

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

สมุดคู่มือของปฏิบัติการอิเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอริบิวทานอลและ

ไอโซโพรพานอลกับกลีเซอริน

Chemical Equilibrium of Etherification of *tert*-Butanol

and *iso*-Propanol with Glycerin



ร/น.
๗ ๒๔๑ ๒
๒๕๕๑

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน..... 72133
วัน,เดือน,ปี 11 ส.ย. 2550

b. 11763814
i.

ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2549

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**Chemical Equilibrium of Etherification of *tert*-Butanol
and *iso*-Propanol with Glycerin**



**A REPORT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENT FOR
THE DEGREE OF BECHELOR OF CHEMICAL ENGINEERING
IN CHEMICAL ENGINEERING
FACULTY OF ENGINEERING
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECNOLOGY LADKRABANG**

2006

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญาบัตรเรื่อง สมดุลเคมีของปฏิกิริยาอเทอริฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอริบิวทานอลและ
ไอโซโพรพานอลกับกลีเซอริน
โดย นายกิจตินันท์ นันทवास รหัสประจำตัว 46010041
นายโกสิน ควงศรี รหัสประจำตัว 46010070
พ.ศ. 2549
อาจารย์ที่ปรึกษา คร.อภิรักษ์ นัมคณิสร์ณ์

ปริญญาบัตรนี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญาบัตร




.....ประธานกรรมการ

(ดร.อภิรักษ์ นัมคณิสร์ณ์)


.....กรรมการ

(รศ.ดร.ประกอบ กิจไชยา)


.....กรรมการ

(ดร.นริศรา ทองบุญชู)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อวิทยานิพนธ์ สมดุลเคมีของปฏิกิริยาไอเทอร์พีเคชันระหว่างเทอร์เซอร์ิวทานอลและ
ไอโซโพรพานอลกับกลีเซอริน
นักศึกษาผู้จัดทำ นายกิจดิษฐ์ นันทวาส รหัสนักศึกษา 46010041
 นายไคสิน คงศรี รหัสนักศึกษา 46010070
อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.อภิรักษ์ นัมคณิศรณ
ปีการศึกษา 2549

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาสมดุลปฏิกิริยาของปฏิกิริยาไอเทอร์พีเคชันของแอลกอฮอล์ 2 ชนิดคือ เทอร์เซอร์ิวทานอลและไอโซโพรพานอล กับกลีเซอรินในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ ด้วยอัตราส่วน จำนวนโมลของแอลกอฮอล์ต่อกลีเซอรินเริ่มต้นเป็น 1:1 ใช้แอมเบอร์ลิสต์ 35 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดย ทดลองที่อุณหภูมิ 40, 50, 60 และ 70 องศาเซลเซียส แล้ววิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบต่าง ๆ ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี เพื่อนำไปคำนวณองค์ประกอบของสารและข้อมูลสมดุลปฏิกิริยาเคมี พบว่าอุณหภูมิมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงปริมาณของสารผลิตภัณฑ์ที่สภาวะสมดุล โดย พบว่าเมื่อ อุณหภูมิสูงขึ้นไคเทอร์เซอร์ิวทิลอิเทอร์จะลดลงอย่างชัดเจน ในขณะที่โมโนและไตรเทอร์เซอร์ิวทิลอิเทอร์จะมีปริมาณค่อนข้างคงที่ ซึ่งสอดคล้องกับค่าคงที่สมดุลของปฏิกิริยาที่พบว่าค่าคงที่ สมดุลของปฏิกิริยาการเกิด ไคเทอร์เซอร์ิวทิลอิเทอร์ จะลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นซึ่งแสดงให้เห็นว่า เป็นปฏิกิริยาคายความร้อนอย่างชัดเจน เมื่อคำนวณค่าความร้อนของปฏิกิริยาแล้วจะพบว่าปฏิกิริยาทั้ง 3 ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกิริยาคายความร้อนทั้งสิ้นค่าความร้อนของการปฏิกิริยาการเกิด โมโน ไค และไตรเทอร์เซอร์ิวทิลอิเทอร์ คือ 18.44, 50.12 และ 9.86 kJ/mol ตามลำดับ ค่าความร้อนของ ปฏิกิริยาทั้งหมดคือ 79.42 kJ/mol โดยปฏิกิริยาการเกิดไคเทอร์เซอร์ิวทิลอิเทอร์จะให้พลังงานความ ร้อนมากที่สุด ถึง 50.12 kJ/mol จากพลังงานความร้อนรวมของปฏิกิริยาที่คายออกมา 79.42 kJ/mol และการทดสอบการใช้งานในเบื้องต้นโดยผสมลงในน้ำมันดีเซลชีวภาพ พบว่าจะสามารถลดจุด หมอกของน้ำมันดีเซลชีวภาพจาก 18 °ซ เหลือ 17 °ซ

Thesis Title Chemical Equilibrium of Etherification of *tert*-Butanol and *iso*-Propanol with Glycerin
Authors Mr.Kittinun Nuntavas
Mr.Kaisin Duangsri
Thesis Advisor Dr.Apinun Numkanitsorn
Year 2006

ABSTRACT

This Project aimed to study the reaction equilibrium of etherification of 2 alcohols, namely, *tert*-butanol and *iso*-propanol, and glycerin in batch reactor. Molar ratio of alcohol to glycerin was set to 1:1 and the reaction was catalyzed using Amberlyst 35 wet. The reaction was conducted at 40, 50, 60 and 70 °C. The resulting products were characterized using Gas Chromatography technique. The result from GC analysis was then used to calculate the mole fraction of chemical species involved in the reaction and the equilibrium constant of reaction. It was evident that temperature affected the amount of products obtained under equilibrium condition. Di-*tert*-butyl ether of glycerin significantly decreased as temperature increased. Whereas mono- and tri-*tert*-butyl ether of glycerin remained approximately constant. This result was in agreement with the equilibrium constant of reaction such that the equilibrium rate constant of Di-*tert*-butyl ether of glycerin decreased with increasing temperature indicative of an exothermic reaction. The heat of reaction of the three constituent reactions suggested that they are all exothermic reaction. The heat of reaction for mono-, Di-, tri- *tert*-butyl ether of glycerin were 18.44, 50.12 and 9.86 kJ/mol, respectively This yield 79.42 kJ/mol total heat of reaction. The reaction that form Di-*tert*-butyl ether of glycerin yielded the highest heat of reaction of 50.12 kJ/mol from all heat of reaction in this experiment amount 79.42 kJ/mol. In addition, that this reagent can decrease biodiesel cloud point temperature from 18 °C to 17 °C.

กิตติกรรมประกาศ

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้เสร็จสมบูรณ์ลงได้ด้วยดี ด้วยคำแนะนำจากบุคคลหลายท่านผู้จัดทำ ขอขอบพระคุณอาจารย์ผู้ควบคุมวิทยานิพนธ์ ดร. อภินันท์ นัมคณิสสรณ์ และผู้ควบคุมปริญญานิพนธ์ร่วม รศ. ดร. ประกอบ กิจไชยา ที่ให้ออกาสคณะผู้จัดทำได้เป็นส่วนหนึ่งในการทำงานวิจัย พร้อมทั้งสร้างความเชื่อมั่นที่ทำให้คณะผู้จัดทำมีความมั่นใจในความสามารถสำหรับทำงานวิจัยด้านวิศวกรรม รวมทั้งให้คำแนะนำและคำปรึกษาที่มีคุณค่าอย่างยิ่ง ทั้งด้านวิชาการและการปฏิบัติตัว อีกทั้งเป็นแบบอย่างในการศึกษาหาความรู้ตลอดระยะเวลาการทำงานคณะผู้จัดทำมีความซาบซึ้งต่อความกรุณาดังกล่าวเป็นอย่างยิ่ง

ขอขอบคุณ คณาจารย์ประจำภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังที่ช่วยประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้

ขอขอบคุณ คุณพิสันต์ ผลโพธิ์ เจ้าหน้าที่ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความช่วยเหลืออย่างมากมายในเรื่องต่างๆ

ขอขอบคุณ คุณพิมพ์ใจ ภูษนะกิจ เจ้าหน้าที่ธุรการภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่อำนวยความสะดวกในการติดต่อประสานงาน

ขอขอบคุณเพื่อนๆ นักศึกษาทุกคนที่ช่วยเหลือให้คำแนะนำต่างๆ ตลอดจนให้กำลังใจแก่คณะผู้จัดทำมาโดยตลอด

สุดท้ายนี้กราบขอขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ พี่น้องครอบครัวอันเป็นที่รักทุกท่าน สำหรับกำลังใจและความช่วยเหลือให้คณะผู้จัดทำบรรลุในการต่อสู้อุปสรรคต่างๆรวมทั้งเป็นแรงผลักดันให้งานวิจัยนี้สำเร็จ

คณะผู้จัดทำ

นายกิตตินันท์ นันทवास

นายไคสิน ดวงศรี

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VII
สารบัญรูป.....	IX
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของปริญญานิพนธ์.....	2
1.3 ขอบเขตของปริญญานิพนธ์.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 คำออกแทน.....	3
2.2 ปฏิกริยาอีเทอร์พีเคชัน.....	3
2.3 กลไกการเกิดปฏิกิริยา.....	4
2.4 แอลกอฮอล์.....	5
2.5 กลีเซอริน.....	6
2.6 คุณสมบัติของกลีเซอริน.....	6
2.6.1 คุณสมบัติทางกายภาพ.....	6
2.6.2 คุณสมบัติทางเคมี.....	8
2.6.3 การผลิตกลีเซอรินบริสุทธิ์.....	8
2.7 แอมเบอร์ลิสต์ 35 เวท.....	8
2.8 สมดุลปฏิกิริยาเคมี.....	9
2.9 จุดหมอก.....	12
2.10 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	12

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 3 เครื่องมือและการดำเนินการวิจัย	15
3.1 สารเคมี.....	15
3.2 อุปกรณ์.....	15
3.3 วิธีการทดลอง.....	15
3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมสาร.....	15
3.3.2 ปฏิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างแอลกอฮอล์กับกลีเซอริน.....	16
3.3.3 การวิเคราะห์สารด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี.....	16
3.3.4 ขั้นตอนวิเคราะห์และคำนวณผลโครมาโตแกรม.....	16
3.3.5 การทดลองผสมสารอีเทอร์ลงในน้ำมันดีเซลชีวภาพเพื่อหาอุณหภูมิ ของจุดหมอก.....	17
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิเคราะห์ข้อมูล.....	18
4.1 การวิเคราะห์สารที่ได้จากจากปฏิริยาอีเทอร์ฟิเคชัน.....	18
4.1.1 การวิเคราะห์ผลของอุณหภูมิที่มีต่อปฏิริยาอีเทอร์ฟิเคชัน ระหว่างไอโซโพรพานอล กับกลีเซอริน.....	19
4.1.2 การวิเคราะห์ผลของอุณหภูมิที่มีต่อปฏิริยาอีเทอร์ฟิเคชัน ระหว่างเทอร์เซอรีบิวทานอลกับกลีเซอริน.....	20
4.2 การตรวจสอบสถานะสมดุลของปฏิริยาอีเทอร์ฟิเคชัน.....	21
4.3 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณสารในระบบที่สถานะสมดุล.....	24
4.4 ผลการคำนวณหาค่าคงที่สมดุล.....	25
4.5 ผลการวิเคราะห์หาค่าความร้อนของปฏิริยา.....	26
4.6 ผลการทดลองผสมสารอีเทอร์ลงในน้ำมันดีเซลชีวภาพเพื่อลดอุณหภูมิ ของจุดหมอก.....	27
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	28
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	28
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	28

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
เอกสารอ้างอิง.....	29
ภาคผนวก.....	31
ภาคผนวก ก.....	32
ภาคผนวก ข.....	36
ภาคผนวก ค.....	46



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติต่างๆของ ไอ โซ โพรพานอล และเทอร์เซอร์บีวทานอล.....	5
ตารางที่ 2.2 ความสัมพันธ์ระหว่างความดัน ไอกับอุณหภูมิของกลีเซอริน.....	6
ตารางที่ 2.3 คุณสมบัติทางกายภาพของกลีเซอริน.....	7
ตารางที่ 2.4 แสดงคุณสมบัติต่างๆของ แอมเบอร์ลิสต์ 35 เวท.....	9
ตารางที่ 4.1 ชนิดของสารใน โครมาโตแกรมแต่ละ Retention Time ของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์บีวทานอลกับกลีเซอริน.....	21
ตารางที่ 4.2 ร้อยละ โดยมวลของสารที่สมดุลของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่าง เทอร์เซอร์บีวทานอลกับกลีเซอริน.....	24
ตารางที่ 4.3 ค่าคงที่สมดุลของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์บีวทานอล กับกลีเซอริน.....	25
ตารางที่ ก.1 คุณลักษณะทางกายภาพ และทางเคมีของกลีเซอรินประเภทต่าง.....	32
ตารางที่ ข.1 ตารางบันทึกค่า โครมาโตแกรมของสารมาตรฐานจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชัน ระหว่างเทอร์เซอร์บีวทานอลกับกลีเซอริน.....	36
ตารางที่ ข.2 ตารางบันทึกค่า โครมาโตแกรมของสารมาตรฐานจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชัน ระหว่าง ไอ โซ โพรพานอลกับกลีเซอริน	37
ตารางที่ ข.3 ตารางบันทึกค่า โครมาโตแกรมของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์ บีวทานอลกับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 40 °ซ ทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง.....	38
ตารางที่ ข.4 ตารางบันทึกค่า โครมาโตแกรมของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์ บีวทานอลกับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 40 °ซ ทำปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง.....	39
ตารางที่ ข.5 ตารางบันทึกค่า โครมาโตแกรมของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์ บีวทานอลกับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 50 °ซ ทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง	40
ตารางที่ ข.6 ตารางบันทึกค่า โครมาโตแกรมของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์ บีวทานอลกับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 50 °ซ ทำปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง.....	41
ตารางที่ ข.7 ตารางบันทึกค่า โครมาโตแกรมของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์ บีวทานอลกับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 60 °ซ ทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง.....	42
ตารางที่ ข.8 ตารางบันทึกค่า โครมาโตแกรมของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์ บีวทานอลกับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 60 °ซ ทำปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง.....	43

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง (ต่อ)

	หน้า
ตารางที่ ข.9 ตารางบันทึกค่าโครมาโตแกรมของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์ บิวทานอลกับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 70 °ซ ทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง.....	44
ตารางที่ ข.10 ตารางบันทึกค่าโครมาโตแกรมของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์ บิวทานอลกับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 70 °ซ ทำปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง.....	45



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 สมการเคมีของปฏิกิริยาฮีเทอร์ฟิเคชัน.....	3
รูปที่ 2.2 กลไกการเกิดปฏิกิริยาฮีเทอร์ฟิเคชันที่มีกรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา.....	4
รูปที่ 2.3 สูตร โครงสร้างของกลีเซอริน.....	6
รูปที่ 2.4 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln K$ กับ $1/T$	11
รูปที่ 3.1 เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี.....	16
รูปที่ 4.1 โครมาโตแกรมจากปฏิกิริยาฮีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์บิวทานอล กับกลีเซอริน.....	18
รูปที่ 4.2 โครมาโตแกรมจากปฏิกิริยาฮีเทอร์ฟิเคชันระหว่างไอโซโพรพานอล กับกลีเซอริน.....	18
รูปที่ 4.3ก โครมาโตแกรมจากปฏิกิริยาฮีเทอร์ฟิเคชันระหว่างไอโซโพรพานอล กับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 40 °ซ.....	19
รูปที่ 4.3ข โครมาโตแกรมจากปฏิกิริยาฮีเทอร์ฟิเคชันระหว่างไอโซโพรพานอล กับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 50 °ซ.....	19
รูปที่ 4.3ค โครมาโตแกรมจากปฏิกิริยาฮีเทอร์ฟิเคชันระหว่างไอโซโพรพานอล กับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 60 °ซ.....	20
รูปที่ 4.3ง โครมาโตแกรมจากปฏิกิริยาฮีเทอร์ฟิเคชันระหว่างไอโซโพรพานอล กับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 70 °ซ.....	20
รูปที่ 4.4 เปรียบเทียบพื้นที่ใต้โครมาโตแกรมจากการทดลองที่อุณหภูมิ 40 °ซ อัตราส่วนเทอร์เซอร์บิวทานอลต่อกลีเซอริน.....	22
รูปที่ 4.5 เปรียบเทียบพื้นที่ใต้โครมาโตแกรมจากการทดลองที่อุณหภูมิ 50 °ซ อัตราส่วนเทอร์เซอร์บิวทานอลต่อกลีเซอริน.....	22
รูปที่ 4.6 เปรียบเทียบพื้นที่ใต้โครมาโตแกรมจากการทดลองที่อุณหภูมิ 60 °ซ อัตราส่วนเทอร์เซอร์บิวทานอลต่อกลีเซอริน.....	23
รูปที่ 4.7 เปรียบเทียบพื้นที่ใต้โครมาโตแกรมจากการทดลองที่อุณหภูมิ 70 °ซ อัตราส่วนเทอร์เซอร์บิวทานอลต่อกลีเซอริน.....	23
รูปที่ 4.8 ร้อยละ โดยมวลของสารผลิตภัณฑ์ที่สมดุลของปฏิกิริยาฮีเทอร์ฟิเคชันระหว่าง เทอร์เซอร์บิวทานอลกับกลีเซอริน.....	24

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปลูกภาพ (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.9 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่สมดุลของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่าง เทอร์เซอร์บิวทานอลกับกลีเซอรินเทียบกับอุณหภูมิ.....	25
รูปที่ 4.10 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln K$ กับ $1/T$	26
รูปที่ 4.11 แสดงน้ำมันดีเซลชีวภาพในการทดลอง โดยบิกเกอร์ด้านซ้ายคือน้ำมันที่มี อุณหภูมิต่ำกว่าจุดหมอกด้านขวาคือน้ำมันดีเซลชีวภาพที่อุณหภูมิห้อง.....	27
รูปที่ ข.1 โครมาโตแกรมของสารมาตรฐานจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่าง เทอร์เซอร์บิวทานอลกับกลีเซอริน.....	36
รูปที่ ข.2 โครมาโตแกรมของสารมาตรฐานจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่าง ไอโซโพรพานอล กับกลีเซอริน.....	37
รูปที่ ข.3 โครมาโตแกรมของสารจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์ บิวทานอลกับกลีเซอรินที่อุณหภูมิ 40 °ซ ทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง.....	38
รูปที่ ข.4 โครมาโตแกรมของสารจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์ บิวทานอลกับกลีเซอรินที่อุณหภูมิ 40 °ซ ทำปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง.....	39
รูปที่ ข.5 โครมาโตแกรมของสารจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์ บิวทานอลกับกลีเซอรินที่อุณหภูมิ 50 °ซ ทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง.....	40
รูปที่ ข.6 โครมาโตแกรมของสารจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์ บิวทานอลกับกลีเซอรินที่อุณหภูมิ 50 °ซ ทำปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง.....	41
รูปที่ ข.7 โครมาโตแกรมของสารจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์ บิวทานอลกับกลีเซอรินที่อุณหภูมิ 60 °ซ ทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง.....	42
รูปที่ ข.8 โครมาโตแกรมของสารจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์ บิวทานอลกับกลีเซอรินที่อุณหภูมิ 60 °ซ ทำปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง.....	43
รูปที่ ข.9 โครมาโตแกรมของสารจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์ บิวทานอลกับกลีเซอรินที่อุณหภูมิ 70 °ซ ทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง.....	44
รูปที่ ข.10 โครมาโตแกรมของสารจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์ บิวทานอลกับกลีเซอรินที่อุณหภูมิ 70 °ซ ทำปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง.....	45

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ปัจจุบันกลีเซอรินมีปริมาณเพิ่มขึ้นมาก เนื่องมาจากผู้คนที่ให้ความสนใจในการใช้พลังงานทดแทนมากขึ้น หนึ่งในพลังงานทดแทนที่กำลังเป็นจุดสนใจในขณะนี้คือ น้ำมันดีเซลชีวภาพ โดยผลิตได้จากการนำน้ำมันเชื้อเพลิง หรือน้ำมันสัตว์ รวมทั้งน้ำมันใช้แล้วจากการปรุงอาหารมาทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันกับแอลกอฮอล์ ซึ่งเรียกอีกอย่างว่าเมทิลเอสเทอร์ (Methyl Ester) ซึ่งมีคุณสมบัติใกล้เคียงกับน้ำมันดีเซล และในกระบวนการผลิตยังมีกลีเซอริน เป็นผลพลอยได้ออกมา 1 โมล ทุกๆ เมทิลเอสเทอร์ 3 โมล คิดเป็น 10 เปอร์เซ็นต์โดยมวลของผลิตภัณฑ์ทั้งหมด จากผลการสำรวจกว่า 50 ประเทศในยุโรปที่ผลิตน้ำมันดีเซลชีวภาพพบว่า มีปริมาณการผลิตรวมกันถึงปีละ 2.25 ล้านตันต่อปี และความต้องการจะเพิ่มขึ้นเป็น 10 ล้านตันต่อปีในปีค.ศ. 2012 ทำให้กลีเซอรินมีปริมาณเกินความต้องการของตลาดเป็นอย่างมาก [1] แต่เนื่องจากการผลิตน้ำมันดีเซลชีวภาพมีอย่างไม่จำกัดส่งผลให้ราคาของกลีเซอรินลดต่ำลง

โดยแนวทางหนึ่งที่สามารถนำกลีเซอรินมาใช้เป็นสารตั้งต้นในปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันผลิตสารเพิ่มออกซิเจน (Oxygenate additive) ในน้ำมันเชื้อเพลิงเพื่อใช้ด้านทานการน็อกหรือ ช่วยให้น้ำมันเชื้อเพลิงเผาไหม้อย่างต่อเนื่อง และสม่ำเสมอจากการจุดระเบิดของหัวเทียน เรียกสารเหล่านี้ว่า สารเพิ่มค่าออกเทน [2] เช่น การสังเคราะห์เทอร์เซอริอีเทอร์ (tert-ether) เป็นสารผสมในน้ำมันเพื่อลดปริมาณคาร์บอนมอนอกไซด์ สารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่เผาไหม้ไม่หมด และสารอื่นที่อาจจะหลุดออกมาด้วย ผลิตภัณฑ์นี้เป็นที่สนใจ โดยในช่วงทศวรรษที่ผ่านมาถูกใช้เพื่อเป็นตัวเพิ่มค่าออกเทนชนิดใหม่ที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมทดแทนสารตะกั่ว [3] ซึ่งมีความเป็นไปได้ที่สามารถเพิ่มการเผาไหม้ในเชื้อเพลิงน้ำมันดีเซลด้วยสารเพิ่มออกซิเจน สารเทอร์เซอริบิวทิลอีเทอร์ (tert-Butyl ether) ของกลีเซอรินจะมีองค์ประกอบของ ไดอีเทอร์ (di-ether) และโดยเฉพาะพวก ไตรอีเทอร์ (tri-ether) จัดว่าเป็นสารเพิ่มออกซิเจนที่มีประสิทธิภาพ ในเชื้อเพลิงดีเซล (น้ำมันดีเซล น้ำมันดีเซลชีวภาพ และสารผสมของทั้งสองชนิด) อีเทอร์ชนิดนี้สามารถลดการปลดปล่อยอนุภาคต่างๆ ได้ [4]

สำหรับงานวิจัยนี้ในการศึกษาสมมูลปฏิกิริยาเคมีของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชัน ของเทอร์เซอริบิวทานอล และไอโซโพรพานอล กับกลีเซอริน โดยใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เพื่อให้ได้ข้อมูลสมมูลปฏิกิริยาเคมี ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยานี้ จะนำไปวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบต่างๆ ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี ได้แก่ ปริมาณของ โมโน ไคและ ไตรเทอร์เซอริบิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน และไอโซเทอร์เซอริโพรพิลอีเทอร์ของกลีเซอรินเป็นต้น ข้อมูลที่ได้จะถูกนำไปวิเคราะห์เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ถึงค่าคงที่สมดุลและค่าความร้อนของปฏิกิริยาต่างๆ ที่เกิดขึ้น และเนื่องจากปฏิกิริยาอเทอริฟิเคชันเป็นปฏิกิริยาที่ผันกลับได้ ดังนั้นการหาค่าคงที่สมดุลและค่าความร้อนของปฏิกิริยาจึงเป็นประโยชน์ในการคำนวณและการหาค่าการแปลงผันที่เกิดขึ้น ณ สภาวะสมดุล ซึ่งเป็นขีดจำกัดในการทำปฏิกิริยาเคมีเพื่อให้ได้ร้อยละผลผลิต (Yield) ที่สูง โดยข้อมูลค่าคงที่สมดุลและค่าความร้อนของปฏิกิริยาดังกล่าวนี้ยังไม่ได้มีการรายงานไว้ในเอกสารทางวิชาการใด ๆ

1.2 วัตถุประสงค์ของปริญญานิพนธ์

เพื่อศึกษาข้อมูลทางอุณหพลศาสตร์ที่สภาวะสมดุล ซึ่งได้แก่ ค่าคงที่สมดุลและสามารถนำมาคำนวณหาค่าความร้อนของปฏิกิริยาอเทอริฟิเคชันระหว่างระหว่างเทอร์เซอร์บิวทานอล และไอโซโพรพานอล กับกลีเซอริน โดยข้อมูลดังกล่าวนี้ยังไม่ได้มีการรายงานไว้ในเอกสารทางวิชาการสำหรับปฏิกิริยานี้

1.3 ขอบเขตของปริญญานิพนธ์

1.3.1 ปฏิกิริยาอเทอริฟิเคชันระหว่างแอลกอฮอล์ 2 ชนิด (ไอโซโพรพานอล และเทอร์เซอร์บิวทานอล) กับกลีเซอรินจนถึงสภาวะสมดุลด้วยอ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ ที่อุณหภูมิ 40 50 60 และ 70 °ซ ด้วยอัตราส่วนจำนวนโมลของแอลกอฮอล์และ กลีเซอรินเป็น 1:1 โดยโมลของแอลกอฮอล์ต่อกลีเซอริน

1.3.2 วิเคราะห์หาปริมาณขององค์ประกอบจากผลิตภัณฑ์เทอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาอเทอริฟิเคชันด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี

1.3.3 หาข้อมูลสมดุลของปฏิกิริยาอเทอริฟิเคชันระหว่างไอโซโพรพานอล และเทอร์เซอร์บิวทานอล กับกลีเซอรินที่อุณหภูมิและอัตราส่วนดังกล่าวข้างต้น

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ทราบข้อมูลพื้นฐานทางอุณหพลศาสตร์ของสมดุลปฏิกิริยาอเทอริฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์บิวทานอล และ ไอโซโพรพานอล กับ กลีเซอริน โดยข้อมูลค่าคงที่สมดุลและค่าความร้อนของปฏิกิริยาดังกล่าวนี้ยังไม่ได้มีการรายงานไว้ในเอกสารทางวิชาการใด ๆ

1.4.2 เป็นข้อมูลในการพัฒนาการผลิตสารเติมแต่งเพื่อเพิ่มค่าออกเทนให้กับน้ำมันเชื้อเพลิง

บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง

2.1 ค่าออกเทน [2]

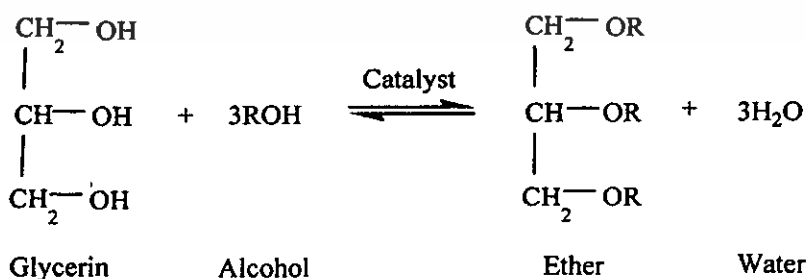
ค่าออกเทน เป็นค่าที่บอกถึงคุณภาพในการต้านทานการน็อกหรือความสามารถของน้ำมันเชื้อเพลิงที่จะเผาไหม้อย่างต่อเนื่องและสม่ำเสมอจากการจุดระเบิดของหัวเทียน โดยปราศจากการลุกไหม้ซ้อนขึ้นมา แล้วทำให้เกิดการน็อก เครื่องยนต์ไม่มีกำลัง ซึ่งการที่น้ำมันเชื้อเพลิงมีค่าสูงนั้น จะส่งผลดีต่อการทำงานและส่งผลต่อเครื่องยนต์ดังนี้

1. การเผาไหม้สมบูรณ์ ให้พลังงานสูง
2. ป้องกันการเสียหายจากการน็อกของเครื่องยนต์
3. เครื่องยนต์สะอาด ปราศจากเขม่า
4. ประหยัดน้ำมัน
5. ลดสภาวะมลพิษในสิ่งแวดล้อม

โดยในปัจจุบันสารที่ใช้นิยมเติมลงในน้ำมันเชื้อเพลิงเพื่อเพิ่มค่าออกเทน ได้แก่สารประกอบที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบอยู่ในโมเลกุล ซึ่งอาจเป็นพวกอีเทอร์ หรือแอลกอฮอล์ เช่น Ethyl alcohol, Methyl alcohol, Methyl tertiary butyl ether เพื่อช่วยให้การเผาไหม้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

2.2 ปฏิกริยาอีเทอร์ฟิเคชัน [5]

การสังเคราะห์สารอีเทอร์ซึ่งก็คือสารที่มีหมู่ R-O-R หรือ R-O-Ar หรือ Ar-O-Ar โดยจะมี O ต่อระหว่าง C 2 อะตอมในอยู่องค์ประกอบ เราเรียกกระบวนการผลิตสารอีเทอร์ว่าปฏิกริยาอีเทอร์ฟิเคชัน การทดลองนี้เป็นปฏิกริยาคีไฮโดรจีนชั้นระหว่างแอลกอฮอล์และกลีเซอริน โดยใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกริยา สังเคราะห์อีเทอร์เพื่อใช้เป็นสารเติมแต่งในน้ำมันเชื้อเพลิงดังรูป



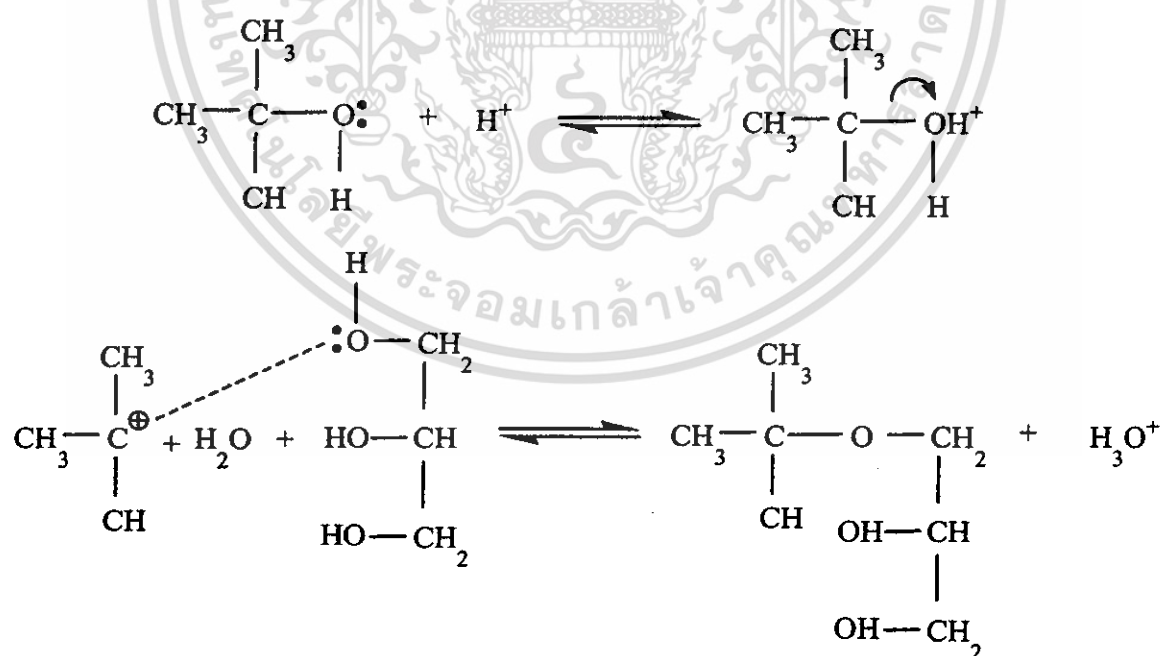
รูปที่ 2.1 สมการเคมีของปฏิกริยาอีเทอร์ฟิเคชัน

2.3 กลไกการเกิดปฏิกิริยา

ปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชัน เป็นปฏิกิริยาที่ผันกลับได้ซึ่งมีขั้นตอนของปฏิกิริยา คือ ขั้นตอนแรก กลีเซอริน (G) จะทำปฏิกิริยากับ เทอร์เซอร์บิวทานอล (TBA) ถูกเปลี่ยนเป็น โมโนเทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน (MTBG) กับน้ำ (H_2O) จากนั้นไดเทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน (DTBG) และเป็นไตรเทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน (TTBG) ในที่สุด ตามสมการที่ 2.1, 2.2 และ 2.3 ตามลำดับ



ซึ่งแต่ละปฏิกิริยาเป็นปฏิกิริยาแบบผันกลับได้ และสมดุลของปฏิกิริยาจะมีทิศทางไปทางด้านการผลิตอีเทอร์ กลไกการเกิดปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชัน โดยใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแสดงดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 กลไกการเกิดปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันที่มีกรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยขั้นตอนแรกไออนของเทอร์เซอร์แอลกอฮอล์ เกิดการเคลื่อนที่จัดเรียงตัวใหม่กลายเป็นคาร์โบแคทไอออน ขั้นตอนที่ 2 กลีเซอรินทำปฏิกิริยากับคาร์โบแคทไอออนเกิดเป็นสารมัธยันตร์ ขั้นตอนที่ 3 สารมัธยันตร์ เกิดการแตกตัวให้โมโนเทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน และไออนของสารมัธยันตร์ ก่อนที่จะแตกตัวอีกครั้งให้เป็นผลิตภัณฑ์โมโนเทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน หลังจากนั้นโมโนเทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน เกิดปฏิกิริยาเป็นไดเทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน และไตรเทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน ซึ่งมีรูปแบบการเกิดปฏิกิริยาในทำนองเดียวกัน

2.4 แอลกอฮอล์ [6]

การทดลองนี้ได้เลือกแอลกอฮอล์ที่ใช้ในปฏิกิริยาอีเทอร์รีฟิเคชัน สองชนิดได้แก่ เทอร์เซอร์บิวทานอล และไอโซโพรพานอล ซึ่งมีคุณสมบัติตามตารางที่ 2.1

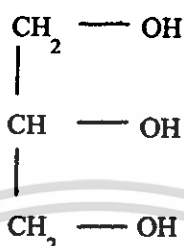
ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติต่างๆ ของไอโซโพรพานอลและ เทอร์เซอร์บิวทานอล

คุณสมบัติ	ไอโซโพรพานอล	เทอร์เซอร์บิวทานอล
สูตร โมเลกุล	C_3H_8O	$C_4H_{10}O$
มวล โมเลกุล	60.09	74.12
จุดเดือด	82.3	83
จุดหลอมเหลว	-88.5	25.5
ความหนืด (mPa.sec)	2.4	3.35
ความถ่วงจำเพาะ	0.8044	0.786
ความหนาแน่นไอ	2.1	2.55
ความดันไอ (มม.ปรอท) ที่ 20 °ซ.	33	31
ความสามารถในการละลายน้ำที่ (กรัม/100 มล.)	ละลายน้ำได้	ละลายได้
จุดวาบไฟ (°ซ.)	11.7	11
จุดลุกติดไฟได้เอง (°ซ.)	399	478
LFL %	2-2.3	2.4
UFL %	12-12.7	8

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5 ก्लीเซอริน [7-8]

ก्लीเซอริน (Glycerine หรือ Glycerin) เรียกอีกชื่อหนึ่งว่า ก्लीเซอรอล (Glycerol) หมายถึงสารจำพวกโพรติไฮดริกแอลกอฮอล์ (Polyhydric alcohol) ที่มีหมู่ไฮดรอกซิล 3 หมู่ มีสูตรเคมี $C_3H_8O_3$ มีชื่อทางเคมีว่า 1,2,3-โพรเพนไตรออล (1,2,3-Propanetriol) และมีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.3 สูตร โครงสร้างของก्लीเซอริน

2.6 คุณสมบัติของก्लीเซอริน [7-8]

2.6.1 คุณสมบัติทางกายภาพ

เป็นของเหลว ไม่มีสี ไม่มีกลิ่น ไม่มีพิษ และมีโครงสร้างลักษณะคล้ายน้ำตาลจึงทำให้ก्लीเซอรินมีรสหวาน และเนื่องจากในโมเลกุลมีพันธะไฮโดรเจนทำให้ก्लीเซอรินเป็นของเหลวหนืด ก्लीเซอรินมีจุดเดือด 290 °ซ ที่ความดันบรรยากาศ (101.3 kPa) และจุดเดือดจะลดลงตามความดันที่ลดลง ดังแสดงในตารางที่ 2.2 และมีคุณสมบัติทางกายภาพอื่นๆ ที่สำคัญ ดังแสดงในตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.2 ความสัมพันธ์ระหว่างความดันไอกับอุณหภูมิของก्लीเซอริน [7-8]

อุณหภูมิ (°ซ)	ความดันไอ (kPa)
290	101.3
266	53.3
222	13.3
204	6.67
175	2.00
152	0.67
130	0.18
100	0.03
20	<0.0001

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กลีเซอรินสามารถละลายได้ดีในน้ำ เมทานอล เอทานอล โพรพานอล บิวทานอล และเพนทานอล รวมทั้งฟีนอล ไกลคอล โพรเพนไดคอล เอมีน รวมไปถึงสารประกอบที่เป็นเฮทเทอโรไซคลิกที่ประกอบด้วยอะตอมของไนโตรเจนในวงแหวน (เช่น ไพรีดีน ควิโนลีน) กลีเซอรินไม่สามารถละลายได้ในไฮโดรเจน แอลกอฮอล์ที่มีโซ่ยาว น้ำมันพืชและสัตว์ และตัวทำละลายจำพวกเฮโลเจน เช่น คลอโรฟอร์ม ดังนั้นกลีเซอรินจึงเป็นตัวทำละลายที่มีประโยชน์ต่อสารหลายชนิด ทั้งสารอินทรีย์และอนินทรีย์ซึ่งมีความสำคัญต่ออุตสาหกรรมหลายชนิด เช่น อุตสาหกรรมยา อุตสาหกรรมอาหาร เป็นต้น

ตารางที่ 2.3 คุณสมบัติทางกายภาพของกลีเซอริน [7-8]

คุณสมบัติ	ปริมาณ
Molecular weight	92.09
Melting point	18.0
Boiling point (101.3 kPa)	1.261
Density (20 °C)	1.4740
Refractive index, n_D^{20}	1.410
Dynamic viscosity (20°C)	2.1×10^{-4}
Compressibility (28 °C)	0.000615
Gravity coefficient of thermal expansion (15-20 °C)	63.4
Surface tension (20 °C)	669
Heat of formation	1662
Heat of combustion	88.2
Heat of vaporization (55 °C)	76.1
(195 °C)	18.3
Heat of fusion (18°C)	5.8
Heat of solution (infinite dilution)	2.41
Heat capacity (26 °C)	1.91
(-80 °C)	0.91
(-108 °C)	0.29
Thermal conductivity (0 °C)	1.336×10^{-11}

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.3 คุณสมบัติทางกายภาพของกลีเซอริน (ต่อ) [7-8]

คุณสมบัติ	ปริมาณ
Diffusion coefficient of water into glycerin (20 °C)	0.1
Specific electric conductivity (20 °C)	42.48
Relative dielectric constant (25 °C)	177
Flash point	204
Fire point	429
Autoignition temperature	290.0

2.6.2 คุณสมบัติทางเคมี

กลีเซอรินสามารถเกิดปฏิกิริยาได้เหมือนกับแอลกอฮอล์ต่างๆ ไปโดยหมู่ไฮดรอกซิล ด้านนอกจะมีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยามากกว่าหมู่ไฮดรอกซิลตรงกลาง ภายใต้สภาวะที่เป็นกลางหรือด่างกลีเซอรินสามารถทนความร้อนได้ถึง 275 °ซ โดยไม่เกิดเป็นอะโครลีน ในทางตรงกันข้ามในสภาวะกรดเล็กน้อยพบว่าที่อุณหภูมิ 160 °ซ จะมีกลิ่นของอะโครลีน (อยู่ในช่วง 0.2 - 0.4 ppm) โดยที่อุณหภูมิ 200 °ซ อะโครลีนจะเกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็ว ดังนั้นปฏิกิริยาของกลีเซอรินจึงควรทำในสภาวะที่เป็นกลางหรือเป็นด่าง และที่อุณหภูมิห้อง กลีเซอรินจะดูดความชื้นอย่างรวดเร็ว นอกจากนี้กลีเซอรินยังถูกออกซิไดส์ได้ง่ายโดยที่อะตอมคาร์บอนด้านนอกจะถูกออกซิไดส์เป็นหมู่คาร์บอกซิล และอะตอมคาร์บอนตรงกลางจะเกิดเป็นหมู่คาร์บอนิล

2.6.3 กลีเซอรินบริสุทธิ์ [9]

กลีเซอรินบริสุทธิ์ หมายถึงกลีเซอรินที่ผ่านกรรมวิธีทำให้บริสุทธิ์ จนมีคุณลักษณะเหมาะสมสำหรับใช้ในอุตสาหกรรมยา อาหาร บุหรี่ วัตถุประสงค์ และอุตสาหกรรมอื่นๆ แบ่งออกเป็น 4 ชั้นคุณภาพ คือ

1. ชั้นคุณภาพเคมี
2. ชั้นคุณภาพโคเนาไมด์
3. ชั้นคุณภาพอุตสาหกรรม
4. ชั้นคุณภาพยา

ซึ่งมีคุณลักษณะทางฟิสิกส์ และทางเคมีแสดงไว้ใน ภาคผนวก ก.

2.7 แอมเบอร์ลิสต์ 35 เวท [10]

แอมเบอร์ลิสต์ 35 เวท เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบ กรดแก่ ไอออนบวก จากโครงสร้างแบบพอลิเมอร์ ที่เป็นรูเปิดอย่างต่อเนื่องทำให้สารนี้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ที่ยอดเยี่ยมสำหรับปฏิกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของสารอินทรีย์หลายชนิด ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดนี้จะมีคุณสมบัติเป็นกรดซึ่งจะทำให้มีเสถียรภาพต่อความร้อนสูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโครงสร้างพอลิเมอร์ทั่วไป โครงสร้างพอลิเมอร์ของตัวเร่งปฏิกิริยานี้ มีความต้านทานต่อการถูกออกซิไดส์และการสลายตัวจากแรงกระทำ แอมเบอร์ลิสต์ 35 เวท เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมสำหรับการผลิตสารจำพวกอีเทอร์เป็นอย่างมาก คุณสมบัติที่สำคัญของแอมเบอร์ลิสต์ 35 เวท แสดงไว้ในตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 แสดงคุณสมบัติต่างๆ ของแอมเบอร์ลิสต์ 35 [10]

สมบัติ	
Physical form	Opaque beads
Ionic form as shipped	Hydrogen(98%min.)
Concentration of acid sites	≥ 1.9 eq/L ≥ 5.2 eq/L
Moisture holding capacity	51 to 57 % (H ⁺ form)
Particle size	
Harmonic mean size	700-950 μm
Uniformity coefficient	≤ 1.7
Fines content	< 0.425 mm: 1.0% max
Coarse beads	>1.180 mm: 9.0 % max
Surface area	45 m ² /g
Average pore diameter	24 nm
Shrinkage	Water to methanol : 5 % Water to MTBE : 19 %
สภาวะการใช้งานที่เหมาะสม	
Maximum operating temperature	130 °C
Minimum bed depth	1000 mm
Operating flow rate	1 to 5 LHSV
Pressure drop limitation	1 bar across the bed

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.8 สมดุลปฏิกิริยาเคมี

การศึกษาถึงสมดุลปฏิกิริยาเคมีของปฏิกิริยาอเทอริฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์บีวทานอลและกลีเซอริน ไม่สามารถหาได้โดยตรงหากไม่มีข้อมูลอุณหพลศาสตร์รายงานไว้ แต่อาจวิเคราะห์ได้จากข้อมูลที่ได้จากการทดลอง เช่นเดียวกับการหาค่าความร้อนของปฏิกิริยา

การทำนายคอนเวอร์ชันที่จุดสมดุลทำได้โดยอาศัยค่าพลังงานอิสระมาตรฐานในทางอุณหพลศาสตร์ เมื่อปฏิกิริยาเกิดขึ้นถึงจุดสมดุล อุณหภูมิและความดันของระบบจะคงที่ และพลังงานอิสระ (Free Energy, ΔG°) จะไม่เปลี่ยนแปลง ภายใต้สภาวะเช่นนี้สามารถหาความสัมพันธ์ระหว่างการเปลี่ยนแปลงพลังงานอิสระมาตรฐาน (ΔG°) กับค่าคงที่สมดุล (Equilibrium Constant, K) [11] ได้ดังนี้

$$\Delta G^\circ = -RT \ln K \quad (2.4)$$

ค่าคงที่สมดุลของปฏิกิริยาเป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิ ซึ่งหมายถึงที่อุณหภูมิหนึ่งจะมีค่าคงที่สมดุลค่าหนึ่งเป็นค่าเฉพาะของปฏิกิริยานั้น ๆ โดยที่การเปลี่ยนแปลงพลังงานอิสระมาตรฐาน (ΔG°) เป็นค่าความแตกต่างของพลังงานอิสระระหว่างผลิตภัณฑ์กับสารทำปฏิกิริยาซึ่งอยู่ในสภาวะมาตรฐาน

ถ้าปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังนี้



และระบบของปฏิกิริยานี้เป็นแบบอุดมคติ (Ideal System) ค่า K สามารถคำนวณได้จากความเข้มข้นของสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น ดังนี้

$$K = \frac{C_C^c C_D^d}{C_A^a C_B^b} \quad (2.6)$$

ดังนั้นการหาค่าคงที่สมดุลของปฏิกิริยาอเทอริฟิเคชันของเทอร์เซอร์บีวทานอลและกลีเซอรินสามารถคำนวณได้จากความเข้มข้น ณ จุดสมดุล (Equilibrium Concentration) ขององค์ประกอบต่าง ๆ ในผลิตภัณฑ์ จากกลไกการเกิดปฏิกิริยาอเทอริฟิเคชันดังกล่าวข้างต้น สามารถหาค่าคงที่สมดุลได้ในแต่ละปฏิกิริยาต่างๆ ดังต่อไปนี้

$$K_{\text{eq}2.1} = \frac{C_{\text{MTBG}} C_{\text{H}_2\text{O}}}{C_{\text{G}} C_{\text{TBA}}} \quad (2.7)$$

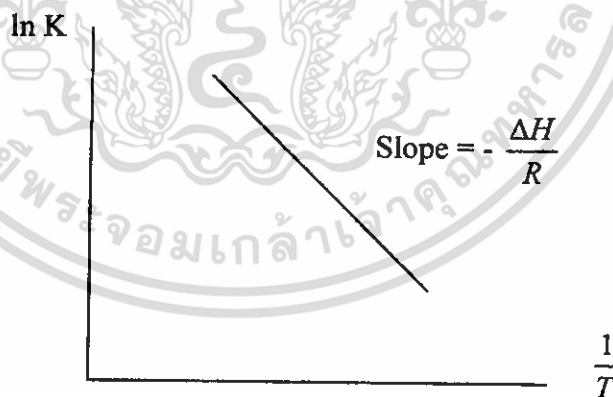
$$K_{\text{eq}2.2} = \frac{C_{\text{DTBG}} C_{\text{H}_2\text{O}}}{C_{\text{MTBG}} C_{\text{TBA}}} \quad (2.8)$$

$$K_{\text{eq}2.3} = \frac{C_{\text{TTBG}} C_{\text{H}_2\text{O}}}{C_{\text{DTBG}} C_{\text{TBA}}} \quad (2.9)$$

ผลของอุณหภูมิต่อค่าการเปลี่ยนแปลงพลังงานอิสระมาตรฐานของปฏิกิริยา i ที่ความดันคงที่ นั้นได้มาจากความสัมพันธ์ทางอุณหพลศาสตร์ $d(\Delta G_i^\circ / R) / dT = -\Delta H_i^\circ / RT^2$ ซึ่งเมื่อนำมารวมกับสมการที่ (2.4) จะทำให้ได้ผลดังสมการที่ (2.10) ซึ่งเป็นสมการที่ใช้หาค่าความร้อนของปฏิกิริยา (Heat of reaction)

$$\frac{d(\ln K_i)}{dT} = \frac{\Delta H_i^\circ}{RT^2} \quad ; i = 1, 2, \dots, q \quad (2.10)$$

เมื่อทำการทดลองหาค่าคงที่สมดุลของปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่างๆ จะสามารถหาค่าความร้อนของปฏิกิริยาต่างๆ ได้จากค่าความชันของกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln K$ กับ $1/T$ ดังนี้



รูปที่ 2.4 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln K$ กับ $1/T$

ดังนั้นสำหรับปฏิกิริยาที่ (2.1); $G + TBA \xrightleftharpoons{K_1} \text{MTBG} + \text{H}_2\text{O}$

$$\text{Slope} = - \frac{\Delta H_1}{R} \quad (2.11)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับปฏิกิริยาที่ (2.2); $MTBG + TBA \xrightleftharpoons{K_2} DTBG + H_2O$

$$\text{Slope} = - \frac{\Delta H_2}{R} \quad (2.12)$$

สำหรับปฏิกิริยาที่ (2.3); $DTBG + TBA \xrightleftharpoons{K_3} TTBG + H_2O$

$$\text{Slope} = - \frac{\Delta H_3}{R} \quad (2.13)$$

โดยค่าความร้อนของปฏิกิริยารวมของปฏิกิริยาอີเทอร์ฟิเคชัน (ΔH_T) สามารถคำนวณได้จากผลรวมของค่าความร้อนของปฏิกิริยาที่ 2.1, 2.2 และ 2.3 ดังนี้

$$\Delta H_T = \Delta H_1 + \Delta H_2 + \Delta H_3 \quad (2.14)$$

2.9 จุดหมอก (Cloud Point)

จุดหมอกคืออุณหภูมิที่ของแข็งที่ละลายอยู่ในน้ำมันอาทิเช่น ไชและพาราฟิน เริ่มจับตัวกันเป็นของแข็งแล้วแยกตัวออกจากน้ำมัน และส่วนของพวก ไชและพาราฟินที่จับตัวเป็นของแข็งนี้เองที่จะไปอุดตันตามอุปกรณ์ต่างๆที่ใช้ในการกรอง และในน้ำมันดีเซลชีวภาพโดยปกติจะมีจุดหมอกอยู่ที่ 18 °ซ ซึ่งถ้าใช้น้ำมันดีเซลชีวภาพกับเครื่องยนต์ในขณะที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดหมอก ก็จะทำให้ไส้กรองน้ำมัน อุดตันได้

2.10 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Klepacova และคณะ [4] ศึกษาการสังเคราะห์เทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอรินจากปฏิกิริยาอີเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรินกับเทอร์เซอร์บิวทานอลหรือ ไอโซบิวทิลีน เพื่อเป็นสารเร่งค่าออกเทนในน้ำมันดีเซล ในงานวิจัยนี้ใช้เรซินแลกเปลี่ยนไอออนแบบแอมเบอร์ลิสต์ (A; 15, 35, 36, 39, 31 และ 119) ซีโอไลต์แบบ H-Y และซีโอไลต์แบบ H-Beta เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยจะพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบแอมเบอร์ลิสต์จะได้ผลดีมากกว่าที่ใช้สารตั้งต้นเป็น ไอโซบิวทิลีน โดยมีค่าการเปลี่ยนแปลงของสารมากที่สุดถึง 100% โดยให้ค่าการเลือกเฉพาะได้เป็นไดเทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอรินและไดเทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอรินซึ่งเป็นสารเร่งค่าออกเทนในน้ำมันดีเซล สูงถึง 92% ในขณะที่เมื่อใช้สารตั้งต้นเป็นเทอร์เซอร์บิวทานอลจะให้ค่าการเลือกเฉพาะได้เป็นไดเทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอรินและไดเทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอรินเพียง 14% ซึ่งเป็นเพราะว่าปฏิกิริยาอີเทอร์ฟิเคชันระหว่างกลีเซอรินกับเทอร์เซอร์บิวทานอลจะเกิดน้ำ ซึ่งจะไปยับยั้งผลของตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบซีโอไลต์แบบ H-Y และซีโอไลต์แบบ H-Beta

จะให้ค่าการเลือกเฉพาะได้เป็นโคเทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอรินที่ต่ำ และจะไม่เกิดโคเทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอรินขึ้นเลย

R. Alcantara และคณะ [12] ศึกษาการสังเคราะห์ 1-เทอร์เซอร์บิวทอกซี 2-โพรพานอล จากโพรพิลีนไกลคอล (PG) และไอโซบิวทีน (IB) ในตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิด ได้แก่ มอนอมริโลไนด์ และแอมเบอร์ลิสต์ 15 แล้วศึกษาผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นที่สภาวะต่างๆ ปฏิกริยาระหว่างสารตั้งต้นสองชนิดนี้เกิดผลิตภัณฑ์ได้แก่ 1-เทอร์เซอร์บิวทอกซี 2-โพรพานอล (PTGBE-1) 1-เทอร์เซอร์บิวทอกซี 2-โพรพานอล (PTGBE-2) และ 1, 2-โคเทอร์เซอร์บิวทอกซีโพรเพน (PGDTBE) เป็นหลัก วิเคราะห์ปริมาณด้วยเครื่อง แก๊สโครมาโตกราฟี แบบ FID โดยการถ่ายภาพมาตรฐานของสาร PG, IB, และ PTGBE การทดลองนี้เพื่อหาสภาวะในการดำเนินการที่มีค่าการเลือกจำเพาะของ PTGBE สูง จากการทดลองพบว่าแอมเบอร์ลิสต์ 15 ให้ผลดีกว่ามอนอมริโลไนด์อย่างมาก อุณหภูมิที่เหมาะสมคือ 100 °C เมื่อเพิ่มอุณหภูมิจากชั้น 80 - 100 °C ปริมาณ PTGBE เพิ่มขึ้นแต่เมื่ออุณหภูมิเกิน 100 °C ปริมาณ PTGBE ลดลง ผลของอัตราส่วนระหว่าง PG ต่อ IB ที่ 3.5 จะเกิดสาร PTGBE (PTGBE-1 + PTGBE-2) มากที่สุดร้อยละ 64.5 การทดลองนี้ยังศึกษานำไปใช้เป็นสารเพิ่มค่าออกเทนในน้ำมันเบนซินของ PTGBE โดย PTGBE-1 สามารถใช้เป็นสารเพิ่มค่าออกเทนได้ แม้จะให้ผลดีกว่าการใช้ MTBE ก็ตาม แต่ PTGBE-2 ไม่เหมาะสม เนื่องจากเปลี่ยนสาร PTGBE-2 เป็นสารพิษขึ้น

Bo-Lun Yang และคณะ [3] ศึกษาปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันระหว่าง เอทานอล และ เทอร์เซอร์บิวทานอลเพื่อผลิตเอซิลเทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ ในตัวกลางของเหลว โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเรซินแลกเปลี่ยนไอออนแบบกรดแก่ ได้แก่ แอมเบอร์ลิสต์ 15 (A-15), S-54 และ D-72 ขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาประมาณ 0.7 มิลลิเมตร พบว่า D-72 ช่วยให้อัตราเร็วที่สุด และ S-54 มีค่าการเลือกเฉพาะสูงที่สุด เมื่อเพิ่มอุณหภูมิทำให้การแปลงผันเพิ่มขึ้น แต่ค่าการเลือกเฉพาะลดลง เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของตัวเร่ง ทำให้กระบวนการดำเนินเร็วขึ้นด้วย ค่าการเลือกเฉพาะขึ้นอยู่กับตัวเร่งปฏิกิริยาแต่ละชนิด นอกจากนี้เมื่อศึกษาผลของอัตราส่วนของสารตั้งต้นระหว่างเอทานอลต่อเทอร์เซอร์บิวทานอล พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราส่วนนี้ทั้งค่าการเลือกเฉพาะ และค่าการแปลงผันเพิ่มขึ้น และจากการศึกษาพลังงานกระตุ้นในการเกิดปฏิกิริยา เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด D-72 มีค่าพลังงานกระตุ้นน้อยที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดอื่นๆ [1]

I. Hoek [13] ศึกษาจลนพลศาสตร์ของตัวเร่งปฏิกิริยากรดชนิดของแข็ง (Zeolite BEA ที่มีอัตราส่วน $\text{SiO}_2:\text{Al}_2\text{O}_3$ เท่ากับ 75:1) ในปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของแอลกอฮอล์ (1-octanol) โดยศึกษาผลของขนาดอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าระหว่างช่วงขนาด 63 - 500 ไมโครเมตร มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาใกล้เคียง แต่เมื่อขนาดอนุภาคระดับ 5 ไมโครเมตรหรืออนุภาคเป็นผงแป้ง จะทำให้มีประสิทธิภาพเพิ่มขึ้น และศึกษาผลของอุณหภูมิตั้งแต่ 390 - 430 เคลวิน พบว่ามีค่าพลังงานกระตุ้นเท่ากับ 149.8 kJ/mol ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาแปรผันโดยตรงต่ออัตรา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเกิดปฏิกิริยา แต่การเพิ่มความเข้มข้นของสารตั้งต้น 1-ออกทานอล ทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้ช้าลง เนื่องจากการขัดขวางด้วยตัวสารเอง เช่นเดียวกับการเพิ่มปริมาณน้ำจะมีผลยับยั้งการเกิดปฏิกิริยา เอสเทอร์ฟิเคชัน

Witold Tecza และคณะ [14] ทดลองการสังเคราะห์อีเทอร์ของกลีเซอริน และไอโซบิวทีนในสถานะของเหลวโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบแลกเปลี่ยนไอออนชนิดกรดได้แก่ แอมเบอร์ลิสต์ 35 จากการทดลองเกิดผลิตภัณฑ์เป็นสารอีเทอร์ 5 ชนิด และเกิดผลิตภัณฑ์ข้างเคียงเป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่มีอะตอมคาร์บอน 8 - 16 อะตอม ในการทดลองนี้ศึกษาผลของอุณหภูมิ และสถานะในการดำเนินการเพื่อหาสถานะที่มีค่าการเลือกจำเพาะในการเกิดเป็นอีเทอร์สูงที่สุด ศึกษาอุณหภูมิในช่วง 50 - 90 °ซ และอัตราส่วนระหว่างปริมาณกลีเซอรินต่อไอโซบิวทีนตั้งแต่ 1.5 - 4 จากการศึกษาร่วมกันพบว่าอัตราการป้อนสารน้อยจะเกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นอีเทอร์ได้ดีขึ้น เมื่อเวลาผ่านไป 7 ชั่วโมงสารจะเกิดปฏิกิริยาเกือบทั้งหมด ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรินต่อไอโซบิวทีนเท่ากับ 3 และที่อุณหภูมิ 80 °ซ ให้ผลการทดลองที่ดีที่สุด เกิดเป็นไดอีเทอร์สูงถึงร้อยละ 71 สถานะที่ใช้เป็นตัวกำหนดทั้งชนิดของ และปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่เป็นสารอีเทอร์ นอกจากคือผลิตภัณฑ์ข้างเคียงที่เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอน คือเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นสารประกอบไฮโดรคาร์บอน จะมีจำนวนคาร์บอนน้อยลง

บทที่ 3

เครื่องมือและการดำเนินงานวิจัย

การทดลองศึกษาปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอริบิวทานอล ไอโซโพรพานอล กับ กลีเซอริน ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์คือ อีเทอร์ของกลีเซอริน จากนั้นนำมาหาค่าคงที่สมดุลของปฏิกิริยาจากการวิเคราะห์โดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟีมีอุปกรณ์และสารเคมีดังต่อไปนี้

3.1 สารเคมี

1. เทอร์เซอริบิวทานอล (*tert*-Butanol)
2. ไอโซโพรพานอล (*iso*-Propanol)
3. กลีเซอริน (Glycerin)
4. ตัวเร่งปฏิกิริยา แอมเบอร์ลิสต์ 35 เวท

3.2 อุปกรณ์

1. อ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ (Water bath)
2. เครื่องชั่งน้ำหนักไฟฟ้า (Analytical balance)
3. ขวดลีซา (Coated bottles)
4. หลอดฉีดยา (Micro syringe)
5. เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี (Gas Chromatograph, GC)

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมสาร

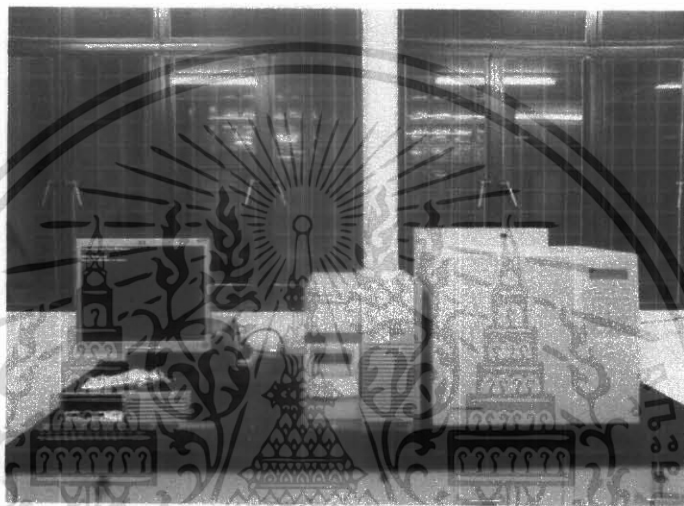
การทดลองนี้ใช้สารละลายระหว่างแอลกอฮอล์ 2 ชนิด (เทอร์เซอริบิวทานอล หรือ ไอโซโพรพานอล) กับกลีเซอรินด้วยอัตราส่วนโมล 1:1 ซึ่งพบว่าจะได้อัตราส่วนดังนี้

1. สารผสมระหว่างเทอร์เซอริบิวทานอล กับกลีเซอริน ใช้เทอร์เซอริบิวทานอล 3.7 กรัม และกลีเซอริน 4.6 กรัม
2. สารผสมระหว่างไอโซโพรพานอล กับกลีเซอริน ใช้ไอโซโพรพานอล 3.0 กรัม และกลีเซอริน 4.6 กรัม

3.3.2 ปฏิบัติการอิเทอร์พีเคชันระหว่างแอลกอฮอล์กับกลีเซอริน

1. บรรจุกว้างปฏิกริยาลงในขวดสีชาประมาณ 3 ใน 4 ของขวดจำนวน 2 ขวด
2. เทสารละลายระหว่างแอลกอฮอล์ กับกลีเซอรินที่เตรียมไว้ลงในขวดสีชา
3. ให้ความร้อน โดยอ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ ที่อุณหภูมิ 40 °ซ จนเข้าสู่สมดุล
4. นำสารไปวิเคราะห์ห้องค์ประกอบด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี
5. ทำการทดลองซ้ำโดยเปลี่ยนอุณหภูมิเป็น 50, 60 และ 70 °ซ

3.3.3 การวิเคราะห์สารด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี



รูปที่ 3.1 เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี

การวิเคราะห์ห้องค์ประกอบของสารตัวอย่างนี้ จะเลือกใช้คอลัมน์แบบ HP INNOWAX ซึ่งเป็นคอลัมน์ที่มีความเหมาะสมในการแยกสารที่มีขั้ว อุณหภูมิเริ่มต้น 40 °ซ เพิ่มอุณหภูมิขึ้น นาทีละ 10 °ซ จนถึงอุณหภูมิ 220 °ซ แล้วรักษาอุณหภูมินี้ไปอีก 5 นาที ใช้อัตราส่วนการแยก (Split Ratio) 30 เพื่อให้ผลการทดลองมีความชัดเจนและวิเคราะห์ผลได้ง่าย

3.3.4 ขั้นตอนวิเคราะห์และคำนวณผลโครมาโตแกรม

ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟีมีลักษณะเป็นโครมาโตแกรมซึ่งสามารถนำพื้นที่ใต้กราฟไปหาน้ำหนักของสารแต่ละชนิดในสารตัวอย่างได้ ในการทดลองนี้เลือกใช้วิธีการนอมัลไลเซชัน แต่เนื่องจากสารที่เป็นผลิตภัณฑ์ในการทดลองนี้หาสารมาตรฐานได้ยาก จึงใช้การคูณมวลสารและใช้โปรแกรม Polymath ช่วยแก้สมการหาเพื่อหาน้ำหนักของสารผลิตภัณฑ์ แล้วจึงนำปริมาณของสาร ไปคำนวณค่าคงที่สมดุลและค่าความร้อนของปฏิกริยาตามสมการที่ 2.10

3.3.5 การทดลองผสมสารอีเทอร์ลงในน้ำมันดีเซลชีวภาพเพื่อลดอุณหภูมิของจุดหมอก

1. เตรียมสารอีเทอร์ที่จะผสมโดยการนำสารจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์บิวทานอลกับกลีเซอรินที่ได้ไปสกัดด้วยเฮกเซน
2. เก็บสารชั้นของเฮกเซน แล้วนำมาระเหยเฮกเซนออกที่อุณหภูมิห้อง
3. ผสมสารที่ได้ลงในน้ำมันดีเซลชีวภาพปริมาณ 15 มิลลิลิตร
4. นำสารผสมในข้อ 3 ไปหาอุณหภูมิของจุดหมอกโดยลดอุณหภูมิน้ำมันลงช้าๆ แล้วสังเกตอุณหภูมิน้ำมันเมื่อน้ำมันเริ่มขุ่น
5. เปรียบเทียบจุดหมอกจุดหมอกของน้ำมันดีเซลชีวภาพเมื่อเติม และไม่เติมสารอีเทอร์



72133

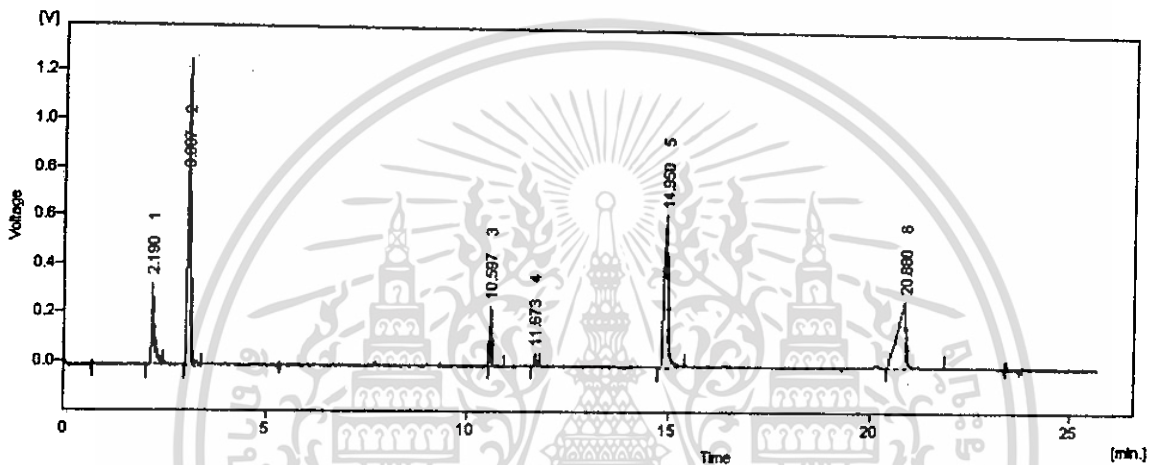
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

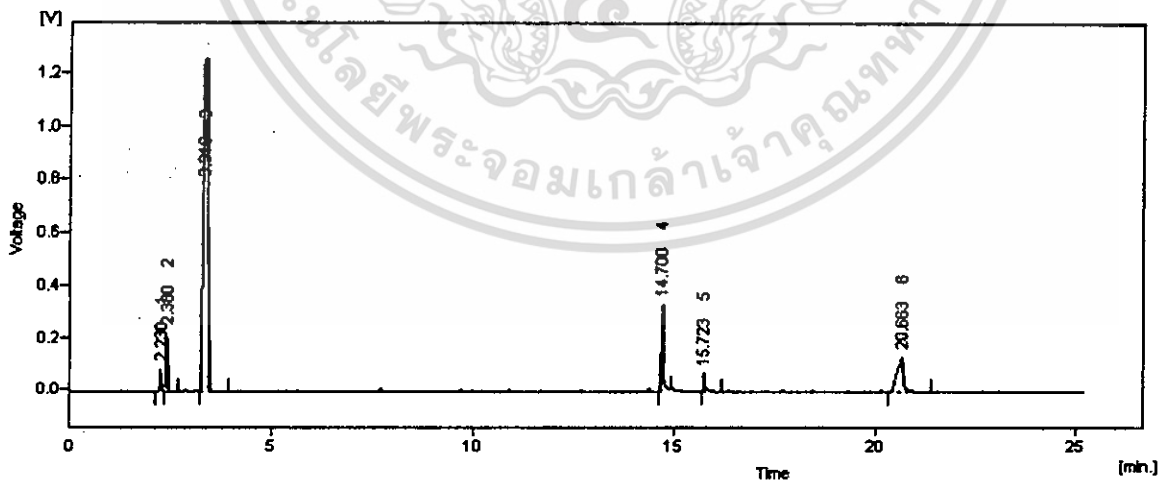
ผลการทดลองและวิเคราะห์ข้อมูล

4.1 การวิเคราะห์สารที่ได้จากจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชัน

ทำการวิเคราะห์โครมาโตแกรมจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างแอลกอฮอล์กับกลีเซอริน ซึ่งผลการทดลองแสดงได้ดังรูปที่ 4.1 และ 4.2



รูปที่ 4.1 โครมาโตแกรมจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอริบิวทานอลกับกลีเซอริน



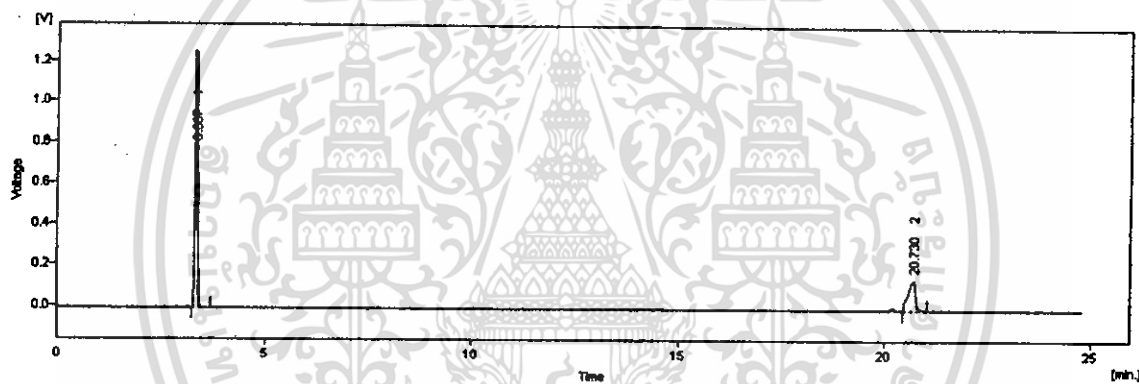
รูปที่ 4.2 โครมาโตแกรมจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างไอโซโพรพานอลกับกลีเซอริน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

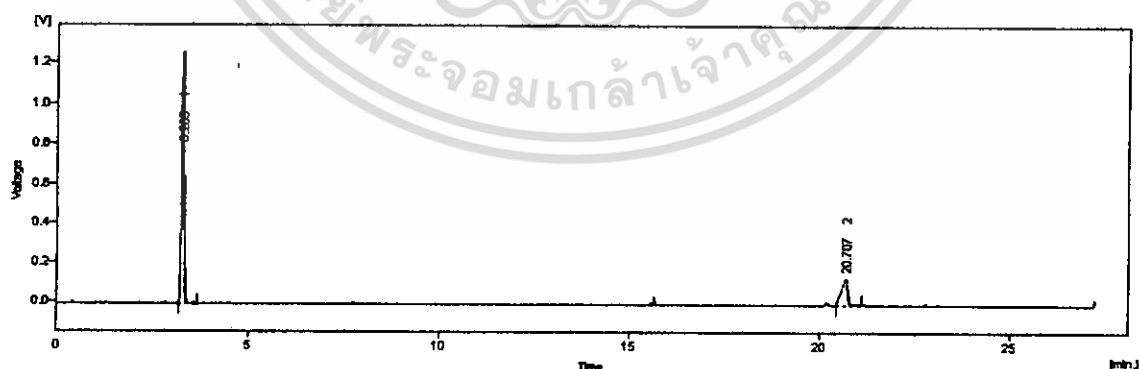
เมื่อเปรียบเทียบโครมาโตแกรมจากการทดลองกับโครมาโตแกรมของสารมาตรฐานจากภาคผนวก ข.1 ทำให้ทราบว่า ที่ Retention Time 2.30 นาที เป็นของสารอีเทอร์ของแอลกอฮอล์ 3.20 นาที เป็นของสารแอลกอฮอล์ และ 20.50 นาที เป็นของกลีเซอริน ดังนั้นพีกที่เกิดขึ้นในโครมาโตแกรมที่เหลือ เป็นพีกของสารผลิตภัณฑ์ คือ โมโนเทอร์เซอริบิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน ที่ Retention Time 11.60 นาที ไคเทอร์เซอริบิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน 10.60 นาที และไตรเทอร์เซอริบิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน 14.90 นาที

4.1.1 การวิเคราะห์ผลของอุณหภูมิที่มีต่อปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างไอโซโพรพานอลกับกลีเซอริน

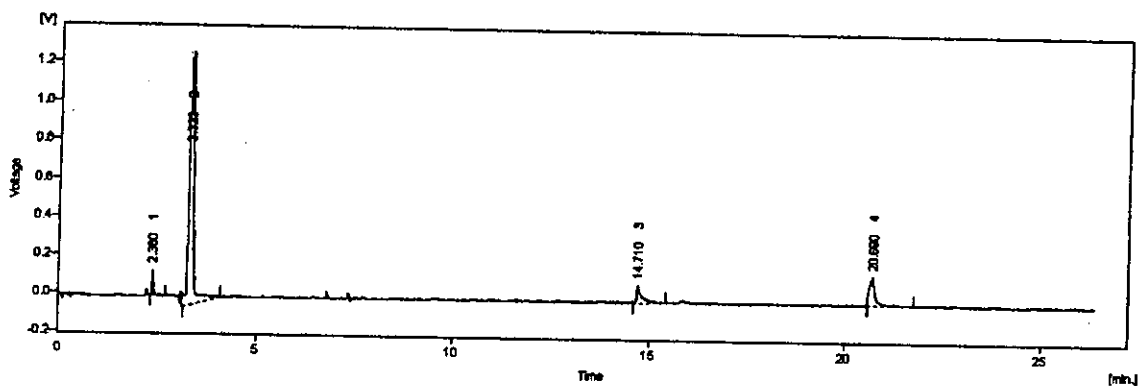
จากผลการทดลองปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่าง ไอโซโพรพานอลกับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 40, 50, 60 และ 70 °ซ ดังรูป 4.3ก, ข, ค และ ง ตามลำดับพบว่าที่อุณหภูมิ 40 และ 50 °ซ จะไม่มีสารผลิตภัณฑ์เกิดขึ้น และที่อุณหภูมิ 60 และ 70 °ซ จะเกิดผลิตภัณฑ์เล็กน้อย เมื่อทำการทดลองที่อุณหภูมิ 80 °ซ พบว่าไอโซโพรพานอลบางส่วนจะระเหยออกไปจากระบบทำให้ไม่สามารถวิเคราะห์ผลได้



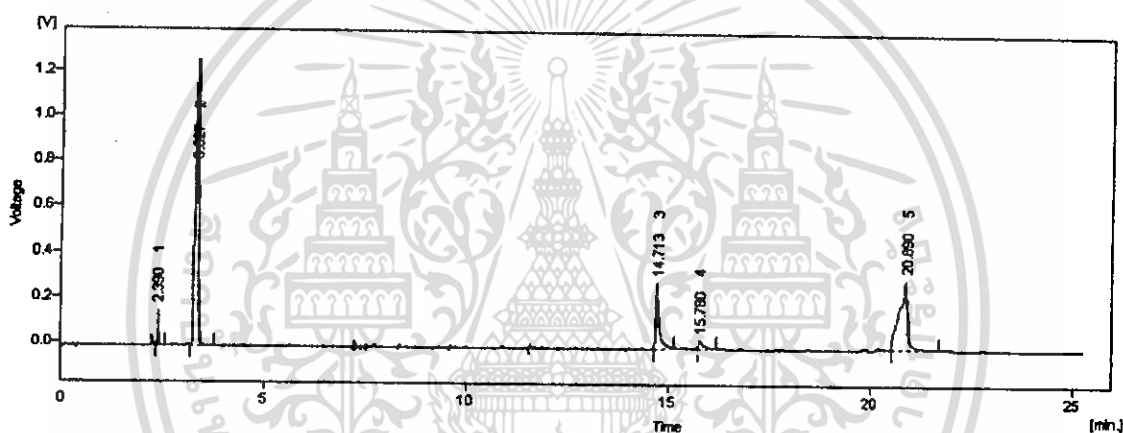
รูปที่ 4.3ก โครมาโตแกรมจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างไอโซโพรพานอลกับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 40 °ซ



รูปที่ 4.3ข โครมาโตแกรมจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างไอโซโพรพานอลกับกลีเซอรินที่อุณหภูมิ 50 °ซ



รูปที่ 4.5ค โครมาโตแกรมจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างไอโซโพรพานอล กับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 60 °ซ



รูปที่ 4.3ง โครมาโตแกรมจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างไอโซโพรพานอล กับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 70 °ซ

4.1.2 การวิเคราะห์ผลของอุณหภูมิที่มีต่อปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอรีบิวทานอลกับกลีเซอริน

ปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอรีบิวทานอลกับกลีเซอริน ได้ผลการทดลองออกมาเป็นโครมาโตแกรมดังรูปที่ ข.3 – ข.10 และเมื่อเปรียบเทียบกับ โครมาโตแกรมมาตรฐานของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอรีบิวทานอลกับกลีเซอรินในรูปที่ ข.1 พบว่าโครมาโตแกรมของผลิตภัณฑ์เกิดขึ้นที่ Retention Time 10.60 11.60 และ 14.90 นาที ซึ่งเป็นไปตามกลไกการเกิดปฏิกิริยาในหัวข้อที่ 2.3 นั่นก็คือ ได้ผลิตภัณฑ์เป็น โมโน ไค และไดร เทอร์เซอรีบิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน

จากการเลือกใช้คอลัมน์แบบ HP INNOWAX ซึ่งเป็นคอลัมน์ที่มีความเหมาะสมในการแยกสารจำพวกมีขั้ว ทำให้สารที่มีสภาพขั้วมากจะแยกออกมาช้ากว่าสารที่มีสภาพขั้วที่น้อยกว่า ทำให้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

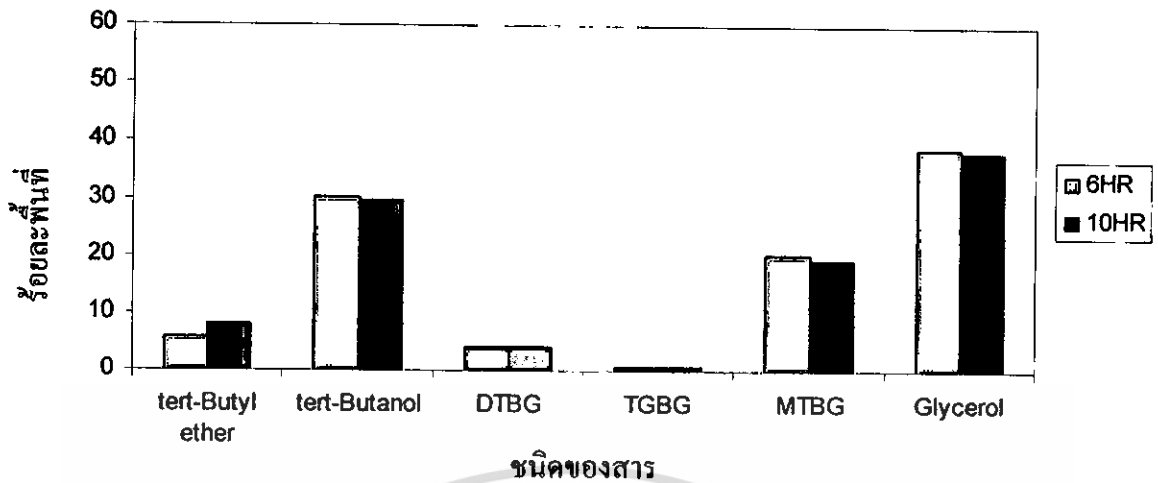
ทราบว่าที่ Retention Time 14.90 นาที เป็นสาร โมโนเทอร์เซอรีบิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน ซึ่งมีสภาพ
 ข้นมากที่สุดของผลิตภัณฑ์ที่ได้ 11.60 นาที เป็นสาร ไดเทอร์เซอรีบิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน และ
 10.60 นาที เป็นสาร ไตรเทอร์เซอรีบิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอรินตามความแรงของสภาพข้น แต่จากการที่
 คอลัมน์บรรจุด้วยเฟสนิ่ง (Stationary Phase) ทำให้ขนาดโมเลกุลของสารส่งผลต่อลำดับการแยกตัว
 ออกมาจากคอลัมน์ โดยมีลำดับการแยกตัวของสารแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ชนิดของสารในโครมาโตแกรมแต่ละ Retention Time ของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชัน
 ระหว่างเทอร์เซอรีบิวทานอลกับกลีเซอริน

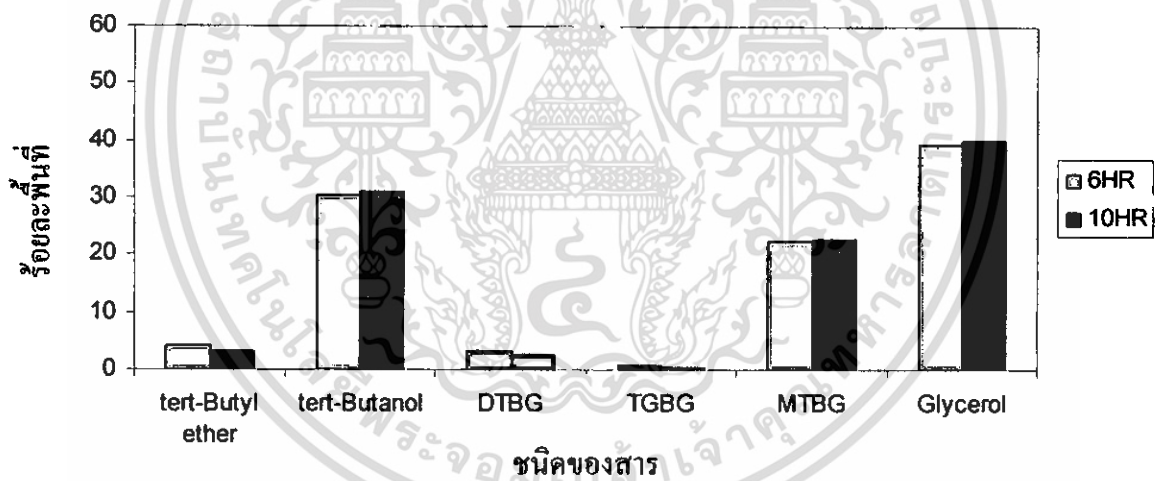
Retention Time (นาที)	ชนิดของสารที่แยกตัวออกมา
2.30	เทอร์เซอรีบิวทิลอีเทอร์
3.20	เทอร์เซอรีแอลกอฮอล์
10.60	ไดเทอร์เซอรีบิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน
11.70	ไตรเทอร์เซอรีบิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน
14.90	โมโนเทอร์เซอรีบิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน
20.50	กลีเซอริน

4.2 การตรวจสอบสถานะสมดุลของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชัน

ปฏิกิริยาเคมีที่มีลักษณะเป็นสมดุลเคมีเมื่อเข้าสู่สถานะสมดุลแล้วปริมาณสารแต่ละชนิดใน
 ระบบจะค่อนข้างคงที่เนื่องจากสารจะเปลี่ยนแปลงกลับไปกลับมาในปริมาณที่เท่ากัน ซึ่งการ
 ทดลองนี้จะใช้เทคนิคแก๊ส โครมาโตกราฟีมาวิเคราะห์ปริมาณสาร ซึ่งปริมาณสารเป็นสัดส่วนกับ
 พื้นที่ใต้โครมาโตแกรม โดยพื้นที่ใต้โครมาโตแกรมที่เวลา 6 ชั่วโมง และ 10 ชั่วโมงของการทดลอง
 แต่ละอุณหภูมิเป็นดังแผนภูมिरูปที่ 4.4 – 4.7

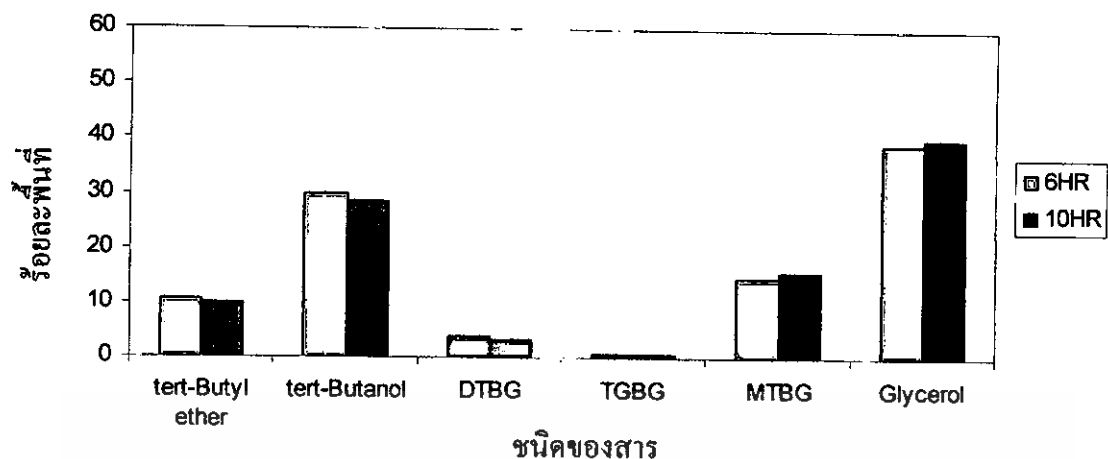


รูปที่ 4.4 เปรียบเทียบพื้นที่ที่ได้โครมาโตแกรมจากการทดลองที่อุณหภูมิ 40 °ซ

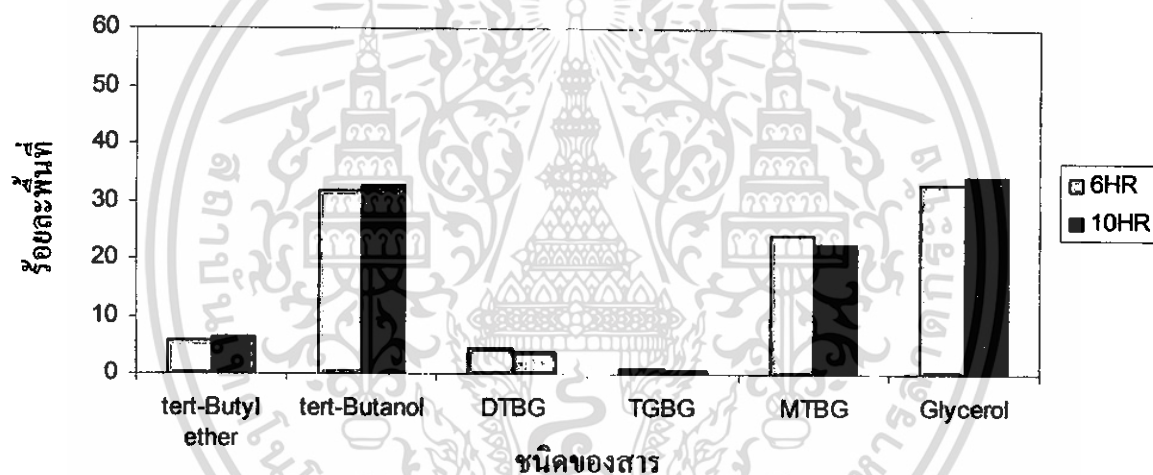


รูปที่ 4.5 เปรียบเทียบพื้นที่ที่ได้โครมาโตแกรมจากการทดลองที่อุณหภูมิ 50 °ซ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.6 เปรียบเทียบพื้นที่ได้โครมาโตแกรมจากการทดลองที่อุณหภูมิ 60 °ซ



รูปที่ 4.7 เปรียบเทียบพื้นที่ได้โครมาโตแกรมจากการทดลองที่อุณหภูมิ 70 °ซ

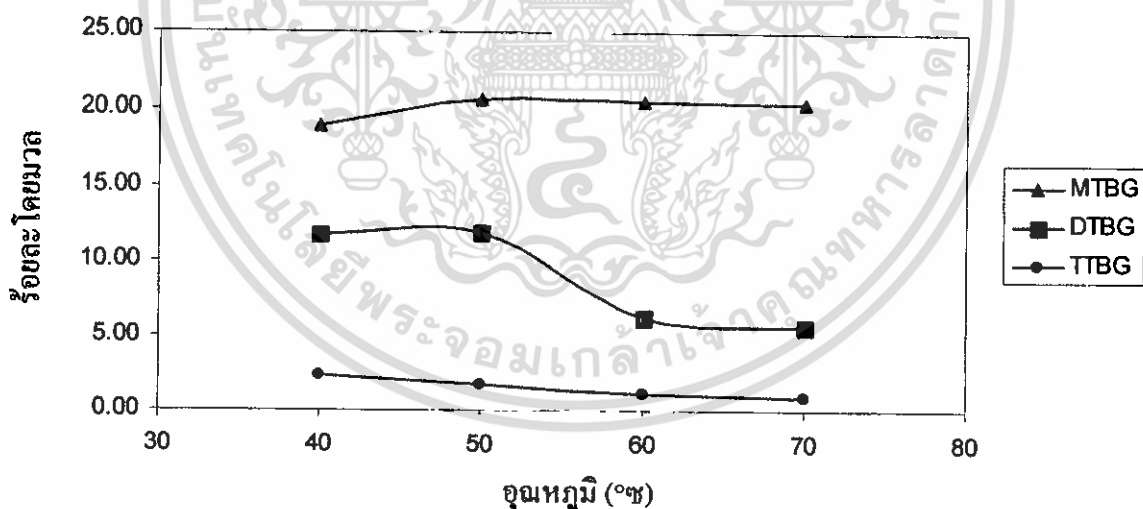
จากรูปที่ 4.4 – 4.7 พบว่าปริมาณพื้นที่ได้โครมาโตแกรมของสารแต่ละชนิดที่เวลา 6 ชั่วโมงและ 10 ชั่วโมงมีปริมาณใกล้เคียงกันแตกต่างกันเพียงเล็กน้อยเท่านั้น แสดงให้เห็นคุณสมบัติของสภาวะสมดุลเคมี ณ จุดสมดุลสารจะเปลี่ยนแปลงกลับไปกลับมาในปริมาณที่เท่ากัน จึงทำให้สารในระบบมีค่าคงที่ และถือได้ว่าระบบเข้าสู่สมดุลแล้ว จึงสามารถนำข้อมูลโครมาโตแกรมที่อยู่ในระบบขณะสมดุลไปคำนวณค่าต่างๆ ของระบบเช่น น้ำหนักสาร และค่าคงที่สมดุล

4.3 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณสารในระบบที่สภาวะสมดุล

การวิเคราะห์หาปริมาณสารนี้จะใช้การควมมวลสาร และ โปรแกรม Polymath เข้าช่วยในการคำนวณ โดยได้ผลการคำนวณปริมาณสารดังตารางที่ 4.2 และรูปที่ 4.8

ตารางที่ 4.2 ร้อยละโดยมวลของสารที่สมดุลของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอริบิวทานอลกับกลีเซอริน

	ร้อยละโดยมวล			
	อุณหภูมิ 40 °ซ	อุณหภูมิ 50 °ซ	อุณหภูมิ 60 °ซ	อุณหภูมิ 70 °ซ
tert-butanol	18.46	18.01	24.27	22.49
Glycerin	37.13	36.31	39.14	37.04
MTBG	18.90	20.55	20.43	24.38
DTBG	11.82	11.86	6.25	5.61
TTBG	2.36	1.76	1.09	0.91
tert-butyl ether	11.32	11.52	8.82	9.57



รูปที่ 4.8 ร้อยละโดยมวลของสารผลิตภัณฑ์ที่สมดุลของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอริบิวทานอลกับกลีเซอริน

จากรูป 4.8 โมโนเทอร์เซอริบิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอรินจะมีปริมาณเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น และ ไตรเทอร์เซอริบิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอรินมีแนวโน้มลดลงเล็กน้อย ซึ่งทำให้ไม่สามารถสรุปได้ว่าได้ว่าอุณหภูมิ ตีคกันมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงปริมาณ โมโนและ ไตรเทอร์เซอริ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

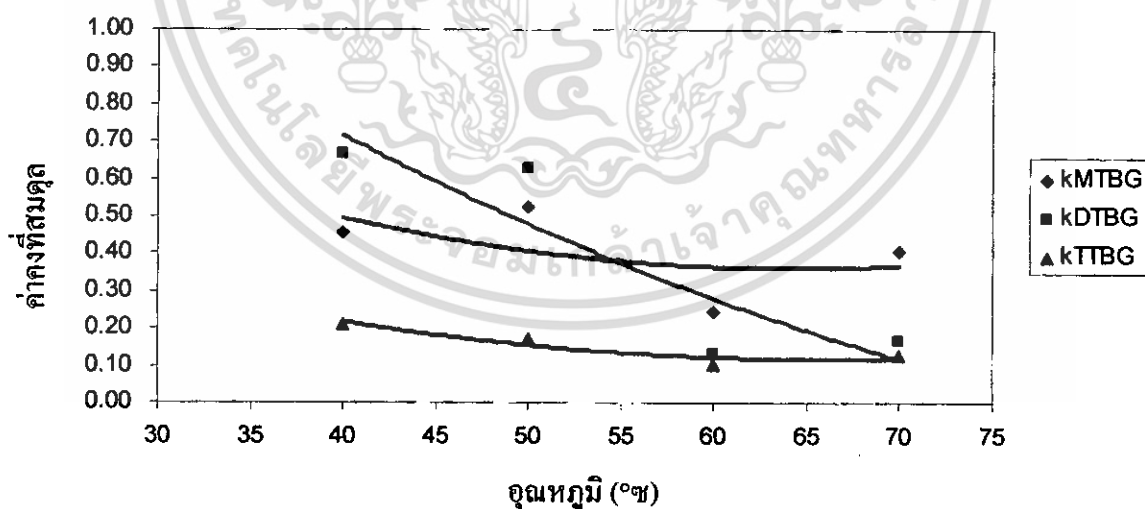
บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอรินที่สมดุล ในขณะที่ปริมาณไคเทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอรินจะลดลงอย่างชัดเจนเมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้น แสดงให้เห็นว่า อุณหภูมิมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงมวลสารที่สมดุลของไคเทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน

4.4 ผลการคำนวณหาค่าคงที่สมดุล

ค่าคงที่สมดุลของของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์บิวทานอลและกลีเซอรินสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 2.7, 2.8 และ 2.9 ตามลำดับได้ผล ดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ค่าคงที่สมดุลของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์บิวทานอลกับกลีเซอริน

อุณหภูมิ (°C)	K_{MTBG}	K_{DTBG}	K_{TTBG}
40	0.46	0.67	0.21
50	0.53	0.63	0.17
60	0.25	0.13	0.10
70	0.41	0.17	0.13



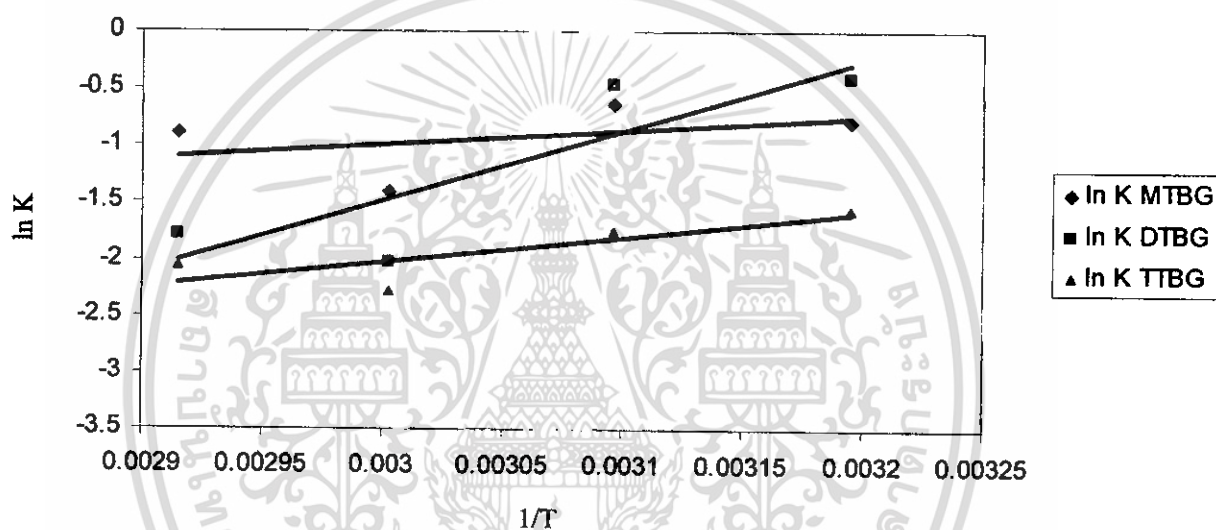
รูปที่ 4.9 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่สมดุลของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์บิวทานอลกับกลีเซอรินเทียบกับอุณหภูมิ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.9 จะพบว่าค่าคงที่สมดุลของปฏิกิริยาการเกิด โมโนเทอร์เซอร์บิวทิลีเทอร์ของกลีเซอรินก็จะค่อนข้างคงที่ และ ไตรเทอร์เซอร์บิวทิลีเทอร์ของกลีเซอรินจะลดลงเพียงเล็กน้อยเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ในขณะที่ค่าคงที่สมดุลปฏิกิริยาการเกิด ไดเทอร์เซอร์บิวทิลีเทอร์ของกลีเซอรินจะลดลงอย่างชัดเจน แสดงว่าอุณหภูมิมีผลต่อการเกิด ไดเทอร์เซอร์บิวทิลีเทอร์เป็นอย่างมาก

4.5 ผลการวิเคราะห์หาค่าความร้อนของปฏิกิริยา

การหาค่าความร้อนของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชัน ที่เกิดขึ้นสามารถคำนวณได้จากความชันของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $\ln K$ กับ $1/T$ ดังแสดงรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.10 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln K$ กับ $1/T$

เมื่อนำไปคำนวณค่าความร้อนของปฏิกิริยาต่าง ๆ ตามสมการที่ 2.11, 2.12, 2.13 และ 2.14 จะได้ค่าความร้อนของปฏิกิริยา ΔH_1 มีค่า -18.44 kJ/mol, ΔH_2 มีค่า -51.12 kJ/mol และ ΔH_3 มีค่า -9.86 kJ/mol ค่าความร้อนรวมของปฏิกิริยา หาได้จากผลรวมของค่าความร้อนรวมของทั้ง 3 ปฏิกิริยา ΔH_7 มีค่า -79.42 kJ/mol ซึ่งแสดงให้เห็นว่าปฏิกิริยานี้เป็นปฏิกิริยาคายความร้อนซึ่งให้พลังงาน 79.42 kJ/mol

4.6 ผลการทดลองผสมสารอีเทอร์ลงในน้ำมันดีเซลชีวภาพเพื่อลดอุณหภูมิของจุดหมอก

จากการทดลองหาอุณหภูมิจุดหมอกของน้ำมันดีเซลชีวภาพตัวอย่าง 15 มิลลิลิตร พบว่าเมื่อผสมสารอีเทอร์ลงในน้ำมันดีเซลชีวภาพจะทำให้จุดหมอกของน้ำมันลดลงจาก 18 °ซ เหลือประมาณ 17 °ซ ซึ่งการที่อุณหภูมิของจุดหมอกลดลงส่งผลดีต่อเครื่องยนต์ใช้น้ำมันดีเซลชีวภาพ คือ ช่วยลดปัญหาการอุดตันของไส้กรองของเครื่องยนต์ในอากาศหนาวลงได้เล็กน้อย ซึ่งผลการทดลองหาอุณหภูมิจุดหมอกแสดงดังรูปที่ 4.11



รูปที่ 4.11 น้ำมันดีเซลชีวภาพในการทดลองหาอุณหภูมิจุดหมอก โดยบีกเกอร์ด้านซ้ายคือน้ำมันดีเซลชีวภาพที่มีอุณหภูมิต่ำกว่าจุดหมอกด้านขวาคือน้ำมันดีเซลชีวภาพที่มีอุณหภูมิห้อง

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

1. ปฏิกริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างไอโซโพรพานอล กับกลีเซอรินไม่สามารถเกิดได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 70°C ซึ่งถ้าอุณหภูมิสูงกว่านี้แอลกอฮอล์จะเริ่มระเหยออกจากระบบทำให้ไม่สามารถวิเคราะห์ผลของปฏิกริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างสาร 2 ชนิดนี้ได้

2. ปฏิกริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอรีบิวทานอลกับกลีเซอรินได้สารผลิตภัณฑ์ออกมา 3 ชนิด ที่ต่างกันคือ โมโน ไค และไดเทอร์เซอรีบิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอริน

3. โมโนและไดเทอร์เซอรีบิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอรินที่เกิดขึ้นมีปริมาณค่อนข้างคงที่เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ในขณะที่ไคเทอร์เซอรีบิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอรินจะมีปริมาณลดลงอย่างชัดเจน ซึ่งสอดคล้องกับค่าคงที่สมดุลของปฏิกริยา

4. ปฏิกริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอรีบิวทานอล กับกลีเซอรินเป็นปฏิกริยาผันกลับได้ ซึ่งปฏิกริยาทั้ง 3 ปฏิกริยาที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกริยาคายความร้อนทั้งหมด โดยคายความร้อนรวมทั้งสิ้น 79.42 kJ/mol

5. สารผลิตภัณฑ์ที่สกัดได้คือ โมโน ไคและไดเทอร์เซอรีบิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอรินผสมลงในน้ำมันดีเซลชีวภาพที่ทำจากน้ำมันปาล์มสเตียรีน จะสามารถลดจุดหมอกของน้ำมันดีเซลชีวภาพลงได้ประมาณ 1°C จาก 18°C เป็น 17°C

5.2 ข้อเสนอแนะ

การทดลองนี้ใช้สัดส่วน โมลระหว่างแอลกอฮอล์ (เทอร์เซอรีบิวทานอลหรือไอโซโพรพานอล) กับกลีเซอริน 1:1 ซึ่งสัดส่วนของ โมลน่าจะมีผลต่อสมดุลของปฏิกริยาอีเทอร์ฟิเคชัน ดังนั้นผลของอัตราส่วนจึงเป็นหัวข้อที่มีความน่าสนใจในการศึกษาเพิ่มเติม

การศึกษานี้ทดลองเติมสารอีเทอร์ลงไปในน้ำมันดีเซลชีวภาพ พบว่าสารอีเทอร์ที่สังเคราะห์ขึ้นช่วยลดอุณหภูมิของจุดหมอกได้จาก 18°C เป็น 17°C ดังนั้นความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารอีเทอร์ที่เติมลงไป ในน้ำมันดีเซลชีวภาพ และอุณหภูมิของจุดหมอก จึงเป็นอีกตัวแปรควรศึกษาหาอัตราส่วนที่เหมาะสมต่อไป

นอกจากนี้สารที่สังเคราะห์ได้ยังสามารถใช้เป็นสารเพิ่มค่าออกเทนในน้ำมันเชื้อเพลิงได้ ดังนั้นจึงควรศึกษาผลของปริมาณสารที่เติมลงไปต่อค่าออกเทนที่เปลี่ยนแปลงไปของน้ำมันเชื้อเพลิง

เอกสารอ้างอิง

- [1] Karinen, R.S. and Krause, A.O.I. "New biocomponent from glycerol." *Applied Catalysis A: General*. 2006(306) : 128-123.
- [2] นิภา สุขเจริญ. 2547. "การศึกษาสมบัติของน้ำมันเบนซินออกเทน 95 ที่เจือปนด้วยตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอน." วิทยานิพนธ์ วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาการศึกษาวิทยาศาสตร์, สถาบัน เทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [3] Bo-Lun, Y. San-Ba, Y. Rui-qing, Y. "Synthesis of ethyl *tert*-butyl alcohol and ethanol on strong acid cation-exchange resins." *Reactive & Functional Polymers*. 2000(44) : 167-175.
- [5] รศ.รพี สิริมนกุล. 2543. เคมีอินทรีย์เบื้องต้น. พิมพ์ครั้งที่ 13. กรุงเทพมหานคร : สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยรามคำแหง.
- [4] Katarina, K. Dusan, M. Martin, B. "*tert*-Butylation of glycerol catalysed by ion-exchange resins." *Applied Catalysis A: General*. 2005(294) : 141-147.
- [6] "ศูนย์ข้อมูลวัตถุอันตรายและเคมีภัณฑ์." [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก <http://msds.pcd.go.th> Accessed January 2007.
- [7] Kirk, O. *Encyclopedia of Chemical Technology*. vol. 12. New York : John Wiley & Sons.
- [8] Barbara, E. *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. vol. 12. 5th Ed. Germany : VCH.
- [9] ก่อฤกษ์ เขียวว่อง. 2544. "การศึกษาเบื้องต้นการทำกลีเซอรินจากการสังเคราะห์ไบโอดีเซลให้บริสุทธิ์." วิทยานิพนธ์ วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี, สถาบัน เทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [10] "Rohm and Haas Company." [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก <http://www.rohmhaas.com/> Accessed January 2007.
- [11] รศ.ดร.มนตรี พิรุณเกษตร. 2542. อุณหพลศาสตร์ 2. กรุงเทพมหานคร : วิทพัฒน์.
- [12] Alcantara, R. Canoira, L. Fernandez-Martin, C. Franco, M.J. Martinez-Silva, J.I. Navarro, A. 2000. "Synthesis of 1-*tert*-butoxy-2-propanol (PGTBE) from propylene glycol and isobutene in a packed trickle-bed reactor on acid catalysts." *Reactive & Functional Polymers*. 2000(43) : 97-104.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- [13] Hoek, I. Nijhuis, T.A. Stankiewicz, A.I. Moulijn, J.A. "Kinetics of solid acid catalysed etherification of symmetrical primary alcohols: zeolite BEA catalysed etherification of 1-octanol." *Applied Catalysis*. 2004(266) : 109-116.
- [14] Malgorzata, E.J. Malgorzata, J. Janina, W. El zbieta, B. Witold, T. Michal, H.J. Jan Cz.D. Jacek K. "Mono-, di-, and tri-*tert*-butyl ethers of glycerol A molecular spectroscopic study." *Spectrochimica Acta Part A*. 2006.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

คุณลักษณะทางกายภาพ และทางเคมีของกาลีเซอริน

ตารางที่ ก.1 คุณลักษณะทางกายภาพ และทางเคมีของกาลีเซอรินประเภทต่างๆ

รายการ ที่	คุณลักษณะ	เกณฑ์ที่กำหนด				วิธีทดสอบ
		กาลีเซอรินชั้น คุณภาพเคมี	กาลีเซอรินชั้นคุณภาพ ไดนาไมต์	กาลีเซอรินชั้นคุณภาพ อุตสาหกรรม	กาลีเซอรินชั้นคุณภาพ	
1	กาลีเซอริน (ร้อยละ โดยน้ำหนัก) ไม่น้อยกว่า	99.0	99.0	99.0	๗1	BS 5711:Part 3
2	เถ้า(ร้อยละ โดยน้ำหนัก)ไม่เกิน	-	-	-	-	ISO 2098
3	น้ำ(ร้อยละ โดยน้ำหนัก)ไม่เกิน	-	-	-	-	ISO 2097
4	สารอินทรีย์ที่ไม่ใช่กาลีเซอริน (ร้อยละ โดยน้ำหนัก) ไม่เกิน	-	-	-	1.5	ISO 2464
5	สารหนู(มก./กก.)ไม่เกิน	2.0	-	-	-	มอก.1281
6	โพแทสเซียม-1, 3-ไดออกไซด์(ร้อยละ โดยน้ำหนัก)ไม่เกิน	-	-	-	-	BS 5711:Part 11
7	น้ำตาล	ต้องไม่พบ	-	-	-	BS 5711:Part 18

ตารางที่ ก.1 คุณลักษณะทางกายภาพ และทางเคมีของกิลีเซอรินประเภทต่างๆ (ต่อ)

รายการ ที่	คุณลักษณะ	เกณฑ์ที่กำหนด				วิธีทดสอบ
		กิลีเซอรินชั้นคุณภาพ เคมี	กิลีเซอรินชั้นคุณภาพ ไดนาไมต์	กิลีเซอรินชั้นคุณภาพ อุตสาหกรรม	กิลีเซอรินชั้นคุณภาพ ย1	
8	ค่าของดีโวลวอนต์สเกลใน เซลล์ขนาด 113 มม. ไม่เกิน	-	(5.0Y+1.2R)	(5.0Y+1.2R)	(5.0Y+1.2R)	BS 2621-5
9	กิลิน	ต้อง ไม่มีกิลิน	ต้อง ไม่มีกิลิน	ต้อง ไม่มีกิลิน	ต้อง ไม่มีกิลิน	BS 5711:Part 19
10	ความหนาแน่นสัมพัทธ์	แปลกปลอม	แปลกปลอม	แปลกปลอม	แปลกปลอม	
11	- ที่อุณหภูมิ 20/20 °ซ - ที่อุณหภูมิ 25/25 °ซ	1.261 - 1.264	1.261 - 1.264	1.261 - 1.264	1.249	ISO 2099
12	กรด (มก./กก.) ไม่เกิน	0.32	0.064	0.32	-	BS 5711:Part 5
13	เถ้าซิลิเฟต (มก./กก.) ไม่เกิน	0.010	0.010	0.010	0.010	ISO 1616
14	ตะกั่ว (มก./กก.) ไม่เกิน	1.0	-	-	-	BS 2621-5
	เถ้าโลหะหนักทั้งหมด (เทียบ เป็นตะกั่ว) (มก./กก.)					
	ไม่เกิน	5.0	-	-	5	BS 5711:Part 5

ตารางที่ ก.1 คุณลักษณะทางกายภาพ และทางเคมีของกิลีเซอรินประเภทต่างๆ (ต่อ)

รายการ ที่	คุณลักษณะ	เกณฑ์ที่กำหนด				วิธีทดสอบตาม
		กิลีเซอรินชั้นคุณภาพ เคมี	กิลีเซอรินชั้นคุณภาพ ไดนาไมต์	กิลีเซอรินชั้นคุณภาพ อุตสาหกรรม	กิลีเซอรินชั้นคุณภาพ ยา	
15	คลอไรด์ (ร้อยละโดย น้ำหนัก) ไม่เกิน	-	0.010	0.010	0.010	BS 5711:Part 12 BS 5711:Part 13
16	ขีดจำกัดปริมาณคลอไรด์ (chloride limit)	สารละลายที่ได้อาจไม่ ขุ่น	-	-	-	-
17	ขีดจำกัดปริมาณคลอไรด์ อินทรีย์	สารละลายที่ได้อาจไม่ ขุ่นกว่าสารละลาย ควบคุม	-	-	-	BS 5711:Part 14 BS 5711:Part 16
18	เหล็ก (มก./กก.) ไม่เกิน	-	-	-	-	USP
19	สารประกอบคลอรีน (คำนวณเป็นคลอไรด์) ร้อย ละโดยน้ำหนัก ไม่เกิน	-	-	-	-	USP
20	ซัลเฟตร้อยละโดยน้ำหนัก ไม่ เกิน	-	-	-	0.003	0.002

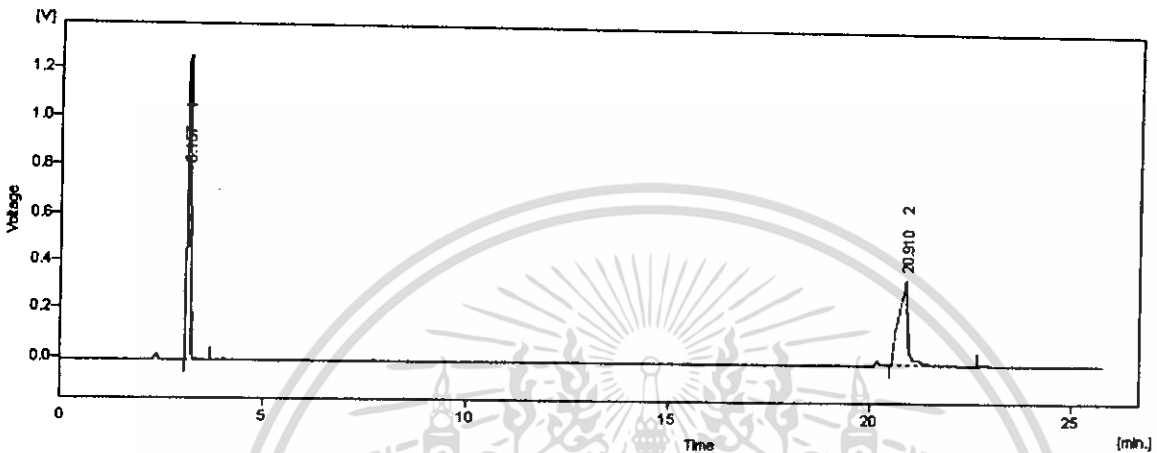
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้ภายในเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้拿去ใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก.1 คุณลักษณะทางกายภาพ และทางเคมีของกิลิเซอรินประเภทต่างๆ (ต่อ)

รายการ ที่	คุณลักษณะ	เกณฑ์ที่กำหนด				วิธีทดสอบ
		กิลิเซอรินชั้นคุณภาพ เคมี	กิลิเซอรินชั้นคุณภาพ ไดนาไมด์	กิลิเซอรินชั้นคุณภาพ อุตสาหกรรม	กิลิเซอรินชั้นคุณภาพ ยา	
21	บีค้ำกัคปริมาณสารรีดิวซ์	สีของสารละลายต้อง ไม่เข้มขึ้นกว่าสีของ สารละลายมาตรฐาน	สีของสารละลายต้องไม่ เข้มขึ้นกว่าสีของ สารละลายมาตรฐาน	-	-	BS 5711:Part 20
22	สะพอนิฟิเคชันอิกิวีเลนซ์ มิลลิควิวเลนซ์ต่อ 100 กรัม ไม่เกิน	0.64	0.64	-	-	BS 5711:Part 21
23	กรดไขมันและเอสเทอร์	-	-	-	ทำปฏิกิริยาพอดกับ สารละลายโซเดียมไฮ ดรอกไซด์ 0.5 M ไม่ เกิน 1 ชม.	USP

ภาคผนวก ข
การโครมาโตแกรมที่ได้จากการทดลอง

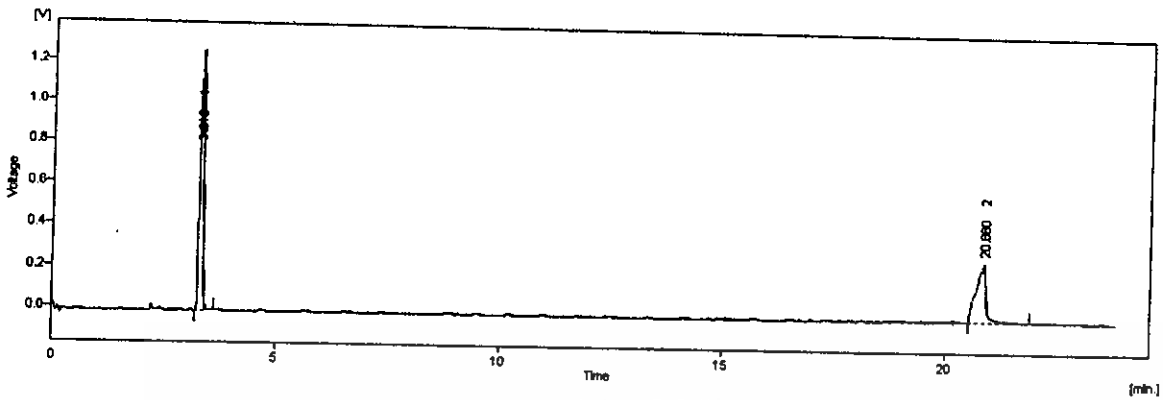


รูปที่ ข.1 โครมาโตแกรมของสารมาตรฐานจากปฏิกิริยาอิเทอร์ฟิเคชันระหว่าง
เทอร์เซอรีบิวทานอลกับกลีเซอริน

ตารางที่ ข.1 ตารางบันทึกค่าโครมาโตแกรมของสารมาตรฐานจากปฏิกิริยาอิเทอร์ฟิเคชันระหว่าง
เทอร์เซอรีบิวทานอลกับกลีเซอริน

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]	W05 [min]
1	3.157	7224.697	1263.223	55.8	78.1	0.09
2	20.91	5729.286	353.394	44.2	21.9	0.24
	Total	12953.98	1616.617	100	100	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

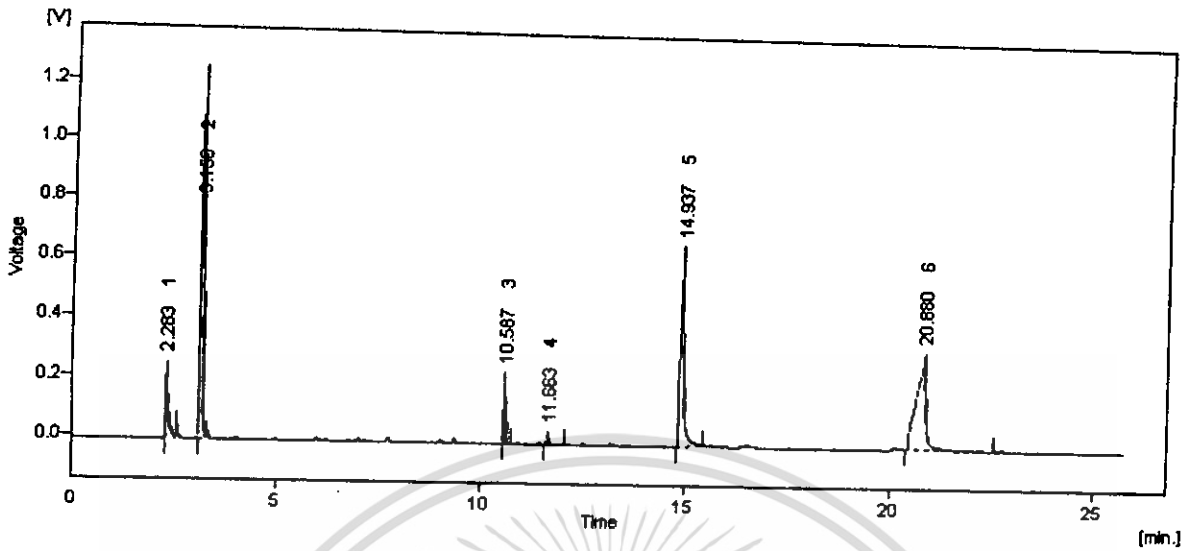


รูปที่ ข.2 โครมาโตแกรมของสารมาตรฐานจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่าง
ไอโซโพรพานอล กับกลีเซอริน

ตารางที่ ข.2 ตารางบันทึกค่าโครมาโตแกรมของสารมาตรฐานจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่าง
ไอโซโพรพานอลกับกลีเซอริน

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]	W05 [min]
1	3.313	6932.455	1264.425	77.1	81.5	0.09
2	20.88	4611.395	287.281	22.9	18.5	0.24
	Total	11543.85	1551.705	100	100	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

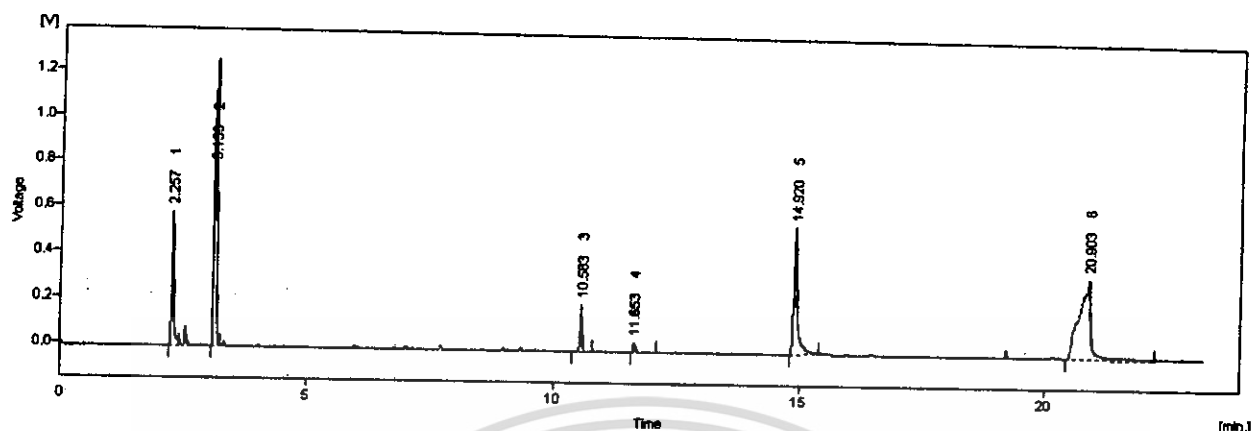


รูปที่ ข.3 โครมาโตแกรมของสารจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอรีบิวทานอล กับกลีเซอรินที่อุณหภูมิ 40 °ซ ทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง

ตารางที่ ข.3 ตารางบันทึกค่าโครมาโตแกรมของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอรีบิวทานอล กับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 40 °ซ ทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]	W05 [min]
1	2.283	495.369	243.8	3.3	8.8	0.03
2	3.15	4884.16	1261.742	32.3	45.3	0.06
3	10.587	658.856	236.48	4.4	8.5	0.05
4	11.663	115.098	46.394	0.8	1.7	0.04
5	14.937	3774.09	672.994	24.9	24.2	0.08
6	20.88	5200.816	324.371	34.4	11.6	0.25
	Total	15128.39	2785.781	100	100	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

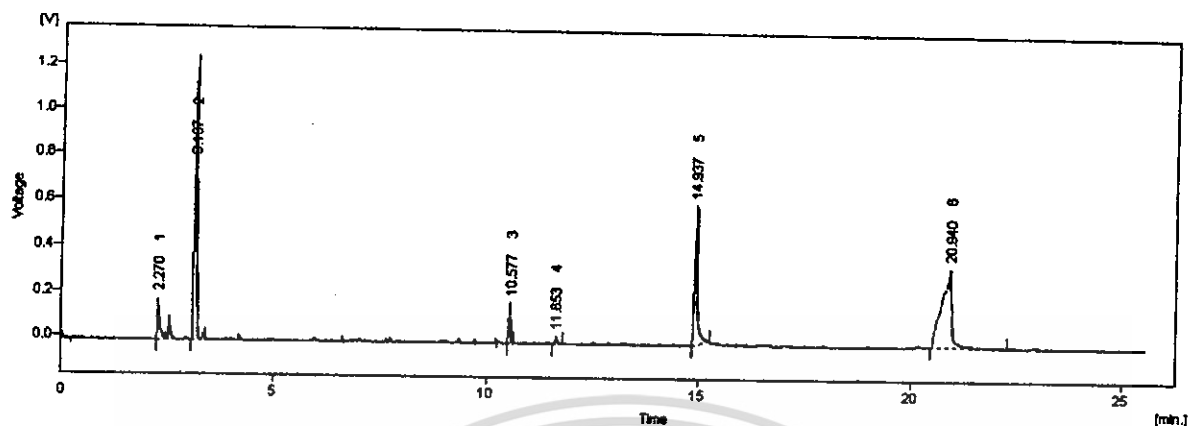


รูปที่ ข.4 โครมาโตแกรมของสารจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์บิวทานอล กับกลีเซอรินที่อุณหภูมิ 40 °ซ ทำปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง

ตารางที่ ข.4 ตารางบันทึกค่าโครมาโตแกรมของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์บิวทานอล กับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 40 °ซ ทำปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]	W05 [min]
1	2.257	1302.78	586.926	8.06	19.4	0.03
2	3.133	4794.102	1262.983	29.67	41.8	0.06
3	10.583	656.503	208.194	4.06	6.9	0.05
4	11.653	122.528	47.199	0.76	1.6	0.04
5	14.92	3128.047	564.186	19.36	18.7	0.07
6	20.903	6152.729	350.897	38.08	11.6	0.24
Total		16156.69	3020.385	100	100	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

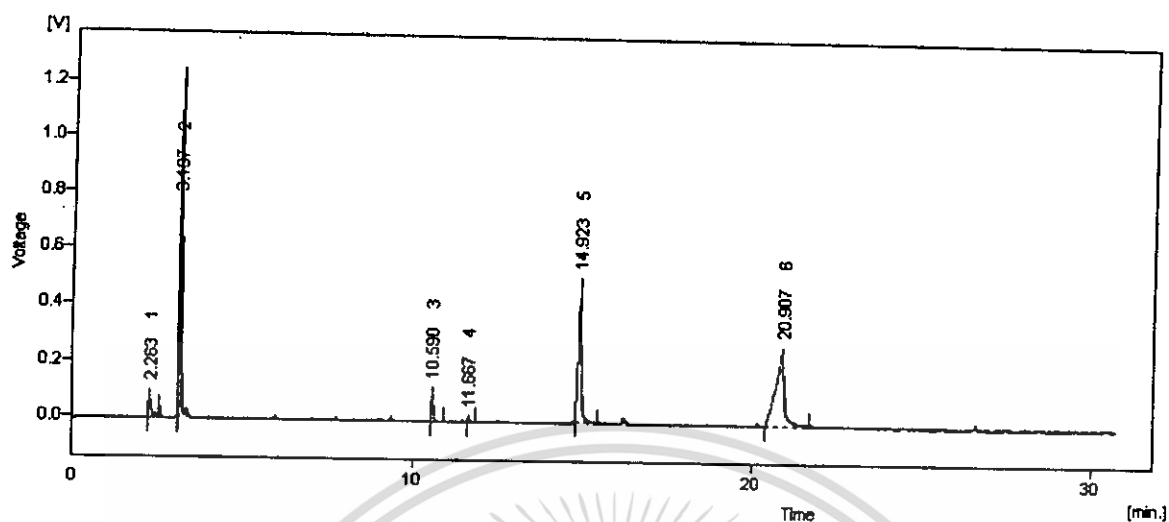


รูปที่ ข.5 โครมาโตแกรมของสารจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์บิวทานอล กับกลีเซอรินที่อุณหภูมิ 50 °ซ ทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง

ตารางที่ ข.5 ตารางบันทึกค่าโครมาโตแกรมของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์บิวทานอล กับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 50 °ซ ทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]	W05 [min]
1	2.27	612.793	178.185	4.1	6.9	0.04
2	3.137	4576.845	1247.333	30.4	48	0.06
3	10.577	477.457	177.037	3.2	6.8	0.04
4	11.653	85.739	34.633	0.6	1.3	0.04
5	14.937	3383.969	610.181	22.5	23.5	0.08
6	20.94	5901.064	349.437	39.2	13.5	0.25
	Total	15037.87	2596.807	100	100	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

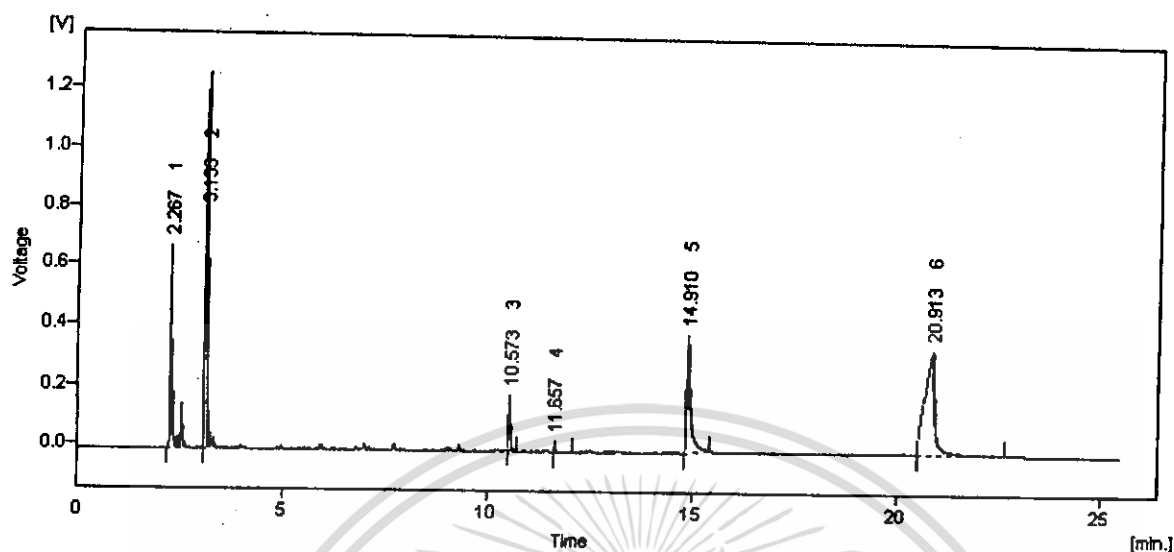


รูปที่ ข.6 โครมาโตแกรมของสารจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์บิวทานอล กับกลีเซอรินที่อุณหภูมิ 50 °ซ ทำปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง

ตารางที่ ข.6 ตารางบันทึกค่าโครมาโตแกรมของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์บิวทานอล กับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 50 °ซ ทำปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]	W05 [min]
1	2.263	394.766	102.572	3.2	4.5	0.05
2	3.137	3850.155	1230.594	31.1	54	0.05
3	10.59	329.741	122.596	2.7	5.4	0.04
4	11.667	54.865	23.059	0.4	1	0.04
5	14.923	2798.534	518.791	22.6	22.8	0.07
6	20.907	4933.117	280.319	39.9	12.3	0.25
	Total	12361.18	2277.93	100	100	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

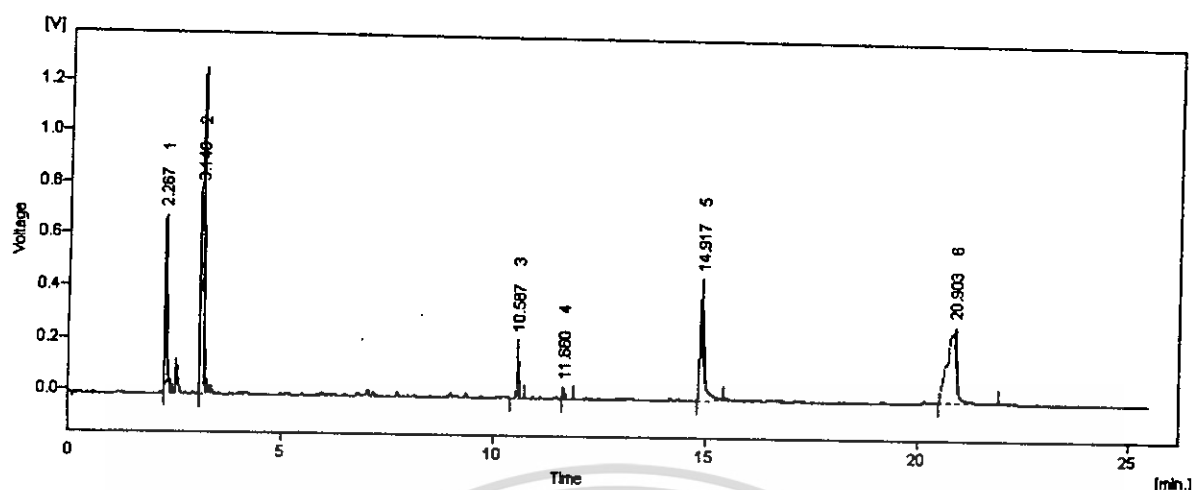


รูปที่ ข.7 โครมาโตแกรมของสารจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอรีบิวทานอล กับกลีเซอรินที่อุณหภูมิ 60 °ซ ทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง

ตารางที่ ข.7 ตารางบันทึกค่าโครมาโตแกรมของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอรีบิวทานอล กับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 60 °ซ ทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]	W05 [min]
1	2.267	1500.783	676.452	10.1	23.2	0.03
2	3.133	4300.365	1260.62	29	43.2	0.05
3	10.573	497.406	194.127	3.4	6.7	0.04
4	11.657	89.01	36.329	0.6	1.2	0.04
5	14.91	2388.953	395.071	16.1	13.6	0.07
6	20.913	6059.177	352.28	40.8	12.1	0.27
	Total	14835.69	2914.88	100	100	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

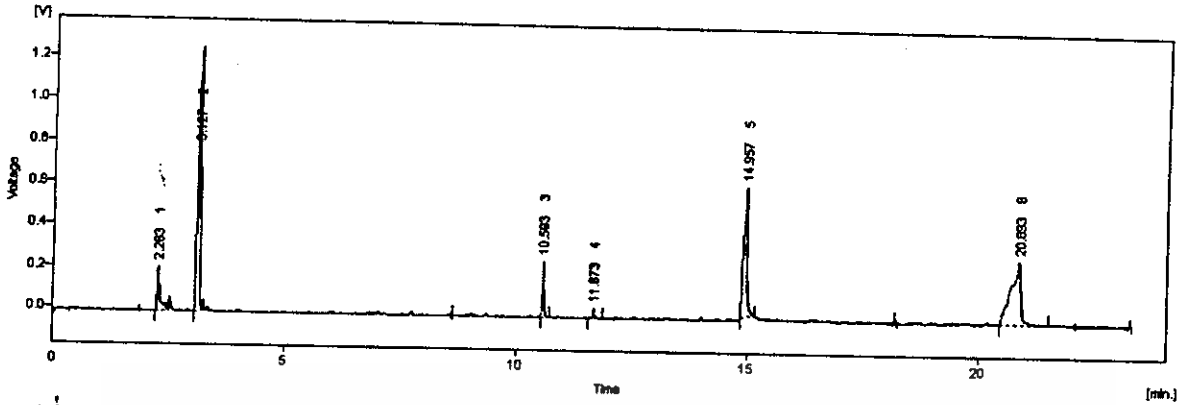


รูปที่ ข.8 โครมาโตแกรมของสารจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์บิวทานอล กับกลีเซอรินที่อุณหภูมิ 60 °ซ ทำปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง

ตารางที่ ข.8 ตารางบันทึกค่าโครมาโตแกรมของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์บิวทานอล กับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 60 °ซ ทำปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]	W05 [min]
1	2.267	1370.454	650.891	9.34	22.2	0.04
2	3.14	4803.549	1260.456	34.10	42.9	0.06
3	10.587	674.751	220.863	4.60	7.5	0.05
4	11.66	116.852	45.565	0.80	1.6	0.04
5	14.917	2576.172	466.681	17.55	15.9	0.07
6	20.903	4933.525	291.634	33.62	9.9	0.28
	Total	14475.3	2936.089	100	100	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

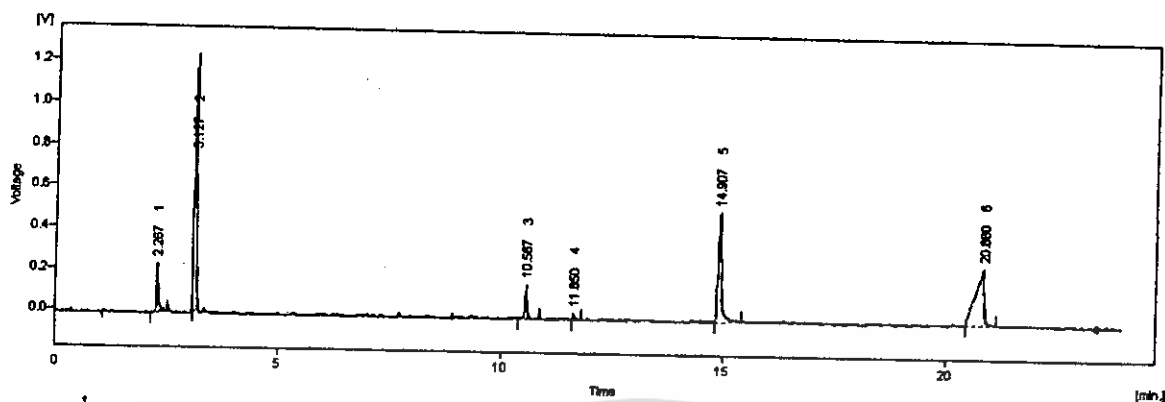


รูปที่ ข.9 โครมาโตแกรมของสารจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอรีบิวทานอล กับกลีเซอรินที่อุณหภูมิ 70 °ซ ทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง

ตารางที่ ข.9 ตารางบันทึกค่าโครมาโตแกรมของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอรีบิวทานอล กับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 70 °ซ ทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]	W05 [min]
1	2.263	824.441	209.662	5.7	7.7	0.05
2	3.127	4580.952	1250.549	31.8	46.2	0.06
3	10.593	667.508	267.462	4.6	9.9	0.04
4	11.673	126.744	46.877	0.9	1.7	0.04
5	14.957	3455.145	625.84	24	23.1	0.09
6	20.893	4763.293	309.053	33	11.4	0.25
	Total	14418.08	2709.443	100	100	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ข.10 โครมาโตแกรมของสารจากปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์บิวทานอล กับกลีเซอรินที่อุณหภูมิ 70 °ซ ทำปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง

ตารางที่ ข.10 ตารางบันทึกค่าโครมาโตแกรมของปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันระหว่างเทอร์เซอร์บิวทานอล กับกลีเซอริน ที่อุณหภูมิ 70 °ซ ทำปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]	W05 [min]
1	2.267	756.688	234.745	6.3	9.6	0.04
2	3.127	3901.333	1222.913	32.6	49.8	0.05
3	10.567	446.979	167.628	3.7	6.8	0.04
4	11.65	77.012	29.29	0.6	1.2	0.04
5	14.907	2688.656	528.937	22.5	21.5	0.07
6	20.86	4082.616	272.176	34.2	11.1	0.24
	Total	11953.28	2455.688	100	100	

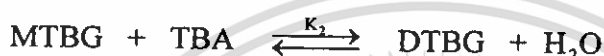
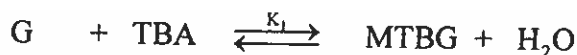
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค

การคำนวณปริมาณมวลสารจากโครมาโตแกรม

เนื่องจากการทดลองไม่มีสารมาตรฐานของผลิตภัณฑ์จึงทำให้ต้องใช้การคูณมวลสารและโปรแกรม Polymath เข้าช่วยในการหาปริมาณของสารผลิตภัณฑ์

จาก



คูณมวลสารของระบบ

$$m_{TBA_0} + m_{G_0} = m_{TBA} + m_G + m_{MTBG} + m_{DTBG} + m_{TTBG} + m_{TBE}$$

$$m_{G_0} = m_G + 0.62m_{MTBG} + 0.41m_{DTBG} + 0.35m_{TTBG}$$

$$m_{TBA_0} = m_{TBA} + 0.57m_{MTBG} + 0.50m_{DTBG} + 0.73m_{TTBG} + 0.85m_{TBE}$$

การหา Correction Factor ระหว่าง *tert*-butanol กับ Glycerin

$$F = \frac{A_G / W_G}{A_{TBA} / W_{TBA}}$$

เมื่อ A = ร้อยละพื้นที่ใต้โครมาโตแกรม

W = น้ำหนักสารมาตรฐานที่ฉีดเข้าไป

ซึ่งสามารถหาได้จากโครมาโตแกรมของสารมาตรฐาน

หามวลของ *tert*-butanol

$$m_{TBA} = \frac{m_G A_{TBA}}{F A_G}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\frac{m_{TBA}}{m_G} = \frac{A_{TBA}}{FA_G}$$

เนื่องจากสารผลิตภัณฑ์โมโน เทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอรินมีสภาพขี้ข้นข้างแรง เช่นเดียวกับกลีเซอรินเราจึงถือว่าค่าการตอบสนองของเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี มีค่าใกล้เคียงกัน (Correction Factor = 1) เช่นเดียวกับกับ ไคและ ไครเทอร์เซอร์บิวทิลอีเทอร์ของกลีเซอรินที่มีสภาพขี้ น้อยและมีพีคอยู่ใกล้ๆ กัน จึงได้ว่า

$$\frac{m_G}{m_{MTBG}} = \frac{A_G}{A_{MTBG}} \text{ และ}$$

$$\frac{m_{DTBG}}{m_{TTBG}} = \frac{A_{DTBG}}{A_{TTBG}}$$

จึงได้สมการทั้งหมด 6 สมการ ดังนี้

$$m_{TBA_0} + m_{G_0} = m_{TBA} + m_G + m_{MTBG} + m_{DTBG} + m_{TTBG} + m_{TBE}$$

$$m_{G_0} = m_G + 0.62m_{MTBG} + 0.41m_{DTBG} + 0.35m_{TTBG}$$

$$m_{TBA_0} = m_{TBA} + 0.57m_{MTBG} + 0.50m_{DTBG} + 0.73m_{TTBG} + 0.85m_{TBE}$$

$$\frac{m_G}{m_{MTBG}} = \frac{A_G}{A_{MTBG}}$$

$$\frac{m_{TBA}}{m_G} = \frac{A_{TBA}}{FA_G}$$

$$\frac{m_{DTBG}}{m_{TTBG}} = \frac{A_{DTBG}}{A_{TTBG}}$$

โดยเมื่อแทนค่าตัวแปรที่ทราบค่าคือ m_{TBA_0} , m_{G_0} , A_G , A_{MTBG} , A_{DTBG} , A_{TTBG} , A_{TBA} และ F ลง ไป ก็จะเหลือ ตัวแปร เพียง 6 ตัวแปร ซึ่งสามารถหาค่าได้โดยใช้โปรแกรม Polymath เข้าช่วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้