การศึกษาการใช้สารเคมีทดแทน ในการวิเคราะห์ปริมาณกลีเซอรอล ในน้ำมันไบโอดีเซลตามวิธีมาตรฐาน EN 14105

The Study of Alternative Chemicals for Deterrmination of Glycerol in Biodiesel According to Standard Method EN 14105

■ วัชรี คตินนท์กุล

บทคัดย่อ

รายงานการศึกษาวิจัยนี้เป็นการศึกษาเปรียบเทียบผลวิเคราะห์ปริมาณกลีเซอรอล ทั้งในรูปกลีเซอรอลอิสระ (free glycerol) และกลีเซอรอลยึดเหนี่ยว (bound glycerol) ซึ่งได้แก่ โมโนกลีเซอไรด์, ไดกลีเซอไรด์ และไตรกลีเซอไรด์ ในน้ำมันไบโอดีเซลระหว่างการใช้สารเคมีทดแทน คือ ไตรเอทิลามีน (triethylamine) และเอ็น-ไตรเมทิลไซลิลอิมิดาโซล (N-trimethylsily-limidazole, TMSI) แทนการใช้ไพริดีน (pyridine) และเอ็น-เมทิล-เอ็น-ไตรเมทิลไซลิลไตรฟลูออโรอะเซทาไมด์ (N-methyl-N- trimethylsilyl-trifluoroacetamide, MSTFA) ซึ่งเป็นสารเคมีที่ใช้ตามวิธีมาตรฐาน EN 14105 ตามลำดับ จากผลการทดสอบความสัมพันธ์เชิงเส้นของกราฟมาตรฐาน, การทำซ้ำของวิธี และความแม่นในรูปร้อยละที่ได้กลับคืน พบว่าผลวิเคราะห์ปริมาณกลีเซอรอลจากชุดสารเคมีทดแทนได้ค่าใกล้เคียงกับชุดสารเคมีที่ใช้ตามวิธีมาตรฐาน

คำสำคัญ : แก๊สโครมาโทรกราฟ, ไบโอดีเซล, กลีเซอรอล, ปฏิกิริยาไซลิลเลชัน

Abstract

This study is about the comparison results of glycerol analysis in both free glycerol and bound glycerols which are mono-, di- and triglycerides in biodiesel using alternative chemicals: triethylamine and N-trimethylsilylimidazole (TMSI) instead of pyridine and N-methyl- N-trimethylsilyltrifluoroacetamide (MSTFA), which are chemicals recommended according to standard method EN 14105, respectively. This study showed linearity, method repeatability and percentage recovery performance. It was found that the results compared between alternative chemicals and the chemicals recommended according to the standard method are similar.

Keywords : Gas chromatograph, Biodiesel, Glycerol, Silylation reaction

บทนำ

ไบโอดีเซล (biodiesel) เป็นเชื้อเพลิงดีเซลที่ผลิตจากแหล่งทรัพยากรหมุนเวียน เช่น น้ำมันพืช ไขมันสัตว์ หรือสาหร่าย ไบโอดีเซลเป็นเชื้อเพลิงดีเซลทางเลือกนอกเหนือจากดีเซลที่ผลิตจากปิโตรเลียม โดยมีคุณสมบัติการเผาไหม้เหมือนกับดีเซลจากปิโตรเลียมมากและสามารถใช้ทดแทนกันได้ คุณสมบัติสำคัญของไบโอดีเซลคือ สามารถย่อยสลายได้เองตามกระบวนการชีวภาพในธรรมชาติ และไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม ขั้นตอนการผลิตคือการนำน้ำมันพืชที่ได้จากพืชน้ำมันมาทำปฏิกิริยากับเมทานอลและสารเร่งปฏิกิริยา ซึ่งจะได้เป็นไบโอดีเซลกับกลีเซอรอล หลังจากนั้นแยกกลีเซอรอลออกและทำความสะอาดไบโอดีเซล ในการตรวจสอบคุณภาพไบโอดีเซลว่าได้มาตรฐานหรือไม่ ข้อกำหนดหนึ่งในการตรวจสอบคุณภาพคือ การหาปริมาณกลีเซอรอลที่หลงเหลือในไบโอดีเซล ซึ่งควรจะไม่พบหรือมีปริมาณที่น้อยมาก วิธีที่ใช้กันโดยทั่วไปคือ การวิเคราะห์ โดยเทคนิคแก๊สโครมาโทรกราฟตามวิธีมาตรฐาน EN 14105 ซึ่งหลักการวิเคราะห์โดยวิธีนี้คือการเปลี่ยนรูปของกลีเซอรอล ทั้งในรูปกลีเซอรอลอิสระและยึดเหนี่ยว อันได้แก่ โมโน-, ได- และไตรกลีเซอไรด์ ให้อยู่ในรูปของสารอนุพันธ์ไซลิล (silylated derivatives) โดยใช้ปฏิกิริยาไซลิลเลชัน (silylation) ทั้งนี้เนื่องจากสารอนุพันธ์ไซลิลเป็นสารที่ระเหยได้ง่าย, มีความเป็นขั้วน้อย (less polar) และเสถียรต่อความร้อน (more thermally stable) ซึ่งเหมาะต่อการวิเคราะห์โดยเทคนิคนี้

อย่างไรก็ตามสารเคมีที่ใช้ตามวิธีมาตรฐาน EN 14105 มีบางตัวเป็นสารพิษและอันตรายมากนั่นคือ ไพริดีน ไพริดีนจัดเป็นสารที่อยู่ในกลุ่มสารที่อาจก่อมะเร็ง (carcinogenic agent) โดยอวัยวะเป้าหมายคือ ตับ, ไต, ท่อไต, กระเพาะปัสสาวะ, ประสาท และไขกระดูก สามารถดูดซึมผ่านผิวหนังได้ทันที และเป็นอันตราย เมื่อสูดดมโดยสารนี้ทำให้เกิดอาการระคายเคืองที่แผ่นเยื่อเมือกและบริเวณทางเดินหายใจส่วนบน หากน้ำดื่มมีไพริดีนปนเปื้อนในสัตว์ ทดลองพบว่าการเคลื่อนไหวของสเปิร์ม (motility) จะลดน้อยลงและอาจส่งผลต่อระบบสืบพันธุ์ นอกจากนี้สารเคมีที่ทำหน้าที่เปลี่ยนกลีเซอรอลให้เป็นสารอนุพันธ์ไซลิลโดยใช้ปฏิกิริยาไซลิลเลชันตามวิธีมาตรฐานนี้คือ เอ็น-เมทิล-เอ็น-ไตรเมทิลไซลิลไตรฟลูออโรอะเซทาไมด์มีราคาที่สูง ดังนั้นในการศึกษาครั้งนี้จึงมีวัตถุประสงค์ที่จะหาสารเคมีทดแทนในการวิเคราะห์ปริมาณกลีเซอรอลในน้ำมันไบโอดีเซลโดยใช้วิธีมาตรฐานดังกล่าว

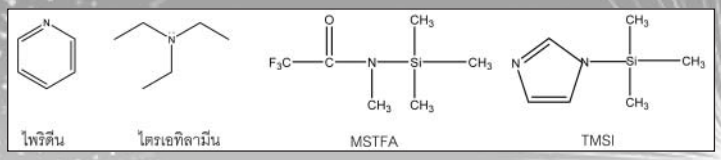
สารเคมีที่ทำหน้าที่เปลี่ยนเป็นสารอนุพันธุ์ไซลิลในกลุ่มที่สารตั้งต้นเป็นหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group) เช่น กลีเซอรอลนั้นมีหลายตัว เช่น เอ็น, โอ-บิส (ไตรเมทิลไซลิล) อะเซทาไมด์ (N,O-Bis (trimethylsilyl) acetamide), เอ็น, โอ-บิส (ไตรเมทิลไซลิล) ไตรฟลูออโรอะเซทาไมด์ (N,O-Bis (trimethylsilyl)trifluoroacetamide), เอ็น-เมทิล- เอ็น-ไตรเมทิลไซลิลไตรฟลูออโรอะเซทาไมด์ (N-Methyl- N-trimethylsilyltrifluoroacetamide), ไตรเมทิลคลอโรไซเลน (Trimethylchlorosilane), เอ็น-ไตรเมทิลไซลิลอิมิดาโซล (N-(trimethylsilyl)imidazole) และสารละลายที่นิยมใช้ในปฏิกิริยาไซลิลเลชันมีหลายชนิด เช่น อะซีโตไนไตรล์ (acetonitrile), ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ (dimethyl formamide), ไตรเอทิลามีน (Triethylamine) เป็นต้น อย่างไรก็ตามเกณฑ์หลักที่ใช้ในการเลือกสารเคมีทดแทน เพื่อการศึกษาในครั้งนี้คือการเลือกใช้สารละลายอื่นที่ปลอดภัยกว่าไพริดีน และเลือกสารเคมีที่ทำหน้าที่เปลี่ยนเป็นสารอนุพันธ์ไซลิลตัวอื่นที่มีราคาย่อมเยากว่า เอ็น-เมทิล-เอ็น-ไตรเมทิลไซลิลไตรฟลูออโรอะเซทาไมด์ ดังนั้นสารเคมีที่เลือกนำมาศึกษาเปรียบเทียบในครั้งนี้คือสารละลายไตรเอทิลามีนแทนการใช้ไพริดีน และเอ็น-ไตรเมทิลไซลิลอิมิดาโซล แทนการใช้เอ็น-เมทิล-เอ็น-ไตรเมทิลไซลิลไตรฟลูออโรอะเซทาไมด์ อนึ่ง สารเคมีที่เลือกนำมาใช้ศึกษาในครั้งนี้มีโครงสร้างหลัก (major structure) ซึ่งเป็นส่วนสำคัญในการเกิดปฏิกิริยา ไซลิลเลชันเหมือนกันกับสารเคมีที่ใช้อยู่เดิมตามวิธีมาตรฐานจะแตกต่างกันบ้างก็เพียงโครงสร้างย่อย (minor structure) ดังแสดงในภาพที่ 1

วิธีการทดลอง

1. เตรียมสารมาตรฐาน (stock solution) กลีเซอรอล, โมโนโอเลอิน, ไดโอเลอิน และไตรโอเลอิน ตามวิธีมาตรฐาน EN 14105 โดยเตรียมในสารละลาย ไพริดีน 1 ชุด และในสารละลายไตรเอทิลามีน 1 ชุด

2. เตรียมสารมาตรฐานภายใน (internal standard, IS) คือ บิวเทนไตรออล (IS1) และไตรคาพริน (IS2) ตามวิธีมาตรฐาน EN 14105 โดยเตรียมในสารละลาย ไพริดีน 1 ชุด และในสารละลายไตรเอทิลามีน 1 ชุด

3. เตรียมสารมาตรฐานกลีเซอรอล, โมโนโอเลอิน, ไดโอเลอิน และไตรโอเลอินที่ความเข้มข้นต่างๆ จำนวน 7 ความเข้มข้น แล้วเติมสารมาตรฐานภายในบิวเทนไตรออล (IS1) และไตรคาพริน (IS2) โดยเป็นชุดไพริดีน 1 ชุดและไตรเอทิลามีน 1 ชุด



ภาพที่ 1 เปรียบเทียบโครงสร้างทางเคมีของไพริดีนกับไตรเอทิลามีน และเอ็น-เมทิล-เอ็น-ไตรเมทิลไซลิลไตรฟลูออโรอะเซทาไมด์ (MSTFA) กับเอ็น-ไตรเมทิลไซลิลอิมิดาโซล (TMSI)

ตารางที่ 1 ระบบและสภาวะการใช้งานเครื่องแก๊สโครมาโทรกราฟ

Gas Chromatography :	PerkinElmer® Clarus® 600 GC
Injector :On column (OC) : 5.0 -μL syringe with 0.47-mm ID needle	
	Injection Volume : 1.0-μL Speed : Slow Viscosity : 2
GC Oven :	50°C (1) 15°C/min 180°C (0) 7°C/min 230°C (0) 30°C/min 380°C (10)
Detector :	FID Range: × 1 Attn: × 4 Temp: 380(C, Air: 450 mL/min H_2: 45 mL/min
Pneumatics :	PPC for OC Carrier gas (Helium), PPC FID Gases (Air and Hydrogen)
Guard Column :	8-12 in. × 0.53 mm ID connected to analytical column with column union
Analytical Column :	15 m × 0.32 mm ID × 0.10 (m DB-5HT ((5%Phenyl)-methylpolysiloxane)
Carrier Gas :	Helium at 3 mL/min constant flow
Wash Solvent :	N-Heptane Rinse : 5 Pump : 5 Wash : 5

4. จากนั้นเติมสารที่ทำหน้าที่เปลี่ยนเป็นสารอนุพันธ์ไซลิลโดยใช้เอ็น-เมทิล-เอ็น-ไตรเมทิลไซลิลไตรฟลูออโรอะเซทาไมด์ในชุดไพริดีนและเอ็น-ไตรเมทิลไซลิลอิมิดาโซลในชุดไตรเอทิลามีน

5. เขย่าแล้วตั้งทิ้งไว้ 15 นาที หลังจากนั้นเติมนอร์มัล-เฮปเทน 8 มิลลิลิตรในชุดไพริดีนและเติมน้ำกับนอร์มัล-เฮปเทนอย่างละ 8 มิลลิลิตร ภายหลังจากเขย่าแล้วตั้งทิ้งไว 20 นาทีสำหรับชุดไตรเอทิลามีน

6. นำตัวอย่างสารมาตรฐานที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทรกราฟ

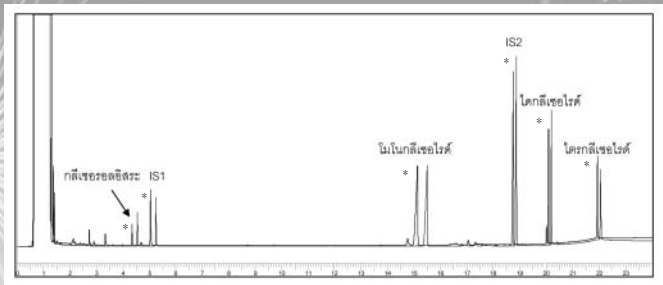
7. ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างของน้ำมันไบโอดีเซลทำเช่นเดียวกับการเตรียมตัวอย่างของสารมาตรฐาน

ผลและการอภิปรายผลการทดลอง

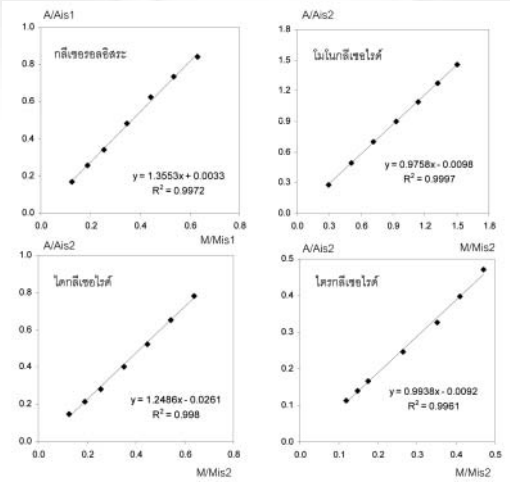
เมื่อนำสารมาตรฐานที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทรกราฟจะได้โครมาโทรแกรมดังภาพที่ 2 ซึ่งแสดงพีคของกลีเซอรอลอิสระ, สารมาตรฐาน ภายใน (IS1), โมโนกลีเซอไรด์, สารมาตรฐานภายใน (IS2), ไดกลีเซอไรด์และไตรกลีเซอไรด์ตามลำดับ โดยจะปรากฏพีคในรูปแบบเดียวกันทั้งในชุดไพริดีนและไตรเอทิลามีน จะแตกต่างกันก็ตรงตำแหน่งของพีคโดย ในชุดไตรเอทิลามีนจะแสดงเวลาที่คงอยู่ (Retention time, RT) เร็วกว่าชุดไพริดีนดังสรุปในตารางที่ 1 ทั้งนี้อธิบายได้ว่าเป็นเพราะจุดเดือดของไตรเอทิลามีน (89.7 °C) น้อยกว่าไพริดีน (115.2°C) จึงปรากฏพีคเวลาที่คงอยู่เร็วกว่า

ตารางที่ 1 แสดงเวลาที่คงอยู่ของสารมาตรฐานกลีเซอรอลอิสระ, โมโนกลีเซอไรด์, ไดกลีเซอไรด์, ไตรกลีเซอไรด์ และสารมาตรฐานภายใน (IS1, IS2) เปรียบเทียบระหว่างการเตรียมในชุดไพริดีนและไตรเอทิลามีน

สารมาตรฐาน	เวลาที่คงอยู่ (RT), นาที	
	ชุดไตรเอทิลามีน	ชุดไพริดีน
กลีเซอรอลอิสระ	4.33	4.44
โมโนกลีเซอไรด์	15.13	15.34
ไดกลีเซอไรด์	20.08	20.14
ไตรกลีเซอไรด์	21.94	22.00
สารมาตรฐานภายใน (IS1): บิวเทนไตรออล	5.04	5.24
สารมาตรฐานภายใน (IS2): ไตรคาพริน	18.75	18.82



ภาพที่ 2 โครมาโทรแกรมของสารมาตรฐานกลีเซอรอลอิสระ, โมโนกลีเซอไรด์, ไดกลีเซอไรด์, ไตรกลีเซอไรด์และสารมาตรฐานภายใน (IS1, IS2) เปรียบเทียบระหว่างการเตรียมในชุดไพริดีน และไตรเอทิลามีน (*)

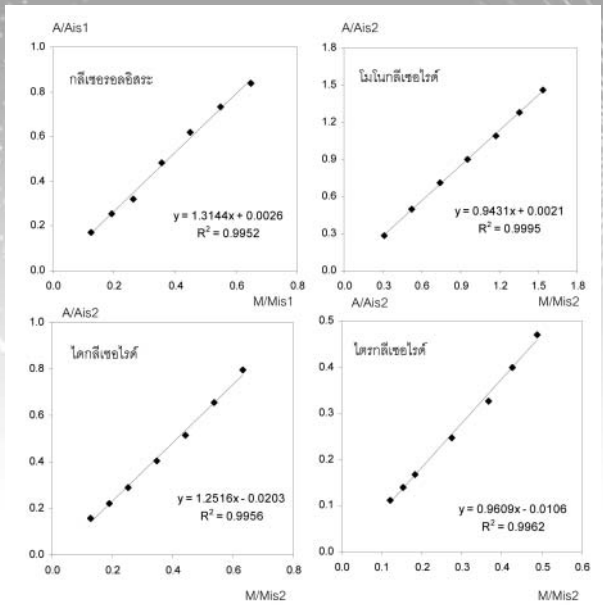


ภาพที่ 3 กราฟของสารมาตรฐานกลีเซอรอลอิสระ, โมโนกลีเซอไรด์, ไดกลีเซอไรด์ และไตรกลีเซอไรด์เตรียมในชุดไพริดีน แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนพื้นที่ใต้พีคของสารแต่ละชนิด (A/Ais) กับอัตราส่วนน้ำหนักต่อสารมาตรฐานภายใน (M/Mis)

สำหรับปฏิกิริยาไซลิลเลชันในชุดไตรเอทิลามีน นอกจากได้สารอนุพันธ์ไซลิลเป็นผลิตภัณฑ์หลักแล้วยังได้เกลือเป็นผลิตภัณฑ์ผลพลอยได้ (by-product) ดังนั้น นอกจากเติมนอร์มอล-เฮปเทนแล้วยังต้องเติมน้ำลงไปเพื่อละลายเกลือออกจากสารอนุพันธ์ไซลิลก่อนที่จะนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทรกราฟต่อไป นอกจากนี้ เพื่อตรวจสอบว่าปฏิกิริยาไซลิลเลชันในชุดไตรเอทิลามีน ใช้ระยะเวลาเท่าใดจึงเกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ จึงได้ทำการศึกษาตัวอย่างน้ำมันไบโอดีเซลโดยให้ตัวแปรเป็น ระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา คือ 15, 20 และ 25 นาที พบว่าปริมาณสารที่วัดได้หลังจากทำปฏิกิริยาที่ 20 และ 25 นาทีได้ค่าที่ใกล้เคียงกัน ดังนั้นระยะเวลาที่เหมาะสมสำหรับชุดไตรเอทิลามีนในการทำปฏิกิริยาไซลิลเลชันที่สมบูรณ์คือ 20 นาที

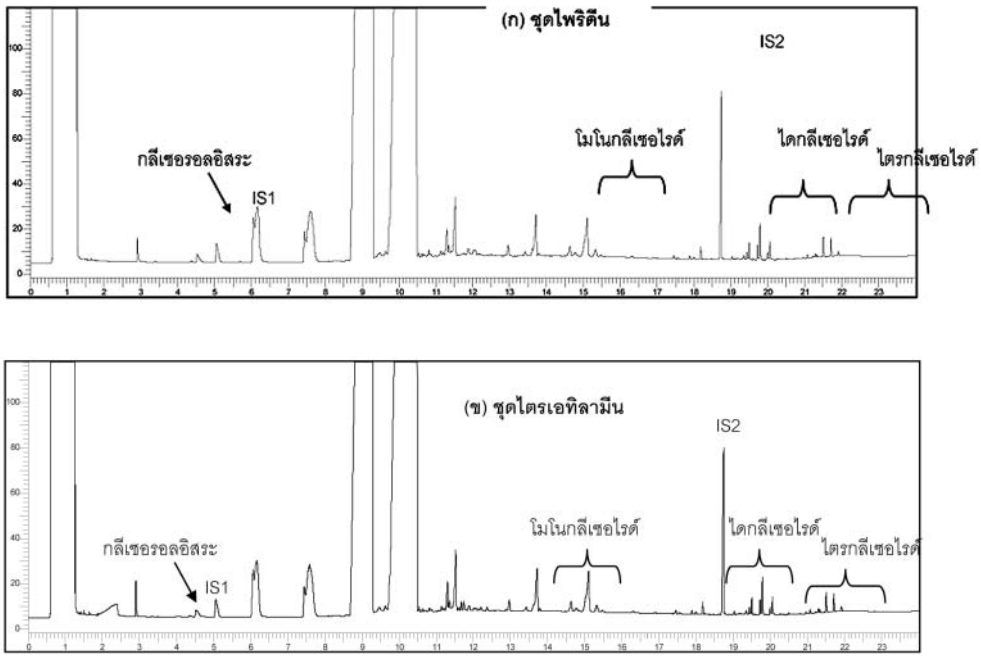
เมื่อพิจารณาความสัมพันธ์เชิงเส้น (linearity) ของกราฟมาตรฐานระหว่างอัตราส่วนพื้นที่ใต้พีคและอัตราส่วนน้ำหนักสารต่อสารมาตรฐานภายในของกลีเซอรอลอิสระ, โมโนกลีเซอไรด์, ไดกลีเซอไรด์ และไตรกลีเซอไรด์ เปรียบเทียบระหว่างชุดที่เตรียมในไพริดีนและไตรเอทิลามีน ดังแสดงในภาพที่ 3 และ 4 พบว่าสารมาตรฐานทุกชนิดเป็นสมการเส้นตรงโดยมีค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (R^2)>0.995 ทั้งในชุดไพริดีนและไตรเอทิลามีน แสดงว่าค่าอัตราส่วนพื้นที่ใต้พีคและอัตราส่วนน้ำหนักสารต่อสารมาตรฐานภายในมีความสัมพันธ์เชิงเส้น

เมื่อพิจารณาโครมาโทรแกรมของตัวอย่างน้ำมันไบโอดีเซลที่เตรียมในชุดไพริดีนและไตรเอทิลามีนดังแสดงในภาพที่ 5 พบว่าตำแหน่งพีคของกลีเซอรอลอิสระ, โมโนกลีเซอไรด์, ไดกลีเซอไรด์, ไตรกลีเซอไรด์และสารมาตรฐานภายในของทั้ง 2 ชุด ปรากฏที่ตำแหน่งเดียวกันและแสดงลักษณะรูปร่างรวมถึงพื้นที่ใต้พีคที่ใกล้เคียงกันดังแสดงส่วนขยายในภาพที่ 6 ซึ่งเมื่อนำผลมาคำนวณหาปริมาณสารจากกราฟมาตรฐานจะให้ค่าที่ใกล้เคียงกัน

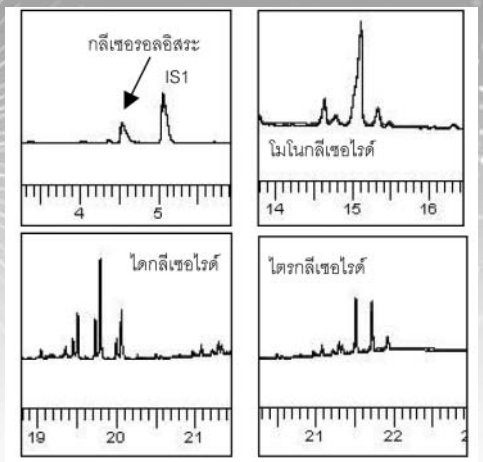


ภาพที่ 4 กราฟของสารมาตรฐานกลีเซอรอลอิสระ, โมโนกลีเซอไรด์, ไดกลีเซอไรด์ และไตรกลีเซอไรด์เตรียมในชุดไตรเอทิลามิน แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนพื้นที่ใต้พีคของสารแต่ละชนิด (A/Ais) กับอัตราส่วนน้ำหนักต่อสารมาตรฐานภายใน (M/Mis)

ภาพเรื่องการศึกษาใช้สารเคมีทดแทน



ภาพที่ 5 โครมาโทรแกรมของตัวอย่างน้ำมันไบโอดีเซลเปรียบเทียบระหว่างการเตรียมใน (ก) ชุดไพริดีนและ (ข) ชุดไตรเอทิลามีน



ภาพที่ 6 โครมาโทรแกรมส่วนขยายแสดงลักษณะรูปร่างและพื้นที่ใต้พีคของกลีเซอรอลอิสระ, โมโนกลีเซอไรด์, ไดกลีเซอไรด์และไตรกลีเซอไรด์ เปรียบเทียบระหว่างชุดไพริดีน (สีน้ำเงิน) และไตรเอทิลามีน (สีดำ)

เมื่อพิจารณาค่าการทำซ้ำของวิธี (method repeatability) ในการศึกษาครั้งนี้ทำการทดสอบในตัวอย่างน้ำมันไบโอดีเซล โดยเตรียมตัวอย่างในชุดไพริดีนและไตรเอทิลามีน จำนวนชุดละ 7 ซ้ำ แล้วทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทรกราฟ พบว่าปริมาณร้อยละของกลีเซอรอลอิสระ, โมโนกลีเซอไรด์, ไดกลีเซอไรด์ และไตรกลีเซอไรด์ในตัวอย่างน้ำมันไบโอดีเซลที่เตรียมในชุดไพริดีน และไตรเอทิลามีนได้ค่าที่ใกล้เคียงกัน และผลของแต่ละชุดอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ตามวิธีมาตรฐาน EN 14105 (สำหรับกลีเซอรอลอิสระ $r = 0.0538x+0.0014$, โมโนกลีเซอไรด์ $r = 0.119x+0.004$, ไดกลีเซอไรด์ $r = 0.060x+0.004$ และไตรกลีเซอไรด์ $r = 0.1565x+0.004$ เมื่อ r คือเกณฑ์ร้อยละค่าการทำซ้ำ, x คือค่าเฉลี่ยสารที่วัดได้)

เมื่อพิจารณาค่าความแม่น (accuracy) ในรูปของร้อยละที่ได้กลับคืน (%recovery) ซึ่งคำนวณจากผลต่างของค่าที่วัดได้กับค่าอ้างอิง (ในที่นี้คือการเติมสารที่ทราบปริมาณแน่นอนลงไปในตัวอย่าง (spiking)) ในการศึกษาครั้งนี้ทดสอบในตัวอย่างน้ำมันไบโอดีเซลโดยทดลองที่ 3 ระดับ ความเข้มข้นๆ ละ 3 ซ้ำ โดยให้มีปริมาณสารอยู่ระหว่าง 0.01-1% ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 2 พบว่าค่าเฉลี่ยร้อยละที่ได้กลับคืนของกลีเซอรอลอิสระ, โมโนกลีเซอไรด์, ไดกลีเซอไรด์ และไตรกลีเซอไรด์ในตัวอย่างน้ำมันไบโอดีเซลที่วัดได้ในชุดไพริดีนได้ค่าที่ใกล้เคียงกับชุดไตรเอทิลามีน โดยค่าร้อยละที่ได้กลับคืนอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้คือ 85-110% สำหรับปริมาณสาร 0.01-1% (เกณฑ์ยอมรับอ้างอิงจาก AOAC Peer-Verified methods, Dec 2002)

ตารางที่ 2 เปรียบเทียบค่าเฉลี่ยร้อยละที่ได้กลับคืนของกลีเซอรอลอิสระ, โมโนกลีเซอไรด์, ไดกลีเซอไรด์และไตรกลีเซอไรด์ ในตัวอย่างน้ำมันไบโอดีเซลระหว่างชุดไพริดีนและไตรเอทิลามีน

ระดับความเข้มข้น	ค่าเฉลี่ยร้อยละที่ได้กลับคืน							
	กลีเซอรอลอิสระ		โมโนกลีเซอไรด์		ไดกลีเซอไรด์		ไตรกลีเซอไรด์	
	ชุดไพริดีน	ชุดไตรเอทิลามีน	ชุดไพริดีน	ชุดไตรเอทิลามีน	ชุดไพริดีน	ชุดไตรเอทิลามีน	ชุดไพริดีน	ชุดไตรเอทิลามีน
1	97.0	96.3	98.5	97.8	97.4	96.3	98.2	97.3
2	97.9	96.5	98.7	97.3	97.7	97.0	98.0	97.2
3	98.3	97.4	98.1	97.5	98.0	97.2	99.1	98.2

สรุปผลการทดลอง

จากผลการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่าการวิเคราะห์ปริมาณกลีเซอรอลในน้ำมันไบโอดีเซลด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทรกราฟนั้นสามารถใช้ไตรเอทิลามีนแทนการใช้ไพริดีน และเอ็น-ไตรเมทิลไซลิลอิมิดาโซล แทนการใช้เอ็น-เมทิล-เอ็น-ไตรเมทิลไซลิลไตรฟลูออโรอะเซทาไมด์ได้โดยผลทดสอบปริมาณกลีเซอรอลอิสระ, โมโนกลีเซอไรด์, ไดกลีเซอไรด์ และไตรกลีเซอไรด์ที่วัดในตัวอย่างน้ำมันไบโอดีเซลได้ค่าที่ใกล้เคียงกัน และกราฟมาตรฐานมีความสัมพันธ์เชิงเส้นโดยได้ค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (R^2) อยู่ในช่วง 0.9961-0.9997 ในชุดไพริดีนและ 0.9952-0.9995 สำหรับชุดไตรเอทิลามีน ค่าการทำซ้ำของวิธีทั้งในชุดไพริดีนและไตรเอทิลามีนอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ตามวิธีมาตรฐาน EN 14105 นอกจากนี้ค่าเฉลี่ยร้อยละที่ได้กลับคืนทั้งสามช่วงความเข้มข้นของกลีเซอรอลอิสระอยู่ในช่วง 97.0-98.3 และ 96.3-97.4, โมโนกลีเซอไรด์อยู่ในช่วง 98.1-98.7 และ 97.3-97.8, ไดกลีเซอไรด์อยู่ในช่วง 97.4-98.0 และ 96.3-97.2 และไตรกลีเซอไรด์อยู่ในช่วง 98.0-99.1 และ 97.2-98.2 สำหรับชุดไพริดีนและไตรเอทิลามีนตามลำดับ ระยะเวลาที่เหมาะสมสำหรับชุดไตรเอทิลามีนในการทำปฏิกิริยาไซลิลเลชันที่สมบูรณ์คือ 20 นาที การใช้สารเคมีในชุดไตรเอทิลามีนนี้นอกจากช่วยลดอันตรายจากการใช้ไพริดีนแล้วยังช่วยประหยัดค่าใช้จ่ายจากการซื้อสารเคมีที่มีราคาสูงอีกด้วย

ข้อเสนอแนะ

ควรศึกษาสารเคมีที่ทำหน้าที่เปลี่ยนเป็นสารอนุพันธุ์ไซลิลและสารละลายที่ใช้ในปฏิกิริยาไซลิลเลชันตัวอื่นๆ เพิ่มเติม ซึ่งอาจให้ผลที่ใกล้เคียงหรือดีกว่า เนื่องจากสารกลุ่มนี้ไวต่อความชื้น ดังนั้นจึงต้องเก็บในสภาพแวดล้อมที่เหมาะสม เพื่อป้องกันการเสื่อม (degradation) ของสาร

เอกสารอ้างอิง

Sigma Aldrich. Derivatization reagents: silylation. **[Online].** [cite dated 25 February 2010]. Available from internet : http://www.sigmaaldrich.com/Area of Interest/Analytical Chromatography/Analytical Reagents/Derivatization Reagents/Silylation.htm

Simchen, G.; and Heberle, **J. Silylating Agents.** 2 nd ed. Buchs : Fluka Chemika, 1995. p.1-54.

The European Standard. Fat and oil derivatives - fatty acid methyl esters (FAME) - Determination of free and total glycerol and mono-, di-, triglyceride contents (Reference method). **EN 14105.** 2003. p1-19.