

Część doświadczalna

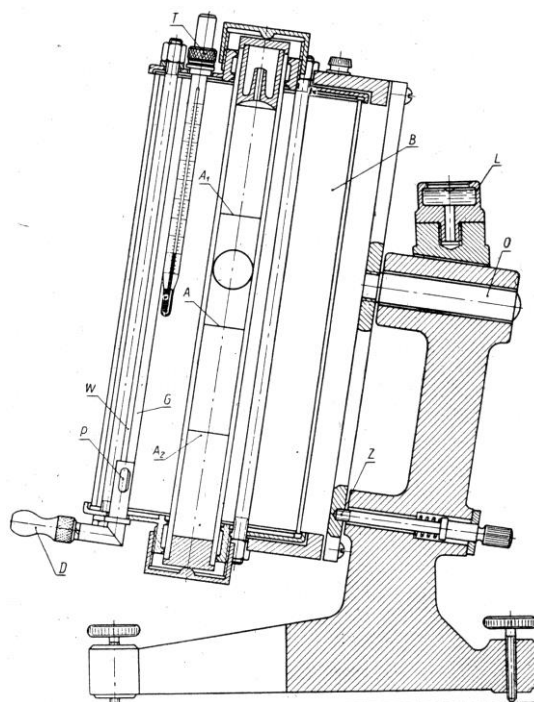
2.1. Synteza biopaliwa

Kolejność wykonywanych czynności

1. Sprawdzić czy kran w reaktorze jest zamknięty.
2. Do cylindra miarowego wlać 250 cm³ oleju rzepakowego i za pomocą pompy perystaltycznej przepompować go do reaktora.
3. Do tego samego cylindra wlać 50 cm³ 1M metanolowego roztworu KOH i przepompować go do reaktora.
4. Prowadzić reakcję transestryfikacji przez 30 minut.
5. Wyłączyć mieszadło, po rozseparowaniu warstw zlać dolną warstwę metanolowo-glicerynową do **uprzednio zważonej** kolby 250 mL ze szlifem Φ 29.
6. Kolbę z warstwą glicerynową zamontować na wyparce próżniowej i odparować metanol (temperatura łaźni 50 °C, czas około 20 minut, należy kontrolować proces , aby nie dopuścić do przerzucenia ogrzewanej cieczy do odbieralnika!
7. Włączyć mieszadło i przepompować kolejne 50 cm³ 1M metanolowego roztworu KOH do reaktora. Prowadzić drugi etap transestryfikacji przez kolejne 20 minut.
8. Wyłączyć mieszadło, po rozseparowaniu warstw zebrać dolną warstwę metanolowo-glicerynową do kolbki łącząc ją z poprzednią frakcją. **Zważyć kolbkę z zawartością**, zamontować na wyparce próżniowej i odparować metanol (temperatura łaźni wodnej 50°C, czas ok. 15 minut). Ponownie zważyć kolbę z zawartością i obliczyć masę otrzymanej pozostałości.
9. Przemyc warstwę olejową w reaktorze porcją 100 cm³ roztworu H₂SO₄ (stężenie 2%). Po rozseparowaniu warstw zlać dolną, wodną warstwę. Następnie przemywać estry porcjami wody dwukrotnie destylowanej (po 100 cm³) do otrzymania pH neutralnego (porównać z pH wody użytej do płukania): za każdym razem intensywnie mieszać przez kilka minut, po czym wyłączać mieszadło i zlewać dolną warstwę (wodną), sprawdzając papierkiem wskaźnikowym odczyn odcieku. Warstwy wodne połączyć, zważyć i podać ich sumaryczną masę.
10. Przygotować zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem. W lejku ułożyć wyciętą, dopasowaną bibułę. Odważyć 150 g środka suszącego (bezwodny siarczan sodu) i dodać do zlewki w której znajdują się otrzymane estry metylowe kwasów tłuszczowych mieszać za pomocą bagietki przez około 10 minut. Następnie odsączyć środek suszący przemyć osad acetonem (20 cm³) i przenieść do zlewki i zważyć.
11. Reaktor umyć wodą z dodatkiem detergentu (posługując się tą samą pompą perystaltyczną co do dozowania substratów), następnie reaktor przemyć dwukrotnie acetonem.
12. Przesącz otrzymany w punkcie 10 przelać do **zważonej kolby** okrągłodennej. **Zważyć ponownie**, zamontować na wyparce próżniowej i odparować resztki metanolu i acetonu (temperatura łaźni wodnej 60°C, czas ok. 15 minut). Ponownie zważyć kolbę z zawartością i obliczyć masę otrzymanej mieszaniny.
13. Obliczyć:
masę produktu
wydajność transestryfikacji zasadowej
objętość / masę produktów ubocznych (przyjmując $d = 1 \text{ kg dm}^{-3}$)

14. Zmierzyć gęstość biopaliwa i oleju rzepakowego użytego do transestryfikacji za pomocą odpowiednio dobranych areometrów.

2.2. Oznaczanie lepkości dynamicznej za pomocą lepkościomierza Höplera



Starannie umytą, suchą rurę pomiarową umocować w aparacie i zamknąć zakrętką od dołu, po czym napełnić badaną cieczą do poziomu ok. 25 mm poniżej górnej krawędzi. Za pomocą szczypec wprowadzić do wnętrza napełnionej rury kulę dobraną tak, aby czas jej opadania wynosił więcej niż 10 i mniej niż 180 sekund. Parametry charakterystyczne kul podane są w Tabeli 9. Kule 1 i 2 wykonane są ze szkła. W celu ich rozróżnienia dołączony jest miernik, przez który kula 2 przechodzi, a kula 1 nie przechodzi. Pozostałe kule wykonane są ze stali niklowej.

Tabela 9. Parametry charakterystyczne kul wiskozymetrycznych.

nr kuli	średnica kuli	masa kuli [g]	gęstość kuli w 20°C [g/cm ³]	stała kuli K [cP·cm ³ /g·s]	stała kuli K [cP·cm ³ /g·s]
1	15,8	4,59950	2,225	0,0098430	0,0097101
2	15,6	4,45620	2,227	0,074828	0,074398
3	15,5	16,05290	8,146	0,13136	0,13111
4	15,0	14,40450	8,146	1,2026	1,2003
5	13,5	9,91410	7,699	10,529	10,522
6	10,0	4,01810	7,674	40,01	40,01

(średnica krążka dołączonego do zestawu 15,63 mm)

Wypoziomować wiskozymetr, ustawić temperaturę i włączyć obieg cieczy termostatującej. Po ustaleniu się temperatury (ok. 20 minut) obrócić aparat dookoła osi „O” (zob. Rys. 9) do 180° i zmierzyć stoperem czas opadania kuli od kreski A₁ do A₂. W ten sam sposób (dokonując obrotu o 180°) i w tej samej temperaturze powtórzyć pomiar kilkakrotnie, z otrzymanych wyników obliczyć średni czas opadania kuli (w sekundach). Uwaga: nawet niewielkie zmiany temperatury powodują duże różnice w czasach opadania kuli. Zlać biopaliwo do butelki i wytrzeć kule do sucha.

2.3. Pomiar gęstości biopaliwa i oleju rzepakowego za pomocą termoareometru.

Wlać 230 cm³ biopaliwa/oleju do cylindra, włożyć ostrożnie termoareometr do cylindra z cieczą (nie może dotykać dna, musi być ustawiony pionowo i nie dotykać ścianek cylindra). Odczytać poziom do którego zanurzyła się jego nóżka areometru (poziom na którym ciecz przecina skalę).



2.4. Pomiar temperatury zapłonu w tyglu zamkniętym



Aparat Setaflash do oznaczania temperatury zapłonu
w tyglu zamkniętym: 1 – mosiężny tygiel umieszczony
w stalowym naczyniu, 2-termometr, 3-mieszadło.