

► Biodiesel kwaliteit 1 ◀

Thema	Onderzoek naar de kwaliteit van biodiesel met eenvoudige methodes					
Werken aan competenties	<p>Je bent <i>junior procesoperator</i> bij een fabriek die afgewerkte bakolie verwerkt tot biodiesel. Met dit practicum ga je een eerder door jou gemaakte biodiesel met eenvoudige middelen controleren op de compleetheid van de omestering, het cloudpoint en het gehalte aan water, zeep en katalysator</p> <p>Je wordt beoordeeld op de volgende rubrieken:</p> <ul style="list-style-type: none"> ▶ Technische vaardigheden ▶ Exact ▶ Kwaliteit en zorgvuldigheid ▶ Verantwoordelijkheid ▶ Zelfstandigheid 					
Taak	Volgens richtlijnen vier kwaliteitsonderzoeken uitvoeren en rapporteren					
Resultaat	<ul style="list-style-type: none"> <input type="checkbox"/> Volledig uitgevoerde voorbereiding <input type="checkbox"/> Volledig uitgevoerd onderzoek <input type="checkbox"/> Schoon opgeleverde werkplek <input type="checkbox"/> Schoon opgeleverde apparatuur en materialen <input type="checkbox"/> Veilig opgeborgen chemicaliën <input type="checkbox"/> Meetrapport 					
Oplevering	<p>Jij bepaalt wanneer je deze taak gaat vervullen. Met de praktijkbegeleider spreek je het plan van aanpak eerst door. De taak neemt 2 dagen in beslag.</p>	<table border="1"> <tr> <td data-bbox="1198 1657 1465 1702">Startdatum:</td> </tr> <tr> <td data-bbox="1198 1702 1465 1774"> </td> </tr> <tr> <td data-bbox="1198 1774 1465 1818">Einddatum:</td> </tr> <tr> <td data-bbox="1198 1818 1465 1883"> </td> </tr> </table>	Startdatum:		Einddatum:	
Startdatum:						
Einddatum:						

Portfolio

In je portfolio komt het door de praktijkbegeleider geaccordeerde meetrapport, bestaande uit:

- Doelstelling
- Proefbeschrijving
- Metingen
- Verduidelijkende foto's
- Resultaten
- Conclusies

► Voorbereiding ◀

1

De aanpak van dit practicum

Je gaat in een eerder practicum gemaakte biodiesel met eenvoudige middelen onderzoeken op:

- compleetheid van de omestering
- watergehalte
- cloudpoint
- zeep- en katalysatorgehalte

Doorloop de volgende stappen (vink gedane stappen af):

- Lees de practicum handleiding goed door
- Maak een meetrapport document aan
- Schrijf in het meetrapport de doelstelling van dit practicum
- Schrijf in het meetrapport voor ieder onderzoek een korte proefbeschrijving
- Maak voor ieder onderzoek een tabel voor je meetgegevens

Bespreek je werk met de practicumbegeleider.

Als je een GO hebt gekregen ga je verder met de uitvoering.

27/3 test (compleetheid omestering)

Bij het omesteren worden de triglycerides van de plantolie omgezet in methylesters oftewel biodiesel. Met de zogenaamde “27/3 test” wordt kwalitatief (niet getalsmatig maar visueel) gecontroleerd of die omzetting volledig is gebeurd. Triglycerides lossen niet op in methanol, biodiesel wel. In een proefbuis wordt 3 mL biodiesel toegevoegd aan 27 mL methanol, goed geschud en weggezet voor een half uurtje. Als geen heldere vloeistof is ontstaan en er een tweede vloeibare fase onderin de proefbuis is gevormd, dan is de omestering niet volledig. En zal de biodiesel nog een keer moeten worden bewerkt met methanol en kaliumhydroxide.

De uitvoering van de test kun je op internet bekijken:

<http://youtu.be/g2AVKADM5FM>

Watergehalte

De norm voor watergehalte in zuivere biodiesel is max. 500 ppm (0,5 mg/kg).

Er zijn 3 eenvoudige methodes om het watergehalte te testen.

Visuele methode

“Het watergehalte is voldoende laag als de biodiesel helder genoeg is om er een krant door te lezen”. Omdat de relatie tussen watergehalte en helderheid temperatuurafhankelijk is, wordt de biodiesel getest bij kamertemperatuur en bij lagere temperaturen.

Wegen-verwarmen-wegen

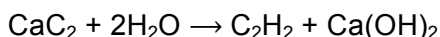
Deze test geeft betrouwbare informatie voor watergehalte vanaf 1000 ppm.

Weeg 100 g biodiesel, verwarm ongeveer 5 min bij 120 °C en weeg opnieuw.

Het verschil vermenigvuldigd met 10^4 is het watergehalte in ppm.

Manometer test

Deze test geeft betrouwbare informatie volgens de norm. Het principe berust op de reactie van calciumcarbide met water, waarbij etheengas wordt gevormd:



Door 100 g biodiesel te laten reageren met een overmaat calciumcarbide in een afgesloten potje waarop een U-buis manometer is aangesloten, geeft het gevormde etheengas een drukverschil aan dat in verhouding staat tot het aanwezige water in de biodiesel.

Omdat het drukverschil afhankelijk is van de omgevingstemperatuur (in Kelvin), wordt de uitslag gecorrigeerd met de formule:

$$\text{manometer normuitslag (mm)} = \text{afleeswaarde (mm)} \times \frac{\text{Twerkelijk (K)}}{\text{Treferentie (K)}}$$

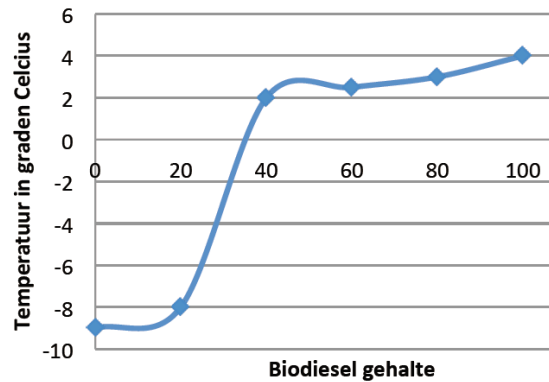
In de calibratiegrafiek vind je bij die manometer normuitslag het watergehalte in ppm.

De uitvoering van de test kun je op internet bekijken:

<http://youtu.be/Gf-aoDHmKkc>

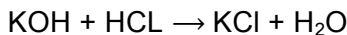
Cloudpoint

Als een vloeistof wordt afgekoeld, is het cloudpoint de temperatuur waarbij kristalvorming begint op te treden. Bij deze test wordt zuivere biodiesel vergeleken met gewone diesel (dat een lager cloudpoint heeft) en met mengsels van die twee. Hieruit kun je afleiden welke menging je het beste kunt toepassen voor de verschillende seizoenen.



Zeep- en katalysatorgehalte

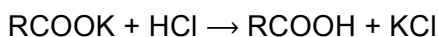
De norm voor katalysatorgehalte is max. 5 ppm KOH (1 ppm = 1 mg/kg). Voor zeep in zuivere biodiesel is de norm max. 66 ppm (KOH katalysator) of 41 ppm (NaOH katalysator). Onder 200 ppm is er geen sprake van nadelige effecten op brandstoffilter of motor. Vanaf 300 ppm kan schade optreden. De bepaling van zeep en katalysatorgehalte gebeurt door titratie met verdund zoutzuur van 10 g biodiesel opgelost in 100 mL 2-propanol. Als indicator wordt eerst fenolftaleïne gebruikt, dat een kleuromslag geeft van roze naar kleurloos. De daarvoor toegevoegde hoeveelheid zoutzuur geeft het katalysatorgehalte. De reactie van de titratie is die van een sterke base met een sterk zuur, waarbij een zout en water worden gevormd:



Als T1 het aantal g 0,01 M HCl is, wordt het katalysatorgehalte berekend met de formule:

$$T1 \times 56 = \text{aantal ppm KOH}$$

Daarna wordt de indicator broomfenolblauw gebruikt, dat omslaat van blauw naar geel. De daarvoor toegevoegde hoeveelheid zoutzuur geeft het zeepgehalte. De reactie van de titratie is die van een zeep met een sterk zuur, waarbij een vetzuur en een zout worden gevormd:



Als T2 het aantal g 0,01 M HCl is, wordt het katalysatorgehalte berekend met de formule:

$$T2 \times 320 = \text{aantal ppm zeep}$$

De uitvoering van de tweede titratie met broomfenolblauw kun je op internet bekijken:

<http://youtu.be/tzIXwL9GKuQ>

Vanwege de kleine hoeveelheden verdund zoutzuur bij de titratie, werken we bij Helicon niet met een buret of pipet maar met een druppelflesje en weging van de massa, wat minder afleesfoutgevoelig is.

► Uitvoering ◀

3

Compleetheid omestering

Benodigheden

- testbuis 50 mL met deksel of stop
- methanol
- biodiesel
- 2 injectiespuiten 10 mL

Handelingen

- Breng met de ene injectiespuit 27 mL methanol in de testbuis
- Voeg met de tweede injectiespuit 3 mL biodiesel toe
- Sluit de testbuis af en schud krachtig tot een oplossing is ontstaan
- Laat de testbuis ongeveer een half uur staan
- Beoordeel de vloeistof in de testbuis en noteer je waarnemingen:
 - is de vloeistof helder of troebel?
 - is er een tweede vloeistoffase op de bodem en zo ja, hoeveel mL is het (schatten)?

4

Watergehalte visueel

Benodigheden

- flesje 100 mL
- biodiesel
- testkaart met lijnen van verschillende dikte
- thermometer
- vriesruimte

Handelingen

- Vul het flesje met biodiesel en beoordeel met de testkaart de helderheid, maak een foto
- Plaats het flesje in de vriesruimte. Controleer ongeveer om de 5 minuten de biodiesel temperatuur en beoordeel met de testkaart de helderheid van de biodiesel, maak iedere keer een foto
- Beschrijf je waarnemingen in relatie tot de temperatuur

4

Watergehalte weeg-verwarm-weeg

Benodigheden

- erlenmeijer 300 mL
- weegschaal
- biodiesel
- statief met thermometer
- bunsenbrander en driepoot met gaasje

Handelingen

- Weeg ongeveer 100 g biodiesel exact in de erlenmeijer
- Weeg nu de totale massa van erlenmeijer met biodiesel en noteer de waarde
- Verwarm de biodiesel bij ongeveer 120 °C gedurende ongeveer 5 min
- Weeg de totale massa van erlenmeijer met biodiesel en noteer de waarde
- Bepaal het massaverschil na en voor verwarmen en bereken het watergehalte in ppm.
- Houd de geteste biodiesel apart in een flesje om later bij je biodiesel te doen

5

Watergehalte manometer

Benodigheden

- biodiesel
- jampotje met slangkoppelstuk
- calciumcarbide
- magneetroerder met roervlo
- manometer
- thermometer

Handelingen

- Meet en noteer de omgevingstemperatuur
- Vul indien nodig de manometer bij met demiwater
- Weeg exact 100 g biodiesel in het jampotje
- voeg een roervlo toe
- voeg een theelepel calciumcarbide toe op de biodiesel en sluit snel het deksel
- Schud het potje en roer met de magneetroerder totdat de manometer niet meer reageert
- Noteer de afleeswaarde van de manometer uitslag (mm)
- Corrigeer de uitslag voor de temperatuur
- Lees uit de calibratie grafiek het watergehalte in ppm
- Giet de biodiesel met warm water door de afvoer en maak het potje goed schoon

Benodigdheden

- biodiesel
- diesel
- 6 reageerbuisjes
- 6 reageerbuisjes
- markeerstift
- reageerbuisrekje
- 6 thermometers
- 2 injectiespuiten 10 mL
- teiltje
- ijsblokjes 1 L
- keukenzout
- theedoek
- houten hamer of blok hout

Handelingen

- Doe ijsblokjes in de theedoek, sla ze fijn en doe de ijsstukjes in het teiltje
- Roer ongeveer 300 g keukenzout door het ijs
- Plaats de reageerbuisjes op een rij in het rekje en nummer ze
- Vul de reageerbuisjes met de volgende verhoudingen:
 - B0 (5 mL diesel)
 - B20 (4 mL diesel en 1 mL biodiesel)
 - B40 (3 mL diesel en 2 mL biodiesel)
 - B60 (2 mL diesel en 3 mL biodiesel)
 - B80 (1 mL diesel en 4 mL biodiesel)
 - B100 (5 mL biodiesel)
- Schud de buisjes om goed te mengen en laat ze enige minuten staan
- Als de temperatuur van het ijsbad onder $-8\text{ }^{\circ}\text{C}$ is gekomen, plaats dan de reageerbuisjes met een thermometer erin halffliggend in het ijsbad
- Controleer de buisjes voortdurend op helderheid. Als een mengsel troebel wordt, geeft dat het begin van kristalvorming aan: het cloudpoint. Noteer van alle reageerbuisen de temperatuur van het cloudpoint
- Zet in een grafiek de gemeten cloudpoints (verticale as) uit tegen het vol% biodiesel van de mengsels (horizontale as) en trek een logische lijn door de meetpunten.
- Stel dat je heel veel biodiesel hebt met de kwaliteit zoals in je grafiek. En dat je probeert zo weinig mogelijk diesel bij te mengen om kosten te besparen. Welke mengverhoudingen zou jij dan toepassen in voorjaar, zomer, herst en winter? Werk een realistisch model uit.

Benodigdheden

- biodiesel
- 2-propanol
- druppelflesje 0,01 M HCl
- fenolftaleïne (1% in ethanol)
- broomfenolblauw (0,04% in water)
- pH papier
- druppelflesje KOH 1 g/L
- bekersglas 250 mL
- magneetroerder met roervlo
- kunststof maatpipet 10 mL
- pipetteerballon
- weegschaal

Handelingen

- Doe 100 mL 2-propanol in het bekersglas
- Controleer met pH-papier of pH=7. Is de waarde lager, druppel dan KOH tot pH=7
- Voeg 5 druppels fenolftaleïne toe
- Nul het bekersglas op de weegschaal en voeg met de maatpipet 10 g biodiesel toe
- Weeg nu de totale massa bekersglas + inhoud en noteer de waarde M_0 in g
- Plaats het bekersglas op de roerder, doe er een roervlo in en zet de roerder aan. Als de oplossing helder blijft is het katalysatorgehalte nul, noteer je $M_1 = M_0$ en ga je door met "Titratie zeep". Als de oplossing roze kleurt, ga je verder met "Titratie katalysator"

Titratie katalysator

- druppel al roerend 0,01 M HCl totdat de oplossing kleurloos is.
- Weeg het bekersglas en noteer de waarde M_1 in g
- Bereken het katalysatorgehalte in ppm

Titratie zeep

- Voeg in het bekersglas 20 druppels broomfenolblauw toe
- Weeg het bekersglas + inhoud en noteer de waarde M_2 in g
- Plaats het bekersglas weer op de roerder en druppel al roerend 0,01 M HCl tot de oplossing geel kleurt
- Weeg het bekersglas en noteer de waarde M_3 in g
- Bereken het zeepgehalte in ppm

Maak je meetrapport compleet met je resultaten en foto's.
Vergelijk je resultaten met de normen en trek conclusies over de kwaliteit van je biodiesel voor:

- compleetheid van de omestering
- watergehalte
- cloudpoint
- katalysatorgehalte
- zeepgehalte

► Beoordeling ◀

Biodiesel testproductie	Rubrieken ^{*)} :											Resultaat:	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Niet oke OKE
	Feedback:											Datum:	
	<hr/> <hr/> <hr/>											<input type="text"/>	

^{*)} Rubrieken: 1. Vakinhoudelijke kennis en vaardigheden; 2. Technische vaardigheden; 3. Exact; 4. Kwaliteit en zorgvuldigheid; 5. Communicatie; 6. Sociale vaardigheid; 7. Initiatief nemen; 8. Plannen en organiseren; 9. Ondernemerschap; 10. Verantwoordelijkheid; 11. Zelfstandigheid; 12. Transfer vaardigheid