


การผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มและเมทานอลโดยใช้
โพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่
เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

PRODUCTION OF BIODIESEL FROM PALM OIL AND
METHANOL USING POTASSIUM SUPPORTED
CALCIUM OXIDE DERIVED FROM EGG SHELL AS
CATALYST



ชนกนาฏ ชาติเฟือก
ธนพร คำนึ่ง

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (สาขาเคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2562

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

PRODUCTION OF BIODIESEL FROM PALM OIL AND
METHANOL USING POTASSIUM SUPPORTED
CALCIUM OXIDE DERIVED FROM EGG SHELL AS
CATALYST



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 2019

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ การผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มและเมทานอลโดยใช้โพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา
Production of Biodiesel from Palm Oil and Methanol Using Potassium Supported Calcium Oxide Derived from Egg Shell as Catalyst

ชื่อนักศึกษา นางสาวชนกนาฏ ซาติเผือก รหัสนักศึกษา 59050379
นางสาวธนพร คำนึ่ง รหัสนักศึกษา 59050412

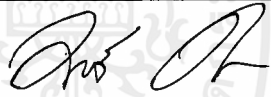


ปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)

ภาควิชา เคมี

ปีการศึกษา 2562

อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.อำนาจ เพิ่มทรัพย์สกุล

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.) อนุมัติให้โครงการพิเศษเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม) ประจำปีการศึกษา 2562

คณะกรรมการ	ลายมือชื่อ
ผศ.ดร.มนตรี ทองคำ ประธานกรรมการ	
ผศ.ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์ กรรมการ	
ดร.อำนาจ เพิ่มทรัพย์สกุล กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มและเมทานอลโดยใช้โพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา
ชื่อนักศึกษา	นางสาวชนกนาฏชาติเผือก รหัสนักศึกษา 59050379 นางสาวธนพร คำนึ่ง รหัสนักศึกษา 59050412
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชา	เคมี
คณะ	วิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)
ปีการศึกษา	2562
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.อำนาจ เพิ่มทรัพย์สกุล

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์ไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มกับเมทานอลด้วยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชัน โดยใช้เกลือโพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ผ่านการแคลไซน์ 1000 องศาเซลเซียส เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ โดยศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ ได้แก่ ชนิดของเกลือโพแทสเซียม อุณหภูมิในการแคลไซน์ ร้อยละของเกลือโพแทสเซียม อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา และเวลาในการทำปฏิกิริยา รวมถึงการนำกลับมาใช้ใหม่ จากการทดลองพบว่าการเติมเกลือโพแทสเซียมลงบนแคลเซียมออกไซด์ โดยผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 500 และ 600 องศาเซลเซียส และจากการเปรียบเทียบชนิดของเกลือโพแทสเซียมที่เติมลงบนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่พบว่าโพแทสเซียมฟลูออไรด์จะให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงกว่าโพแทสเซียมไอโอไดด์ โดยสภาพที่ดีที่สุดในการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์ คือ ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมฟลูออไรด์บนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ ที่มีปริมาณบนตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มคือ 9:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้คือ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส พบว่าได้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงถึง 88.76 นอกจากนั้นยังพบว่าเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้มีค่าความเป็นกรดและค่าไอโอดีนอยู่ในเกณฑ์มาตรฐานตามที่กฎหมายกำหนด

คำสำคัญ : ทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชัน, ไบโอดีเซล, KF, KI, แคลเซียมออกไซด์, เปลือกไข่ไก่

Title	Production of Biodiesel from Palm Oil and Methanol Using Potassium Supported Calcium Oxide Derived from Egg Shell as Catalyst	
Students	Miss Chanoknat Chatpuek	Student ID 59050379
	Miss Thanaporn Kumnueng	Student ID 59050412
Degree	Bachelor of Science (Industrial Chemistry)	
Department	Chemistry	
Faculty	Science	
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMUTL)	
Academic Year	2019	
Advisor	Dr.Amnat Permsubscul	

Abstract

The objectives of this research were synthesis of biodiesel via transesterification reaction of palm oil with methanol using potassium supported calcium oxide derived from egg shell calcined 1000 °C as catalyst. The variables that affect on the %yield of methyl ester, such as type of potassium salt, calcine temperature, content of potassium on the catalyst, mole ratios of methanol to palm oil, percentage of potassium salt, dosage of catalysts, reaction time and reusability of catalyst were also studied. The results showed that the reaction using potassium salt loaded on calcium oxide derived from egg shell by calcining at temperatures of 400, 500 and 600 °C. Besides, when compare the type of potassium salt, potassium fluoride was show to be the most effective than potassium iodide. Moreover, the highest yield of methyl ester, 88.76% was obtained by using 20 wt.% of potassium fluoride on calcium oxide derived from egg shell calcined at 600 °C , methanol to oil mole ratios of 9:1, catalyst dosage 1 wt.%, for 3 hours. Also, the properties of biodiesel were tested. It was found that the acid value and iodine value were all in the commercial standard requirements.

Keywords: Transesterification, Biodiesel, KF, KI, Calcium oxide, Egg shell

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษฉบับนี้สามารถสำเร็จลุล่วงได้เป็นอย่างดี ด้วยความกรุณาจากท่านอาจารย์ที่
ปรึกษา ดร.อำนาจ เพิ่มทรัพย์สกุล ที่ให้คำปรึกษาและตรวจทานแก้ไขโครงการฉบับนี้ให้มีความ
สมบูรณ์

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.มนตรี ทองคำ และ ผศ.ดร.ชวาลย์ ศรีวิงษ์ กรรมการสอบโครงการ
พิเศษที่ได้ให้คำแนะนำ ข้อชี้แนะ และตรวจสอบข้อมูลต่าง ๆ ในโครงการพิเศษฉบับนี้ให้มีความ
ถูกต้อง

ขอขอบพระคุณ คณาจารย์ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า
เจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่านที่ให้ความรู้และคำแนะนำ

ขอขอบพระคุณ เจ้าหน้าที่ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า
เจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่านที่อำนวยความสะดวกในด้านอุปกรณ์และสารเคมี

ขอขอบพระคุณ ครอบครัวอันเป็นที่รักสำหรับกำลังใจและการสนับสนุนที่มีให้เสมอมา

ขอขอบพระคุณ รุ่นพี่ทุกคนที่กรุณาให้คำแนะนำ และคอยช่วยเหลือ

ขอขอบพระคุณ เพื่อนๆ สาขาเคมีอุตสาหกรรม ที่คอยให้ความช่วยเหลือและให้กำลังใจอยู่
เสมอๆ

ชนกนาฏ ขาดิเฝือก
ธนพร คำนึ่ง

สารบัญ

เรื่อง	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูป	ญ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	3
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	5
1.5 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน	5
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	6
2.1 ไบโอดีเซล	6
2.2 องค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันพืช	7
2.3 ปาล์มน้ำมัน	9
2.4 ปฏิกริยาที่ใช้ในกระบวนการสังเคราะห์ไบโอดีเซล	10
2.4.1 การนำมาใช้กับเครื่องยนต์ดีเซลโดยตรงและการผสม	10
2.4.2 ไมโครอิมัลชัน (Microemulsion)	11
2.4.3 กระบวนการแตกสลายด้วยความร้อน (Thermal Cracking or Pyrolysis)	11
2.4.4 ปฏิกริยาที่ใช้ในกระบวนการสังเคราะห์ไบโอดีเซล	12
2.4.4.1 การทำปฏิกิริยาโดยใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	12
2.4.4.2 การทำปฏิกิริยาโดยใช้เบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	13
2.4.4.3 การทำปฏิกิริยาในเหนื่อวิกฤตของเมทานอล	15

สารบัญ (ต่อ)

เรื่อง	หน้า
2.5 ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	17
2.5.1 ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ (Homogeneous Catalyst)	17
2.5.2 ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์ (Heterogeneous catalyst)	17
2.5.3 แคลเซียมออกไซด์ (Calcium Oxide)	18
2.5.4 เปลือกไข่ (Egg Shell)	19
2.6 สมบัติทางด้านเชื้อเพลิงที่สำคัญของไบโอดีเซล	20
2.6.1 ค่าความร้อน (Heating value)	20
2.6.2 จุดวาบไฟ (Flash Point)	20
2.6.3 ความหนืด (Viscosity)	20
2.6.4 ค่าความเป็นกรด (Acid value)	20
2.6.5 เลขไอโอดีน (Iodine value)	21
2.7 ประโยชน์ของน้ำมันไบโอดีเซล	21
2.7.1 ประโยชน์ด้านสิ่งแวดล้อม	21
2.7.2 ประโยชน์ทางด้านสมรรถนะเครื่องยนต์	22
2.7.3 ประโยชน์ด้านเศรษฐกิจ	22
2.7.4 ประโยชน์ด้านการผลิตน้ำมันเชื้อเพลิงภายในประเทศ	22
2.8 ผลกระทบของไบโอดีเซลที่มีต่อเครื่องยนต์	23
2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	24
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย	27
3.1 สารเคมี	27
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ	28
3.3 วิธีการทดลอง	29
3.3.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์จาก เปลือกไข่ไก่	29
3.3.2 การวิเคราะห์คุณสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยา	31
3.3.3 การสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์	33

สารบัญ (ต่อ)

เรื่อง	หน้า
3.3.4 การทดสอบสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของเมทิลเอสเทอร์	39
3.3.4.1 การวิเคราะห์ค่าความเป็นกรด (Acid value)	39
3.3.4.2 การวิเคราะห์หาเลขไอโอดีน (Iodine value)	40
3.3.4.3 การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของตัวดูดซับด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ หาค่าการดูดซับไอโอดีน	42
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง	45
4.1 การศึกษาลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา	45
4.1.1 โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยา	45
4.1.2 ลักษณะพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา	51
4.1.3 พื้นที่ผิวจำเพาะของตัวเร่งปฏิกิริยา	57
4.1.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์ทางเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้เครื่อง ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์	58
4.2 การศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อร้อยละเมทิลเอสเทอร์	59
4.2.1 ผลของชนิดตัวเร่งปฏิกิริยาและอุณหภูมิในการแคลไซน์ตัวเร่งปฏิกิริยา ที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์	59
4.2.2 ผลของปริมาณของเกลือโพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์จาก เปลือกไข่ไก่ที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์	63
4.2.3 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมัน ที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์	66
4.2.4 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์	69
4.2.5 ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์	71
4.2.6 การศึกษาเสถียรภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาในการนำกลับมาใช้ใหม่	73
4.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์ทางเคมีและทดสอบสมบัติของเมทิลเอสเทอร์	74
4.3.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด สเปกโตรโฟโตมิเตอร์	75

สารบัญ (ต่อ)

เรื่อง	หน้า
4.3.2 การวิเคราะห์ลักษณะทางเคมีด้วยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มนิวเคลียร์ แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์	77
4.3.3 การวิเคราะห์ค่าความเป็นกรดและเลขไอโอดีนของเมทิลเอสเทอร์	80
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	82
5.1 สรุปผลการวิจัย	82
5.2 ข้อเสนอแนะ	83
เอกสารอ้างอิง	84
ภาคผนวก	88
ภาคผนวก ก	89
ภาคผนวก ข	93



สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 คุณสมบัติโดยทั่วไปของไบโอดีเซลเปรียบเทียบกับน้ำมันดีเซล	6
2.2 คุณสมบัติและองค์ประกอบกรดไขมันหลักของน้ำมันพืชชนิดต่างๆ	8
2.3 สมบัติของไหลภาวะเหนือวิกฤตเปรียบเทียบกับแก๊สและของเหลว	16
2.4 ประเภทปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชัน	16
2.5 การเปรียบเทียบปัจจัยต่างๆในการเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์และวิวิธพันธ์	18
2.6 องค์ประกอบทางเคมีของเปลือกไข่ไก่	19
2.7 คุณสมบัติมาตรฐานของไบโอดีเซล	21
2.8 การเปรียบเทียบมลพิษในไอเสียจากเครื่องยนต์ที่ใช้ไบโอดีเซล	24
2.9 การเปรียบเทียบผลการใช้ไบโอดีเซล 100% (B100) และน้ำมันดีเซลซึ่งผสมด้วยไบโอดีเซล 20% (B20)	24
3.1 อุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์ตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมบนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่	30
3.2 ตัวแปรในการศึกษาผลของชนิดตัวเร่งปฏิกิริยาและอุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์ ที่มีผลต่อร้อยละเมทิลเอสเทอร์	36
3.3 ตัวแปรในการศึกษาผลของปริมาณเกลือโพแทสเซียมบนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์ ที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์	36
3.4 ตัวแปรในการศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันที่มีผลต่อร้อยละของ เมทิลเอสเทอร์เมื่อใช้โพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	37
3.5 ตัวแปรในการศึกษาผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ เมื่อใช้โพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	37
3.6 ตัวแปรในการศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ เมื่อใช้โพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	38
3.7 ตัวแปรในการศึกษาผลของการนำกลับมาใช้ใหม่ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละของ เมทิลเอสเทอร์เมื่อใช้โพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	38
4.1 แสดงปริมาณธาตุองค์ประกอบของแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่และตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO ที่วิเคราะห์จากเครื่องSEM/EDX	56

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
4.2 ปริมาณไอโอดีนที่ดูดซับบนตัวเร่งปฏิกิริยา	57
4.3 ผลของชนิดตัวเร่งปฏิกิริยาและอุณหภูมิในการแคลไซน์ตัวเร่งปฏิกิริยา ที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์	60,
4.4 ผลของปริมาณของเกลือโพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ ที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์	64
4.5 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์	66
4.6 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์	69
4.7 ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์	71
4.8 ผลของจำนวนครั้งของการนำตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาใช้ใหม่ ที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์	73
4.9 แสดงหมู่ฟังก์ชันของน้ำมันปาล์มก่อนเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชัน และเมทิลเอสเทอร์ที่การดูดกลืนแสงที่เลขคลื่นต่างๆ	76
4.10 ค่าความเป็นกรด และเลขไอโอดีนของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO และ 20% KI/CaO ที่อุณหภูมิในการแคลไซน์ต่างๆ	80
4.11 ค่าความเป็นกรด และเลขไอโอดีนของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO และ 40% KF/CaO ที่สภาวะต่างๆ	81

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 โครงสร้างของไตรกลีเซอไรด์	7
2.2 แสดงผลของปาล์มน้ำมัน	9
2.3 ปฏิริยาการแตกสลายด้วยความร้อน	11
2.4 ปฏิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชัน	12
2.5 กลไกการเกิดปฏิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิริยากรด	13
2.6 กลไกการเกิดปฏิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิริยาเบส	14
2.7 ปฏิริยาสะปอนิฟิเคชัน (Saponification) ของกรดไขมัน	14
2.8 เฟสไดอะแกรมของของไหลเหนือภาวะวิกฤต	15
2.9 สมการแสดงปฏิริยา calcination แคลเซียมคาร์บอเนต	18
3.1 แสดงการนำตัวเร่งปฏิริยาไปทำการแคลไซน์	31
3.2 เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ (XRD)	32
3.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)	32
3.4 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ (FTIR).....	33
3.5 แสดงการตั้งอุปกรณ์สำหรับปฏิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชัน.....	34
3.6 แสดงการแยกชั้นของเมทิลเอสเทอร์และกลีเซอรอลในกรวยแยก.....	34
3.7 แสดงเมทิลเอสเทอร์ที่ผ่านการดูน้ำด้วยโซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัส	35
4.1 รูปแบบเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันของ เปลือกไข่ไก่ (a) และเปลือกไข่ไก่ที่ผ่านการแคลไซน์ 1000 °C (b)	46
4.2 รูปแบบเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันของตัวเร่งปฏิริยา KF/CaO ที่ปริมาณโพแทสเซียม ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 500 และ 600°C	47
4.3 รูปแบบเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันของตัวเร่งปฏิริยา KF/CaO ที่ปริมาณโพแทสเซียม ร้อยละ 10 20 30 และ 40 โดยน้ำหนัก แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C	50
4.4 รูปแบบเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันของตัวเร่งปฏิริยา KF/CaO และ KI/CaO ที่ปริมาณ โพแทสเซียม ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C	50
4.5 ลักษณะพื้นผิวของเปลือกไข่ไก่ CaO จากเปลือกไข่ไก่ และตัวเร่งปฏิริยา KF/CaO ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า	51

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.6 ลักษณะการกระจายตัวของธาตุต่างๆ บนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์ (CaO) จากเปลือกไข่ไก่ ที่ผ่านการแคลไซน์ที่ 1,000 °C โดยวิเคราะห์จากเครื่อง SEM/EDX	53
4.7 ลักษณะการกระจายตัวของธาตุต่างๆ บนตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO ที่ผ่านการแคลไซน์ที่ 600 °C โดยวิเคราะห์จากเครื่อง SEM/EDX	54
4.8 ลักษณะการกระจายตัวของธาตุต่างๆ บนตัวเร่งปฏิกิริยา 40% KF/CaO ที่ผ่านการแคลไซน์ที่ 600 °C โดยวิเคราะห์จากเครื่อง SEM/EDX	55
4.9 FT-IR สเปกตรัมของ CaO จากเปลือกไข่ไก่ และตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO ที่ปริมาณโพแทสเซียมร้อยละ 10 20 30 และ 40 โดยน้ำหนัก	58
4.10 ผลของชนิดตัวเร่งปฏิกิริยาและอุณหภูมิในการแคลไซน์ที่มีผลต่อร้อยละเมทิลเอสเทอร์	61
4.11 กลไกการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา CaO	62
4.12 ผลของปริมาณโพแทสเซียมบนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ ที่มีผลต่อร้อยละเมทิลเอสเทอร์	64
4.13 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO	67
4.14 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO ที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์	70
4.15 ผลของเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละเมทิลเอสเทอร์ เมื่อใช้ 20% KF/CaO เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	72
4.16 ผลของจำนวนครั้งในการนำตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO กลับมาใช้ใหม่ ที่มีผลต่อร้อยละเมทิลเอสเทอร์	74
4.17 FT-IR สเปกตรัมของน้ำมันปาล์มก่อนที่ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันและเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 และ 400 °C และ ตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KI/CaO แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C	75
4.18 FT-NMR สเปกตรัมของน้ำมันปาล์มแล้วจากเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกโตรโฟโตมิเตอร์	77

สารบัญญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.19 FT-NMR สเปกตรัมของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมัน เท่ากับ 9:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง	78
4.20 FT-NMR สเปกตรัมของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KI/CaO แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมัน เท่ากับ 9:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง	79



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจ

การเพิ่มขึ้นของประชากรและราคาปิโตรเลียมอีกทั้งปัญหามลภาวะในปัจจุบันต่างก็เป็นสาเหตุที่ทำให้มนุษย์คิดค้นพลังงานทดแทนที่สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้และไม่เป็นพิษภัยต่อสิ่งแวดล้อม ทำให้เกิดงานวิจัยแหล่งพลังงานทางเลือกอื่นๆซึ่งแหล่งพลังงานทางเลือกที่หลายประเทศสนใจพัฒนาได้แก่ พลังงานก๊าซชีวภาพ พลังงานชีวมวล พลังงานแสงอาทิตย์ และโดยเฉพาะอย่างยิ่ง พลังงานไบโอดีเซล [1]

ไบโอดีเซลคือน้ำมันเชื้อเพลิงที่มีคุณสมบัติเทียบเท่าน้ำมันดีเซลมีองค์ประกอบเป็นกรดไขมันที่มีหมู่อัลคิลเกาะอยู่ที่ปลายด้านหนึ่ง จุดเด่นของไบโอดีเซลได้แก่ ไม่มีองค์ประกอบของกำมะถัน เมื่อเผาไหม้แล้วจะไม่ทำให้เกิดก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ซึ่งเป็นก๊าซพิษเกิดเขมาน้อยกว่าน้ำมันดีเซล เป็นเชื้อเพลิงที่สามารถย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติและนำกลับมาใช้ใหม่ได้ ดังนั้นการผลิตไบโอดีเซลจึงเกิดขึ้นเพื่อให้บรรลุเป้าหมายในการใช้พลังงานทดแทนให้เป็นแหล่งพลังงานที่ยั่งยืน ไบโอดีเซลจึงมีศักยภาพในการแก้ปัญหาเศรษฐกิจและปัญหาสิ่งแวดล้อมได้ [2]

โดยทั่วไป การสังเคราะห์ไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มด้วยกระบวนการทางเคมีที่เรียกว่าทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันของไตรกลีเซอไรด์กับเมทานอล สามารถสังเคราะห์ได้โดยอาศัยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบส (Alkaline catalyst) หรือตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดสูง (strong acid catalysts) ในอุตสาหกรรมขนาดใหญ่นั้นมักใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ชนิดเบส (Homogeneous basic catalysts) เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH), โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) หรือแอลคอกไซด์ (Alkoxides) ซึ่งมีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาที่สูงกว่าเมื่อเทียบกับปฏิกิริยาที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรด แต่อย่างไรก็ตามการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบสนั้น สามารถทำให้เกิดปัญหาการปนเปื้อนได้ ซึ่งจำเป็นต้องมีขั้นตอนในการแยกตัวเร่งปฏิกิริยาที่ยุ่งยาก นอกจากนั้นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบสยังไม่เหมาะสมกับน้ำมันพืชที่มีปริมาณกรดไขมันอิสระ (Free fatty acid หรือ FFA) และน้ำในระดับที่สูงกว่า 0.5 และ 0.1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักตามลำดับ เพราะส่งผลให้เกิดการสร้างสบู่เป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้ ซึ่งแยกออกจากผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซลได้ยากจะทำให้ต้นทุนการผลิตสูงขึ้น และการเกิดเป็นกลีเซอรอลในปฏิกิริยา ส่งผลทำให้ได้ผลผลิตของไบโอดีเซลที่ลดลงอีกด้วยและในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ชนิดกรด (Homogeneous acid catalysts) เช่น กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) และกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดสามารถเร่งปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันของกรดไขมันอิสระ และปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันของไตรกลีเซอไรด์ได้พร้อมๆกัน จึงประหยัดต้นทุนเพราะไม่ต้องมีการกำจัดกรดไขมันอิสระออกก่อน แต่พบว่าอัตราการ

เกิดปฏิกิริยาจะต่ำกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบส ดังนั้นจึงต้องใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันนานกว่า อีกทั้งยังมีปัญหาในการแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากผลิตภัณฑ์ และสามารถเกิดการกัดกร่อนต่อผนังของเครื่องปฏิกรณ์ ระบบท่อและวาล์วได้ [3]

ทั้งนี้เพื่อเป็นการแก้ปัญหาและเพิ่มประสิทธิภาพของไบโอดีเซล พบว่าในตลอดช่วงระยะเวลาที่ผ่านมาได้มีผู้วิจัยสนใจศึกษาและทำการพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ชนิดกรดและเบสขึ้นอย่างหลากหลาย สำหรับเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน เช่น ออกไซด์ของโลหะแอลคาไลน์เอิร์ธ เช่น CaO , MgO , BaO และ SrO ซึ่งมีความเป็นเบสสูง สามารถให้ผลผลิตไบโอดีเซลมากที่อุณหภูมิต่ำและความดันบรรยากาศ ซึ่ง CaO เป็นออกไซด์ของโลหะแอลคาไลน์เอิร์ธที่ให้ผลผลิตไบโอดีเซลสูงและมีข้อดีในทางเศรษฐศาสตร์ นั่นคือมีราคาถูก เสถียรภาพดี ต้านทานต่อน้ำ และมีค่าการละลายต่ำ [4,5]

กากของเสียอุตสาหกรรมที่เกิดขึ้นในกระบวนการผลิต การบำบัดและการกำจัดมักจะถูกนำมาใช้ในการแก้ปัญหา แต่อย่างไรก็ตามกระบวนการบำบัดและกำจัดนั้นต้องมีค่าใช้จ่าย จึงทำให้ต้นทุนการผลิตนั้นสูงขึ้น ทำให้ปัจจุบันมีแนวทางที่จะลดของเสียจากกระบวนการผลิตหรือแปรรูปของเสียเพื่อกลับมาใช้ประโยชน์ในกระบวนการอื่นๆ ควบคู่กับการบำบัดและการกำจัดของเสีย การผลิตลูกไก่เนื้อ ในปี 2556 มีการผลิตไก่เนื้อ 1,104.05 ล้านตัว ของเสียที่เกิดจากกระบวนการผลิตคือเปลือกไข่ที่มีน้ำหนักเฉลี่ย 0.6 กรัม/ฟอง หรือประมาณ 660 ตัน/ปี และต้องใช้งบประมาณในการกำจัดโดยวิธีการฝังกลบประมาณ 8,000,000 บาท/ปี อีกทั้งยังเกิดปัญหาในการสรรหาพื้นที่ที่จะฝังกลบ และหากฝังกลบสิ่งที่เกิดขึ้นคือก๊าซมีเทน (Methane) ซึ่งส่งผลกระทบต่อคาร์บอนฟุตพริ้นท์ (Carbon footprint) ในผลิตภัณฑ์อีกด้วย จึงเป็นสิ่งสำคัญที่จะต้องมีความรู้ใหม่ในการจัดการปัญหาเปลือกไข่ [6]

เปลือกไข่ไก่มีส่วนประกอบสำคัญคือ แคลเซียมคาร์บอเนต (Calcium carbonate, CaCO_3) เป็นองค์ประกอบหลักถึง 98.2% โดยน้ำหนักเปลือกไข่ จึงทำให้เปลือกไข่สามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้หลายรูปแบบ เช่น ในอุตสาหกรรมเครื่องสำอาง เป็นส่วนผสมอาหารสัตว์ในอุตสาหกรรมปศุสัตว์ หากนำเปลือกไข่ไปเผาที่ความร้อน > 700 องศาเซลเซียส จะได้แคลเซียมออกไซด์ (CaO) เป็นผลผลิตซึ่งใช้เป็นสารปรับสภาพความเป็นกรดในดินหรือน้ำ ผลิตโซดาไฟ สารฟองขาว ตัวเร่งปฏิกิริยาเคมีในกระบวนการผลิตไบโอดีเซล เป็นต้น [7]

ดังนั้นงานวิจัยนี้มีจุดมุ่งหมายที่จะพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาแคลเซียมออกไซด์ซึ่งผลิตขึ้นจากวัตถุดิบต้นทุนต่ำ ได้แก่ เปลือกไข่ และทำการปรับปรุงความเป็นเบสด้วยเกลือโพแทสเซียม เพื่อใช้ในปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันของน้ำมันปาล์มเพื่อให้ได้ไบโอดีเซล โดยทำการศึกษาผลของตัวแปรที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ ได้แก่ ชนิดของเกลือโพแทสเซียม อุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์ตัวเร่งปฏิกิริยา ร้อยละของเกลือโพแทสเซียม อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมัน เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากเปลือกไข่ จากนั้นนำไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้มาทดสอบสมบัติทางกายภาพและทางเคมีต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย

- 1.) เพื่อสังเคราะห์ไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มด้วยกระบวนการทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชัน โดยใช้เกลือโพแทสเซียมบนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์ที่เตรียมจากเปลือกไข่ไก่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวិวิพันธ์
- 2.) เพื่อศึกษาอิทธิพลของตัวแปรที่มีผลกระทบต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเกลือโพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ ได้แก่ ชนิดของเกลือโพแทสเซียม อุณหภูมิในการแคลไซน์ ร้อยละของเกลือโพแทสเซียม อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา และเวลาในการทำปฏิกิริยา รวมถึงการนำกลับมาใช้ใหม่

1.3 ขอบเขตการวิจัย

- 1) ศึกษาอุณหภูมิในการแคลไซน์ของตัวเร่งปฏิกิริยาได้แก่ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส
- 2) ศึกษาลักษณะทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา ได้แก่
 - 1.1 ความเป็นผลึกและองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction Spectrometer, XRD)
 - 1.2 สัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)
 - 1.3 พื้นผิวจำเพาะของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้วิธีการดูดซับไอโอดีน (Iodine number)
 - 1.4 พิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier-Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR)

- 3) ศึกษาอิทธิพลของตัวแปรที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน รวมถึงหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ โดยตัวแปรที่ทำการศึกษา ได้แก่
- 3.1 ชนิดของเกลือโพแทสเซียม ได้แก่ โพแทสเซียมฟลูออไรด์ (KF) และโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI)
 - 3.2 ปริมาณของเกลือโพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ โดยศึกษาที่ร้อยละ 10, 20, 30 และ 40
 - 3.3 อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันโดยศึกษาที่อัตราส่วน 6:1, 9:1, 12:1 และ 15:1
 - 3.4 ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาโดยศึกษาที่ร้อยละ 1, 2, 3 และ 4 โดยน้ำหนัก เมื่อเทียบกับน้ำมันปาล์ม
 - 3.5 เวลาของปฏิกิริยา โดยศึกษาที่เวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง
 - 3.6 การนำตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาใช้ใหม่ จำนวน 1, 2, 3 และ 4 รอบ
- 4.) ทดสอบสมบัติทางด้านเชื้อเพลิงของไบโอดีเซล ได้แก่ เลขไอโอดีนและความเป็นกรด
- 5.) ศึกษาถึงลักษณะทางเคมีของไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้จากน้ำมันปาล์มที่ผ่านกระบวนการทรานส์เอสเทอริฟิเคชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากเกลือโพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์ที่เตรียมได้จากเปลือกไข่ไก่ด้วยเครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Furier-Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR) และเครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์ม นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Furier-Transform Nucler Magnetic Resonance Spectrophotometer, FT-NMR)

1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.) ทราบถึงประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาเกลือโพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันปาล์มและเมทานอล
- 2.) ทราบถึงอิทธิพลของตัวแปรสภาวะที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ ได้แก่ ชนิดของเกลือโพแทสเซียมที่ใช้ในการปรับปรุงแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ ปริมาณของเกลือโพแทสเซียม อุณหภูมิในการแคลไซน์ตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา และเวลาในการทำปฏิกิริยา

1.5 ขั้นตอนของการวิจัยและแผนการดำเนินงาน

ขั้นตอนการดำเนินงาน	เดือน									
	กย.	ตค.	พย.	ธค.	มค.	กพ.	มีค.	เมย.	พค.	
1ศึกษาข้อมูล ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง										
2ออกแบบวิธีการทดลอง.										
3ทำการทดลองสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา.										
4ตรวจสอบลักษณะทางเคมี และทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา										
5ทำการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์.										
6วิเคราะห์ผลการทดลอง										
7สรุป และรายงานผล.										

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ไบโอดีเซล [8]

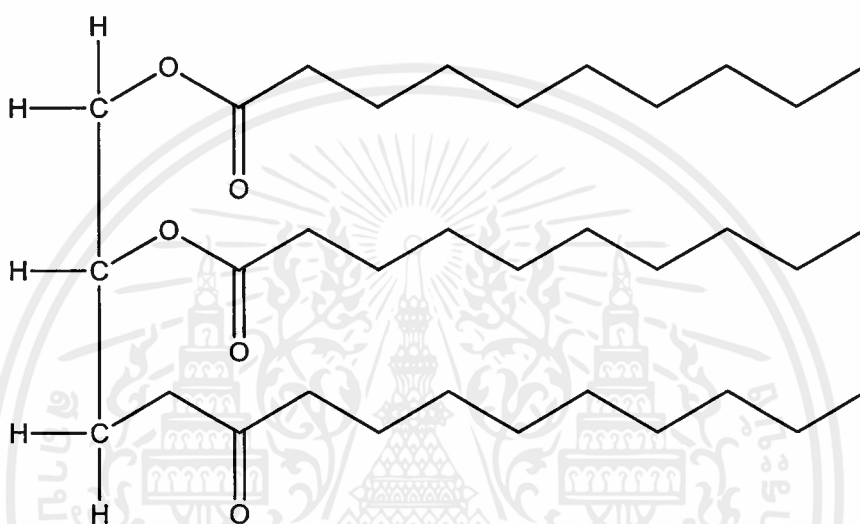
ไบโอดีเซลเป็นเชื้อเพลิงทดแทนทางเลือกนอกเหนือจากดีเซลที่ผลิตจากปิโตรเลียมซึ่งเป็นเชื้อเพลิงดีเซลที่ผลิตจากแหล่งทรัพยากรหมุนเวียนเช่นน้ำมันพืชหรือไขมันสัตว์โดยมีคุณสมบัติการเผาไหม้เหมือนกับดีเซลจากปิโตรเลียมมากจึงสามารถใช้ทดแทนกันได้คุณสมบัติที่สำคัญอีกอย่างของไบโอดีเซลคือสามารถย่อยสลายได้เองตามกระบวนการทางชีวภาพในธรรมชาติ (Biodegradation) และไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมดังนั้นการใช้ไบโอดีเซลแทนการใช้น้ำมันดีเซลจากปิโตรเลียมจึงเป็นการช่วยลดมลภาวะในอากาศเนื่องจากไบโอดีเซลมีออกซิเจนผสมอยู่มากกว่าน้ำมันดีเซลอีกทั้งยังสามารถเพิ่มรายได้ให้กับเกษตรกรเพราะไบโอดีเซลผลิตมาจากน้ำมันพืชและไขมันสัตว์ แสดงดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติโดยทั่วไปของไบโอดีเซลเปรียบเทียบกับน้ำมันดีเซล [8]

Fuel property	Diesel	Biodiesel
Fuel standard	ASTMD975	ASTM D6751
Lower heating value, Btu/gal	~129,050	~118,170
Kinematic viscosity, (40 °C)	1.3 to 4.1	4.0 to 6.0
Specific gravity kg/l, (60 °F)	0.85	0.88
Density, lb/gal (15 °C)	7.079	7.328
Water and sediment, vol%	0.05 max	0.05 max
Carbon, wt%	87	77
Hydrogen, wt%	13	12
Sulfur, wt%	0.05 max	0.0 to 0.0024
Boiling point, °C	180 to 340	315 to 350
Flash point, °C	60 to 80	100 to 170
Cloud point, °C	-18 to 5	-3 to 12
Pour point, °C	-35 to -15	-15 to 10
Cetane number	40 to 55	48 to 65
Lubricity SLBOCLE, grams	2,000 to 5,000	>7,000

2.2 องค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันพืช [9]

โดยทั่วไปแล้วน้ำมันพืชหรือน้ำมันสัตว์ทุกชนิดเป็นสารประกอบประเภทไตรกลีเซอไรด์ (Triglyceride) ที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างกลีเซอรอลกับกรดไขมันที่มีคาร์บอนอะตอมตั้งแต่ 10 ถึง 30 ตัว (แสดงดังรูปที่ 2.1) น้ำมันพืชและน้ำมันสัตว์มีกรดไขมันชนิดต่างๆกันเป็นองค์ประกอบ โดยที่มีปริมาณของกรดไขมันอยู่ในโครงสร้างถึงร้อยละ 94-96 ของน้ำหนักโมเลกุลของไตรกลีเซอไรด์ ทำให้คุณสมบัติของน้ำมันแต่ละชนิดทั้งทางเคมีและกายภาพแตกต่างกันไปตามคุณสมบัติของกรดไขมันที่เป็นองค์ประกอบ



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของไตรกลีเซอไรด์ [9]

น้ำมันพืชส่วนใหญ่แล้วมีคาร์บอนเป็นองค์ประกอบในกรดไขมันระหว่าง 12 ถึง 18 ตัว มีปริมาณกรดไขมันอิ่มตัวและไม่อิ่มตัวในปริมาณที่ต่างกัน น้ำมันพืชที่มีกรดไขมันอิ่มตัวปริมาณสูงจะมีค่าไอโอดีนสูงขึ้นตามลำดับ เมื่อมีปริมาณกรดไขมันไม่อิ่มตัวสูงขึ้นน้ำมันพืชเป็นสารที่ไม่อยู่ตัวถูกออกซิไดซ์และเกิดปฏิกิริยาโพลี-เมอไรเซชันได้ที่อุณหภูมิสูงเมื่อเกิดปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชันแล้วน้ำมันจะมีความหนืดสูงขึ้นเนื่องจากมีสารเหนียวเกิดขึ้น โดยทั่วไปค่าไอโอดีนของน้ำมันพืชจะเป็นดัชนีชี้บอกถึงการเกิดปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชันได้มากหรือน้อย ฉะนั้นการเลือกใช้น้ำมันพืชที่มีค่าไอโอดีนต่ำเป็นเชื้อเพลิงจะเป็นการป้องกันการเกิดสารเหนียวอันเนื่องมาจากปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชันในเครื่องยนต์ได้ ในเบื้องต้นสมบัติและองค์ประกอบกรดไขมันหลักของน้ำมันพืชชนิดต่างๆ แสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 คุณสมบัติและองค์ประกอบกรดไขมันหลักของน้ำมันพืชชนิดต่างๆ [9]

น้ำมันดิบ	ค่าไอโอดีน	องค์ประกอบกรดไขมันหลัก						
		C12:0	C14:0	C16:0	C18:0	C18:1*	C18:2*	C18:3*
น้ำมันปาล์ม	14.1-21.0	ND-0.5	0.5-2.0	39.3-47.5	3.5-6.0	36.0-44.0	9.0-12.0	ND-0.5
น้ำมันปาล์มโอสลิน	>56	0.1-1.5	0.5-1.5	38.0-43.5	3.5-5.0	39.8-46.0	10.0-13.5	ND-0.6
น้ำมันปาล์มสเตียรีน	<48	0.1-1.5	1.0-2.0	48.0-74.0	3.9-6.0	15.5-36.0	3.0-10.0	0.5
น้ำมันเมล็ดในปาล์ม	50.0-55.0	45.0-55.0	14.0-18.0	6.5-10.0	1.0-3.0	12.0-19.0	1.0-3.5	ND-0.2
น้ำมันมะพร้าว	6.3-10.6	45.1-53.2	16.8-21.0	7.5-10.2	2.0-4.0	5.0-10.0	1.0-2.5	ND
น้ำมันถั่วลิสง	86-107	ND-0.1	ND-0.1	8.0-14.0	1.0-4.5	35.0-67.0	13.0-43.0	ND-0.3
น้ำมันเมล็ดสบู่ดำ	101	ND	ND	14.9	6	41.2	37.4	ND
น้ำมันเมล็ดเรป	94-120	ND	ND-0.2	1.5-6.0	0.5-3.1	8.0-60.0	11.0-23.0	5.0-13.0
น้ำมันถั่วเหลือง	124-139	ND-0.1	ND-0.2	8.0-13.5	2.0-5.4	17.7-28.0	49.8-59.0	5.0-11.0

หมายเหตุ ND: ไม่พบ

*1 กรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัวมีพันธะคู่ระหว่างคาร์บอน 1 แห่ง

*2 กรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัวมีพันธะคู่ระหว่างคาร์บอน 2 แห่ง

*3 กรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัวมีพันธะคู่ระหว่างคาร์บอน 3 แห่ง

2.3 ปาล์มน้ำมัน [10]

ปาล์มน้ำมัน (Oil palm) เป็นพืชน้ำมันที่นิยมใช้เป็นวัตถุดิบหลักสำหรับการผลิตไบโอดีเซลในประเทศไทยเนื่องจากเป็นพืชที่มีศักยภาพในการนำมาผลิตเป็นเชื้อเพลิงสูงกว่าพืชน้ำมันชนิดอื่นคือมีต้นทุนการผลิตต่ำ ให้ผลผลิตต่อพื้นที่สูง โดยปาล์มน้ำมันให้ผลผลิตน้ำมันต่อไร่สูงกว่าเมล็ดเรพซึ่งใช้เป็นวัตถุดิบหลักในการผลิตไบโอดีเซลในประเทศแถบยุโรปถึง 5 เท่าและสูงกว่าถั่วเหลืองที่ใช้กันมากในสหรัฐอเมริกาถึง 10 เท่าเนื่องจากปาล์มน้ำมันเป็นพืชยืนต้น ทนต่อผลกระทบจากภัยธรรมชาติ อีกทั้งสามารถเก็บเกี่ยวผลผลิตได้นานถึง 20 ปี จึงทำให้ความต้องการน้ำมันปาล์มดิบในประเทศเพิ่มขึ้นอีกเป็นจำนวนมาก ในประเทศที่มีการปลูกปาล์มน้ำมันมากที่สุดคือประเทศมาเลเซีย สำหรับความคุ้มค่าในการเพาะปลูกปาล์มน้ำมันนั้น จากข้อมูลของกระทรวงเกษตรและสหกรณ์การเกษตรพบว่าโดยเฉลี่ยการเพาะปลูกน้ำมันมีผลตอบแทนกำไรต่อไร่สูงถึงประมาณ 4,000 บาทต่อปี จึงมีส่งเสริมให้เกษตรกรมีการปลูกปาล์มพันธุ์ดีทดแทนพืชอื่น ๆ ที่มีรายได้ต่ำกว่าและให้ความรู้เกี่ยวกับเทคโนโลยีการเพาะปลูกแก่เกษตรกร โดยพื้นที่เพาะปลูกส่วนใหญ่จะอยู่ในพื้นที่ภาคใต้ เช่น จังหวัดชุมพร สุราษฎร์ธานี กระบี่ ตรัง สงขลา และสตูล



รูปที่ 2.2 แสดงผลของปาล์มน้ำมัน [10]

ผลปาล์มมีส่วนให้น้ำมันสองส่วนคือเมล็ดใน (Kernel) และเนื้อหุ้มเมล็ดน้ำมัน น้ำมันในเมล็ดมีสมบัติคล้ายน้ำมันมะพร้าวคือมีกรดลอริก (Lauric) ส่วนน้ำมันปาล์มจากส่วนเนื้อหุ้มเมล็ดมีองค์ประกอบคล้ายน้ำมันหมู่วิตามินเอและอีสูงกว่าน้ำมันพืชชนิดอื่น ผลปาล์มสุกมีเอนไซม์ที่ทำให้เกิดการโตไขมันอิสระในตัวเองสูงอย่างรวดเร็ว ดังนั้นปาล์มสุกเมื่อตัดจากต้นต้องส่งโรงงานสกัดโดยเร็ว การสกัดน้ำมันปาล์มมีหลายวิธีมีทั้งสกัดจากปาล์มทั้งผล (เนื้อผสมเมล็ด) สกัดเฉพาะเนื้อปาล์มและสกัดจากเมล็ดใน โดยน้ำมันที่ได้จะมีสมบัติและองค์ประกอบแตกต่างกัน น้ำมันจากเมล็ดในปาล์มคิดเป็นร้อยละ 44-55 ของเมล็ดปาล์มแห้งมักนำมาใช้ทำสบู่และผลิตอาหารเช่นมาร์การีนและเนย มีค่าไอโอดีนสูงกว่าน้ำมันมะพร้าวเพราะว่ามีกรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัวเป็นส่วนประกอบมากกว่าและมีกรดไขมันชนิดอิ่มตัวที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำเช่นกรดคาพรอิก (Caproic) และกรดคาพโรลิก (Caprylic) น้อยกว่าน้ำมันมะพร้าว จุดหลอมเหลวสูงกว่าน้ำมันมะพร้าว $2-3^{\circ}\text{C}$ และเนื่องจากค่าไอโอดีนสูงกว่า น้ำมันมะพร้าวเมื่อทำไฮโดรจีเนชัน จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางกายภาพมากกว่าน้ำมันเมล็ดในปาล์ม สามารถแยกออกเป็นส่วนของแข็งและส่วนที่เป็นของเหลวได้โดยการกรองและการบีบอัดความดันส่วนที่เป็นของแข็งเรียกว่าสเตียรีนใช้ทาเนยส่วนที่เป็นของเหลวเรียกว่าโอเลอินใช้บริโภคและอุตสาหกรรมสบู่

น้ำมันปาล์มมีส่วนประกอบจำนวนมากเป็นกรดไขมันอิ่มตัวโดยเฉพาะอย่างยิ่งกรดปาล์มมิติก (Palmitic) โอเลอินเป็นส่วนหนึ่งของเหลวที่เหลือจากการตกผลึกของสเตียรีนซึ่งมีส่วนประกอบของกรดไขมันไม่อิ่มตัวสูงเช่นกรดโอเลอิก (Oleic) และกรดลิโนเลอิก (Linoleic) น้ำมันปาล์มเป็นสารอินทรีย์ประเภทไตรกลีเซอไรด์ (Triglyceride) ซึ่งเมื่อทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์จะได้เอสเทอร์ (Ester) และกลีเซอรอล (Glycerol) จากการวิเคราะห์กรดไขมันของน้ำมันปาล์มพบว่ามีกรดไขมันอิ่มตัวเช่น (Myristic) ปาล์มมิติกและสเตียริก (Stearic) รวมร้อยละ 52 ที่เหลือเป็นกรดไขมันไม่อิ่มตัว เช่น โอเลอิก ลิโนเลอิก และลิโนเลนิก (Linolenic)

2.4 ปฏิกริยาที่ใช้ในกระบวนการสังเคราะห์ไบโอดีเซล [9]

ไบโอดีเซลที่สามารถทดแทนน้ำมันดีเซลจากปิโตรเลียม สามารถเตรียมได้ 4 วิธี

2.4.1 การนำมาใช้กับเครื่องยนต์ดีเซลโดยตรงและการผสม (Direct use and Blending)

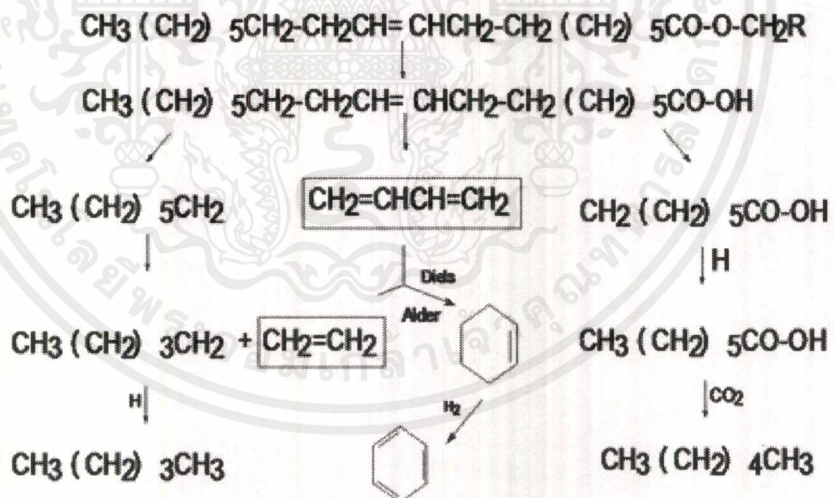
ไบโอดีเซลประเภทนี้เกิดจากการผสมกันระหว่างน้ำมันพืชกับน้ำมันปิโตรเลียม เพื่อลดความหนืดของน้ำมันพืชโดยตรงโดยไม่ต้องเสียสารเคมีอื่นเพื่อการเปลี่ยนแปลง แต่ถ้าผสมมากเกินไปอาจเกิดผลกระทบต่อเครื่องยนต์ในระยะยาว เพราะน้ำมันพืชมีส่วนประกอบของไขมันอิสระนำไปสู่ปัญหาเสื่อมสภาพของน้ำมันเครื่อง ซึ่งทำให้เกิดคราบยางเหนียวจากปฏิกิริยาออกซิเดชันระหว่างการเก็บรักษาและปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันจากการเผาไหม้ไม่สมบูรณ์ทั้งนี้ในการนำน้ำมันพืชผสมกับน้ำมันดีเซล พบว่าอัตราส่วนโดยมวลของน้ำมันดีเซลต่อน้ำมันพืชที่อัตราส่วน 80:20 จะให้ผลเหมือนกรณีใช้น้ำมันดีเซล ร้อยละ 100 อัตราส่วนดังกล่าวจึงเป็นที่นิยมใช้มากที่สุด

2.4.2 ไมโครอิมัลชัน (Microemulsion)

ไมโครอิมัลชัน คือ คอลลอยด์ที่กระจายตัวในสภาวะสมดุลโดยมีอนุภาคในคอลลอยด์ส่วนมากอยู่ใน ช่วง 1-150 นาโนเมตร ซึ่งเป็นวิธีการหนึ่งเพื่อแก้ปัญหาค่าความหนืดสูงในน้ำมันพืชให้ มีค่าความหนืดลดลง โดยใช้ควบคู่กับตัวทำละลายเช่น เมทานอล เอทานอล และ 1-บิวทานอล ไมโครอิมัลชันที่เกิดจากเมทา-นอลกับน้ำมันพืชจะได้น้ำมันที่มีคุณสมบัติใกล้เคียงกับน้ำมันดีเซล แต่เมื่อนำมาทดสอบกับเครื่องยนต์พบว่ามีการสะสมตัวของคราบ (ซึ่งเป็นสารประกอบคาร์บอน) เกาะรอบๆ หัวฉีดและวาล์วของเครื่องยนต์ซึ่งเป็นข้อเสียของน้ำมันที่ผลิตโดยวิธีนี้

2.4.3 กระบวนการแตกสลายด้วยความร้อน (Thermal Cracking or Pyrolysis)

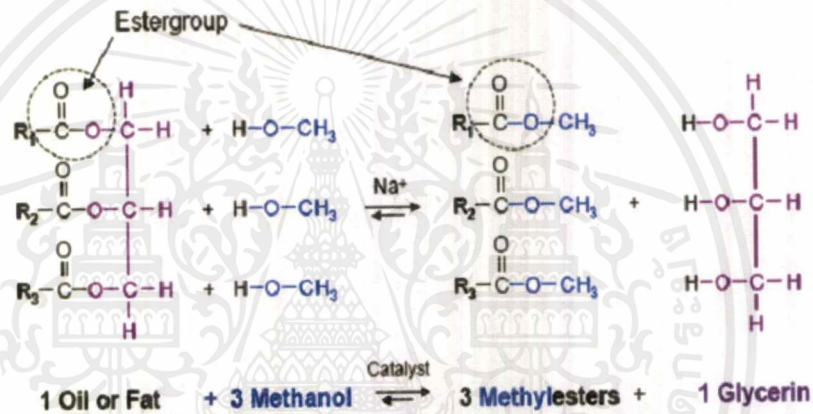
กระบวนการไพโรไลซิสเป็นการเปลี่ยนจากสารประกอบหนึ่งชนิดไปเป็นสารประกอบอื่นๆ มากกว่าหนึ่งชนิด โดยใช้ความร้อนหรือใช้ความร้อนร่วมกับตัวเร่งปฏิกิริยา ทั้งนี้จะต้องจำกัดปริมาณ อากาศหรือออกซิเจนที่ใช้ในกระบวนการด้วยเพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการเผาไหม้ที่สมบูรณ์ อุณหภูมิที่ใช้ ในกระบวนการประมาณ 450 - 600 องศาเซลเซียส สารประกอบที่ผ่านกระบวนการไพโรไลซิสจะถูก ทำให้มีขนาดโมเลกุลที่เล็กลง ซึ่งกระบวนการนี้ยากที่จะกำหนดหรือควบคุมให้ได้ผลผลิตตามที่ต้องการ เนื่องด้วยความหลากหลายทางปฏิกิริยาและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการ วัตถุดิบที่สามารถ นำมาใช้ในกระบวนการไพโรไลซิสได้แก่ น้ำมันพืช ไขมันสัตว์ กรดไขมันธรรมชาติ (Natural Fatty Acid) และเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน



รูปที่ 2.3 ปฏิกิริยาการแตกสลายด้วยความร้อน [9]

2.4.4 ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิเคชัน

เป็นการทำปฏิกิริยาระหว่างไตรกลีเซอไรด์ของไขมันสัตว์หรือน้ำมันที่ผ่านการแปรรูปด้วยกระบวนการทางเคมีที่เรียกว่าทรานส์เอสเทอร์ิเคชัน โดยการนำเอาน้ำมันพืชหรือไขมันสัตว์มาผ่านการกรองก่อนที่จะถูกนำไปทำปฏิกิริยากับต่างเพื่อกำจัดอนุมลไขมันอิสระแล้วจึงผสมรวมกับเมทานอลและโซเดียมไฮดรอกไซด์หรือโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ทำให้ไตรกลีเซอไรด์ในน้ำมันถูกเปลี่ยนเป็นเอสเทอร์และกลีเซอรอล เมื่อกลิเซอ- รอลถูกกำจัดออกจากน้ำมันพืชแล้ว โมเลกุลที่เหลือจะมีสมบัติคล้ายกับน้ำมันปิโตรเลียมจะต่างกันที่โมเลกุลของไบโอดีเซลเป็นกลุ่มของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่มีกำมะถันหรือองค์ประกอบที่ซับซ้อนอื่น ๆ วิธีนี้นิยมในเชิงพาณิชย์ โดยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิเคชันสามารถทำได้หลายวิธี ได้แก่



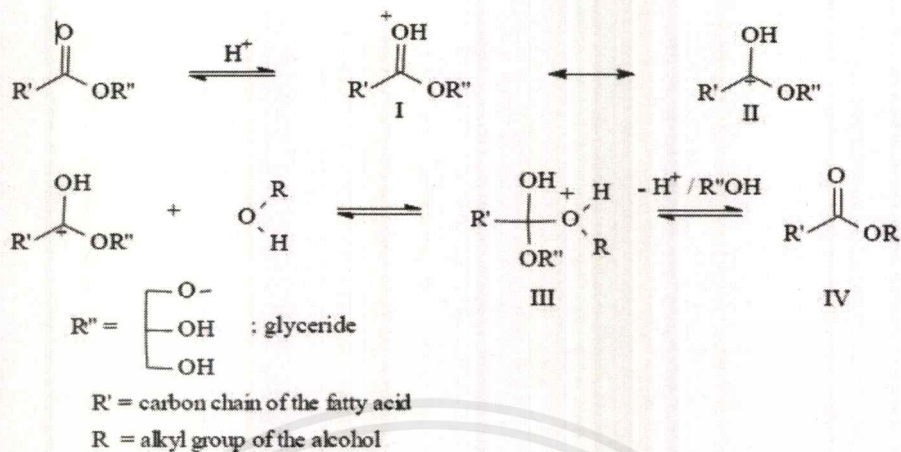
รูปที่ 2.4 ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิเคชัน [9]

2.4.4.1 การทำปฏิกิริยาโดยใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิเคชันสามารถเร่งปฏิกิริยาได้ด้วยกรดบรอนสเตด (Bronsted) เช่น กรด-ซัลโฟนิก กรดซัลฟูริก เป็นต้น การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยานี้ให้ปริมาณผลิตภัณฑ์ค่อนข้างสูง แต่เกิดปฏิกิริยาช้ามาก โดยต้องใช้อุณหภูมิสูงกว่า 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลามากกว่า 3 ชั่วโมง เพื่อทำให้เกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์

การใช้ตัวเร่งที่เป็นกรดมีข้อเสียคืออัตราการเกิดปฏิกิริยาต่ำมาก เวลาที่ใช้ในการผลิตไบโอดีเซลจึงใช้เวลานาน กลไกของปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิเคชันที่ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเริ่มจากขั้นแรกโปรตอนจากตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดจะเข้าทำปฏิกิริยากับหมู่คาร์บอนิล (Carbonyl Group) ของโมโนกลีเซอไรด์เกิดเป็นคาร์โบแคตไอออน (Carbocation) จากนั้นคาร์โบแคตไอออนจะทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์เกิดเป็นสารมัธยันตร์เตตระฮีดรอล (Tetrahedral Intermediate) และเมื่อกำจัดกลีเซอรอลและโปรตอนก็จะได้เอสเทอร์ [11]

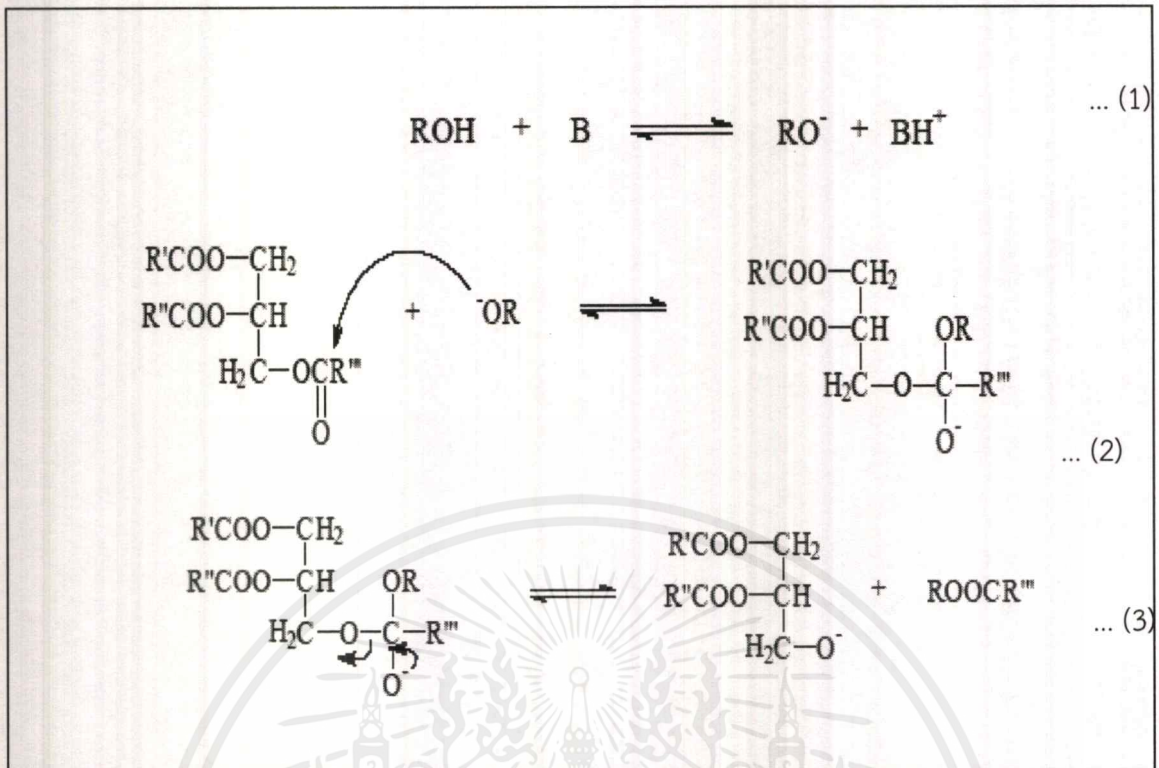
กลไกการเกิดปฏิกิริยาในตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดแสดงดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 กลไกการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากรด [12]

2.4.4.2 การทำปฏิกิริยาโดยใช้เบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

การทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นเบสเป็นระบบที่ได้รับความนิยมที่สุดเนื่องจากมีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาดีที่สุดในปริมาณไบโอดีเซลสูงในระยะเวลาอันสั้น กลไกของปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันที่ใช้ตัวเร่งเป็นเบสในการทำปฏิกิริยาแสดงดังรูปที่ 2.6 ขั้นตอนที่หนึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นเบสจะเข้าทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์เกิดเป็นอัลคอกไซด์ (Alkoxide, RO^-) และโปรตอนเนต (Protonated Catalyst, BH^+) จากนั้นเป็นอัลคอกไซด์จะเข้าทำปฏิกิริยากับหมู่คาร์บอนิลของไตรกลีเซอไรด์เกิดเป็นสารมัธยันตร์เตตระฮีดรอล (Tetrahedral Intermediate) ขั้นตอนที่สองสารมัธยันตร์เตตระฮีดรอลจะเปลี่ยนเป็นอัลคิลเอสเทอร์และแอนไอออนของไตรกลีเซอไรด์ ขั้นตอนที่สามแอนไอออนของไตรกลีเซอไรด์จะทำปฏิกิริยากับโปรตอนเนตเกิดเป็นไตรกลีเซอไรด์และให้ตัวเร่งเบสกลับคืนมา ขั้นตอนที่สี่กลไกของปฏิกิริยาจะกลับไปขั้นตอนที่หนึ่งใหม่สุดท้ายจะให้กลีเซอรอลและอัลคิลเอสเทอร์ออกมา การใช้เบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นที่นิยมในการผลิตไบโอดีเซลเนื่องจากมีราคาถูกและเป็นตัวเร่งที่ให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาที่เร็ว แต่ข้อจำกัดคือปฏิกิริยาจะมีความไวต่อน้ำและกรดไขมันอิสระโดยน้ำจะทำให้ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาลดลงขณะที่กรดไขมันอิสระจะทำปฏิกิริยากับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นเบสทำให้เกิดปฏิกิริยาสะปอนิฟิเคชันหรือเกิดสบู่ทำให้สิ้นเปลืองตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้และการเกิดสบู่ยังทำให้เกิดคอลลอยด์ซึ่งเป็นผลทำให้การเพิ่มความบริสุทธิ์ให้กับไบโอดีเซลได้ยากขึ้น ดังนั้นก่อนที่จะนำน้ำมันพืชและตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นเบสมาใช้เป็นวัตถุดิบจึงควรที่จะไล่น้ำออกก่อน



รูปที่ 2.6 กลไกการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเบส

สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบสนี้จะทำให้ปฏิกิริยาเกิดเร็วกว่าเมื่อเทียบกับการใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอีกทั้งยังให้ผลิตภัณฑ์ (ไบโอดีเซล) ในปริมาณที่สูงด้วย ส่วนข้อจำกัดตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบสคือตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบสสามารถแตกตัวในแอลกอฮอล์และให้อิออนของโลหะ ถ้าในระบบของการเกิดปฏิกิริยามีน้ำและปริมาณกรดไขมันอิสระ (Free Fatty Acid) อยู่ในปริมาณมาก อิออนของโลหะจะทำปฏิกิริยาสะปอนิฟิเคชันกับกรดไขมันอิสระในน้ำมันพืช จะทำเกิดปฏิกิริยาสะปอนิฟิเคชันได้ผลิตภัณฑ์เป็นสบู่เกิดขึ้นแทนที่จะได้น้ำมันไบโอดีเซล ดังแสดงในรูปที่ 2.7 ทำให้เกิดความยุ่งยากในขั้นตอนการล้างไบโอดีเซล เนื่องจากสบู่ผสมกับน้ำและน้ำมันจะได้อิมัลชันที่เสถียร ทำให้แยกไบโอดีเซลออกได้ยาก



รูปที่ 2.7 ปฏิกิริยาสะปอนิฟิเคชัน (Saponification) ของกรดไขมัน

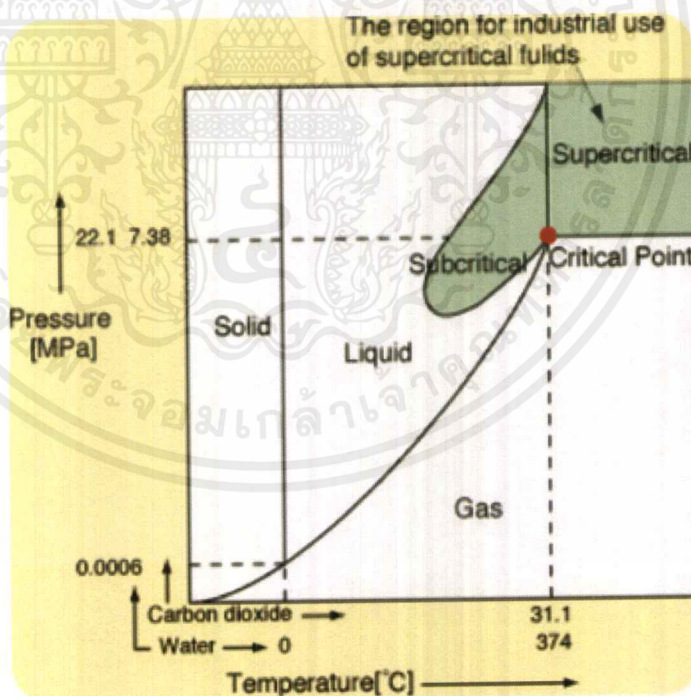
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.4.3 การทำปฏิกิริยาในเหนือวิกฤตของเมทานอล [13]

การทำปฏิกิริยาในภาวะเหนือวิกฤตของเมทานอลเป็นวิธีที่ไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา เพราะที่สภาวะนี้ต้องใช้อุณหภูมิสูง ทำให้พันธะไฮโดรเจนของเมทานอลอ่อนลงและสภาพขั้วของเมทานอลลดลงทำให้เมทานอลกับน้ำมันพืชสามารถรวมเป็นเฟสเดียวกันได้

ของไหลเหนือภาวะวิกฤต (Supercritical fluid, SCF)

ของไหลเหนือภาวะวิกฤต หมายถึง สารใดๆในสภาวะซึ่งจำแนกไม่ได้ว่าเป็นแก๊สหรือเป็นของเหลว เมื่อพิจารณาถึงแก๊สที่สามารถเปลี่ยนเป็นของเหลวได้มีอยู่ 2 วิธีโดยการลดอุณหภูมิหรือการเพิ่มความดันเพื่อลดพลังงานจลน์ทำให้ระยะระหว่างโมเลกุลลดลงเกิดแรงดึงดูดระหว่างกัน ควบแน่นเป็นของเหลวแต่ที่อุณหภูมิสูงกว่าจุดๆ หนึ่งโมเลกุลของแก๊สจะมีพลังงานจลน์มาก ถึงแม้ว่าจะให้ความดันเท่าไรก็ไม่สามารถทำให้แก๊สเกิดการควบแน่นเป็นของเหลวได้ อุณหภูมิสูงสุดที่แก๊สยังสามารถควบแน่นเป็นของเหลวได้ เรียกว่า อุณหภูมิวิกฤต ความดันที่จุดๆ นี้ เรียกว่า ความดันวิกฤต เพราะฉะนั้นจุดวิกฤตคือ จุดที่มีอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิวิกฤตและความดันเท่ากับความดันวิกฤตที่อุณหภูมิมากกว่าอุณหภูมิวิกฤต และความดันมากกว่าความดันวิกฤต เรียกว่า สภาวะเหนือวิกฤต โดยสารที่อยู่ในสภาวะนี้จะจำแนกไม่ได้ว่าเป็นแก๊สหรือเป็นของเหลว



รูปที่ 2.8 เฟสไดอะแกรมของของไหลเหนือภาวะวิกฤต [13]

ตารางที่ 2.3 สมบัติของไหลภาวะเหนือวิกฤตเปรียบเทียบกับแก๊สและของเหลว [13]

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

ของไหลเหนือภาวะวิกฤตมีคุณสมบัติอยู่ระหว่างแก๊สกับของเหลว จากตารางที่ 2.3 พบว่าความหนาแน่นของของไหลเหนือภาวะวิกฤต มีค่าใกล้เคียงกับของเหลว เมื่อนำมาใช้เป็นตัวทำละลายโมเลกุลของสารที่ต้องการละลายจะถูกล้อมรอบด้วยโมเลกุลของของไหลภาวะเหนือวิกฤต เกิดอันตรกิริยากันเกิดละลายได้ดี ขณะเดียวกันของไหลเหนือภาวะวิกฤตมีความหนืดและการแพร่กระจายใกล้เคียงกับแก๊ส ทำให้สามารถแทรกเข้าไปในโครงสร้างภายในของตัวถูกละลายได้ดีและด้วยสมบัติเหล่านี้จึงนำของไหลเหนือภาวะวิกฤตมาใช้เป็นตัวทำละลาย

ตารางที่ 2.4 แสดงประเภทปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน [14]

ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน		
ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันมีตัวเร่งปฏิกิริยา		ภาวะเหนือวิกฤตของเมทานอล
กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	เบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	ไม่ใช่ตัวเร่งปฏิกิริยา
- ทำปฏิกิริยา 1-45 ชั่วโมง	- ทำปฏิกิริยา 1-8 ชั่วโมง - เกิดปฏิกิริยาสปอนนิฟิเคชัน	- ทำปฏิกิริยา 2-4 ชั่วโมง - ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความบริสุทธิ์สูง

2.5 ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา [15]

2.5.1 ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ (Homogeneous Catalyst)

คือตัวเร่งปฏิกิริยาที่อยู่ในสถานะเดียวกับสารที่ทำปฏิกิริยาไม่ว่าจะเป็นแก๊สหรือของเหลว ตัวอย่างเช่น ปฏิกิริยาในสิ่งมีชีวิตที่เร่งด้วยเอนไซม์ และปฏิกิริยาในสารละลายตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์มักเป็นโมเลกุลที่มีตำแหน่งสำหรับเร่งปฏิกิริยาชัดเจนแต่มีข้อเสียคือมักสลายตัวหรือเสียสภาพในสภาวะที่ใช้ความร้อนหรือความดันสูง

2.5.2 ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์ (Heterogeneous catalyst)

คือตัวเร่งปฏิกิริยาที่อยู่ในสถานะแตกต่างกับสารที่ทำปฏิกิริยา เช่นตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นของแข็ง สารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์เป็นแก๊สหรือของเหลว การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์พบได้ในอุตสาหกรรมหลายๆอย่าง เช่น ปุ๋ย ผลิตภัณฑ์ยา เชื้อเพลิง เส้นใยสังเคราะห์ เป็นต้น เนื่องจากสามารถแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากสารผลิตภัณฑ์และสารตั้งต้นที่เหลือได้ง่ายกว่า สามารถใช้ได้ ในสภาวะที่มีอุณหภูมิหรือความดันสูงได้ ตัวเร่งปฏิกิริยามีอายุการใช้งานที่ยาวนานและสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้

ตารางที่ 2.5 เป็นการเปรียบเทียบสมบัติและปัจจัยต่างๆ ของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ และวิวิธ-พันธ์ เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์อยู่ในวัฏภาคเดียวกับสารตั้งต้น จึงมีข้อดีคือประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาสูงและสามารถเลือกให้เร่งปฏิกิริยาที่ต้องการได้ง่ายกว่า อีกทั้งสภาวะการทดลองที่ใช้ไม่รุนแรงสามารถศึกษากลไกของปฏิกิริยาได้ง่ายกว่าด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีต่างๆ และไม่มีปัญหาเกี่ยวกับการแพร่ของสารตั้งต้นไปหาตัวเร่งปฏิกิริยาเนื่องจากอยู่ในวัฏภาคเดียวกันแต่มีข้อเสีย คือ การแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ทำได้ยาก วิธีการที่ใช้ส่วนใหญ่คือการกลั่นหรือการสกัดด้วยตัวทำละลายและการนำตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาใช้ใหม่ทำได้ยากกว่าและอายุการใช้งานของตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์นั้นสั้นกว่า

ตารางที่ 2.5 การเปรียบเทียบปัจจัยต่างๆในการเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์และวิวิธพันธ์

ปัจจัยหรือตัวแปรที่น่าสนใจ	การเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์	การเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์
กัมมันตภาพเมื่อเทียบปริมาณโลหะที่เท่ากัน	สูง	แปรค่าได้
สัดส่วนการเลือกทำปฏิกิริยา	สูง	แปรค่าได้
สภาวะของตัวเร่งปฏิกิริยา	ไม่รุนแรง	รุนแรง
อายุการใช้งานของตัวเร่ง	แปรค่าได้	นาน
ความไวของตัวเร่งต่อการเกิดพอยซัน	ต่ำ	สูง
ปัญหาจากการแพร่	ไม่มี	อาจมีผล
การนำตัวเร่งกลับมาใช้งาน	แพง	ทำได้
การปรับสมบัติเชิงโมเลกุลของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยการเปลี่ยนอะตอมที่เป็นองค์ประกอบ	อาจทำได้	สามารถทำได้

2.5.3 แคลเซียมออกไซด์ (Calcium Oxide) [16]

ปูนขาว ไลม์ (lime) มีชื่อเรียกทางเคมีว่า แคลเซียมออกไซด์ (calcium oxide) และมีสูตรทางเคมีคือ CaO ลักษณะโดยทั่วไปเป็นผงสีขาว มีฤทธิ์เป็นด่าง กัดกร่อนได้ โดยปกติแล้วจะผลิตแคลเซียมออกไซด์จากการเผาวัสดุใดๆที่มีส่วนผสมของหินปูน (แคลเซียมคาร์บอเนต CaCO_3) เป็นองค์ประกอบ ณ อุณหภูมิมากกว่า 825 องศาเซลเซียส และจะมีการปลดปล่อยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) ออกมาแคลเซียมไฮดรอกไซด์นี้ สามารถทำปฏิกิริยากับคาร์บอนไดออกไซด์ที่อยู่ในอากาศ โดยอาศัยระยะเวลาที่นานพอ กลับกลายเป็นแคลเซียมคาร์บอเนตได้ ดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 สมการแสดงปฏิกิริยา calcination แคลเซียมคาร์บอเนต

2.5.4 เปลือกไข่ (Egg Shell) [17]

เปลือกไข่ เป็นหินปูนแข็งเรียบติดแน่นอยู่กับเยื่อหุ้มเปลือกชั้นนอก ความหนาของเปลือกไข่จะขึ้นอยู่กับขนาดของไข่ ไข่ฟองเล็กจะมีความหนากว่าไข่ฟองใหญ่ นอกจากนี้ ความหนาของเปลือกไข่ยังขึ้นอยู่กับอาหาร พันธุ์ และฤดูกาลอีกด้วย ส่วนสีของเปลือกไข่มักจะขึ้นอยู่กับสายพันธุ์มากกว่าสิ่งอื่น เปลือกไข่จะมีรูขนาดเล็กที่น้ำและอากาศสามารถผ่านเข้าออกได้ ซึ่งมีประโยชน์โดยเฉพาะการดองเค็มน้ำเกลือจะผ่านเข้าทางรูพรุนนี้ได้ ที่ผิวของเปลือกไข่ที่เพิ่งไข่ใหม่ ๆ จะมีนวลไข่ (cuticle) ทำหน้าที่ป้องกันเชื้อจุลินทรีย์เข้าไปในฟองไข่ได้ เปลือกไข่มีเนื้อเยื่อ 2 ชั้น เมื่อไข่มีอายุมากขึ้นเยื่อทั้ง 2 จะแยกจากกันเกิดเป็นโครงอากาศ (air cell) ขึ้น ไข่ใหม่ฟองอากาศจะแคบส่วนไข่เก่าช่องอากาศจะกว้าง

เปลือกไข่ประกอบด้วยแร่ธาตุประมาณร้อยละ 95 ในส่วนนี้จะมีแคลเซียมคาร์บอเนตมากกว่าร้อยละ 98 สารอนินทรีย์อื่นๆจะรวมถึง ฟอสฟอรัส แมกนีเซียม และเหล็กกับซิลเฟอร์ปริมาณน้อยมาก เกลืออนินทรีย์ที่อยู่ในส่วนมากจะเป็นคาร์บอเนต และฟอสเฟตของแคลเซียม และแมกนีเซียม ผลึก Calcite ที่มีอยู่ในเปลือกไข่จะประกอบด้วยแคลเซียมคาร์บอเนต และผลึก Dolomite จะประกอบด้วยแคลเซียม และแมกนีเซียมคาร์บอเนต โดยโครงสร้างของผลึก Dolomite จะแข็งแรงกว่าผลึก Calcite เปลือกไข่จะประกอบด้วยสารประกอบเชิงซ้อนของโปรตีน โพลีแซคคาไรด์ที่ประกอบด้วย Galactosamine, Glucosamine, Galactose, Fructose, Glucose, Sialic acids และไขมันปริมาณเล็กน้อยจากนี้เนื้อเยื่อหุ้มเปลือกไข่ยังประกอบด้วยส่วนที่เป็นเม็ดสี คือ Protoporphyrin ปริมาณเล็กน้อย ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าเปลือกไข่ประกอบด้วยแคลเซียมคาร์บอเนต ร้อยละ 94 แมกนีเซียมคาร์บอเนตร้อยละ 1 แคลเซียมฟอสเฟตร้อยละ 1 และสารอนินทรีย์ที่มีโปรตีนเป็นองค์ประกอบอีกร้อยละ 4 เปลือกไข่จึงเป็นไปได้ที่จะนำมาผลิตเป็นแหล่งแคลเซียมคาร์บอเนต

ตารางที่ 2.6 องค์ประกอบทางเคมีของเปลือกไข่ [17]

ชนิดขององค์ประกอบ	ปริมาณ (กรัม)	ปริมาณ (%)
น้ำ	0.1	1.6
วัตถุแห้ง	6.0	98.4
อินทรีย์วัตถุ	0.2	3.3
โปรตีน	0.2	3.3
ลิปิด	น้อยมาก	0.03
อนินทรีย์	5.8	95.1
รวม	6.1	100.0

2.6 สมบัติทางด้านเชื้อเพลิงที่สำคัญของไบโอดีเซล [18]

2.6.1 ค่าความร้อน (Heating value)

ค่าความร้อนทางเชื้อเพลิง คือ ปริมาณความร้อนที่ต้องถ่ายเทออกจากเชื้อเพลิงเนื่องจากการสันดาปที่เกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ในระบบ ค่าที่ได้จะอยู่ในรูปของพลังงานต่อปริมาณของมวลสารนิยมนิวตันโดยใช้เครื่อง Bomb Calorimeter โดยปกติการสันดาปของเชื้อเพลิงจำพวกสารไฮโดรคาร์บอน เมื่อสันดาปในบรรยากาศของออกซิเจน ผลของการสันดาปจะได้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ (ซึ่งอยู่ในสถานะของไอน้ำ) ถ้าไอน้ำสามารถกลั่นตัวแล้วคายความร้อนแฝงออกมา ค่าความร้อนทางเชื้อเพลิงที่ได้จะเป็นค่าความร้อนแฝงสูงสุด แต่ถ้าไอน้ำไม่กลั่นตัวค่าความร้อนทางเชื้อเพลิงจะเป็นค่าความร้อนต่ำ

2.6.2 จุดวาบไฟ (Flash point)

จุดวาบไฟ หมายถึงอุณหภูมิที่ต่ำที่สุดที่ไอของสารติดไฟและลุกไหม้เมื่อมีเปลวไฟจ่ออยู่ที่ผิวหน้าของสารถ้าเอาเปลวไฟออกสารจะไม่ลุกไหม้อีกต่อไป ซึ่งจะมีความสำคัญในด้านการป้องกันอันตรายจากอัคคีภัยในการเก็บรักษา แต่ไม่มีผลต่อสมบัติการเผาไหม้และประสิทธิภาพของเครื่องยนต์ โดยปกติแล้วอุณหภูมิจุดวาบไฟของไบโอดีเซลจะมีค่าสูงกว่าน้ำมันดีเซล แต่อย่างไรก็ตามไบโอดีเซลอาจมีจุดวาบไฟที่ต่ำกว่าปกติได้หากในผลิตภัณฑ์มีปริมาณแอลกอฮอล์จากกระบวนการผลิตหลงเหลือหรือเจือปนอยู่ซึ่งควรต้องกำจัดออกเพื่อให้มีจุดวาบไฟสูงปลอดภัยในการขนส่งเชื้อเพลิง

2.6.3 ความหนืด (Viscosity)

ความหนืดหรือความข้นใส คือความหนืดเชิงจลศาสตร์ของน้ำมันดีเซลมีผลต่อรูปร่างของละอองน้ำมันที่ฉีดออกมาจากหัวฉีด ถ้าน้ำมันมีความหนืดเชิงจลศาสตร์สูงจะทำให้การฉีดเป็นฝอยไม่ดีละอองน้ำมันมีขนาดใหญ่ทำให้การเผาไหม้ไม่สมบูรณ์ แต่หากน้ำมันมีความหนืดต่ำเกินไปจะทำให้ น้ำมันที่พ่นออกมาเป็นฝอยละเอียดมากแต่ไม่พุ่งไปไกลเท่าที่ควร ทำให้การเผาไหม้ไม่สมบูรณ์เช่นกัน เนื่องจากน้ำมันรวมตัวกับอากาศได้ไม่ดีประสิทธิภาพด้านกำลังของเครื่องยนต์ก็จะลดลง

2.6.4 ค่าความเป็นกรด (Acid value)

ค่าความเป็นกรดจะแสดงถึงปริมาณของกรดไขมันอิสระในไบโอดีเซล ซึ่งส่งผลกระทบต่ออายุการใช้งานของน้ำมัน เนื่องจากการเสื่อมสภาพของน้ำมันนอกจากจะเกิดจากการออกซิไดซ์พันธะคู่ของกรดไขมันแล้ว ยังอาจเกิดจากการสลายพันธะเอสเทอร์ให้กรดไขมันอิสระออกมา ปริมาณกรดไขมันอิสระรวมทั้งความเป็นกรดที่เพิ่มขึ้นจึงเป็นตัวบ่งชี้คุณภาพและความเก่าใหม่ของน้ำมัน

2.6.5 เลขไอโอดีน (Iodine value)

ค่าไอโอดีนคือค่าที่มีความสัมพันธ์กับความไม่อิ่มตัวของน้ำมันพืชโดยวัดเป็นจำนวนกรัมของไอโอดีนที่ถูกดูดซับด้วยน้ำมัน 100 กรัมซึ่งค่าไอโอดีนสามารถใช้เป็นดัชนีบ่งชี้การเกิดพอลิเมอร์ไรซ์ (การเกิดยางเหนียวเกิดในเครื่องยนต์) ถ้าน้ำมันพืชที่ถูกนำมาใช้เป็นเชื้อเพลิงมีค่าตัวเลขไอโอดีนต่ำก็จะป้องกันการเกิดพอลิเมอร์-ไรซ์ของน้ำมันพืชในเครื่องยนต์ได้ นอกจากนี้ น้ำมันพืชที่มีค่าไอโอดีนสูงจะสามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับออกซิเจนในอากาศได้มาก ทำให้โครงสร้างของน้ำมันพืชเกิดการเสถียรภาพได้เป็นสารประเภทคีโตนแอลดีไฮด์และกรดออกมาผสมอยู่ในน้ำมัน

ตารางที่ 2.7 แสดงคุณสมบัติมาตรฐานของไบโอดีเซล [18]

คุณสมบัติ		ข้อกำหนด		วิธีทดสอบ
ความหนืด ณ อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส , เซนติสโตกส์	(Viscosity at 40 °C, cSt)	ไม่ต่ำกว่า และ ไม่สูงกว่า	3.5 5.0	ASTM D 445
จุดวาบไฟ องศาเซลเซียส	(Flash Point , °C)	ไม่ต่ำกว่า	120	ASTM D 93
ค่าความเป็นกรด มิลลิกรัมโพตัสเซียมไฮดรอกไซด์/กรัม	(Acid Value , mg KOH/g)	ไม่สูงกว่า	0.50	ASTM D 664
ค่าไอโอดีน กรัมไอโอดีน/100 กรัม	(Iodine Value , g Iodine / 100 g)	ไม่สูงกว่า	120	EN 14111

2.7 ประโยชน์ของไบโอดีเซล [19,20]

2.7.1 ประโยชน์ด้านสิ่งแวดล้อม

การใช้ไบโอดีเซลสามารถลดพิษทางอากาศ ซึ่งเป็นผลจากการเผาไหม้ในเครื่องยนต์ คณะกรรมการไบโอดีเซลแห่งชาติ (National Biodiesel Board) และสำนักงานป้องกันสิ่งแวดล้อม (US Environmental Agency) ของประเทศสหรัฐอเมริกาได้ทำการทดลองวิจัยใช้ไบโอดีเซลสูตรต่างๆ กับเครื่องยนต์ดีเซลและได้รายงานว่ามีไบโอดีเซลสูตร B100 และ B20 สามารถลดมลพิษได้เป็นอย่างดีจากการเผาไหม้ได้อย่างมีนัยสำคัญในส่วนกรมอุทกหารเรือ กองทัพเรือก็ได้รายงานผลการทดลองใช้น้ำมันไบโอดีเซลกับเครื่องยนต์ดีเซล ขนาด 145 แรงม้าว่าสามารถลดควันดำได้มากกว่าร้อยละ 40 การใช้ไบโอดีเซลสามารถลดการปล่อยแก๊สเรือนกระจกเพราะผลิตจากพืชการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันพืชที่ใช้แล้วนอกจากช่วยลดการนำน้ำมันที่ใช้แล้วไปประกอบอาหารซ้ำแล้วยังช่วยป้องกันมิให้นำน้ำมันที่ใช้แล้ว (ซึ่งมีสารไดออกซินที่เป็นสารก่อมะเร็ง) ไปผลิตเป็นอาหารสัตว์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7.2 ประโยชน์ทางด้านสมรรถนะเครื่องยนต์

การผสมไบโอดีเซลในระดับร้อยละ 1-2 สามารถช่วยเพิ่มดัชนีการหล่อลื่นให้กับน้ำมันดีเซล จากผลการทดลองของสถาบันวิจัยและเทคโนโลยีของบริษัท ปตท. จำกัด (มหาชน) พบว่าการเติมไบโอดีเซลที่ผลิตจากน้ำมันพืชใช้แล้วและน้ำมันมะพร้าวในอัตราร้อยละ 0.5 สามารถเพิ่มดัชนีการหล่อลื่นได้ถึง 2 เท่า ประสิทธิภาพการเผาไหม้ดีขึ้นเนื่องจากไบโอดีเซลมีออกซิเจนผสมอยู่ประมาณร้อยละ 10 ทำให้การผสมระหว่างอากาศกับน้ำมันมีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอและเป็นการเพิ่มอัตราส่วนปริมาตรของอากาศต่อน้ำมันได้เป็นอย่างดี จึงทำให้การเผาไหม้ดีขึ้น ถึงแม้ว่าค่าความร้อนของไบโอดีเซลจะต่ำกว่าน้ำมันดีเซลประมาณร้อยละ 10 แต่ข้อด้อยนี้ไม่มีผลกระทบต่อการใช้งาน เพราะการใช้ไบโอดีเซลมาทำให้การเผาไหม้ดีขึ้น จึงทำให้กำลังเครื่องไม่ลดลง

2.7.3 ประโยชน์ด้านเศรษฐกิจ

การใช้ไบโอดีเซลช่วยสร้างงานในชนบทด้วยการสร้างตลาดพลังงานไว้รองรับผลผลิตทางการเกษตรที่เหลือจากการบริโภคการใช้ไบโอดีเซล สามารถช่วยลดการนำเข้าน้ำมันดิบจากต่างประเทศได้บางส่วน ซึ่งในแต่ละปีประเทศไทยสูญเสียเงินตราต่างประเทศเพื่อนำเข้าน้ำมันดิบกว่า 300,000 ล้านบาท

2.7.4 ประโยชน์ด้านการผลิตน้ำมันเชื้อเพลิงภายในประเทศ

ประเทศไทยมีสัดส่วนการใช้น้ำมันดีเซลสูงกว่าน้ำมันเบนซินมาก ตลาดน้ำมันดีเซลในประเทศไทยมีมูลค่ามากกว่าน้ำมันเบนซินกว่า 2 เท่าและในอนาคตมีแนวโน้มที่โรงกลั่นอาจจะผลิตน้ำมันดีเซลไม่เพียงพอต่อการใช้ในประเทศ ดังนั้นการใช้ไบโอดีเซลจึงช่วยลดความไม่สมดุลด้านการผลิตของโรงกลั่นได้

การผสมไบโอดีเซลในอัตราส่วนร้อยละ 1 - 2 ช่วยเพิ่มความหล่อลื่นในน้ำมันดีเซลได้ โดยเฉพาะกรณีที่จะมีการลดปริมาณกำมะถันในน้ำมันดีเซล

2.8 ผลกระทบของไบโอดีเซลที่มีต่อเครื่องยนต์ [19]

เนื่องจากน้ำมันไบโอดีเซลตามมาตรฐานสากล มีคุณสมบัติเทียบเคียงได้กับน้ำมันดีเซลที่ผลิตจากน้ำมันปิโตรเลียม ดังนั้นผลกระทบต่อเครื่องยนต์ถือว่าไม่มีผลทางด้านลบ หรือกรณีเครื่องยนต์เก่า อาจมีความจำเป็นต้องเปลี่ยนซีลยางบางส่วน โดยทั่วไปการใช้น้ำมันไบโอดีเซลในต่างประเทศนั้น นิยมผสมเป็นสูตรต่างๆ เช่น

- B2 (ไบโอดีเซล 2% : ดีเซล 98%) มีจำหน่ายทั่วไปในมลรัฐมินนิโซตา ประเทศสหรัฐอเมริกาและได้ บังคับใช้ทั้งมลรัฐ
- B5 (ไบโอดีเซล 5% : ดีเซล 95%) มีจำหน่ายทั่วไปในประเทศฝรั่งเศส โดยกว่าครึ่งหนึ่งของน้ำมันดีเซลที่จำหน่ายเป็นน้ำมันสูตร B5
- B20 (ไบโอดีเซล 20% : ดีเซล 80%) เป็นน้ำมันผสมที่คณะกรรมการไบโอดีเซลแห่งชาติและสำนัก งานป้องกันสิ่งแวดล้อมของประเทศสหรัฐอเมริกาแนะนำให้ใช้ตามกฎหมายยานยนต์เชื้อเพลิงทดแทนของประเทศ (Alternative Motor Fuels Act:AMFA1988) ปัจจุบันนิยมใช้ในประเทศสหรัฐอเมริกา โดยเฉพาะรถของบริษัทและรถของหน่วยงานราชการ รวมทั้งการใช้อยานยนต์ในพื้นที่ที่ต้องคำนึงถึงมลพิษเป็นพิเศษ เช่น รถรับส่งนักเรียน รถประจำทาง เรือ หรือเครื่องจักรกลที่ใช้ในเมืองแร่ทั้งนี้ได้รับการรับรองจากบริษัทผู้ผลิตระบบหัวฉีดน้ำมันและเครื่องยนต์
- B40 (ไบโอดีเซล 40% : ดีเซล 60%) เป็นสูตรที่ใช้ในรถขนส่งมวลชนในประเทศฝรั่งเศส ทั้งนี้เพื่อผลในการลดมลพิษ
- B100 (ไบโอดีเซล 100%) เป็นน้ำมันไบโอดีเซลร้อยละ 100 ที่ใช้ในประเทศเยอรมนีและออสเตรียโดยได้รับการรับรองจากบริษัทผู้ผลิตรถยนต์รายใหญ่ของประเทศ

จากตารางที่ 2.7 และ 2.8 พบว่าแม้เครื่องยนต์ที่ใช้ไบโอดีเซลจะปลดปล่อยแก๊สคาร์บอนมอนนอกไซด์ ออกมาในปริมาณใกล้เคียงกับน้ำมันดีเซลแต่ปริมาณของไฮโดรคาร์บอน แก๊สไนโตรเจนออกไซด์ ฝุ่นละอองและ สารก่อมะเร็งอื่นจะมีปริมาณน้อยกว่า จึงส่งผลดีในแง่สิ่งแวดล้อมและสุขภาพของประชาชน ทั้งนี้หากมีการผสมไบโอดีลกับน้ำมันดีเซลอาจผลให้แก๊สคาร์บอนมอนนอกไซด์ ไฮโดรคาร์บอน ฝุ่นละอองและสารก่อมะเร็งลงในสัดส่วนที่น้อยกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับไบโอดีเซลบริสุทธิ์

ตารางที่ 2.8 แสดงการเปรียบเทียบมลพิษในไอเสียจากเครื่องยนต์ที่ใช้ไบโอดีเซล [19]

แก๊สคาร์บอนมอนนอกไซด์	เทียบกับน้ำมันดีเซล
ไฮโดรคาร์บอน	ต่ำกว่าน้ำมันดีเซลร้อยละ 40
แก๊สไนโตรเจนออกไซด์	ต่ำกว่าน้ำมันดีเซลร้อยละ 15
ฝุ่นละออง	ต่ำกว่าน้ำมันดีเซลร้อยละ 40
สารก่อมะเร็ง	ต่ำกว่าน้ำมันดีเซลร้อยละ 50

ตารางที่ 2.9 แสดงการเปรียบเทียบผลการใช้ไบโอดีเซล 100%(B100)และน้ำมันดีเซลซึ่งผสมด้วยไบโอดีเซล 20% (B20) [19]

มลพิษในไอเสีย	ไบโอดีเซล 100 % (B100)	น้ำมันดีเซลที่มีไบโอดีเซล 20 % (B20)
1. แก๊สคาร์บอนมอนนอกไซด์	ลดลง 42.3 %	ลดลง 12.6 %
2. ไฮโดรคาร์บอน	ลดลง 56.2 %	ลดลง 11.0 %
3. ฝุ่นละออง	ลดลง 55.4 %	ลดลง 18.0 %

2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

K. Masato และคณะ [21] ในปี ค.ศ. 2008 ได้ศึกษาการผลิตไบโอดีเซลด้วยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างน้ำมันถั่วเหลืองกับเมทานอล โดยใช้ Calcium oxide (CaO) Calcium hydroxide(Ca(OH)₂) หรือ Calcium carbonate(CaCO₃) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 1 ชั่วโมง และอุณหภูมิ reflux ของเมทานอลพบว่าประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา CaO > Ca(OH)₂ >> CaCO₃ ซึ่งปริมาณของเมทิลเอสเทอร์ที่ได้เมื่อใช้ CaO เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา สูงถึงร้อยละ 93 ขณะที่เมื่อใช้ Ca(OH)₂ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะต้องใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 3.5 ชั่วโมง ถึงจะได้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เท่ากับเมื่อใช้ CaO สำหรับ CaCO₃ ไม่สามารถเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันได้

L. Xuejun และคณะ [22] ในปี ค.ศ. 2008 ศึกษาเกี่ยวกับปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันถั่วเหลืองเป็นไบโอดีเซล โดยใช้ CaO เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากผลการทดลองพบว่าอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันเป็น 12:1 ปริมาณ CaO ร้อยละ 8 อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 65 องศาเซลเซียส และปริมาณน้ำมันในเมทานอลร้อยละ 2.03 จะให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์มากกว่า 95 ในเวลา 3 ชั่วโมง นอกจากนี้ตัวเร่งปฏิกิริยา CaO ยังมีอายุการใช้งานมากกว่า K₂CO₃/γ-Al₂O₃ และ KF/γ-Al₂O₃ โดย CaO ยังคงมีประสิทธิภาพดีหลังจากการใช้งานซ้ำๆ จำนวน 20 ครั้ง

B. Nezahat และคณะ [23] ในปี ค.ศ. 2009 ได้ศึกษาเกี่ยวกับปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันคาโนลา (Canola Oil) กับเมทานอลและเอทานอลใน batch reactor โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเกลือโพแทสเซียมชนิดต่างๆบนตัวรองรับอะลูมินา (Al_2O_3) ซึ่งเกลือโพแทสเซียมที่ศึกษา ได้แก่ KI, KF, K_2CO_3 และ KNO_3 จากผลการทดลองพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาเบส KF/Al_2O_3 มีประสิทธิภาพสูงสุดในการเร่งปฏิกิริยาทรานส์-เอสเทอร์ฟิเคชัน โดยให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์สูงถึง 99.6 ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 60 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมัน 15:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก และเวลาในการทำปฏิกิริยา 8 ชั่วโมง เมทานอลมีความว่องไวในการทำปฏิกิริยามากกว่า เอทานอล และจากการพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าเฟส K_2O บนตัวเร่งปฏิกิริยาในระหว่างการสลายตัวด้วยความร้อนของเกลือโพแทสเซียม และเกิดหมู่ Al-O-K บนพื้นผิวจาก interaction ของเกลือโพแทสเซียมกับตัวรองรับ Al_2O_3

W.W. Mar และคณะ [24] ในปี ค.ศ. 2012 ได้สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา KCl/CaO ด้วยวิธี wet impregnation ภายใต้รังสีไมโครเวฟเพื่อนำไปเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันถั่วเหลืองกับเมทานอลที่ 338 K ตัวเร่งปฏิกิริยาถูกนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD, N_2 adsorption-desorption, TEM และ FT-IR ความแรงของเบสถูกวิเคราะห์ด้วยวิธี Hammett indicator จากผลการทดลองพบว่า KCl/CaO สามารถเร่งปฏิกิริยาและให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงถึง 93.5 เมื่อใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 ที่อุณหภูมิ 338 K เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และจากเทคนิค XRD พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยา KCl/CaO ที่แคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 773 K เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เกิดเฟสของ $KCaCl_3$ และ $Ca(OH)_2$ ซึ่งเป็นตำแหน่งว่องไวต่อปฏิกิริยา โดยเกิดจากการฝังตัวของสารละลาย KCl เข้าไปในผลึกของตัวรองรับ CaO ด้วยแรงคะบิลลารี ตามด้วยกระบวนการ activation

เกศน์ณิภา วันชัย และคณะ [25] ในปี ค.ศ. 2015 ได้สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ ($KI/CaO/Al_2O_3$) เพื่อใช้ในปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันปาล์มกับเมทานอล ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้โดยวิธีเอมิซันโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) เข้มข้น 35% โดยน้ำหนัก ลงบนแคลเซียมออกไซด์ (CaO) 50% โดยน้ำหนัก และตัวรองรับอะลูมินา (Al_2O_3) จากนั้นแคลไซน์ที่ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมงจากผลการทดลองพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยา 5% โดยน้ำหนัก อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มที่ 9:1 ที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส และใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยา 1 ชั่วโมง ได้ปริมาณไบโอดีเซลสูงถึงร้อยละ 98.5

N.P. Asri และคณะ [26] ในปี ค.ศ. 2017 ได้เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา CaO จากเปลือกไข่ เพื่อใช้ในการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันพืชใช้แล้ว เปลือกไข่ที่บดเป็นผงแล้วจะถูกแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เพื่อเปลี่ยน Calcium species ในเปลือกไข่ให้เป็น CaO การสังเคราะห์ไบโอดีเซลทำใน batch reactor ที่ประกอบไปด้วยขวดก้นกลมสามคอต่อกับ reflux condenser และ magnetic stirrer ผลการทดลองพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยา CaO จากเปลือกไข่มีประสิทธิภาพในการผลิตไบโอดีเซลโดยให้ร้อยละของเมทิล-เอสเทอร์ 75.92 ที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 7 ชั่วโมง อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืชใช้แล้ว 15:1 และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 6

L. Hui และคณะ [27] ในปี ค.ศ. 2016 ได้เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาจากเปลือกหอยและดินขาว แล้วทำให้เอ็บซุ่มด้วย KBr (KBr-impregnated calcined Snail shell and kaolin) เพื่อใช้ในปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันถั่วเหลืองและเมทานอล ตัวเร่งปฏิกิริยาเตรียมได้จากการนำเปลือกหอยและดินขาวไปแคลไซน์ และผสมกัน จากนั้นนำไปเอ็บซุ่มด้วยสารละลาย KBr ผลการทดลองพบว่าเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่จุ่มซุ่มด้วย 40% KBr สามารถให้ร้อยละของไบโอดีเซล 98.5 ที่ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 2 อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมัน 6:1 เวลาในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง และอุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส ตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถนำกลับมาใช้ซ้ำได้ 4 ครั้ง โดยไม่เสื่อมสภาพ

บทที่ 3

การดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมี

- 1) เปลือกไข่ไก่ จาก โรงอาหาร คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
- 2) น้ำมันปาล์มหยก บริษัท ลำสูง (ประเทศไทย) จำกัด (มหาชน)
- 3) เมทานอล (Methanol, CH_3OH) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Fisher Scientific
- 4) โพแทสเซียมฟลูออไรด์ (Potassium fluoride, KF) จากบริษัท BDH AnalaR
- 5) โพแทสเซียมไอโอไดด์ (Potassium iodide, KI) จากบริษัท Carlo Erba
- 6) โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (Potassium hydroxide, KOH) จากบริษัท Lab Scan
- 7) อะซิโตน (Acetone, $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Lab Scan
- 8) โซเดียมซัลเฟตแอนไฮไดรรัส (Sodium sulphate anhydrous, Na_2SO_4) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Rankem
- 9) โพแทสเซียมไอโอเดต (Potassium iodate, KIO_3) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Carlo Erba
- 10) เอทานอล (Ethanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Lab Scan
- 11) ฟีนอล์ฟทาลีน (Phenolphthalein, $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Carlo Erba
- 12) ไดเอทิลอีเทอร์ (Diethyl ether, $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Carlo Erba
- 13) ไอโอดีน (Iodine, I_2) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Carlo Erba
- 14) กรดแอซติก (Acetic acid, CH_3COOH) เกรดวิเคราะห์จากบริษัท Lab Scan
- 15) กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid, HCl) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Lab Scan
- 16) คลอโรฟอร์ม (Chloroform, CHCl_3) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Lab Scan
- 17) โซเดียมไทโอซัลเฟต (Sodium thiosulfate, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Lab Scan
- 18) โซเดียมคาร์บอเนต (Sodium carbonate, Na_2CO_3) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Lab Scan
- 19) น้ำกลั่น
- 20) น้ำมันพาราฟิน (Paraffin oil) เกรดการค้า
- 21) แป้ง (Starch) ตราโบว์แดง เกรดการค้า

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

- 1.) เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันสเปกโตรโฟโต (X-ray Diffraction Spectrophotometer, XRD) ยี่ห้อ Siemens รุ่น D8 Advance
- 2.) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) LEO รุ่น LEO 1450 VP
- 3.) เครื่องฟูเรียทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier-Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR) Perkin Elmer รุ่น FT-IR SPECTRUM GX
- 4.) เครื่องฟูเรียทรานสฟอร์ม นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนท์ สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier-Transform Nuclear Magnetic Resonance Spectrophotometer, FT-NMR) BRUKER รุ่น Advance DPX 300
- 5.) Hotplate
- 6.) Mechanical stirrer
- 7.) Water bath
- 8.) เครื่องชั่งไฟฟ้า 2 และ 4 ตำแหน่ง
- 9.) ขวดก้นกลมสามคอ
- 10.) คอนเดนเซอร์
- 11.) เทอร์โมมิเตอร์ 100 องศาเซลเซียส
- 12.) ขวดรูปกรวย ขนาด 25, 50, 100 และ 250 มิลลิลิตร
- 13.) ขวดปรับปริมาตร ขนาด 50, 100 และ 500 มิลลิลิตร
- 14.) ปีกเกอร์ ขนาด 25 และ 250 มิลลิลิตร
- 15.) กรวยแยก ขนาด 250 มิลลิลิตร
- 16.) บิวเรต ขนาด 50 มิลลิลิตร
- 17.) ปิเปต ขนาด 10 มิลลิลิตร
- 18.) กระบอกตวง ขนาด 10 และ 50 มิลลิลิตร
- 19.) กรวยแก้ว
- 20.) แท่งแก้วคน
- 21.) ซ้อนตักสาร
- 22.) ขาดั่งและที่จับ
- 23.) เตาอบ ยี่ห้อ Memmert

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 24.) เตามา ยี่ห้อ Thermolyne
- 25.) กระจกนาฬิกา
- 26.) กระจกกรอง เบอร์ 41
- 27.) กระจกยูนิเวอร์แซลอินดิเคเตอร์
- 28.) ชุดกรองบุชเนอร์
- 29.) กระจกฟอยด์
- 30.) หลอดหยด
- 31.) โกร่งบดสาร
- 32.) ครุชีเบล
- 33.) ตะแกรงร่อน ขนาด 100 เมช
- 34.) ภาชนะลูมิเนียม

3.3 วิธีการทดลอง

การทดลองแบ่งออกเป็น 4 ขั้นตอน ได้แก่

- 1) การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์ที่เตรียมได้จากเปลือกไข่ไก่
- 2) การวิเคราะห์คุณสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยา
- 3) การสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์
- 4) การทดสอบสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของเมทิลเอสเทอร์

3.3.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมคือ โพแทสเซียมบนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ซึ่งวิธีที่ใช้ในการเตรียมคือ วิธีการทำให้เอิบชุ่ม (Incipient-wetness impregnation)

- 1) ล้างเปลือกไข่ไก่ด้วยน้ำกลั่น แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็น
- 2) นำเปลือกไข่ไก่อมาบดด้วยครกบดสารให้เป็นผงละเอียด แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นแล้วเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์
- 3) เตรียมสารละลายเกลือโพแทสเซียมเข้มข้นร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก โดยใช้ปริมาณเกลือโพแทสเซียม 1.0000 กรัม ละลายน้ำกลั่น ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ซึ่งเกลือโพแทสเซียมที่ใช้ได้แก่ KF และ KI

- 4) ชั่ง CaO จากเปลือกไข่ไก่ ที่เผาที่อุณหภูมิ 1000 °C ปริมาณ 5 กรัม ใส่กระจกนาฬิกาเกลี่ยให้กระจายตัวแล้วนำสารละลายเกลือโพแทสเซียมที่เตรียมไว้ในบีกเกอร์ หลังจากนั้นค่อยๆเทสารละลายเกลือโพแทสเซียมลงบนเปลือกไข่ไก่และคนให้เข้ากัน เมื่อเทสารละลายหมดแล้วให้ทิ้งไว้ข้ามคืนที่อุณหภูมิห้องเพื่อให้เกิดการดูดซับอย่างสมบูรณ์ระหว่างเกลือโพแทสเซียมและแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่
- 5) นำตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมบนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์ที่เตรียมไว้ไปอบที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง
- 6) นำตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมบนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ มาทำการเผา (แคลไซน์) ตามตารางที่ 3.1 เมื่อครบเวลาแล้วนำตัวเร่งปฏิกิริยาเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์

ตารางที่ 3.1 อุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์ตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมบนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่

ชนิดของเกลือโพแทสเซียม	ปริมาณโพแทสเซียม (%โดยน้ำหนัก)	อุณหภูมิในการแคลไซน์ (องศาเซลเซียส)
KF	20	400
		500
		600
KI	20	400
		500
		600



รูปที่ 3.1 แสดงการนำตัวเร่งปฏิกิริยาไปทำการแคลไซน์

- 7) สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 6 ชนิด ตามตารางที่ 3.1 จะนำไปทดสอบประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันปาล์มและเมทานอล ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจะถูกนำไปศึกษาผลของปริมาณโพแทสเซียม โดยจะทำการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่ปริมาณโพแทสเซียมร้อยละ 10, 20, 30 และ 40 โดยน้ำหนัก

3.3.2 การวิเคราะห์คุณสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมบนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์ จะถูกนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบและลักษณะความเป็นผลึกด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (X-ray Diffraction Spectrophotometer, XRD) วิเคราะห์พื้นที่ผิวตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีการดูดซับไอโอดีน (Iodine number) วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) และการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier-Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR) ดังรูปที่ 3.2 – 3.6 ตามลำดับ

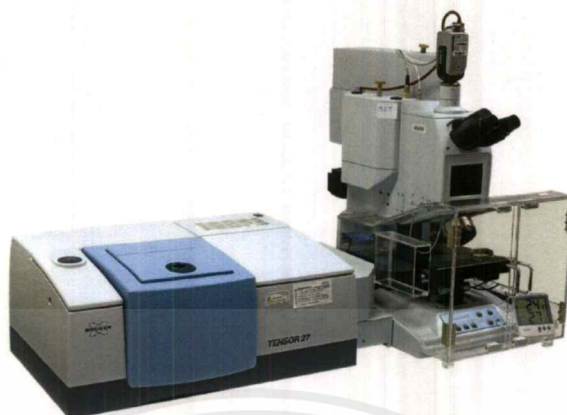


รูปที่ 3.2 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ (XRD)



รูปที่ 3.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.4 เครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR)

3.3.3 การสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์

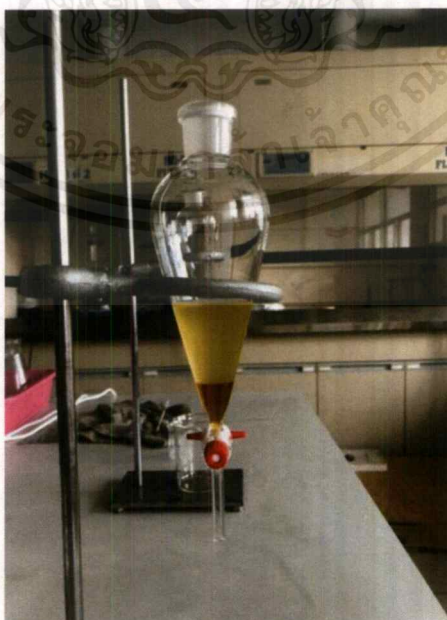
ในการทดลองนี้จะทำการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์ โดยศึกษาอิทธิพลของตัวแปรต่างๆที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ เมื่อใช้โพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ได้แก่ ชนิดของเกลือโพแทสเซียม อุณหภูมิที่ใช้ในการเผา (แคลไซน์) อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาในปฏิกิริยา เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาและการนำตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาใช้ใหม่ ขั้นตอนในการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์เป็นดังนี้

- 1) นำน้ำมันปาล์ม เมทานอลและตัวเร่งปฏิกิริยาตามปริมาณที่แสดงในตารางที่ 3.2-3.7 ใส่ลงในขวดก้นกลมสามคอที่ประกอบไปด้วยไบพัดปั่นกวน เทอร์โมมิเตอร์และคอนเดนเซอร์ โดยให้ความร้อนจากอ่างน้ำมันพาราฟิน ดังรูปที่ 3.5 ทำการปั่นกวนและให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 ± 5 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ 3.5 แสดงการตั้งอุปกรณ์สำหรับปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน

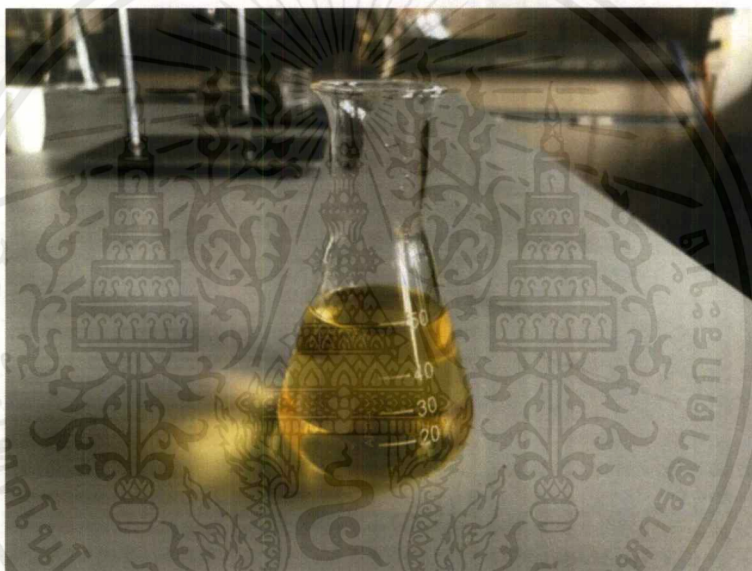
- 2) เมื่อครบเวลาของปฏิกิริยา เทของผสมในขวดก้นกลมที่ได้ใส่กรวยแยกแล้วตั้งทิ้งไว้เพื่อให้เกิดการแยกชั้นโดยชั้นบนจะเป็นชั้นอินทรีย์ ซึ่งเป็นเมทิลเอสเทอร์มีลักษณะเป็นของเหลวสีเหลืองใสคล้ายน้ำมันส่วนชั้นล่างเป็นชั้นของกลีเซอรอลมีลักษณะเป็นของเหลวหนืดสีน้ำตาล ดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 แสดงการแยกชั้นของเมทิลเอสเทอร์และกลีเซอรอลในกรวยแยก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3) ไชแยกชั้นกลีเซอรอลออกไป จากนั้นทำการกรองแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกด้วยเครื่องกรองแบบลดความดัน
- 4) นำของเหลวที่ผ่านการกรองแบบลดความดันแล้วใส่กรวยแยก ทำการล้างชั้นเมทิลเอสเทอร์ด้วยน้ำกลั่นจนได้ชั้นเมทิลเอสเทอร์ที่มีลักษณะขุ่นเล็กน้อยและมีสภาพเป็นกลาง โดยทดสอบด้วยกระดาษยูนิเวอร์แซลอินดิเคเตอร์
- 5) ดูดน้ำที่ปะปนกับเมทิลเอสเทอร์โดยใช้โซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัส จะได้เมทิลเอสเทอร์ที่ใส จากนั้นทำการกรองแบบลดความดันเพื่อกรองโซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัสออกไป ดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 แสดงเมทิลเอสเทอร์ที่ผ่านการดูดน้ำด้วยโซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัส

- 6) นำเมทิลเอสเทอร์ที่ได้ไปชั่งน้ำหนักและคำนวณหาร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ นำไปหาค่าความเป็นกรด เลขไอโอดีน และพิสจูจน์เอกลักษณ์ทางเคมีต่อไป

ในการทดลองตามตารางที่ 3.2 เป็นการนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากเกลือโพแทสเซียมชนิดต่างๆ และการใช้อุณหภูมิการแคลไซน์ที่แตกต่างกัน ไปทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน เพื่อคัดเลือกตัวเร่งปฏิกิริยาที่ให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงสุด มาทำการศึกษาอิทธิพลของตัวแปรอื่นๆ ต่อไปดังแสดงในตารางที่ 3.3 - 3.7

ตารางที่ 3.2 ตัวแปรในการศึกษาผลของชนิดตัวเร่งปฏิกิริยาและอุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์ที่มีผลต่อร้อยละเมทิลเอสเทอร์

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์ (องศาเซลเซียส)	ปริมาณของเกลือโพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์ (wt%)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)
KF/CaO	400	20	6:1	1	2
	500	20	6:1	1	2
	600	20	6:1	1	2
KI/CaO	400	20	6:1	1	2
	500	20	6:1	1	2
	600	20	6:1	1	2

ตารางที่ 3.3 ตัวแปรในการศึกษาผลของปริมาณเกลือโพแทสเซียมบนตัวเร่งรับแคลเซียมออกไซด์ที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์ (องศาเซลเซียส)	ปริมาณของเกลือโพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์ (wt%)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)
เลือกตัวเร่งปฏิกิริยาที่ให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตารางที่ 3.2	เลือกอุณหภูมิแคลไซน์ที่ให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตารางที่ 3.2	10	6:1	1	2
		20	6:1	1	2
		30	6:1	1	2
		40	6:1	1	2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.4 ตัวแปรในการศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เมื่อใช้โพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์ (องศาเซลเซียส)	ปริมาณของเกลือโพแทสเซียมบนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์ (wt%)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)
เลือกตัวเร่งปฏิกิริยาที่ให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตารางที่ 3.2	เลือกอุณหภูมิที่ให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตารางที่ 3.2	เลือกปริมาณโพแทสเซียมที่ให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตารางที่ 3.3	6:1	1	2
			9:1	1	2
			12:1	1	2
			15:1	1	2

ตารางที่ 3.5 ตัวแปรในการศึกษาผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เมื่อใช้โพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์ (องศาเซลเซียส)	ปริมาณของเกลือโพแทสเซียมบนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์ (wt%)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)
เลือกตัวเร่งปฏิกิริยาที่ให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตารางที่ 3.2	เลือกอุณหภูมิที่ให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตารางที่ 3.2	เลือกปริมาณโพแทสเซียมที่ให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตารางที่ 3.3	เลือกอัตราส่วนที่ให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตารางที่ 3.4	1	2
				2	2
				3	2
				4	2

ตารางที่ 3.6 ตัวแปรในการศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เมื่อใช้โพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์ (องศาเซลเซียส)	ปริมาณของเกลือโพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์ (wt%)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)
เลือกตัวเร่งปฏิกิริยาที่ให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตารางที่ 3.2	เลือกอุณหภูมิที่ให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตารางที่ 3.2	เลือกปริมาณโพแทสเซียมที่ให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตารางที่ 3.3	เลือกอัตราส่วนที่ให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตารางที่ 3.4	เลือกปริมาณที่ให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงสุดจากตารางที่ 3.5	1
					2
					3
					4

ตารางที่ 3.7 ตัวแปรในการศึกษาผลของการนำกลับมาใช้ใหม่ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เมื่อใช้โพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์ (องศาเซลเซียส)	ปริมาณของเกลือโพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์ (wt%)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	การนำตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาใช้ใหม่ (ครั้งที่)
เลือกจากตารางที่ 3.2	เลือกจากตารางที่ 3.2	เลือกจากตารางที่ 3.3	เลือกจากตารางที่ 3.4	เลือกจากตารางที่ 3.5	เลือกจากตารางที่ 3.6	1
						2
						3
						4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.4 การทดสอบสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของเมทิลเอสเทอร์

- 1) ค่าความเป็นกรด (Acid value)
- 2) เลขไอโอดีน (Iodine value)
- 3) ศึกษาถึงลักษณะโครงสร้างทางเคมีของไบโอดีเซลโดยเครื่องฟูเรียทรานสฟอร์มนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier-Transform Nuclear Magnetic Resonance Spectrophotometer, FT-NMR) และเครื่องฟูเรียทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier-Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR)

3.3.4.1 การวิเคราะห์ค่าความเป็นกรด (Acid value)

วิธีทำ

- 1) ใส่เอทานอลกับไดเอทิลอีเทอร์ อย่างละ 10 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปกรวยเขย่าให้เข้ากันเติมฟีนอล์ฟทาลีน 3-4 หยด แล้วทำให้ตัวละลายเป็นกลางด้วยการเติมสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) 0.01 โมลาร์ จนเห็นเป็นสีชมพูอ่อนๆ (ไม่ต้องจดปริมาณ)
- 2) นำขวดดังกล่าวไปวางบนเครื่องชั่ง ปรับน้ำหนักให้เป็นศูนย์ แล้วเติมน้ำมันประมาณ 5 กรัม ลงไปเขย่าและไทเทรตด้วยสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) 0.01 โมลาร์ จนถึงจุดยุติซึ่งได้สารละลายสีชมพูคงตัว (5-10 นาที)
- 3) จดปริมาตรโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไทเทรต แล้วนำไปคำนวณหาค่าความเป็นกรด

วิธีการคำนวณ

ให้ g เป็นจำนวนกรัมของน้ำมันที่ใช้

ให้ V เป็นจำนวนมิลลิลิตรของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการไทเทรต

จำนวนโมลของ KOH ที่ใช้ = $0.01V / 1000$

จำนวนมิลลิกรัมของ KOH = $(0.01V / 1000) \times MW_{\text{KOH}} \times 1000$

$$= (0.01V) \times 56$$

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

3.3.4.2 การวิเคราะห์หาเลขไอโอดีน (Iodine value)

1) การเตรียมสารสำหรับการวิเคราะห์หาเลขไอโอดีน

1.1 การเตรียมสารละลายยาน้ำไอโอดีน

- ละลายไอโอดีน 13.2 กรัม ในกรดอะซิติกกลั่น 1 ลิตรนำไปอุ่นให้ร้อนเพื่อช่วยให้ไอโอดีนละลายดีขึ้นเก็บสารละลายที่ได้ไว้ในขวดสีชาที่มีฝาปิดแน่น

1.2 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไอโอเดต (KIO_3) 0.10 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

- ชั่งโพแทสเซียมไอโอเดต (KIO_3) ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 ± 5 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้น จากนั้นชั่งโพแทสเซียมไอโอเดต (KIO_3) 2.41 ± 0.1 กรัม ละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตร เทสารละลายลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วทำการปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น

1.3 สารละลายมาตรฐานโซเดียมไทโอซัลเฟต ($Na_2S_2O_3$) 0.20 โมลาร์ ปริมาตร 500 มิลลิลิตร

- ละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต ($Na_2S_2O_3$) 15.8000 กรัม ในน้ำกลั่น 75 ± 25 มิลลิลิตร จากนั้นเติมโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) 0.10 ± 0.01 กรัม เทสารละลายในขวดปรับปริมาตรขนาด 500 ปริมาตรทำการปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เก็บสารละลายนี้ไว้ในขวดสีชา ทิ้งไว้อย่างน้อย 4 วันก่อนทำการตรวจสอบความเข้มข้น

1.4 น้ำแป้ง

- ชั่งแป้งมัน 1 ± 0.5 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่น 5-10 มิลลิลิตร คนสารละลายให้เข้ากัน จากนั้นเติมน้ำกลั่นเพิ่มอีก 25 ± 5 มิลลิลิตร กวนสารละลายตลอดเวลาแล้วเทสารละลายลงในน้ำกลั่นที่ต้มเดือดปริมาตร 1 ลิตร แล้วต้มสารละลายต่อให้เดือดอีก 4-5 นาที ทิ้งให้เย็นแล้วเก็บในขวดเก็บสารแช่ไว้ในตู้เย็น น้ำแป้งที่เตรียมได้จะใช้ภายในวันที่เตรียมเท่านั้น

2) วิธีเทียบมาตรฐานของสารละลาย

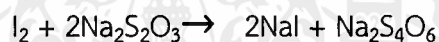
2.1 หาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต ($Na_2S_2O_3$)

- ปิเปตสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิไอโอเดต (IO_3^-) เข้มข้น 0.100 M มาจำนวน 25.00 มิลลิลิตร ใส่ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมสารละลายกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) เข้มข้น 1 M ลงไป 5 มิลลิลิตร (ใช้กระบอกรด) สารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีเหลืองเพราะ IO_3^- จะถูกรีดิวซ์ด้วย I^- เกิดเป็นไอโอดีน (I_2) ให้รับนำไปไทเทรตกับสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตเข้มข้น 0.200 M ซึ่งเทใส่บิวเรตเตรียมไว้แล้ว ไทเทรตจนกระทั่งสารละลายสีเหลืองกลายเป็นสีเหลืองอ่อน แล้วจึงค่อยเติมน้ำแป้งเข้มข้น 1 % w/v ลงไป 1 มิลลิลิตร จะได้สารละลายสีน้ำเงินแกมม่วง (หากไม่ได้แสดงว่าเลยจุดยุติไปแล้ว) ไทเทรตต่อจนกระทั่งสีน้ำเงินแกมม่วงเปลี่ยนเป็นใสไม่มีสี จึงหยุดการไทเทรต และจดบันทึกปริมาตรสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ไป ให้ทำซ้ำทั้งหมด 2 ครั้ง และคำนวณหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3) วิธีการวิเคราะห์หาเลขไอโอดีน

- 3.1 นำขวดรูปกรวย (ล้างภายในด้วยคลอโรฟอร์ม) วางบนเครื่องชั่งปรับน้ำหนักให้เป็นศูนย์เติมน้ำมันประมาณ 1.000 กรัม
- 3.2 เติมคลอโรฟอร์ม 10 มิลลิลิตร แล้วปิเปตสารละลายฮานส์ไอโอดีน 20 มิลลิลิตร ลงไปในขวดแล้วปิดจุกเขย่าให้เข้ากันและตั้งทิ้งไว้ในที่มืด 45 นาที (ให้ทำขวดเปรียบเทียบแบบลงค้ไปพร้อมกัน โดยทำเช่นเดียวกันแต่ไม่ใส่น้ำมัน)
- 3.3 เติมสารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ 10% โดยน้ำหนัก ลงไป 10 มิลลิลิตร แล้วเขย่าเพื่อให้ทำปฏิกิริยากับฮานส์ไอโอดีนที่เหลืออยู่ในชั้นคลอโรฟอร์มซึ่งจะได้ไอโอดีนออกมาอยู่ในชั้นของโพแทสเซียมไอโอไดด์ (เห็นสารละลายเป็นสีน้ำตาลเข้ม)
- 3.4 ใช้น้ำกลั่น 25 มิลลิลิตร ชะล้างไอโอดีนที่ติดอยู่ที่ผนังขวดและฝาให้หมดแล้วรีบปิดฝา
- 3.5 นำไปไทเทรตกับโซเดียมไทโอซัลเฟตจนสีของไอโอดีนจางลง (เห็นเป็นสีน้ำตาลจางๆอมเหลือง) แสดงว่าเหลือไอโอดีนอีกเพียงเล็กน้อย จึงเติมน้ำแป้งลงไปประมาณ 0.5-1 มิลลิลิตร สารละลายจะเป็นสีน้ำเงินแล้วไทเทรตต่อจนสีน้ำเงินหายไป จดปริมาตรไว้

วิธีการคำนวณ

ให้ A = มิลลิลิตรของโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ในการไทเทรตขวดตัวอย่าง

B = มิลลิลิตรของโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ในการไทเทรตขวดเปรียบเทียบ

จากสมการ 1 โมลของไอโอดีน = 2 โมลของโซเดียมไทโอซัลเฟต

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

น้ำหนักโมเลกุลของไอโอดีน = 254

จำนวนกรัมของไอโอดีนที่ถูกดูดด้วยไขมัน = $\frac{1}{2} (0.2(B - A)/1000) \times 254$
 $= 2.54(B-A)/100$

เนื่องจาก เลขไอโอดีน = จำนวนกรัมของไอโอดีนที่ถูกดูดด้วยไขมัน 100 กรัม

g = จำนวนกรัมของน้ำมันที่ใช้

ดังนั้น เลขไอโอดีน = $(2.54(B-A)/100) \times 100/g$
 $= 2.54(B-A)/g$

3.3.4.3 การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของตัวดูดซับด้วยเทคนิคการวิเคราะห์หาค่าการดูดซับไอโอดีน (Iodine number)

วิธีการทดลอง

1. การเตรียมสารที่ใช้สำหรับการดูดซับไอโอดีน

1.1 สารละลาย HCl 5% w/w ปริมาตร 620 มิลลิลิตร

- นำกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นจำนวน 70 มิลลิลิตร เทลงในน้ำกลั่นที่มีปริมาตร 550 มิลลิลิตร จากนั้นคนให้เข้ากัน

1.2 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไอโอเดต KIO_3 0.100 นอร์มัล (normal, N) ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร

- ชั่งโพแทสเซียมไอโอเดตที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 ± 5 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้น จากนั้นชั่งโพแทสเซียมไอโอเดต 3.5667 ± 0.1 กรัม ละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตร เทสารละลายลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร แล้วทำการปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น

1.3 สารละลายมาตรฐานโซเดียมไทโอซัลเฟต ($Na_2S_2O_3$) 0.100 นอร์มัล (normal, N) ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร

- ละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต 24.820 กรัม ในน้ำกลั่น 75 ± 25 มิลลิลิตร จากนั้นเติมโซเดียมไทโอซัลเฟต 0.10 ± 0.01 กรัม เทสารละลายลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร แล้วทำการปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เก็บสารละลายนี้ไว้ในขวดสีชา ทิ้งไว้อย่างน้อย 4 วันก่อนทำการตรวจสอบความเข้มข้น

1.4 สารละลายมาตรฐานไอโอดีน 0.100 ± 0.001 นอร์มัล (normal, N) ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร

- ชั่งไอโอดีน 12.70 กรัม และโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) 19.10 กรัม ผสมให้เข้ากัน เติมน้ำกลั่น 2-5 มิลลิลิตร คนให้ของแข็งละลาย ค่อยๆเติมน้ำที่ละน้อย ประมาณครั้งละ 5 มิลลิลิตร จนกระทั่งได้วาลละลายประมาณ 50-60 มิลลิลิตร ทิ้งสารละลายไว้อย่างน้อย 4 ชั่วโมง คนเป็นระยะเพื่อให้แน่ใจว่าของแข็งละลายจนหมด เทสารละลายลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร แล้วทำการปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น และเก็บสารละลายไว้ในขวดสีชา

1.5 น้ำแป้ง

- ชั่งแป้งมัน 1 ± 0.5 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่น 5-10 มิลลิลิตร คนให้สารละลายเข้ากัน จากนั้นเติมน้ำกลั่นเพิ่มอีก 25 ± 5 มิลลิลิตร กวนสารละลายตลอดเวลา แล้วเทสารละลายลงในน้ำกลั่นที่ต้มเดือดปริมาตร 1000 มิลลิลิตร แล้วต้มสารละลายให้เดือด

ต่ออีก 4-5 นาที ทิ้งให้เย็นแล้วเก็บในขวดเก็บสารแช่ไว้ในตู้เย็น น้ำแบ่งที่เตรียมได้จะ
ใช้ได้ภายในวันที่เตรียมเท่านั้น

2. วิธีเทียบมาตรฐานของสารละลาย

2.1 หาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

- ปิเปตสารละลายมาตรฐานปรัสมุมิไอโอเดต (IO_3^-) เข้มข้น 0.5×10^{-4} M มาจำนวน 25.00 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมสารละลายกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) เข้มข้น 1 M ลงไป 5 มิลลิลิตร (ใช้กระบอกตวง) สารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีเหลืองเพราะ IO_3^- จะถูกรีดิวซ์ด้วย I^- เกิดเป็นไอโอดีน (I_2) ให้รีบนำไปไทเทรตกับสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตเข้มข้น 2×10^{-4} M ซึ่งเทใส่บิวเรตเตรียมไว้แล้ว ไทเทรตจนกระทั่งสารละลายสีเหลืองกลายเป็นสีเหลืองอ่อน แล้วจึงค่อยเติมน้ำแบ่งเข้มข้น 1 % w/v ลงไป 1 มิลลิลิตร จะได้สารละลายสีน้ำเงินแกมม่วง (หากไม่ได้แสดงว่าเลยจุดยุติไปแล้ว) ไทเทรตต่อจนกระทั่งสีน้ำเงินแกมม่วงเปลี่ยนเป็นใสไม่มีสี จึงหยุดการไทเทรต และจดบันทึกปริมาตรสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ไป ให้ทำซ้ำทั้งหมด 2 ครั้ง และคำนวณหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต

2.2 หาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายไอโอดีน

- ปิเปตสารละลายไอโอดีน 25 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร แล้วไทเทรตทันทีด้วยสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ทราบความเข้มข้นที่แน่นอนแล้ว เมื่อสีของสารละลายไอโอดีนจางลงจนกระทั่งเป็นสีเหลืองอ่อน หยดน้ำแบ่ง (ใกล้ถึงจุดยุติ) 2-3 หยด สารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงิน ไทเทรตต่อจนสารละลายไม่มีสี บันทึกปริมาตรของสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ ทำการไทเทรตซ้ำอย่างน้อย 3 ครั้ง จากนั้นคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายไอโอดีน

3. วิธีการวิเคราะห์ค่าการดูดซับไอโอดีน

3.1 ชั่งตัวดูดซับ KF/CaO จำนวน 0.0500 กรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร

3.2 ปิเปตสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 5% โดยน้ำหนัก 10 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่ในข้อ 3.1 ปิดจุกยางแล้วเขย่าเบาๆ

3.3 เปิดจุกยางออก แล้วนำไปให้ความร้อนด้วยเตาให้ความร้อน (ทำการทดลองในตู้ดูดควัน) แล้วต้มให้เดือดประมาณ 30 ± 2 นาที จากนั้นยกขวดรูปชมพู่ออกจากเตาให้ความร้อนแล้วทิ้งไว้ให้เย็นในอุณหภูมิต่ำ

3.4 ปิเปตสารละลายไอโอดีนมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนแล้วมา 100 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่ในข้อ 3.3 ปิดด้วยจุกยางทันทีแล้วทำการเขย่าแรงๆ เป็นเวลา 30 ± 1 วินาที จากนั้นกรองสารละลายผ่านกระดาษกรองพับจีบเบอร์ 42

- 3.5 บีบอัดสารละลายที่กรองได้จากข้อ 3.4 มา 50 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร ทำการไทเทรตด้วยสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน แล้ว จนกระทั่งเป็นสีเหลืองอ่อน หยดน้ำแป้ง (ใกล้ถึงจุดยุติ) 2-3 หยด สารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงิน ไทเทรตต่อจนสารละลายไม่มีสี บันทึกปริมาตรของสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้
- 3.6 ทำการทดลองตั้งแต่ข้อ 3.1 ถึงข้อ 3.5 ทั้งหมด 3 ครั้ง แล้วนำค่ามาเฉลี่ยเพื่อหาค่าการดูดซับของไอโอดีน



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มและเมทานอลด้วยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน โดยใช้เกลือโพแทสเซียมบนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยการนำเสนอผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลองของงานวิจัยนี้แบ่งออกเป็น 3 ตอนคือตอนที่ 1 ศึกษาลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาวีวิธพันธุ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์ ได้แก่ โครงสร้าง องค์ประกอบ และลักษณะพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาวีวิธพันธุ์ ตอนที่ 2 เป็นการสังเคราะห์เมทิลเอสเทอร์และศึกษาถึงตัวแปรที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ ได้แก่ ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิในการแคลไซน์ ร้อยละของเกลือโพแทสเซียม อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา และเวลาในการทำปฏิกิริยารวมถึงการนำกลับมาใช้ใหม่ของตัวเร่งปฏิกิริยา และตอนที่ 3 เป็นการพิสูจน์เอกลักษณ์ทางเคมีและทดสอบสมบัติของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้

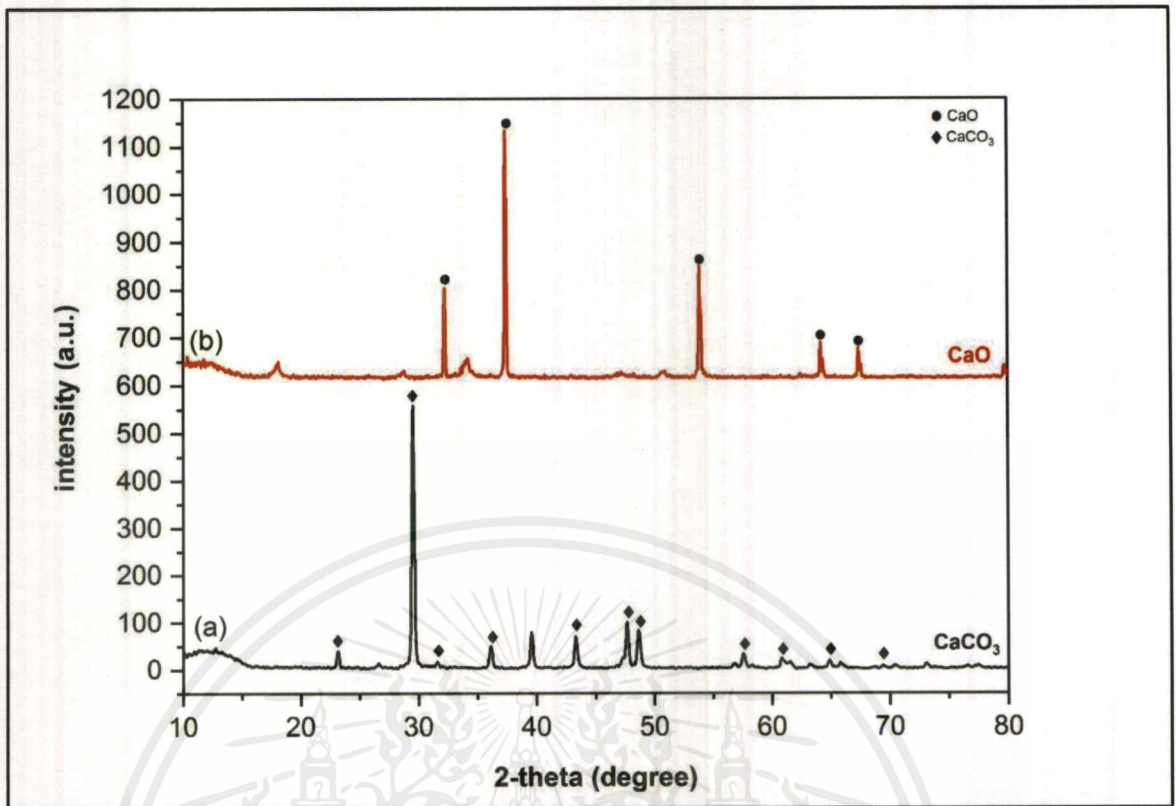
4.1 การศึกษาลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา

4.1.1 โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยาวีวิธพันธุ์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ คือ เกลือโพแทสเซียมบนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ ซึ่งผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เกลือโพแทสเซียมที่ใช้มีดังต่อไปนี้

1. โพแทสเซียมฟลูออไรด์ (KF)
2. โพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI)

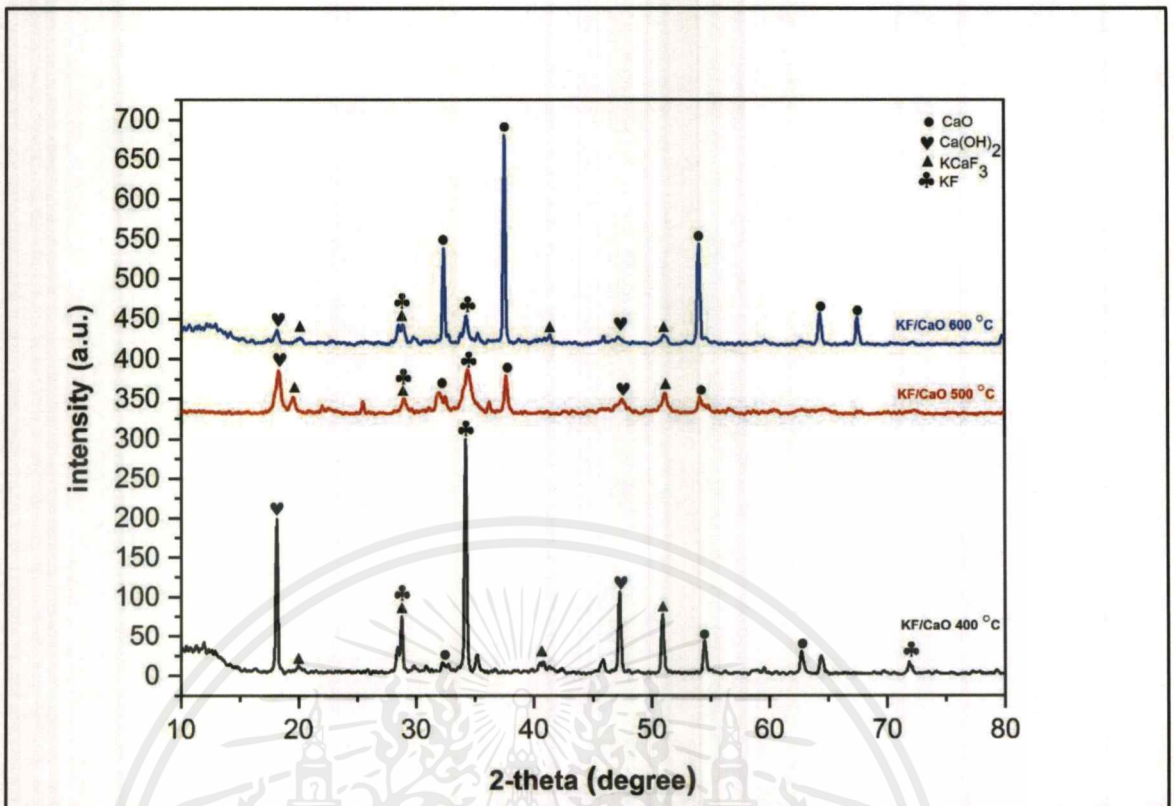
ในการศึกษาโครงสร้างของเกลือโพแทสเซียมบนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ จะใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (X-ray Diffraction, XRD) ผลวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 รูปแบบเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของ เปลือกไข่ไก่ (a) และเปลือกไข่ไก่ที่ผ่านการแคลไซน์ 1000 °C (b)

จากรูปที่ 4.1 (a) เป็นรูปแบบ XRD ของเปลือกไข่ไก่ก่อนการแคลไซน์ พบว่ามีพีคที่มุม $2\theta = 23.10^\circ, 29.47^\circ, 31.52^\circ, 36.04^\circ, 43.24^\circ, 47.21^\circ, 47.63^\circ, 48.62^\circ, 56.68^\circ, 57.52^\circ, 60.80^\circ, 61.15^\circ, 64.80^\circ, 65.80^\circ$ และ 70.42° ซึ่งเป็นพีคเอกลักษณ์ของแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO₃) ที่มีความเป็นผลึกสูง สำหรับรูปที่ 4.1(b) พบ พีคที่มุม $2\theta = 32.22^\circ, 37.38^\circ, 53.89^\circ, 64.19^\circ$ และ 67.15° ซึ่งเป็นพีคเอกลักษณ์ของแคลเซียมออกไซด์ (CaO) ที่สังเคราะห์ได้จากการแคลไซน์เปลือกไข่ไก่อุณหภูมิ 1000 °C ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่า เมื่อนำเปลือกไข่ไก่มาแคลไซน์จะเกิดการสลายตัวของ CaCO₃ เป็น CaO เป็นส่วนใหญ่ [32]

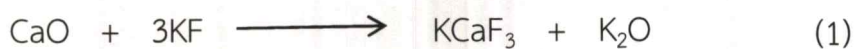
เมื่อเติมโพแทสเซียมฟลูออไรด์ (KF) ปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ลงบน CaO ที่ได้จากเปลือกไข่ไก่ จากนั้นไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่ารูปแบบเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO แสดงดังรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 รูปแบบเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO ที่ปริมาณโพแทสเซียม ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 500 และ 600 °C

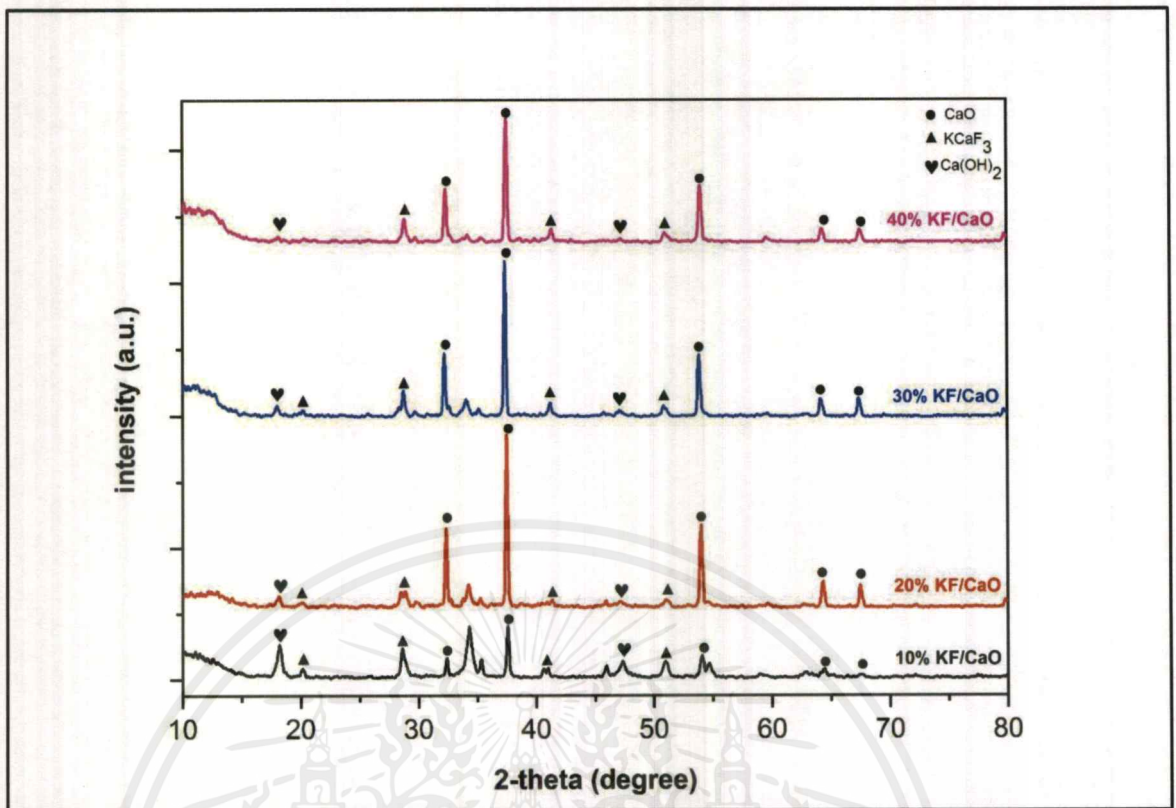
จากรูปที่ 4.2 เป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO โดยมี อุณหภูมิในการแคลไซน์ที่แตกต่างกันได้แก่ 400 500 และ 600 องศาเซลเซียส โดย 20% KF/CaO มี รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ใกล้เคียงกันซึ่งพบพิกัดเอกลักษณ์ของแคลเซียมออกไซด์ (CaO) ที่มุม $2\theta = 32.22^\circ$, 37.38° , 53.89° , 64.19° และ 67.15° พบพิกัดเอกลักษณ์ของโพแทสเซียม ฟลูออไรด์ (KF) ที่มุม $2\theta = 29^\circ$, 34.1° และ 71.8° พิกัดเอกลักษณ์ของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Ca(OH)₂) ที่มุม $2\theta = 18^\circ$ และ 47.2° และพิกัดเอกลักษณ์ของโพแทสเซียมแคลเซียมฟลูออไรด์ (KCaF₃) ที่มุม $2\theta = 20^\circ$, 28.4° , 41.2° และ 51.2°

การเกิดขึ้นของ KCaF_3 เนื่องจากในขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธี impregnation จะเกิดการรวมตัวระหว่าง KF และ CaO ภายใต้อุณหภูมิในการแคลไซน์ 400 500 และ 600 องศาเซลเซียส ดังสมการที่ (1)



จะเห็นได้จากรูปที่ 2 เมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์เพิ่มขึ้นจาก 400 เป็น 600 องศาเซลเซียส intensity ของพีค KF มีแนวโน้มลดลง แสดงว่า KF ถูกรวมตัวกับ CaO และเปลี่ยนเป็น KCaF_3 กระจายอยู่บนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา นอกจากนี้ยังพบอีกว่าพีคของ KCaF_3 จะมี intensity สูงขึ้นตามอุณหภูมิในการแคลไซน์ที่มากขึ้นด้วย สำหรับการพบพีคของ Ca(OH)_2 สามารถอธิบายได้ว่า เมื่อ CaO รวมตัวกับความชื้นในบรรยากาศ จึงเกิดการรวมตัวกลายเป็น Ca(OH)_2 แต่เมื่อแคลไซน์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูงจะทำให้ Ca(OH)_2 ลดลง สังเกตได้จากที่ตำแหน่ง $2\theta = 18^\circ$ และ 47.2° ที่มี intensity ลดลง [33-35]

เมื่อเติมโพแทสเซียมฟลูออไรด์ (KF) ปริมาณร้อยละ 10 20 30 และ 40 โดยน้ำหนัก ลงบน CaO จากเปลือกไข่ไก่ จากนั้นนำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อดูความแตกต่างของรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่เกิดจากการแคลไซน์ที่ปริมาณโพแทสเซียมฟลูออไรด์แตกต่างกัน แสดงดังรูปที่ 4.3

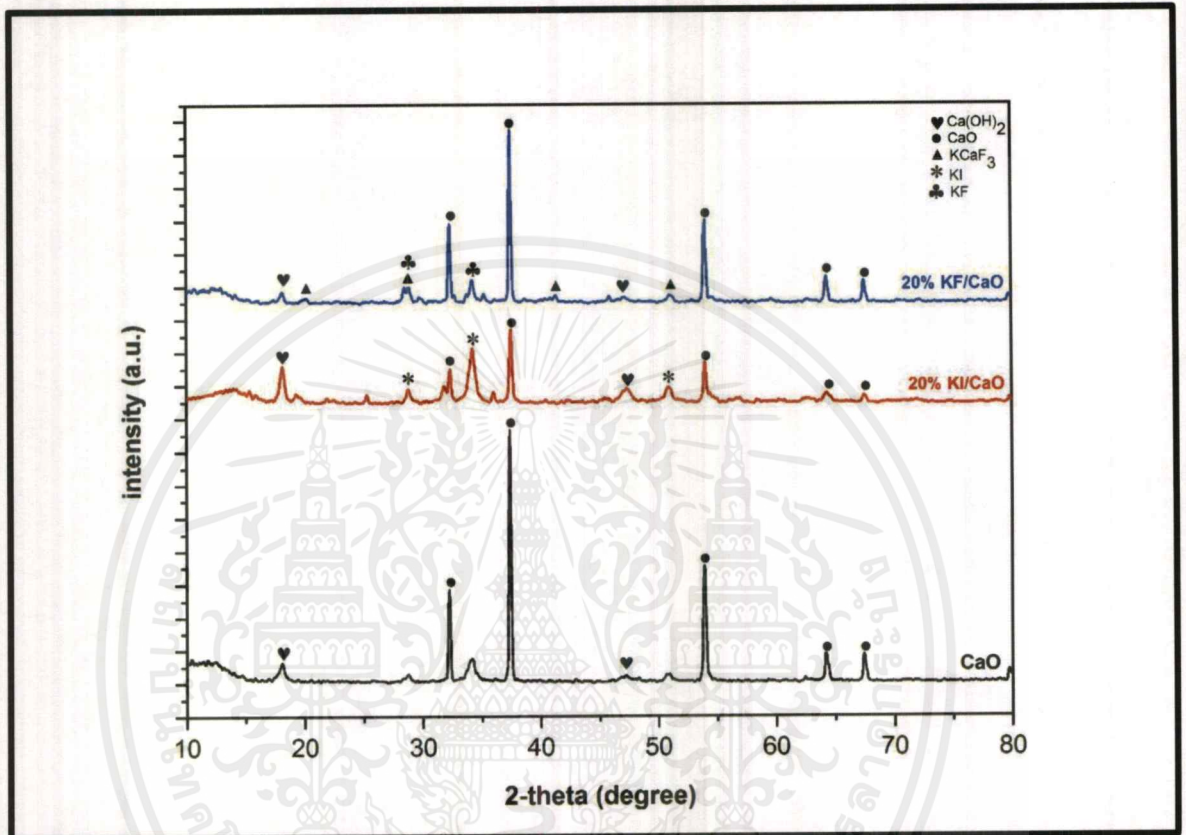


รูปที่ 4.3 รูปแบบเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO ที่ปริมาณโพแทสเซียม ร้อยละ 10 20 30 และ 40 โดยน้ำหนัก แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C

จากรูปที่ 4.3 เมื่อเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 4 ชนิด ได้แก่ 10% KF/CaO 20% KF/CaO 30% KF/CaO และ 40% KF/CaO พบพิกเอกลักษณ์ของ CaO , Ca(OH)₂ และ KCaF₃ โดยพบว่าที่ตำแหน่ง 2θ = 20° , 28.4° , 41.2° และ 51.2° ซึ่งเป็นพิกเอกลักษณ์ของ KCaF₃ มี intensity ที่เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณของโพแทสเซียมฟลูออไรด์จากร้อยละ 10 เป็น 20 โดยน้ำหนัก และ intensity ลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณของโพแทสเซียมฟลูออไรด์มากกว่า ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก นอกจากนั้นพิกเอกลักษณ์ของ CaO ที่มุม 2θ = 32.22° , 37.38° , 53.89° , 64.19° และ 67.15 ° ของตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO มี intensity สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยา 10% KF/CaO 30% KF/CaO และ 40% KF/CaO

อย่างไรก็ตามตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 4 ชนิด ไม่พบพิกเอกลักษณ์ของโพแทสเซียมออกไซด์ (K₂O) ซึ่งควรเกิดขึ้นที่มุม 2θ = 31° โดยคาดว่า K₂O ที่เกิดจากการรวมตัวของ KF และ CaO (ดัง สมการที่ 1) อาจจะกระจายตัวบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาได้ดี ซึ่งผลการทดลองที่ได้มีความ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Libai และคณะ [34]

เพื่อศึกษาชนิดของเกลือโพแทสเซียมที่ใช้เติมบนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ ในการทดลองนี้ได้ใช้โพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) เพื่อเปรียบเทียบกับ KF ซึ่งจะถูกนำมาที่ปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ แสดงดังรูปที่ 4.4



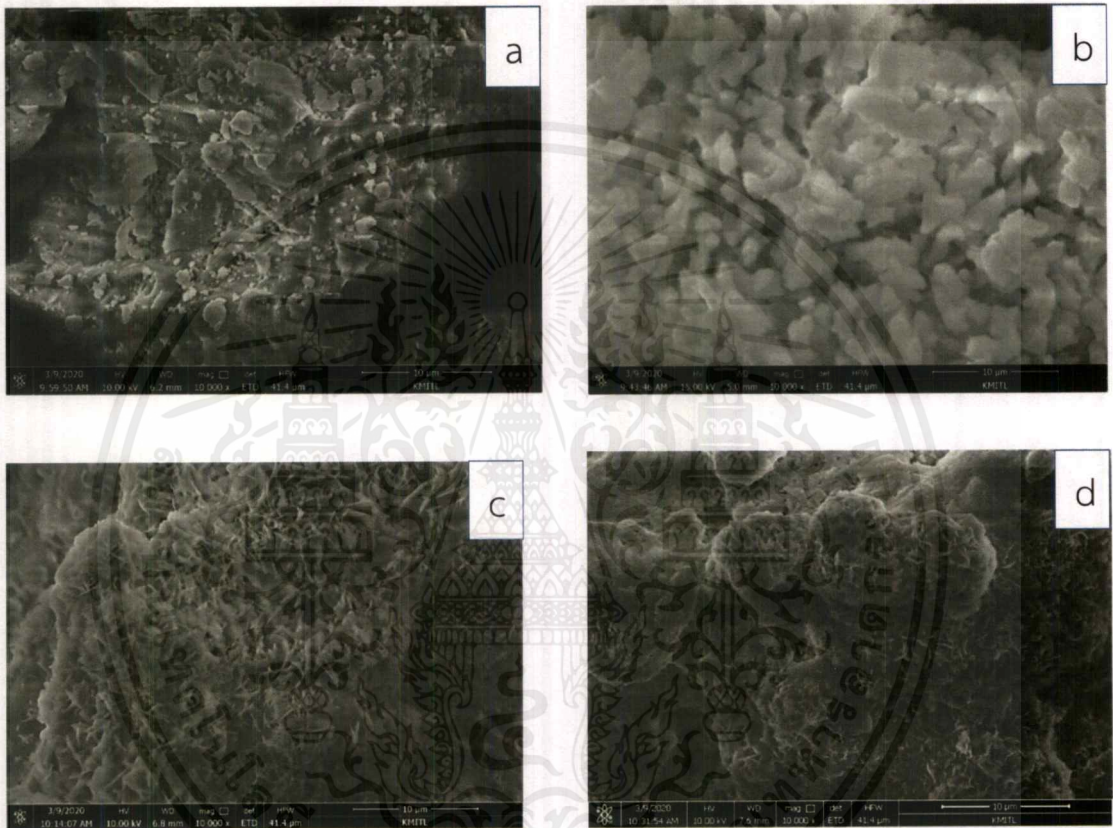
รูปที่ 4.4 รูปแบบเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO และ KI/CaO ที่ปริมาณโพแทสเซียมร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.4 เป็นการเปรียบเทียบรูปแบบเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO และ KI/CaO ที่ปริมาณโพแทสเซียมร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก โดยผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส จะพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 2 ชนิด มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ใกล้เคียงกัน นั่นคือประกอบด้วยพีคเอกลักษณ์ของ CaO และ Ca(OH)₂ สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO จะพบพีคเอกลักษณ์ของ KF และ KCaF₃ ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยา KI/CaO จะพบพีคเอกลักษณ์ของ KI ปรากฏอยู่ โดยพีค CaO ของตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO จะมี intensity ที่สูงกว่าของ KI/CaO เนื่องจาก KI ที่ไม่ได้เกิดการรวมตัวกับ CaO อาจเกิดการบดบังพื้นที่ผิวของ CaO จึงทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยา KI/CaO มีปริมาณ CaO น้อยกว่าตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO ดังนั้นจึงนำเฉพาะ KF/CaO ไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคอื่นๆต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.2 ลักษณะพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา

นำเปลือกไข่ไก่ แคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ และตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมบนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ (KF/CaO) ที่มีปริมาณ KF ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส มาทำการศึกษาพื้นผิว โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า แสดงดังรูปที่ 4.5



รูปที่ 4.5 ลักษณะพื้นผิวของเปลือกไข่ไก่ CaO จากเปลือกไข่ไก่ และตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า

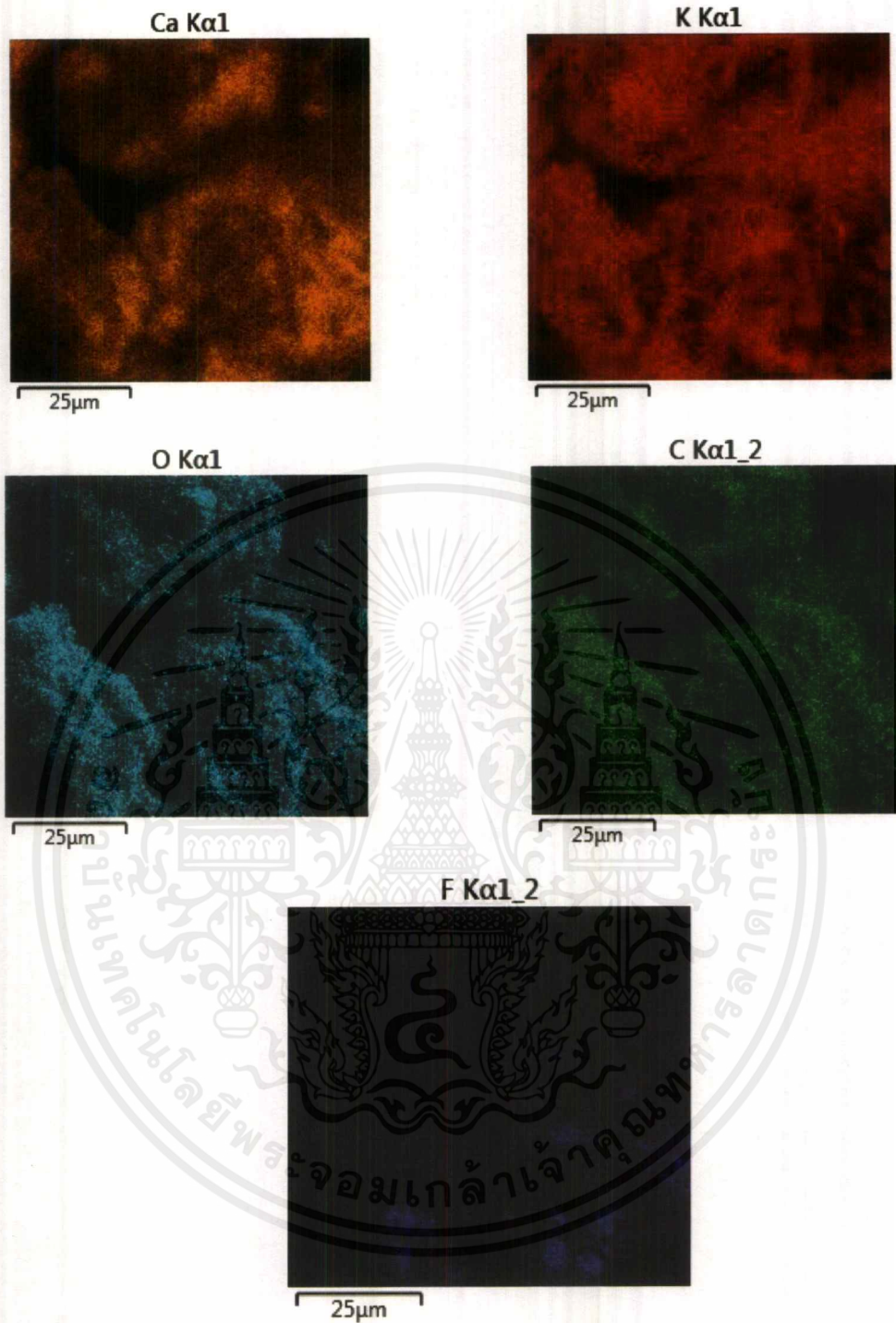
- | | |
|-----------------|------------------------|
| a) เปลือกไข่ไก่ | b) CaO จากเปลือกไข่ไก่ |
| c) 20% KF/CaO | d) 40% KF/CaO |

จากรูปที่ 4.5 (a) แสดงถึงลักษณะพื้นผิวของเปลือกไข่ไก่ ที่ประกอบไปด้วย CaCO_3 เป็นส่วนใหญ่ ซึ่งจะเห็นได้ว่าลักษณะอนุภาคมีขนาดใหญ่ โครงสร้างเกาะกันเป็นผลึกมีลักษณะเรียบแน่น มีรูพรุนน้อย เมื่อนำเปลือกไข่ไก่มาเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส CaCO_3 จะถูกเปลี่ยนเป็น CaO แสดงถึงลักษณะพื้นผิวดังรูปที่ 4.5 (b) ซึ่งพบว่าพื้นผิวมีความขรุขระ โครงสร้างอนุภาคชัดเจน และมีช่องว่างในแต่ละอนุภาคซึ่งแสดงถึงความพรุนที่กระจายตัว [32] จากรูป 4.5 (c) แสดงถึงลักษณะพื้นผิวของ 20% KF/CaO พบว่าพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยามีความขรุขระมากและพบผลึกเล็กๆ กระจายปกคลุมอยู่ทั่วบริเวณพื้นผิวของ CaO และจากรูป 4.5 (d) แสดงถึงลักษณะพื้นผิวของ 40% KF/CaO พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยามีความขรุขระมากและมีการกระจายตัวของอนุภาคลดลง เนื่องจากอาจเกิดการจับตัวกันเป็นก้อนที่มีขนาดใหญ่ขึ้น

นอกจากนั้น ยังได้ทำการศึกษาค่าประกอบและการกระจายตัวของแคลเซียมออกไซด์ (CaO) จากเปลือกไข่ไก่และตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO ที่ปริมาณโพแทสเซียมฟลูออไรด์ 20 และ 40 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ติดตั้งร่วมกับเครื่องเอกซเรย์สเปกโตรสโคปแบบกระจายพลังงาน (Scanning Electron Microscope/ Energy Dispersive X-ray Spectrometer, SEM/EDX) ดังรูปที่ 4.6–4.8

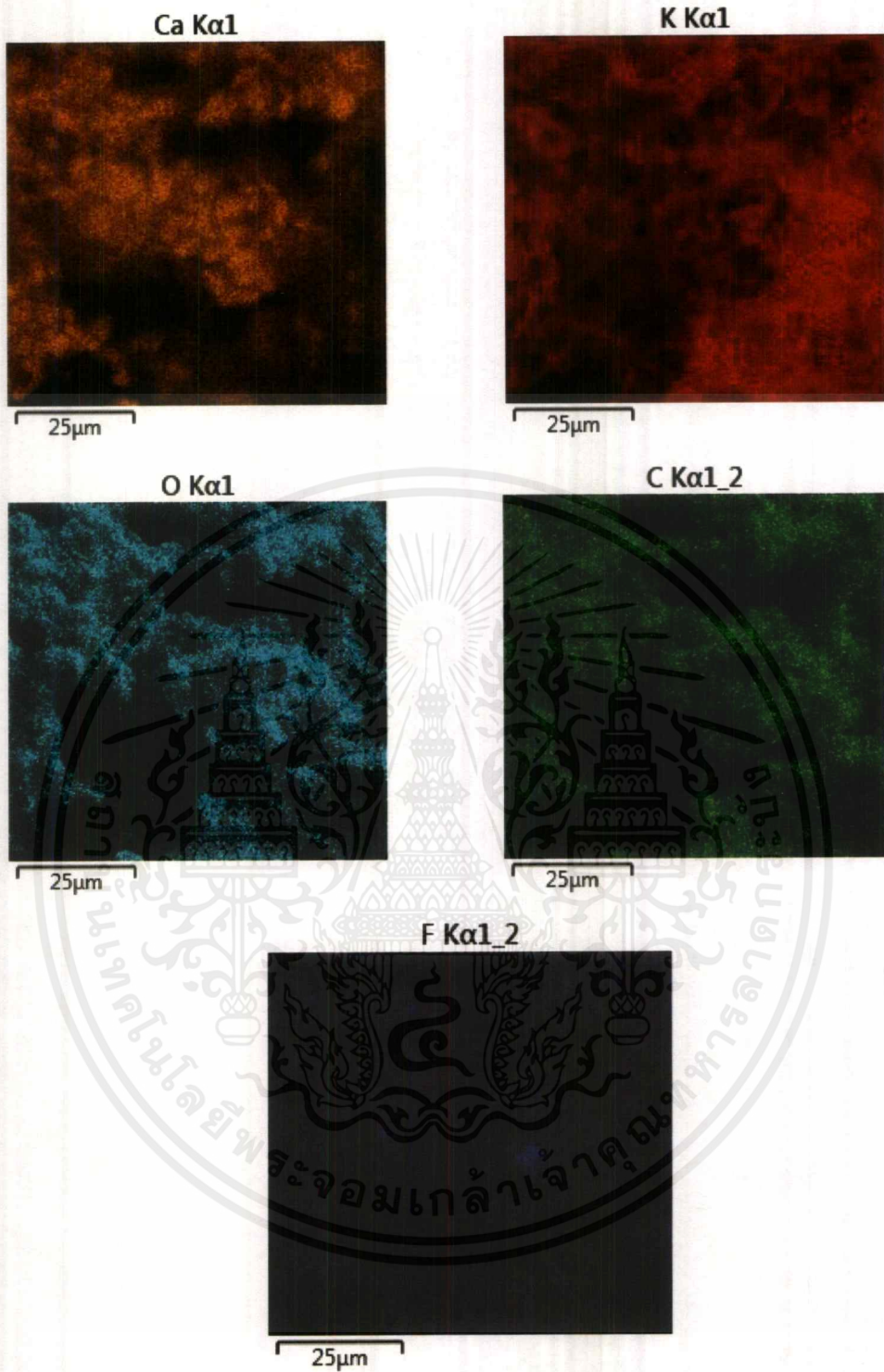


รูปที่ 4.6 ลักษณะการกระจายตัวของธาตุต่างๆ บนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์ (CaO) จากเปลือกไข่ไก่ที่ผ่านการแคลไซน์ที่ 1,000 องศาเซลเซียส โดยวิเคราะห์จากเครื่อง SEM/EDX



รูปที่ 4.7 ลักษณะการกระจายตัวของธาตุต่างๆ บนตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO ที่ผ่านการแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส โดยวิเคราะห์จากเครื่อง SEM/EDX

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.8 ลักษณะการกระจายตัวของธาตุต่างๆ บนตัวเร่งปฏิกิริยา 40% KF/CaO ที่ผ่านการแคลไซน์ที่ 600 องศาเซลเซียส โดยวิเคราะห์จากเครื่อง SEM/EDX

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.6 เป็นลักษณะการกระจายตัวของแคลเซียมออกไซด์ (CaO) จากเปลือกไข่ไก่ ซึ่งพบว่ามีธาตุ แคลเซียม ออกซิเจน คาร์บอน และ แมกนีเซียม เป็นองค์ประกอบ และจากรูปที่ 4.7-4.8 เป็นลักษณะการกระจายตัวของธาตุต่างๆ บนตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO และ 40% KF/CaO ซึ่งพบว่ามีธาตุ แคลเซียม ออกซิเจน คาร์บอน โพแทสเซียม และ ฟลูออรีน เป็นองค์ประกอบ โดยปริมาณธาตุต่างๆ แสดงไว้ในตารางที่ 4.1 และพบว่าการกระจายตัวของธาตุ K บนตัวเร่งปฏิกิริยามีแนวโน้มลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณของ KF

ตารางที่ 4.1 แสดงปริมาณธาตุองค์ประกอบของแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่และตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO ที่วิเคราะห์จากเครื่อง SEM/EDX

ตัวเร่งปฏิกิริยา	ปริมาณองค์ประกอบของธาตุ (mol%)					
	Ca	O	C	Mg	K	F
CaO (จากเปลือกไข่ไก่)	39.94	52.98	6.75	0.34	-	-
20% KF/CaO	20.00	45.28	14.08	-	15.65	4.99
40% KF/CaO	23.00	41.06	13.38	-	15.77	6.80

4.1.3 พื้นที่ผิวจำเพาะของตัวเร่งปฏิกิริยา

นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่ได้มาทำการวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะโดยวิธีการวิเคราะห์ค่าการดูดซับไอโอดีน โดยปริมาณไอโอดีนที่ถูกดูดซับจะสามารถบอกพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาได้ ผลการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ปริมาณไอโอดีนที่ดูดซับบนตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยา	ปริมาณไอโอดีน (mg/g)
CaO (จากเปลือกไข่ไก่)	37.67
10% KF/CaO	243.92
20% KF/CaO	335.13
30% KF/CaO	115.50
40% KF/CaO	57.07

จากตารางที่ 4.2 ตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO ที่มีปริมาณโพแทสเซียมฟลูออไรด์ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก จะมีปริมาณไอโอดีนที่ดูดซับบนตัวเร่งปฏิกิริยา 335.13 mg/g ซึ่งมีปริมาณไอโอดีนดูดซับมากที่สุด จึงสามารถบอกได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO มีพื้นที่ผิวจำเพาะมากที่สุด และตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO ที่มีปริมาณโพแทสเซียมฟลูออไรด์ที่ร้อยละ 30 และ 40 โดยน้ำหนัก มีปริมาณไอโอดีนดูดซับลดลง เนื่องจากอาจเกิดจากการจับกันเป็นก้อนของ $KCaF_3$ บนพื้นผิวตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งบดบงูพูน ทำให้พื้นที่ผิวจำเพาะลดลง

จากรูปที่ 4.9 เป็นการเปรียบเทียบรูปแบบ FT-IR ของ CaO กับตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO ที่ปริมาณโพแทสเซียมออกไซด์ร้อยละ 10 20 30 และ 40 โดยน้ำหนัก โดยจะเห็นได้ว่า CaO พบพีกที่เลขคลื่น 3641.08 cm^{-1} เป็นการสั่นของพันธะ $\nu(\text{O-H})$ จากไฮดรอกไซด์ของ $\text{Ca}(\text{OH})_2$ พีกที่เลขคลื่น 3437.74 cm^{-1} เป็นการสั่นของพันธะ $\nu(\text{O-H})$ จากไฮดรอกไซด์ของน้ำ พีกที่เลขคลื่น 1609.89 cm^{-1} (การสั่นแบบยืดโดยสมมาตร, symmetric stretching) 1359.26 cm^{-1} (การสั่นแบบยืดโดยไม่สมมาตร, asymmetric stretching) 856 cm^{-1} และ 713 cm^{-1} เป็นพีกของการสั่นที่อยู่ต่างระนาบ (out-of plane) และระนาบเดียวกัน (in-plane) ตามลำดับของ เป็นการสั่นของพันธะ $(\text{C}=\text{O})$ จากคาร์บอเนต $(\text{CO}_3)^{2-}$ และพีกของการสั่นแบบยืดหดของ $(\text{Ca}-\text{O})$ ที่เลขคลื่นประมาณ 554.73 cm^{-1} [29] และจะสังเกตเห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO ที่ปริมาณโพแทสเซียมออกไซด์ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก พบพีกที่ 1022.34 cm^{-1} เป็นการสั่นของพันธะ $(\text{Ca}-\text{F})$ จาก KCaF_3 ในขณะที่ CaO ไม่พบพีกที่ตำแหน่งนี้ จึงกล่าวได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO ที่สังเคราะห์มานั้นมีหมู่ฟลูออไรด์อยู่ [36]

4.2 การศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อร้อยละเมทิลเอสเทอร์

4.2.1 ผลของชนิดตัวเร่งปฏิกิริยาและอุณหภูมิในการแคลไซน์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

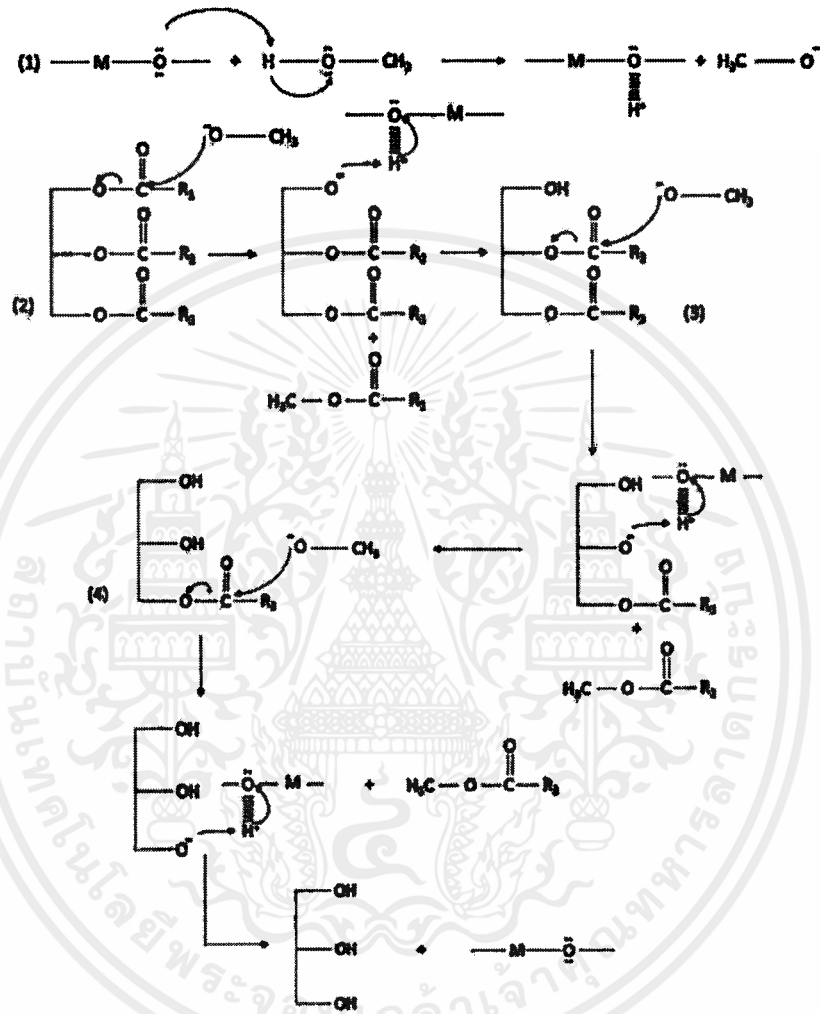
ในการศึกษาผลของชนิดตัวเร่งปฏิกิริยาและอุณหภูมิในการแคลไซน์ของตัวเร่งปฏิกิริยาเกลือโพแทสเซียมบนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ โดยจะกำหนดให้ปริมาณของเกลือโพแทสเซียมบนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่เป็นร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันเป็น 6:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิจุดเดือดของเมทานอล อุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์ตัวเร่งปฏิกิริยาได้แก่ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.2 และรูปที่ 4.7

ตารางที่ 4.3 ผลของชนิดตัวเร่งปฏิกิริยาและอุณหภูมิในการแคลไซน์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์ (องศาเซลเซียส)	ปริมาณของเกลือโพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์ (wt%)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์
KF/CaO	400	20	6:1	1	2	63.14
	500	20	6:1	1	2	67.34
	600	20	6:1	1	2	86.37
KI/CaO	400	20	6:1	1	2	58.64
	500	20	6:1	1	2	61.15
	600	20	6:1	1	2	76.40
CaO จากเปลือกไข่ไก่	600	-	6:1	1	2	52.45

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปรกติแล้วตัวเร่งปฏิกิริยา CaO สามารถเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันได้ เนื่องจากออกซิเจนใน CaO มีความเป็น Lewis base ที่จะไปดึงโปรตอนจากเมทานอลให้เกิดเป็น methoxide (CH_3O^-) ซึ่งเป็น active specie ที่จะเข้าทำปฏิกิริยากับไตรกลีเซอไรด์ จนได้เป็นเมทิลเอสเทอร์ โดยแสดงกลไกการเกิดปฏิกิริยาดังรูปที่ 4.11



รูปที่ 4.11 กลไกการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา CaO [22]

เมื่อเติม KF ลงบน CaO แล้วนำไปแคลไซน์ จะเกิดรวมตัวกันกลายเป็น KCaF_3 ซึ่งเป็น active site โดย F มีค่าอิเล็กโทรเนกาติวิตี (EN) สูงกว่า O ดังนั้น Ca^{2+} ใน KCaF_3 จึงมีความเป็น Lewis acid สูงขึ้น และในเวลาเดียวกัน F ที่เป็น Lewis base สูงกว่า O จะสามารถเข้าถึง H^+ จาก CH_3OH ทำให้เกิดการเปลี่ยนเป็น CH_3O^- ได้ง่ายขึ้นกว่าการใช้ CaO เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา[37] นอกจากนั้นตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO ยังมี K_2O เป็น active site อยู่ด้วย ดังนั้น K_2O จึงเข้าไปดึงโปรตอนจาก CH_3OH และเกิดเป็น CH_3O^- เช่นเดียวกับตัวเร่งปฏิกิริยา CaO

สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยา KI/CaO ประกอบไปด้วย CaO และ K_2O เป็น active site ดังนั้นกลไกการเกิดเมทิลเอสเทอร์ จึงอธิบายได้ เช่นเดียวกับตัวเร่งปฏิกิริยา CaO แต่ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ที่ได้จาก KI/CaO ต่ำกว่า KF/CaO เพราะ KI/CaO ไม่มีการเกิดขึ้นของ KCaI_3 อาจเป็นเพราะ KI มีความว่องไวต่ำใน การรวมตัวกับ CaO [38]

ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า ตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส จึงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสม ในการศึกษาผลของปริมาณโพแทสเซียมฟลูออไรด์บน แคลเซียมออกไซด์ต่อไป

4.2.2 ผลของปริมาณของเกลือโพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ในการศึกษาปริมาณของเกลือโพแทสเซียมฟลูออไรด์ (KF) บนตัวรองรับแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่โดยกำหนดให้อุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์ 600 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มเป็น 6:1 โดยโมล ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิจุดเดือดของเมทานอลคือ 65 องศาเซลเซียส โดยเปลี่ยนแปลงปริมาณ KF เป็น 10% – 40% โดยน้ำหนัก ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.4 และรูปที่ 4.12

จากผลการทดลองในตารางที่ 4.4 และรูปที่ 4.12 จะเห็นได้ว่าร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณของ KF จากร้อยละ 10 เป็น 20 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นผลมาจากพื้นที่ผิวจำเพาะของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้วิธีการดูดซับไอโอดีน (ตารางที่ 4.2) และปริมาณของ KCaF_3 ที่เพิ่มขึ้นตามร้อยละของ KF เมื่อมีปริมาณ KCaF_3 บนตัวเร่งปฏิกิริยาที่มากขึ้น จึงทำให้สามารถทำปฏิกิริยากับเมทานอลเกิดเป็น Methoxide ที่จะเข้าทำปฏิกิริยากับ triglyceride เกิดเป็นเมทิลเอสเทอร์ได้มาก โดยตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO ให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงถึง 86.38 จากนั้น เมื่อเพิ่มปริมาณ KF มากกว่าร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก จะเห็นว่าร้อยละของเมทิลเอสเทอร์มีแนวโน้มที่ลดลง การที่ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ลดลง เมื่อเพิ่มปริมาณ มากกว่าร้อยละ 20 เนื่องจากการเติมปริมาณ KF บน CaO มากเกินไป จึงเกิดการเกาะกลุ่มรวมตัวเป็นก้อนของ KCaF_3 ซึ่งทำให้เกิดการกระจายตัวไม่ดี ส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะลดลง (ตารางที่ 4.2) ทำให้ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันเกิดได้น้อยลง

ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า 20% KF/CaO เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสม ในการศึกษาอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มต่อไป



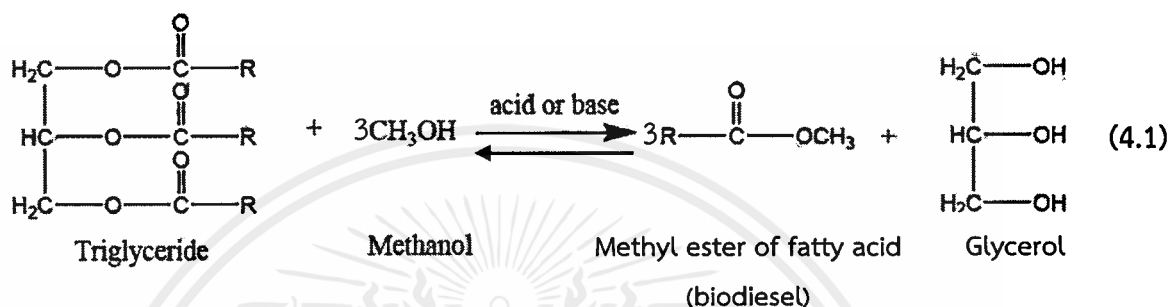
4.2.3 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ในการศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก เวลาในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิจุดเดือดของเมทานอลคือ 65 องศาเซลเซียส ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.5 และรูปที่ 4.13

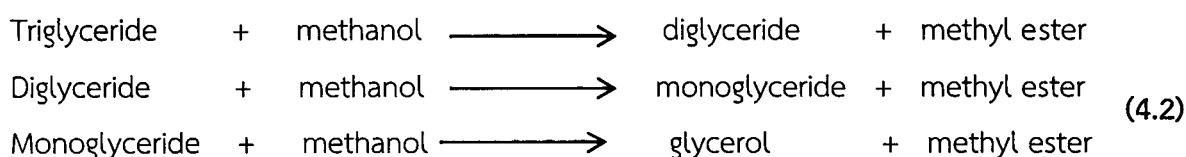
ตารางที่ 4.5 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์
20% KF/CaO	6:1	1	2	86.38
	9:1			88.14
	12:1			83.00
	15:1			82.17

จากตารางที่ 4.5 และรูปที่ 4.13 พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มจาก 6:1 เป็น 9:1 ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้นจาก 86.38 เป็น 88.14 และเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมันเป็น 12:1 และ 15:1 ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ลดลงเหลือ 83.00 และ 82.17 ตามลำดับ การเพิ่มปริมาณเมทานอลที่มากเกินไปจะสามารถทำให้ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน ซึ่งเป็นปฏิกิริยาผันกลับได้ เลื่อนไปด้านของผลิตภัณฑ์ จึงส่งผลให้ได้เมทิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้นดังสมการที่ (4.1)



จากสมการที่ (4.1) จะเห็นได้ว่าจะต้องใช้เมทานอล 3 โมล ทำปฏิกิริยากับไตรกลีเซอไรด์ 1 โมล เพื่อที่จะได้เมทิลเอสเทอร์ 3 โมล และกลีเซอรอล 1 โมล ซึ่งจากการทดลองพบว่าที่อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมัน 9:1 เป็นอัตราส่วนที่เหมาะสมทำให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงที่สุด อย่างไรก็ตามเมื่อเพิ่มเมทานอลมากเกินไป (มากกว่า 9:1) พบว่าร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ลดลง ซึ่งอธิบายได้ว่า การเกิดเมทิลเอสเทอร์ประกอบด้วย 3 ขั้นตอนย่อย เริ่มจาก triglyceride เปลี่ยนเป็น diglyceride ตามด้วยการเปลี่ยน diglyceride เป็น monoglyceride และขั้นสุดท้าย monoglyceride เปลี่ยนเป็น methyl ester (สมการที่ 4.2) การมีปริมาณเมทานอลที่มากเกินไปจะทำให้การเปลี่ยน triglyceride เป็น monoglyceride เกิดได้ดี แต่ monoglyceride สามารถละลายเข้ากับ glycerol ได้ และเป็นผลให้เกิดปฏิกิริยา glycerolysis ซึ่งปฏิกิริยา glycerolysis เกิดขึ้นระหว่าง methyl ester ที่เกิดจากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันกับ glycerol ที่เป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้ เกิดเป็น monoglyceride ขึ้น ด้วยเหตุนี้ เมื่อใช้อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันมากกว่า 9:1 จึงส่งผลให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ลดลง [31]



ดังนั้น จึงสรุปได้ว่าอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันที่เหมาะสมคือ 9:1 เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO

4.2.4 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ในการศึกษาผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน 9:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก เวลาในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิจุดเดือดของเมทานอลคือ 65 องศาเซลเซียส ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.14

ตารางที่ 4.6 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์
20% KF/CaO	9:1	1	2	86.38
		2		86.29
		3		85.73
		4		84.55

4.2.5 ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

จากการศึกษาผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมัน 9:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิจุดเดือดของเมทานอลคือ 65 องศาเซลเซียส ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.7 และรูปที่ 4.15

ตารางที่ 4.7 ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

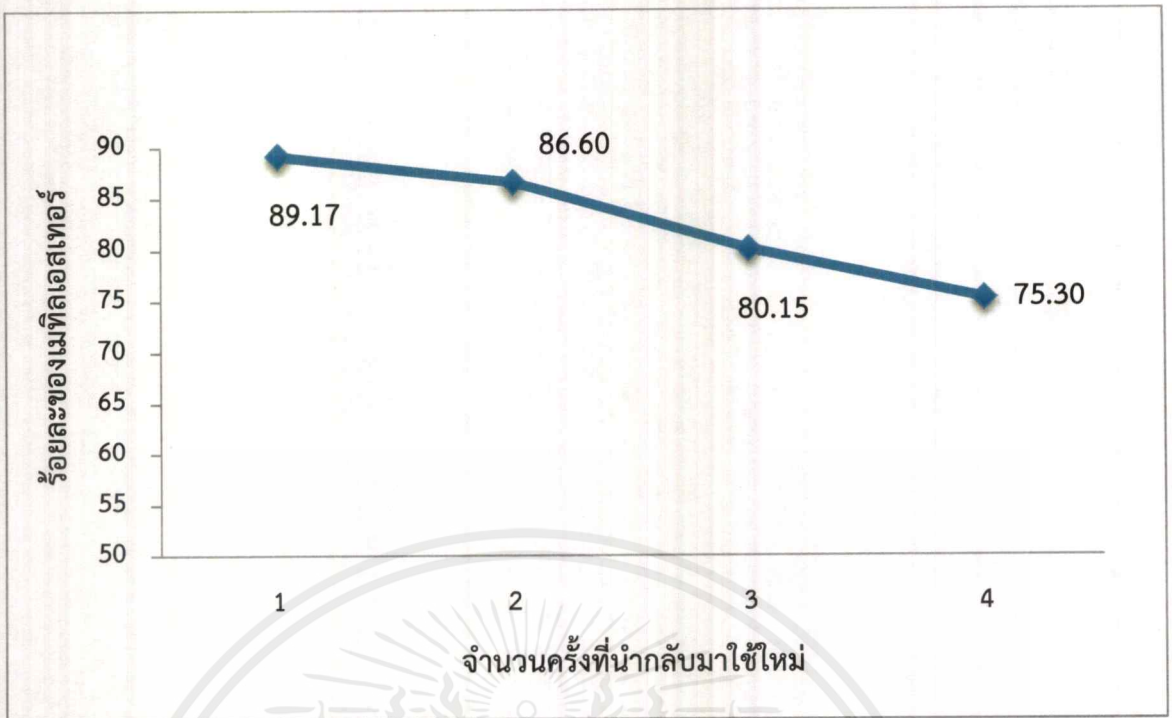
ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์
20% KF/CaO	9:1	1	1	85.96
			2	86.38
			3	88.76
			4	86.09

4.2.6 การศึกษาเสถียรภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาในการนำกลับมาใช้ใหม่

เพื่อศึกษาถึงเสถียรภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO ในการนำกลับมาใช้ใหม่ ที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของร้อยละเมทิลเอสเทอร์ โดยนำตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO ที่ผ่านการทำปฏิกิริยาแล้ว นำไปล้างด้วยอะซิโตน อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จากนั้นนำไปทำปฏิกิริยาต่อไปเป็นจำนวน 4 ครั้ง ที่สภาวะเดียวกัน ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.8 และรูปที่ 4.16

ตารางที่ 4.8 ผลของจำนวนครั้งของการนำตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาใช้ใหม่ที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา (°C)	จำนวนครั้งที่ทำปฏิกิริยา	ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์
20% KF/CaO	9:1	1	3	65	1	89.17
					2	86.60
					3	80.15
					4	75.30



รูปที่ 4.16 ผลของจำนวนครั้งในการนำตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO กลับมาใช้ใหม่ที่มีผลต่อร้อยละเมทิลเอสเทอร์

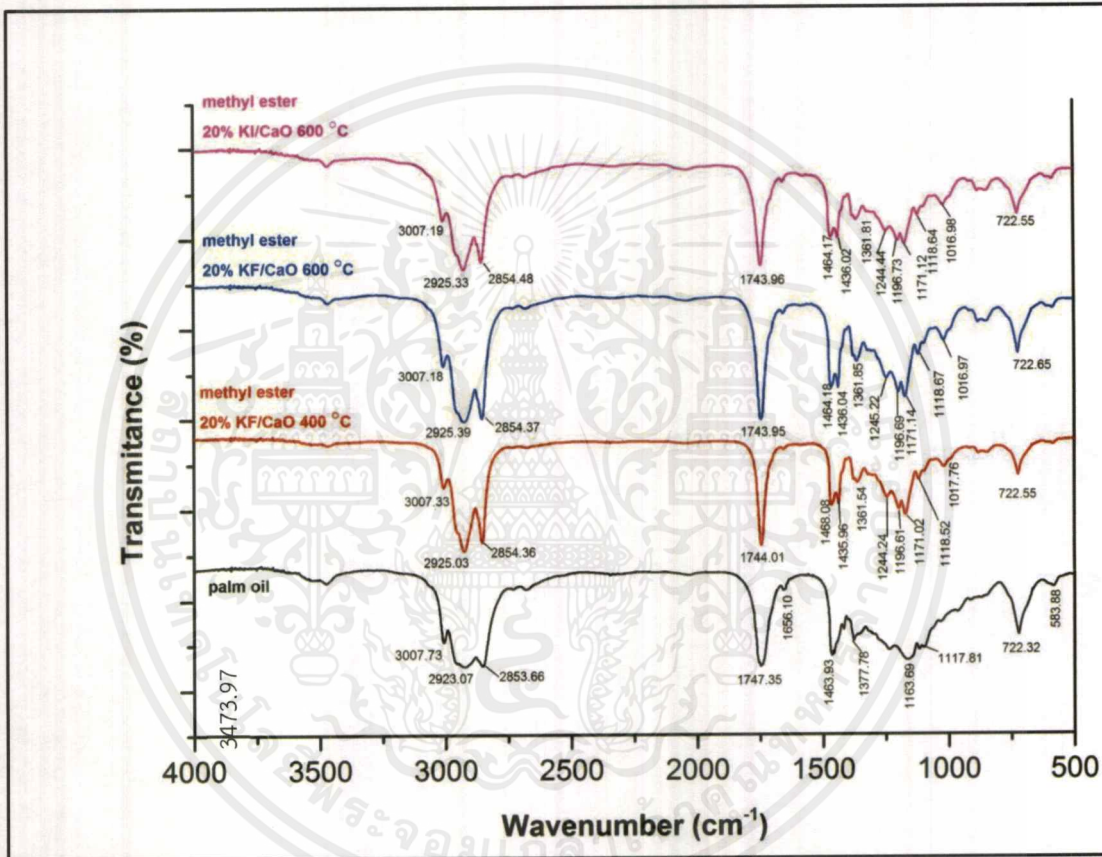
จากตารางที่ 4.8 และรูปที่ 4.16 จะเห็นได้ว่าเมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาใช้ซ้ำเพิ่มขึ้นหลายๆ ครั้ง พบว่าร้อยละของเมทิลเอสเทอร์มีแนวโน้มลดลง เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาที่นำกลับมาใช้ใหม่นั้นมีการอุดตันรูพรุนและบดบังพื้นผิวจากโมเลกุลสารตั้งต้นหรือผลิตภัณฑ์ จึงทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเสื่อมสภาพลง (Deactivation) ส่งผลให้การเร่งปฏิกิริยาเพื่อให้เกิดเมทิลเอสเทอร์ในปฏิกิริยาครั้งต่อ ๆ ไปลดลง

4.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์ทางกายภาพและเคมีของเมทิลเอสเทอร์

นำเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากสภาวะที่เหมาะสมเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO จากเปลือกไข่ไก่ มาทำการพิสูจน์เอกลักษณ์ทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตเมทรี (FT-IR) เทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรโฟโตเมทรี (FT-NMR) รวมทั้งหาค่าความเป็นกรด และเลขไอโอดีน

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

น้ำมันปาล์มก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันและเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 และ 400 องศาเซลเซียส และตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KI/CaO แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส จะถูกนำมาตรวจวัดหมู่ฟังก์ชัน ด้วยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ดังรูปที่ 4.17 และทำการสรุปหมู่ฟังก์ชันที่เลขคลื่นต่างๆ ดังตารางที่ 4.9



รูปที่ 4.17 FT-IR สเปกตรัมของน้ำมันปาล์มก่อนที่ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันและเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 และ 400 °C และตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KI/CaO แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C จากเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

ตารางที่ 4.9 แสดงหมู่ฟังก์ชันของน้ำมันปาล์มก่อนเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันและเมทิลเอสเทอร์ที่การดูดกลืนแสงที่เลขคลื่นต่างๆ [40]

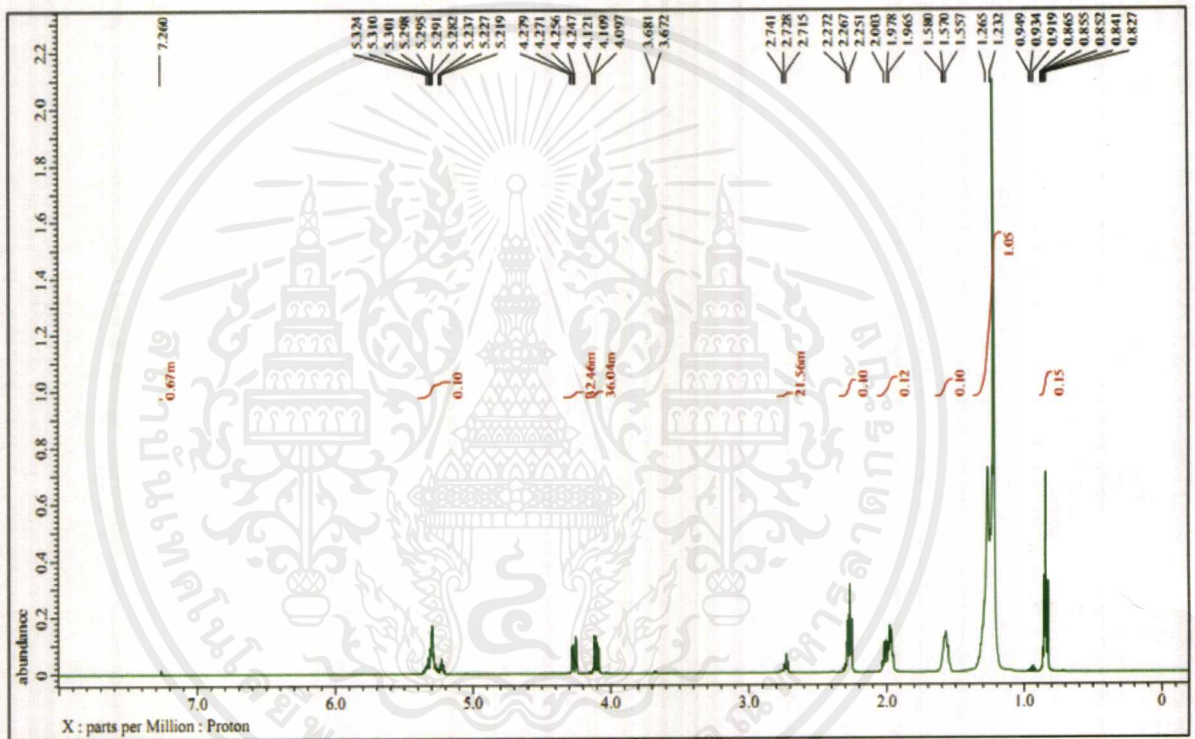
Absorption frequency (cm^{-1})	Factional group	Remarks
3100 – 3000	Alkene	Unsat C-H stretching
3000 – 2800	Alkane	Sat C-H stretching
~ 1740	Ester	Carbonyl ester
1470 – 1400	Alkane	C-H bending for CH_2
~ 1365	Alkane	C-H bending for CH_3
1300 – 1200	Ester	C-O stretching
1250, 1100	Ester	C-O-C ester

หมายเหตุ ที่ความถี่ 3470 – 3440 และ 2100 cm^{-1} อาจเป็นสัญญาณที่มาจากความชื้นของ KBr

จากรูปที่ 4.17 จะเห็นได้ว่าอินฟราเรดสเปกตรัมของน้ำมันปาล์มก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน และเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ มีลักษณะใกล้เคียงกัน เนื่องจากมีหมู่ฟังก์ชันที่เหมือนกัน ดังสรุปไว้ในตารางที่ 4.9 เพื่อให้การวิเคราะห์มีความละเอียดและถูกต้องมากขึ้น น้ำมันปาล์มก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน และเมทิลเอสเทอร์จะถูกนำไปตรวจสอบด้วยเทคนิค FT-NMR ต่อไป

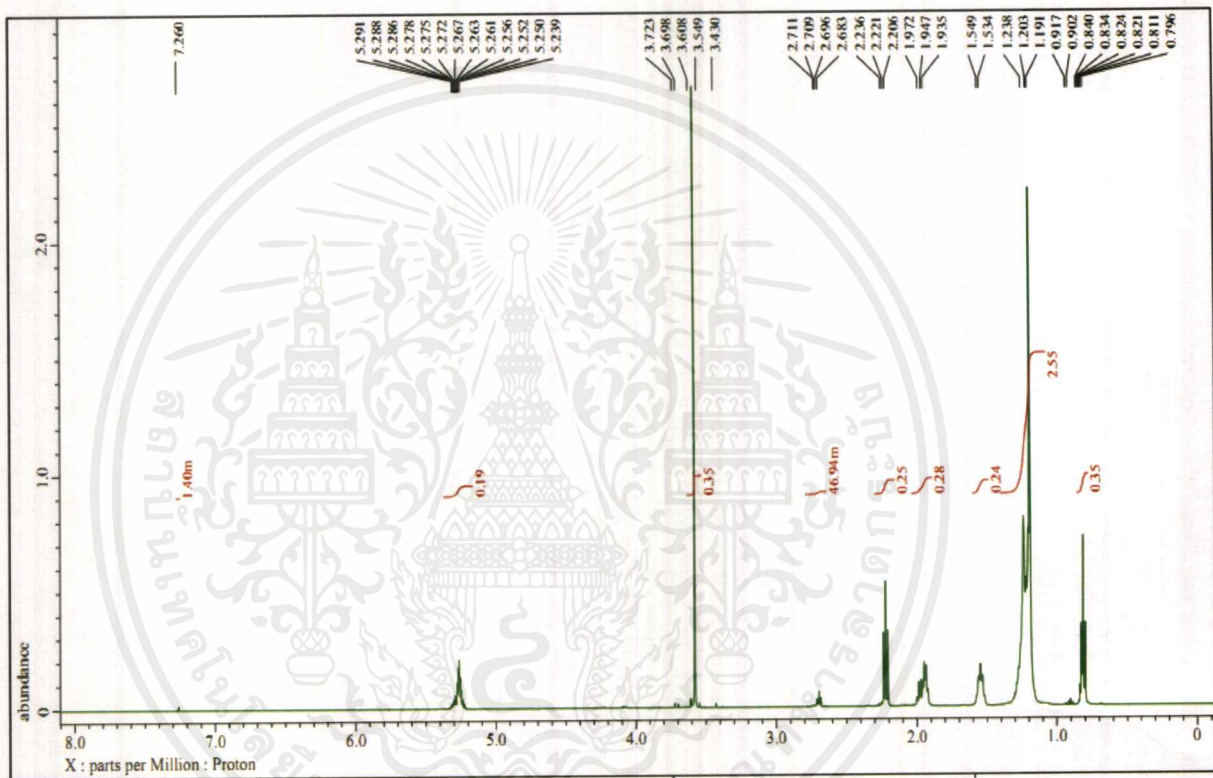
4.3.2 การวิเคราะห์ลักษณะทางเคมีด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier-Transform Nuclear Magnetic Resonance Spectrophotometer, FT-NMR)

น้ำมันปาล์มก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันและเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO แคลโซนที่อุณหภูมิ 600 และ 400 องศาเซลเซียส และตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KI/CaO แคลโซนที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส จะถูกวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ซึ่งแสดง FT-NMR สเปกตรัม ดังรูปที่ 4.18-4.20 ตามลำดับ

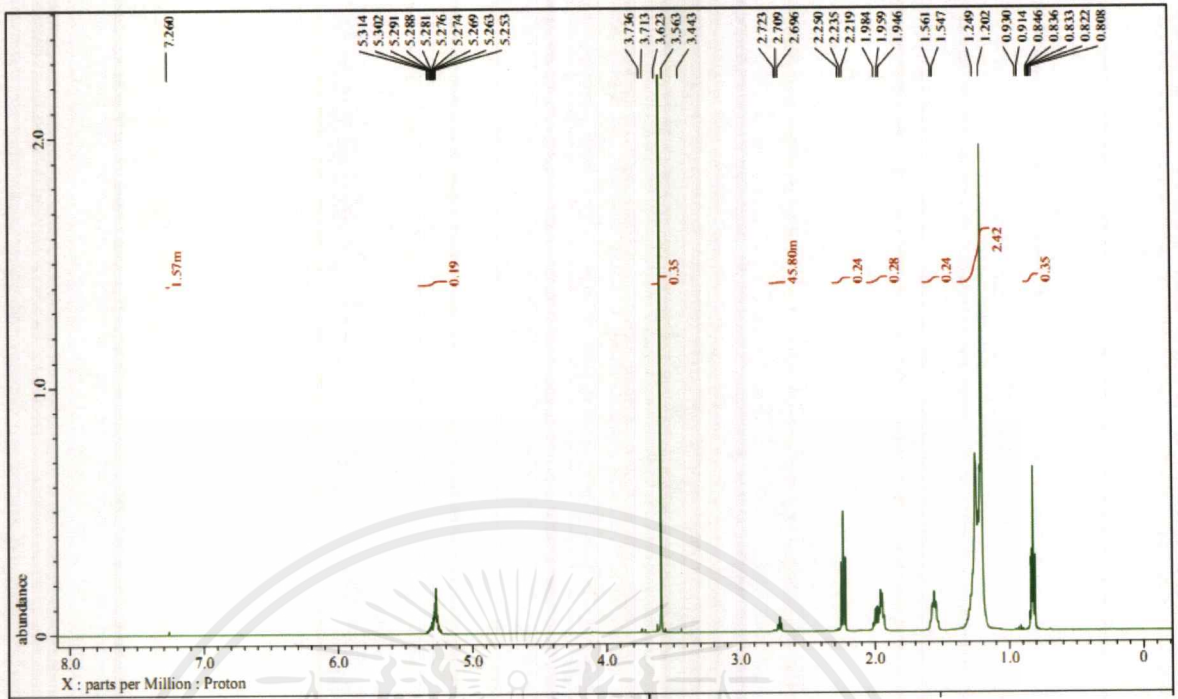


รูปที่ 4.18 FT-NMR สเปกตรัมของน้ำมันปาล์มแล้วจากเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์

จากรูปที่ 4.18 เป็น FT-NMR สเปกตรัมของน้ำมันปาล์มก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน ซึ่งพบ $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของเมทิลโปรตอน ($\text{CH}_3\text{-C-}$) และ เมทิลีนโปรตอน ($\text{-C-CH}_2\text{-C-}$) ที่ $\delta 0.85\text{-}0.88$ และ $1.25\text{-}1.30$ ppm, สเปกตรัมของ $\text{-CH}_2\text{-C-COO-C-}$ ที่ $\delta 1.55\text{-}1.60$ ppm, สเปกตรัมของ $\text{-CH}_2\text{-C=C}$ ที่ $\delta 1.95\text{-}2.03$ ppm, สเปกตรัมของ $\text{-CH}_2\text{-COO-C-}$ ที่ $\delta 2.25\text{-}2.30$ ppm, สเปกตรัมของ $\text{-C=C-CH}_2\text{-C=C-}$ ที่ $\delta 2.72\text{-}2.74$ ppm, สเปกตรัมของ -CH-OOC-R และ $\text{-CH}_2\text{-OOC-R}$ ที่ $\delta 4.09\text{-}4.15$ และ $4.22\text{-}4.30$ ppm, สเปกตรัมของ -CH=CH- ที่ $\delta 5.22\text{-}5.36$ ppm [41]



รูปที่ 4.19 FT-NMR สเปกตรัมของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 9:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง



รูปที่ 4.20 FT-NMR สเปกตรัมของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KI/CaO แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมัน 9:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง

จาก FT-NMR สเปกตรัมของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์จากน้ำมันปาล์มกับเมทานอล โดยใช้ 20% KF/CaO และ 20% KI/CaO แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบพีคของ olefinic protons (-CH=CH-) ที่ δ 5.27-5.33 ppm พีคที่เป็นสัญญาณแบบ singlet ของ methoxy protons ของ ester ที่ δ 3.55-3.60 ppm พีคของ bis-allylic proton of polyunsaturated fatty acid (เช่น linoleic acid) ที่ δ 2.7 ppm พีคที่เป็นสัญญาณแบบ triplet ที่ δ 2.02-2.30 ppm ซึ่งแสดงถึง α -methylene proton ของ ester (-CH₂-CO₂ME) พบพีคของ α -methylene protons to double bond (-CH₂-C=C-) ปรากฏขึ้นที่ δ 1.92-2.02 ppm พีคของ β -methylene protons to ester (-CH₂-C-CO₂ME) ปรากฏที่ δ 1.52-1.59 ppm พีคที่ δ 1.20-1.28 ppm แสดงถึง protons ของ backbone methylenes of long fatty acid chain และ terminal methyl protons (C-CH₃) ที่ δ 0.79-0.84 ppm

เมื่อเปรียบเทียบ FT-NMR ของน้ำมันปาล์มกับเมทิลเอสเทอร์ (รูปที่ 4.18 กับรูปที่ 4.19 และ 4.20) พบว่าตำแหน่งโปรตอนของ CH-OOC-R และ $-\text{CH}_2\text{-OOC-R}$ ในโมเลกุลของไตรกลีเซอไรด์ที่ $\delta 4.09\text{-}4.15$ และ $4.22\text{-}4.30$ ppm หายไป เกิดเป็นตำแหน่งโปรตอนของ methoxy protons ของหมู่ ester (R-COO-CH_3) ในโมเลกุลของเมทิลเอสเทอร์ขึ้นมาแทน ที่ $\delta 3.55\text{-}3.60$ ppm แสดงให้เห็นว่าผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์เป็นเมทิลเอสเทอร์จริง [41]

4.3.3 การวิเคราะห์ค่าความเป็นกรด (Acid value) เลขไอโอดีน (Iodine value) ของเมทิลเอสเทอร์

เมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์จากสภาวะต่างๆ ของปฏิกิริยาเกลือโพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ จะถูกนำมาทดสอบค่าความเป็นกรดและเลขไอโอดีน ซึ่งผลที่ได้จะนำไปเปรียบเทียบกับค่ามาตรฐานที่กฎหมายกำหนด โดยกล่าวไว้แล้วในบทที่ 2 ผลการทดสอบแสดงดังตารางที่ 4.10-4.11

ตารางที่ 4.10 ค่าความเป็นกรด และเลขไอโอดีนของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO และ 20% KI/CaO ที่อุณหภูมิในการแคลไซน์ต่างๆ

ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิในการแคลไซน์ (°C)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา (°C)	ค่าความเป็นกรด (mg KOH/g)	เลขไอโอดีน (g Iodine /100g)
20% KF/CaO	400	6:1	1	2	65	0.3421	10.7442
20% KI/CaO						0.3534	10.1362
20% KF/CaO	500					0.3368	10.0965
20% KI/CaO						0.3347	10.2869
20% KF/CaO	600					0.3115	9.8354
20% KI/CaO						0.3846	11.5321

ตารางที่ 4.11 ค่าความเป็นกรด และเลขไอโอดีนของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO และ 40% KF/CaO ที่สภาวะต่างๆ

ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิในการแคลไซน์ (°C)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt.%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา (°C)	ค่าความเป็นกรด (mg KOH/g)	เลขไอโอดีน (g Iodine /100g)
20% KF/CaO	600	9:1	1	3	65	0.3304	5.4043
20% KF/CaO		9:1	2	2		0.2715	9.5570
20% KF/CaO		12:1	1	2		0.2454	8.7843
20% KF/CaO		15:1	1	2		0.3193	11.0375
40% KF/CaO		6:1	1	2		0.3100	8.1950

จากตารางที่ 4.10-4.11 จะเห็นว่าเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากสภาวะต่างๆ มีค่าความเป็นกรดในช่วง 0.2454-0.3846 mg KOH/g และ ค่าไอโอดีนในช่วง 5.4043-11.5321 g Iodine/100g ซึ่งพบว่าค่าความเป็นกรด และ ค่าไอโอดีนของเมทิลเอสเทอร์อยู่ในเกณฑ์มาตรฐานไบโอดีเซล นั่นคือจะต้องมีค่าความเป็นกรดไม่เกิน 0.5 mg KOH/g และ เลขไอโอดีนต้องไม่เกิน 120 กรัมไอโอดีน/100 กรัม

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์ไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มด้วยกระบวนการทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน โดยใช้เกลือโพแทสเซียมบนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งเกลือโพแทสเซียมที่ใช้ ได้แก่ โพแทสเซียมฟลูออไรด์ (KF) และโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) ซึ่งทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีเอ็บซุ่ม จากนั้นแคลไซน์ที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน ได้แก่ 400 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากการศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้สรุปว่า

1. จากการวิเคราะห์โครงสร้างของเปลือกไข่ไก่ ที่ใช้อุณหภูมิในการแคลไซน์ 1000 °C ด้วยเทคนิค XRD พบรูปแบบความเป็นผลึกของแคลเซียมออกไซด์ เมื่อนำแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ไปวิเคราะห์ด้วย FT-IR พบพิกัดเอกลักษณ์ของแคลเซียมออกไซด์ ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าเปลือกไข่ไก่นี้สามารถผลิตเป็นแคลเซียมออกไซด์ได้

2. เมื่อศึกษาผลของเกลือโพแทสเซียมและอุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมฟลูออไรด์บนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ (KF/CaO) ที่อุณหภูมิในการแคลไซน์ 600 °C เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ให้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมไอโอไดด์บนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ (KI/CaO)

3. เมื่อเติมโพแทสเซียมฟลูออไรด์บนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ ที่ร้อยละ 10 20 30 และ 40 โดยน้ำหนัก จากนั้นนำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C พบว่าเกิดสารประกอบโพแทสเซียมออกไซด์ (K_2O) และ โพแทสเซียมแคลเซียมฟลูออไรด์ ($KCaF_3$) โดยปริมาณของ K_2O และ $KCaF_3$ จะพบมากที่สุด เมื่อใช้ปริมาณของ KF ที่ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก

4. สำหรับการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันปาล์มและเมทานอล เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมฟลูออไรด์บนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ พบว่าสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มและเมทานอล คือ ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO ที่อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มใช้แล้ว 9:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง และดำเนินปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 65 °C ซึ่งได้ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์สูงสุดถึง 88.76

5. เมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO ที่ผ่านการทำปฏิกิริยาแล้วกลับมาใช้ใหม่ พบว่ามีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาที่ลดลง

6. จากการทดสอบคุณสมบัติทางด้านเชื้อเพลิงของไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้ พบว่ามีค่าความเป็นกรด และเลขไอโอดีน อยู่ในเกณฑ์มาตรฐานอุตสาหกรรม

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. สำหรับปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน สารตั้งต้นสองชนิดที่ใช้มีคุณสมบัติการละลายที่ต่างกัน ประกอบด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการทดลองเป็นของแข็ง ทำให้เมื่อตั้งทิ้งไว้จะเกิดการแยกตัวทางกายภาพอย่างชัดเจน ซึ่งหากไม่มีการทำให้เกิดการผสมกันด้วยการปั่นกวนอย่างเพียงพอปฏิกิริยาก็ไม่สามารถดำเนินไปและเกิดผลิตภัณฑ์ได้ ความเร็วรอบในการปั่นกวนเป็นอีกปัจจัยหนึ่งในการเพิ่มผลผลิตของเมทิลเอสเทอร์จากปฏิกิริยา ดังนั้นควรทำการศึกษาถึงความเร็วรอบในการปั่นกวน

2. ตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์โพแทสเซียมฟลูออไรด์บนแคลเซียมออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ที่เตรียมได้หลังจากนำไปเผาแล้ว ควรเก็บรักษาในสภาวะที่ปราศจากความชื้น เนื่องจากการรวมตัวของตัวเร่งปฏิกิริยากับความชื้น จะส่งผลให้ตัวเร่งปฏิกิริยาสูญเสียความว่องไวในการทำปฏิกิริยา

3. คุณสมบัติทางเชื้อเพลิงของไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้ จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน ได้แก่ ความเป็นกรด และเลขไอโอดีน อยู่ในเกณฑ์มาตรฐาน ควรทำการทดสอบสมบัติอื่นๆตามมาตรฐานอุตสาหกรรม เช่น จุดวาบไฟ จุดไหลเท ค่าความร้อน และความหนืด เพื่อตรวจสอบว่าเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้มีสมบัติทางเชื้อเพลิงอยู่ในเกณฑ์มาตรฐานของไบโอดีเซลหรือไม่

4. เนื่องจากผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยามีแนวโน้มลดลงจาก 1 - 4 wt% โดยน้ำหนัก เมื่อเทียบกับน้ำมันปาล์ม จึงควรศึกษาเพิ่มเติมที่ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 0.5 wt% โดยน้ำหนัก เมื่อเทียบกับน้ำมันปาล์ม เพื่อทดสอบว่าร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จะมีปริมาณร้อยละของเมทิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้นหรือไม่

5. ควรนำไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้มาทดลองผสมกับน้ำมันดีเซลเพื่อใช้งานกับเครื่องยนต์จริง

เอกสารอ้างอิง

- [1] Mansir, N., Taufiq – Yap, Y.H., Rashid, U., Lokmn, I.M. Investigation of heterogeneous solid acid catalyst performance on low grade feed stocks for biodiesel. A review : Energy conversion and management 6 (2016) 100 – 115
- [2] สุกกร บุญยืน, สมรักษ์ เรืองสุทธินฤภาพ, युภา อำนวยภานิช และทัศนีย์ ทัทกรี. 2009, ตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์สำหรับไบโอดีเซลน้ำมันปาล์มและน้ำมันใช้แล้ว,วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี, 17 (4), 23 – 28
- [3] คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์. ไบโอดีเซลคืออะไร [online]. Available : <http://www.biodiesel.eng.psu.ac.th/whatis.php>.
- [4] Xie, W., Wang, T. Biodiesel production from soybean oil transesterification using tin oxide – supported WO₃ catalysts. Fuel Processing Technology109 (2013) 150-155.
- [5] Emin, S.U., Mert, T., Erol, S. Transesterification of Nannochloropsis oculata Microalga's lipid to biodiesel on Al₂O₃ supported CaO and MgO catalysts. Bioresource Technology 100 (2009) 2828 – 2831
- [6] วิชัย ดำรงโกคภณธ์. 2012, เทคโนโลยีการนำเปลือกไข่มาใช้ประโยชน์. วารสารวิทยาศาสตร์ประยุกต์; 11 (2), 75 – 83
- [7] Ziku, W., Chunli, X., Baoxin, L. Application of waste eggshell as low-cost solid catalyst for biodiesel production. Bioresource Technology 100(2009) 2828-2831.
- [8] Tyson, K.S. Biodiesel Handling and Use Guidelines. National Renewable Energy Laboratory. U.S. Department of Energy (2004): 17-18.
- [9] Ma, F. and Hanna, M.A. Biodiesel Production: A Review. Bioresource Technology 70 (1999)1-15.
- [10] SRS International. Transesterification. [Online]. Available: <http://www.srsbiodiesel.com/technologies/transesterification>
- [11] กรมพัฒนาพลังงานทดแทนและอนุรักษ์พลังงาน. เทคนิคการผลิตไบโอดีเซลให้ได้คุณภาพ. [Online]. Available: <http://www2.dede.go.th/bett/Activities/KM/BioDiesel%20Manual.pdf>
- [12] Chakrit Tongurai. PUS ไบโอดีเซล 9: ทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน [Online]. Available: <http://share.psu.ac.th/blog/eng-biodiesel/21132>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [13] Weiliang, C., Hengwen, H. and Jingchang, Z. "Preparation of biodiesel from soybean oil using supercritical methanol and co-solvent". Fuel 84 (2005)347-351.
- [14] Ayhan, D. "Biodiesel fuels from vegetable oil via catalytic and non-catalytic supercritical alcohol transesterifications and other methods: a survey". Energy Conversion and Management 44 (2003) 2093-2098.
- [15] จตุพร วิทยาคุณ และ นุรักษ์ กฤษดานุรักษ์. การเร่งปฏิกิริยา พื้นฐานและการประยุกต์. กรุงเทพฯ: โรงพิมพ์มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์. 2547.
- [16] บริษัท ภัทรกานต์เทรตติ้ง จำกัด. 2012. แคลเซียมออกไซด์ Calcium Oxide CaO ปูนร้อน. [Online]. Available : www.pattarakan.com.
- [17] อินทรีย์ ศรีสุข. 2017. การศึกษาการใช้ผงเปลือกไข่ผสมในอีพอกซีเรซิน. วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาด้านหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชา วิศวกรรมการผลิต คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี.
- [18] ประกาศกรมธุรกิจพลังงาน. กำหนดลักษณะและคุณภาพของไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน พ.ศ. 2550 [Online]. Available: <http://www.dede.go.th/dede/>
- [19] สถาบันวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์. ข้อดี ข้อด้อยของไบโอดีเซล. [Online]. Available: http://www.biodiesel.eng.psu.ac.th/adv_disadv.php.
- [20] คณะวิชาสัตวศาสตร์ฯ วิทยาลัยเกษตรและเทคโนโลยีกาญจนบุรี. ไบโอดีเซลจากน้ำมันปรุงอาหารที่ใช้แล้ว. [Online]. Available: <http://www.riverkwai.co.th/kaset/bio.html>
- [21] Masato, K., Takekazu, K., Masahiko, T., Yoshikazu, S., Shinya, Y., Jusuke, H. Calcium oxide as a solid base catalyst for transesterification of soybean oil and its application to biodiesel production. Fuel 87 (2008) 2798-2806.
- [22] Xuejun, L., Huayang, H., Yujun, W., Shenlin, Z., Xianglan, P. Transesterification of soybean oil to biodiesel using CaO as a solid base catalyst. Fuel 87(2008) 216-221.
- [23] Nezahat, B., Miray, K. Solid base catalyzed transesterification of canola oil. Chem.Eng.Comm". 196 (2009) 80-92.
- [24] Mar,W.W., Somsook, E. Methanolysis of soybean oil over KCl/CaO solid base catalyst for biodiesel production. Science Asia 38 (2012) 90-94.
- [25] เกตน์ณินภา วันชัย และเพชรไพลิน ปรางบาง. การผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มโดยใช้ KI/CaO/Al₂O₃ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา. วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ปีที่ 23 ฉบับที่ 5 (ฉบับพิเศษ) 2558.

- [26] Asri, N.P., Podjojono, B., Fujiani, R., Nuraini. Utilization of eggshell waste as low-cost solid base catalyst for biodiesel production from used cooking oil. IOP Conf. Series : Earth and Environmental Science 67 (2017) 1-7.
- [27] Hui, L., Hong, S.G., Xin, J.W., Jian, Z.J., Hualin, Li, Sheng, H., Su, P.P. Mixed and ground KBr-impregnated calcined Snail shell and kaolin as solid base catalysts for biodiesel production. Renewable Energy 93 (2016) 648-657.
- [28] ภัทรารินทร์ ลำเลิศ และอัฐติมา วิมลรัตน์. การสังเคราะห์ไบโอดีเซล โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา MgCaAl-LDH ที่ปรับปรุงด้วย KF และ K_2CO_3 . ปริญญาพันธวิทยาสตรบัณฑิต, สาขาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (2561)
- [29] สุกกร บุญยืน , มณฑา มาลัยทอง และอภิสิทธิ์ โพธิ์แก้ว. การแปรรูปฝาปิดเปลือกหอยตาไว้ว เหลือทิ้งสำหรับการผลิตไบโอดีเซล. วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี, (2016) 896 – 903
- [30] Monica, C.G.A., Daina, C.S.A., Celio, L., Cavalcante, J., Jose, S.G. Josefa, M.M.R., Ramon, M.T., Enrique, R.C., Antonio, J.L., Pedro, M.T. Transesterification of ethyl butyrate with methanol using MgO/CaO catalyst. Journal of Molecular Catalysis A: Chemical 300 (2009) 19-24.
- [31] Xuejun, L., Huayang, H., Yujun, W., Shenlin, Z. and Xianglan, P. Transesterification of soybean oil to biodiesel using CaO as a solid base catalyst. Fuel, 87 (2008) 216-221.
- [32] ภูพิงศ์ ช่วยอุดม และยุวดี ไชยเชษฐ์. 2017, การเตรียมเปลือกไข่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาผลิตไบโอดีเซล. การประชุมวิชาการมหาวิทยาลัยมหาสารคามวิจัย ครั้งที่ 13, 342-349.
- [33] Martin Alonso, D., Vila, F., Mariscal, R., Ojeda, M. Relevance of the physicochemical properties of CaO catalysts the methanolysis of triglyceride to obtain biodiesel. Catal. Today (2010) 114-120.
- [34] Libai, W., Yun, W., Donglian, L., Shengyang, H., Heyou, H. Preparation of KF/CaO nanocatalyst and its application in biodiesel production from chinese tallow seed oil. Fuel 89 (2010) 2267-2271.
- [35] Hui, L., Lingyan, S., Feifei, L., Cui, L., Ugwuh, U.S. Cinder supported K_2CO_3 as catalyst for biodiesel production. Appl. Catal.B: Environ 106 (2011) 550- 558.

- [36] Galvan-Ruiz, M., Hernandez, J., Banos, L., Noriega-Montes, J., Rodigurz-Garcia, M.E. **Characterization of calcium carbonate , calcium oxide , and calcium hydroxides as starting point to the improvement of lime for their use in construction.** *J. of Materials in Civil Engineering* 21 (2009) 625-708.
- [37] Aziz, M.A.A. , Triwahyono, S. , Jalil, A.A , Rapai, H.A.A. , Atabani, A.E. **Transesterification of moringa oleifera oil to biodiesel over potassium loaded on eggshell catalyst.** *Malaysian Journal of catalysis* 1 (2016) 22- 26.
- [38] Abdul Razak, Z.K., Kamarullah, S.H., Mohd Khazaai, S.N., Maniam, G.P. **Synthesis of alumina – CaO – KI catalyst for the production of biodiesel from rubber seed oil.** *Malaysian Journal of Analytical sciences* 22 (2018) 279- 285.
- [39] Xie,W., Zhao, L. **Production of biodiesel by transesterification of soybean oil using calcium supported tin oxides as heterogeneous catalyst.** *Energy conversion and Management* 76 (2013) 55-62.
- [40] **Infrared Spectropy differences between biodiesel prepare from rapeseed and the edible rape seedoil.** [Online].Available:[http://shimadzu.hr/sites/default/files/Infrared %20Spectroscopy%20differences%20rapased%20oil.pdf](http://shimadzu.hr/sites/default/files/Infrared%20Spectroscopy%20differences%20rapased%20oil.pdf)
- [41] **NMR analysis.** [Online]. Availabie: <http://www.rsc.org/suppdata/c5/ra/c5ra19575f/c5ra19575f1.pdf>

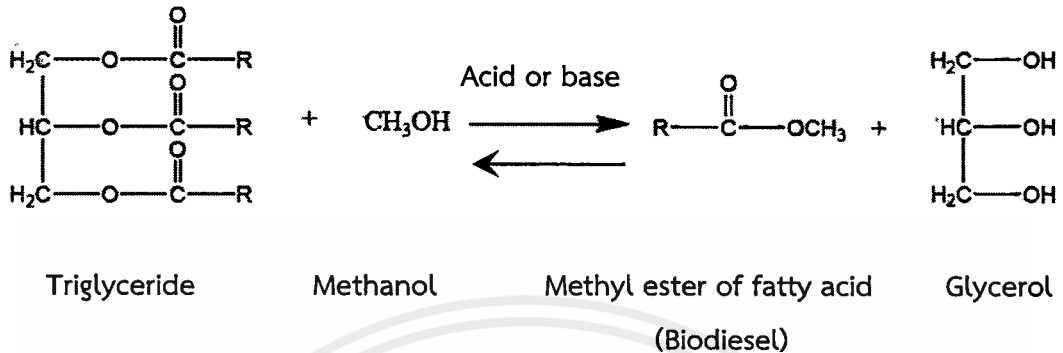


ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก.

1. การคำนวณหาร้อยละของเมทิลเอสเทอร์จากการชั่งน้ำหนัก



จากสมการแสดงปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชัน ต้องใช้ 3 โมลของเมทานอลและ 1 โมลของไตรกลีเซอไรด์ เพื่อที่จะได้ 3 โมลของเมทิลเอสเทอร์กับ 1 โมลของกลีเซอรอล ดังนั้นร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ (%yield) สามารถคำนวณได้จากสมการที่ (ก-1)

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

ตัวอย่างการคำนวณ

ที่สภาวะการสังเคราะห์ไบโอดีเซล ใช้น้ำมันพืช 50.0504 กรัม โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา คือ ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 9:1 และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง พบว่า น้ำหนักของไบโอดีเซลมีค่าเท่ากับ 44.4260 กรัม

ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์หาได้จาก

$$\text{น้ำหนักของเมทิลเอสเทอร์ตามทฤษฎี} = 50.0504 \text{ กรัม}$$

$$\text{น้ำหนักของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้} = 44.4260 \text{ กรัม}$$

$$\text{ดังนั้น ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ (\%yield)} = (44.4260 / 50.0504) \times 100 = 88.76 \%$$

2. การคำนวณหาพื้นที่ผิวตัวดูดซับจากการดูดซับไอโอดีน

2.1 หาความเข้มข้นที่แน่นอนของโซเดียมไทโอซัลเฟต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

ตัวอย่าง ไทเทรตโซเดียมไทโอซัลเฟตด้วยสารละลายโพแทสเซียมไอโอเดต 0.10 M (0.10 N) ปริมาตร 25 มิลลิลิตรและปริมาตรของไทแทรนต์ ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) ที่ใช้เท่ากับ 133 มิลลิลิตร

สูตร

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$$(0.10 \text{ M}) (25 \text{ ml}) = C_2 (133 \text{ ml})$$

$$C_2 = 0.0188 \text{ M} (0.0188 \text{ N})$$

โดย C_1 คือ ความเข้มข้นของสารละลาย KIO_3 (mol/L,M)
 V_1 คือ ปริมาตรของสารละลาย KIO_3 (ml)
 C_2 คือ ความเข้มข้นของสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mol/L,M)
 V_2 คือ ปริมาตรของสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (ml)

2.2 หาความเข้มข้นของไอโอดีนแบลงค์



ตัวอย่าง ไทเทรตไอโอดีน ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ด้วยสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต 0.0188 M ปริมาตรของไทแทรนต์ ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) ที่ใช้เท่ากับ 23.9 มิลลิลิตร

สูตร

$$\frac{1}{2} C_1V_1 = C_2V_2$$

$$C_2 = \frac{(0.0188 \text{ N}) (23.9 \text{ ml})}{2 (25 \text{ ml})}$$

$$C_2 = 0.0091 \text{ M} (0.0091 \text{ N})$$

โดย C_1 คือ ความเข้มข้นของสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mol/L,M)
 V_1 คือ ปริมาตรของสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (ml)
 C_2 คือ ความเข้มข้นของสารละลาย I_2 (mol/L,M)
 V_2 คือ ปริมาตรของสารละลาย I_2 (ml)

2.3 หาความเข้มข้นของไอโอดีนที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับ KF/CaO

ตัวอย่าง ใช้ปริมาณตัวดูดซับเท่ากับ 0.0512 กรัม ในสารละลายไอโอดีน ปริมาตร 100 มิลลิลิตรที่ใช้ในการดูดซับ นำสารละลายไอโอดีนที่ผ่านการดูดซับปริมาตร 50 มิลลิลิตร โทเทรตกับสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต 0.0188 M ปริมาตรของไทแทรนต์ ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) ที่ใช้เท่ากับ 47.6 มิลลิลิตร

$$\text{สูตร} \quad \frac{1}{2} C_1 V_1 = C_2 V_2$$

$$C_2 = \frac{(0.0188 \text{ N}) (44.4 \text{ ml})}{2 (50 \text{ ml})}$$

$$C_2 = 0.0084 \text{ M}$$

โดย	C_1	คือ ความเข้มข้นของสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mol/L,M)
	V_1	คือ ปริมาตรของสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (ml)
	C_2	คือ ความเข้มข้นของสารละลาย I_2 (mol/L,M)
	V_2	คือ ปริมาตรของสารละลาย I_2 (ml)

$$\begin{aligned} \text{ความเข้มข้นไอโอดีนที่เปลี่ยนแปลง} &= \text{ความเข้มข้นไอโอดีนแบลงค์} - \text{ความเข้มข้นไอโอดีนที่ใช้ไป} \\ &= 0.0091 - 0.0084 \\ &= 0.0006 \text{ mol/L} \end{aligned}$$

ในสารละลาย 1000 มิลลิลิตร มีจำนวนไอโอดีนเท่ากับ 0.0001 โมล

ในสารละลาย 100 มิลลิลิตร มีจำนวนไอโอดีนเท่ากับ 1×10^{-5} โมล

คิดเป็นกรัม

$$\text{mol} = \frac{\text{g}}{\text{MW}}$$

$$\text{g} = (6.84 \times 10^{-4} \text{ mol}) (253.80 \text{ g/mol})$$

$$\text{g} = 0.1735992 \text{ g}$$

$$\text{g} = 173.599 \text{ mg}$$

ปริมาณไอโอดีนที่ถูกตัวดูดซับบนตัวดูดซับ KF/CaO

สูตร	$\frac{\text{ปริมาณไอโอดีนที่ถูกดูดซับ}}{\text{ปริมาณตัวดูดซับ KF/CaO}}$	หน่วย mg/g
	$= \frac{173.599}{0.051}$	
	$= 3,346.72 \text{ mg/g}$	



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข.

1. ตารางบันทึกผลร้อยละของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะต่าง ๆ

ตารางที่ ข.1 ผลของชนิดตัวเร่งปฏิกิริยาและอุณหภูมิในการแคลไซน์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์(°C)	ปริมาณของเกลือโพแทสเซียม (wt%)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนักน้ำมันที่ซังได้(g)	น้ำหนักเมทิลเอสเทอร์ที่ซังได้(g)	ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์
KF/CaO	400	20	6:1	1	2	50.8384	32.0981	63.1375
	500					50.0692	33.7168	67.3404
	600					50.0521	43.2319	86.3737
KI/CaO	400	20	6:1	1	2	50.0236	29.3352	58.6428
	500					50.0727	30.6208	61.1528
	600					50.0969	38.2731	76.3981

ตารางที่ ข.2 ผลของปริมาณของเกลือโพแทสเซียมบนแคลไซน์ออกไซด์จากเปลือกไข่ไก่ที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา	ปริมาณของเกลือโพแทสเซียม (wt%)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนักน้ำมันที่ซังได้(g)	น้ำหนักเมทิลเอสเทอร์ที่ซังได้(g)	ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์
KF/CaO	10	6:1	1	2	50.0753	36.4646	72.8195
	20				50.0521	43.2319	86.3737
	30				50.0320	42.3229	84.5916
	40				50.0911	40.3747	80.6026

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.3 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ชนิดตัวเร่ง ปฏิกิริยา	อัตราส่วน โดยโมลเม ทานอลต่อ น้ำมัน	ปริมาณ ตัวเร่ง ปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ ในการทำ ปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก น้ำมันที่ซั่ง ได้(g)	น้ำหนัก เมทิลเอส เทอร์ที่ซั่งได้ (g)	ร้อยละของ เมทิลเอส เทอร์
20% KF/CaO	6:1	1	2	50.0521	43.2319	86.3737
	9:1			50.0787	44.1369	88.1350
	12:1			50.0167	41.5117	82.9957
	15:1			50.0479	41.1222	82.1657

ตารางที่ ข.4 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ชนิดตัวเร่ง ปฏิกิริยา	อัตราส่วน โดยโมลเม ทานอลต่อ น้ำมัน	ปริมาณ ตัวเร่ง ปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ ในการทำ ปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก น้ำมันที่ซั่ง ได้(g)	น้ำหนัก เมทิลเอส เทอร์ที่ซั่งได้ (g)	ร้อยละของ เมทิลเอส เทอร์
20% KF/CaO	9:1	1	2	50.0521	43.2319	86.3737
		2		50.1002	43.2293	86.2856
		3		50.1066	42.9560	85.7292
		4		50.0180	42.2886	84.5467

ตารางที่ ข.5 ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ชนิดตัวเร่ง ปฏิกิริยา	อัตราส่วน โดยโมลเม ทานอล ต่อน้ำมัน	ปริมาณ ตัวเร่ง ปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ ในการทำ ปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก น้ำมันที่ซั่ง ได้(g)	น้ำหนัก เมทิลเอส เทอร์ที่ซั่งได้ (g)	ร้อยละของ เมทิลเอส เทอร์
20% KF/CaO	9:1	1	1	50.0078	42.9863	85.9592
			2	50.0521	43.2319	86.3737
			3	50.0504	44.4260	88.7625
			4	50.0610	43.0968	86.0885

ตารางที่ ข.6 ผลของจำนวนครั้งของการนำตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาใช้ใหม่ที่มีผลต่อร้อยละของเมทิลเอสเทอร์

ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	จำนวนครั้งที่ทำปฏิกิริยา	น้ำหนักน้ำมันที่ซั่งได้(g)	น้ำหนักเมทิลเอสเทอร์ที่ซั่งได้(g)	ร้อยละของเมทิลเอสเทอร์
20% KF/CaO	9:1	1	3	1	50.0000	44.5869	89.1738
				2	38.2363	33.1116	86.5972
				3	32.8503	26.3285	80.1469
				4	24.8799	18.7351	75.3021



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.ตารางแสดงเกณฑ์มาตรฐานต่าง ๆ ตามที่กฎหมายกำหนดของไบโอดีเซล
ตารางที่ ข.7 เกณฑ์มาตรฐานของไบโอดีเซล

ลำดับที่	ข้อกำหนด		อัตราสูงต่ำ		วิธีทดสอบ
1	เมทิลเอสเทอร์	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ไม่ต่ำกว่า	96.5	EN 14103
2	ความหนาแน่น ณ อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส	กิโลกรัมลูกบาศก์/เมตร	ไม่ต่ำกว่าและไม่สูงกว่า	860-900	ASTM D 1298
3	ความหนืด ณ อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส	เซนติสโตกส์	ไม่ต่ำกว่าและไม่สูงกว่า	3.5-5.0	ASTN D 445
4	จุดวาบไฟ	องศาเซลเซียส	ไม่ต่ำกว่า	120	ASTM D 93
5	กำมะถัน	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ไม่สูงกว่า	0.0010	ASTN D 2622
6	จำนวนซีเทน		ไม่ต่ำกว่า	51	ASTM D 613
7	เถ้าซิลเฟต	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ไม่สูงกว่า	0.02	ASTM D 874
8	น้ำ	ร้อยละโดยปริมาตร	ไม่สูงกว่า	0.050	ASTM D 2709
9	สิ่งปนเปื้อนทั้งหมด	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ไม่สูงกว่า	0.0024	ASTM D5452
10	เสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ณ อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส	ชั่วโมง	ไม่ต่ำกว่า	6	EN 14112
11	ค่าความเป็นกรด	mg KOH/g	ไม่สูงกว่า	0.50	ASTM D 664
12	ค่าไอโอดีน	กรัมไอโอดีน/100กรัม	ไม่สูงกว่า	120	EN 14111
13	กรดลิโนเลนิกเมทิลเอสเทอร์	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ไม่สูงกว่า	12.0	EN 14103
14	เมทานอล	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ไม่สูงกว่า	0.20	EN 14110
15	โมนกรีเซอไรด์	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ไม่สูงกว่า	0.80	EN 14105
16	โคกรีเซอไรด์	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ไม่สูงกว่า	0.20	EN 14105
17	ไตรกรีเซอไรด์	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ไม่สูงกว่า	0.20	EN 14105
18	กรีเซอรินอิสระ	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ไม่สูงกว่า	0.02	EN 14105
19	กรีเซอรินทั้งหมด	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ไม่สูงกว่า	0.25	EN 14105

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

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

ตารางที่ ข.8 ค่าความเป็นกรดของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO ที่ปริมาณของเกลือโพแทสเซียมต่างๆ

ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา	ปริมาณของเกลือโพแทสเซียม (wt%)	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนักน้ำมันที่ซั่งได้(g)	ปริมาณ KOH ที่ใช้ไทเทรต (ml)	ค่าความเป็นกรด (mg KOH/g)
KF/CaO	10	6:1	1	2	5.0045	3.00	0.3357
	20				5.0328	2.80	0.3115
	30				5.5306	2.60	0.2633
	40				5.0574	2.80	0.3100

ตารางที่ ข.9 ค่าความเป็นกรดของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO ที่อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมันต่างๆ

ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนักน้ำมันที่ซั่งได้(g)	ปริมาณ KOH ที่ใช้ไทเทรต (ml)	ค่าความเป็นกรด (mg KOH/g)
20% KF/CaO	6:1	1	2	5.0328	2.80	0.3115
	9:1			5.2375	2.90	0.3100
	12:1			5.2484	2.30	0.2454
	15:1			5.2620	3.00	0.3193

ตารางที่ ข.10 ค่าความเป็นกรดของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO ที่ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาต่างๆ

ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนักน้ำมันที่ซังได้ (g)	ปริมาณKOHที่ใช้ไทเทรต (ml)	ค่าความเป็นกรด (mg KOH/g)
20% KF/CaO	9:1	1	2	5.2375	2.90	0.3100
				5.5698	2.70	0.2715
				5.2620	3.10	0.3300
				6.3081	3.00	0.2663

ตารางที่ ข.11 ค่าความเป็นกรดของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO ที่เวลาในการทำปฏิกิริยาต่างๆ

ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนักน้ำมันที่ซังได้ (g)	ปริมาณKOHที่ใช้ไทเทรต (ml)	ค่าความเป็นกรด (mg KOH/g)
20% KF/CaO	9:1	1	1	5.3589	2.70	0.2821
			2	5.2375	2.90	0.3100
			3	5.0841	3.00	0.3304
			4	5.1819	3.20	0.3458

ตารางที่ ข.12 เลขไอโอดีนของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน
เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา KF/CaO ที่ปริมาณของเกลือโพแทสเซียมต่างๆ

ชนิด ตัวเร่ง ปฏิกิริยา	ปริมาณของ เกลือ โพแทสเซียม (wt%)	อัตราส่วน โดยโมลเม ทานอลต่อ น้ำมัน	ปริมาณ ตัวเร่ง ปฏิกิริยา a (wt%)	เวลาที่ใช้ ในการทำ ปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก น้ำมันที่ซังได้ (g)	ปริมาณ Na ₂ S ₂ O ₃ ที่ใช้ ไทเทรต (ml)	เลข ไอโอดีน(g Iodine/1 00g)
KF/CaO	10	6:1	1	2	1.0980	13.20	6.0146
	20				1.0330	11.80	9.8354
	30				1.0459	12.40	8.2570
	40				1.1158	12.20	8.1950

ตารางที่ ข.13 เลขไอโอดีนของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน
เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO ที่อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมันต่างๆ

ชนิดตัวเร่ง ปฏิกิริยา	อัตราส่วน โดยโมล เมทานอล ต่อน้ำมัน	ปริมาณ ตัวเร่ง ปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ ในการทำ ปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนัก น้ำมันที่ซัง ได้(g)	ปริมาณ Na ₂ S ₂ O ₃ ที่ ใช้ไทเทรต (ml)	เลขไอโอดีน(g Iodine/100g)
20% KF/CaO	6:1	1	2	1.0330	11.80	9.8354
	9:1			1.0612	12.20	8.6167
	12:1			1.1277	11.90	8.7843
	15:1			1.1046	11.00	11.0375

ตารางที่ ข.14 เลขไอโอดีนของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO ที่ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาต่างๆ

ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนักน้ำมันที่ซั่งได้ (g)	ปริมาณ Na ₂ S ₂ O ₃ ที่ใช้ไทเทรต (ml)	เลขไอโอดีน(g Iodine/100g)
20% KF/CaO	9:1	1	2	1.0612	12.20	8.6167
				1.1694	11.40	9.5570
				1.0742	11.90	9.2217
				1.0930	11.30	10.4575

ตารางที่ ข.15 เลขไอโอดีนของเมทิลเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 20% KF/CaO ที่เวลาในการทำปฏิกิริยาต่างๆ

ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน	ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (wt%)	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	น้ำหนักน้ำมันที่ซั่งได้(g)	ปริมาณ Na ₂ S ₂ O ₃ ที่ใช้ไทเทรต (ml)	เลขไอโอดีน(g Iodine/100g)
20% KF/CaO	9:1	1	1	1.2854	12.20	7.1137
			2	1.0612	12.20	8.6167
			3	1.1280	13.40	5.4043
			4	1.2622	12.60	6.4395