3 แล้ว ให้
 แบ่งก่ลเซอรันออกมตัวอย่างละ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร ให้
 แยกไว้ในภาชนะที่สะอาดและแห้ง ในกรณีขนาดบรรจุ
 น้อยกว่า 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร ให้นำมาทางภาชนะบรรจุจรม
 ปริมาตรรวมกันครบ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร แล้วนับที่วัน
 เดือน ปี และรุ่นที่ชักตัวอย่าง

ผนวก ก.

การวิเคราะห์หาปริมาณคลอรีน (ตารางที่ 1)

ก.1 เครื่องมือ

ก.1.1 บุรีต ขนาด 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ที่มีขีดบอกปริมาตร

ทุก ๆ 0.1 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ก.1.2 เบนส์ชย สำหรับช่วยในการอ่านปริมาตรจากบุรีตให้อ่านได้ถึง 0.01 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ก.1.3 บิเปตขนาด 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งมีเกณฑ์ความกลาดเคลื่อนได้ไม่เกิน 0.04 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ก.1.4 เครื่องกวนไฟฟ้าที่มีใบพัดทำด้วยแก้วและปรับความเร็วได้ หรือเครื่องกวนแบบใช้แม่เหล็ก (magnetic stirrer)

ก.1.5 เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter) พร้อมด้วยอิเล็กโตรดแก้ว (glass electrode)

ก.1.6 บิเปตสำหรับชั่ง หรือชั่งตวง

ก.2 สารเคมี สารละลาย และวิธีเตรียม

ก.2.1 โปตัสเซียมไฮโดรเจนทาเลต (potassium hydrogen phthalate) ที่แห้ง และมีคุณภาพใช้ทำบัฟเฟอร์ (buffer) ได้

ก.2.2 สารละลายโซเดียมเปอร์ไอโอดेट (sodium periodate) ละลายโซเดียมเปอร์ไอโอดेट 60 กรัม ในน้ำกลั่น 500

ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดซัลฟูริกความเข้มข้น 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร จำนวน 120 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้ว

มอก. ๓๓๖-๒๕๒๓

7.3.2 เกณฑ์ตัดสิน

ถ้าคลอรีนแต่ละตัวอย่างที่นำมาตรวจสอบ และวิเคราะห์แล้ว มีรายการรายการหนึ่งไม่เป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนดไว้ในข้อ 4. ให้ถือว่าผลดังกล่าวไม่นับเป็นไปตามมาตรฐาน

8. การวิเคราะห์

8.1 ให้วิเคราะห์คุณลักษณะที่ต้องการทางเคมีของตัวอย่างตามที่กำหนดไว้ในตารางที่ 1 เมื่อผลการวิเคราะห์เป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนดไว้ในตารางนี้จะถือว่าคลอรีนตัวอย่างมีคุณลักษณะเป็นไปตามมาตรฐาน

8.2 หากดินและสารเคมีที่ใช้ ต้องมีความบริสุทธิ์ เหมาะสำหรับการใช้ในห้องปฏิบัติการวิทยาศาสตร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เติมน้ำหนักจนมีปริมาตร 1 000 ลูกบาศก์เซนติเมตร ละลายโซเดียมเปอร์ไอโอเดต โดยไม่ต้องใช้ความร้อน ถ้าสารละลายอยู่ในที่กรองด้วยซินเตอร์กลาสคริสตัลลิตที่มีขนาดช่อง 15 ถึง 40 ไมโครเมตร ถ่ายใส่ขวดสีน้ำตาลพร้อมจุดแก้วปิดสนิท แล้วเก็บไว้ในที่มืด

ก.2.3 สารละลายเอทานไดออล (ethanediol) ผสมเอทานไดออลที่เป็นกลางและปราศจากกลีเซอริน 1 ส่วน กับน้ำกลั่น 1 ส่วน

ก.2.4 สารละลายมาตรฐานบัพเฟออร์ ดำหรับเทียบมาตรฐานกับเครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง ซึ่งไปตัดซีเอ็มไฮโดรเจนทาเดต จากข้อ ก.2.1 จำนวน 10.21 กรัม ถ่ายใส่ขวดแก้ว ปริมาตรเต็มจำนวนมีปริมาตรครบ 1 000 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วถ่ายใส่ละลาย สารละลายนี้จะมีความเป็นกรด-ด่าง 4.0 ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส

ก.2.5 สารละลายเบสทรูเนียนไฮเดียมไฮดรอกไซด์ที่ปราศจากการบอเนต (carbonate free sodium hydroxide) ความเข้มข้น 0.125 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร วิธีเตรียมตามผนวก ฉ.

ก.2.6 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ก.2.7 สารละลายกรดซัลฟูริก ความเข้มข้นประมาณ 0.1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ก.2.8 โบรโมไทมอลอบลูอินดิเคเตอร์ (bromothymol blue indicator) ละลายโบรโมไทมอลอบลูที่แห้ง 0.1 กรัม ในสารละลายไฮไซเด็มไฮดรอกไซด์ 0.01 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร จำนวน 16 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยการบดในโกร่ง ถ่ายใส่ขวดแก้ว ปริมาตร เต็มจำนวนมีปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วถ่ายใส่ให้เท่ากัน

ก.3 วิธีเตรียมตัวอย่าง อุณหภูมิแล้วทำให้เขย่าก่อนนำมาวิเคราะห์ และให้ระวังการดูดซึมน้ำและการสูญเสียของตัวอย่างด้วย

ก.4 วิธีวิเคราะห์ ก.4.1 ซึ่งตัวอย่าง มีไปบดสำหรับชั่ง หรือ ขวดชั่ง ให้ได้น้ำหนัก ระหว่าง $\frac{41 \pm 9}{P}$ กรัม เมื่อ P คือค่าร้อยละของปริมาณกลีเซอรินที่คาดว่าจะมีในตัวอย่าง แต่ถ้าไม่ทราบปริมาณกลีเซอริน ให้คำนวณจากค่า P เท่ากับ 100 ก่อน แล้วหลังจากได้ผลการวิเคราะห์ ก็จึงเลือกขนาดตัวอย่างที่เหมาะสมต่อไป

ก.4.2 ถ่ายตัวอย่างลงในเบเกอร์ เต็มน้ำหนักจนมีปริมาตรประมาณ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร หยดโบรโมไทมอลอบลูอินดิเคเตอร์ 5 ถึง 7 หยด แล้วทำให้เป็นกรดด้วยสารละลายกรดซัลฟูริก 0.1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

หมายเหตุ ถ้ากลีเซอรินที่มีภาววิเคราะห์มีความเป็นด่างที่เกิดจากกลีเซอริน-แบคคาโนลเป็น Na2O (ตามผนวก จ.) มากกว่าร้อยละ 0.1 ให้เติมสารละลายกรดซัลฟูริก 0.1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร จนมีความเป็นกรด-ด่างไม่เกิน 3.0 ตมให้ตัดตัวอย่างให้เป็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วจึงทำให้เป็นกลางด้วยสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร โดยใช้โบรโมไทมอลอบลูเป็นอินดิเคเตอร์

สำหรับสารละลายตัวอย่าง แถวบันทึกปริมาณสารละลาย
มาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เทจากบูเรต ให้ละเอียด
ถึง 0.01 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ก.5 วิธีคำนวณ

$$\text{ปริมาณกลีเซอริน ร้อยละของน้ำหนัก} = \frac{9.209 \times N(T_1 - T_2)}{W}$$

เมื่อ N คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโซเดียม
ไฮดรอกไซด์ซึ่งเท่ากับ 0.125 โมลต่อลูกบาศก์
เซนติเมตร

T₁ คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอก-
ไซด์ที่ไฮดริเทรตกับตัวอย่าง เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

T₂ คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอก-
ไซด์ที่ไฮดริเทรตกับเบลงก์ เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

W คือ น้ำหนักของตัวอย่างทำมาวิเคราะห์ เป็นกรัม

ก.4.2 ทำสารละลายให้เป็นกลางด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอก-
ไซด์ 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เซนติเมตร อย่างระมัดระวังงานใ
สารละลายที่ซึ่งไม่มีสิ่งเจือปนอยู่เลย ถ้าสิ่งของสารละลาย
ไม่รวมการเปลี่ยนแปลงสีของอินดิเคเตอร์ หรือในตัวอย่างมี
สารที่เป็นบัพเฟออร์อยู่มาก ให้วัดด้วยเครื่องวัดความเป็น
กรด-ด่าง แล้วปรับความเป็นกรด-ด่างให้ 8.1 ± 0.1

ก.4.4 ทำเบลงก์โดยใช้ขนาด 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร แทน
ตัวอย่างแล้วปฏิบัติเช่นเดียวกับข้อ ก.4.2 และข้อ ก.4.3
โดยใช้อินดิเคเตอร์ปรับความเป็นกรด-ด่างก่อนที่จะเติมสาร
ละลายโซเดียมเปอร์ไอโอดेट

ก.4.5 ใช้ปิเปตดูดสารละลายโซเดียมเปอร์ไอโอดेटมากรังละ 50
ลูกบาศก์เซนติเมตร ใสลงในสารละลายตัวอย่างและเบลงก์
แก้วบีกเกอร์เบา ๆ แล้วปิดด้วยกระดาษทึบสีฟ้าในท
มืดที่อุณหภูมิห้อง (ไม่เกิน 35 องศาเซลเซียส) เป็นเวลา
30 นาที เติมสารละลายไอโอดีน 10 ลูกบาศก์เซนติ-
เมตร แก้วบีกเกอร์เบา ๆ แล้วตั้งทิ้งไว้ในที่มืดอุณหภูมิ
ห้องเป็นเวลา 20 นาที

ก.4.6 เติมขนาดนั้นที่มีปริมาตรประมาณ 300 ลูกบาศก์เซนติเมตร
นำไปติเตรตกับสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์
(0.125 โมลต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) โดยใช้เครื่องวัดความ
เป็นกรด-ด่างช่วยในการหาจุดยุติ (end point) ซึ่งมีความ
เป็นกรด-ด่าง 6.5 ± 0.1 สำหรับเบลงก์ และ 8.1 ± 0.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผนวก ค.
การวิเคราะห์หยาบปริมาณ
(ตารางที่ 1)

ผนวก ข.
การวิเคราะห์หยาบปริมาณ
(ตารางที่ 1)

- ค.1 เครื่องมือ ประกอบด้วย
- ค.1.1 ขวดติเตรต (titration vessel) ประกอบด้วยขวดแก้วรูปกรวยขนาดความจุ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ที่คอขวดมีองก์ความชันไว้ด้วยหลอดบรรจุคลัตช์แบบกลอโรตหรือสารดูดความชื้นชนิดอื่น เช่นขบปลายเรซินลงไปในช่วงยาวพอสมควร และมีนิกเกิล-โครมอีเล็กโทรด (nickel-chrome electrodes) หรือแพลตินัมอีเล็กโทรด (platinum electrode) สองเส้น เชื่อมผ่านลูกขวดติดลงไปเกือบถึงก้นขวด
- ค.1.2 บุรีต ขนาด 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ที่มีจุดบอกปริมาตร ทุก ๆ 0.1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ที่ปลายอีกข้างหนึ่งป้องกันความชื้นด้วยหลอดบรรจุสารดูดความชื้น
- ค.1.3 ภาชนะบรรจุรีโอเจนต์ (reagent reservoir) ต่อกับบุรีต และป้องกันความชื้นด้วยขวดทรงสูงที่บรรจุสารดูดความชื้น
- ค.1.4 วงจรไฟฟ้าของเครื่องวัดจุดยุติ (end-point detector) ดังในรูปที่ ค.3 ประกอบด้วยเบตเตอร์แท่ง ตัวต้านทานไฟฟ้า และมาตรวัดกระแสไฟฟ้า
- ค.1.5 เครื่องคนแบบใช้แม่เหล็ก ที่มีแท่งคนยาวประมาณ 18 มิลลิเมตร เคลือบด้วยโพลีทีน (polythene) หรือเครื่องมือนที่เทียบเท่า

- ข.1 เครื่องมือ
- ข.1.1 ขามปลาดิน หรือขามกระเบื้อง (porcelain) ดิกประมาณ 25 มิลลิเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางที่ปากขามและก้นขามประมาณ 75 มิลลิเมตร และ 63 มิลลิเมตรตามลำดับ
- ข.2 วิธีวิเคราะห์
- นำตัวอย่างที่กลั่นหรือสกัดจากอุตสาหกรรมปริมาณ 2 กรัม หรือตัวอย่างกัลซีอรัมดิบจากการแยกตัวของไขมันประมาณ 5 กรัม ได้ในขามปลาดิน หรือขามกระเบื้อง ซึ่งให้ได้น้ำหนักที่แน่นอนแล้วนำไปละลายให้แห้งด้วยไฟอ่อน ๆ เผาต่อไปจนตัวอย่างไหมเป็นสีดำ นำตัวอย่างไปเผาต่อในเตาเผาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 นาที โดยไม่ให้อากาศถ่ายเทได้ ทั้งไว้เขียนในเตลิกเกเตอร์ แล้วชั่งน้ำหนัก
- ข.3 วิธีคำนวณ
- $$\text{ปริมาณธา ร้อยละของน้ำหนั ก} = \frac{100 W_1}{W}$$
- เมื่อ W_1 คือ น้ำหนักของธาที่ขังได้ เป็นกรัม
 W คือ น้ำหนักตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ เป็นกรัม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ค.2 สารละลายและวิธีเตรียม

ก.2.1 โซเดียมอะซิเตตไตรไฮเดรต (sodium acetate trihydrate)

ที่ทราบปริมาณ (ประมาณร้อยละ 39) โดยนำไปอบจนได้น้ำหนักคงที่ที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส

ค.2.2 คาร์ลฟีชเชอร์รีเอเจนต์ (Karl Fischer reagent)

ที่มีปริมาณน้ำสัมมูล (water equivalent) อยู่ระหว่าง 0.003 ถึง 0.004 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เตรียมได้จากสารเคมีต่อไปนี้

- (1) อันไฮดรัสเมทานอล (anhydrous methanol)
- (2) พิริดีน (pyridine)
- (3) ไอโอดีน (iodine)
- (4) ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (sulphur dioxide)

นำเมทานอลมา 800 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในขวดแก้วรูปกรวยที่แห้งขนาด 2 ลูกบาศก์เดซิเมตร ปิดด้วยลูกยางที่มี 2 รู ซึ่งเสียบท่อน้ำก๊าซลงไปเกือบถึงก้นขวด เติมไอโอดีน 90 กรัม เข้าในก๊าซภายในขวด เติมพิริดีน 142 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำเกรงม้อที่จัดไว้ที่งบนคนใบงน้ำหนัก ผ่านก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ลงไปเมของผสมในขวดโดยเขาเป็นบางครั้ง จนน้ำหนักทั้งหมดที่ชั่งได้เพิ่มจนจากเดิม 40 กรัม ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่ระเหยออกไปให้จับไว้ด้วยขวดบรรจุอันไฮดรัสเมทานอล ตั้งของผสมนี้ทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วถ่ายใส่ภาชนะในข้อ ค.1.3

คาร์ลฟีชเชอร์รีเอเจนต์ ที่เตรียมได้นจะมีปริมาณน้ำสัมมูลประมาณ 0.003 5 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ก.2.2.1 วิธีทำน้ำสัมมูลของคาร์ลฟีชเชอร์รีเอเจนต์

ซึ่งโซเดียมอะซิเตตไตรไฮเดรตที่ได้น้ำหนักที่แน่นอน 0.3 ถึง 0.4 กรัม ได้ขวดที่เตรียบแห้งแล้วที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส ได้แห้งจนเมเหล็กกลงไปแล้วนำไปตอกกับบุรตที่บรรจุคาร์ลฟีชเชอร์รีเอเจนต์ ไซรเอเจนต์จากบุรตลงไปให้ท่วมอิเล็กโทรด (ประมาณ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร) เปิดเครื่องคน ปรับเกรงม้อวัดจุดยุติให้อ่านค่าได้ 0 ถึง 2 ไมโครอัมป์เร่ แล้วติเตรตต่อไปจนกระทั่งเมือหยดรีเอเจนต์ลงไป 1 หยด จะทำให้เข็มของเครื่องวัดจุดยุติเบนไปจนสุดสเกลและอยู่คงที่เป็นเวลา 20 วินาที คำนวณค่าน้ำสัมมูลเป็นกรของน้ำต่อลูกบาศก์เซนติเมตรของรีเอเจนต์ จากนั้นนำกรของ โซเดียมอะซิเตตและปริมาตรของคาร์ลฟีชเชอร์รีเอเจนต์ที่ใช

หมายเหตุ เมอติเตรตเร็วแล้วให้รีเอเจนต์ที่ก่อกใหม่เร่ลงในภาชนะบรรจุรีเอเจนต์ ก่อนใช้ครั้งต่อไปให้ล้างบรตด้วยรีเอเจนต์หลาย ๆ ครั้ง โดยการชุกรีเอเจนต์ขังไปใหม่เร่แล้วปล่อยให้ตกกลับลงมา แล้วล้างออกจากรีเอเจนต์ด้วยน้ำที่สะอาดขังโดยปล่อยให้รีเอเจนต์ไหลทิ้งไปเสียเลย

ก.3 วิธีวิเคราะห์

ชั่งตัวอย่างประมาณ 2 ถึง 3 กรัมในขวดติเตรต ได้แห้งแม่เหล็กกลงไปแล้ววิเคราะห์ต่อไปเช่นเดียวกับข้อ ค.2.2.1

ก.4 วิธีคำนวณ

ปริมาณน้ำ ร้อยละของน้ำหนัก = $\frac{100 \text{ EV}}{W}$

เมื่อ B คือ ค่าสัมมูลของการที่พีเอสเซอร์โรเจนต์ เป็นกรณีต่อ

ดูบาทกัเขตเดิมตร

V คือ ปริมาตรของคาร์ดิพีเอสเซอร์โรเจนต์ที่ใช้ เป็นลูก

ดูบาทกัเขตเดิมตร

W คือ น้ำหนักของตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ เป็นกรัม

หมายเหตุ ความแข็งในตัวอย่าง จะทำให้ผลการวิเคราะห์ปริมาณน้ำสูง

กว่าความเป็นจริงเมื่อวิเคราะห์พีเอสเซอร์โรเจนต์ ให้ค่า

ค่าเกินไปทีออก

คือ ค่าสัมมูลของความเป็นต่าง = 0.58 A

เมื่อ A คือ ความแข็งค่าตามวิธีในแบบ ก. ๕

ผนวก ๑.

การกำหนดปริมาณสารอินทรีย์ที่ไม่ใช่กลีเซอริน

(ตารางที่ 1)

๑.1 วิธีคำนวณ

ปริมาณสารอินทรีย์ที่ไม่ใช่กลีเซอริน (MONG) ร้อยละของน้ำหนัก

= $100 - (G+A+W)$

เมื่อ G คือ ค่าร้อยละของน้ำหนักของปริมาณกลีเซอรินที่ได้

จากผนวก ก.

A คือ ค่าร้อยละของน้ำหนักของปริมาณเต้าที่ได้จาก

ผนวก ข.

W คือ ค่าร้อยละของน้ำหนักของปริมาณน้ำที่ได้จาก

ผนวก ก.

หมายเหตุ MONG ต่อมาจาก Matter (Organic) Non-Glycerine

ผนวก จ.

การวิเคราะห์ทางปริมาณทางเคมีและวิธีการคำนวณทางสถิติวิธีที่
ที่ไม่ระบุ

(ตารางที่ 1)

จ.1 เครื่องมือ

- จ.1.1 ขวดแก้วปริมาตร ขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- จ.1.2 ปีเปต ขนาด 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- จ.1.3 ขามระเหย (evaporating dish) ดิก 125 มิลลิเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางที่ก้นขามประมาณ 625 มิลลิเมตร
- จ.1.4 ตู้อบที่สามารถควบคุมอุณหภูมิได้ที่ 160 องศาเซลเซียส ในขณะที่ยังอากาศเข้าไปด้วยอัตราประมาณ 21 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อเวลาที่ความดัน 48 กิโลปาสกาล

จ.2 สารละลาย

- จ.2.1 สารละลายกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร หรือ
- จ.2.2 สารละลายโซเดียมคาร์บอเนต ความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

จ.3 วิธีวิเคราะห์

- จ.3.1 ซึ่งตัวอย่าง 10 ± 0.05 กรัม ให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน ได้ในขวดแก้วปริมาตรแล้วเติมกรดอินทรีย์ (organic acid) ให้ปริมาณการบ่งกันการสูญเสียน้ำหนักที่แน่นอน และเมื่อเป็นการบ่งกันการสูญเสียน้ำหนักที่แน่นอน (คำนวณเป็น Na_2O) ให้ได้

ร้อยละ 0.2 โดยการเติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก หรือสารละลาย โซเดียมคาร์บอเนตปริมาตรที่เหมาะสม (ดูวิธีการคำนวณข้อ จ.3.2) และต้องระมัดระวังไม่ให้ความเป็นต่างเกินร้อยละ 0.2 เพราะจะทำให้เกิดโพลีกลีเซอริน (polyglycerine) ได้

หมายเหตุ ค่าร้อยละของความเป็นต่างทั้งหมดคำนวณเป็น Na_2O (ตามผนวก ก.) หมายถึง ผลรวมของค่าร้อยละของความเป็นต่างที่เกิดจากไฮดรอกไซด์อิสระคำนวณเป็น Na_2O (ตามผนวก ก.) และค่าร้อยละของความเป็นต่างที่เกิดจากคาร์บอเนตคำนวณเป็น Na_2O (ตามผนวก ก.)

จ.3.2 วิธีการคำนวณหาปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก หรือสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตที่เติมลงในตัวอย่าง

จ.3.2.1 ถ้าตัวอย่างเป็นต่าง และมีความเป็นต่างทั้งหมด คำนวณเป็น Na_2O มากกว่าร้อยละ 0.20 ให้เติมกรดไฮโดรคลอริก มีปริมาตร V_1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งคำนวณได้ดังนี้

$$V_1 = \frac{C+H}{0.31} - 0.65$$

จ.3.2.2 ถ้าตัวอย่างเป็นต่าง และมีความเป็นต่างทั้งหมดคำนวณเป็น Na_2O น้อยกว่าร้อยละ 0.20 ให้เติมสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตมีปริมาตร V_2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งคำนวณได้ดังนี้

$$V_2 = 0.65 - \frac{C + H}{0.31}$$

จ.3.2.3 ถ้าตัวอย่างเป็นกลาง ให้เติมสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต 0.65 ลูกบาศก์เซนติเมตร

จ.3.2.4 ถ้าตัวอย่างเป็นกรด ให้เติมสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต มีปริมาตร V_3 ลูกบาศก์เซนติเมตรซึ่งคำนวณได้จาก

$$V_3 = \frac{A}{0.31} + 0.65$$

เมื่อ A คือ ค่าร้อยละของความเป็นกรด ถ้าความเข้มข้นเท่ากับ Na_2O (ตามผนวก ญ.)

C คือ ค่าร้อยละของความเป็นด่างที่เกิดจากคาร์บอเนต ถ้าความเข้มข้นเป็น Na_2O (ตามผนวก ฐ.)

H คือ ค่าร้อยละของความเข้มข้นต่างที่เกิดจากไฮดรอกไซด์ที่คำนวณเป็น Na_2O (ตามผนวก ก.)

จ.3.3 เติมน้ำกลั่นในขวดแก้วปริมาตร (ข้อ จ.3.1) จนมีปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผสมให้เข้ากันแล้วเติมปดิวสารละลายมา 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในชามระเหยที่ซึ่งน้ำหนักไว้นี้แล้ว ถ้าเป็นกลีเซอรินดิบที่หนักของสารอินทรีย์ค่อนข้างสูง ให้ใส่สารละลายมาไม่น้อยกว่า 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยให้น้ำหนักของกากที่แห้งได้อยู่ระหว่าง

30 ถึง 40 มิลลิกรัม

จ.3.4 นำชามระเหยไปวางบนเครื่องอุ่นหรือตู้อบจนน้ำระเหยไปเกือบหมด แล้วระเหยต่อไปในตู้อบที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียสเป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง โดยวางชามระเหยไว้บนแผ่นใยหิน (asbestos) และให้กระแสเทอร์โมเตอร์อยู่ใกล้กับชามระเหย เพื่อป้องกันการเกิดโพไลเมอร์ไรเซชัน (polymerization) การเป่าอากาศเข้าไปในตู้อบและให้อากาศถ่ายเทได้ในขณะที่ทำการระเหย เมื่อสังเกตเห็นว่ามีไอออกมาจากตู้อบแล้ว ปิดเครื่องเป่า

อากาศ นำชามระเหยออกจากตู้อบ แล้วทิ้งไว้ให้เย็น 3.5 เด็มน้ำ 0.5 ถึง 1.0 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำในส่วนที่เหลืออยู่ในชามระเหยผสมเข้ากันแล้วนำไปวางบนเครื่องอุ่นจนน้ำระเหยหมด ทั้งนี้เพื่อป้องกันการกระเด็นของส่วนที่เหลือเมื่อนำไปอบ ซึ่งการระเหยนั้นจะใช้เวลาประมาณ 2 ถึง 3 ชั่วโมง

จ.3.6 นำส่วนที่เหลือไปอบที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมงทั้งนี้เช่น ปฏิบัติข้างในข้อ จ.3.3 อีกครั้งหนึ่ง แล้วนำมาอบครั้งที่สองเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทั้งให้เย็นในเดสิคเคเตอร์ที่มีกรดซัลฟูริกเป็นสารดูดความชื้นน้ำหนักแล้วทำเช่นงานหนักทั้งข้อ 2 ครั้งสุดท้ายต่างกันไปไม่เกิน 1 ถึง 1.5 มิลลิกรัม

จ.4 วิเคราะห์ปริมาณกากทั้งหมดที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส

จ.4.1 กรณีสั่งตัวอย่างเป็นด่าง และมีความเป็นด่างทั้งหมด กำหนด

เป็น Na_2O มากกว่าร้อยละ 0.20 ให้แยกวิธีคำนวณ ดังนี้

จ.4.1.1 เมื่อความแตกต่างที่เกิดจากการบอเนตคำนวณเป็น Na_2O น้อยกว่าร้อยละ 0.20 ส่วนที่เหลือถือความแตกต่างที่เกิดจากไฮดรอกไซด์

ปริมาณกากทั้งหมด = 100 (W - 0.0019V₁)
ร้อยละของน้ำหนัก

จ.4.1.2 เมื่อความแตกต่างที่เกิดจากการบอเนตอย่างเดียว

ปริมาณกากทั้งหมด = 100 (W - 0.0006V₁)
ร้อยละของน้ำหนัก

จ.4.1.3 เมื่อความแตกต่างที่เกิดจากการบอเนตคำนวณเป็น Na_2O มากกว่าร้อยละ 0.20 และมีความแตกต่างที่เกิดจากไฮดรอกไซด์ด้วย

ปริมาณกากทั้งหมด = 100 (W - 0.0018C - 0.0060H + 0.0004)
ร้อยละของน้ำหนัก

จ.4.2 กรณีที่ตัวอย่างเป็นต่าง และมีความเป็นต่างทั้งหมด คำนวณเป็น Na_2O น้อยกว่าร้อยละ 0.20

ปริมาณกากทั้งหมด = 100 (W - 0.0053V₂)
ร้อยละของน้ำหนัก

จ.4.3 กรณีที่ตัวอย่างเป็นกลาง

ปริมาณกากทั้งหมด = 100 (W - 0.0034)
ร้อยละของน้ำหนัก

จ.4.4 กรณีที่ตัวอย่างเป็นกรด

ปริมาณกากทั้งหมด = 100 (W - 0.0022 V₃ - 0.0020)
ร้อยละของน้ำหนัก

เมื่อ C คือ ค่าร้อยละของความแตกต่างที่เกิดจากการบอเนตคำนวณเป็น Na_2O

H คือ ค่าร้อยละของความแตกต่างที่เกิดจากไฮดรอกไซด์คำนวณเป็น Na_2O

V₁ คือ ปริมาตรของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่เติมในข้อ จ.๓.๒.1 เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

V₂ คือ ปริมาตรของสารละลายไฮเดรียมคาร์บอเนตที่เติมในข้อ จ.๓.๒.๒ เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

V₃ คือ ปริมาตรของสารละลายไฮเดรียมคาร์บอเนตที่เติมในข้อ จ.๓.๒.๔ เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

W คือ น้ำหนักของกากทั้งที่ได้ เป็นกรัม

จ.5 วิธีคำนวณปริมาณแก๊สอินทรีย์ที่ไม่ระเหยที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส

กากสารอินทรีย์ที่ไม่ระเหย = (A-B)
ร้อยละของน้ำหนัก

เมื่อ A คือ ค่าร้อยละของน้ำหนักของกากทั้งหมดที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียสที่คำนวณได้จากข้อ จ.4

B คือ ค่าร้อยละของน้ำหนักของเถ้า (จากผนวก ข.)

หมายเหตุ เกิดอ๊อกไซด์แก๊สอินทรีย์ได้ก็ยกเปลี่ยนเป็นคาร์บอเนตในขณะเผาไหม้และอนุบาลของ CO₃ ที่เกิดขึ้นไม่ได้รวมอยู่ในค่าสารอินทรีย์ที่ไม่ระเหย

ผนวก ฉ.

การวิเคราะห์ภาพปริมาตรเรขาคณิต

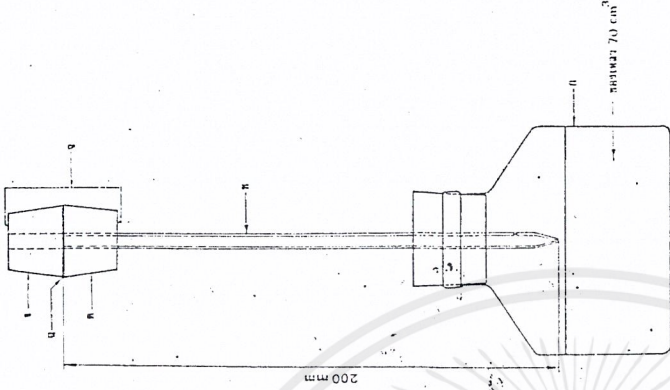
(ตารางที่ 1)

ฉ.1 เครื่องมือ ดังในรูปที่ ฉ.1 ประกอบด้วย

- ฉ.1.1 ขวดปากกว้าง ขนาดความจุ 120 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ฉ.1.2 จุกยางที่เสียบไว้ด้วยหลอดแก้วยาว 200 มิลลิเมตร มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 6.5 มิลลิเมตร (เส้นผ่านศูนย์กลางกลางประมาณ 8 มิลลิเมตร) ตั้งปลายหลอดแก้วข้างหนึ่งให้มิดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1 มิลลิเมตร แล้วเจาะรูซึ่งมีเส้นผ่านศูนย์กลางไม่น้อยกว่า 2 มิลลิเมตร ไว้ที่ข้างหลอดใกล้กับรอยกอดตัดและฝนปลายหลอดแก้วอีกข้างหนึ่งให้เรียบ
- ฉ.1.3 เียบหลอดแก้วเข้ากับจุกยาง โดยที่ห้ามเอานิ้วจุกยางปิดขวดขณะที่ยังบรรจุของเหลว 70 ลูกบาศก์เซนติเมตรแล้ว รอยกอดจะอยู่เหนือระดับของเหลว และรูข้างหลอดอยู่ใต้จุกยาง
- ฉ.1.5 จุกยาง 2 อัน (ขนาดประมาณ 25 มิลลิเมตร x 25 มิลลิเมตร) แต่ละอันเจาะรูไว้ตรงกลางมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 6.5 มิลลิเมตร เติร์จี้ให้ติดแน่นด้วยยางรัดหรือที่หนีบ หรืออาจใช้เครื่องมืออื่นที่เทียบเท่าแทนจุกยาง 2 อันนี้

ฉ.2 สารเคมี สารละลายและวัสดุเตรียม

ฉ.2.1 สังกะสีเม็ด



- ก ก้อน ขวดปากกว้าง
- ข ก้อน หลอดแก้ว
- ค และ ง ก้อน จุกยาง
- จ ก้อน ยางรัดหรือที่หนีบ
- ฉ ก้อน กระดาษหุ้มเบอร์คูรี (PI) กลอไรด์

รูปที่ ฉ.1 เครื่องมือวิเคราะห์ภาพปริมาตรเรขาคณิต (ข้อ ฉ.1)

จ.2.2 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 12 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร
จ.2.3 สารละลายอาร์เซนิก (III) ออกไซด์

ละลายอาร์เซนิก (III) ออกไซด์ (As_2O_3) 0.132 กรัม ใน
สารละลายไฮโดรออกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1 โมลต่อ
ลูกบาศก์เดซิเมตร จำนวน 10 ลูกบาศก์เดซิเมตร ทำให้
เป็นกลางโดยการเติมสารละลายกรดซัลฟูริกที่มีความเข้มข้น
0.5 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร จำนวน 10 ลูกบาศก์
เดซิเมตร แล้วเติมน้ำกลั่นปริมาณ 100 ลูกบาศก์
เดซิเมตร โดยให้ขาดแก้วปริมาตร นำสารละลายมา 1
ลูกบาศก์เดซิเมตรใส่ขวดแก้วปริมาตร เดิมน้ำกลั่นจะมี
ปริมาตร 1 000 ลูกบาศก์เดซิเมตร สารละลายที่เตรียมได้
ครั้งหลังนี้จะมามีปริมาณอาร์เซนิก 1 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์
เดซิเมตร

สารละลายนี้ต้องเตรียมใหม่ก่อนใช้ทุกครั้งเพราะสลายตัว
ได้ง่าย

จ.2.4 สารละลายกรดทึบไฮโดรคลอริก
นำกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นมา 60 ลูกบาศก์เดซิเมตร
เติมน้ำกลั่น 20 ลูกบาศก์เดซิเมตรและตุบ 20 กรัม
ต้มด้วยไฟอ่อน ๆ จนไม่เกิดก๊าซอีกต่อไป เติมน้ำกลั่นจนมี
ปริมาตร 100 ลูกบาศก์เดซิเมตร ให้ตุบที่โมลละลาย

ซึ่งอยู่ในสารละลายทิน (II) คลอไรด์ แลวนำสารละลาย
นี้ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร มาเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น
100 ลูกบาศก์เดซิเมตร

จ.2.5 สารละลายโบรมีน ความเข้มข้นประมาณ 8.75 โมลต่อ
ลูกบาศก์เดซิเมตร
ละลายโบรมีน 30 กรัมและโมลต์เซียมโบรมไนด์ 30 กรัม
ในน้ำ แล้วเติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตร 100 ลูกบาศก์เดซิ-
เมตร

จ.2.6 กระดาษชุบเลดอะซิเตต (lead acetate papers)
จุ่มกระดาษกรองขนาด 100 มิลลิเมตร x 50 มิลลิเมตร
ในสารละลายเลดอะซิเตตความเข้มข้น 0.26 โมลต่อลูก-
บาศก์เดซิเมตร แล้วทำให้แห้ง

จ.2.7 กระดาษชุบเมอร์คิวรี (II) คลอไรด์ (mercury (II) chloride
papers)

จุ่มกระดาษกรองที่มีความกว้างไม่น้อยกว่า 25 มิลลิเมตร
ลงในสารละลายอินทรีย์เมอร์คิวรี (II) คลอไรด์ในน้ำ บิวสาร
ละลายที่เกิดขึ้นต้องการออกจากกระดาษกรอง ทำให้แห้ง
ในที่มืดพออุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส แล้วนำไปใส่ขวด
ที่ปิดสนิทเก็บไว้ในที่มืด เนื่องจากกระดาษตามเมื่อถูกกับแสง
สว่างหรือโอโซนอินทรีย์จะทำให้สีในการวิเคราะห์ห่าปริ-
มาณอาร์เซนิกจากลง หรือไม่เกิดขึ้นเลย

หมายเหตุ กระดาษกรองที่ใช้ควรเป็นกระดาษกรองที่หนักกว่า 66 ถึง
120 กรัมต่อตารางเมตร และความหนาเป็นมิลลิเมตรของกระดาษ
400 แผ่นควรจะเท่ากับตัวเลขของน้ำหนักต่อตารางเมตรโดยประมาณ

จ.๓ วิธีวิเคราะห์

จ.๓.๑ มีน้ำหนักธาตุออกไซด์ที่สกัด ให้เป็นแท่งรูปทรงกระบอก ยาว 100 มิลลิเมตร ใต้ลงไหมเคลือบแก้วให้ขอบบนของ กระดามอยู่ต่ำกว่าขอบเคลือบแก้วไม่น้อยกว่า 2.5 มิลลิเมตร แล้วใส่ขี้เถ้าละลายเคลือบแก้วเข้ากับปลายด้านแคบของลูกยาง อันที่ 1 จนปลายหลอดเคลือบแก้วกับปลายด้านกว้างของลูกยาง วางแผ่นกระดาษชุบเมอร์คิวรี (II) คลอไรด์ ไว้บนลูกยาง แล้วนำลูกยางอันที่ 2 มาวางทับ ไขที่หมักโดยให้แน่นโดย ให้อุณหภูมิของทั้งสองตรงกันเป็นหลอดที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 6.5 มิลลิเมตร และมีแผ่นกระดาษชุบเมอร์คิวรี (II) คลอไรด์คั่นอยู่

จ.๓.๒ นำตัวอย่างมาประมาณ 10 กรัม ซึ่งให้เดียนาหนักที่แน่นอน เทดลองในขวดปากกว้าง เติมน้ำกลั่น 10 กรัม น้ำกลั่น 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร และสารละลายกรดทิงไฮโดร-คลอริก 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นแก้วที่เตรียมไว้ แล้วอย่างรวดเร็วจึงทิ้งไว้ในที่เกิดปฏิกิริยาเป็นเวลา 40 นาที ที่อุณหภูมิไม่เกิน 40 องศาเซลเซียส

จ.๓.๓ ในขณะที่เดียวกัน ให้เตรียมปริมาณมาตรฐานของอาร์เซนิก โดย ใส่สารละลายอาร์เซนิก (III) ออกไซด์ 5 ลูกบาศก์เซนติ-เมตรและ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตรลงในขวดปากกว้างใบ ที่ 2 และใบที่ 3 ตามลำดับ เติมน้ำกลั่น 10 กรัม แล้ว ทำวิธีเดียวกับตัวอย่างในข้อ จ.๓.๒

จ.๓.๔ เปรียบเทียบรอยเปื้อนสีเหลืองบนกระดาษชุบเมอร์คิวรี (II) คลอไรด์ที่เกิดจากตัวอย่างกับสีมาตรฐานบนกระดาษชุบเมอร์คิวรี (II) คลอไรด์ที่เกิดจากสารละลายอาร์เซนิก (III) ออกไซด์ที่ทราบปริมาณแน่นอน จากความเข้มของสีที่เกิด จากตัวอย่างสามารถคาดคะเนปริมาณคลอไรด์ที่ติดจากสาร เปรียบเทียบได้ถูกต้อง คือ ถ้าเข้มกว่าสีที่เกิดจากสาร ละลายอาร์เซนิก (III) ออกไซด์ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ให้คิดปริมาณตัวอย่างลง แต่ถ้าดีใจงกว่าสีที่เกิดจากสาร ละลายอาร์เซนิก (III) ออกไซด์ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ให้ ใช้ปริมาณตัวอย่างมากกว่า 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต่อจาก นั้น จึงประเมินค่าอาร์เซนิกจากปริมาณตัวอย่างที่ทำให้ เทียบปริมาณมาตรฐานพอดี

หมายเหตุ ถ้าในหลอดอาร์เซนิกมีอนุคลอไรด์ ๕๐ ไซต์ หรือโทโอสลัฟเตด ปริมาณมากพอที่จะทำให้เกิดการวิเคราะห์ที่หาปริมาณอาร์เซนิกไม่เป็น แผลดีจริง ให้ใช้ตัวอย่างที่ทราบน้ำหนักแน่นอนกับน้ำโมรมัน เติมน้ำใหม่ปริมาณที่เทียบเสมอแล้วนำส่วนหนึ่งมาทำ ปริมาณเปรียบเทียบสำหรับวิเคราะห์ที่หาปริมาณอาร์เซนิก

จ.๔ วิธีคำนวณ

จ.๔.๑ ถ้าตัวอย่างเทียบได้กับสีมาตรฐานที่เกิดจากสารละลายอาร์ เซนิก (III) ออกไซด์ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปริมาณอาร์เซนิก (คำนวณเป็น As) = $\frac{10}{W}$ มิลลิกรัมต่อกรัม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จ.4.2 ถ้าตัวอย่างเทียบได้กับสมบัติฐานที่เกิดจากสารละลายอาร์

เซนิก (As) ออกไซด์ 5 ถูกบาศก์เซนติเมตร

ปริมาณอาร์เซนิก (คำนวณเป็น As) $= \frac{5}{W}$

นิกัลกรัมต่อกรัม

เมื่อ W คือ น้ำหนักตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ เป็นกรัม

ผนวก ข.

การวิเคราะห์หาปริมาณ 1,3-โปรเพนไดออล (ตารางที่ 1)

ข.1 เครื่องมือ

ข.1.1 ก๊าซโครมาโตกราฟ (gas chromatograph) ซึ่งใช้คอลัมน์ (column) ที่บรรจุผ่านผสมของโพเลียสเตอร์ (polyester) ร้อยละ 25 และ ไดอะตอมเมทีสเอร์ธา (diatomaceous earth) ร้อยละ 75 เป็นสเตชันนารี เฟส (stationary phase)

ข.1.2 ไมโครปิเปต หรือไมโครไซริง (micropipette or microsy-
ringe)

ข.2 สารเคมี

ข.2.1 เอทานอลบริสุทธิ์ (absolute ethanol)

ข.2.2 สารอินเทอร์นัล สแตนดาร์ด 2, 2'-ออกซี-ไดเอทานอล (internal standard 2, 2'-oxy-diethanol) หรือ 1-โดเดคานอล (1-dodecanol)

ข.2.3 1,3-โปรเพนไดออล (1,3-propanediol) สำหรับใช้เป็น
สารมาตรฐานสอบเทียบ (calibration standard)

ข.3 วิเคราะห์ให้เป็นไปตามก๊าซโครมาโตกราฟ ที่ในแต่ละแบบ วิเคราะห์
วิเคราะห์ทั่วไปให้เป็นไปดังนี้

ข.3.1 วิเคราะห์สเตชันนารี เฟส

ผ่านก๊าซในโตรเจนเข้าไปในคอลัมน์ที่บรรจุตัวผสมของ โพลีเอสเตอร์และไดอะอะตอเมทิลซีเรียที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมงก่อนที่จะนำมาใช้

วิธีเตรียมคอลัมน์

ใช้คอลัมน์ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 ถึง 2 มิลลิเมตร และ ให้มีความยาวน้อยกว่าสุดขึ้นอยู่กับเครื่องมือที่ใช้ สำหรับ ก๊าซโครมาโตกราฟีใช้เฟลมไอโอไนเซชัน (flame ionization) คอลัมน์ควรมีความยาว 25 ถึง 30 เซนติเมตร

อุณหภูมิของคอลัมน์ควรอยู่ระหว่าง 120 ถึง 150 องศาเซลเซียส

๓.3.4 อินเทอร์เน็ต สเตนคาร์ต

๓.3.4.1 ถ้าใช้คอลัมน์ที่มีความยาว 25 ถึง 30 เซนติเมตร จะใช้ที่รีอิมไวอินเทอร์เน็ต สเตนคาร์ตก็ได้ เพราะ ก๊าซอะพา (elute) ก๊าซฮีโรีนออกมาในช่วงระยะเวลา อันสั้น และสามารถหาปริมาณ 1, 3 - โปรเปเนไดออกไซด์ได้โดยเทียบกับก๊าดิเซอรันมาตรฐานโดยตรง

๓.3.4.2 ถ้าใช้คอลัมน์ที่ยาวกว่า 30 เซนติเมตร ต้องใช้อินเทอร์เน็ต สเตนคาร์ตในข้อ ๓.2.2 ด้วย โดยการเติมอินเทอร์เน็ต สเตนคาร์ตที่ทราบน้ำหนักแน่นอน ลงใน ตัวอย่าง ให้มีความเข้มข้นใกล้เคียงกับความเข้มข้นของ 1, 3 - โปรเปเนไดออกไซด์ คาดว่าจะมีในตัวอย่าง ก่อนวิเคราะห์ตัวอย่าง ให้ทำการทดลองเพื่อสร้างกราฟ

สอบเทียบ (calibration curve) ระหว่าง 1, 3-โปรเปเนไดออกไซด์กับอินเทอร์เน็ต สเตนคาร์ต ในภาวะการวิเคราะห์ที่เช่นเดียวกับตัวอย่าง

ใช้ไมโครปิเปต หรือไมโครไซริงคูดตัวอย่าง ที่ตกลงในคอลัมน์ที่เตรียมไว้แล้วโดยตรงและเพื่อลดความหนืดของตัวอย่าง (หลังจากใส่อินเทอร์เน็ต สเตนคาร์ตแล้ว) ให้เติมเอทานอลที่มีปริมาตรเท่ากับเพื่อทำให้เจือจางแต่ถ้าพีค (peak) ของเอทานอลไปซ้อนกับพีคของ 1, 3-โปรเปเนไดออกไซด์แล้วไม่ควรใช้เอทานอล

๓.3.4.3



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้ในการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผนวก ข.

การตรวจหาซูโครส

(ตารางที่ 1)

สารละลายและวิธีเตรียม

ข.1.1.1 สารละลายรีเอเจนต์ (reagent solution)

ละลายคาร์บอนไดออกไซด์ (carbonyl diamide, H_2NCONH_2)

4 กรัม และทิน (II) คลอไรด์ 0.2 กรัม โดยต้มกับ

สารละลายกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้นประมาณร้อยละ 40

(ปริมาตรต่อปริมาตร) จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร

วิธีตรวจ

หยดตัวอย่าง 4 หยด ลงในหลอดทดลองแต่ละหลอดที่มีขนาด

15 เซนติเมตร \times 1.25 เซนติเมตร จำนวน 2 หลอด เติม

สารละลายรีเอเจนต์ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในหลอดที่ 1 และ

เติมน้ำกลั่น 1 ลูกบาศก์เซนติเมตรลงในหลอดที่ 2 เพื่อใช้เป็น

แมดงก์ จุ่มหลอดทั้งสองในเครื่องอังไอน้ำเป็นเวลา 15 นาที

ถ้าในหลอดที่ได้สารละลายรีเอเจนต์ เปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลเข้ม

ได้จัด แสดงว่าซูโครสอยู่ด้วย

หมายเหตุ 1. อาจใช้กลีเซอรินดิบที่ปราศจากซูโครสทำแมดงก์แทนน้ำกลั่นได้

2. เวลา 15 นาทีนั้นกำหนดขึ้นเพื่อให้เพียงพอที่จะเกิดการเปลี่ยนแปลง

ของสีได้ ถึงแม้จะมีปริมาณซูโครสเพียงเล็กน้อย เพราะโดย

ปกติแล้วใช้เวลาเพียง 5 นาที

ผนวก ฉ.

วิธีเตรียมสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ปราศจาก

คาร์บอนต ความเข้มข้น 0.125 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

(ข้อ ก.2.5)

ฉ.1 เครื่องมือ

ฉ.1.1 ภาชนะทำด้วยแก้วโบโรซิลิเกต (borosilicate) หรือวัสดุ

ทนต้งานขนาดความจุที่เหมาะสม

ฉ.1.1.2 กรวยซินเตอร์กลาส (sintered glass funnel) ทำด้วยแก้ว

โบโรซิลิเกตที่มีขนาดช่อง 15 ถึง 40 ไมโครเมตร และ

มีเส้นผ่านศูนย์กลางของปากกรวยประมาณ 60 มิลลิเมตร

ฉ.1.1.3 ขวดกรองบูคเนอร์ (Büchner filter flask) ทำด้วยแก้ว

โบโรซิลิเกต

ฉ.1.1.4 บุรีตขนาด 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ที่จัดบอกรปริมาตร

ทุก ๆ 0.1 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ฉ.2 สารเคมีและสารละลาย

ฉ.2.1 โซเดียมไฮดรอกไซด์ชนิดเม็ด

ฉ.2.2 โปตัสเซียมไฮดรอกไซด์

ที่แห้งและมีความบริสุทธิ์เหมาะสมสำหรับใช้เป็นสาร

มาตรฐาน

ฉ.2.3 ฟีนอลฟทาไลน์ อินดิเคเตอร์ ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 0.5

ในเอทานอล

ละลายฟีนอลฟทาไลน์ 1 กรัม ในเอทานอลที่มีความบริสุทธิ์

ร้อยละ 95 (ปริมาตรต่อปริมาตร) จำนวน 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร อย่างระมัดระวังจนกระทั่งดัชนีพูนของสารละลายไม่จางหายไป

๓.3 วิธีเตรียม

ให้ชั่งน้ำหนักที่ปราศจากคาร์บอนไดออกไซด์ตลอดการวิเคราะห์ 900 กรัม ในน้ำ 900 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในขวดแก้วหรือบีกเกอร์ที่ทำด้วยเหล็กกล้าไร้สนิม

หมายเหตุ อาจเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณน้อยกว่าได้ แต่ความเข้มข้นต้องเท่าเดิม

๓.3.2 ปิดจุกขวดหลวม ๆ (หรือใช้ฝาปิดบีเกอร์) ตั้งทิ้งไว้ 2 ถึง 3 วัน ใช้กรวยซินเตอร์กลาสหรือกระดาษกรองเบรชมา กรองสารละลายในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน ให้สารละลายไหลลงในขวดกรองบุคเนอร์ โดยใช้เครื่องดูดช่วย เก็บสารละลายที่กรองได้ไว้ในขวดแก้วโมโรซิเดกัทที่มีจุกยางปิดได้สนิท

๓.3.3 นำสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นในข้อ ๓.3.2 มาประมาณ 10 กรัม ซึ่งในขวดซึ่งให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน ถ่ายลงในขวดแก้วปริมาตร เดิมน้ำหนักมีปริมาตร 1 000 ลูกบาศก์เซนติเมตรเข้าไป

๓.3.4 นำไปต้โซเดียมไฮดรเจนทาเดตามาประมาณ 1 กรัม ซึ่งให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน ใช้สำหรับปริมาณเล็กน้อยที่ตกลงในขวดแก้วรูปกรวยขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำจนมีปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำอัดฟลาทอนอินดิเคเตอร์ 0.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วตีเตรตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เจือจางในข้อ ๓.3.3 จากนั้นรีตจนได้สารละลายสีชมพูถาวรเป็นครั้งแรก จากผลที่ได้จากการตีเตรต และน้ำหนักของไปต้โซเดียมไฮดรเจนทาเดต ให้คำนวณน้ำหนักโดยประมาณของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น ที่ต้องโซเพื่อเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 0.125 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตรให้ได้ปริมาตรตามที่ต้องการ

๓.3.5 ชั่งสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นตามน้ำหนักที่ได้คำนวณไว้ในข้อ ๓.3.4 ให้มีค่าคลาดเคลื่อนได้ไม่มากกว่า 0.1 กรัม แล้วเติมน้ำจนมีปริมาตรเท่าที่ต้องการ ปิดจุกผสมให้เข้ากันเป็นเวลาไม่น้อยกว่า 2 ชั่วโมง แล้วตวงไว้อีกหนึ่ง

๓.4 วิธีหาคความเข้มข้น

๓.4.1 นำไปต้โซเดียมไฮดรเจนทาเดตามาประมาณ 10 กรัม ใส่ในขวดซึ่ง แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งให้เย็นในเหล็กเคเตอร์ แล้วนำมา 3 ส่วนส่วนและประมาณ 1 กรัม ซึ่งให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน

ใส่แยกกันในขวดแก้วรูปกรวยขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำขนาดประมาณ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเขย่าให้ละลาย

๓.4.2 บรรจุสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในข้อ ๓.3.5 ที่ยังไม่ทราบความเข้มข้นลงในบูเรต ปิดปากบูเรตด้วยหลอดบรรจุโซดา - ไดม์ (soda-lime tube) เติมน้ำฟอสฟอรัสอินดิเคเตอร์ 0.5 ลูกบาศก์เซนติเมตรลงในสารละลายโปตัสเซียมไฮดรเจนทาเลตแต่ละขวด ตีเตรตในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนจนได้สารละลายสีชมพู แล้วบันทึกค่าที่อ่านได้จากบูเรตให้ละเอียดถึง 0.01 ลูกบาศก์เซนติเมตร

๓.5 วิธีคำนวณ

ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็นโมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร = $\frac{PW}{20.423 T}$
เมื่อ P คือ ความบริสุทธิ์ของโปตัสเซียมไฮดรเจนทาเลต เป็นร้อยละ
W คือ น้ำหนักของโปตัสเซียมไฮดรเจนทาเลตที่ใช้ในการตีเตรต เป็นกรัม
T คือ ปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ตีเตรต เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

ผนวก ๗.

การวิเคราะห์หาความเป็นกรดหรือความเป็นด่าง

(ข้อ ก.4 และข้อ จ.๓.2.4)

๗.1 สารละลาย

ให้ใช้น้ำกลั่นที่ปราศจากการบอเนไดออกไซด์ตลอดการวิเคราะห์ที่ ๗.1.1 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่มีความเข้มข้น 0.1 โมลต่อเดซิลิตร

๗.1.2 สารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 0.1 โมลต่อเดซิลิตร

๗.1.3 ฟอสฟอรัสอินดิเคเตอร์ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 0.5 ในเอทานอล

๗.2 วิธีวิเคราะห์

นำตัวอย่างประมาณ 100 กรัม ซึ่งให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน ใส่ขวดแก้วรูปกรวยขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำ 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วหาค่าความเป็นกรดหรือความเป็นด่างโดยการตีเตรตกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์หรือสารละลายกรดไฮโดรคลอริก แล้วคำนวณ โดยใช้สารละลายฟอสฟอรัสอินดิเคเตอร์

๗.3 วิธีคำนวณ

๗.3.1 ความเป็นกรดที่สัมพันธ์กับ Na_2O ร้อยละของน้ำหนัก = $\frac{0.31T_1}{W}$
๗.3.2 ความเป็นด่างที่คำนวณเป็น Na_2O ร้อยละของน้ำหนัก = $\frac{0.31T_2}{W}$

- เมื่อ T_1 คือ ปริมาตรของสารละลายไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการไตเตรต เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร
- T_2 คือ ปริมาตรของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ในการไตเตรต เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร
- W คือ น้ำหนักตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ เป็นกรัม

ผนวก ฎ.

การวิเคราะห์หาความเป็นด่างทั้งหมด

(ข้อ จ.๓.๑)

- ฎ.๑ สารละลายที่ใช้หนักถนบปราศจากคาร์บอนไดออกไซด์ตลอดการวิเคราะห์
- ฎ.๑.๑ สารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร หรือสารละลายกรดซัลฟูริกที่มีความเข้มข้น 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร
- ฎ.๑.๒ เมทิลออเรนเจอินดิเคเตอร์ (methyl orange indicator) ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 0.1 ในน้ำ
- ฎ.๒ วิธีวิเคราะห์ที่ละเอียดที่ได้จากการวิเคราะห์ตามผนวก ๗. ในน้ำร้อน 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำให้เย็นเท่าอุณหภูมิห้อง แล้วไตเตรตกับสารละลายกรดในข้อ ฎ.๑.๑ โดยใช้สารละลายเมทิลออเรนเจอินดิเคเตอร์
- ฎ.๓ วิธีคำนวณ
- ความเป็นด่างทั้งหมด กำหนดเป็น $\text{Na}_2\text{O} = \frac{0.31 T}{W}$
- ร้อยละของน้ำหนัก
- เมื่อ T คือ ปริมาตรของกรดที่ใช้ไตเตรต เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร
- W คือ น้ำหนักตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์หาปริมาณด่าง เป็นกรัม

ผนวก ฎ.

การวิเคราะห์หาความเป็นต่างที่เกิดจากไฮดรอกไซด์อิสระ

(ข้อ จ.๓.๒.๔)

ฎ.1 สารละลายและวิธีเตรียม

ให้ใช้หนักต้นที่ปราศจากการบ่อนไดออกไซด์ลดการวิเคราะห์

ฎ.1.1 สารละลายยาเริ่มทดลองโรตซ์ที่เป็นกลางและมีความเข้มข้น 0.48 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ฎ.1.2 สารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร หรือสารละลายกรดซัลฟูริกที่มีความเข้มข้น 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ฎ.1.3 ฟีนอล์ฟทาไลน์อินดิเคเตอร์ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 0.5 ในเอทานอล

ฎ.2 วิธีวิเคราะห์

นำตัวอย่างมาประมาณ 20 กรัม ซึ่งให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน ง่ายได้สะดวกแก้วปริมาตรขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำประมาณ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำสารละลายยาเริ่มทดลองโรตซ์ให้มากเกินพอ เติมน้ำจนถึงจุดบอกปริมาตร เจ่าให้เขย่า ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน ดูดสารละลายส่วนที่ใสมา 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้ววิเคราะห์ตามวิธีในข้อ ฎ.1.2 โดยใช้สารละลายฟีนอล์ฟทาไลน์เป็นอินดิเคเตอร์

ฎ.3 วิธีคำนวณ

ความเป็นต่างที่เกิดจากไฮดรอกไซด์อิสระ

$$\text{คำนวณเป็น } \text{Na}_2\text{O} = \frac{0.62 T}{W}$$

ร้อยละของน้ำหนัก

เมื่อ T คือ ปริมาตรของกรดที่ใช้วิเคราะห์ เป็นลูกบาศก์เซนติ-

เมตร

W คือ น้ำหนักตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ เป็นกรัม

ผนวก ฐ.

การวิเคราะห์หาความแตกต่างที่เกิดจากการบอบต

(จอ จ.3.2.4)

ฐ.1 สารละลายและวิธีเตรียม

ให้ใช้หนักถ้ำที่ปราศจากการบอบไดออกไซด์ตลอดการวิเคราะห์

ฐ.1.1 สารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 0.1 โมลต่อ

ลูกบาศก์เดซิเมตร หรือสารละลายกรดซัลฟริกที่มีความ

ฐ.1.2 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ปราศจากการบอบเตและ

ฐ.1.3 ฟีนอลฟทาไลน์อินดิเคเตอร์ ที่ความเข้มข้นร้อยละ 0.5 ใน

เอทานอล

ฐ.2 วิธีวิเคราะห์

นำตัวอย่างมาประมาณ 10 กรัม ซึ่งให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน เติมน้ำ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเติมกรดใหม่ปริมาณเพียงพอที่จะทำปฏิกิริยากับด่างทั้งหมด ที่วิเคราะห์ได้ตามผนวก ฎ. เพื่อทำให้เป็นกลางและเติมให้มากเกินพออีก 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร รีฟลักซ์ (reflux) เป็นเวลา 15 ถึง 20 นาที ใช้ขนาดคอนเดนเซอร์ที่ไร้ฟลักซ์ ทำให้เย็นอย่างรวดเร็วแล้ววิเคราะห์กรดที่มากเกินพอด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์โดยใช้ที่พอดีที่ถ้ำเป็นอินดิเคเตอร์

ฐ.3 วิธีคำนวณ

ฐ.3.1 ความเป็นด่างที่เกิดจากไฮดรอกไซด์อิสระรวมกับการบอบเต

เมื่อ V คือ ปริมาตรของสารละลายที่เติมลงในตัวอย่าง

T คือ ปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใส่ที่เตรต

W คือ น้ำหนักตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ เป็นกรัม

เมื่อ A₂ คือ ความเป็นด่างที่เกิดจากการบอบเตคำนวณเป็น Na₂O ร้อย

A₁ คือ ความเป็นด่างที่เกิดจากไฮดรอกไซด์อิสระ

ที่คำนวณได้จากผนวก ฎ.