การทำกลีเซอรอลดิบให้บริสุทธิ์ด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟี
Purification of crude glycerol by column chromatography

สุพะไชย์ จินดาวุฒิกุล[1*], จิราภรณ์ บุราคร[1], และนงลักษณ์ บรรยงวิมลณัฐ[1]
Supachai Jindavutikul[1*], Jiraporn Burakhon[1], and Nonglug Bunyovimonnat[1]

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการทำให้กลีเซอรอลดิบ (Crude glycerol) ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้จากการผลิตไบโอดีเซลให้มีความบริสุทธิ์สูงขึ้น เพื่อเพิ่มมูลค่าของกลีเซอรอลดิบ ซึ่งกลีเซอรอลดิบมีลักษณะเป็นของเหลวหนืดสีดำ จากการวิเคราะห์พบว่ามีกลีเซอรอลเพียงร้อยละ 54 จึงไม่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้ นอกจากใช้เป็นเชื้อเพลิง การทำกลีเซอรอลให้บริสุทธิ์ด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีนั้น จำเป็นต้องเตรียมกลีเซอรอลดิบตามขั้นตอนต่อไปนี้ คือ นำกลีเซอรอลดิบมาเติมเมทานอล เพื่อลดความหนืดของกลีเซอรอลดิบในเบื้องต้นจากนั้นจึงปรับค่าความเป็นกรด-เบสโดยใช้กรดซัลฟิวริกเพื่อแยกเกลือออกไป พบว่าที่ค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 2 สามารถตกตะกอนเกลือได้ดีที่สุด จากนั้นกรองเกลือและสารเจือปนอื่นๆ ออก พร้อมทำการฟอกสีและกำจัดกลิ่นด้วยถ่านกัมมันต์ จากนั้นได้ปรับเปลี่ยนค่าความเป็นกรด-เบส เพื่อตกตะกอนถ่านกัมมันต์ พบว่าใช้เวลาตกตะกอนถ่านกัมมันต์น้อยที่สุดที่ค่าความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 6 ซึ่งถ่านกัมมันต์จะถูกแยกออกด้วยชุดเครื่องกรองสุญญากาศ จากนั้นได้กำจัดเมทานอลและน้ำด้วยความร้อน 120 องศาเซลเซียส โดยแปรเวลาในการให้ความร้อน พบว่าที่เวลา 120 นาที จะได้กลีเซอรอลบริสุทธิ์ที่สุดที่ร้อยละ 89 จากนั้นจึงนำกลีเซอรอลมากรองด้วยเทคนิคคอลัมน์โครมาโทกราฟี พบว่าสามารถเพิ่มความบริสุทธิ์ของกลีเซอรอลได้ถึงร้อยละ 92.19 มีความเหมาะสมที่จะนำไปใช้ในอุตสาหกรรมเครื่องสำอาง เช่น สบู่ และโลชั่น สร้างมูลค่าเพิ่มแก่กลีเซอรอลให้มากยิ่งขึ้น

Abstract

Crude glycerol is a dark viscosity substance and contained only 54% glycerol which could not be readily used in any industry except to be burnt as fuel. In order to add more value to the substance, we found the way to increase the purity of crude glycerol by using column chromatography. To prepare the substance for column chromatography, we began by using sulfuric acid at pH2 to agglomerate salt. Salt and other substances were removed by filtration process. Decolorization was also done at this step using charcoal. The next step was to adjust the pH to 6 in order to get the best charcoal precipitation. The charcoal precipitation was filtered using vacuum filtering process. After that partially purified glycerol was heated for 120 minutes in order to remove methanol and water. At this point the glycerol purity was at 89%. Finally, we put 89% glycerol to be purified by column chromatography technique. The result showed that the crude glycerol was purified to 92.19%, which is much better than using vacuum filter. This glycerol with this purity can be readily used in cosmetic, soap, and lotion industry.

คำสำคัญ : ไบโอดีเซล , กลีเซอรอลดิบ , การทำให้บริสุทธิ์
Keywords : Biodiesel , Crude glycerol , Purification

[1] สำนักเทคโนโลยีชุมชน กรมวิทยาศาสตร์บริการ
*Corresponding author E-mail address : supachai@dss.go.th

1.บทนำ (Introduction)

กลีเซอรอล (glycerol) หรือ 1,2,3-propanetriol สามารถเขียนสูตรโมเลกุลทางเคมีได้เป็น $CH_2OHCHOHCH_2OH$ เป็นของเหลวไม่มีกลิ่น ไม่มีสี รสหวาน เหมือนน้ำเชื่อม หลอมเหลวที่ 17.8 องศาเซลเซียส เดือดและสลายตัว ที่ 290 องศาเซลเซียส ละลายในน้ำและเอทานอล กลีเซอรอล มีประโยชน์ในอุตสาหกรรมอย่างกว้างขวาง เช่น ใช้เป็นตัวทำละลายสารละลาย สารเพิ่มความหวาน สารให้ความชุ่มชื้นในเครื่องสำอาง สบู่เหลว ลูกอม สุรา หมึก และสารหล่อลื่นเพื่อให้ยืดหยุ่น สารป้องกันการแข็งตัว เป็นส่วนผสมอาหารสัตว์ และสารตั้งต้นทางปิโตรเคมีต่างๆ [4] [5] [6]

ไบโอดีเซล เป็นเชื้อเพลิงทดแทนที่ได้จากการนำน้ำมันจากพืชหรือสัตว์ ซึ่งเป็นสารประกอบอินทรีย์ประเภท ไตรกลีเซอไรด์ มาผ่านกระบวนการทางเคมีที่เรียกว่า ทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน (Tranesterification) โดยทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์ (ที่นิยมใช้คือ เมทานอลและเอทานอล) และมีเบส เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ได้ผลิตผลเป็นเอสเตอร์ (Ester) และผลิตผลพลอยได้ คือกลีเซอรอล (Glycerol) และมีกรดไขมัน เมทานอล เป็นสิ่งปนเปื้อน [1] [2] [3] สำหรับประเทศไทยมีโรงงานสามารถผลิตไบโอดีเซลได้กว่า 400,000 ลิตรต่อวัน เป็นภาระของผู้ผลิตไบโอดีเซลที่จะต้องขายในราคาต่ำ เนื่องจากกลีเซอรอลมีสารปนเปื้อนในปริมาณมากไม่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้ และจะเป็นปัญหาต่อไปในอนาคต หากไม่รีบดำเนินการพัฒนาการนำกลีเซอรอลดิบไปใช้ประโยชน์หรือเพิ่มมูลค่า ซึ่งการศึกษาการทำกลีเซอรอลดิบที่ได้จากกระบวนการผลิตไบโอดีเซลให้บริสุทธิ์ หลากหลายวิธี เช่น โดยใช้กรดฟอสฟอริกปรับ pH เพื่อทำให้แยกชั้นไขมัน หลังจากนำไปกลั่นจะได้กลีเซอรอลที่มีความบริสุทธิ์เพิ่มขึ้น เมื่อนำไปวิเคราะห์พบว่ามีคุณลักษณะที่ใกล้เคียงกลีเซอรอลมาตรฐาน [7] หรือมีการศึกษาแยกด้วยความร้อน จากนั้นนำมาทำให้บริสุทธิ์ด้วยกรดฟอสฟอริก แยกส่วนที่เป็นตะกอนด้วยเครื่องปั่นความเร็วสูง ใช้เฮกเซนสกัดเพื่อกำจัด กลีเซอไรด์ และใช้ผงถ่านกัมมันต์กำจัดสีที่เหลืออยู่ จะได้กลีเซอรอลบริสุทธิ์ที่มีลักษณะใส [1] นอกจากนี้ได้มีกระบวนการแยกส่วนที่ไม่ใช่กลีเซอรอลออก ด้วยการระเหยส่วนที่เป็นน้ำและแอลกอฮอล์ออก นำไปสกัดแยกด้วยตัวทำละลายเฮกเซนที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที จะได้กลีเซอรอลที่มีความบริสุทธิ์สูงขึ้น [2] มีการศึกษาเติมกรดให้ทำปฏิกิริยาอย่างทั่วถึงจนเกิดการแยกชั้น จากนั้นนำชั้นของกลีเซอรอลมาทำให้บริสุทธิ์ด้วยการสะเทินด่าง [12] และการปรับสภาพความเป็นกรดของกลีเซอรอลดิบด้วยสารละลายกรดซัลฟูริกให้ได้ pH ในช่วง 1-2 และ 5-7 เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับแยกสารเจือปนและเพิ่มความบริสุทธิ์ของกลีเซอรอลโดยการกลั่นแบบลดความดัน หลังจากกระบวนการกลั่นจะได้ กลีเซอรอลที่มีความบริสุทธิ์ [13] มีการศึกษาโดยเติมกรดฟอสฟอริกเข้มข้น 85 % ลงในสารละลายกลีเซอรอลที่ได้จากกระบวนการผลิตไบโอดีเซลจนเกิดการแยกชั้น จากนั้นนำชั้นของกลีเซอรอลและเมทานอล มาแยกเมทานอลออกโดยการกลั่นที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส [14] กรดด้วยกรดซัลฟิวริก ฟอกสีให้ใสโดยการใช้ผงถ่านกัมมันต์ จากนั้นทำเป็นกลางด้วยสารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนต ตกตะกอนโดยใช้แอลกอฮอล์ระเหยตัวทำละลายออก จนกระทั่งได้กลีเซอรอลบริสุทธิ์ที่มีลักษณะเหนียว [15]

สำหรับงานวิจัยนี้เป็นการนำกลีเซอรอลดิบจากกระบวนการผลิตไบโอดีเซลมาทำให้บริสุทธิ์ด้วยกระบวนการแยกทางกายภาพด้วยการใช้ชุดกรองสุญญากาศ และใช้เทคนิคคอลัมน์โครมาโทกราฟีแตกต่างจากงานวิจัยที่มีการศึกษาโดยกระบวนการอื่น เพื่อให้ได้กลีเซอรอลบริสุทธิ์สูง สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมได้

2.วิธีการทดลอง (Experimental)

2.1 วัตถุดิบและสารเคมี

- กลีเซอรอลดิบ (Crude glycerol) จากกระบวนการผลิตไบโอดีเซล ของวิสาหกิจชุมชนสมุทรพัฒนา พลังงานทดแทน อ.กระทุ่มแบน จ.สมุทรสาคร ซึ่งใช้น้ำมันที่ใช้แล้วในครัวเรือนเป็นวัตถุดิบ ได้กลีเซอรอลดิบเป็นผลผลิตพลอยได้ที่ยังไม่ผ่านกระบวนการแยกชั้นด้วยความร้อน นำมาใช้ในงานวิจัยนี้
- กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 98 %
- โซเดียมไฮดรอกไซด์
- เมทานอล
- โซเดียมเปอร์ไอโอเดต
- เอทิลีนไกลคอล
- ถ่านกัมมันต์ (Activated carbon) ขนาด -100 Mesh และขนาด 8×30 Mesh

2.2 วัสดุ อุปกรณ์และเครื่องมือ

- เครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า (Magnetic stirrer)
- เครื่องวัดความเป็นกรด-เบส (pH meter)
- เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง (Balance weight)
- เครื่องปั่นเหวี่ยงความเร็วสูง (Centrifuge)
- เครื่องกรองสุญญากาศ (Vacuum pump)
- เตาไฟฟ้า (Hot plate)
- เครื่องอังไอน้ำ (Water bath)

2.3 การวิเคราะห์หาปริมาณความบริสุทธิ์กลีเซอรอล (Determination of glycerol content) ตามมาตรฐาน BS 7511 : Part 3 (British Standards Institution)[10]

กลีเซอรอลบริสุทธิ์ 0.20 กรัม (มีค่าความเป็นกรด-เบส เป็นกลาง) เจือจางด้วยน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร ปรับค่าความเป็นกรด-เบสให้เป็น 8.1 ± 0.1 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.2 นอร์มัล ร่วมกับสารละลายกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 0.2 นอร์มัล (กรณีที่เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์มากเกินไป) จากนั้นเติมสารละลายโซเดียมเปอร์ไอโอเดต 50 มิลลิลิตร นำไปเก็บในที่มืดที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 30 นาที เติมเอทิลีนไกลคอล 30 มิลลิลิตร นำไปเก็บในที่มืดที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 300 มิลลิลิตร ไตเตรทกรดฟอร์มิกที่เกิดขึ้นในปฏิกิริยาด้วยสารละลายมาตรฐาน 0.125 นอร์มัล โซเดียมไฮดรอกไซด์ จนมีค่าความเป็นกรด-เบส 8.1 ± 0.1

สมการแสดงปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น

$$CH_2OH\text{-}CHOH\text{-}CH_2OH + 2NaIO_4 \rightarrow HCOOH + 2HCHO + 2NaIO_3 + H_2O$$

$$HCOOH + NaOH \rightarrow HCOONa + H2O$$

สำหรับ หลอดควบคุม: ปฏิบัติตามขั้นตอนเดียวกับสารตัวอย่าง แต่ใช้น้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร แทนสารตัวอย่างและไตเตรทจนถึงจุดยุติที่ค่าความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 8.1 ± 0.1 ทำให้ทราบปริมาตรของโซเดียมไฮดรอกไซด์ และนำไปคำนวณหาความบริสุทธิ์ของกลีเซอรอลต่อไป ซึ่งผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 1 และตารางที่ 2

ตารางที่ 1 แสดงค่า Blank Test ที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณความบริสุทธิ์กลีเซอรอล

ครั้งที่	ปริมาณ NaOH ที่ใช้ไตเตรท Blank (มิลลิลิตร)
1	2.4
2	2.4
เฉลี่ย	**2.4**

ตารางที่ 2 แสดงปริมาณความบริสุทธิ์กลีเซอรอลจากกลีเซอรอลเกรดวิเคราะห์

ครั้งที่	น้ำหนักสารกลีเซอรอล (กรัม)	ปริมาณ NaOH ที่ใช้ไตเตรท กลีเซอรอล (มิลลิลิตร)	ปริมาณความบริสุทธิ์กลีเซอรอล (ร้อยละ)
1	0.2056	20.20	99.57
2	0.2057	20.20	99.53
3	0.2058	20.20	99.50
เฉลี่ย	**0.2057**	**20.20**	**99.53**

ตัวอย่างการคำนวณปริมาณความบริสุทธิ์กลีเซอรอล

การคำนวณ (แสดงตัวอย่างการคำนวณฉพาะครั้งที่ 1)

ปริมาณ NaOH ที่ใช้ในการไตเตรท

= ปริมาณ NaOH ที่ใช้ในการไตเตรทสารตัวอย่าง - ปริมาณ NaOH ที่ใช้ในการไตเตรท Blank

= 20.20-2.4 =17.80 มิลลิลิตร

ความเข้มข้นของ NaOH ใช้ไตเตรท HCOOH เท่ากับ 0.125 โมล/ลิตร

NaOH 1000 มิลลิลิตร มีเนื้อสาร NaOH 0.125 โมล

ถ้า NaOH 17.80 มิลลิลิตร มีเนื้อสาร NaOH

= (0.125×17.80) / 1000

= 2.225×10^{-3} โมล

จากสมการปฏิกิริยา NaOH ทำปฏิกิริยากับ HCOOH ด้วยอัตราส่วนโมล 1:1

กลีเซอรอล 0.2056 กรัม เกิด HCOOH 2.225×10^{-3} โมล

ถ้ากลีเซอรอล 100 กรัม เกิด HCOOH

= (2.225×10^{-3} × 100) /0.2056

= 1.0822 โมล

มวลโมเลกุลของกลีเซอรอล เท่ากับ 92.01

ดังนั้นกลีเซอรอลคิดเป็น 1.0822 × 92.01 = 99.57 กรัม

ดังนั้นปริมาณความบริสุทธิ์กลีเซอรอลคิดเป็นร้อยละ 99.57

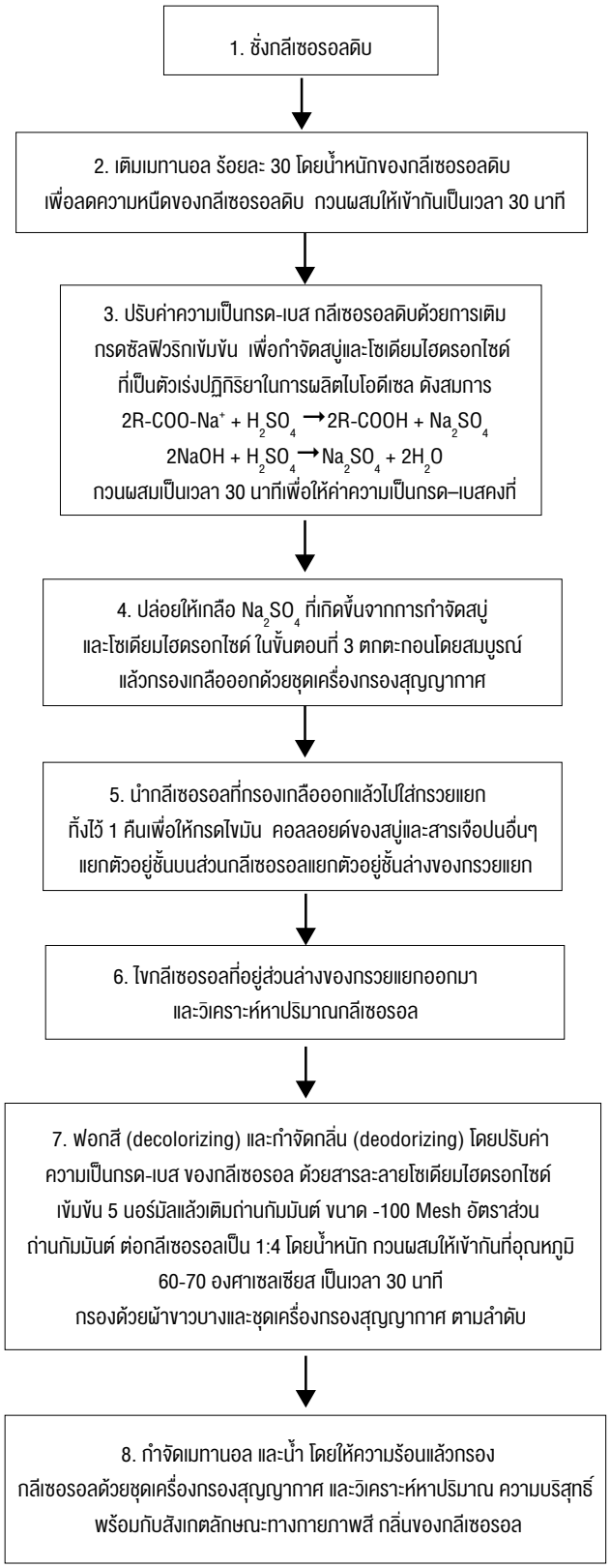
2.4 การทำกลีเซอรอลดิบที่ได้จากกระบวนการผลิตไบโอดีเซลให้บริสุทธิ์

2.4.1 การศึกษาองค์ประกอบกลีเซอรอลดิบ

นำกลีเซอรอลดิบ (Crude glycerol) มาวิเคราะห์องค์ประกอบได้แก่ ปริมาณขององค์ประกอบส่วนที่ไม่ระเหย (Nonvolatile matter) ตามวิธีวิเคราะห์ ASTM :E 1235-01 (American standard testing of materials) [11] ปริมาณองค์ประกอบที่เป็นน้ำ (Water content) วิเคราะห์โดยวิธีดีน-สตรัก (Dean-strak) ปริมาณองค์ประกอบของเถ้า(Ash content) ปริมาณองค์ประกอบที่เป็นสารอินทรีย์ (Organic matter) ค่าความเป็นกรด-เบส

2.4.2 การทำกลีเซอรอลดิบให้บริสุทธิ์โดยวิธีแยกด้วยชุดกรองสุญญากาศ (Vacuum pump)

ประกอบด้วยขั้นตอน ดังผังไหลต่อไปนี้



รูปที่ 1 ผังไหลแสดงขั้นตอนการทำกลีเซอรอลดิบให้บริสุทธิ์โดยวิธีแยกด้วยชุดกรองสุญญากาศ

2.4.2.1 การแปรค่าความเป็นกรด-เบสที่เหมาะสมเพื่อกำจัดสบู่และโซเดียมไฮดรอกไซด์ออกจากกลีเซอรอลดิบ

ในขั้นตอนที่ 3 และ 4 ของผังไหลข้อ 2.4.2 โดยเติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้นลงในกลีเซอรอลดิบ จนมีค่าความเป็นกรด-เบสที่เหมาะสมเพื่อให้สบู่และโซเดียมไฮดรอกไซด์ แยกออกกลีเซอรอลดิบในรูปของกรดอินทรีย์และเกลือโซเดียมซัลเฟต ทั้งนี้จะแปรค่าความเป็นกรด-เบส จำนวน 3 ค่า คือ 1, 2 และ 3 ตามลำดับ

2.4.2.2 การแปรค่าความเป็นกรด-เบสที่เหมาะสมในขั้นตอนการฟอกสีและดูดกลิ่นกลีเซอรอลด้วยถ่านกัมมันต์

ในขั้นตอนที่ 7 ของผังไหลข้อ 2.4.2 เป็นขั้นตอนฟอกสี และกำจัดกลิ่นของกลีเซอรอล หลังแยกสบู่และโซเดียมไฮดรอกไซด์ตลอดจนสิ่งเจือปนอื่นๆ ออกแล้ว โดยเติมถ่านกัมมันต์ ขนาด -100 Mesh อัตราส่วนระหว่างถ่านกัมมันต์ ต่อ กลีเซอรอลเป็น 1:4 โดยน้ำหนัก กวนเป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิ 60-70 องศาเซลเซียส แต่เนื่องจากกลีเซอรอลยังมีกรดซัลฟิวริกเหลืออยู่ จึงต้องกำจัดโดยการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 5 นอร์มัล เพื่อให้กรดซัลฟิวริกตกตะกอนในรูปของเกลือโซเดียมซัลเฟต นอกจากนี้ยังต้องการศึกษาผลจากการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์จะส่งผลต่อการตกตะกอนของถ่านกัมมันต์หรือไม่ เพราะหากถ่านกัมมันต์ตกตะกอนได้เร็ว จะลดเวลาในขั้นตอนนี้ลงได้ สำหรับงานวิจัยนี้จึงแปรค่าความเป็นกรด-เบสจากการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณต่างกันที่ 2 3 4 5 6 และ 7 ตามลำดับ

2.4.2.3 การศึกษาผลของการแปรเวลาที่มีต่อการกำจัดน้ำจากกลีเซอรอล ในขั้นตอนที่ 8 ของผังไหลข้อ 2.4.2 กลีเซอรอลที่ผ่านการฟอกสี และกำจัดกลิ่น จะนำมากำจัดน้ำและเมทานอลโดยให้ความร้อน ที่ 120 องศาเซลเซียส แปรระยะเวลาในการให้ความร้อนเป็น 30 60 90 120 150 180 และ 210 นาที

2.4.3 การศึกษาการทำกลีเซอรอลดิบให้บริสุทธิ์โดยวิธีแยกด้วยคอลัมน์โครมาโทกราฟี [8] [9]

นำกลีเซอรอลดิบ จำนวน 5,000 กรัม มาผ่านกระบวนการตามผังไหลที่ 1 ตั้งแต่ขั้นตอนที่ 1 ถึง 7 จากนั้น นำมาเพิ่มความบริสุทธิ์ด้วยคอลัมน์โครมาโทกราฟี ดังผังไหลที่ 2

นำกลีเซอรอล 1,000 กรัม เทลงใน คอลัมน์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4.5 เซนติเมตรมีความยาว 56 เซนติเมตร บรรจุสำลีที่ปลายคอลัมน์และบรรจุถ่านกัมมันต์ ขนาด 8×30 Mesh ในคอลัมน์ให้มีความสูง 8 เซนติเมตร วัดอัตราเร็วขณะที่กลีเซอรอลบริสุทธิ์ไหลออกจากคอลัมน์

↓

นำกลีเซอรอล เติมถ่านกัมมันต์ขนาด (8 x30 mesh) จำนวนร้อยละ 10 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120-130 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 120 นาที กรองด้วยกระดาษกรอง Whatman®เบอร์ 1 ทำการวิเคราะห์หาปริมาณความบริสุทธิ์กลีเซอรอล พร้อมกับสังเกตลักษณะทางกายภาพ กลิ่น สี

รูปที่ 2 ผังไหลแสดงขั้นตอนการทำกลีเซอรอลดิบให้บริสุทธิ์โดยวิธีแยกด้วยคอลัมน์โครมาโทกราฟี

3.ผลและวิจารณ์ (Results and Discussion)

รูปที่ 3 กลีเซอรอลดิบที่ได้จากกระบวนการผลิตไบโอดีเซล

3.1 การศึกษาการทำกลีเซอรอลดิบที่ได้จากกระบวนการผลิตไบโอดีเซลให้บริสุทธิ์

3.1.1 การศึกษาองค์ประกอบกลีเซอรอลดิบ

ตัวอย่างที่นำมาศึกษาเป็นกลีเซอรอลดิบจากกระบวนการผลิตไบโอดีเซล ของกลุ่มวิสาหกิจชุมชนสมุทรสาครพัฒนาพลังงานทดแทน อ.กระทุ่มแบน จ.สมุทรสาคร พบว่าตัวอย่างกลีเซอรอลดิบมีลักษณะเป็นของเหลวข้นหนืด สีดำ ดังแสดงในรูปที่ 3 จากผลการวิเคราะห์เปรียบเทียบกับกลีเซอรอลบริสุทธิ์ที่แสดงในตารางที่ 3 พบว่ากลีเซอรอลดิบมีปริมาณกลีเซอรอลต่ำมาก เพียงร้อยละ 54 และมีองค์ประกอบอื่นๆ เจือปนอยู่มาก กลีเซอรอลดิบที่ได้จึงไม่เหมาะที่จะนำไปใช้ประโยชน์ได้นอกจากการนำไปใช้เป็นเชื้อเพลิง แนวทางในการผลิตกลีเซอรอลจำเป็นต้องใช้เทคนิคทางกายภาพและทางเคมีเข้ามาช่วย ได้แก่ การทำให้เป็นกรด การสกัดด้วยตัวทำละลาย การตกตะกอน และการกำจัดสี เป็นต้น เพื่อทำให้กลีเซอรอลใสมีความบริสุทธิ์เพิ่มขึ้น

ตารางที่ 3 องค์ประกอบกลีเซอรอลดิบ จากกระบวนการผลิตไบโอดีเซล วิสาหกิจชุมชนสมุทรสาครพัฒนาพลังงานทดแทน อำเภอกระทุ่มแบน จังหวัดสมุทรสาคร

การละลาย	ค่าความเป็นกรด-เบส	องค์ประกอบต่างๆ (%W/W)						
		ส่วนที่ไม่ระเหย	ส่วนที่ระเหย	กลีเซอรอล	ชั้นสารอินทรีย์	เมทานอล	น้ำ	เถ้า
ละลายในน้ำและเมทานอล	7.5-9.0	83	17	54	29	9	8	6

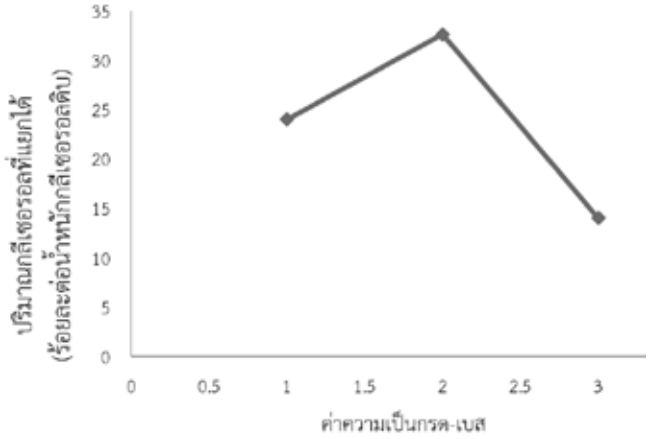
3.2 การศึกษาการแยกกลีเซอรอลให้บริสุทธิ์โดยวิธีแยกด้วยชุดเครื่องกรองสุญญากาศ

3.2.1 การแปรค่าความเป็นกรด-เบสที่เหมาะสมเพื่อกำจัดสบู่และโซเดียมไฮดรอกไซด์ออกจาก กลีเซอรอลดิบ (ขั้นตอนที่ 3 และ 4 ของผังไหลข้อ 2.4.2)

ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4 และกราฟรูปที่ 2 พบว่าที่ค่าความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 2 ทำให้ได้ กลีเซอรอลที่มีลักษณะใส ไม่มีสี ไม่มีกลิ่น จึงเป็นภาวะที่เหมาะสมที่สุด และได้ปริมาณกลีเซอรอลบริสุทธ์ที่แยกได้จาก กลีเซอรอลดิบสูงสุดเท่ากับร้อยละ 32.60 ต่อน้ำหนัก ทั้งนี้เนื่องจากที่ค่าความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 3 ยังคงมีสบู่เหลืออยู่มากและแยกออกจากกลีเซอรอลค่อนข้างยาก ทำให้มีสบู่ปนออกมาทำให้มีสีน้ำตาลและได้ปริมาณกลีเซอรอลน้อย ส่วนที่ค่าความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 1 ทำให้ชั้นกลีเซอรอลมีเกลือที่เกิดจากปฏิกิริยาสะเทินหลงเหลืออยู่ด้วย ทำให้ต้องมีขั้นตอนในการกำจัดเกลือเหล่านี้อีก

ตารางที่ 4 แสดงผลการทำกลีเซอทำกลีเซอรอลให้บริสุทธิ์โดยการแปรค่าความเป็นกรด-เบสให้เหมาะสม

ค่าความเป็นกรด – เบส	ปริมาณกลีเซอรอลที่แยกได้ (ร้อยละต่อน้ำหนัก)	ลักษณะกลีเซอรอล	
		สี	กลิ่น
1	23.95	ใส ไม่มีสี	ไม่มีกลิ่น
2	32.60	ใส ไม่มีสี	ไม่มีกลิ่น
3	14.00	มีสีน้ำตาล	มีกลิ่น



รูปที่ 4 แสดงปริมาณกลีเซอรอลที่แยกได้จากกลีเซอรอลดิบเทียบกับค่าความเป็นกรด-เบส

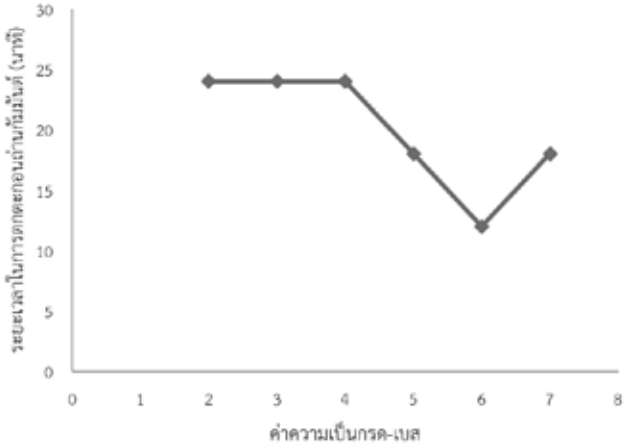
รูปที่ 5 แสดงการแยกชั้นของกลีเซอรอลในการปรับค่าความเป็นกรด - เบสที่ 2 ด้วยกรดซัลฟิวริก

3.2.2 การแปรค่าความเป็นกรด-เบสที่เหมาะสมในขั้นตอนการฟอกสีและดูดกลิ่นกลีเซอรอลด้วยถ่านกัมมันต์ (ขั้นตอนที่ 7 ของผังไหลข้อ 2.4.2)

ผลการทดลองที่แสดงในกราฟรูปที่ 6 แสดงระยะเวลาในการตกตะกอนของถ่านกัมมันต์เมื่อระดับความเป็นกรด-เบสต่างกัน จากการทดลองพบว่าค่าความเป็นกรด-เบสที่ 2 3 และ 4 ผงถ่านกัมมันต์อย่างละเอียดขนาด (-100 Mesh) ใช้เวลาในการตกตะกอน 24 ชั่วโมงเท่ากัน เนื่องจากยังมี H^+ ของกรดซัลฟูริกอยู่มาก ถ่านกัมมันต์จึงดูดซับ H^+ไว้ที่ผิวทำให้อนุภาคของถ่านกัมมันต์ผลักกัน ทำให้การตกตะกอนช้าในเวลาที่ไม่ต่างกัน

ที่ค่าความเป็นกรด-เบสที่ 5 และ 7 ใช้เวลาในการตกตะกอนของผงถ่าน 18 ชั่วโมงเท่ากัน พิจารณาที่ค่าความเป็นกรด-เบสที่ 5 ใช้เวลาตกตะกอนของถ่านกัมมันต์น้อยกว่าที่ค่า 2 3 และ 4 เนื่องจากมี H^+ เหลือน้อยทำให้อนุภาคของถ่านกัมมันต์มีแรงผลักกันน้อย จึงตกตะกอนเร็วกว่า ส่วนค่าความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 7 ซึ่งมีค่าเป็นกลาง ถ่านกัมมันต์น่าจะใช้เวลาน้อยที่สุดในการตกตะกอน เพราะไม่มี H^+ แต่กลับใช้เวลาเท่ากับที่ค่าความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 5 อาจเกิดจากมี OH^- จากสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ส่วนเกินที่ถูกดูดซับบนผิวของถ่านกัมมันต์แทน H^+ ทำให้อนุภาคถ่านกัมมันต์มีแรงผลักกันจึงใช้เวลาในการตกตะกอน เท่ากับหรือใกล้เคียงกับที่ค่าความเป็นกรด-เบสที่ 5

ส่วนที่ค่าความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 6 ใช้เวลาน้อยที่สุด 12 ชั่วโมงในการตกตะกอนจนกระทั่งได้ชั้นกลีเซอรอลใส ทั้งนี้เนื่องจากเหลือ H^+ น้อยที่สุด จึงมีผลให้อนุภาคของถ่านกัมมันต์ผลักกันน้อยที่สุด



รูปที่ 6 แสดงระยะเวลาในการตกตะกอนถ่านกัมมันต์เทียบกับค่าความเป็นกรด-เบส

3.2.3 ศึกษาผลของการแปรเวลาที่มีต่อการกำจัดน้ำจากกลีเซอรอล (ขั้นตอนที่ 8 ของผังไหลข้อ 2.4.2)

แปรผันเวลาในการกำจัดน้ำจากกลีเซอรอล ดังวิธีการข้อ 2.4.2.3 ผลการทดลองจากตารางที่ 3 พบว่า กลีเซอรอลมีค่าความบริสุทธิ์เริ่มต้นร้อยละ 79 จากนั้นให้ความร้อนเพื่อขจัดน้ำโดยผันแปรตามเวลา 30 60 90 120 150 180 และ 210 นาที ตามลำดับ โดยให้อุณหภูมิเท่ากัน 120 องศาเซลเซียส ตลอดการทดลอง พบว่าที่เวลา 120 นาที มีปริมาณกลีเซอรอลบริสุทธิ์สุดท้ายร้อยละ 89 ดังนั้นเวลาและอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดในกระบวนการขจัดน้ำออกจากกลีเซอรอล คือภาวะที่ 120 นาที ต่ออุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ซึ่งถ้าหากใช้เวลาน้อยกว่านี้ หรือมากกว่านี้ก็จะไม่ส่งผลให้กลีเซอรอลเกิดปริมาณความบริสุทธิ์เพิ่มขึ้น จึงเลือกใช้ภาวะที่ 120 องศาเซลเซียสต่อ 120 นาที ในกระบวนการขจัดน้ำออกจากกลีเซอรอลในการทดลองครั้งต่อไป

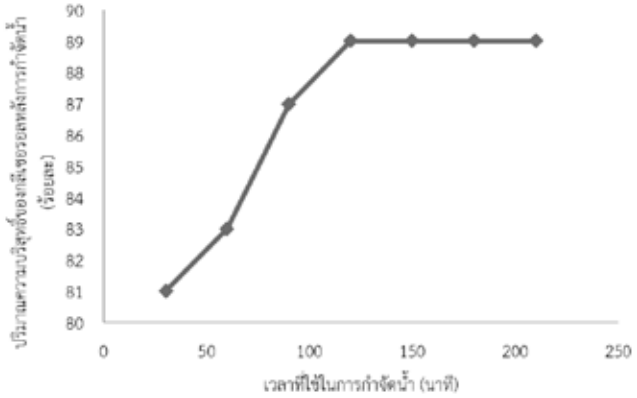
น้ำที่ละลายอยู่ในกลีเซอรอลส่วนใหญ่เกิดจากกระบวนการล้างผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซล เพื่อชะล้างสารปนเปื้อนที่ละลายน้ำได้ออกมาโดยไบโอดีเซลจะไม่ละลายน้ำในกระบวนการทรานเอสเทอริฟิเคชั่น (Tran-esterification) ของไตรกลีเซอไรด์หรือน้ำมัน

และไขมัน ส่วนเมทานอลจะถูกกลั่นออกบางส่วนแล้วนำกลับมาใช้ใหม่จึงมีเหลืออยู่ในกลีเซอรอลดิบน้อยมาก น้ำอีกส่วนหนึ่งเกิดจากการเติมสารละลายกรดซัลฟิวริก และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เพื่อปรับภาวะในกระบวนการแยกกลีเซอรอลดิบให้บริสุทธิ์

ตารางที่ 5 ผลการแปรเวลาในการกำจัดน้ำออกจากกลีเซอรอล

น้ำหนักเริ่มต้น (กรัม)	น้ำหนักสุดท้าย (กรัม)	เวลา (นาที)	ปริมาณความบริสุทธิ์สุดท้าย (ร้อยละ)
100	97	30	81
100	92	60	83
100	85	90	87
100	75	120	89
100	73	150	89
100	70	180	89
100	65	210	89

หมายเหตุ วิธีการหาความบริสุทธิ์ของกลีเซอรอล ปฏิบัติเช่นเดียวกับหัวข้อ 2.3



รูปที่ 7 แสดงปริมาณความบริสุทธิ์ของกลีเซอรอล (ร้อยละ) เทียบกับเวลาที่ใช้ในการกำจัดน้ำ (นาที)

3.3 การศึกษาการทำกลีเซอรอลดิบให้บริสุทธิ์โดยวิธีแยกด้วยคอลัมน์โครมาโทกราฟี

จากการนำกลีเซอรอลดิบมาทดลองทำให้บริสุทธิ์โดยการแยกด้วยคอลัมน์โครมาโทกราฟี ตามวิธีการข้อ 2.4.3 เมื่อทำการวิเคราะห์หาปริมาณความบริสุทธิ์กลีเซอรอล หลังจากให้ความร้อนเพื่อกำจัดเมทานอลและน้ำ โดยมีถ่าน กัมมันต์ช่วยในการดูดซับสีและกลิ่น พบว่าได้กลีเซอรอลที่มีความใสมากขึ้นและมีความบริสุทธิ์เฉลี่ยเท่ากับร้อยละ 92.19 เพิ่มขึ้นจากกระบวนการกรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศเพียงอย่างเดียว ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 6

ตารางที่ 6 แสดงภาวะการทำกลีเซอรอลดิบให้บริสุทธิ์โดยใช้คอลัมน์โครมาโทกราฟี

คอลัมน์ D x L (เซนติเมตร)	ความสูงถ่านกัมมันต์ (8×30Mesh) ที่บรรจุในคอลัมน์ (เซนติเมตร)	อัตราเร็วกลีเซอรอลบริสุทธิ์ไหลออกจากคอลัมน์ (ชั่วโมง:ซีซี)	ปริมาณความบริสุทธิ์กลีเซอรอล (ร้อยละ)
4.5×56	8	12:10	92.19

หมายเหตุ D = เส้นผ่านศูนย์กลาง (เซนติเมตร)
L = ความยาว (เซนติเมตร)

รูปที่ 8 กลีเซอรอลหลังจากผ่านกระบวนการทำให้บริสุทธิ์ ด้วยคอลัมน์โครมาโทกราฟี

4.สรุป (Conclusion)

ผลที่ได้จากงานวิจัยนี้ แสดงให้เห็นว่าการทำกลีเซอรอลดิบให้บริสุทธิ์โดยใช้กระบวนการทางกายภาพ สามารถทำได้ โดยการปรับค่าความเป็นกรด-ด่าง โดยใช้กรดซัลฟิวริก ฟอกสีและกำจัดกลิ่นด้วยถ่านกำมันต์ กรองด้วยชุดเครื่องกรองสุญญากาศ กำจัดน้ำและเมทานอล แล้วนำมาผ่านคอลัมน์โครมาโทกราฟี ให้ความร้อนเพื่อกำจัดน้ำและเมทานอล พร้อมกับฟอกสีและดูดกลิ่นด้วยถ่านกัมมันต์ พบว่าได้กลีเซอรอลมีลักษณะใส ไม่มีสี มีความบริสุทธิ์ เพิ่มขึ้นจากกลีเซอรอลดิบ ร้อยละ 54 เป็นร้อยละ 92.19 มีความเหมาะสมที่จะนำไปใช้ในอุตสาหกรรมเครื่องสำอาง เช่น สบู่ และโลชั่น

นอกจากนี้ วิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟีเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีอื่น ยังเป็นวิธีที่สามารถทำได้ง่ายกว่าวิธีที่ต้องใช้เครื่องมือที่มีราคาแพง เช่น เครื่องปั่นความเร็วสูง เครื่องกลั่นภายใต้สุญญากาศ จึงมีความเหมาะสมสำหรับผู้ประกอบการระดับชุมชนผู้ผลิตไบโอดีเซลจะนำไปใช้ผลิตกลีเซอรอลบริสุทธิ์ เพื่อลดปริมาณกลีเซอรอลดิบที่เป็นผลพลอยได้จากกระบวนการผลิตไบโอดีเซลให้กลายเป็นรายได้ส่งผลต่อเนื่องให้ลดการนำเข้ากลีเซอรอลจากต่างประเทศ เนื่องจากกลีเซอรอลมีการใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ อย่างกว้างขวาง

5.กิตติกรรมประกาศ (Acknowledgement)

คณะผู้วิจัยขอขอบพระคุณผู้บังคับบัญชา และบุคลากรของสำนักเทคโนโลยีชุมชนที่ได้ช่วยเหลือให้งานวิจัยนี้บรรลุวัตถุประสงค์ทุกประการ และกรมวิทยาศาสตร์บริการที่สนับสนุนทุนวิจัย

6.เอกสารอ้างอิง (References)

[1] นพวรรณ ชนัญพานิช และคนอื่นๆ. การทำกลีเซอรอลจากกระบวนการผลิตไบโอดีเซลให้บริสุทธิ์ (Purification of glycerine from biodiesel production). *วารสารวิชาการพระจอมเกล้าพระนครเหนือ*, 2552, 19(1) 66-72.

[2] อมร อุนเสน , อมรศิริ กุมพล และอิวัฒน์ เจริญบุตร. *การทำกลีเซอรอลจากผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซลให้บริสุทธิ์*. ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น. 2550.

[3] วรารัตน์ เลิศสนเมธากุล. *กระบวนการผลิตกลีเซอรอลคาร์บอเนตจากกลีเซอรอลดิบที่ได้จากกระบวนการไบโอดีเซล (Production of Glycerol Carbonate from Crude Glycerol Produced from Biodiesel Production)*. ภาควิชาวิศวกรรมศาสตร์ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มาวิทยาลัยสงขลานครินทร์. 2553.

[4] สุธิดา อรรถยานันทน์ และอมรชัย อากรณ์วิชานพ. ทำความรู้จักกับกลีเซอรอลว่าที่พลังงานทดแทนในอนาคต. *Technology Promotion*, ธ.ค. 2555-ม.ค.2556, 39(226) 49-52.

[5] เสาวลักษณ์ นกอยู่ และเอกพล หมื่นจำนงค์. *กระบวนการปรับปรุงคุณภาพกลีเซอรอลจากไบโอดีเซล(2) Purification of Glycerol from Biodiesel (2)*. ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ. 2553.

[6] ปิยนาฏ อินทนกูล. *การทำกลีเซอรอลที่ได้จากการผลิตน้ำมันชีวภาพให้บริสุทธิ์ (Purification of Glycerol From Biodiesel Production)*. ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวะกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง. 2547.

[7] คันธารส จักรตอน และคณะ. *การทำกลีเซอรีนให้บริสุทธิ์จากผลพลอยได้ของอุตสาหกรรมการผลิตดีเซลชีวภาพ.* ศูนย์นวัตกรรมวิศวกรรม พลังงานและสิ่งแวดล้อม. ภาควิชาวิศวกรรม คณะวิศวกรรม มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ องครักษ์. 2550.

[8] ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. *โครมาโตกราฟี (CHROMATOGRAPHY)*. [ออนไลน์]. เข้าถึงจาก: http://www.chemistry.sc.chula.ac.th

[9] ภาควิชาวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร*เทคนิคในห้องปฏิบัติการเคมี Chemical Laboratory Techniques*. [ออนไลน์]. เข้าถึงจาก: http://www. sci. nu. th/chemistry/directionlab/media-doc/..../lab 1

[10] Determination of Glycerine content, British standard 5711: Part 3. 1979.

[11] Determination of Non-Volatile matter content, American Society for Testing and Materials, ASTM :E 1235-01. 2001.

[12] OOI, T.L., et al. Crude glycerine recovery from glycerol residue waste from a plam kernel oil methyl ester plant. *Journal of Oil Palm Research*, 2011, 3(2), 16-22.

[13] YONG, K.C., et al. Refine of crude glycerine recovered from glycerine by simple vacuum distillation. *Journal of Oil Palm Research*, 2001, 13(2), 1-6.

[14] SWEARINGEN, T. 1999. *Separating glycerine/ FFAs*. [Online]. [viewed 15 December 2007]. Available from: http://www. journeytoforever.html

[15] TOVBIN, I.M., M.N. ZALIOPO, and A.M. ZURAVLEV. 2005. *Soap manufacturing and alternative method of glycerol purification*. [Online]. [viewed 30 August 2007]. Available from: http://www.sciencemadness.org/talk/viewthread.php?tid