

การสังเคราะห์ไบโอดีเซล โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่
ปรับปรุงด้วย KF และ K₂CO₃

SYNTHESIS OF BIODIESEL USING MgCaAl-LDH
MODIFIED WITH KF AND K₂CO₃ AS CATALYSTS



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (สาขาเคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ปีการศึกษา 2561

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SYNTHESIS OF BIODIESEL USING MgCaAl-LDH
MODIFIED WITH KF AND K₂CO₃ AS CATALYSTS



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF
THE REQUIREMENT FOR
THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE (INDUSTRIAL CHEMISTRY)
DEPARTMENT OF CHEMISTRY FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

ACADEMIC YEAR 2018

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสังเคราะห์ไบโอดีเซล โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่ปรับปรุงด้วย KF และ K ₂ CO ₃
ชื่อนักศึกษา	นางสาวภัทรารินทร์ ล้ำเลิศ รหัสนักศึกษา 58050526 นางสาวอัฐิตมา วิมลรัตน์ รหัสนักศึกษา 58050569
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชา	เคมี
คณะ	วิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)
ปีการศึกษา	2561
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.อำนาจ เพ็ชรทรัพย์สกุล

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์ไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มและเมทานอลด้วยกระบวนการทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์คือแมกนีเซียมแคลเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (MgCaAl-LDH) ที่นำมาปรับปรุงด้วยโพแทสเซียมฟลูออไรด์และโพแทสเซียมคาร์บอเนต MgCaAl-LDH ถูกเตรียมขึ้นจากวิธีการตกตะกอนร่วมและแคลไซน์ที่ 450 °C จากนั้นจะนำมาปรับปรุงด้วย KF และ K₂CO₃ ด้วยวิธีการทำให้เอ็บซุ่มและแคลไซน์ที่ 600 °C จากผลวิเคราะห์ด้วย XRD และ XRF แสดงให้เห็นว่า MgCaAl-LDH ที่ปรับปรุงด้วย KF และ K₂CO₃ จะปรากฏโพแทสเซียมออกไซด์ (K₂O) ขึ้นซึ่งเป็นหมู่ร่องไว้ในการศึกษา โดย K₂CO₃/MgCaAl-LDH จะมี K₂O มากกว่า KF/MgCaAl-LDH จากการทดลองพบว่าสภาวะในการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์ให้ได้ในปริมาณมากที่สุด โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่ปรับปรุงด้วยโพแทสเซียมคาร์บอเนตที่อัตราส่วนโดยโมลของแมกนีเซียมต่อแคลเซียมเป็น 2:1 โดยโมล ปริมาณของโพแทสเซียมคาร์บอเนตเป็นร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มเป็น 8:1 ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นร้อยละ 3 โดยน้ำหนักเทียบกับน้ำหนักน้ำมันปาล์ม และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 65 °C

คำสำคัญ : ทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน, เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์, ไบโอดีเซล, KF, K₂CO₃

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Synthesis of biodiesel using MgCaAl-LDH modified with KF and K ₂ CO ₃ as catalyst		
Students	Miss Pattarawarin	Lumlert	Student ID 58050526
	Miss Athitima	Wimolrat	Student ID 58050569
Degree	Bachelor of Science (Industrial Chemistry)		
Department	Chemistry		
Faculty	Science		
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)		
Academic Year	2019		
Advisor	Dr. Amnat Permsubscul		

Abstract

The special project aimed to study the optimum conditions for the synthesis of biodiesel from palm oil and methanol by a transesterification reaction with the heterogeneous catalyst, magnesium calcium – aluminium layered double hydroxide (MgCaAl-LDH) modified with KF and K₂CO₃ as the catalyst. MgCaAl-LDH was prepared using coprecipitation method and calcined at 450 °C, then MgCaAl-LDHs were loaded with KF and K₂CO₃ by impregnation method and calcined at 600 °C. Analysis of XRD and XRF characterization for catalyst showed K₂O formed in the process of calcination which act as active site of catalyst for transesterification reaction. K₂CO₃/MgCaAl-LDH has higher amount of K₂O than that of KF/MgCaAl-LDH. From the experiments showed that the highest yield of biodiesel was achieved with 30%K₂CO₃/MgCaAl-LDH (Mg/Ca = 2:1), palm oil/methanol molar ratio of 8:1, catalyst amount of 3 wt.%, reaction time of 2 hr and reaction temperature of 65 °C

Keywords : Transesterification, Layered double hydroxide, Biodiesel, KF, K₂CO₃

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาวิชาโครงการพิเศษ ในหัวข้อเรื่องการสังเคราะห์ไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มและเมทานอล ด้วยกระบวนการทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์คือแมกนีเซียมแคลเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ โครงการพิเศษฉบับนี้สามารถสำเร็จลุล่วงได้เป็นอย่างดี ด้วยความกรุณาจากบุคคลที่ให้ความร่วมมือ ซึ่งคณะผู้จัดทำขอขอบพระคุณทุกท่านไว้ ณ ที่นี้

ขอบพระคุณ ดร.อำนาจ เพิ่มทรัพย์สกุล ซึ่งเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษ ที่กรุณาให้ความรู้ คำแนะนำ เอกสารต่าง ๆ รวมถึงให้ความช่วยเหลือ ชี้แนะแนวทางในระหว่างทำการทดลอง และการตรวจสอบแก้ไขปัญหาของโครงการพิเศษฉบับนี้ได้เป็นอย่างดีมาโดยตลอด

ขอบพระคุณคณะกรรมการสอบโครงการพิเศษฉบับนี้ ผศ.ดร.การุณย์ สาดอ่อน และ ดร.พัชราภรณ์ วีระชวณะศักดิ์ ที่กรุณาให้คำแนะนำและข้อชี้แนะ ตลอดจนตรวจสอบข้อมูลต่าง ๆ ภายในโครงการพิเศษฉบับนี้ ทำให้มีความถูกต้องและสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอบพระคุณคณาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุกท่านที่ให้ความรู้และคำแนะนำ

ขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุกท่านที่อำนวยความสะดวกในด้านสถานที่ ด้านอุปกรณ์ และด้านสารเคมี

สุดท้ายนี้ ขอขอบคุณครอบครัวของผู้จัดทำสำหรับกำลังใจ และขอบคุณเพื่อน ๆ สาขาเคมีอุตสาหกรรมที่คอยให้ความช่วยเหลือจนโครงการพิเศษฉบับนี้สำเร็จไปได้ด้วยดี ผู้จัดทำหวังเป็นอย่างยิ่งว่าโครงการพิเศษฉบับนี้จะเป็นประโยชน์ต่อผู้ที่มีความสนใจ หรือต้องการศึกษางานที่เกี่ยวข้องในโครงการพิเศษนี้ หากเกิดข้อผิดพลาดประการใด ผู้จัดทำต้องขออภัยไว้ ณ ที่นี้ด้วย

ภัทรารินทร์ ล้ำเลิศ
อฐิติมา วิมลรัตน์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูป.....	ญ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	4
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	4
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	5
1.5 ขั้นตอนของงานวิจัยและวิธีดำเนินงาน.....	6
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	7
2.1 ไปโอดีเซล.....	7
2.2 องค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันพืช	8
2.3 ปฏิกริยาที่ใช้ในกระบวนการการสังเคราะห์ไปโอดีเซล	10
2.3.1 การนำมาใช้กับเครื่องยนต์ดีเซลโดยตรงและการผสม.....	10
2.3.2 การแตกสลายด้วยความร้อน	10
2.3.3 การทำไมโครอิมัลชัน.....	11
2.3.4 ปฏิกริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน	11
2.3.4.1 การทำปฏิกริยาโดยใช้เบสเป็นตัวเร่งปฏิกริยา	12
2.3.4.2 การทำปฏิกริยาโดยใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกริยา.....	14
2.3.4.3 การทำปฏิกริยาในสภาวะเหนือวิกฤต	15
2.3.4.4 การทำปฏิกริยาโดยใช้ตัวเร่งปฏิกริยาแบบวิวิธพันธุ์.....	17
2.4 สมบัติทางด้านเชื้อเพลิงที่สำคัญของไปโอดีเซล.....	17

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.4.1 ค่าความร้อน.....	17
2.4.2 จุดวาบไฟ.....	18
2.4.3 ค่าความเป็นกรด.....	18
2.4.4 เลขไอโอดีน.....	18
2.4.5 ความหนืด.....	19
2.5 ประโยชน์ของไบโอดีเซล.....	20
2.5.1 ด้านสิ่งแวดล้อม.....	20
2.5.2 ด้านสมรรถนะเครื่องยนต์.....	20
2.5.3 ด้านเศรษฐศาสตร์.....	20
2.6 ตัวเร่งปฏิกิริยา.....	21
2.6.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา.....	22
2.6.1.1 การเตรียมตัวเร่งกลุ่มออกไซด์.....	23
2.6.1.2 การนำองค์ประกอบที่ว่องไวต่อปฏิกิริยาวางบนตัวรองรับ.....	23
2.6.1.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแบบอื่นๆ.....	27
2.7 การเอิบซุ่ม.....	27
2.8 เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์.....	27
2.9 ธาตุหมู่ IA.....	29
2.9.1 สมบัติที่สำคัญของธาตุหมู่ IA.....	29
2.9.2 สารประกอบหมู่ IA.....	30
2.9.3 ประโยชน์ของธาตุหมู่ IA.....	31
2.10 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	31
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	34
3.1 สารเคมี.....	34
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ.....	34

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.3 วิธีการทดลอง.....	35
3.3.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH.....	36
3.3.1.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วน Mg/Ca = 0.5:1.....	36
3.3.1.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วน Mg/Ca = 1:1.....	37
3.3.1.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วน Mg/Ca = 2:1.....	37
3.3.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมบน MgCaAl-LDH.....	39
3.3.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	39
3.3.4 การสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์.....	42
3.3.5 การทดสอบสมบัติทางด้านเชื้อเพลิงและโครงสร้างทางเคมี.....	46
3.3.5.1 เลขไอโอดีน.....	46
3.3.5.2 ค่าความเป็นกรด.....	48
3.3.5.3 ศึกษาโครงสร้างทางเคมีของเมทิลเอสเทอร์.....	48
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล.....	50
4.1 การศึกษาลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	50
4.1.1 โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	50
4.1.2 องค์ประกอบธาตุบนตัวเร่งปฏิกิริยา.....	56
4.1.3 ลักษณะพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาวีธีพ่น.....	56
4.1.4 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	57
4.2 การศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน.....	59
4.2.1 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของโลหะแมกนีเซียมต่อแคลเซียม (Mg/Ca) ของตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์.....	59
4.2.2 ผลของชนิดและปริมาณเกลือโพแทสเซียมในการปรับปรุงตัวเร่งปฏิกิริยา ที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์.....	62

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.2.3 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมัน ที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์.....	64
4.2.4 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์.....	67
4.2.5 ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์.....	69
4.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์ทางเคมีและทดสอบสมบัติของเมทิลเอสเทอร์.....	70
4.3.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ทางเคมีของเมทิลเอสเทอร์โดยใช้เครื่อง ฟูเรียรานส์ฟอรมอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์.....	71
4.3.2 การวิเคราะห์ลักษณะทางเคมีของไบโอดีเซลด้วยเครื่อง ฟูเรียรานส์ฟอรมนิวเคลียร์แมกเนติเรโซแนนซ์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์.....	72
4.3.3 การวิเคราะห์หาค่าความเป็นกรดและเลขไอโอดีน ของเมทิลเอสเทอร์.....	76
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	78
5.1 สรุปผลวิจัย.....	78
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	79
เอกสารอ้างอิง	80
ภาคผนวก.....	84
ภาคผนวก ก.....	85
ภาคผนวก ข.....	86

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 สมบัติของไหลภาวะเหนือวิกฤตเปรียบเทียบกับแก๊สและของเหลว	16
2.2 แสดงค่ามาตรฐานของสมบัติด้านเชื้อเพลิงของไบโอดีเซล	19
2.3 การเปรียบเทียบปัจจัยต่างๆ ในการเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์และวิวิธพันธ์	22
2.4 แสดงคุณสมบัติบางประการของโลหะหมู่ IA	30
3.1 อัตราส่วนโดยโมลของโลหะในเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์	36
3.2 ปริมาณเกลือโพแทสเซียมชนิดต่าง ๆ สำหรับใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา	39
3.3 ตัวแปรในการศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลของโลหะแมกนีเซียมต่อแคลเซียม (Mg/Ca) ของตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่มีต่อการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์	43
3.4 ตัวแปรในการศึกษาผลของชนิดและปริมาณเกลือโพแทสเซียมในการเตรียม ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์	44
3.5 ตัวแปรในการศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันที่มีต่อ การสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์	45
3.6 ตัวแปรในการศึกษาผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์	45
3.7 ตัวแปรในการศึกษาผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์	46
4.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของออกไซด์ และธาตุในตัวเร่งปฏิกิริยา	56
4.2 พื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาณรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่ปรับปรุงด้วย KF และ K ₂ CO ₃	58
4.3 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของโลหะแมกนีเซียมต่อแคลเซียม (Mg/Ca) ของตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์	59
4.4 ผลของชนิดและปริมาณเกลือโพแทสเซียมในการปรับปรุงตัวเร่งปฏิกิริยา ที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์	62
4.5 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ เมื่อใช้ 30%KF/MCA 2-1 และ 30%K ₂ CO ₃ /MCA 2-1 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	64
4.6 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เมื่อใช้ 30%K ₂ CO ₃ /MCA 2-1 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	67

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
4.7 ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เมื่อใช้ 30%K ₂ CO ₃ /MCA 2-1 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา.....	69
4.8 หมู่ฟังก์ชันของน้ำมันปาล์มและเมทิลเอสเทอร์ที่การดูดกลืนแสงที่เลขคลื่นต่าง ๆ.....	72
4.9 ค่าความเป็นกรด และเลขไอโอดีนของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยา ทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียมแคลเซียม-อะลูมิเนียม เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์.....	76
4.10 ค่าความเป็นกรด และเลขไอโอดีนของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยา ทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันที่สภาวะต่าง ๆ เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา แมกนีเซียมแคลเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ ที่ ปรับปรุงด้วย KF และ K ₂ CO ₃	77

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 โครงสร้างของไตรกลีเซอรอล.....	8
2.2 ปฏิกริยาการแตกสลายด้วยความร้อน.....	11
2.3 ปฏิกริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน.....	12
2.4 กลไกการเกิดปฏิกริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันโดยใช้เบสเป็นตัวเร่งปฏิกริยา.....	13
2.5 กลไกของปฏิกริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันโดยใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกริยา.....	14
2.6 เฟสไดอะแกรมของของไหลเหนือวิกฤต.....	16
2.7 ขั้นตอนในการเตรียมตัวเร่งปฏิกริยาด้วยวิธีการตกตะกอน.....	24
2.8 ขั้นตอนในการเตรียมตัวเร่งปฏิกริยาด้วยวิธีเอ็บซุ่ม.....	26
2.9 ขั้นตอนในการเตรียมตัวเร่งปฏิกริยาด้วยวิธีดูดซับ.....	26
2.10 โครงสร้าง Layered double hydroxides.....	28
3.1 แสดงการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกริยาด้วยวิธีการตกตะกอนรวม.....	38
3.2 แสดงเครื่อง Parr Reactor.....	38
3.3 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (X-Ray Diffraction, XRD).....	40
3.4 เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ (X-Ray Fluorescence, XRF).....	40
3.5 เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวด้วยเทคนิคบีอีที.....	41
3.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM).....	41
3.7 แสดงการแยกชั้นของเมทิลเอสเทอร์และกลีเซอรอลในกรวยแยก.....	42
3.8 เครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR).....	49
3.9 เครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (FT-NMR).....	49
4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกริยา MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วนโดยโมล Mg/Ca ต่าง ๆ ที่ไม่ผ่านการแคลไซน์.....	51
4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกริยา MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วนโดยโมล Mg/Ca ต่างๆ และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 °C.....	52

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา KF/MgCaAl-LDH ที่ปริมาณโพแทสเซียมร้อยละ 10 20 และ 30 โดยน้ำหนัก แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C เทียบกับ MCA 2-1.....	53
4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา KF/MCA 2-1 และ K ₂ CO ₃ /MCA 2-1 ที่ปริมาณโพแทสเซียมร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก หลังแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C เทียบกับ MCA 2-1.....	55
4.5 ลักษณะพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ แคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส.....	57
4.6 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของโลหะแมกนีเซียมต่อแคลเซียม (Mg/Ca) ของตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์.....	60
4.7 กลไกการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โลหะออกไซด์ ที่เกิดขึ้นจากการแคลไซน์ MgCaAl-LDH โดยที่ M แทนด้วย Mg และ Ca.....	61
4.8 ผลของตัวแปรในการศึกษาผลของชนิดและปริมาณเกลือโพแทสเซียม ในการปรับปรุงตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์.....	63
4.9 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มที่มีต่อร้อยละของ เมทิลเอสเทอร์เมื่อใช้ 30%KF/MCA 2-1 และ 30%K ₂ CO ₃ /MCA 2-1 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา.....	65
4.10 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 30%K ₂ CO ₃ /MCA 2-1 ที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์.....	68
4.11 ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เมื่อใช้ 30%K ₂ CO ₃ /MCA 2-1เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา.....	70
4.12 FT-IR สเปกตรัมของน้ำมันปาล์ม และน้ำมันไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้จาก ตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียมแคลเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ ที่ปรับปรุงด้วย KF และ K ₂ CO ₃	71
4.13 FT-NMR สเปกตรัมของน้ำมันปาล์มจากเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มนิวเคลียร์ แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรโฟโตมิเตอร์.....	73

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.14 FT-NMR สเปกตรัมของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 30% KF/MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม 8:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง.....	74
4.15 FT-NMR สเปกตรัมของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 30% K_2CO_3 /MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม 8:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง.....	75



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

เนื่องจากวิกฤตด้านน้ำมันมีมากขึ้น น้ำมันดิบมีราคาสูงมากเป็นประวัติการณ์ เนื่องจากมีการคาดการณ์ว่าน้ำมันกำลังจะหมดลงในอนาคตอันใกล้นี้ ที่สำคัญคือปัญหาด้านสิ่งแวดล้อมที่มีเพิ่มมากขึ้น และได้ส่งผลกระทบต่ออย่างรุนแรงต่อภาคเศรษฐกิจโดยรวม อาจเป็นอุปสรรคต่อการขยายตัวทางเศรษฐกิจของประเทศได้ เนื่องจากประเทศไทยมีแหล่งน้ำมันดิบไม่เพียงพอต่อความต้องการ ในขณะที่ความต้องการมีแนวโน้มสูงขึ้นตามลำดับ โดยเฉพาะน้ำมันดีเซลที่ใช้ในภาคขนส่งเป็นหลัก อย่างไรก็ตาม ประเทศไทยขึ้นชื่อว่าเป็นประเทศแห่งเกษตรกรรม ซึ่งพืชหลักที่ประเทศไทยได้ผลิตและส่งออกเป็นจำนวนมากจนถึงได้ว่าเป็นผู้นำของโลก ได้แก่ ข้าว ยางพารา มันสำปะหลัง และปาล์ม เป็นต้น ซึ่งการเพาะปลูกพืชนอกเหนือจากการนำบริโภคแล้ว ยังสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในด้านพลังงาน โดยสามารถลดค่าใช้จ่ายในการนำเข้าเชื้อเพลิงราคาแพงจากต่างประเทศ ซึ่งการวิจัยและการพัฒนาเพื่อใช้น้ำมันพืชทดแทนน้ำมันดีเซลมีมานานแล้ว โดยได้มีการริเริ่มจากการนำน้ำมันพืชมาใช้ในเครื่องยนต์ดีเซลโดยตรง ซึ่งก่อนหน้านั้นในปี ค.ศ. ที่ 1893 ดร. รูดอล์ฟ ดีเซล (Rudolf Diesel) วิศวกรชาวเยอรมัน ได้ทำการประดิษฐ์เครื่องยนต์ที่มีชื่อว่า ดีเซล โดยได้ทำการทดลองโดยใช้น้ำมันจากถั่วลิสงเป็นเชื้อเพลิงให้กับเครื่องยนต์ที่จุดระเบิดด้วยการอัด ซึ่งเครื่องยนต์ที่ ดร. รูดอล์ฟ ดีเซล เป็นผู้ประดิษฐ์ขึ้นมานั้น ได้ใช้หลักการส่งเชื้อเพลิงจำนวนเพียงเล็กน้อยส่งเข้าไปในกระบอกสูบ จนกระทั่งน้ำมันที่ฉีดเข้าไปในกระบอกสูบระเหยเป็นไอออกมาจากระบอก เพื่อใช้เป็นพลังงานในการขับเคลื่อนเครื่องยนต์ ซึ่งลักษณะของเครื่องยนต์ดีเซลนี้จะเป็นการเปลี่ยนพลังงานความร้อนให้เป็นพลังงานกล และด้วยวิธีการนี้ทำให้สิ้นเปลืองพลังงานน้อยลง แต่น้ำมันจากถั่วลิสงที่ใช้ในการทดลองกับเครื่องยนต์นั้นยังไม่ได้เป็นที่ยอมรับ เนื่องจากน้ำมันพืชมีความหนืดสูงกว่าน้ำมันดีเซล ทำให้การฉีดของหัวฉีดมีประสิทธิภาพที่ไม่ดี เนื่องจากเป็นฝอยได้ยาก ทำให้การป้อนน้ำมันเชื้อเพลิงเข้าสู่ห้องเผาไหม้ของเครื่องยนต์เกิดการสันดาปที่ไม่สมบูรณ์ ซึ่งน้ำมันพืชมีคุณสมบัติการระเหยกลายเป็นไอได้ต่ำ และช้ามากส่งผลให้การจุดระเบิดได้ยาก และมีคราบเขม่าหลงเหลืออยู่บริเวณหัวฉีด ผนังลูกสูบ แหวน และวาล์ว ปัญหาต่างๆเหล่านี้ทำให้ยังมีการพัฒนาเรื่อยมาจนอยู่ในรูปของไบโอดีเซล[1,2]

ซึ่งการพัฒนาใช้น้ำมันไบโอดีเซลพบได้ใน 28 ประเทศ โดยมีประเทศเยอรมันและฝรั่งเศสเป็นประเทศสำคัญในการผลิตไบโอดีเซลของโลก และตั้งแต่ปี ค.ศ. 1997 ประเทศญี่ปุ่นได้มีการเริ่มผลิตไบโอดีเซลขึ้น โดยตั้งเป้าหมายว่าจะผลิตไบโอดีเซลให้ถึงระดับการค้า [3]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไบโอดีเซลเป็นน้ำมันทางเลือกใหม่ที่ผลิตจากพืช หรือไขมันสัตว์โดยน้ำมันชนิดนี้เมื่อนำมาใช้กับเครื่องยนต์แล้วพบว่ามีความสมบัติในการเผาไหม้ได้ดี คือ มีการเผาไหม้ที่สะอาด และไอเสียมีคุณภาพที่ดี เพราะออกซิเจนในไบโอดีเซลทำให้มีการสันดาปที่สมบูรณ์กว่าน้ำมันดีเซลปกติ จึงมีปริมาณก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ และสารประกอบไฮโดรคาร์บอนน้อย และเนื่องจากไม่มีกำมะถันในไบโอดีเซล จึงทำให้ไม่มีปัญหาเกี่ยวกับสารซัลเฟต นอกจากนี้ยังมีเขม่าคาร์บอนน้อย ทำให้ไม่เกิดการอุดตันของระบบไอเสีย และช่วยยืดอายุการใช้งานได้เป็นอย่างดี [3]

โดยทั่วไปการสังเคราะห์ไบโอดีเซลสามารถผลิตได้จากน้ำมันพืชด้วยกระบวนการที่มีชื่อว่า ทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน (Transesterification) ของไตรกลีเซอไรด์กับเมทานอลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างๆ โดยทั่วไปในการผลิตไบโอดีเซลนิยมใช้เบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เนื่องจากให้ผลผลิตที่มากกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดอื่น สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบสที่นิยมใช้ คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) หรือ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) โดยตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวจะสามารถรวมเข้ากับแอลกอฮอล์จนเป็นเนื้อเดียวกันได้ จึงเรียกว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ (Homogeneous catalyst) ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวแม้ว่าจะให้ผลผลิตที่สูง แต่มีข้อเสียในกระบวนการผลิต คือ ถ้ามีน้ำปะปนในน้ำมันพืชที่เป็นวัตถุดิบ น้ำจะเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาให้กับปฏิกิริยาสะปอนนิฟิเคชัน (Saponification) มีผลทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบสบางส่วนไปรวมกับกรดไขมันและเกิดเป็นสบู่ (Soap) ทำให้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเหลือน้อยลงสำหรับปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน ส่งผลให้ผลผลิตของไบโอดีเซลน้อยลง นอกจากนี้ในขั้นตอนการล้างไบโอดีเซลให้เป็นกลางจะใช้ปริมาณน้ำเป็นจำนวนมาก ทำให้เกิดการสิ้นเปลืองน้ำ และก่อให้เกิดน้ำทิ้งเป็นจำนวนมาก

เพื่อที่จะแก้ปัญหาดังที่กล่าวไปข้างต้นจึงได้มีการศึกษาการนำตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ (Heterogeneous catalyst) ชนิดต่างๆ มาใช้ในการผลิตไบโอดีเซล ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ส่วนใหญ่เป็นของแข็งที่ใช้เร่งปฏิกิริยาที่มีสารตั้งต้นอยู่ในวัฏภาคก๊าซหรือของเหลว ซึ่งจะเกิดปฏิกิริยาบริเวณพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น ออกไซด์ของโลหะ ซีโอไลต์ และโลหะทรานซิชัน โลหะตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดนี้จะไม่รวมเป็นเนื้อเดียวกันกับสารตั้งต้น ทำให้ลดปัญหาการเกิดสบู่ และการสิ้นเปลืองน้ำล้าง เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์จะสามารถแยกออกจากผลิตภัณฑ์ได้ง่าย โดยการกรองเป็นการลดขั้นตอนในการผลิตและลดต้นทุนการผลิตไบโอดีเซล [4]

จากงานวิจัยที่ผ่านมา มีการนำตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ที่เป็นของแข็งมาใช้ในการผลิตไบโอดีเซล ได้แก่ ซีโอไลต์ที่ทำการปรับปรุง (modified zeolites) เช่น Na-x, Na-Y, Cs-Y [5] Zirconia supported เช่น WO_3/ZrO_2 , TiO_2/ZrO_2 , Al_2O_3/ZrO_2 [6-7] supported alumina ที่ปรับปรุงด้วยเกลืออัลคาไลน์ (KI, KF, KNO_3 , K_2CO_3 และ KOH) เช่น $K_2CO_3/Al_2O_3-SiO_2$ [8-9] ออกไซด์หรือออกไซด์ผสม เช่น MgO , $CaO-MgO$, $CuO-Al_2O_3$, $CoO-Al_2O_3$ และออกไซด์ผสมในรูปสารประกอบ hydrotalcite [10-12]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการศึกษาข้างต้น คุณสมบัติความเป็นกรด-เบส มีผลอย่างยิ่งต่อปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน

จากการผลิตไบโอดีเซลที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์แล้ว ยังมีการศึกษาและพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดใหม่ๆขึ้นมา เพื่อให้มีพื้นที่ผิวสูงและมีความเป็นเบสหรือกรดที่เหมาะสมในการผลิตไบโอดีเซล เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (Layered double hydroxide, LDH) หรือสารประกอบแบบไฮดรทัลไซต์ (Hydrotalcite-like compounds, HTLC) เป็นวัสดุสังเคราะห์ที่มีโครงสร้างแบบชั้น (Layered structure) ที่มีลักษณะที่เป็นผลึกจัดเรียงตัวซ้อนกัน มีองค์ประกอบทางเคมีที่หลากหลายสามารถปรับแต่งได้ สูตรโครงสร้างคือ $[M(II)_{1-x}M(III)_x(OH)_2]^{x+}[A_{x/n}^{n-}]^{x-} \cdot mH_2O$ โดย M(II) และ M(III) แทนไอออนที่มีประจุ 2+ และ 3+ ตามลำดับ A^{n-} คือไอออนลบที่อยู่ระหว่างชั้น (Interlayer anion) เมื่อมีการแทนที่ด้วยไอออนของโลหะประจุ 2+ ด้วยไอออนของโลหะประจุ 3+ จะทำให้ประจุโดยรวมของชั้นไฮดรอกไซด์เกิดประจุบวกที่บริเวณพื้นผิวของ layer จึงต้องมีการทำให้เป็นกลางโดยการดุลประจุบวกด้วยไอออนประจุลบ (anionic ion) และโมเลกุลของน้ำซึ่งอยู่ระหว่างชั้นโลหะไฮดรอกไซด์จะเรียกชั้นนี้ว่า ระยะห่างระหว่างชั้น (Interlayer spacing) การเปลี่ยนแปลงปริมาณของโลหะประจุ 3+ นั้นเป็นการปรับปรุงความเป็นเบสของ LDH แต่ระยะห่างระหว่างชั้นของโลหะไฮดรอกไซด์มีความแคบ จึงทำให้ไม่สามารถใช้ในการเร่งปฏิกิริยาที่สารตั้งต้นมีโมเลกุลขนาดใหญ่ได้ ทำให้การประยุกต์ใช้ LDH ในการเร่งปฏิกิริยายังมีข้อจำกัด จึงมีงานวิจัยที่ทำการศึกษการสอดแทรกไอออนประจุลบ เพื่อเพิ่มความเป็นเบสเข้าไปในโครงสร้างของ LDH และขยายระยะห่างระหว่างชั้นให้สามารถสอดแทรกไอออนประจุลบเข้าไปในโครงสร้าง LDH ได้ง่ายมากยิ่งขึ้น ที่สถานะที่เหมาะสมในการสอดแทรกจะทำให้ไอออนประจุลบที่อยู่ภายในช่องว่างระหว่างชั้นของโลหะไฮดรอกไซด์จะเป็นนิวคลีโอไฟล์ (Nucleophile) ที่ดี ให้ความเป็นเบสเพิ่มมากขึ้น ซึ่งจะช่วยในการเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันให้ดีขึ้น ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์เพิ่มมากขึ้น [10-12]

จากข้างต้นที่กล่าวมาทั้งหมดนี้ ทำให้ทางคณะผู้วิจัยสนใจที่จะศึกษาและพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ คือ แมกนีเซียมแคลเซียมอะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (MgCaAl-LDH) ที่ปรับปรุงด้วย KF และ K_2CO_3 เพื่อสังเคราะห์น้ำมันไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์ม และเมทานอลในกระบวนการทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน โดยศึกษาจากอิทธิพลของตัวแปรที่มีผลกระทบต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ที่ทำการสังเคราะห์ได้ เช่น ร้อยละของ KF และ K_2CO_3 บนตัวรองรับ LDH อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการผลิตไบโอดีเซลให้มากยิ่งขึ้น และเพื่อให้ไบโอดีเซลเป็นอีกพลังงานทางเลือกหนึ่งที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1) เพื่อสังเคราะห์ไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มด้วยกระบวนการทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน โดยใช้แมกนีเซียม แคลเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ ($MgCaAl-LDH$) ที่ปรับปรุงด้วย KF และ K_2CO_3 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์
- 2) เพื่อศึกษาอิทธิพลของตัวแปรที่มีผลกระทบต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา $MgCaAl-LDH$ ที่ปรับปรุงด้วย KF และ K_2CO_3 ได้แก่ อัตราส่วนโดยโมลของโลหะในเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ ชนิดของเกลือโพแทสเซียม ร้อยละของเกลือโพแทสเซียม อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1) ศึกษาอิทธิพลของตัวแปรที่มีผลกระทบต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันของน้ำมันปาล์มและเมทานอล เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา $MgCaAl-LDH$ ที่ปรับปรุงด้วย KF และ K_2CO_3 ตัวแปรที่ทำการศึกษาได้แก่
 - 1.1 อัตราส่วนโดยโมลของโลหะ Mg/Ca (กำหนดให้อัตราส่วน $Mg+Ca : Al$ เป็น 3:1) ได้แก่ 0.5:1 1:1 และ 2:1
 - 1.2 ชนิดของเกลือโพแทสเซียมได้แก่ โพแทสเซียมฟลูออไรด์ (KF) และ โพแทสเซียมคาร์บอเนต (K_2CO_3)
 - 1.3 ปริมาณของโพแทสเซียมบน $MgCaAl-LDH$ ได้แก่ 10% 20% และ 30% โดยน้ำหนัก
 - 1.4 อัตราส่วนโดยโมลของน้ำมันปาล์มต่อเมทานอล ได้แก่ 6:1 8:1 10:1 และ 12:1
 - 1.5 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา ได้แก่ 1% 3% 5% และ 7% โดยน้ำหนัก
 - 1.6 เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ได้แก่ 1 2 3 และ 4 ชั่วโมง
- 2) ศึกษาลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาริวิวิธพันธุ์
 - 2.1 องค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (X-Ray Diffraction, XRD)
 - 2.2 ปริมาณโพแทสเซียมบนตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ (X-Ray Fluorescence, XRF)
 - 2.3 พื้นที่ผิวจำเพาะของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้เครื่องวิเคราะห์พื้นผิวด้วยเทคนิคบีอีที (BET Surface Area Analyzer)
 - 2.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3) ทดสอบสมบัติทางด้านเชื้อเพลิงของไบโอดีเซล ได้แก่ เลขไอโอดีนและความเป็นกรด
- 4) ศึกษาโครงสร้างทางเคมีของไบโอดีเซล โดยใช้เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier-Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR) และเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier-Transform Nuclear Magnetic Resonance Spectrophotometer, FT-NMR)

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1) ทราบถึงประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมบนเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ ที่มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชัน เพื่อให้ได้ไบโอดีเซลที่มีร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงสุด
- 2) ทราบถึงอิทธิพลของตัวแปรสถานะที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ ได้แก่ อัตราส่วนโดยโมลของโลหะในเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ ชนิดของเกลือโพแทสเซียม ร้อยละของเกลือโพแทสเซียม อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา
- 3) ทราบถึงสถานะที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ไบโอดีเซลที่มีร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงสุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.5 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน

ขั้นตอนการดำเนินงาน	เดือน								
	ต.ค.	พ.ย.	ธ.ค.	ม.ค.	ก.พ.	มี.ค.	เม.ย.	พ.ค.	มิ.ย.
1. ศึกษาหาข้อมูล ทฤษฎี และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง									
2. ออกแบบวิธีการทดลอง									
3. ทำการวิจัยบทที่ 1 2 และ 3									
4. ทำการทดลองสังเคราะห์ ตัวเร่งปฏิกิริยา									
5. ตรวจสอบลักษณะทางเคมีและทางกายภาพของ ตัวเร่งปฏิกิริยา									
6. ทำการสังเคราะห์เมทิล เอสเทอร์									
7. วิเคราะห์ผลการทดลอง									
8. สรุป และรายงานผล									

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ไบโอดีเซล [13]

ไบโอดีเซล หมายถึง พลังงานเชื้อเพลิงที่ใช้ทดแทนน้ำมันดีเซลที่ได้จากธรรมชาติ โดยการนำเอาน้ำมันจากพืชหรือสัตว์ ซึ่งเป็นสารประกอบอินทรีย์ประเภทไตรกลีเซอไรด์ มาผ่านกระบวนการทางเคมีที่เรียกว่า ทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน (Transesterification) โดยทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์ (Ethanol หรือ Methanol) และมีเบส (ต่าง) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จะได้ผลิตผลเป็นเอสเทอร์ (Ester) และผลิตภัณฑ์ข้างเคียงคือกลีเซอรอล (Glycerol) จึงต้องทำการแยกชั้นระหว่างไบโอดีเซลและกลีเซอรอล แล้วนำไบโอดีเซลที่ได้มาล้างน้ำ และทำการแยกน้ำออกจนได้ไบโอดีเซลที่บริสุทธิ์ ซึ่งเราจะเรียกชนิดของไบโอดีเซลแบบเอสเทอร์นี้ตามชนิดของแอลกอฮอล์ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

ในส่วนของวัตถุดิบที่นำมาใช้ในการผลิตไบโอดีเซล ได้แก่ น้ำมันพืชและน้ำมันสัตว์ทุกชนิดสามารถนำมาเป็นวัตถุดิบในการผลิตไบโอดีเซลได้ แต่การเลือกน้ำมันพืชชนิดใดเป็นวัตถุดิบในการผลิตไบโอดีเซลนั้น ต้องพิจารณาถึงราคา ปริมาณและองค์ประกอบในน้ำมันพืชชนิดนั้นๆ รวมทั้งความเหมาะสมของปริมาณการปลูกพืชน้ำมันในพื้นที่นั้นด้วย เช่น ปาล์มน้ำมันและมะพร้าวเป็นพืชน้ำมันที่มีการปลูกมากในประเทศไทย ปาล์มน้ำมันปลูกมากในประเทศมาเลเซีย ถั่วเหลืองปลูกมากในประเทศสหรัฐอเมริกา เรพและทานตะวันปลูกมากในกลุ่มประเทศยุโรป เป็นต้น

สำหรับประเทศไทยมีการเพาะปลูกพืชน้ำมันหลัก 6 ชนิด คือ ถั่วเหลือง ปาล์มน้ำมัน มะพร้าว ถั่วลิสง งา และละหุ่ง โดยในจำนวนพืชน้ำมันทั้ง 6 ชนิดนี้ ปาล์มน้ำมันเป็นพืชที่มีปริมาณผลผลิตสูงที่สุด รองลงมาคือ มะพร้าว ซึ่งวัตถุดิบพืชน้ำมันที่มีความเหมาะสมในผลิตไบโอดีเซลของประเทศไทยในปัจจุบันคือ ปาล์มน้ำมันและน้ำมันพืชที่ใช้แล้ว

ซึ่งได้มีการใช้น้ำมันไบโอดีเซลกันอย่างแพร่หลายทั้งในยุโรป สหรัฐอเมริกา ญี่ปุ่น ฯลฯ เนื่องจากความกังวลด้านสิ่งแวดล้อม ปัจจุบันเยอรมันเป็นประเทศที่ใช้ไบโอดีเซลมากที่สุดในโลก โดยนำไปใช้ผสมกับน้ำมันดีเซล ราคาของน้ำมันไบโอดีเซลนั้นหลากหลายแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับราคาวัตถุดิบและปริมาณการผลิตรวมทั้งภาษีของแต่ละประเทศ ซึ่งไบโอดีเซลที่ผลิตและจำหน่ายที่สถานีบริการจะต้องผ่านมาตรฐานสากล ดังนั้นจึงได้มีการกำหนดมาตรฐาน เช่น สหรัฐอเมริกากำหนดมาตรฐาน ASTM D 6751 สหภาพยุโรปกำหนดมาตรฐานสากล EN 14214 เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยทั่วไปการใช้น้ำมันไบโอดีเซลนิยมนำไปผสม เป็นสูตรต่างๆ เช่น B5 (ไบโอดีเซล 5% ดีเซล 95 %) มีจำหน่ายทั่วไปในประเทศฝรั่งเศส B20 (ไบโอดีเซล 20% ดีเซล 80 %) เป็นน้ำมันผสมที่แนะนำให้ใช้ตามกฎหมายยานยนต์ นิยมใช้ในประเทศสหรัฐอเมริกา B40 (ไบโอดีเซล 40% ดีเซล 60 %) เป็นสูตรที่ใช้ในรถขนส่งมวลชนในประเทศฝรั่งเศส เพื่อลดมลพิษ B100 (ไบโอดีเซล 100%) เป็นน้ำมันไบโอดีเซลร้อยละ 100 ที่ใช้ในประเทศเยอรมันและออสเตรเลีย

เนื่องจากประเทศไทยเป็นประเทศเกษตรกรรม มีศักยภาพในการผลิตวัตถุดิบสำหรับผลิตไบโอดีเซลสูงสามารถปลูกพืชน้ำมันได้หลายชนิด การนำน้ำมันพืชชนิดต่างๆ มาผลิตเป็นน้ำมันไบโอดีเซลผสมกับน้ำมันดีเซลเพื่อทดแทนน้ำมันปิโตรเลียม ซึ่งจะช่วยลดต้นทุนการผลิตให้แข่งขันได้กับเชื้อเพลิงปิโตรเลียม ลดการพึ่งพาเชื้อเพลิงจากต่างประเทศ ช่วยสร้างงานสร้างอาชีพให้กับเกษตรกร และน้ำมันไบโอดีเซลยังเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมช่วยลดมลพิษในอากาศ ปลอดภัยสารกำมะถัน และลดปริมาณก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งเป็นสาเหตุหนึ่งของการเกิดปรากฏการณ์โลกร้อน (Greenhouse Effect)

2.2 องค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันพืช [14]

น้ำมันพืช หรือไขมันพืช เป็นไขมันที่สกัดจากเมล็ดหรือจากส่วนอื่นๆ ของพืชเหมือนกับไขมันสัตว์ ไขมันพืชเป็นไตรกลีเซอไรด์แบบต่างๆที่ผสมกัน ซึ่งในคำพูดทั่วไป คำว่า น้ำมันพืช อาจหมายถึงน้ำมันที่อยู่ในสถานะของเหลวที่อุณหภูมิห้องเท่านั้น แต่ไขมันพืชจะไม่ค้างถึงสถานะ ด้วยเหตุนี้ไขมันพืชที่เป็นของแข็งที่อุณหภูมิห้องบางครั้งจึงเรียกว่า "ไขมันพืช" น้ำมันพืชประกอบด้วยไขมันไตรกลีเซอไรด์ (Triglycerides) ซึ่งมีโครงสร้างเคมีประกอบด้วย Glycerol และกรดไขมันอีก 3 ชนิดมาต่อกัน (Triglycerides = Glycerol + 3 fatty acids) ดังรูปที่ 2.1 ซึ่งกรดไขมันนี้เองเป็นตัวบ่งบอกคุณภาพของน้ำมันพืช



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของไตรกลีเซอรอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กรดไขมันเป็นสารประกอบทางเคมีในอาหารประเภทไขมันมีหลากหลายชนิด และเป็นสารอาหารที่ร่างกายนำไปใช้เพื่อให้เกิดพลังงาน ซึ่งกรดไขมันในน้ำมันพืช แบ่งออกเป็นกลุ่มต่างๆ คือ

1. กรดไขมันอิ่มตัว (Saturated fatty acid) มีพันธะเคมีระหว่างคาร์บอนอะตอมเป็นพันธะเดี่ยว กรดไขมันอิ่มตัวมักจะมีจุดหลอมเหลวสูง ทำให้ดูเป็นไขหรือเป็นก้อนเมื่ออยู่ที่อุณหภูมิห้อง น้ำมันพืชที่มีกรดไขมันชนิดนี้สามารถนำมาใช้ทอดอาหารที่ใช้ไฟแรงได้ ไม่เหม็นหืน

2. กรดไขมันไม่อิ่มตัว (Unsaturated fatty acid) มีโครงสร้างพันธะเคมีระหว่างคาร์บอนอะตอมเป็นพันธะคู่ หากมี 1 พันธะคู่เราจะเรียกว่า กรดไขมันเชิงเดี่ยว (Monounsaturated fatty acid) หากมีพันธะคู่ตั้งแต่ 2 ตำแหน่งขึ้นไปเราจะเรียกว่า กรดไขมันเชิงซ้อน (Polyunsaturated fatty acid) กรดไขมันประเภทนี้จะมีจุดหลอมเหลวต่ำ และอยู่ในลักษณะของเหลวที่อุณหภูมิห้อง เหม็นหืนง่าย

3. ไขมันทรานซ์ (Trans fat or trans-unsaturated fatty acid) เกิดจากนักวิทยาศาสตร์ที่ต้องการทำให้ไขมันไม่อิ่มตัวเชิงเดี่ยว ซึ่งมี 1 พันธะคู่ เปลี่ยนไปเป็นไขมันอิ่มตัวที่มีพันธะเดี่ยวโดยการเติมไฮโดรเจน (Hydrogenation) เข้าที่พันธะคู่ และสามารถผลิตเป็นน้ำมันพืชที่ไม่ค่อยเหม็นหืนทนต่อไฟ แต่มีไขมันอิ่มตัวเชิงเดี่ยวบางส่วนที่ไม่ได้รับการเติมไฮโดรเจนและยังเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างตรงพันธะคู่ โดยทั่วไปการเกิดไขมันทรานซ์ในธรรมชาติมีน้อยมาก แต่ไขมันทรานซ์ที่ได้จากกระบวนการไฮโดรจีเนชัน มีคุณสมบัติใกล้เคียงกับไขมันอิ่มตัว คือ ทนความร้อนได้สูง ไม่ค่อยเหม็นหืน

ปริมาณของกรดไขมันอิ่มตัวในน้ำมันพืชที่มีปริมาณกรดไขมันอิ่มตัวสูงจะมีค่าไอโอดีนต่ำ แต่เมื่อมีปริมาณของกรดไขมันไม่อิ่มตัวลดลงหรือกรดไขมันไม่อิ่มตัวสูงจะมีค่าไอโอดีนสูงขึ้นตามลำดับ โดยค่าเลขไอโอดีนของน้ำมันพืช จะเป็นดัชนีบอกถึงปริมาณกรดไขมันไม่อิ่มตัวที่อยู่ในน้ำมันพืช ซึ่งบอกถึงความยากง่ายในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน น้ำมันพืชที่เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันจะทำให้น้ำมันมีสภาพเป็นสารเหนียวข้น หรือเมื่อสัมผัสกับอากาศจะสามารถถูกออกซิไดซ์ได้ง่าย เมื่อมีค่าไอโอดีนสูงจะเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันง่าย ดังนั้นควรเลือกใช้น้ำมันที่มีค่าเลขไอโอดีนต่ำในการเป็นเชื้อเพลิง เพราะจะป้องกันการเกิดสารเหนียวเนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันในเครื่องยนต์เบื้องต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 ปฏิกริยาที่ใช้ในกระบวนการสังเคราะห์ไบโอดีเซล [13]

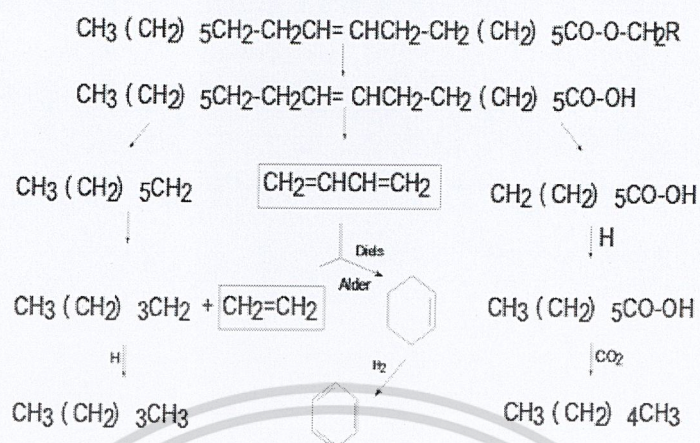
2.3.1 การนำมาใช้กับเครื่องยนต์ดีเซลโดยตรงและการผสม (Direct use and blending)

น้ำมันพืชมีส่วนผสมของกรดไขมันอิสระที่สามารถนำเอามาใช้ได้เลยกับเครื่องยนต์ดีเซลโดยไม่ต้องมีการสารเคมีอื่น หรือไม่ต้องนำมาเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติของน้ำมัน ซึ่งการใช้ไบโอดีเซลล้วนๆ เรียกว่า ไบโอดีเซล 100% หรือ B100 จะเหมาะกับเครื่องยนต์ดีเซลรอบต่ำหรือพวกเครื่องจักรกลทางการเกษตร แต่แบบผสมเป็นการผสมระหว่างน้ำมันพืชกับน้ำมันดีเซล เพื่อให้ไบโอดีเซลที่ได้มีคุณสมบัติใกล้เคียงกับน้ำมันดีเซล ซึ่งการผสมจะเป็นการลดความหนืดของน้ำมันพืชโดยไม่ต้องใช้สารเคมี และปริมาณในการผสมถ้ามากเกินไปจะส่งผลกระทบต่อเครื่องยนต์ในระยะยาว เนื่องจากกรดไขมันที่เป็นส่วนผสมของน้ำมันพืชจะนำมาสู่ปัญหาการเสื่อมสภาพของน้ำมันเครื่อง ทำให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันจากการเผาไหม้ที่ทำให้เกิดคราบสะสมในเครื่องยนต์ เกิดคราบยางเหนียวจากปฏิกิริยาออกซิเดชันระหว่างการเก็บรักษา นอกจากนี้น้ำมันพืชยังมีคุณสมบัติระเหยกลายเป็นไอต่ำและซ่า ทำให้เกิดการจุดระเบิดได้ยาก เครื่องยนต์ดีดียว เครื่องยนต์เกิดการเผาไหม้ไม่สมบูรณ์ และหลงเหลือคราบ

2.3.2 การแตกสลายด้วยความร้อน (Thermal cracking or Pyrolysis)

เป็นกระบวนการเปลี่ยนจากสารประกอบหนึ่งชนิดไปเป็นสารประกอบอื่นๆ ที่มากกว่าหนึ่งชนิดโดยใช้ความร้อนหรือใช้ความร้อนร่วมกับตัวเร่งปฏิกิริยา แต่จะมีการจำกัดปริมาณของออกซิเจนที่ใช้ในกระบวนการเพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการเผาไหม้ที่สมบูรณ์ อุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการจะอยู่ที่ประมาณ 450 ถึง 600 องศาเซลเซียส สารประกอบที่ผ่านกระบวนการไพโรไลซิสจะถูกทำให้มีขนาดโมเลกุลที่เล็กลง ทำให้ความหนืดของน้ำมันพืชลดลง ซึ่งกระบวนการนี้ยากที่จะควบคุมให้ได้ผลิตภัณฑ์ตามที่ต้องการ เนื่องจากความหลากหลายในการเกิดปฏิกิริยาและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการดังรูปที่ 2.2 และวัตถุดิบที่สามารถนำมาใช้ในกระบวนการไพโรไลซิสได้แก่ น้ำมันพืช ไขมันสัตว์ กรดไขมันธรรมชาติ (Natural Fatty Acid) และเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.2 ปฏิกริยาการแตกสลายด้วยความร้อน

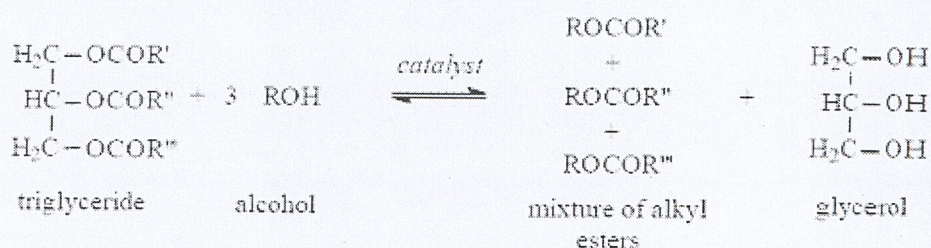
2.3.3 การทำไมโครอิมัลชัน (Microemulsion)

ไมโครอิมัลชัน คือ คอลลอยด์ที่กระจายตัวในสภาวะสมดุลโดยมีอนุภาคในคอลลอยด์ส่วนมากอยู่ในช่วง 1 ถึง 150 นาโนเมตร ซึ่งเป็นวิธีการหนึ่งเพื่อแก้ปัญหาค่าความหนืดสูงในน้ำมันพืช ให้มีค่าความหนืดลดลง โดยใช้ควมคู่กับตัวทำละลาย เช่น เมทานอล และเอทานอล ซึ่งจะไม่ละลายเป็นเนื้อเดียวกัน แต่จะกระจายอยู่ได้ด้วยสารลดแรงตึงผิวทั้งชนิดที่ไม่มีประจุและมีประจุ โดยจะเกิดในลักษณะการกระจายอนุภาคของเหลวในตัวกลางที่แขวนลอยอยู่ในตัวกลางของเหลวอีกชนิดอย่างสมดุล ไมโครอิมัลชันที่เกิดจากเมทานอลกับน้ำมันพืชจะได้น้ำมันที่มีคุณสมบัติใกล้เคียงกับน้ำมันดีเซล แต่เมื่อนำมาทดสอบกับเครื่องยนต์พบว่าการสะสมตัวของคราบเกาะบริเวณรอบๆ หัวฉีดและวาล์วของเครื่องยนต์ซึ่งเป็นข้อเสียของน้ำมันที่ผลิตโดยวิธีนี้ และจะเกิดการเผาไหม้ที่ไม่สมบูรณ์ตามมา

2.3.4 ปฏิกริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน (Transesterification reaction)

การสังเคราะห์ไบโอดีเซลสามารถผลิตได้จากน้ำมันพืชด้วยกระบวนการเคมีที่มีชื่อว่า ทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน (Transesterification) ของไตรกลีเซอไรด์กับเมทานอลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกริยาได้ทั้งชนิดกรดหรือชนิดเบส โดยทั่วไปในการผลิตไบโอดีเซลนิยมใช้เบสเป็นตัวเร่งปฏิกริยา จะได้ผลิตภัณฑ์ที่เปลี่ยนโครงสร้างของน้ำมันไตรกลีเซอไรด์ให้เป็นเอสเทอร์ (Ester) และผลิตภัณฑ์ข้างเคียงจะได้กลีเซอรอล (Glycerol) ดังรูปที่ 2.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.3 ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน

ซึ่งอัตราส่วนโดยโมลของไตรกลีเซอไรด์ 1 โมลจะสามารถทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์ 3 โมลได้พอดี ถ้าหากใช้ในอัตราส่วนที่มากกว่าจะได้ผลิตภัณฑ์เอสเทอร์ที่มากขึ้น ซึ่งปฏิกิริยานี้เป็นปฏิกิริยาที่สามารถผันกลับได้ การใช้แอลกอฮอล์ในปริมาณที่มากเกินไปจะทำให้ปฏิกิริยาจะดำเนินไปข้างหน้าได้ดี จะทำให้ได้ปริมาณของเอสเทอร์ที่มากขึ้น ซึ่งเอสเทอร์ที่ได้จะมีสมบัติที่ใกล้เคียงกับไบโอดีเซล

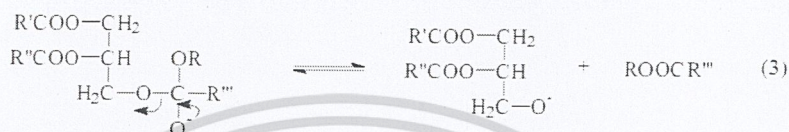
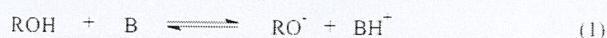
ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเป็นปฏิกิริยาที่สามารถผันกลับได้ สามารถเร่งการเกิดปฏิกิริยาให้ไปข้างหน้าได้เร็วขึ้นโดยการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาหรือเติมแอลกอฮอล์ในปริมาณที่มากเกินไป โดยทั่วไปแล้วแอลกอฮอล์ที่ใช้ในปฏิกิริยาจะเป็นเมทานอลหรือเอทานอล เนื่องจากเป็นโมเลกุลที่ไม่มีขั้ว หาซื้อได้ง่าย และราคาถูก ทำให้เข้าทำปฏิกิริยาได้เร็วแต่จะต้องไม่มีน้ำเข้ามาเกี่ยวข้อง เพราะอาจทำให้เกิดปฏิกิริยาสaponification (Saponification) ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์เอสเทอร์ลดลง ประสิทธิภาพลดลง และจะทำให้แยกเอสเทอร์ออกจากกลีเซอรอลได้ยาก

ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเป็นกระบวนการที่นิยมมาก เพราะวิธีไมโครอิมัลชันมักจะทำให้ประสิทธิภาพของเครื่องยนต์ลดลงและเกิดคราบคาร์บอน ส่วนวิธีไพโรไลซิสจะผลิตก๊าซโซลีนออกมา มากกว่าน้ำมันไบโอดีเซล นอกจากนี้ในปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันยังได้ผลิตภัณฑ์ข้างเคียงที่มีประโยชน์ คือ กลีเซอรอล โดยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันสามารถทำได้หลายวิธี ได้แก่

2.3.4.1 การทำปฏิกิริยาโดยใช้เบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Base catalyst)

สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบสนี้จะทำให้เกิดปฏิกิริยาได้เร็วกว่าเมื่อเทียบกับการใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอีกทั้งยังให้ผลิตภัณฑ์ในปริมาณที่สูงด้วย ส่วนข้อจำกัดตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบสคือน้ำ และปริมาณกรดไขมันอิสระในน้ำมัน ถ้ามีน้ำและปริมาณกรดไขมันอิสระอยู่ในปฏิกิริยาในปริมาณมาก จะทำให้เกิดปฏิกิริยาสaponification รวมด้วย จะทำให้ความบริสุทธิ์ของเอสเทอร์ลดลง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.4 กลไกการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันโดยใช้เบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

จากรูปที่ 2.4 ให้ B เป็นสัญลักษณ์ของเบส ตามทฤษฎีของ Bronsted-Lowry เบส คือ สารที่สามารถรับไฮโดรเจนไอออน หรือสารที่ให้คู่อิเล็กตรอน ตามทฤษฎีของ Lewis โดยสัญลักษณ์ R', R'' และ R''' แทนกรดไขมันที่อยู่ในโครงสร้างของไตรกลีเซอไรด์ R แทนหมู่แอลคิลในแอลกอฮอล์

กลไกปฏิกิริยาเริ่มเกิดขึ้นเมื่อเบสทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์ได้แอลคอกไซด์ (RO⁻) แล้วเข้าทำปฏิกิริยาที่ตำแหน่งหมู่คาร์บอนิล ของโมเลกุลไตรกลีเซอไรด์เกิดเป็นสารมัธยันต์มีโครงสร้างเตตระฮีดรอล จากนั้นจะทำปฏิกิริยาเกิดเป็นแอลคิลเอสเทอร์และไตรกลีเซอไรด์ จากนั้นไตรกลีเซอไรด์จะดึงเอาไฮดรอกเจนไอออนออกจากตัวเร่งปฏิกิริยา ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาคืนสู่สถานะชนิดว่องไว (active species) อีกครั้งโดยสามารถเข้าทำปฏิกิริยากับโมเลกุลของแอลกอฮอล์อื่นและเข้าสู่วัฏจักรเร่งปฏิกิริยาต่อไป ไตรกลีเซอไรด์และโมโนกลีเซอไรด์จะทำปฏิกิริยาด้วยกลไกเดียวกันนี้ได้แอลคิลเอสเทอร์และกลีเซอรอลต่อไป

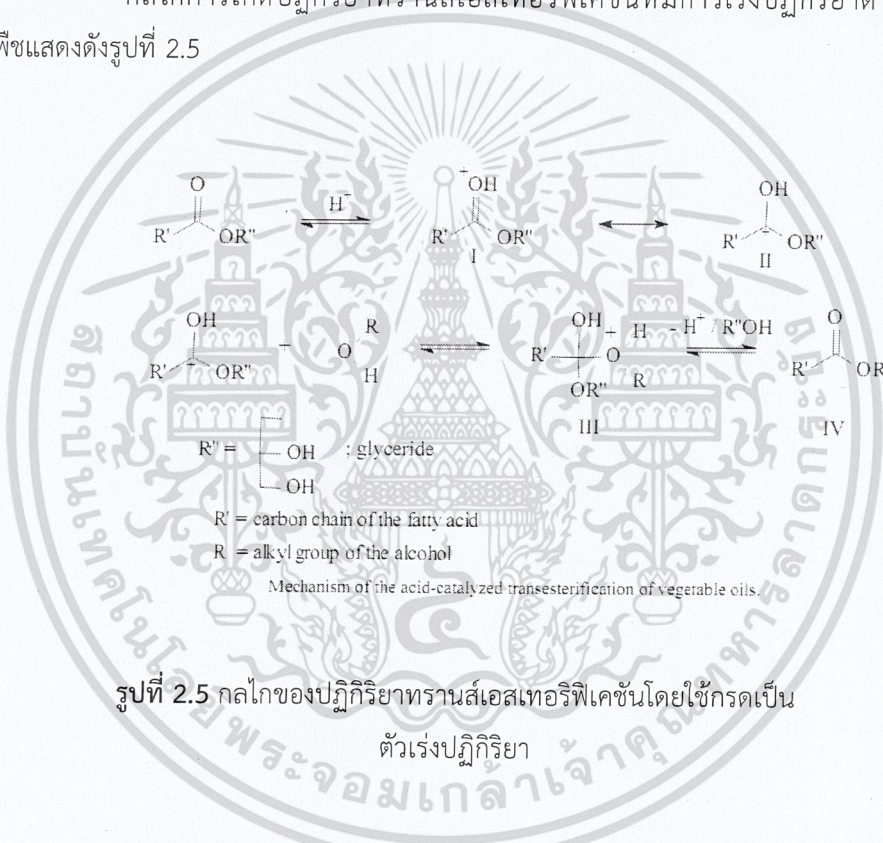
แม้ว่าปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันโดยใช้เบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะให้ผลผลิตในปริมาณที่สูงโดยใช้ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาที่สั้นนั้นยังมีข้อเสีย คือ สิ้นเปลืองพลังงานในการเกิดปฏิกิริยามาก การนำกลีเซอรอลกลับมาใช้ใหม่ทำได้ยาก ต้องกำจัดตัวเร่งปฏิกิริยากรดและเบสออกจากผลิตภัณฑ์ และน้ำเสียที่มีเบสต้องทำการบำบัดก่อนปล่อยลงสู่สิ่งแวดล้อม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.4.2 การทำปฏิกิริยาโดยใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Acid catalyst)

กระบวนการทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันสามารถเร่งปฏิกิริยาด้วยกรด Bronsted เช่น กรดซัลโฟนิก และกรดซัลฟิวริก เป็นต้น ซึ่งการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดนี้จะทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ แอลคิลเอสเทอร์สูงแต่จะเกิดปฏิกิริยาช้า ต้องใช้อุณหภูมิสูงมากกว่า 100 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา มากกว่า 3 ชั่วโมงถึงจะเกิดปฏิกิริยาได้อย่างสมบูรณ์ แต่ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดสามารถใช้ได้ดีกับ กลีเซอไรด์ที่มีส่วนประกอบของกรดไขมันอิ่มตัวและน้ำในปริมาณสูงได้เช่น ในน้ำมันที่ใช้แล้วเป็นต้น

กลไกการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันที่มีการเร่งปฏิกิริยาด้วยกรดของ น้ำมันพืชแสดงดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 กลไกของปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันโดยใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

การเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันโดยการใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เริ่มจากการได้รับโปรตอนของหมู่คาร์บอนิลของเอสเทอร์ ทำให้เกิดคาร์โบแคตไอออน หลังจากนั้นนิวคลีโอไฟล์ของแอลกอฮอล์จะเข้าทำปฏิกิริยาเกิดเป็นสารมัธยันต์ที่มีโครงสร้างเป็นเตตระฮีดรอล และเมื่อปล่อยกลีเซอรอลออกไป จะได้เอสเทอร์ชนิดใหม่พร้อมทั้งได้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดกลับคืนมา

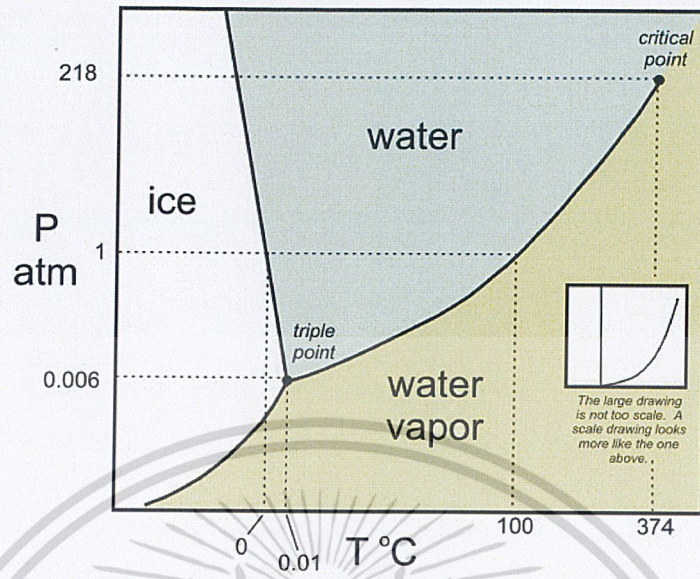
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.4.3 การทำปฏิกิริยาในสภาวะเหนือวิกฤต

การทำปฏิกิริยาในสภาวะเหนือวิกฤตเป็นกระบวนการผลิตไบโอดีเซลโดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งวิธีนี้เป็นการนำเอาน้ำมันวัตถุดิบมาทำปฏิกิริยากับเมทานอลในสภาวะเหนือวิกฤต ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาน้อย พร้อมทั้งเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมซึ่งจะไม่มีของเสียที่ได้จากกระบวนการ แต่อย่างไรก็ตามวิธีนี้จะต้องใช้อุณหภูมิและความดันในระดับที่สูงประมาณ 512.2 เคลวิน และ 8.1 เมกะปาสคาล เนื่องจากต้องทำให้เมทานอลอยู่ในสภาวะเหนือวิกฤต

ของไหลเหนือภาวะวิกฤต (Supercritical fluid) หมายถึง ภาวะที่ไม่สามารถจำแนกได้ว่าสสารนั้นอยู่ในสถานะเป็นแก๊สหรือของเหลว เมื่อพิจารณาถึงแก๊สจะสามารถเปลี่ยนเป็นของเหลวได้ มี 2 วิธี โดยการเพิ่มความดัน หรือลดอุณหภูมิเพื่อลดพลังงานจลน์ (Kinetic energy) ทำให้ระยะห่างระหว่างโมเลกุลของแก๊สลดลงเกิดแรงดึงดูดระหว่างกันมากขึ้นจนกระทั่งสามารถควบแน่นเป็นของเหลว แต่ที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิวิกฤตโมเลกุลของแก๊สจะมีพลังงานจลน์มากถึงให้ความดันมากขึ้นก็ไม่สามารถเกิดการควบแน่นเป็นของเหลวได้ โดยอุณหภูมิสูงสุดที่แก๊สสามารถควบแน่นเป็นของเหลวได้ เรียกว่า อุณหภูมิวิกฤต (Critical temperature) และความดันที่จุดนี้เรียกว่า ความดันวิกฤต (Critical pressure) จุดที่อุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิวิกฤต และจุดที่ความดันเท่ากับความดันวิกฤต เรียกว่า จุดวิกฤต (Critical point) เมื่ออุณหภูมิ และความดันสูงกว่าอุณหภูมิวิกฤตและความดันวิกฤตตามลำดับ สสารจะอยู่ในสถานะที่ไม่สามารถจำแนกได้ว่าเป็นแก๊สหรือของเหลว จะเรียกสสารที่อยู่ในสถานะนี้ว่า ของไหลวิกฤตยิ่งยวด (Supercritical fluid) ซึ่งเป็นค่าเฉพาะในแต่ละสาร ดังเฟสไดอะแกรมในรูปที่ 2.6

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.6 เฟสไดอะแกรมของของไหลเหนือวิกฤต

ตารางที่ 2.1 สมบัติของไหลสถานะเหนือวิกฤตเปรียบเทียบกับแก๊สและของเหลว

สถานะของของไหล	ความหนาแน่น (g/cm ³)	Diffusivity (cm ² /sec)	ความหนืด (g/cm.sec)
แก๊ส P = 1 atm, T = 15-30 °C	(0.6 - 2) × 10 ³	0.1 - 0.4	(1 - 3) × 10 ⁻⁴
ของเหลว P = 1atm, T = 15-30 °C	0.6 - 1.6	(0.2 - 2) × 10 ⁻⁵	(0.2 - 3) × 10 ⁻²
เหนือวิกฤต P = P _c , T = T _c P = 4P _c , T = T _c	0.2 - 0.5	0.7 × 10 ⁻³	(1 - 3) × 10 ⁻⁴
	0.4 - 0.9	0.2 × 10 ⁻³	(3 - 9) × 10 ⁻⁴

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของไหลเหนือภาวะวิกฤตมีคุณสมบัติอยู่ระหว่างแก๊สกับของเหลว จากตารางที่ 2.1 ทำให้ทราบว่าค่าความหนาแน่นของของไหลเหนือภาวะวิกฤตมีค่าใกล้เคียงกันกับของของเหลวเมื่อนำมาใช้เป็นตัวทำละลาย โมเลกุลของสารที่ต้องการละลายจะถูกล้อมรอบด้วยโมเลกุลของของไหลเหนือภาวะวิกฤตและจะเกิดอัตรากิริยากัน เกิดการละลายได้ดี ขณะเดียวกันของไหลเหนือภาวะวิกฤตจะมีความหนืด และการแพร่กระจายโมเลกุลใกล้เคียงกับกับแก๊ส ทำให้สามารถแทรกเข้าไปในโครงสร้างภายในตัวถูกละลายได้ง่าย และด้วยสมบัติเหล่านี้จึงนำของไหลเหนือภาวะวิกฤตมาใช้เป็นตัวทำละลาย

จากตารางที่ 2.1 การทำปฏิกิริยาในภาวะเหนือภาวะวิกฤตของเมทานอลเป็นวิธีที่ไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา เพราะที่สภาวะนี้ต้องให้อุณหภูมิสูง ทำให้พันธะไฮโดรเจนของเมทานอลอ่อนลงและสภาพขั้วของเมทานอลลดลง ทำให้เมทานอลกับน้ำมันพืชสามารถรวมเป็นเฟสเดียวกันได้ ทำให้ประสิทธิภาพของผลิตภัณฑ์ลดลง

2.3.4.4 การทำปฏิกิริยาโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์

การผลิตไบโอดีเซลด้วยกระบวนการทรานส์เอสเตอร์ฟิเคชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ไม่ละลายเป็นเนื้อเดียว เช่น ZrO_2 , ZnO , KNO_3/ZrO_2 , $KNO_3/zeolite$ เป็นต้น เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นของแข็งแทนการใช้ในรูปสารละลาย ซึ่งการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดนี้จะช่วยแก้ปัญหาการเกิดสบู่ได้ในกระบวนการผลิตไบโอดีเซล แต่เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นเบสในปฏิกิริยาที่มีน้ำ และยังสามารถนำกลับมาใช้งานใหม่ได้ ลดขั้นตอนในการล้างไบโอดีเซล แต่วิธีนี้จะใช้พลังงานมากทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ในปริมาณที่น้อย

2.4 สมบัติทางด้านเชื้อเพลิงที่สำคัญของไบโอดีเซล [13]

2.4.1 ค่าความร้อน (Heating Value)

ค่าความร้อนทางเชื้อเพลิง คือ ปริมาณความร้อนที่เกิดขึ้นต่อน้ำหนักเชื้อเพลิงเมื่อเชื้อเพลิงนั้นถูกเผาไหม้ หรือความร้อนที่ต้องถ่ายเทออกจากเชื้อเพลิง เนื่องจากการสันดาปเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ในระบบ โดยทั่วไปค่าความร้อนมี 2 ประเภท คือ ค่าความร้อนสูง (High Heating Value) และค่าความร้อนต่ำ (Low Heating Value) ซึ่งค่าความร้อนสูงเป็นค่าที่วัดได้โดยรวมของความร้อนที่เกิดขึ้นจากการกลั่นตัวของไอน้ำเข้าด้วย และค่าความร้อนของเชื้อเพลิงที่ใช้ในการเผาไหม้ในเครื่องยนต์จะนำค่าความร้อนต่ำมาใช้ เนื่องจากไม่มีการกลั่นตัวของไอน้ำในห้องเผาไหม้ของเครื่องยนต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.2 จุดวาบไฟ (Flash Point)

จุดวาบไฟ คือ อุณหภูมิต่ำสุดที่ทำให้ของเหลวกลายเป็นไอเพียงพอต่อการเริ่มต้นลุกไหม้ขึ้น เมื่อมีแหล่งจุดติดไฟ แต่มีไม่เพียงพอที่จะลุกติดไฟได้อย่างต่อเนื่อง จุดวาบไฟไม่มีผลต่อคุณภาพหรือการใช้งานโดยตรง จุดวาบไฟเป็นประโยชน์ในการแบ่งประเภทของสารเคมีว่าเป็นสารไวไฟ (Flammable) สารติดไฟได้ (Combustible) และสารไม่ติดไฟ (Non-combustible) ตามมาตรฐาน NFPA 30 หากเป็นข้อกำหนดทางกฎหมายเพื่อความปลอดภัยจากการเกิดอัคคีภัย การเก็บรักษาและขนถ่าย เพราะถ้าเกินอุณหภูมิจุดนี้ไปแล้วจะเป็นจุดติดไฟ โดยทั่วไปอุณหภูมิจุดวาบไฟของไบโอดีเซลจะมีค่าสูงกว่าน้ำมันดีเซล แต่อย่างไรก็ตามน้ำมันไบโอดีเซลอาจมีจุดวาบไฟที่ต่ำกว่าปกติได้ หากผลิตภัณฑ์มีปริมาณแอลกอฮอล์จากกระบวนการผลิตเจือปนอยู่ ซึ่งควรจะทำจัดออกเพื่อให้มีความปลอดภัยในการขนส่งเชื้อเพลิง

2.4.3 ค่าความเป็นกรด (Acid value)

ค่าความเป็นกรด (acid value) เป็นค่าที่บ่งชี้ถึงคุณภาพของน้ำมันและไขมัน โดยเป็นค่าที่บ่งชี้ว่าไตรกลีเซอไรด์ (triglyceride) ที่เป็นส่วนประกอบหลักในไขมันและน้ำมันถูกย่อยสลายด้วยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) โดยมีเอนไซม์ไลเปส (lipase) และความร้อนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ผลิตภัณฑ์ คือกลีเซอรอล และกรดไขมันอิสระ ซึ่งทำให้น้ำมันและไขมันมีความเป็นกรดเพิ่มขึ้น โดยค่าความเป็นกรดของไขมันหรือน้ำมัน เป็นจำนวนมิลลิกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งทำปฏิกิริยาพอกดีกับกรดไขมันอิสระ (free fatty acid) และค่าที่ได้สามารถนำมาคำนวณเป็นเปอร์เซ็นต์กรดไขมันอิสระได้ ค่า acid value เป็นค่าที่ใช้ตรวจสอบคุณภาพของน้ำมันและไขมัน หากค่าความเป็นกรดสูง แสดงว่าน้ำมันเสื่อมคุณภาพ มีจุดเกิดควัน (smoke point) ต่ำลง และเป็นสาเหตุเริ่มต้นของการเกิดกลิ่นหืน (rancidity) นอกจากนี้ยังมีโอกาสที่จะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (lipid oxidation) ซึ่งเป็นปฏิกิริยาถูกโจ้ ทำให้เกิดการหืนอย่างต่อเนื่องและรวดเร็ว

2.4.4 เลขไอโอดีน (Iodine value)

เลขไอโอดีน คือ จำนวนกรัมของไอโอดีน ที่เข้าไปทำปฏิกิริยากับพันธะคู่ของกรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัวที่เป็นส่วนประกอบในโมเลกุลของไขมัน หรือน้ำมัน 100 กรัม เป็นตัวบ่งชี้ว่าไขมันหรือน้ำมันมีกรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัวเป็นส่วนประกอบอยู่ในโมเลกุลมากน้อยเพียงใด ถ้ามีค่าไอโอดีนสูงแสดงว่ามีปริมาณกรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัวเป็นส่วนประกอบมาก ซึ่งเกิดจากการรวมตัวที่เป็นปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรซ์ได้มากกว่าน้ำมันที่มีค่าไอโอดีนต่ำกว่า และจะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันในอากาศได้ง่ายทำให้เกิดการเสีย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สภาพได้ แต่ถ้าน้ำมันพืชที่ถูกนำมาใช้เป็นเชื้อเพลิงมีค่าเลขไอโอดีนต่ำจะป้องกันการเกิดพอลิเมอร์ไรซ์ของน้ำมันพืชในเครื่องยนต์ได้ และยังเป็นตัวชี้บ่งคุณค่าทางโภชนาการของไขมัน หรือน้ำมันชนิดนั้นๆ ถ้าหากน้ำมันที่มีค่าไอโอดีนสูงจะมีคุณค่าทางโภชนาการสูง เนื่องจากมีปริมาณของกรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัวมาก

2.4.5 ความหนืด (Viscosity)

ความหนืด คือ ค่าบ่งชี้คุณสมบัติความต้านทานการไหลในตัวของของไหล ซึ่งทำให้เกิดการเปลี่ยนรูปจากการกระทำของความเค้นเฉือนหรือความเค้นภายนอก ความหนืดนี้อธิบายถึงความสามารถในการต้านทานการไหลภายในตัวของไหล และอาจจะถูกพิจารณาให้เป็นตัวชี้วัดความเสียดทานของไหลได้ ยิ่งของไหลมีความหนืดต่ำมากเท่าไร ก็จะมีความสามารถในการเปลี่ยนรูปได้มากเท่านั้น ความหนืดเชิงจลศาสตร์ของน้ำมันดีเซลมีผลต่อรูปร่างของละอองน้ำมันที่ฉีดออกจากหัวฉีด ถ้าน้ำมันมีความหนืดสูงจะทำให้การฉีดเป็นฝอยไม่ดี ละอองน้ำมันจะมีขนาดใหญ่ การเผาไหม้จะไม่สมบูรณ์แต่หากน้ำมันมีความหนืดต่ำเกินไปจะทำให้เป็นฝอยละเอียดแต่พุ่งไปไม่ไกลทำให้การเผาไหม้ไม่สมบูรณ์เช่นกัน เนื่องจากน้ำมันรวมตัวกับอากาศได้ไม่ดี ส่งผลให้ประสิทธิภาพด้านกำลังของเครื่องยนต์ลดลง ซึ่งค่ามาตรฐานของสมบัติทางด้านเชื้อเพลิงของไบโอดีเซล ได้สรุปไว้ในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 แสดงค่ามาตรฐานของสมบัติด้านเชื้อเพลิงของไบโอดีเซล

สมบัติด้านเชื้อเพลิง	ข้อกำหนด	วิธีทดสอบ
ความหนืด ณ อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส, (cSt)	ไม่ต่ำกว่า 3.5 และไม่สูงกว่า 5.0	ASTM D 445
จุดวาบไฟ (°C)	ไม่ต่ำกว่า 120	ASTM D 93
ค่าความเป็นกรด (mgKOH/g)	ไม่สูงกว่า 0.50	ASTM D 664
ค่าไอโอดีน (g _{Iodine} /100g)	ไม่สูงกว่า 120	EN 14111

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5 ประโยชน์ของไบโอดีเซล [13]

2.5.1 ด้านสิ่งแวดล้อม

การใช้ไบโอดีเซลสามารถลดพิษทางอากาศ ซึ่งเป็นผลจากการเผาไหม้ในเครื่องยนต์ คณะกรรมการไบโอดีเซลแห่งชาติ (National Biodiesel Board) และสำนักงานป้องกันสิ่งแวดล้อม (US Environmental Agency) ของประเทศสหรัฐอเมริกา ได้ทำการทดลองวิจัยใช้ไบโอดีเซลสูตรต่างๆ กับเครื่องยนต์ดีเซลและได้รายงานไว้ว่า ไบโอดีเซลสูตร B100 และ B20 สามารถลดมลพิษจากการเผาไหม้ได้อย่างมีนัยสำคัญ ในส่วนกรม่อู่ทหารเรือ กองทัพเรือ ก็ได้รายงานผลการทดลองใช้น้ำมันไบโอดีเซลกับเครื่องยนต์ดีเซล ขนาด 145 แรงม้า ว่าสามารถลดควันดำได้มากกว่าร้อยละ 40

การใช้ไบโอดีเซลสามารถลดการปล่อยแก๊สเรือนกระจกเพราะผลิตจากพืช การผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันพืชที่ใช้แล้ว นอกจากช่วยลดการนำน้ำมันที่ใช้แล้วไปประกอบอาหารซ้ำแล้วยังช่วยป้องกันไม่ให้น้ำมันที่ใช้แล้ว (ซึ่งมีสารไดออกซินที่เป็นสารก่อมะเร็ง) ไปผลิตเป็นอาหารสัตว์

2.5.2 ด้านสมรรถนะเครื่องยนต์

การผสมไบโอดีเซลในระดับร้อยละ 1-2 สามารถช่วยเพิ่มดัชนีการหล่อลื่นให้กับน้ำมันดีเซลจากผลการทดลองของสถาบันวิจัยและเทคโนโลยีของ บริษัท ปตท. จำกัด (มหาชน) พบว่าการเติมไบโอดีเซลที่ผลิตจากน้ำมันพืชใช้แล้วและน้ำมันมะพร้าวในอัตราร้อยละ 0.5 สามารถเพิ่มดัชนีการหล่อลื่นได้ถึง 2 เท่าประสิทธิภาพการเผาไหม้ดีขึ้น เนื่องจากในไบโอดีเซลมีออกซิเจนผสมอยู่ประมาณร้อยละ 10 ทำให้การผสมระหว่างอากาศกับน้ำมันมีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอและเป็นการเพิ่มอัตราส่วนปริมาตรของอากาศต่อน้ำมันได้เป็นอย่างดี จึงทำให้การเผาไหม้ดีขึ้นถึงแม้ว่าค่าความร้อนของไบโอดีเซลจะต่ำกว่าน้ำมันดีเซลประมาณร้อยละ 10 แต่ข้อด้อยนี้ไม่มีผลกระทบต่อการใช้งาน เพราะการใช้ไบโอดีเซลทำให้การเผาไหม้ดีขึ้น จึงทำให้กำลังเครื่องไม่ลดลง

2.5.3 ด้านเศรษฐศาสตร์

การใช้ไบโอดีเซลช่วยสร้างงานในชนบทด้วยการสร้างตลาดพลังงานไว้รองรับผลผลิตทางการเกษตรที่เหลือจากการบริโภคการใช้ไบโอดีเซลสามารถช่วยลดการนำเข้าน้ำมันดิบจากต่างประเทศได้บางส่วน ซึ่งในแต่ละปีประเทศไทยสูญเสียเงินตราต่างประเทศเพื่อนำเข้าน้ำมันดิบกว่า 300,000 ล้านบาท ด้านการผลิตน้ำมันเชื้อเพลิงในประเทศประเทศไทยมีสัดส่วนการใช้น้ำมันดีเซลสูงกว่าน้ำมันเบนซินมาก ตลาดน้ำมันดีเซลในประเทศไทยมีมูลค่ามากกว่าน้ำมันเบนซินกว่า 2 เท่า และในอนาคตมีแนวโน้มที่โรงกลั่นอาจจะผลิตน้ำมันดีเซลไม่เพียงพอต่อการใช้ภายในประเทศ ดังนั้นการใช้ไบโอดีเซลจึงช่วยลด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความไม่สมดุลด้านการผลิตของโรงกลั่นได้ การผสมไปโอดีเซลในอัตราส่วนร้อยละ 1 - 2 ช่วยเพิ่มความหล่อลื่นในน้ำมันดีเซลได้โดยเฉพาะกรณีที่จะมีการลดปริมาณกำมะถันในน้ำมันดีเซล

2.6 ตัวเร่งปฏิกิริยา [15]

ตัวเร่งปฏิกิริยานับว่ามีบทบาทสำคัญต่อการพัฒนาอุตสาหกรรมปิโตรเคมีอย่างมาก ซึ่งเห็นได้ชัดว่าหลังจากที่การนำเอาตัวเร่งปฏิกิริยามาใช้ ได้มีอุตสาหกรรมเคมีเกิดขึ้นมากมาย ทั้งนี้เพราะตัวเร่งปฏิกิริยาช่วยให้เกิดสภาวะของการเกิดปฏิกิริยาที่เหมาะสมยิ่งขึ้น ช่วยลดภาวะการเสี่ยงอันตรายในกระบวนการการผลิต ตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถแบ่งได้เป็น 2 ประเภทใหญ่ๆ คือ

1) ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ (Homogeneous catalyst) คือ ตัวเร่งที่อยู่ในสถานะเดียวกันกับสารที่ทำปฏิกิริยาไม่ว่าจะเป็นแก๊สหรือของเหลว ตัวอย่างเช่น ปฏิกิริยาในสิ่งมีชีวิตที่เร่งด้วยเอนไซม์ และปฏิกิริยาในสารละลาย ตัวเร่งปฏิกิริยาในสารละลายตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์มักเป็นโมเลกุลที่มีตำแหน่งในการเร่งปฏิกิริยาที่ชัดเจน แต่มีข้อเสียคือ มักสลายตัวหรือเสียสภาพในสภาวะที่ใช้ความร้อนหรือความดันสูง

2) ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์ (Heterogeneous catalyst) คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่อยู่ในสถานะแตกต่างกับสารที่ทำปฏิกิริยา เช่น ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นของแข็งสารตั้งต้น และผลิตภัณฑ์เป็นแก๊สหรือของเหลว การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์มักจะได้ในอุตสาหกรรมหลายๆ อย่าง เช่น ผลิตภัณฑ์ยา เชื้อเพลิงเส้นใยสังเคราะห์ เป็นต้น เนื่องจากสามารถแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากผลิตภัณฑ์และสารตั้งต้นที่เหลือได้ง่ายกว่า สามารถใช้ในสภาวะที่มีอุณหภูมิหรือความดันสูงได้ ตัวเร่งปฏิกิริยามีอายุการใช้งานที่ยาวนานและสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้

ตารางที่ 2.3 เป็นการเปรียบเทียบสมบัติและปัจจัยต่างๆ ของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์และแบบวิวิธพันธ์ เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์อยู่ในวัฏภาคเดียวกับสารตั้งต้น จึงมีข้อดีคือ ประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาสูงและสามารถเลือกให้เร่งปฏิกิริยาได้ง่ายกว่า อีกทั้งสภาวะการทดลองที่ใช้ไม่รุนแรงและไม่มีปัญหาเกี่ยวกับการแพร่ของสารตั้งต้นไปหาตัวเร่งปฏิกิริยา เนื่องจากอยู่ในวัฏภาคเดียวกัน แต่มีข้อเสียคือ การแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ที่ทำไดยาก วิธีการส่วนใหญ่คือการกลั่นหรือการสกัดด้วยตัวทำละลายและอายุการใช้งานของตัวเร่งที่สั้นกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์ ข้อดีของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ คือ สามารถแยกสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ออกจากตัวเร่งปฏิกิริยาได้ง่าย สามารถใช้ได้ในสภาวะที่อุณหภูมิ หรือ ความดันสูงได้ ตัวเร่งปฏิกิริยามีอายุการใช้งานที่ยาวนาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.3 การเปรียบเทียบปัจจัยต่างๆ ในการเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์และแบบวิวิธพันธุ์

ปัจจัยหรือตัวแปรที่สนใจ	ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์	ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์
กัมมันตภาพเมื่อเทียบปริมาณโลหะที่เท่ากัน	สูง	แปรค่าได้
สภาวะของปฏิกิริยา	ไม่รุนแรง	รุนแรง
อายุการใช้งานของตัวเร่งปฏิกิริยา	แปรค่าได้	นาน
ความไวของตัวเร่งต่อการเกิดพอยซัน	ต่ำ	สูง
ปัญหาจากการแพร่	ไม่มี	อาจมีผล
การนำตัวเร่งกลับมาใช้งาน	แพง	ทำได้
การปรับสมบัติเชิงโมเลกุลของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยการเปลี่ยนอะตอมที่เป็นองค์ประกอบ	อาจทำได้	ทำไม่ได้

2.6.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

สมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาขึ้นกับกรรมวิธีที่ใช้ในการเตรียมสาร การเตรียมแต่ละครั้งต้องคำนึงถึงสมบัติทางกายภาพที่สำคัญของตัวเร่งปฏิกิริยา ได้แก่ พื้นที่ผิว, เสถียรภาพและความทนทาน การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแบ่งเป็น 3 ประเภทได้แก่

ประเภทที่ 1 คือ การเตรียมตัวเร่งกลุ่มออกไซด์ (Active oxide component)

ประเภทที่ 2 คือ การนำองค์ประกอบที่ว่องไวต่อปฏิกิริยาวางบนตัวรองรับ (Deposition produced activity component)

ประเภทที่ 3 คือ กลุ่มที่มีการเตรียมพิเศษเฉพาะตัวอย่าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6.1.1 การเตรียมตัวเร่งกลุ่มออกไซด์ (Active oxide component)

ตัวเร่งกลุ่มออกไซด์ในที่นี่มีความหมายรวมทั้งองค์ประกอบที่ว่องไวและตัวรองรับ ซึ่งจะถูกเตรียมให้มีพื้นที่ผิวและความพรุนสูง เช่น ไฮดรอกไซด์ ซึ่งอาจจะเป็นทั้งองค์ประกอบกัมมันต์และตัวรองรับ

การเตรียมออกไซด์ผสม (Dual Oxide) คือ การรวมตัวของออกไซด์สองชนิด เพื่อเพิ่มคุณสมบัติของการเร่งปฏิกิริยา วิธีการเตรียมที่ดีที่สุดคือ การตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) และการเตรียมเจลสองชนิดเพื่อให้ได้การกระจายตัวที่มีอันตรกิริยาสูง ตัวอย่างเช่น $\text{NiO-Al}_2\text{O}_3$ และ ซีโอไลต์

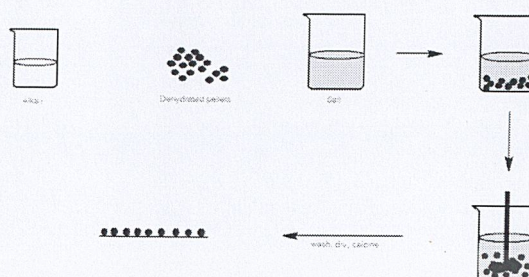
2.6.1.2 การนำองค์ประกอบที่ว่องไวต่อปฏิกิริยาวางบนตัวรองรับ (Deposition produced activity component)

การทำให้ออกไซด์กระจายตัวบนตัวรองรับเป็นวิธีการที่นิยมมาก สามารถได้ถึง 4 วิธี คือ การตกตะกอน การแลกเปลี่ยนไอออน การเอ็บซุ่ม ซึ่งแต่ละเทคนิคมีทั้งข้อดีข้อเสียโดยจะพิจารณาจากชนิดของตัวรองรับที่ใช้ หากเป็นผงหรือก้อนเล็กๆ การเติมองค์ประกอบที่ว่องไวลงในผิวด้านหน้าในตัวรองรับอาจมีข้อจำกัดเรื่องการแพร่เข้าไปในรูพรุน

1) การตกตะกอน คือ การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรม การทำให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างผองอนุภาคของตัวรองรับกับเกลือของสารละลาย ซึ่งอาจจะเป็นออกซาเลต ไนเตรด ซัลเฟต หรือคลอไรด์ ในตัวกลางที่เป็นเบส เช่น NaOH , KOH , หรือ Na_2CO_3 ทำให้ได้ไฮดรอกไซด์หรือคาร์บอเนตของโลหะที่ไม่ละลายน้ำสารเหล่านี้สามารถเปลี่ยนเป็นออกไซด์ได้โดยการให้ความร้อน

การตกตะกอนเหมาะกับการเตรียมตัวเร่งเพื่อให้มีปริมาณโลหะขององค์ประกอบที่ว่องไวประมาณ 10-20 เปอร์เซ็นต์ ถ้าต้องการปริมาณที่ต่ำกว่านี้จะพิจารณาที่จะใช้วิธีอื่น การเตรียมสามารถทำได้โดยการเคลือบผิวตัวรองรับกับสารละลายเกลือ ตามปริมาณที่เหมาะสมกับความต้องการก่อนทำปฏิกิริยา แต่ในบางกรณีอาจจะต้องดูไล่อากาศในตัวรองรับ เพื่อให้แน่ใจว่าไม่มีอากาศในรูพรุน หลังจากนั้นจึงเติมสารละลายเบสเพื่อให้เกิดการตกตะกอน ขั้นตอนต่อมาคือการกรองหรือการแยกแล้วล้างกำจัดสารต่างๆ ได้แก่ สารละลายเบส ซึ่งเป็นไอออนของสารตั้งต้นและสารที่จับอยู่บนผิวหน้าที่มากเกินไปออก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.7 ขั้นตอนในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีการตกตะกอน

2) การแลกเปลี่ยนไอออน คือ การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา โดยวิธีการแลกเปลี่ยนไอออน จะเหมือนกับการดูดซับไอออนิกที่ต่างกัน มีเพียงแค่การแลกเปลี่ยนไอออนที่เกิดขึ้นนอกเหนือจากโปรตอน ไอออนที่มีประจุ เช่น Na^+ จะแลกเปลี่ยนกับไอออนที่มีประจุสูงกว่า เช่น Ni^{2+} และมีสมดุลเกิดขึ้นดังนี้ (K คือค่าคงที่สมดุล)



การแลกเปลี่ยนไอออนจะเกิดขึ้นได้ดี เมื่อไอออนตัวใหม่ที่เข้ามาแทนที่ สามารถจับกับตัวรองรับได้แข็งแรงกว่าไอออนเดิม ส่วนใหญ่เมื่อกล่าวถึงการแลกเปลี่ยนไอออนมักจะหมายถึงการแช่ตัวรองรับลงในสารละลายเกลือของโลหะที่ต้องการแลกเปลี่ยนไอออน แล้วรอจนได้ปริมาณการแลกเปลี่ยนที่ต้องการ ข้อดีของการแลกเปลี่ยนไอออนคือ จะได้กระจายตัวของไอออนโลหะที่เป็นเนื้อเดียว แต่การแลกเปลี่ยนมีข้อจำกัดเนื่องจากต้องใช้เวลา

3) การเอ็บซุ่ม (Impregnation) คือ เทคนิคที่ง่ายและสะดวกที่สุด เพราะเป็นองค์ประกอบที่ว่องไวจับกับตัวรองรับได้โดยตรง จุดประสงค์คือต้องการเติมรูพรุนด้วยสารละลายของเกลือโลหะที่มีความเข้มข้นเพียงพอตามค่าปริมาณโลหะที่ต้องการ สารละลายที่ใช้จะต้องมีปริมาณที่จะเติมรูพรุนได้พอดี เรียกว่าค่า Incipient wetness ขั้นตอนการเตรียมเริ่มจากให้ความร้อนแก่ตัวรองรับหรือนำไปดูดอากาศออกด้วยสูญญากาศเพื่อกำจัดความชื้นในรูพรุน และทำให้การแพร่ของสารละลายเข้าไปในรูพรุนได้ดียิ่งขึ้น จากนั้นหยดสารละลายในปริมาณที่พอดี ที่สามารถเติมรูพรุนและทำให้ผิวหน้าภายนอกของตัวรองรับเปียกพอดีลงไปบนตัวรองรับ ซึ่งปริมาณดังกล่าวสามารถคำนวณได้ก่อนการเตรียม จากปริมาตรของรูพรุนหรือทำการทดสอบก่อน โดยใช้ตัวทำละลายหยดลงบนตัวรองรับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

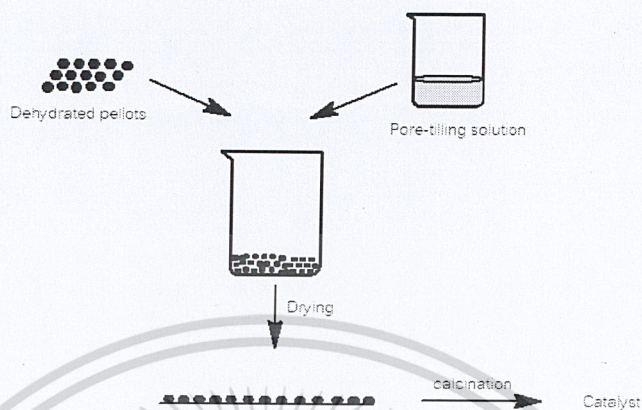
ที่ทราบปริมาณแน่นอนและทำการวัดปริมาตรที่ทำให้ตัวรองรับเปียกพอดี แล้วจึงนำปริมาตรตัวทำละลายที่ได้มาใช้ในการคำนวณความเข้มข้นของสารละลาย

สำหรับการทำให้แห้งจะทำให้เกิดการตกผลึกของเกลือบนผิวหน้าของรูพรุน ขั้นตอนนี้เป็นขั้นตอนที่สำคัญ เพราะอาจทำให้การคาดคะเนความว่องไวของปฏิกิริยาผิดไปได้ เนื่องจากรูพรุนของตัวรองรับมีขนาดต่างกัน ถ้าไม่ระวังอาจจะทำให้เกิดการกระจายตัวของสารในรูพรุนไม่สม่ำเสมอ ถ้าทำให้แห้งช้าเกินไปจะทำให้สารละลายเคลื่อนลงไปอยู่ด้านล่างของรูพรุน เกิดการตกตะกอน ทำให้ผลึกที่ได้ตกอยู่แต่ด้านล่างของรูพรุน ในทางตรงกันข้าม ถ้าแห้งเร็วเกินไปสารละลายจะติดอยู่เฉพาะตอนบนของรูพรุนทำให้ผลึกเกิดเฉพาะช่วงบนของรูพรุน การทำให้แห้งในอัตราเร็วที่พอเหมาะจะทำให้ได้ผลึกในอัตราที่เท่าๆ กัน

การแคลไซน์เพื่อกำจัดสารปนเปื้อนที่ไม่ต้องการในตัวเร่งปฏิกิริยาออกไปเป็นการแคลไซน์เป็นการเปลี่ยนเกลือโลหะให้อยู่ในรูปของโลหะออกไซด์ อุณหภูมิที่ใช้ควรสูงพอเพื่อให้เกิดสภาพการเริ่มต้นของการรวมตัวกันของเม็ดผลึกด้วยความร้อน (Incipient Sintering) แต่ต้องไม่ให้เกิดการรวมตัวของเม็ดผลึกด้วยความร้อนที่มากเกินไป (Excessive Sintering) ถ้าเกิดสภาพนี้แล้วจะลดความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาอันเนื่องมาจากพื้นที่ผิวเป็นตำแหน่งที่ความว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาลดลง และยังเป็นสาเหตุในการจำกัดการแพร่กระจาย (Diffusion Limitation)

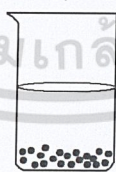
ขั้นตอนสุดท้ายของการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา คือ การเปลี่ยนวัสดุที่เตรียมให้เป็นองค์ประกอบกัมมันต์ วัสดุที่เตรียมได้มักจะมีอยู่ในรูปของออกไซด์ ดังนั้นถ้าสารที่ต้องการคือรูปที่เป็นออกไซด์อาจจะไม่ต้องทำการกระตุ้น แต่ถ้าต้องการในรูปโลหะต้องใช้ปฏิกิริยารีดักชัน และถ้าเป็นรูปซัลไฟด์ต้องใช้ปฏิกิริยาการเติมซัลไฟด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.8 ขั้นตอนในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีเอ็บซุ่ม

4) การดูดซับ คือ การนำเอาวัสดุที่เป็นตัวรองรับมาแช่ในสารละลายเกลือที่มีความเข้มข้นที่เหมาะสมกับการดูดซับ ซึ่งการดูดซับเป็นวิธีที่เหมาะสมเมื่อต้องการปริมาณองค์ประกอบกัมมันต์ต่ำ ผงหรืออนุภาคจะนำมากำจัดและทำให้ชุ่มในสารละลายที่เหมาะสมในเวลาที่พอเหมาะ การจับแบบนี้จะสม่ำเสมอและองค์ประกอบที่ว่องไวจะเข้าไปจับในรูพรุนอย่างทั่วถึงระหว่างการทำให้ชุ่ม



รูปที่ 2.9 ขั้นตอนในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีดูดซับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6.1.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแบบอื่นๆ

Raney metal ตัวเร่งปฏิกิริยาอีกรูปแบบหนึ่ง คือ โลหะที่มีความว่องไวและมีรูพรุน (Active porous metal) ซึ่งเรียกว่า Raney metal โลหะที่ใช้เตรียมโดยวิธีนี้ เช่น นิกเกิล โคบอลต์ ทองแดง และเหล็ก สามารถเกิดเป็นอัลลอยด์กับอะลูมิเนียมได้ และส่วนที่เป็นอะลูมิเนียมสามารถล้างออกได้โดยการใช้สารละลายที่มีความสามารถในการกัดกร่อน (Caustic) ทำให้เหลือแต่ส่วนที่เป็นโลหะที่มีความรูพรุนและมีพื้นที่ผิวสัมผัสสูง

2.7 การเอ็บซุ่ม [15]

การเอ็บซุ่มเป็นเทคนิคหนึ่งในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการสัมผัสกันของของแข็งและของเหลวที่มีสารที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อให้ไปเกาะบนพื้นที่ผิวของตัวรองรับ วิธีการสามารถแบ่งได้ 2 วิธีใหญ่ๆ คือ

1) การเอ็บซุ่มแบบแห้ง (Dry-Impregnation) เป็นวิธีที่สะดวกที่สุดในการเตรียมในห้องปฏิบัติการ เพราะต้องเตรียมสารละลายของเกลือโลหะให้มีปริมาณพอดีที่จะเกาะบนตัวรองรับ จะทำการหยดสารละลายจนเต็มรูพรุนของตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาจนพอดี โดยจะเกิดกระบวนการ 3 ขั้นตอน คือ เกิดการถ่ายเทของตัวถูกละลายเข้าสู่พื้นผิวภายในของตัวรองรับ เกิดการแพร่ของตัวถูกละลายเข้าสู่รูพรุนของตัวรองรับ และตัวทำละลายถูกดูดซึมอยู่ที่บริเวณผิวหนึ่งของรูพรุน

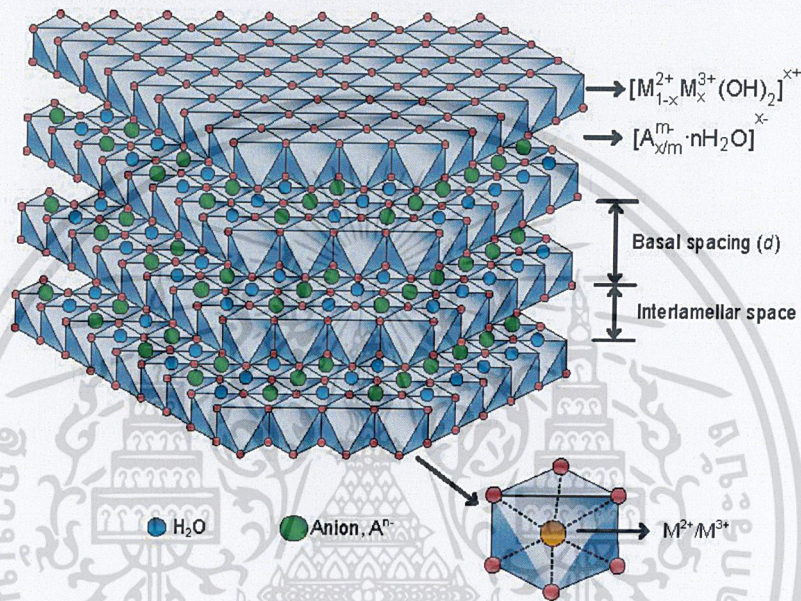
2) การเอ็บซุ่มแบบเปียก (Wet-Impregnation) จะทำการจุ่มตัวรองรับลงในสารละลายที่มีโลหะที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยจะเกิดกระบวนการ 4 ขั้นตอน คือ เกิดการถ่ายเทตัวถูกละลายที่บริเวณพื้นผิวภายนอกของตัวรองรับ เกิดการถ่ายเทตัวถูกละลายเข้าสู่พื้นผิวภายในของตัวรองรับ เกิดการแพร่ของตัวถูกละลายเข้าสู่รูพรุนของตัวรองรับ และ ตัวทำละลายถูกดูดซึมอยู่ที่บริเวณผนังของรูพรุน

2.8 เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (Layered Double hydroxide, LDH) [16]

เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์หรือสารประกอบแบบไฮโดรทัลไซต์ (hydrotalcite-like compounds) เป็นวัสดุสังเคราะห์ที่มีโครงสร้างแบบชั้น (Layered structure) ที่มีลักษณะเป็นผลึกจัดเรียงตัวซ้อนกันด้วยชั้นของโลหะไฮดรอกไซด์ที่มีประจุบวกจัดเรียงตัวซ้อนกัน โดยมีไอออนประจุลบและโมเลกุลน้ำอยู่ในช่องว่างระหว่างชั้นเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ และมีสูตรทางเคมี คือ $[M(II)_{1-x}M(III)_x(OH)_2]^{x+}[A_{x/n}^{n-}]^{x-} \cdot mH_2O$ โดย M(II) และ M(III) แทนไอออนที่มีประจุ 2+ และ 3+ ตามลำดับ A^{n-} คือไอออนลบที่อยู่ระหว่างชั้น (Interlayer anion) เมื่อมีการแทนที่ด้วยไอออนของโลหะประจุ 2+ ด้วยไอออนของโลหะประจุ 3+ จะทำให้ประจุโดยรวมของชั้นไฮดรอกไซด์เกิดประจุบวกที่บริเวณพื้นผิวของ layer จึงต้องมีการทำให้เป็น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กลางโดยการคูลประจุบวกด้วยไอออนประจุลบ (anionic ion) และโมเลกุลของน้ำซึ่งอยู่ระหว่างชั้นโลหะไฮดรอกไซด์จะเรียกชั้นนี้ว่า ระยะห่างระหว่างชั้น (Interlayer spacing) ซึ่งสามารถแลกเปลี่ยนประจุลบระหว่างสารอนินทรีย์และสารอินทรีย์อื่นๆ แต่ประสิทธิภาพในการดูดซับจะได้รับผลกระทบ โดยเฉพาะคุณสมบัติของประจุที่พื้นผิว และพื้นที่ในระหว่างชั้น ดังแสดงในรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 โครงสร้าง Layered double hydroxides

ปัจจุบันมีการนำ Layered double hydroxides มาประยุกต์ใช้งานในด้านต่างๆ อย่างกว้างขวาง จากลักษณะสมบัติเด่นของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ง่าย ราคาถูก องค์ประกอบทางเคมีมีความยืดหยุ่น โครงสร้างสามารถปรับแต่งได้ สามารถสอดแทรกไอออนโมเลกุลที่ต้องการเข้าไปปรับปรุงสมบัติของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์โดยไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างได้ มีความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนได้ดี และสามารถกลับสู่โครงสร้างเดิมได้

งานวิจัยนี้ ได้มีการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาขึ้นเป็นเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ของแมกนีเซียม-แคลเซียม-อะลูมิเนียม (MgCaAl-LDH) ซึ่งจะมีโครงสร้างหลักเป็นไฮดรอกไซด์ชั้นคู่สมระหว่างโลหะไฮดรอกไซด์ที่มีประจุบวกกับประจุลบที่พื้นผิวและในระหว่างชั้นจะมีคาร์บอเนตไอออนกับน้ำ ซึ่งโลหะผสมเหล่านี้จะสามารถถูกแทนที่ได้โดยง่ายโดยประจุลบอื่นๆ แต่อุณหภูมิจะมีขนาด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่เล็ก และสามารถแพร่กระจายได้ง่ายในน้ำ ทำให้ประสิทธิภาพในการเข้าร่วมปฏิกิริยาของประจุลบอื่นๆเพิ่มมากขึ้น จึงทำให้ได้รับความสนใจ เนื่องจากโครงสร้างที่เป็นเอกลักษณ์ และมีความสามารถในการแลกเปลี่ยนประจุไอออน

2.9 ธาตุหมู่ IA [17]

ธาตุหมู่ IA เรียกว่า โลหะแอลคาไล (alkali metals) มี 6 ธาตุ คือ ลิเทียม (Li) โซเดียม (Na) โพแทสเซียม (K) รูบิเดียม (Rb) ซีเซียม (Cs) และแฟรนเซียม (Fr)

2.9.1 สมบัติที่สำคัญของธาตุหมู่ IA มีดังนี้

1. ธาตุหมู่ IA ทุกชนิดเป็นของแข็งเนื้ออ่อน สามารถใช้มีดตัดได้ นำความร้อนและไฟฟ้าได้ดี
2. ธาตุหมู่ IA ทุกชนิดเป็นโลหะและมีความเป็นโลหะมากที่สุด เมื่อเปรียบเทียบกับธาตุอื่นๆ ในคาบเดียวกัน
3. มีความหนาแน่นต่ำ (Li, Na และ K มีความหนาแน่นน้อยกว่าน้ำ)
4. มีขนาดอะตอมใหญ่ที่สุดเมื่อเทียบกับธาตุอื่นๆ ในคาบเดียวกัน
5. มีค่าพลังงานไอออนไนเซชันลำดับที่ 1 (IE_1) และค่าอิเล็กโทรเนกาติวิตี (EN) ต่ำ และเมื่อเปรียบเทียบกับธาตุอื่นๆ ในคาบเดียวกันจะมีค่าต่ำสุด แสดงว่าเสียอิเล็กตรอนได้ง่ายที่สุด
6. เป็นโลหะที่เสียอิเล็กตรอนได้ง่ายที่สุด เมื่อเทียบกับธาตุอื่นในคาบเดียวกัน (ตัวรีดิวซ์ที่ดีที่สุด)
7. ธาตุหมู่ IA เมื่อรวมตัวกับโลหะได้สารประกอบไอออนิก และใน สารประกอบไอออนิกธาตุหมู่ IA มีเลขออกซิเดชันเท่ากับ +1 เพราะให้ 1 อิเล็กตรอนแก่โลหะ
8. ธาตุหมู่ IA เป็นโลหะที่ว่องไวในการเกิดปฏิกิริยามาก เช่น ธาตุหมู่ IA สามารถทำปฏิกิริยากับน้ำและอโลหะหลายชนิด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.4 แสดงคุณสมบัติบางประการของโลหะหมู่ IA

สมบัติ	ธาตุหมู่ 1A โลหะอัลคาไล (alkali metals)				
	Li	Na	K	Rb	Cs
เลขเชิงอะตอม	3	11	19	37	55
การจัดเรียงอิเล็กตรอน	2 1 [He] 2s ¹	2 8 1 [Ne] 3s ¹	2 8 8 1 [Ar] 4s ¹	2 8 18 8 1 [Kr] 5s ¹	2 8 18 18 8 1 [Xe] 6s ¹
มวลอะตอม	6.941	22.990	39.098	85.468	132.905
รัศมีอะตอม (pm)	152	186	227	248	265
IE1 (kJ/mol)	526	502	425	409	382
อิเล็กโทรเนกาติวิตี	0.98	0.92	0.82	0.82	0.79
อิเล็กตรอนแอฟฟินิตี (kJ/mol)	57	21	-	-	-
จุดหลอมเหลว (°C)	180	98	64	39	29
จุดเดือด(°C)	1330	892	760	688	690
ความหนาแน่น (g/cm ³)	0.53	0.97	0.86	1.53	1.87

2.9.2 สารประกอบของธาตุหมู่ IA

ธาตุหมู่ IA มีความว่องไวในการทำปฏิกิริยาจึงไม่พบในรูปของธาตุอิสระแต่จะพบในรูปของสารประกอบต่าง ๆ มากมาย เช่น

สมบัติบางประการของสารประกอบหมู่ IA มีดังนี้

1. สารประกอบของธาตุหมู่ IA ละลายน้ำได้ดี
2. มีจุดเดือดและจุดหลอมเหลวสูง เนื่องจากมีพันธะไอออนิก
3. เมื่อหลอมเหลวหรือละลายน้ำแล้วจะเป็นสารละลายที่นำไฟฟ้าได้
4. สารประกอบของธาตุหมู่ IA เมื่อละลายน้ำเป็นสารละลายที่มีสมบัติเป็นกลาง ส่วนประกอบออกไซด์ ซัลไฟด์ และไฮดรเจนของธาตุหมู่ IA เมื่อละลายน้ำมีสมบัติเป็นเบส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.9.3 ประโยชน์ของธาตุหมู่ IA

Na และ K ใช้ถ่ายเทความร้อนจากเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู เพราะนำความร้อนและนำไฟฟ้าได้ดีรวมทั้งราคาไม่แพง

Cs ใช้ทำโฟโตเซลล์สำหรับเปลี่ยนสัญญาณแสงเป็นสัญญาณไฟฟ้า

2.10 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

David G.Cantrell และคณะ [18] ในปี ค.ศ. 2005 ได้สังเคราะห์สารประกอบไฮโดรทัลไซต์ที่มีสูตรทั่วไปคือ $[Mg_{(1-x)}Al_x(OH)_2]^{x+} (CO_3)_{x/n}^{2-}$ ที่มีค่า x อยู่ในช่วง 0.25 ถึง 0.55 ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) โดยได้มีการนำตัวเร่งปฏิกิริยาไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (X-Ray Diffraction, XRD) เพื่อหาค่าประกอบและโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งแสดงเฉพาะลักษณะของไฮโดรทัลไซต์ที่มีระยะห่างระหว่างมากขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณของแมกนีเซียม ส่วนการวัดด้วยเครื่องสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์ (X-ray photoelectron spectroscopy, XPS) แสดงให้เห็นถึงการลดลงของพลังงานในการจับภาพทั้งอะลูมิเนียมและแมกนีเซียมที่เกิดจากการรวมตัวกันของแมกนีเซียม ซึ่งแสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยามีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของ Glycerol tributyrate กับเมทานอลในการผลิตไบโอดีเซล โดยสารประกอบไฮโดรทัลไซต์ที่มีปริมาณแมกนีเซียมสูงจะให้ค่า conversion ของ Glycerol tributyrate สูงขึ้นด้วย

Wenlei Xie และคณะ [19] ในปี ค.ศ. 2006 ได้ทำการศึกษาผลของอัตราส่วน Mg/Al ต่อการสังเคราะห์ไบโอดีเซล โดยสังเคราะห์ไฮโดรทัลไซต์ ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมระหว่าง $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ กับ $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ที่อัตราส่วนโมลของโลหะของ Mg/Al เท่ากับ 2:1, 2.5:1, 3:1, 3.5:1 และ 4:1 เพื่อหาอัตราส่วนโดยโมลของโลหะของ Mg/Al ที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันถั่วเหลืองกับเมทานอลได้ผลิตภัณฑ์เป็นเมทิลเอสเทอร์ จากงานวิจัยพบว่าไฮโดรไฮโดรทัลไซต์ที่มีอัตราส่วนโดยโมลของโลหะ Mg/Al ที่ 3:1 และเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ให้ค่า conversion สูงที่สุดเป็น 67 เปอร์เซ็นต์ เมื่อใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างน้ำมันถั่วเหลืองกับเมทานอลที่ 15:1 เวลาในการทำปฏิกิริยา 9 ชั่วโมง และน้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 7.5 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักน้ำมัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Mônica C.G.Albuquerque และคณะ [20] ในปี ค.ศ. 2008 ได้ทำการศึกษาออกไซด์ผสมของ MgAl และ MgCa เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ในปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน จากการทดลองพบว่า MgCa มีประสิทธิภาพที่ดีกว่า MgAl ในปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของ Ethyl butyrate กับ เมทานอล ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสและความดันบรรยากาศ โดยพบว่าที่อัตราส่วนโดยโมลของ Mg/Ca ที่ 3.8 อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 333 เคลวิน ความเร็วการปั่นกวน 1250 rpm ปริมาณตัวเร่ง 62 มิลลิกรัม อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อ ethyl butyrate เป็น 4:1 และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 1 ชั่วโมง ให้ค่า conversion 45 เปอร์เซ็นต์ จากนั้นทำการศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันในการสังเคราะห์ไบโอดีเซลจากน้ำมันดอกทานตะวัน และเมทานอล โดยให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน (FAME) สูงถึง 92 เปอร์เซ็นต์ ภายใต้เงื่อนไข ความเร็วการปั่นกวนที่ 1250 rpm อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมันเป็น 12:1 ที่อุณหภูมิ 333 เคลวิน ปริมาณตัวเร่ง 2.5 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง

Yung Wang และคณะ [9] ในปี ค.ศ. 2009 ได้ทำการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาอนุพันธ์นาโน KF/CaO-MgO ที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วม และพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค TEM, XRD, N₂-Adsorption และ Raman spectroscopy จากการทดลองพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยามีขนาดรูพรุนเฉลี่ยที่ 35 นาโนเมตร ในการเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยา CaO และ KF/CaO ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้แสดงความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาสูง ยับยั้งการเกิดปฏิกิริยาสปอนนิฟิเคชัน และทนต่อความเป็นกรดได้ดี และให้ค่า conversion ที่มากกว่า 95 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งได้จากการเตรียมในสภาวะที่ดีที่สุด

Eugena Li และคณะ [21] ในปี ค.ศ.2009 ได้ทำการสังเคราะห์ไบโอดีเซลจากน้ำมันข้าวโพดและเอทานอล ด้วยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาออกไซด์ผสมที่เตรียมได้จาก Mg-Co-Al-La layered double hydroxide ด้วยวิธีการการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) และทำการศึกษาอัตราส่วนโดยโมลของโลหะ Mg:Co:Al:La เพื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ไบโอดีเซล เมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 5 ชั่วโมงใน batch reactor ที่อุณหภูมิ 473 เคลวิน จากการทดลองพบว่าเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Mg₂CoAl อุณหภูมิ อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมัน ขนาดรูพรุน และความเสถียรของตัวเร่งปฏิกิริยา มีผลกระทบต่อ yield ของไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันข้าวโพด ตัวเร่งปฏิกิริยา Mg₂CoAl แสดงให้เห็นถึงความเสถียรและสามารถนำตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาใช้ซ้ำได้ถึง 7 รอบ จลนพลศาสตร์การเปลี่ยนแปลงสภาพของน้ำมันข้าวโพดในปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันที่เร่งโดย Mg₂CoAl เป็นปฏิกิริยาอันดับหนึ่ง (first-order reaction)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จักรพงษ์ ไชยบุรี [22] ในปี ค.ศ. 2012 ได้ศึกษาผลของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ 2 ชนิด คือ KF/Ca-Al และ KF/Sr-Al สำหรับผลิตไบโอดีเซลผ่านปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของเมทานอล และน้ำมันปาล์มบริสุทธิ์ ซึ่งมีเตตระไฮโดรฟูแรน (THF) เป็นตัวทำละลายร่วม ผลจากการทดลองพบว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด KF/Ca-Al ที่มีเตตระไฮโดรฟูแรนเป็นตัวทำละลายร่วม (THF) จะให้ผลผลิตไบโอดีเซลซึ่งอยู่ในรูปของเมทิลเอสเทอร์สูงถึง 95.54% โดยควบคุมอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 65 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 10% โดยน้ำหนัก ที่อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มบริสุทธิ์เท่ากับ 12 : 1

Tian Zhiming และคณะ [23] ในปี ค.ศ. 2013 ได้ทำการศึกษาผลกระทบของสภาวะในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาและสภาวะในการผลิตเมทิลเอสเทอร์จากทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันถั่วเหลืองและเมทานอล โดยใช้ KF/hydrocalcite เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเอ็บซุ่ม และมีการพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค XRD, TG-DTA and SEM ผลของการศึกษาพบว่า ภายใต้สภาวะการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมของการโหลด KF เป็น 80 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก เผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาปริมาณ 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก อัตราส่วนของเมทานอลต่อน้ำมันถั่วเหลืองเป็น 12:1 และเวลาที่ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมงในรีฟลักซ์ ซึ่งให้ผลผลิตที่เป็นไบโอดีเซลถึง 90.4 เปอร์เซ็นต์ และผลของการพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาแสดงให้เห็นถึงการที่ตัวเร่งปฏิกิริยาส่งผลให้อัตราเร็วของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น เพราะเกิดการฟอร์มตัวใหม่ของเฟสผลึกของ $KMgF_3$ และ K_3AlF_6 โดยเกิดอันตรกิริยาระหว่าง KF และ hydrocalcite ที่เผาที่อุณหภูมิสูง

Is Fatimah และคณะ [24] ในปี ค.ศ. 2017 ได้ทำการปรับปรุงแร่ Halloysite จากธรรมชาติ ด้วย KF เพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในการสังเคราะห์ไบโอดีเซลด้วยไมโครเวฟ ตัวเร่งปฏิกิริยาถูกเตรียมด้วยวิธี Solid reaction และพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD, SEM, FTIR, BET Surface area และ Potentiometric titration เพื่อหาความเป็นเบส โดยทำการศึกษาผลของปริมาณ KF (5%-30%) ที่มีต่อ yield ของไบโอดีเซล จากผลการทดลองพบว่า เมื่อเพิ่มปริมาณ KF จะส่งผลให้ yield ของไบโอดีเซลเพิ่มขึ้น เมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที อัตราส่วนของเมทานอลต่อน้ำมัน 8:1 และอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อน้ำมัน 1:30

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมี

- 1) น้ำมันปาล์มหยก บริษัท ล้าสูง (ประเทศไทย) จำกัด (มหาชน)
- 2) เมทานอล (Methanol, CH_3OH) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Carlo Erba
- 3) แมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต (Magnesium Nitrate 6-hydrate, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Panreac
- 4) แคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต (Calcium Nitrate 4-hydrate, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Carlo Erba
- 5) อะลูมิเนียมไนเตรตโนนไฮเดรต (Aluminium Nitrate 9-hydrate, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Panreac
- 6) โพแทสเซียมฟลูออไรด์ (Potassium fluoride, KF) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Carlo Erba
- 7) โพแทสเซียมคาร์บอเนต (Potassium carbonate, K_2CO_3) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Carlo Erba
- 8) โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Lab Scan
- 9) กรดไฮโดรคลอริก (HCl) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Lab Scan
- 10) แอนไฮดรัสโซเดียมซัลเฟต (Anhydrous Na_2SO_4) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Carlo Erba
- 11) น้ำกลั่น
- 12) น้ำมันพาราฟิน (Paraffin oil) เกรดการค้า จากบริษัท S.R. Lab
- 13) อะซิโตน (Acetone) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Lab Scan

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (X-Ray Diffraction Spectrophotometer, XRD) ยี่ห้อ Siemens รุ่น D8 Advance
2. เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (X-Ray Fluorescence Spectrophotometer, XRF) ยี่ห้อ Phillips รุ่น PW2004
3. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)
4. เครื่องวิเคราะห์พื้นผิวและขนาดของรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยาตามวิธีของ BET รุ่น Autosorb-1
5. เครื่องหมุนเหวี่ยง (Centrifuge)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH

ในการทดลองนี้จะทำการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ซึ่งวิธีที่ใช้ในการเตรียมคือ การตกตะกอนร่วม โดยจะศึกษาอัตราส่วนโดยโมลของโลหะต่างๆ ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนโดยโมลของโลหะในเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์

ชนิดของ LDH	ประจุของโลหะ	เกลือของโลหะที่ใช้	อัตราส่วนโดยโมล
	ไอออน	เตรียม LDH	
MgCa-Al (MgCa/Al=3:1)	Mg ²⁺	Mg(NO ₃) ₂ •6H ₂ O	Mg:Ca=0.5:1
	Ca ²⁺	Ca(NO ₃) ₂ •4H ₂ O	Mg:Ca=1:1
	Al ³⁺	Al(NO ₃) ₃ •9H ₂ O	Mg:Ca=2:1

3.3.1.1 วิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วน Mg/Ca = 0.5:1

- 1) เตรียม Mg(NO₃)₂•6H₂O ความเข้มข้น 0.25 โมลาร์ โดยชั่ง Mg(NO₃)₂•6H₂O 1.6026 กรัม ลงในน้ำกลั่น 25 มิลลิลิตร คนให้ละลาย
- 2) เตรียม Ca(NO₃)₂•4H₂O ความเข้มข้น 0.5 โมลาร์ โดยชั่ง Ca(NO₃)₂•4H₂O 2.9519 กรัม ลงในน้ำกลั่น 25 มิลลิลิตร คนให้ละลาย
- 3) เตรียม Al(NO₃)₃•9H₂O ความเข้มข้น 0.25 โมลาร์ โดยชั่ง Al(NO₃)₃•9H₂O 4.6891 กรัมลงในน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร คนให้ละลาย
- 4) นำ Mg(NO₃)₂•6H₂O ผสมกับ Ca(NO₃)₂•4H₂O และ Al(NO₃)₃•9H₂O ในบีกเกอร์ ขนาด 250 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน
- 5) เตรียม NaOH ความเข้มข้น 2 โมลาร์ บรรจุลงในบิวเรต
- 6) ค่อยๆ ทำการไซสารละลายในข้อ 5 จากบิวเรตลงในสารละลายผสมในข้อ 4 พร้อมทำการปั่นกวนที่อุณหภูมิห้องและทำการควบคุม pH ให้มีค่าเท่ากับ 11 (รูปที่ 3.1)
- 7) บรรจุสารผสมจากข้อ 6 เข้าเครื่อง Parr reactor ทำการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส อัตราการปั่นกวน 300 rpm เป็นเวลา 10 ชั่วโมง (รูปที่ 3.2)
- 8) เมื่อครบเวลาที่กำหนดแล้ว นำสารที่ได้ไปปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่อง Centrifuge ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นจน pH เป็นกลาง
- 9) นำตะกอนไปอบ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 10) เผา (แคลไซต์) ตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง
- 11) เมื่อครบเวลาแล้ว นำตัวเร่งปฏิกิริยาไปเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์

3.3.1.2 วิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วน Mg/Ca = 1:1

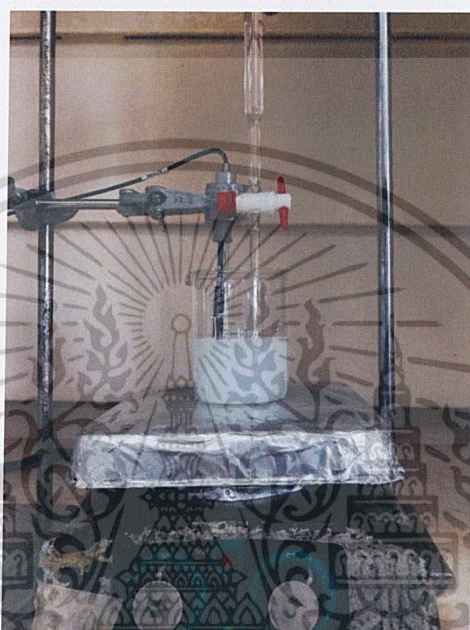
- 1) เตรียม $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ความเข้มข้น 0.375 โมลาร์ โดยชั่ง $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ 2.403 กรัม ลงในน้ำกลั่น 25 มิลลิลิตร คนให้ละลาย
- 2) เตรียม $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ ความเข้มข้น 0.375 โมลาร์ โดยชั่ง $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ 2.213 กรัม ลงในน้ำกลั่น 25 มิลลิลิตร คนให้ละลาย
- 3) เตรียม $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ความเข้มข้น 0.25 โมลาร์ โดยชั่ง $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 4.6891 กรัม ลงในน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร คนให้ละลาย
- 4) นำ $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ผสมกับ $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ และ $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน
- 5) เตรียม NaOH ความเข้มข้น 2 โมลาร์ บรรจุลงในบิวเรต
- 6) ค่อยๆ ทำการไซสารละลายในข้อ 5 จากบิวเรตลงในสารละลายผสมในข้อ 4 พร้อมทั้งบันทึกอุณหภูมิห้องและทำการควบคุม pH ให้มีค่าเท่ากับ 11
- 7) ทำการทดสอบเช่นเดียวกับข้อ 7-11 ในวิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วน Mg/Ca = 0.5:1

3.3.1.3 วิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วน Mg/Ca = 2:1

- 1) เตรียม $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ความเข้มข้น 0.5 โมลาร์ โดยชั่ง $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ 3.2015 กรัม ลงในน้ำกลั่น 25 มิลลิลิตร คนให้ละลาย
- 2) เตรียม $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ ความเข้มข้น 0.25 โมลาร์ โดยชั่ง $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ 1.4759 กรัม ลงในน้ำกลั่น 25 มิลลิลิตร คนให้ละลาย
- 3) เตรียม $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ความเข้มข้น 0.25 โมลาร์ โดยชั่ง $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 4.6891 กรัม ลงในน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร คนให้ละลาย
- 4) นำ $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ผสมกับ $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ และ $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน
- 5) เตรียม NaOH ความเข้มข้น 2 โมลาร์ บรรจุลงในบิวเรต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 6) ค่อยๆ ทำการไขสารละลายในข้อ 5 จากบิวเรตลงในสารละลายผสมในข้อ 4 พร้อมทำการปั่นกวนที่อุณหภูมิห้องและทำการควบคุม pH ให้มีค่าเท่ากับ 11
- 7) ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 7-11 ในวิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วน Mg/Ca = 0.5:1



รูปที่ 3.1 แสดงการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม



รูปที่ 3.2 แสดงเครื่อง Parr Reactor

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมบน MgCaAl-LDH

ตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วนโดยโมลของโลหะที่ให้ร้อยละเมทัลเอสเทอร์สูงสุด จะถูกนำมาปรับปรุงด้วย เกลือโพแทสเซียมได้แก่ KF และ K_2CO_3 ด้วยวิธีการทำให้เอ็บซุ่ม โดยวิธีการเตรียมมีดังนี้

- 1) เตรียมสารละลายเกลือโพแทสเซียมเข้มข้นร้อยละ 10 20 และ 30 โดยน้ำหนัก ทำการละลายเกลือโพแทสเซียมตามน้ำหนักที่ชั่งในตารางที่ 3.2 ด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 10 มิลลิลิตร แล้วนำสารละลายที่ได้บรรจุใส่ในขวดสเปรย์
- 2) ชั่ง MgCaAl-LDH จำนวน 3 กรัม ใส่บนกระดาษนาฬิกา จากนั้นพ่นสารละลายเกลือโพแทสเซียมที่เตรียมไว้ลงบนกระดาษนาฬิกา
- 3) นำตัวเร่งปฏิกิริยาไปอบที่ 140 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
- 4) เผา (แคลไซน์) ตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงเมื่อครบเวลาแล้ว นำตัวเร่งปฏิกิริยาไปเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์

ตารางที่ 3.2 ปริมาณเกลือโพแทสเซียมชนิดต่าง ๆ สำหรับใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

ชนิดของเกลือโพแทสเซียม	น้ำหนักรที่ใช้ในการเตรียม (g)		
	10%	20%	30%
KF	0.4462	0.8923	1.3385
K_2CO_3	0.3769	0.7538	1.1308

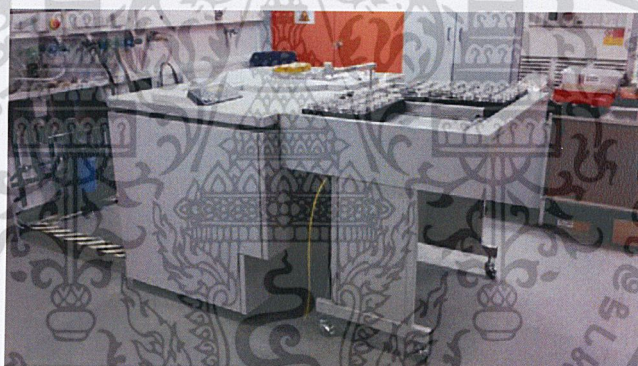
3.3.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยาเกลือโพแทสเซียมบน MgCaAl-LDH ที่สังเคราะห์ได้ จะถูกนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบและลักษณะของความเป็นผลึก โดยใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (X-Ray Diffraction, XRD) วิเคราะห์หาปริมาณโพแทสเซียมบนตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ (X-Ray Fluorescence, XRF) วิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวตามวิธีของ BET (Surface Area Analyzer and Porosity Analyzer) และ ตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

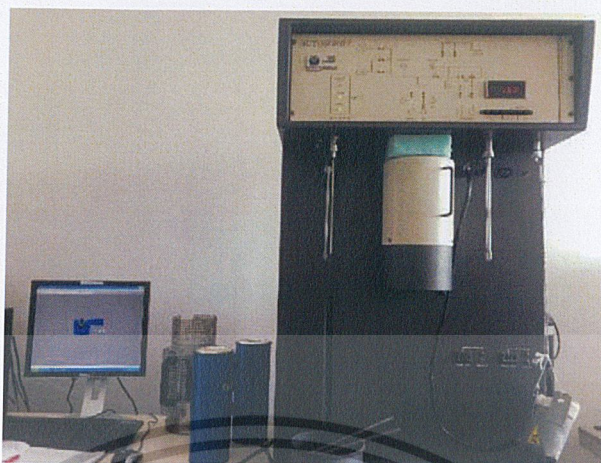


รูปที่ 3.3 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (X-Ray Diffraction, XRD)



รูปที่ 3.4 เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ (X-Ray Fluorescence, XRF)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.5 เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวด้วยเทคนิคพีอีที



รูปที่ 3.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.4 การสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์

ในการทดลองนี้ จะทำการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์ โดยศึกษาอิทธิพลของตัวแปรต่างๆ ที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ เมื่อใช้เกลือโพแทสเซียมบนเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ ได้แก่ อัตราส่วนโดยโมลของโลหะของ MgCaAl-LDH ร้อยละของเกลือโพแทสเซียม อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

- 1) นำน้ำมันปาล์ม 100 กรัม เมทานอล และตัวเร่งปฏิกิริยาตามปริมาณที่แสดงในตารางที่ 3.3 ใส่ลงในถังปฏิกรณ์จากนั้นประกอบเข้าเครื่อง Parr reactor ทำการอัดแก๊สไนโตรเจน 10 บาร์ จากนั้นให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส และปั่นกวนด้วยความเร็วรอบ 300 rpm
- 2) เมื่อครบเวลาของปฏิกิริยาแล้ว ทำการกรองแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกด้วยเครื่องกรองแบบลดความดัน จากนั้นเทของผสมที่กรองได้ใส่กรวยแยกแล้วตั้งทิ้งไว้เพื่อให้เกิดการแยกชั้นโดยชั้นบนจะเป็นชั้นอินทรีย์ ซึ่งเป็นเมทิลเอสเทอร์มีลักษณะเป็นของเหลวสีเหลืองใส คล้ายน้ำมัน ส่วนชั้นล่างเป็นชั้นของกลีเซอรอลมีลักษณะเป็นของเหลวหนืดสีน้ำตาล ดังที่รูป 3.7



รูปที่ 3.7 แสดงการแยกชั้นของเมทิลเอสเทอร์และกลีเซอรอลในกรวยแยก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3) โขแยกชั้นกลีเซอรอลออกไป แล้วล้างชั้นเมทิลเอสเทอร์ด้วยน้ำกลั่นจนได้ชั้นเมทิลเอสเทอร์ที่มีลักษณะขุ่นเล็กน้อยและมีสภาพเป็นกลาง โดยทำการทดสอบด้วยกระดาษยูนิเวอร์แซลอินดิเคเตอร์
- 4) ดูดน้ำที่ปะปนกับเมทิลเอสเทอร์โดยใช้แอนไฮดรัสโซเดียมซัลเฟต จะได้เมทิลเอสเทอร์ที่มีลักษณะใส จากนั้นทำการกรองเมทิลเอสเทอร์ออกด้วยเครื่องกรองแบบลดความดัน
- 5) นำเมทิลเอสเทอร์ที่ได้ไปคำนวณหาร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ ดังสมการ

$$\text{ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์} = \frac{\text{น้ำหนักของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้}}{\text{น้ำหนักของน้ำมันปาล์ม}} \times 100$$

ในการทดลองตามตารางที่ 3.3 จะเป็นการนำตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ไปทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน เพื่อคัดเลือกตัวเร่งปฏิกิริยาที่ให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงสุดมาทำการปรับปรุงด้วยเกลือโพแทสเซียมและศึกษาอิทธิพลของตัวแปรอื่นๆ ต่อไปดังแสดงในตารางที่ 3.4-3.7

ตารางที่ 3.3 ตัวแปรในการศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลของโลหะแมกนีเซียมต่อแคลเซียม (Mg/Ca) ของตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่มีต่อการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยโมลของ Mg/Ca (MgCa/Al = 3:1)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)
MgCaAl	0.5:1	6:1	3	2
	1:1	6:1	3	2
	2:1	6:1	3	2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.4 ตัวแปรในการศึกษาผลของชนิดและปริมาณเกลือโพแทสเซียมในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์

อัตราส่วนโดยโมลของ Mg/Ca (MgCa/Al = 3:1)	ชนิดเกลือโพแทสเซียม	ปริมาณโพแทสเซียมบนตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)
เลือกอัตราส่วนโดยโมลของ Mg/Ca ที่ให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตารางที่ 3.2	KF/ MgCaAl-LDH	10	6:1	3	2
		20			
		30			
	K ₂ CO ₃ / MgCaAl-LDH	เลือกปริมาณโพแทสเซียมบนตัวเร่งปฏิกิริยาที่ให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์สูงสุด	6:1	3	2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.5 ตัวแปรในการศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันที่มีต่อการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์

อัตราส่วนโดยโมลของ Mg/Ca (MgCa/Al = 3:1)	ชนิดของเกลือโพแทสเซียม	ปริมาณโพแทสเซียมบนตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)
เลือกอัตราส่วนโดยโมลของ Mg/Ca ที่ให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตารางที่ 3.3	เลือกชนิดของเกลือโพแทสเซียมที่ให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตาราง 3.4	เลือกปริมาณของเกลือโพแทสเซียมที่ให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตาราง 3.4	6:1	3	2
			8:1	3	2
			10:1	3	2
			12:1	3	2

ตารางที่ 3.6 ตัวแปรในการศึกษาผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์

อัตราส่วนโดยโมลของ Mg/Ca (MgCa/Al = 3:1)	ชนิดของเกลือโพแทสเซียม	ปริมาณโพแทสเซียมบนตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)
เลือกอัตราส่วนโดยโมลของ Mg/Ca ที่ให้ร้อยละเมทิล-เอสเทอร์สูงสุดจากตารางที่ 3.3	เลือกชนิดของเกลือโพแทสเซียมที่ให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตาราง 3.4	เลือกปริมาณของเกลือโพแทสเซียมที่ให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตาราง 3.4	เลือกอัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมันสูงสุดจากตาราง 3.5	1	2
				3	2
				5	2
				7	2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.7 ตัวแปรในการศึกษาผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

อัตราส่วนโดย โมลของ Mg/Ca (MgCa/Al = 3:1)	ชนิดของ เกลือ โพแทสเซียม	ปริมาณ โพแทสเซียม บนตัวเร่ง ปฏิกิริยา (wt.%)	อัตราส่วน โดยโมล เมทานอล ต่อน้ำมัน	ปริมาณ ตัวเร่ง ปฏิกิริยา (wt.%)	เวลา ในการทำ ปฏิกิริยา (ชั่วโมง)
เลือกอัตราส่วน โดยโมลของ Mg/Ca ที่ให้ร้อยละ เมทิลเอส เทอร์สูงสุด จากตารางที่ 3.3	เลือกชนิด ของเกลือ	เลือกปริมาณ ของเกลือ	เลือก	เลือกปริมาณ	1
	โพแทสเซียม	โพแทสเซียม	อัตราส่วนโดย	ตัวเร่ง	2
	ที่ให้ร้อยละ เมทิลเอส เทอร์	ที่ให้ร้อยละ เมทิลเอสเทอร์	โมลที่ให้ร้อยละ ละเมทิลเอส เทอร์สูงสุด	ปฏิกิริยา ที่ให้ร้อยละ เมทิลเอสเทอร์	3
	สูงสุดจาก ตาราง 3.4	สูงสุดจาก ตาราง 3.4	จากตาราง 3.5	สูงสุดจาก ตาราง 3.6	4

3.3.5 การทดสอบสมบัติทางเชื้อเพลิงและโครงสร้างทางเคมีของเมทิลเอสเทอร์

- 1) เลขไอโอดีน (Iodine value)
- 2) ความเป็นกรด (Acid value)
- 3) ศึกษาโครงสร้างทางเคมีของเมทิลเอสเทอร์

3.3.5.1 เลขไอโอดีน (Iodine value)

การเตรียมสารละลายฮาร์สไอโอดีน

ละลายไอโอดีน 13.2 กรัม ในกรดอะซิติกกลั่น 1 ลิตร นำไปอุ่นให้ร้อนเพื่อช่วยให้ไอโอดีนละลายดีขึ้น เก็บสารละลายที่ได้ไว้ในขวดสีชาที่มีฝาปิดแน่น

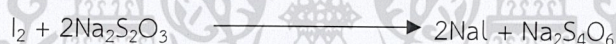
วิธีทำ

- 1) นำขวดรูปกรวย (ล้างภายในด้วยคลอโรฟอร์ม) วางบนเครื่องชั่งปรับน้ำหนักให้เป็นศูนย์ จากนั้นเติมเมทิลเอสเทอร์ประมาณ 0.3-1 กรัม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 2) เติมคลอโรฟอร์ม 10 มิลลิลิตร แล้วปิเปตสารละลายฮานส์ไอโอดีน 20 มิลลิลิตร ลงไปในขวดแก้วแล้วปิดฝาจากเข้าให้เข้ากันและตั้งทิ้งไว้ในที่มืด 45 นาที (ให้ทำขวดเปรียบเทียบแบบลงคิไปพร้อมกัน โดยทำเช่นเดียวกันแต่ไม่ใส่น้ำมัน)
- 3) เติมโพแทสเซียมไอโอไดด์ที่มีความเข้มข้น 10% โดยน้ำหนัก เป็นจำนวน 10 มิลลิลิตร แล้วเขย่าเพื่อให้เกิดปฏิกิริยากับฮานส์ไอโอดีนที่เหลืออยู่ในชั้นคลอโรฟอร์ม ซึ่งจะได้ไอโอดีนออกมาอยู่ในชั้นของโพแทสเซียมไอโอไดด์ (เห็นสารละลายเป็นสีน้ำตาลเข้ม)
- 4) ใช้น้ำกลั่น 25 มิลลิลิตร ชะล้างไอโอดีนที่ติดอยู่ที่ผนังขวดและฝาให้หมดแล้วรีบปิดฝา
- 5) นำไปไทเทรตกับโซเดียมไทโอซัลเฟตความเข้มข้น 0.2 M จนสีเหลืองของไอโอดีนจางลง (เห็นเป็นสีน้ำตาลจางๆ อมเหลือง) แสดงว่าเหลือไอโอดีนอีกเพียงเล็กน้อย จึงเติมน้ำแบ่งลงไปประมาณ 0.5-1 มิลลิลิตร สารละลายเป็นสีน้ำเงินแล้วไทเทรตต่อจนสีน้ำเงินหายไปจุดปริมาตรไว้

วิธีการคำนวณ



ให้ A = มิลลิลิตรของโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ในการไทเทรตขวดตัวอย่าง

B = มิลลิลิตรของโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ในการไทเทรตขวดเปรียบเทียบ

จากสมการ 1 โมลของไอโอดีน = 2 โมลของโซเดียมไทโอซัลเฟต

ดังนั้น จำนวนโมลของไอโอดีนที่ถูกด้วยไขมัน $\frac{1}{2} (0.2 (B - A)/1000)$

น้ำหนักโมเลกุลของไอโอดีน 254

$$\begin{aligned} \text{จำนวนกรัมของไอโอดีนที่ถูกด้วยไขมัน} &= \frac{1}{2} (0.2 (B - A)/1000) \times 254 \\ &= 2.54 (B - A)/100 \end{aligned}$$

เนื่องจาก เลขไอโอดีน = จำนวนกรัมของไอโอดีนที่ถูกด้วยไขมัน 100 กรัม

g = จำนวนกรัมของไขมันที่ใช้

$$\begin{aligned} \text{ดังนั้น เลขไอโอดีน} &= (2.54 (B - A)/100 \times 100) / g \\ &= 2.54 (B - A) / g \end{aligned}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.5.2 ความเป็นกรด (Acid value)

วิธีทำ

- 1) ใส่เอทานอลกับไดเอทิลอีเทอร์อย่างละ 10 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปกรวยเขย่าให้เข้ากัน เติมฟีนอล์ฟทาลีน 3-4 หยด แล้วทำให้ตัวละลายเป็นกลางด้วยการเติมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) 0.01 M จนเห็นเป็นสีชมพูอ่อนๆ
- 2) นำขวดดังกล่าวไปวางบนเครื่องชั่งปรับน้ำหนักให้เป็นศูนย์ แล้วเติมเมทิลเอสเทอร์ ประมาณ 5 กรัม ลงไปเขย่าแล้วไทเทรตด้วยโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์จนถึงจุดยุติ ซึ่งได้สารละลายสีชมพูคงตัว (5-10 นาที)
- 3) จดปริมาตรโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไทเทรต แล้วนำไปคำนวณหาความเป็นกรด

วิธีการคำนวณ

g = จำนวนกรัมของน้ำมันพืชที่ใช้

v = จำนวนมิลลิลิตรของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการไทเทรต

จำนวนของโมล KOH ที่ใช้ $0.01V/1000$

$$\begin{aligned} \text{จำนวนของมิลลิลิตรกรัมของ KOH} &= (0.01V/1000) \times MW_{\text{KOH}} \times 1000 \\ &= 0.01V \times 56 \end{aligned}$$

$$\text{ค่าความเป็นกรด} = (0.01V \times 56) / g$$

3.3.5.3 ศึกษาโครงสร้างทางเคมีของเมทิลเอสเทอร์

ศึกษาโครงสร้างทางเคมีของเมทิลเอสเทอร์โดยใช้เครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier-Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR) และ เครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier-Transform Nuclear Magnetic Resonance Spectrophotometer, FT-NMR)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.8 เครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR)



รูปที่ 3.9 เครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (FT-NMR)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

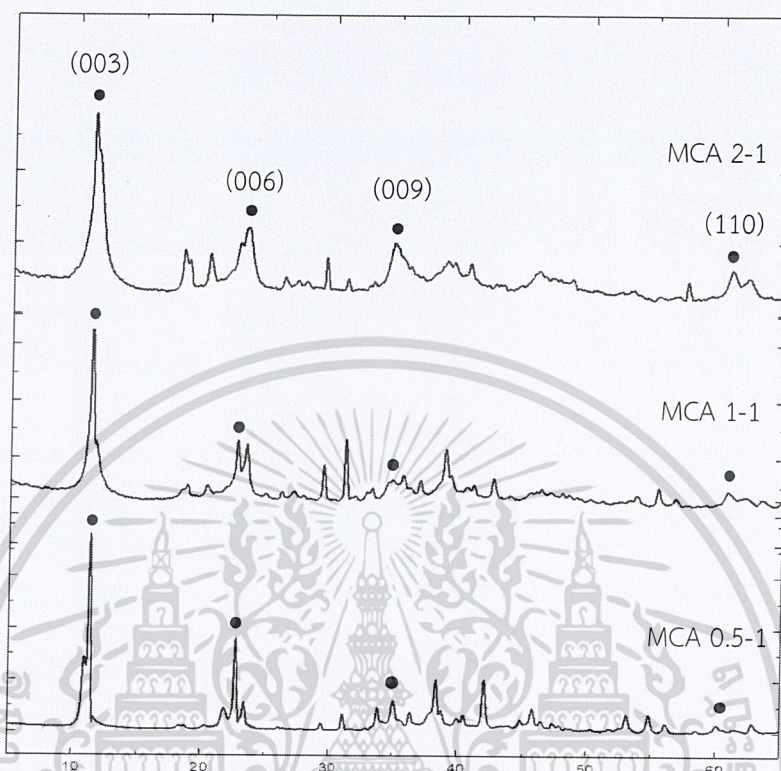
งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มและเมทานอลด้วยกระบวนการทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน โดยใช้แมกนีเซียมแคลเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (MgCaAl-LDH) ที่ปรับปรุงด้วย KF และ K_2CO_3 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบบิวริพันธ์ โดยการนำเสนอผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลองของงานวิจัยนี้จะแบ่งออก 3 ตอน คือตอนที่ 1 ศึกษาลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาบิวริพันธ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์ ตอนที่ 2 การสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์และศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน ได้แก่ อัตราส่วนโดยโมลของโลหะ ชนิดของเกลือโพแทสเซียม ร้อยละของเกลือโพแทสเซียม อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาและ ตอนที่ 3 เป็นการพิสูจน์เอกลักษณ์ทางเคมีและทดสอบสมบัติของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้

4.1 การศึกษาลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา

4.1.1 โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยา

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาบิวริพันธ์แมกนีเซียมแคลเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (MgCaAl-LDH) ที่อัตราส่วนโดยโมลของ Mg/Ca เป็น 0.5:1, 1:1 และ 2:1 จะใช้ชื่อย่อของ MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วน Mg/Ca ต่างๆ ว่า MCA a-b เมื่อ a-b คืออัตราส่วนโดยโมลของ Mg/Ca จากนั้นจะนำ MgCaAl-LDH ไปปรับปรุงด้วย KF และ K_2CO_3 ซึ่งผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C โดยทำการศึกษาลักษณะโครงสร้าง และความเป็นผลึกด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-Ray Diffractometer, XRD) ซึ่งรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาแสดงดังรูปที่ 4.1-4.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

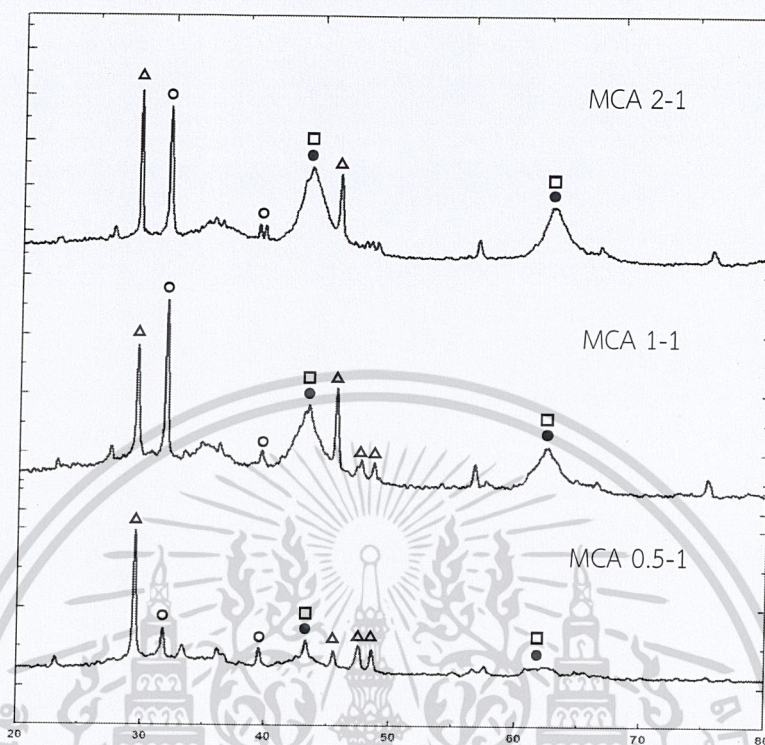


รูปที่ 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วนโดยโมล Mg/Ca ต่างๆ ที่ไม่ผ่านการแคลไซน์

จากรูปที่ 4.1 เป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา MCA 0.5-1, MCA 1-1 และ MCA 2-1 ที่ไม่ผ่านการแคลไซน์ ซึ่งทั้ง 3 ตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าพิกัดตำแหน่งที่ 2θ เท่ากับ 11° , 23° , 35° และ 62° ตรงกับการเลี้ยวเบนของระนาบ (003), (006), (009) และ (110) ตามลำดับ ซึ่งเป็นพิกัดเอกลักษณ์ของ layered double hydroxide ที่มีการจัดเรียงโครงสร้างเป็นชั้น (layer structure) ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Ariel และคณะ [25]

MgCaAl-LDH ที่สังเคราะห์ได้ จะถูกนำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450°C โดยมีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ แสดงดังรูปที่ 4.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วนโดยโมล Mg/Ca ต่างๆ และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 °C

หมายเหตุ : CaAl_2O_4 (▲), CaCO_3 (○), MgAl_2O_4 (●), MgO (◻)

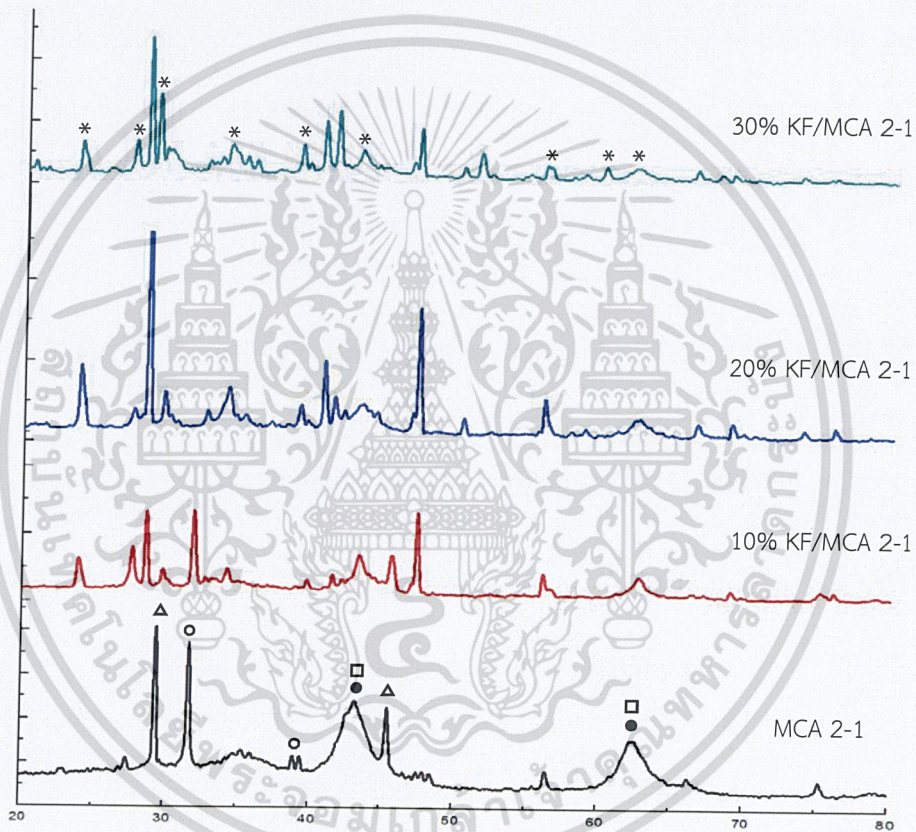
จากรูปที่ 4.2 เป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา MCA 0.5-1, MCA 1-1 และ MCA 2-1 ที่แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 °C พบว่าทั้ง 3 ตัวเร่งปฏิกิริยามีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ใกล้เคียงกัน โดยพบพีคที่มุม 2θ เท่ากับ 29.5°, 45.5°, 47.6° และ 48.6° ซึ่งเป็นพีคเอกลักษณ์ของแคลเซียมอะลูมิเนต (CaAl_2O_4) พีคที่มุม 2θ เท่ากับ 43° และ 63° ซึ่งเป็นพีคเอกลักษณ์ของแมกนีเซียมอะลูมิเนต (MgAl_2O_4) และแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) และพีคที่มุม 2θ เท่ากับ 32.5°, 39.5° และ 43° ซึ่งเป็นพีคเอกลักษณ์ของแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) [11, 26-27]

การเกิดขึ้นของ CaAl_2O_4 , MgAl_2O_4 , MgO และ CaCO_3 เนื่องมาจากตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ซึ่งมีโครงสร้างเป็นแบบชั้น เกิดการพังทลายลง เนื่องจากการผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 °C สังเกตได้จากที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 11°, 23°, 35° และ 62° หายไป (รูปที่ 4.2) ซึ่งเป็นพีคเอกลักษณ์ของ layered double hydroxide ทำให้ระนาบของโลหะไฮดรอกไซด์ใน LDH เกิดการสลายตัวของหมู่ไฮดรอกซิล และเกิดเป็นสารประกอบโลหะออกไซด์ และออกไซด์ผสมของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

CaAl_2O_4 และ MgAl_2O_4 ขึ้น สำหรับการพบพีคของ CaCO_3 สามารถอธิบายได้ว่า เมื่อ MgCaAl-LDH เกิดการพังทลายลง ก็จะเกิดแคลเซียมออกไซด์ขึ้น (CaO) ซึ่ง CaO อาจเกิดการทำปฏิกิริยากับแก๊ส CO_2 ในบรรยากาศ จึงเกิดผลึกของ CaCO_3 ขึ้นได้ [11,26] นอกจากนั้นยังพบอีกว่าพีคของ MgAl_2O_4 และ MgO จะมี intensity สูงขึ้น ตามอัตราส่วนของแมกนีเซียมที่เพิ่มมากขึ้นด้วย

MCA 2-1 ที่ผ่านแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 °C แล้วจะถูกนำไปปรับปรุงด้วย KF 10% ถึง 30% และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ สามารถแสดงดังรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา KF/MgCaAl-LDH ที่ปริมาณโพแทสเซียมร้อยละ 10 20 และ 30 โดยน้ำหนัก แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C เทียบกับ MCA 2-1

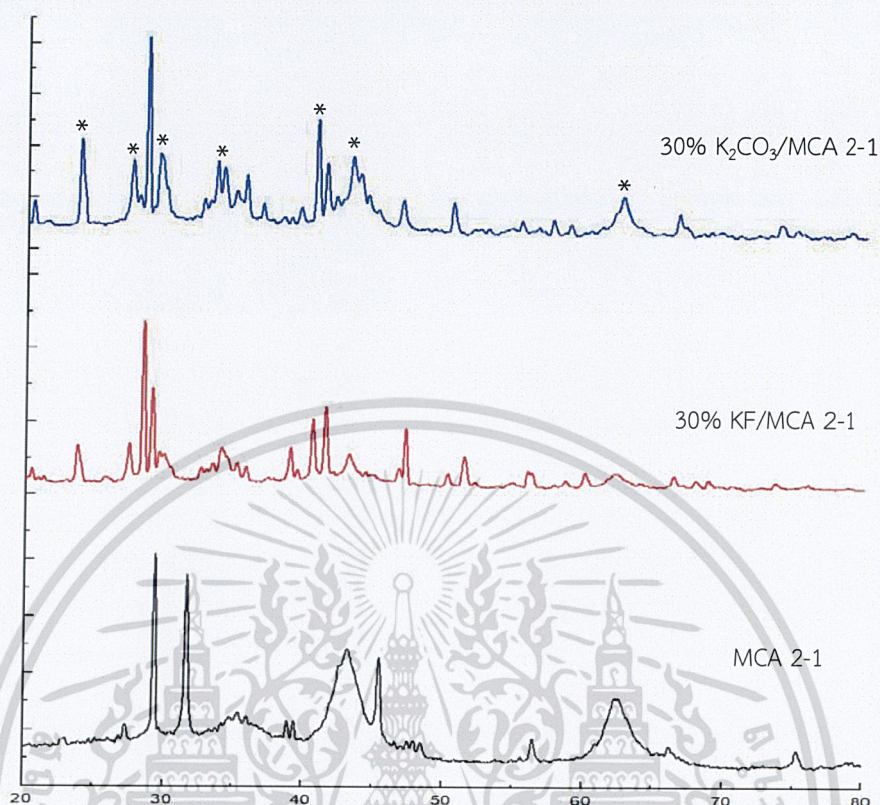
หมายเหตุ : CaAl_2O_4 (▲), CaCO_3 (○), MgAl_2O_4 (●), MgO (◻), K_2O (*)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.3 เมื่อเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา KF/MCA 2-1 กับ MCA 2-1 จะเห็นได้ว่ามีพีคที่ปรากฏเพิ่มขึ้นที่มุม 2θ เท่ากับ 23° , 29° , 31° , 36° , 40° , 44° , 56° , 60° และ 62° ซึ่งเป็นพีคเอกลักษณ์ของโพแทสเซียมออกไซด์ (K_2O) ซึ่งเกิดขึ้นจากการปรับปรุง MCA 2-1 ด้วย KF แล้วนำไปแคลไซน์ที่ $600^\circ C$ โดยสังเกตได้ว่า intensity ของพีค K_2O จะสูงขึ้น เมื่อเพิ่มปริมาณของ KF นอกจากนี้ยังพบอีกว่าพีคเอกลักษณ์ของ $CaCO_3$ (มุม 2θ เท่ากับ 32.5° 39.5° 43°) มีแนวโน้มของ intensity ที่ลดลงกว่า MCA 2-1 เนื่องจากหลังจากปรับปรุง MCA 2-1 ด้วย KF แล้ว จะนำไปแคลไซน์อีกครั้งที่อุณหภูมิ $600^\circ C$ จะทำให้ $CaCO_3$ เกิดการสลายตัวไปเป็น CaO และ CO_2 แต่จาก XRD pattern ไม่ปรากฏพีคของ CaO อาจเกิดขึ้นจาก CaO ที่ได้จากการแคลไซน์ที่ $600^\circ C$ ไปรวมตัวจับกับ CO_2 ในบรรยากาศ กลายเป็น $CaCO_3$ อีกครั้ง แต่ปริมาณ $CaCO_3$ มีแนวโน้มที่ลดลง โดยสังเกตได้จาก intensity ของพีค $CaCO_3$ ที่ลดลงจาก MCA 2-1 ซึ่งผ่านการแคลไซน์ที่ $450^\circ C$ สำหรับ $CaAl_2O_4$, $MgAl_2O_4$ และ MgO ก็ยังคงปรากฏอยู่ในตัวเร่งปฏิกิริยา KF/MCA 2-1 [28]

เพื่อศึกษาชนิดของเกลือโพแทสเซียมที่ใช้ในการปรับปรุง MCA 2-1 ในการทดลองนี้ได้ใช้ K_2CO_3 มาปรับปรุง MCA 2-1 เพื่อเปรียบเทียบกับ KF โดยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา KF/MCA 2-1 และ K_2CO_3 /MCA 2-1 ที่มีปริมาณโพแทสเซียมร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก และผ่านการแคลไซน์ที่ $600^\circ C$ แสดงดังรูปที่ 4.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา KF/MCA 2-1 และ K₂CO₃/MCA 2-1 ที่ปริมาณโพแทสเซียมร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก หลังแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C เทียบกับ MCA 2-1

หมายเหตุ : K₂O (*)

จากรูปที่ 4.4 เป็นการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา KF/MCA 2-1 และ K₂CO₃/MCA 2-1 ที่ปริมาณโพแทสเซียมร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก หลังแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C จะพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 2 ชนิด มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ใกล้เคียงกัน นั่นคือประกอบด้วยพีคเอกลักษณ์ของ CaAl₂O₄, MgAl₂O₄, MgO และ K₂O ซึ่งเมื่อพิจารณา intensity ของพีค K₂O จะเห็นได้ว่า K₂CO₃/MCA 2-1 มี intensity ของพีค K₂O ที่สูงกว่าของ KF/MCA 2-1

ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า ตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่ปรับปรุงด้วย KF และ K₂CO₃ ที่ผ่านการแคลไซน์ที่ 600 °C จะพบ CaAl₂O₄, MgAl₂O₄, MgO, CaCO₃ และ K₂O เป็นองค์ประกอบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.2 องค์ประกอบธาตุบนตัวเร่งปฏิกิริยา

นำตัวเร่งปฏิกิริยา KF/MCA 2-1 และ K_2CO_3 /MCA 2-1 ที่สังเคราะห์ได้ และผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C มาทำการวิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุด้วยเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรมิเตอร์ (X-ray Fluorescence Spectrometer, XRF) ซึ่งมีปริมาณธาตุต่างๆในตัวเร่งปฏิกิริยา ดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของออกไซด์ และธาตุในตัวเร่งปฏิกิริยา

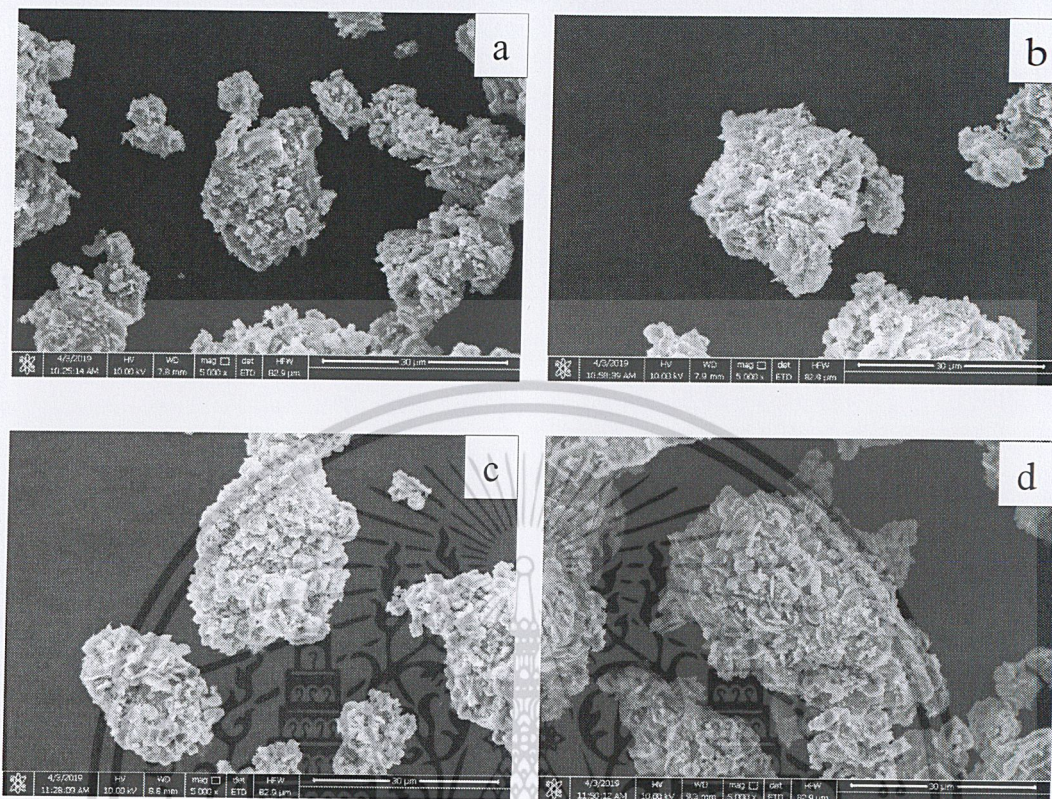
ตัวเร่งปฏิกิริยา	ปริมาณองค์ประกอบของออกไซด์ (mol%)				ปริมาณองค์ประกอบของธาตุ (mol%)			
	MgO	Al ₂ O ₃	K ₂ O	CaO	Mg	Al	K	Ca
10%KF/MCA 2-1	15.5	54.9	13.4	15.1	9.3	29.1	11.1	11.4
20%KF/MCA 2-1	16.1	34.2	28.7	16.5	10.2	18.1	23.8	11.8
30%KF/MCA 2-1	14.8	41.5	30.9	12.4	8.9	22.0	25.6	8.87
30%K ₂ CO ₃ /MCA 2-1	14.9	33.4	36.2	14.7	7.34	18.3	30.0	10.5

จากผลการวิเคราะห์ในตารางที่ 4.1 จะเห็นได้ว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 4 ชนิด มีปริมาณธาตุ Mg และ Ca ที่ใกล้เคียงกัน โดยร้อยละองค์ประกอบของธาตุ K ที่วิเคราะห์ได้ มีค่าใกล้เคียงกับร้อยละของธาตุ K ที่กำหนดไว้ ซึ่งปริมาณธาตุ K และโพแทสเซียมออกไซด์ (K₂O) ของตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นดังนี้ 30%K₂CO₃/MCA 2-1 > 30%KF/MCA 2-1 > 20%KF/MCA 2-1 > 10%KF/MCA 2-1 ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยา 30%K₂CO₃/MCA 2-1 มีปริมาณของ K₂O มากกว่าใน 30%KF/MCA 2-1

4.1.3 ลักษณะพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาวีริฟันธุ์

นำตัวเร่งปฏิกิริยา KF/MCA 2-1 และ 30%K₂CO₃/MCA 2-1 ที่สังเคราะห์ได้ และผ่านการแคลไซน์ที่ 600 °C มาทำการศึกษาลักษณะพื้นผิว โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ที่กำลังขยาย 5,000 เท่า แสดงดังรูปที่ 4.5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.5 ลักษณะพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ แคลไซน์ที่ 600 °C

- a) 10%KF/MCA 2-1 b) 20%KF/MCA 2-1
c) 30%KF/MCA 2-1 d) 30%K₂CO₃/MCA 2-1

จากรูปที่ 4.5 ที่กำลังขยาย 5000 เท่า พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณโพแทสเซียม พื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยามีลักษณะขรุขระมากขึ้นและพบผลึกเล็กๆ กระจายปกคลุมอยู่ทั่วบริเวณพื้นผิวของ MgCaAl-LDH ซึ่งกระจายตัวหนาแน่นมากเมื่อเพิ่มปริมาณเกลือโพแทสเซียมในขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

4.1.4 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา

นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้มาทำการวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนโดยใช้เทคนิค Nitrogen adsorption-desorption isotherm ด้วยเครื่อง Autosorb-1 ผลการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 4.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.2 พื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาณรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่ปรับปรุงด้วย KF และ K_2CO_3

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m^2/g)	ปริมาตรรูพรุน (cc/g)
10%KF/MCA 2-1	13.02	0.0312
20%KF/MCA 2-1	10.06	0.0301
30%KF/MCA 2-1	7.33	0.0243
30% K_2CO_3 /MCA 2-1	6.79	0.0141
30%KF/MCA 2-1 (Non-calcine)	2.21	0.0293

จากตารางที่ 4.2 จะเห็นได้ว่า สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยา KF/MCA 2-1 เมื่อเพิ่มร้อยละของโพแทสเซียมฟลูออไรด์จาก 10 เป็น 30 โดยน้ำหนัก พบว่าพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนมีแนวโน้มลดลง เนื่องมาจากการที่เพิ่มปริมาณของโพแทสเซียมฟลูออไรด์สูงขึ้น ส่งผลให้โพแทสเซียมฟลูออไรด์ที่ไปเกาะที่บริเวณพื้นที่ผิวของตัวรองรับมากขึ้น เมื่อนำไปแคลไซน์ KF จะถูกเปลี่ยนเป็น K_2O ทำให้การกระจายตัวไม่ดีอาจเกิดการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน และไปบดบังพื้นที่ผิวบางส่วนทำให้พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาลดลง และยังส่งผลให้ปริมาตรรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยาลดลงตามไปด้วย จากนั้นเมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยา 30%KF/MCA 2-1 ก่อนและหลังแคลไซน์มาเปรียบเทียบกันพบว่าการแคลไซน์ตัวเร่งปฏิกิริยาส่งผลให้พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นเป็นอย่างมาก เนื่องจากการแคลไซน์เป็นการเผาไล่ น้ำ ไอออนลบของเกลือ KF ออกจากพื้นผิวและรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา และทำให้โครงสร้างที่เป็นชั้นเกิดการพังทลายลง ดังนั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการแคลไซน์จึงมีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนที่เพิ่มสูงขึ้น สำหรับพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของ 30%KF/MCA 2-1 มากกว่าของ 30% K_2CO_3 /MCA 2-1 เนื่องจาก 30% K_2CO_3 /MCA 2-1 มีปริมาณของ K_2O ที่มากกว่า (จากการวิเคราะห์ XRF) ดังนั้น K_2O จึงเกาะที่พื้นที่ผิวและภายในรูพรุนได้มาก จึงทำให้พื้นที่ผิวบางส่วนเกิดการถูกบดบัง ทำให้พื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนน้อยกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีปริมาณ K_2O น้อยกว่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 การศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน

4.2.1 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของโลหะแมกนีเซียมต่อแคลเซียม (Mg/Ca) ของตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

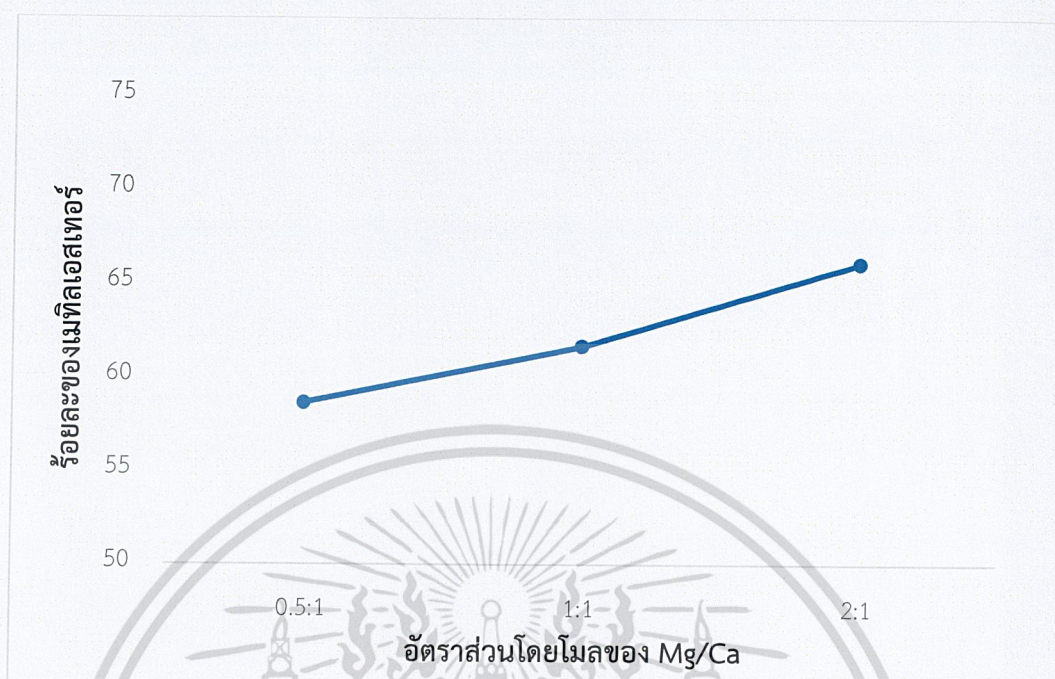
ในการศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลของโลหะแมกนีเซียมต่อแคลเซียม (Mg/Ca) ของตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH กำหนดให้อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมันเป็น 6:1 โดยโมล ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 65 °C และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของโลหะแมกนีเซียมต่อแคลเซียม (Mg/Ca) ของตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยโมลของ Mg/Ca (MgCa/Al = 3:1)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ (%yield)
MCA 0.5-1	0.5:1	6:1	3	2	58.64
MCA 1-1	1:1	6:1	3	2	61.66
MCA 2-1	2:1	6:1	3	2	66.06

จากตารางที่ 4.3 นำมาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนโดยโมลของโลหะแมกนีเซียมต่อแคลเซียม (Mg/Ca) ของตัวเร่งปฏิกิริยากับร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ (%yield) แสดงดังรูปที่ 4.6

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



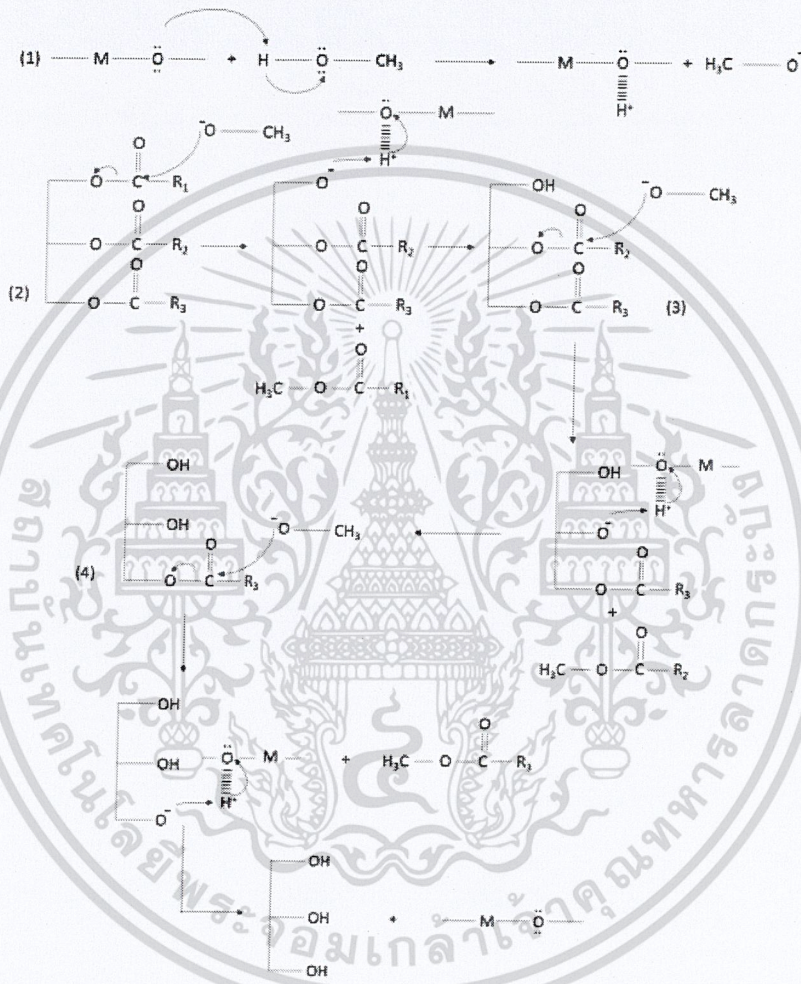
รูปที่ 4.6 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของโลหะแมกนีเซียมต่อแคลเซียม (Mg/Ca) ของตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

จากรูปที่ 4.6 เมื่อทำการเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของ Mg/Ca ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา จาก 0.5:1 เป็น 2:1 พบว่าร้อยละของเมทิลเอสเทอร์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น โดยให้เมทิลเอสเทอร์สูงสุดถึงร้อยละ 66.06 เมื่อใช้ MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วนโดยโมลของโลหะแมกนีเซียมต่อแคลเซียม (Mg/Ca) เป็น 2:1 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH มีโครงสร้างเป็นชั้น เมื่อผ่านการแคลไซน์ที่ 450 องศาเซลเซียส จะทำให้โครงสร้างเกิดการพังทลาย เกิดออกไซด์ของโลหะผสม (CaAl_2O_4 และ MgAl_2O_4) โลหะออกไซด์ (MgO และ CaO) ขึ้น ในรูปแบบ XRD พบ CaCO_3 เนื่องจาก CaO เกิดปฏิกิริยากับ CO_2 ซึ่งออกไซด์ของโลหะผสม และโลหะออกไซด์ สามารถเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันได้ เนื่องจากมีความเป็นเบส

สำหรับ MgO และ CaO แทนด้วย $-\text{M}-\text{O}-$ อิเล็กตรอนของออกซิเจนจะไปดึงโปรตอนจากเมทานอล ซึ่งจะเกิด methoxide ขึ้น จากนั้น methoxide จะเข้าไป attack ที่หมู่คาร์บอนิลของไตรกลีเซอไรด์ ได้ผลิตภัณฑ์เป็นดิกลิเซอไรด์ จากนั้นดิกลิเซอไรด์จะทำปฏิกิริยา methoxide ได้ผลิตภัณฑ์หลักเป็นเมทิลเอสเทอร์และกลีเซอรอลเป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้ ดังแสดงกลไกการเกิดปฏิกิริยาดังรูปที่ 4.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กรณีของโลหะผสม (CaAl₂O₄ และ MgAl₂O₄) สามารถเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันได้เช่นเดียวกับ CaO และ MgO เนื่องจากมีความเป็นเบสเพราะอิเล็กตรอนของออกซิเจนจะไปดึงโปรตอนจากเมทานอล และเกิด methoxide ได้เช่นเดียวกัน ดังนั้นกลไกการเกิดจึงแสดงดังรูปที่ 4.7 เช่นกัน



รูปที่ 4.7 กลไกการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โลหะออกไซด์ที่เกิดขึ้นจากการแคลไซน์ MgCaAl-LDH โดยที่ M แทนด้วย Mg และ Ca [29]

การที่ MgCaAl-LDH ที่มีอัตราส่วน Mg/Ca เป็น 2:1 (MCA 2-1) มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน โดยให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงกว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา MCA 1-1 และ MCA 0.5-1 เนื่องจากจาก MCA 2-1 ประกอบไปด้วยประมาณ CaAl₂O₄, MgAl₂O₄ และ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

MgO ที่มากกว่า MCA 1-1 และ MCA 0.5-1 ดังนั้น MCA 2-1 จึงมีหมู่ว่างไว (Active site) ในการเข้าทำปฏิกิริยาเมทานอลได้มาก จึงสามารถเร่งปฏิกิริยาและให้เมทิลเอสเทอร์ได้สูงสุด ดังนั้นจึงทำการเลือก MCA 2-1 ไปทำการปรับปรุงด้วย KF และ K_2CO_3 ต่อไป

4.2.2 ผลของชนิดและปริมาณเกลือโพแทสเซียมในการปรับปรุงตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

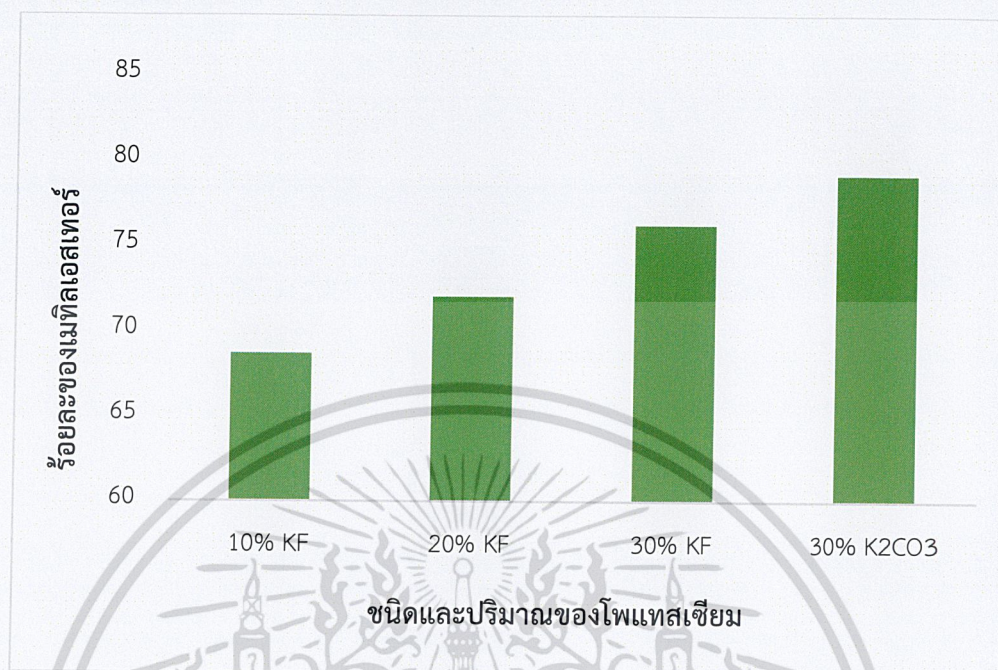
เนื่องจาก MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วนโดยโมลของโลหะแมกนีเซียมต่อแคลเซียม (Mg/Ca) เป็น 2:1 (MCA 2-1) ให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์สูงสุด ดังนั้นจึงเลือกมาเป็นตัวรองรับในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา KF/MgCaAl-LDH และ K_2CO_3 /MgCaAl-LDH ในการศึกษาผลของชนิดและปริมาณเกลือโพแทสเซียมในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ กำหนดให้อัตราส่วนโดยโมลของน้ำมันต่อเมทานอลเป็น 6:1 โดยโมล ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 65 °C และเวลาในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง ตัวเร่งปฏิกิริยา KF/MgCaAl-LDH ที่นำมาศึกษาประกอบด้วย KF 10% 20% และ 30% และตัวเร่งปฏิกิริยา $30\%K_2CO_3$ /MgCaAl-LDH ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 ผลของชนิดและปริมาณเกลือโพแทสเซียมในการปรับปรุงตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	ปริมาณโพแทสเซียมบนตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ (%yield)
KF/MCA 2-1	10	6:1	3	2	68.68
	20				72.03
	30				76.22
K_2CO_3 /MCA 2-1	30	6:1	3	2	79.16

จากตารางที่ 4.4 นำมาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างชนิดและปริมาณเกลือโพแทสเซียมบนตัวเร่งปฏิกิริยากับร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ (%yield) แสดงดังรูปที่ 4.8

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.8 ผลของตัวแปรในการศึกษาผลของชนิดและปริมาณเกลือโพแทสเซียมในการปรับปรุงตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

เมื่อนำ MCA 2-1 ไปปรับปรุงด้วย KF และ K_2CO_3 ด้วยวิธี impregnation จากนั้นแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C ซึ่งจะเกิดโพแทสเซียมออกไซด์ (K_2O) ขึ้น ดังแสดงในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (รูปที่ 4.3 และ 4.4) โดย K_2O เป็นโลหะออกไซด์ที่มีความเป็นเบสสูงกว่า CaO , MgO , $CaAl_2O_4$ และ $MgAl_2O_4$ ดังนั้นจึงสามารถเข้าทำปฏิกิริยากับเมทานอล และเกิด methoxide ได้มากขึ้น ซึ่งกลไกการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของ K_2O จะมีลักษณะเดียวกันกับ CaO และ MgO ดังแสดงไว้แล้วในรูปที่ 4.7

จากผลการทดลองในตารางที่ 4.4 และรูปที่ 4.8 จะเห็นได้ว่าร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณของ KF ที่ใช้ในการปรับปรุงตัวเร่งปฏิกิริยา MCA 2-1 จากร้อยละ 10 เป็น 30 ซึ่งเป็นผลมาจากปริมาณของ K_2O ที่เพิ่มขึ้นตามร้อยละของ KF (ตารางที่ 4.1) เมื่อมีปริมาณ K_2O บนตัวเร่งปฏิกิริยาที่มาก ก็จะทำให้สามารถทำปฏิกิริยากับเมทานอล เกิดเป็น methoxide ที่จะเข้าทำปฏิกิริยากับ triglyceride เกิดเป็นเมทิลเอสเทอร์ได้มากด้วย โดยตัวเร่งปฏิกิริยา 30%KF/MCA 2-1 ให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงถึง 76.22

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อเปรียบเทียบปริมาณ K_2O ของตัวเร่งปฏิกิริยา 30%KF/MCA 2-1 และ 30% K_2CO_3 /MCA2-1 (ตารางที่ 4.1) จะเห็นได้ว่า 30% K_2CO_3 /MCA 2-1 มีปริมาณของ K_2O สูงกว่า 30%KF/MCA2-1 จึงทำให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงถึง 79.16 ปริมาณ K_2O ของ 30% K_2CO_3 /MCA 2-1 ซึ่งมากกว่า 30%KF/MCA 2-1 อาจเป็นผลมาจาก ในขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา K_2CO_3 อาจจะเข้าไปดูดซับที่พื้นผิวและรูพรุนของ MCA 2-1 ได้ดีกว่า KF ดังนั้นเมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการปรับปรุงด้วยเกลือโพแทสเซียมไปแคลไซน์ จึงทำให้ K_2O กระจายตัวอยู่บน MCA 2-1 ได้มากกว่า [30]

4.2.3 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

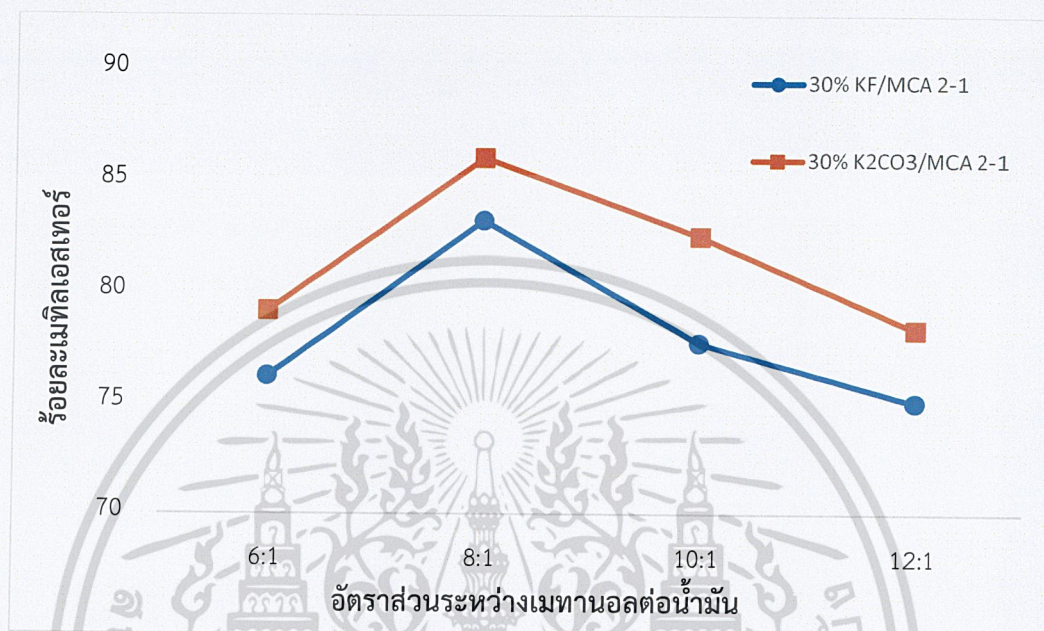
ในการศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ กำหนดให้ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 30%KF/MCA 2-1 และ 30% K_2CO_3 /MCA 2-1 ในปริมาณร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 65 องศาเซลเซียส และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง โดยจะเปลี่ยนอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มเป็น 6:1, 8:1, 10:1 และ 12:1 ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เมื่อใช้ 30%KF/MCA 2-1 และ 30% K_2CO_3 /MCA 2-1 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ (%yield)
30%KF/MCA 2-1	6:1	3	2	76.22
	8:1			83.22
	10:1			77.71
	12:1			75.04
30% K_2CO_3 /MCA 2-1	6:1	3	2	79.16
	8:1			86.04
	10:1			82.52
	12:1			78.34

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 4.5 นำมาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มกับร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ (%yield) แสดงดังรูปที่ 4.9

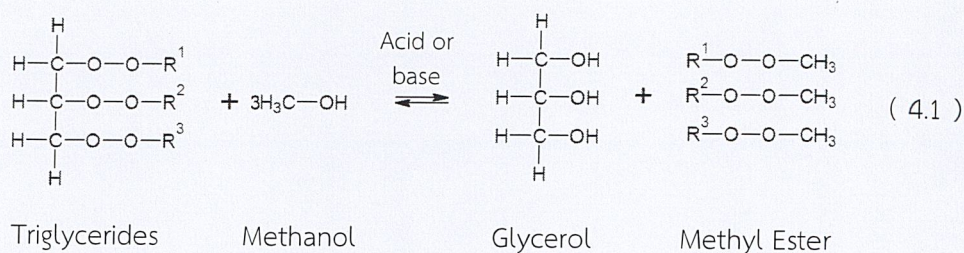


รูปที่ 4.9 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เมื่อใช้ 30%KF/MCA 2-1 และ 30%K₂CO₃/MCA 2-1 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

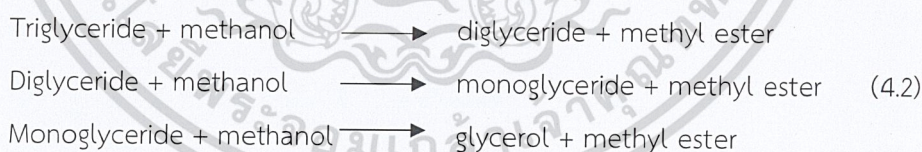
จากผลการทดลองในตารางที่ 4.5 และ รูปที่ 4.9 จะเห็นได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยา 30%KF/MCA 2-1 และ 30%K₂CO₃/MCA 2-1 ให้ผลในทิศทางเดียวกัน โดยเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มจาก 6:1 เป็น 8:1 ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์จะเพิ่มขึ้นจาก 79.22 เป็น 83.22 สำหรับการใช่ 30%KF/MCA 2-1 และจาก 79.16 เป็น 86.04 สำหรับการใช่ 30%K₂CO₃/MCA 2-1 และเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มจาก 8:1 เป็น 12:1 ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ก็ลดลง แต่อย่างไรก็ตามร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 30%K₂CO₃/MCA 2-1 จะสูงกว่าเมื่อใช้ 30%K₂CO₃/MCA 2-1 ในทุกๆอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม

เนื่องจากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเป็นปฏิกิริยาแบบผันกลับได้ เมื่อเพิ่มปริมาณเมทานอลมากขึ้นจะส่งผลให้ปฏิกิริยาเลื่อนไปในทางด้านของผลิตภัณฑ์มากขึ้น ทำให้ได้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เพิ่มมากขึ้นดังสมการ (4.1)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันในสมการที่ 4.1 จะเห็นได้ว่าต้องใช้เมทานอล 3 โมล ทำปฏิกิริยากับไตรกลีเซอไรด์ 1 โมล เพื่อที่จะได้เมทิลเอสเทอร์ 3 โมล และกลีเซอรอล 1 โมล ซึ่งจากการทดลองพบว่าที่ อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม 8:1 เป็นอัตราส่วนที่เหมาะสม ทำให้ได้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงสุด อย่างไรก็ตามการเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มมากเกินไป (มากกว่า 8:1) พบว่าร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ลดลง ซึ่งอธิบายได้ว่า การเกิดเมทิลเอสเทอร์ประกอบด้วย 3 ขั้นตอนย่อย เริ่มจาก Triglyceride เปลี่ยนเป็น diglyceride ตามด้วยการเปลี่ยน diglyceride เป็น monoglyceride และขั้นตอนสุดท้าย monoglyceride เปลี่ยนเป็น methyl ester (สมการที่ 4.2) การมีปริมาณเมทานอลที่มากเกินไปจะทำให้การเปลี่ยน triglyceride เป็น monoglyceride เกิดได้ดี แต่ monoglyceride สามารถละลายเข้ากับ glycerol ได้ และเป็นผลให้เกิดปฏิกิริยา glycerolysis ซึ่งเป็นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่าง methyl ester ที่เกิดจากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันกับ glycerol ที่เป็นผลผลิตพลอยได้ เกิดเป็น monoglyceride ขึ้น ด้วยเหตุนี้เมื่อใช้อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มมากกว่า 8:1 จึงส่งผลให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ลดลง [31]



นอกจากนั้นการที่ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ลดลงอาจเกิดขึ้นจาก การเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลและน้ำมันปาล์มที่มากเกินไป จะทำให้ปริมาตรโดยรวมของของผสมในปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ซึ่งทำให้ความเข้มข้นของ methoxide ลดลง และเกิด glycerol ปริมาณมาก ส่งผลให้การแยกชั้นระหว่าง methyl ester กับ glycerol นั้นทำได้ยาก เพราะ glycerol มีความหนืดมากขึ้น จึงได้ปริมาณเมทิลเอสเทอร์ลดลง [32] ดังนั้นอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มที่เหมาะสมที่สุดคือ 8:1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.4 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

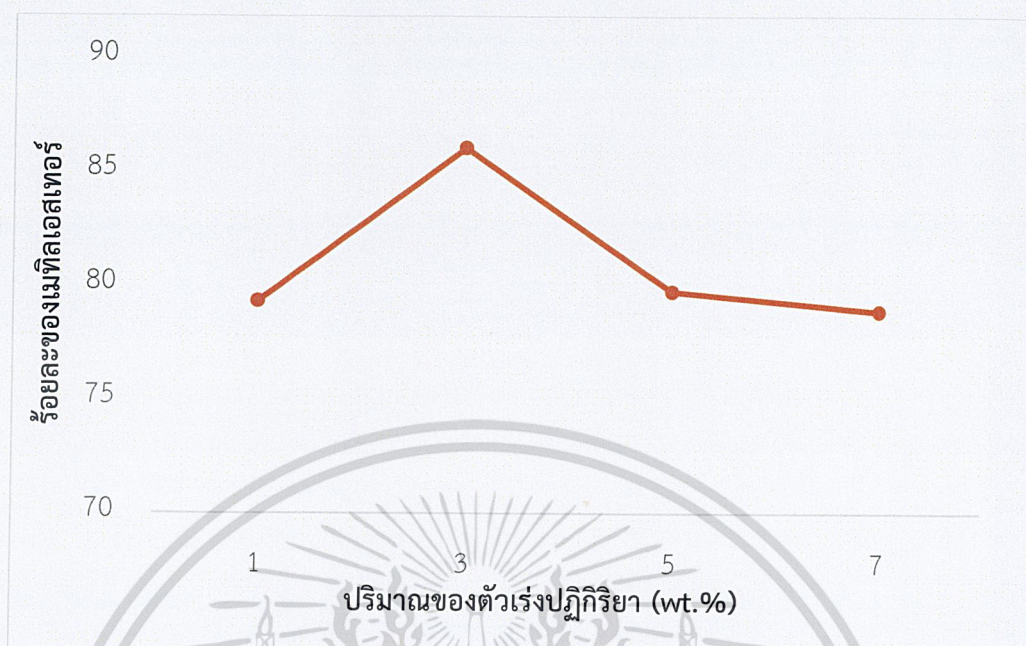
ในการศึกษาผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา $30\%K_2CO_3/MCA$ 2-1 ที่อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันเป็น 8:1 โดยโมล อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 65 องศาเซลเซียส และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง โดยจะทำการเปลี่ยนปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นร้อยละ 1, 3, 5 และ 7 โดยน้ำหนัก ผลการทดลอง แสดงตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เมื่อใช้ $30\%K_2CO_3/MCA$ 2-1 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วน โดยโมล เมทานอล ต่อน้ำมัน	ปริมาณของ ตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	เวลา ในการทำ ปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	ร้อยละของ เมทิลเอสเทอร์ (%yield)
30%K ₂ CO ₃ /MCA2-1	8:1	1	2	79.33
		3		86.04
		5		79.74
		7		78.87

จากตารางที่ 4.6 นำมาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยากับร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ (%yield) แสดงดังรูปที่ 4.10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.10 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา $30\%K_2CO_3/MCA\ 2-1$ ที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

จากตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.10 แสดงให้เห็นว่าเมื่อเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา $30\% K_2CO_3/MCA\ 2-1$ จากร้อยละ 1 เป็น 3 โดยน้ำหนัก พบว่าร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวของการทำปฏิกิริยาและเพิ่มความเข้มข้นของเบส ส่งผลให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้น แต่เมื่อเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยามากกว่าร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก พบว่าร้อยละของเมทิลเอสเทอร์มีแนวโน้มลดลง เนื่องการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิธีพ่นธูในปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน จะเกิดปฏิกิริยาที่บริเวณพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา (Surface Reaction) ซึ่งกลไกการเกิดปฏิกิริยาจะขึ้นอยู่กับอัตราการแพร่ของสารตั้งต้นเข้าสู่ชั้นผิวและภายในของรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา และอัตราการแพร่ออกของผลิตภัณฑ์จากรูพรุนที่บริเวณพื้นผิวดังนั้นเมื่อเพิ่มปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยามากเกินไป จะทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดการจับตัวกันเป็นก้อนและขัดขวางการแพร่ของสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ [33] นอกจากนี้ อาจจะมีการเกิดสบู่ (Saponification reaction) ขึ้นในปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน ทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ที่เป็นเมทิลเอสเทอร์ลดลงเนื่องจากความเป็นเบสที่มากเกินไปของปฏิกิริยา [34]

ดังนั้นปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา $30\%K_2CO_3/MCA2-1$ ที่ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก เป็นปริมาณที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน ซึ่งให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์สูงสุดที่ร้อยละ 86.04

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.5 ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ในการศึกษาผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา $30\%K_2CO_3/MCA$ 2-1 ปริมาณร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก อัตราส่วนโดยโมลเมทานอล ต่อน้ำมันเป็น 8:1 โดยโมล และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 65 องศาเซลเซียส โดยทำการเปลี่ยนเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เมื่อใช้ $30\%K_2CO_3/MCA$ 2-1 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วน โดยโมล เมทานอล ต่อน้ำมัน	ปริมาณของ ตัวเร่ง ปฏิกิริยา (wt.%)	เวลา ในการทำ ปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	ร้อยละของเมทิล เอสเทอร์ (%yield)
30%K ₂ CO ₃ /MCA 2-1	8:1	3	1	83.13
			2	86.04
			3	84.38
			4	82.32

จากตารางที่ 4.7 นำมาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการทำปฏิกิริยากับร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ (%yield) แสดงดังรูปที่ 4.11

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.11 ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เมื่อใช้ 30%K₂CO₃/MCA 2-1 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

จากตารางที่ 4.7 และรูปที่ 4.11 แสดงให้เห็นว่าเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาจาก 1 ชั่วโมง เป็น 2 ชั่วโมง ทำให้ได้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์ที่มีแนวโน้มเพิ่มมากขึ้น จากร้อยละ 83.13 เป็น 86.04 โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 30% K₂CO₃/MCA 2-1 และเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยามากกว่า 2 ชั่วโมง พบว่าร้อยละเมทิลเอสเทอร์ที่มีแนวโน้มลดลงเล็กน้อย โดยอาจเป็นผลมาจากการผันกลับของปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน จากเมทิลเอสเทอร์เป็นไตรกลีเซอไรด์ เนื่องจากการใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาที่มากเกินไป จึงทำให้ได้ผลร้อยละเมทิลเอสเทอร์ลดลง ดังนั้นเวลาที่เหมาะสมที่สุดในการทำปฏิกิริยา คือ 2 ชั่วโมง ซึ่งได้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ 86.04

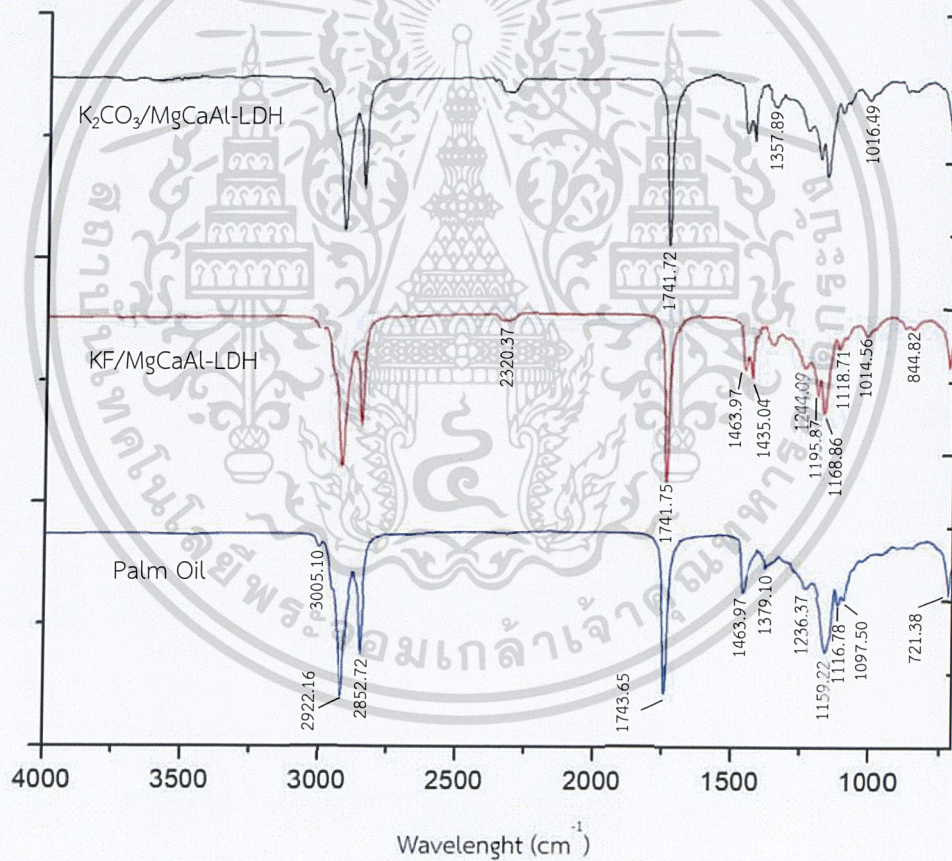
4.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์ทางเคมีและทดสอบสมบัติของเมทิลเอสเทอร์

นำเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากสภาวะที่เหมาะสม โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียมแคลเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ ที่ปรับปรุงด้วย KF และ K₂CO₃ มาทำการพิสูจน์เอกลักษณ์ทางเคมีและทดสอบสมบัติของเมทิลเอสเทอร์ ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตเมทรี (FT-IR) เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรโฟโตเมทรี (FT-NMR) การวิเคราะห์ค่าความเป็นกรด (Acid value) และเลขไอโอดีน (Iodine value)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ทางเคมีของเมทิลเอสเทอร์โดยใช้เครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier-Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR)

น้ำมันปาล์มและเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียมแคลเซียมอะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ ที่ปรับปรุงด้วย KF และ K_2CO_3 ที่ปริมาณเกลือโพแทสเซียมร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม เท่ากับ 8:1 และเวลาในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง จะถูกนำมาตรวจหุ้ฟงักซันด้วยเครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ดังรูปที่ 4.13 และทำการแสดงตารางหุ้ฟงักซันที่ดูดกลืนแสงที่เลขคลื่นต่างๆ ดังตารางที่ 4.8



รูปที่ 4.12 FT-IR สเปกตรัมของน้ำมันปาล์ม และน้ำมันไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้จากตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียมแคลเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ ที่ปรับปรุงด้วย KF และ K_2CO_3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.8 หมู่ฟังก์ชันของน้ำมันปาล์มและเมทิลเอสเทอร์ที่การดูดกลืนแสงที่เลขคลื่นต่างๆ [35]

Absorption frequency (cm ⁻¹)	Functional group	Remarks
3100 – 3000	Alkene	Unsat. C-H stretching
3000 – 2800	Alkane	Sat. C-H stretching
~1740	Ester	Carbonyl ester
1470 – 1400	Alkane	C-H bending for CH ₂
~1365	Alkane	C-H bending for CH ₃
1300 – 1200	Ester	C-O stretching
1250 , 1100	Ester	C-O-C ester
~700 – 690	Cis-Alkene	C-H (OOP bending)

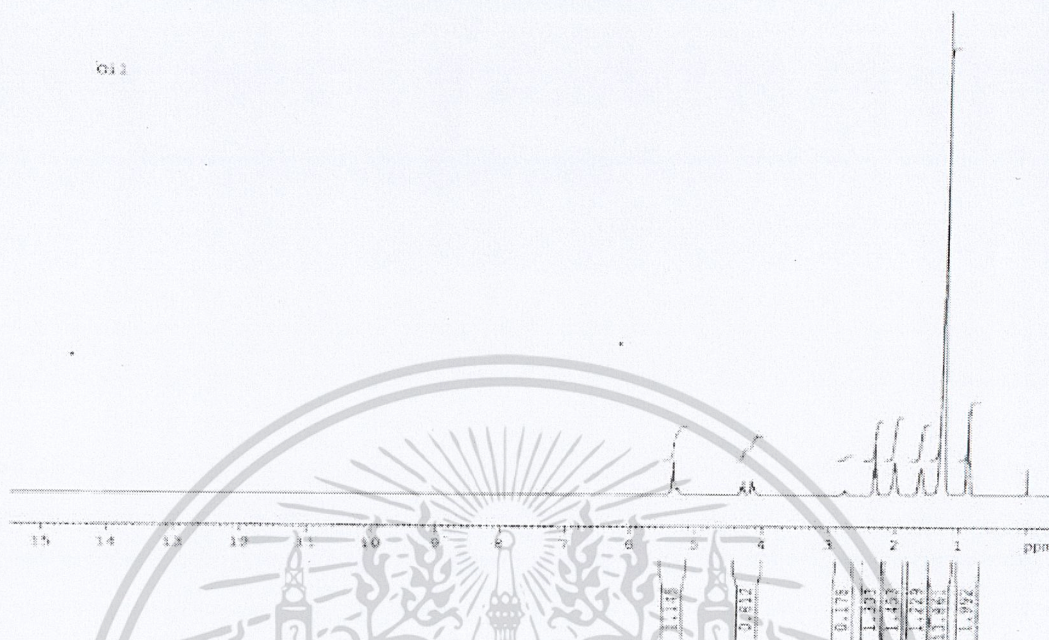
หมายเหตุ ที่ความถี่ 3470 – 3440 และ 2100 cm⁻¹ อาจเป็นสัญญาณที่มาจากความถี่ OOP = out – of – plane (การสั่นออกนอกระบบ)

จาก FT-IR สเปกตรัมของน้ำมันปาล์มและเมทิลเอสเทอร์ ในรูปที่ 4.12 มีลักษณะใกล้เคียงกัน เนื่องจากน้ำมันปาล์มและเมทิลเอสเทอร์มีหมู่ฟังก์ชันที่เหมือนกัน ดังนั้นเพื่อให้การวิเคราะห์มีความละเอียดและสามารถแยกแยะความแตกต่างระหว่างน้ำมันปาล์มและเมทิลเอสเทอร์ได้อย่างชัดเจน จึงตรวจสอบด้วยเทคนิค FT-NMR เป็นวิธีต่อไป

4.3.2 การวิเคราะห์ลักษณะทางเคมีของไบโอดีเซลด้วยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier-Transform Nuclear Magnetic Resonance Spectrophotometer, FT-NMR)

น้ำมันปาล์มและเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียมแคลเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ ที่ปรับปรุงด้วย KF และ K₂CO₃ จะถูกวิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ซึ่งแสดง FT-NMR สเปกตรัมดังรูปที่ 4.13 - 4.15

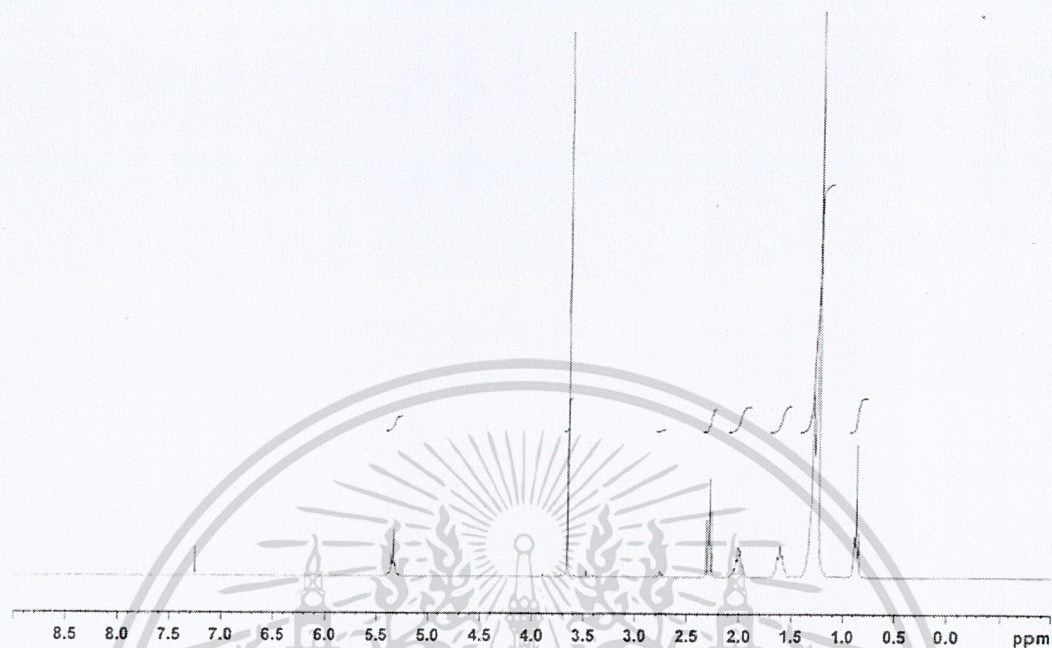
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.13 FT-NMR สเปกตรัมของน้ำมันปาล์มจากเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มนิวเคลียร์แมกเนติก เรโซแนนซ์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์

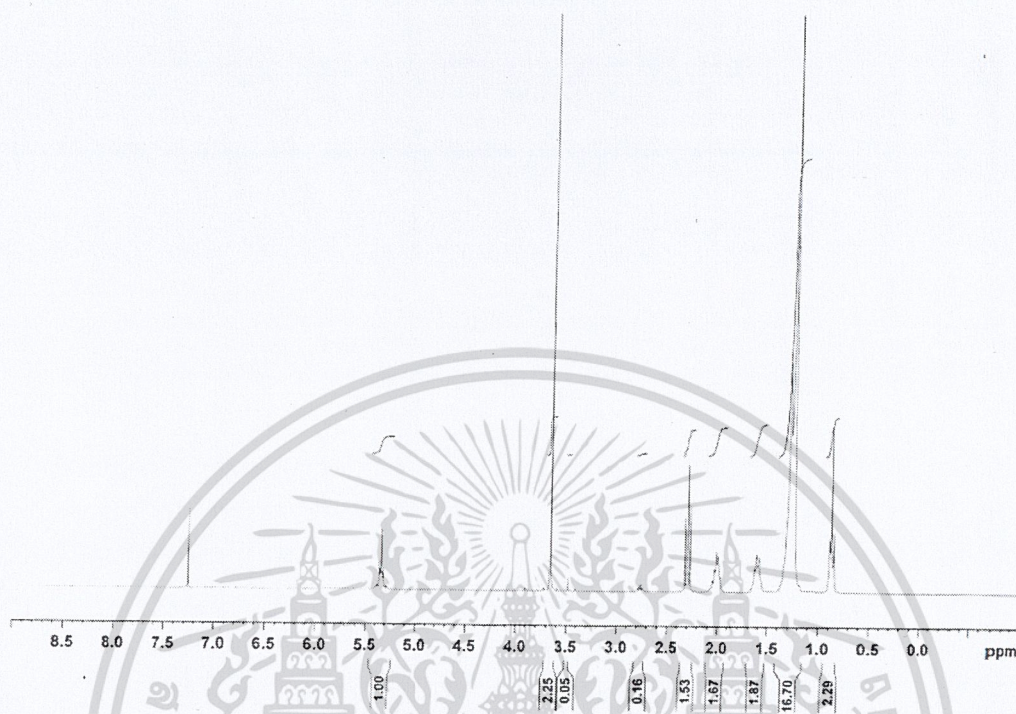
จากรูปที่ 4.14 เป็น FT-NMR สเปกตรัมของน้ำมันปาล์ม ซึ่งแสดงถึง $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของ เมทิลโปรตรอน ($\text{CH}_3\text{-C-}$) และเมทิลีนโปรตรอน ($\text{-C-CH}_2\text{-C-}$) ที่ δ 0.85-0.88 และ 1.25-1.30 ppm, สเปกตรัมของ $\text{-CH}_2\text{-C-COO-C-}$ ที่ δ 1.60-1.63 ppm, สเปกตรัมของ $\text{-CH}_2\text{-C=C}$ ที่ δ 2.00-2.04 ppm, สเปกตรัมของ $\text{-CH}_2\text{-COO-C-}$ ที่ δ 2.28-2.33 ppm, สเปกตรัมของ $\text{-C=C-CH}_2\text{-C=C-}$ ที่ δ 2.77-2.80 ppm, สเปกตรัมของ CH-OOC-R และ -CH-OOC-R ที่ δ 4.11-4.17 และ 4.27-4.32 ppm สเปกตรัมของ -CH=CH- ที่ δ 5.26-5.35 ppm [32]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.14 FT-NMR สเปกตรัมของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 30%KF/MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม 8:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก เวลาในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.15 FT-NMR สเปกตรัมของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา $30\%K_2CO_3/MgCaAl-LDH$ ที่อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม 8:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก เวลาในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.14 และ 4.15 เมื่อนำน้ำมันปาล์มมาทำการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์ด้วยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา $30\%KF/MgCaAl-LDH$ และ $30\%K_2CO_3/MgCaAl-LDH$ ตามลำดับ โดยสเปกตรัมของเมทิลเอสเทอร์มีลักษณะคล้ายคลึงกัน คือพบว่าตำแหน่งโปรตอนของ $CH-OOC-$ และ $-CH_2-OOC-R$ ในโมเลกุลไตรกลีเซอไรด์ที่ δ 4.27-4.32 และ 4.11-4.17 ppm หายไป (เทียบกับรูปที่ 4.13) เกิดเป็นตำแหน่งโปรตอนของ $R-COO-CH_3$ ในโมเลกุลของเมทิลเอสเทอร์ขึ้นมาแทนที่ δ 3.60-3.70 ppm แสดงว่าผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้เป็นเมทิลเอสเทอร์จริง [32]

4.3.3 การวิเคราะห์หาค่าความเป็นกรด (Acid value) และเลขไอโอดีน (Iodine value) ของเมทิลเอสเทอร์

เมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันที่แต่ละสภาวะ นำมาทดสอบค่าความเป็นกรด และเลขไอโอดีน ซึ่งผลที่ได้นำไปเปรียบเทียบกับค่ามาตรฐานที่กฎหมายกำหนด ซึ่งค่าความเป็นกรดจะทดสอบโดยวิธี ASTM D664 และเลขไอโอดีนจะถูกทดสอบโดยวิธี EN 14111 ผลของการทดสอบจะแสดงดังตารางที่ 4.9 และ ตารางที่ 4.10

ตารางที่ 4.9 ค่าความเป็นกรด และเลขไอโอดีนของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียมแคลเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วน โดยโมล เมทานอล ต่อน้ำมัน	ปริมาณ ตัวเร่ง ปฏิกิริยา (wt.%)	เวลา ในการทำ ปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	ค่าความเป็นกรด (mgKOH/g)	เลขไอโอดีน (g Iodine/100g)
MCA 0.5-1	6:1	3	2	0.24	10.74
MCA 1-1	6:1	3	2	0.21	10.58
MCA 2-1	6:1	3	2	0.19	11.10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.10 ค่าความเป็นกรด และเลขไอโอดีนของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันที่สภาวะต่างๆ เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียมแคลเซียม-อะลูมิเนียมเลเซอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ ที่ปรับปรุงด้วย KF และ K_2CO_3

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	ค่าความเป็นกรด (mgKOH/g)	เลขไอโอดีน (g Iodine/100g)
10% KF/MCA 2-1	6:1	3	2	0.17	10.47
30% KF/MCA 2-1	6:1	3	2	0.12	10.74
30% K_2CO_3 /MCA 2-1	6:1	3	2	0.10	11.12
30% K_2CO_3 /MCA 2-1	8:1	3	2	0.12	11.11
30% K_2CO_3 /MCA 2-1	8:1	7	2	0.08	11.01
30% K_2CO_3 /MCA 2-1	8:1	7	4	0.08	12.06

ตามเกณฑ์มาตรฐานของไบโอดีเซลตามที่กฎหมายกำหนด ค่าความเป็นกรดต้องไม่เกิน 0.5 mgKOH/g และเลขไอโอดีนต้องไม่เกิน 120 กรัมไอโอดีน/100 กรัม จากผลการวิเคราะห์เมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากสภาวะต่างๆ ดังตารางที่ 4.9 และ 4.10 พบว่าค่าความเป็นกรดอยู่ในช่วง 0.08 - 0.17 mgKOH/g และเลขไอโอดีนอยู่ในช่วง 10.47 - 12.06 กรัมไอโอดีน/100 กรัม ซึ่งค่าความเป็นกรดและเลขไอโอดีนอยู่ในเกณฑ์มาตรฐานของไบโอดีเซล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มด้วยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียมแคลเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (MgCaAl-LDH) ที่นำมาปรับปรุงด้วยโพแทสเซียมฟลูออไรด์ (KF) และโพแทสเซียมคาร์บอเนต (K_2CO_3) ซึ่งเตรียมโดยวิธีเอ็บซุ่ม และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากผลการทดลองสรุปได้ดังนี้

1. เมื่อนำ MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วนโดยโมลของแมกนีเซียมต่อแคลเซียม (Mg/Ca) เป็น 0.5:1, 1:1 และ 2:1 มาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส พบว่าโครงสร้างที่เป็นชั้นเกิดการพังทลายลง และเกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นแคลเซียมอะลูมิเนต ($CaAl_2O_4$) แคลเซียมคาร์บอเนต ($CaCO_3$) แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) และแมกนีเซียมอะลูมิเนต ($MgAl_2O_4$)

2. เมื่อนำ MgCaAl-LDH มาปรับปรุงด้วย KF ร้อยละ 10, 20 และ 30 โดยน้ำหนัก และ K_2CO_3 ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก จากนั้นทำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส พบว่าเกิดสารประกอบโพแทสเซียมออกไซด์ (K_2O) โดยปริมาณ K_2O เพิ่มขึ้นตามปริมาณของ KF ที่ใช้ในการปรับปรุง MgCaAl-LDH และ K_2CO_3 /MgCaAl-LDH มีปริมาณ K_2O มากกว่า KF/MgCaAl-LDH เมื่อใช้ปริมาณ K_2CO_3 และ KF เท่ากันที่ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก

3. ตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่อัตราส่วนโดยโมลของ Mg/Ca เป็น 2:1 จะให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงกว่าที่อัตราส่วน Mg/Ca เป็น 1:1 และ 0.5:1 เนื่องจากมีหมู่ไฮดรอกซิลที่มีความเป็นเบส เช่น $CaAl_2O_4$, $MgAl_2O_4$ และ MgO ที่มากกว่า

4. ตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่ปรับปรุงด้วย K_2CO_3 จะให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์สูงกว่า MgCaAl-LDH ที่ปรับปรุงด้วย KF เมื่อใช้ปริมาณของ K_2CO_3 และ KF เป็นร้อยละ 30 เนื่องจาก K_2CO_3 /MgCaAl-LDH ที่ผ่านการแคลไซน์จะเกิด K_2O ซึ่งมีความเป็นเบสสูง ในปริมาณที่มากกว่าของ KF/ MgCaAl-LDH

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. ในปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันปาล์มและเมทานอล โดยใช้ $30\%K_2CO_3/MgCaAl-LDH$ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่าสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์ม คืออัตราส่วนโดยโมลของ Mg/Ca เป็น 2:1 ชนิดและปริมาณเกลือโพแทสเซียมบนตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นเกลือโพแทสเซียมคาร์บอเนตที่ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันเป็น 8:1 โดยโมล ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 65 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง ซึ่งสภาวะที่เหมาะสมนี้ให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงสุดที่ร้อยละ 86.04

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ควรพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียมแคลเซียม-อลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ให้มีความเป็นเบสและมีประสิทธิภาพดียิ่งขึ้น โดยการเติมเกลือของโลหะหมู่ 1 ชนิดอื่นๆ เช่น $LiNO_3$ หรือ $NaNO_3$ ลงบนตัวเร่งปฏิกิริยา
2. ควรศึกษาปริมาณร้อยละของเกลือโพแทสเซียมและสภาวะอื่นๆ ที่จะส่งผลให้ได้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงขึ้น
3. ควรศึกษาการนำตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาใช้ใหม่ เพื่อเป็นการลดต้นทุนในการผลิต
4. ควรทำการทดสอบสมบัติทางด้านเชื้อเพลิง เช่น ความหนืด จุดวาบไฟ และค่าความร้อน ให้เป็นไปตามเกณฑ์มาตรฐานไบโอดีเซล
5. ควรนำไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้มาทดลองผสมกับน้ำมันดีเซล เพื่อใช้งานกับเครื่องยนต์จริง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] อุไรวรรณ กมลภพ, ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม, สารวิจัยเพื่อชุมชน: ปีที่ 1 ฉบับที่ 3 กันยายน - ธันวาคม 2555. **ตัวเร่งปฏิกิริยากระดูกไก่เพื่อผลิตน้ำมันไบโอดีเซล**. [online]. Available: www.journal.msu.ac.th/upload/articles/article887_75223.pdf
- [2] สถาบันวิจัยพลังงานฟิชกับไบโอดีเซล. [online]. Available: <http://www.thaibiodiesel.com/thaistory5.html>
- [3] คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล. **ไบโอดีเซลกับการใช้งาน**. [online]. Available: <http://www.vcharkarn.com/include/article/showarticle.php?Aid=409&page=2>
- [4] Ma, F. and Hanna, M.A. **Biodiesel Production: A Review**. *Bioresource Technology*, 70 (1999) 1-15.
- [5] Sandra, L.M., Rubi, R., Jose Carlos Lopez, A.R., Victor, S.M. and Reyna, N. **Preparation and Characterization of CaO Nanoparticle/ NaX Zeolite Catalysts for the Transesterification of Sunflower Oil**. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 50 (2011) 2665-2670.
- [6] Witchakorn, J. and Tharapong, V. **Kinetic Study of Used Vegetable Oil to Liquid Fuels over Sulfated Zirconia**. *Energy & Fuels* 19 (2005) 1783-1789.
- [7] Xiaoting, H., Zheng, Z., Defang, S., Yuantao, W. and Zhibing, Z. **Esterification of Fatty Acid by Zirconia Catalysts**. *Catalysis Letters* 133 (2009) 90-96.
- [8] Oguzhan, L. and Akin, A.N. **Transesterification of Canola Oil to Biodiesel Using MgO Loaded with KOH as a Heterogeneous Catalyst**. *Energy & Fuel* 23 (2009) 1786-1789.
- [9] Yun, W., Sheng-yang, H. and Yan-ping, G. **Preparation of Mesoporous Nanosized KF/ CaO- MgO Catalyst and its Application for Biodiesel Production by Transesterification**. *Catalysis Letters* 131 (2009) 574-578.
- [10] Xie, W., Peng, H. and Chen, L. **Calcined Mg-Al hydrotalcites as Solid Base Catalyst for Methanolysis of Soybean Oil**. *Journal of Molecular Catalysis* 246 (2006) 24-32.
- [11] Gao, L., Teng, G., Xiao, G. and Wei, R. **Biodiesel from Palm Oil via Loading KF/Ca-Al Hydrotalcite Catalyst**. *Biomass and Bioenergy* (2010) 1-6.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [12] Reyero, I., Velasco, I., Sanz, O., Montes, M., Arzamerdi, G. and Gandia, L.M. **Structured Catalyst Based on Mg-Al Hydrotalcite for The Synthesis of Biodiesel.** *Catalyst Today* 216 (2013).
- [13] คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล. **ความรู้เกี่ยวกับไบโอดีเซล.**[online]. Available: http://www.biodiesel.rdi.ku.ac.th/index.php?option=com_content&task=view&id=7&temid=12
- [14] คมสัน หุตะแพทย์, สุทัศน์า กำเนิดทอง, กำพล กาหลง และณัฐภูมิ สุดแก้ว. 2550. **ทำไบโอดีเซลใช้เอง.** หน้า 5-32, กรุงเทพฯ : สำนักพิมพ์เกษตรกรรมธรรมชาติ.
- [15] จตุพร วิทยาคูณ และนุรักษ์ กฤษฏานุรักษ์. 2547 **การเร่งปฏิกิริยา:พื้นฐานการประยุกต์.** กรุงเทพฯ : โรงพิมพ์มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์.
- [16] ทิพย์วิมล สุขวานิชย์เจริญ 2558. **การดูดซับสีย้อมรีแอคทีฟแบล็ค 5 และรีแอคทีฟออเรนจ์ 16 โดยใช้ไฮดรอกไซด์ผสมของแมกนีเซียมกับอลูมิเนียม.** วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาเคมีอุตสาหกรรม, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [17] อธิวัฒน์ อุดคำนี้. **ปฏิกิริยาของธาตุและสารประกอบของธาตุตามหมู่.**[online]. Available: <http://www.kme10.com/student/kme43/Index/patigiriya.html>
- [18] David, G. C., Lisa, J. G., Adam, F. L. and Karen, W. **Structure-reactivity correlation in MgAl hydrotalcite catalysts for biodiesel synthesis.** *Applied Catalyst A: General* 287 (2005) 183-190.
- [19] Wenlei, X., Hong, P. and Ligong, C. **Calcine Mg-Al hydrotalcites as solid base catalysts of methanolysis of soybean oil.** *Journal of molecular Catalyst A: Chemical* 246 (2006) 24-32.
- [20] Mônica C.G, and Célio L. **MgM (M=Al and Ca) oxides as basic catalysts in transesterification processes.** *Applied Catalysis A: General* 347 (2008) 162-168.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [21] Eugena, L., Zhi P.X. and Victor R. MgCoAl-LDH derived heterogeneous catalysts for the ethanol transesterification of canola oil to biodiesel. *Applied Catalysis B: Environmental* 88 (2009) 42-49.
- [22] จักรพงศ์ ไชยบุรี 2555. การเปรียบเทียบการผลิตน้ำมันไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา KF/Ca-Al และ KF/Sr-Al. *วารสารวิทยาศาสตร์บูรพา*. 17 (2555) 2 : 22-27.
- [23] Tian, Z. , and Zhao, J. Preparation of Biodiesel from Soybean Oil by Transesterification over Synthesized KF/ Hydrotalcite Catalyst. *Petrochemical Technology* 1 (2013) 120-128.
- [24] Fatimah, I. and Septian, P.Y. KF-Modified Natural Halloysite as Green Catalyst in Microwave Assisted Biodiesel Conversion. *Energy Procedia* 105 (2017) 1796-1805.
- [25] Guzman-Vargas, A. , Santos-Gutierrez, T. , Lima, E. , Flores-Moreno, J.L. , Oliver-Tolentino, M.A. and Martinez-Ortiz, M.J. Efficient KF loaded on MgCaAl hydrotalcite-like compounds in the transesterification of *Jatropha curcas* oil. *Journal of Alloys and Compounds* 643 (2015) 5-159-5164.
- [26] Santor, R.C.S. , Vreira, R.B. and Valentini, A. Optimization study in biodiesel production via response surface methodology using dolomite as a heterogeneous catalyst *Journal of Catalysis* (2014) 1-11.
- [27] Lijing, G. , Bo, X. , Guomin, X. and Jianhua, L. Transesterification of palm oil with methanol to biodiesel over a KF/Hydrotalcite solid catalyst. *Energy & Fuels* 22 (2008) 3531-3535.
- [28] Noiroj, K., Intrarapong, P., Luengnaruemitchai, A. and Jai-In, S. A comparative study of KOH/Al₂O₃ and KOH/NaY catalyst for biodiesel production via transesterification from palm oil. *Renewable Energy* 34 (2009) 1145-1150.
- [29] ธนพล ศิริพัฒนามงคล ธนัชพร อินพุ่ม และ ภัทรมน ถาวรศิลป์. การผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ที่เตรียมจากกระดูกไก่. *ปริญญาานิพนธ์วิทยาศาสตร์บัณฑิต, สาขาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง* (2558)
- [30] Teng, G. , Gao, L. , Xiao, G. and Liu, H. Biodiesel preparation from *Jatropha curcas* oil catalyzed by hydrotalcite loaded with K₂CO₃. 162 (2010) 1725-1736.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [31] Park, Y.M., Lee, D.W., Kim, D.K., Lee, J. and Lee, K.Y. The heterogeneous catalyst system for the continuous conversion of free fatty acid in used vegetable oils for the production of biodiesel. *Catalyst Today* 131 (2008) 238-243.
- [32] พลอยรุ่ง พิมพ์วรรณ และสุธินี ตั้งสมสุข. การสังเคราะห์ไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มโดยใช้ออกไซด์ผสมของแคลเซียมและแมกนีเซียมที่ปรับปรุงด้วยเกลือโพแทสเซียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา. ปรินญาณิพนธ์ วิทยาศาสตร์บัณฑิต, สาขาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (2557)
- [33] Shumaker, J.L., Crofcheck, C., Tackett, S.A., S.A., Santillan-Jimenez, E. and Crocker, M. Biodiesel production from soybean oil using calcined Li-Al layered double hydroxide catalysts. *Catalysis Letters* 115 (2007) 56-61.
- [34] Wenlei, X. and Tao, W. Biodiesel production from soybean oil transesterification using tin oxide supported WO_3 catalysts. *Fuel Processing Technology* 109 (2013) 150-155.
- [35] Infrared Spectopy differences between biodiesel prepare from rapeseed and the edible rapeseed oil. [online]. Available: <http://shimadzu.hr/sites/default/files/Infrared%20Spectroscopy%20differenced%20between%20biodies%20prepared%20from%20repe%20seed%20and%20the%20edible%20rapased%20oil.pdf>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

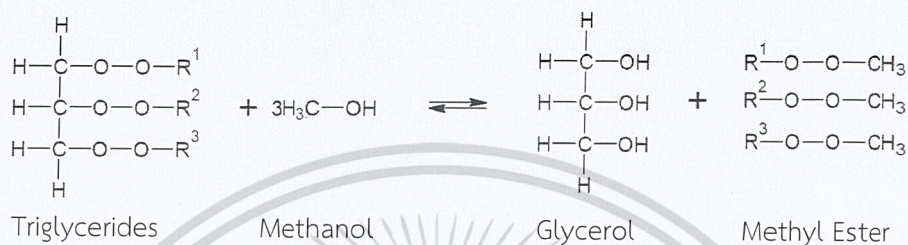


ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

การคำนวณหาร้อยละของเมทิลเอสเทอร์



จากสมการ แสดงปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันต้องใช้ 3 โมลของเมทานอล และ 1 โมลของ ไตรกลีเซอไรด์ เพื่อที่จะได้ 3 โมลของเมทิลเอสเทอร์กับ 1 โมลของกลีเซอรอล ดังนั้นร้อยละของผลิตภัณฑ์ (%yield) สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 1

$$\text{ร้อยละของผลิตภัณฑ์ (\%yield)} = \frac{\text{น้ำหนักของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้}}{\text{น้ำหนักของเมทิลเอสเทอร์ตามทฤษฎี}} \times 100 \quad (1)$$

ตัวอย่างการคำนวณ ที่สภาวะในการสังเคราะห์ไบโอดีเซล ใช้น้ำมันปาล์ม 100 กรัม ปริมาณของเกลือโพแทสเซียมคาร์บอเนตบนตัวรองรับแมกนีเซียมแคลเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมัน 8:1 ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง พบว่าน้ำหนักไบโอดีเซลมีน้ำหนักเท่ากับ 86.04 กรัม

ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์หาได้จาก

น้ำหนักของเมทิลเอสเทอร์ตามทฤษฎี	100	กรัม
น้ำหนักของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้	86.04	กรัม

$$\text{ดังนั้น ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ (\%yield)} = \frac{86.04}{100} \times 100 = 86.04 \%$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

1. ตารางบันทึกผลร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะต่าง ๆ

ตารางที่ ข.1 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของโลหะแมกนีเซียมต่อแคลเซียม (Mg/Ca) ของตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ชนิดของ ตัวเร่ง ปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยโมล ของ Mg/Ca (MgCa/Al = 3:1)	อัตราส่วน โดยโมล เมทานอล ต่อน้ำมัน	ปริมาณ ตัวเร่ง ปฏิกิริยา (wt.%)	เวลา ในการทำ ปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก ของน้ำมัน ที่ซังได้ (g)	น้ำหนัก ของเมทิล เอสเทอร์ ที่ซังได้ (g)	ร้อยละ ของเมทิล เอสเทอร์ (%yield)
MgCaAl	0.5:1	6:1	3	2	100.02	58.65	58.64
	1:1	6:1	3	2	100.01	61.67	61.66
	2:1	6:1	3	2	100.02	66.07	66.06

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.2 ผลของชนิดและปริมาณเกลือโพแทสเซียมในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	ปริมาณเกลือโพแทสเซียมบนตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนักของน้ำมันที่ซั้งได้ (g)	น้ำหนักของเมทิลเอสเทอร์ที่ซั้งได้ (g)	ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ (%yield)
KF/ MgCaAl-LDH	10	6:1	3	2	100.01	68.69	68.68
	20				100.01	72.04	72.03
	30				100.03	76.24	76.22
K ₂ CO ₃ / MgCaAl-LDH	30	6:1	3	2	100.05	79.20	79.16
KF/ MgCaAl-LDH (Non calcine)	30	6:1	3	2	100.06	74.47	74.43

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.3 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ชนิดของ ตัวเร่งปฏิกิริยา	ปริมาณเกลือ โพแทสเซียม ปฏิกิริยา (wt.%)	อัตราส่วน โดยโมล เมทานอล ต่อน้ำมัน	ปริมาณ ของตัวเร่ง ปฏิกิริยา (wt.%)	เวลา ในการทำ ปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก ของน้ำมัน ที่ซั่งได้ (g)	น้ำหนัก ของเมทิล เอสเทอร์ ที่ซั่งได้ (g)	ร้อยละ ของเมทิล เอสเทอร์ (%yield)
KF/ MgCaAl-LDH	30	6:1	3	2	100.03	76.24	76.22
		8:1			100.01	83.23	83.22
		10:1			100.05	77.75	77.71
		12:1			100.05	75.08	75.04
K ₂ CO ₃ / MgCaAl-LDH	30	6:1	3	2	100.05	79.20	79.16
		8:1			100.06	86.09	86.04
		10:1			100.05	82.56	82.52
		12:1			100.04	78.37	78.34

ตารางที่ ข.4 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ชนิดของ ตัวเร่ง ปฏิกิริยา	ปริมาณเกลือ โพแทสเซียม บนตัวเร่ง ปฏิกิริยา (wt.%)	อัตราส่วน โดยโมล เมทานอล ต่อน้ำมัน	ปริมาณของ ตัวเร่ง ปฏิกิริยา (wt.%)	เวลา ในการทำ ปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก ของน้ำมัน ที่ซั่งได้ (g)	น้ำหนัก ของเมทิล เอสเทอร์ ที่ซั่งได้ (g)	ร้อยละ ของเมทิล เอสเทอร์ (%yield)
K ₂ CO ₃ / MgCaAl-LDH	30	8:1	1	2	100.05	79.37	79.33
			3		100.06	86.09	86.04
			5		100.10	79.82	79.74
			7		100.07	78.93	78.87

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.5 ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ชนิดของ ตัวเร่ง ปฏิกิริยา	ปริมาณเกลือ โพแทสเซียม บนตัวเร่ง ปฏิกิริยา (wt.%)	อัตราส่วน โดยโมล เมทานอล ต่อน้ำมัน	ปริมาณ ของตัวเร่ง ปฏิกิริยา (wt.%)	เวลา ในการทำ ปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก ของน้ำมัน ที่ซั่งได้ (g)	น้ำหนัก ของเมทิล เอสเทอร์ ที่ซั่งได้ (g)	ร้อยละของ เมทิลเอส เทอร์ (%yield)
K ₂ CO ₃ / MgCaAl- LDH	30	3	8:1	1	100.03	83.15	83.13
				2	100.06	86.09	86.04
				3	100.02	84.39	84.38
				4	100.06	82.37	82.32

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. ตารางบันทึกค่าความเป็นกรด (Acid value) และ ค่าไอโอดีน (Iodine value)

ตารางที่ ข.6 ค่าความเป็นกรดของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียมแคลเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วนของ Mg/Ca (MgCa/Al = 3:1)	อัตราส่วนโดยโมล เมทานอล ต่อ น้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนักน้ำมันที่ซัง (g)	ปริมาตร KOH ที่ใช้ไทเทรต (ml)	ค่าความเป็นกรด (mgKOH/g)
MgCaAl	0.5:1	6:1	3	2	5.06	2.20	0.24
	1:1	6:1	3	2	5.02	1.90	0.21
	2:1	6:1	3	2	5.03	1.70	0.19

ตารางที่ ข.7 ค่าความเป็นกรดของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันที่สภาวะต่างๆ เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียมแคลเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ที่ปรับปรุงด้วย KF และ K_2CO_3

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	ปริมาณเกลือโพแทสเซียมบนตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	อัตราส่วนโดยโมล เมทานอล ต่อ น้ำมัน	ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนักน้ำมันที่ซัง (g)	ปริมาตร KOH ที่ใช้ไทเทรต (ml)	ค่าความเป็นกรด (mgKOH/g)
KF/ MgCaAl-LDH	10	6:1	3	2	5.01	1.40	0.17
KF/ MgCaAl-LDH	30	6:1	3	2	5.05	1.10	0.12
K_2CO_3 / MgCaAl-LDH	30	6:1	3	2	0.8	0.80	0.10
K_2CO_3 / MgCaAl-LDH	30	8:1	3	2	5.01	0.90	0.12
K_2CO_3 / MgCaAl-LDH	30	8:1	7	2	5.04	1.00	0.08
K_2CO_3 / MgCaAl-LDH	30	8:1	7	4	5.01	0.80	0.08

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.8 ค่าไอโอดีนของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียมแคลเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยโมลของ Mg/Ca (MgCa/Al = 3:1)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนักน้ำมันที่ซัง (g)	ปริมาตร $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ที่ใช้ไทเทรต (ml)	เลขไอโอดีน (g Iodine /100g)
MgCaAl	0.5:1	6:1	3	2	0.9932	9.60	10.74
	1:1	6:1	3	2	0.9967	9.65	10.58
	2:1	6:1	3	2	0.9950	9.45	11.10

ตารางที่ ข.9 ค่าไอโอดีนของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันที่สภาวะต่างๆ เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียม แคลเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ ที่ปรับปรุงด้วย KF และ K_2CO_3

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	ปริมาณเกลือโพแทสเซียมบนตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนักน้ำมันที่ซัง (g)	ปริมาตร $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ที่ใช้ไทเทรต (ml)	เลขไอโอดีน (g Iodine /100g)
KF/MgCaAl-LDH	10	6:1	3	2	0.9457	9.90	10.47
KF/MgCaAl-LDH	30	6:1	3	2	0.9346	9.85	10.74
K_2CO_3 /MgCaAl-LDH	30	6:1	3	2	0.9253	9.75	11.12
K_2CO_3 /MgCaAl-LDH	30	8:1	3	2	0.9142	9.80	11.11
K_2CO_3 /MgCaAl-LDH	30	8:1	7	2	0.957	9.65	11.01
K_2CO_3 /MgCaAl-LDH	30	8:1	7	4	0.9474	9.30	12.06

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



งานทะเบียนคณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
คำรับรองเล่มโครงการพิเศษ

วันที่ 24 เดือน มิถุนายน พ.ศ. 2562

ข้าพเจ้า นางสาวภัทราวรินทร์ ลำเลิศ รหัสประจำตัว 58050526
นางสาวอัฐติมา วิมลรัตน์ รหัสประจำตัว 58050569

นักศึกษาหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม ภาควิชาเคมี

ขอรับรองว่าโครงการพิเศษเรื่อง

ชื่อภาษาไทย

การสังเคราะห์ไบโอดีเซลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่ปรับปรุงด้วย
KF และ K_2CO_3

ชื่อภาษาอังกฤษ

Synthesis of biodiesel using MgCaAl-LDH modified with KF and K_2CO_3
as catalysts

ปีการศึกษา

2561

เป็นผลงานวิจัยที่มีได้คัดลอกหรือละเมิดลิขสิทธิ์ของผู้อื่นและได้ผ่านการตรวจสอบความซ้ำซ้อนเรียบร้อยแล้ว และได้
แนบเอกสารการตรวจสอบการลอกเลียนงานวรรณกรรมที่ตรวจสอบจากเล่มโครงการพิเศษฉบับสมบูรณ์แล้ว
โปรแกรมอักษราวินิจฉัย 1.72 %

ลงชื่อ.....ภัทราวรินทร์.....

ลงชื่อ.....อัฐติมา.....

(นางสาวภัทราวรินทร์ ลำเลิศ)

(นางสาวอัฐติมา วิมลรัตน์)

นักศึกษา

นักศึกษา

ข้าพเจ้า ดร.อำนาจ เพิ่มทรัพย์สกุล อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษ ได้ตรวจสอบโครงการพิเศษของนักศึกษาข้างต้น
แล้ว ขอรับรองว่าเป็นผลงานวิจัยของนักศึกษาจริงและมีเนื้อหาสมบูรณ์ จึงลงชื่อไว้เป็นหลักฐาน

ลงชื่อ.....

(ดร.อำนาจ เพิ่มทรัพย์สกุล)

อาจารย์ที่ปรึกษา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้