

การสังเคราะห์ไอโซโพรพิลไมริสเตต
Isopropyl Myristate Synthesis



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี
คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2557

การสังเคราะห์ไอโซโพรพิลไมริสเตต

Isopropyl Myristate Synthesis



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2557

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Isopropyl Myristate Synthesis



A REPORT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENT

FOR THE DEGREE OF BACHELOR IN ENGINEERING

FACULTY OF ENGINEERING

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

ACADEMIC YEAR 2014

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง การสังเคราะห์ไอโซโพรพิลไมริสเตด
โดย นายธีรรัช ค้อชากุล
นายสิทธิเกียรติ วิญญูวิริยวงศ์
อาจารย์ที่ปรึกษา รศ.ดร.ประกอบ กิจไชยา
ปริญญานิพนธ์ สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปริญญานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญานิพนธ์



..... ประธานกรรมการ
(รศ.ดร.ประกอบ กิจไชยา)

..... กรรมการ
(ผศ.เรีนถิติ เบญจางคประเสริฐ)

..... กรรมการ
(ดร.สันติ วัฒนานุสรณ์)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง	การสังเคราะห์ไอโซโพรพิลไมลิสเตด
โดย	นายธีรัช ค้อชากุล นายสิทธิเกียรติ วิญญูวิริยวงศ์
ปริญญาน	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
ปีการศึกษา	2557
อาจารย์ที่ปรึกษา	รศ.ดร.ประกอบ กิจไชยา

บทคัดย่อ

ไอโซโพรพิลไมลิสเตดเป็นสารเคมีที่ถูกใช้มากในอุตสาหกรรมยา อาหาร และเครื่องสำอาง โครงการนี้จึงมีจุดประสงค์ที่จะศึกษาในเรื่องของการสังเคราะห์ไอโซโพรพิลไมลิสเตดโดยใช้ปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดไมลิสติก(MA)กับไอโซโพรพานอล โครงการนี้ถูกแบ่งออกเป็น 2 ส่วน โดยส่วนแรกจะเป็นการศึกษาเกี่ยวกับความสามารถของตัวเร่งปฏิกิริยาของปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดไมลิสติกกับไอโซโพรพานอล ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ศึกษาประกอบไปด้วย กรดซัลฟิวริก Lewatit GF101 DOWEX Monosphere และ Lipozyme TL IM ซึ่งจากการทดลองพบว่าจากตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดที่ได้นำมาใช้ในการทดลอง มีเพียงกรดซัลฟิวริกที่สามารถเร่งปฏิกิริยาได้ดี ในส่วนที่สองเป็นการศึกษาอัตราการเกิดปฏิกิริยาของปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดไมลิสติกกับไอโซโพรพานอลโดยใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และมีการแยกน้ำออกอย่างต่อเนื่องในระหว่างการทำปฏิกิริยาเพื่อระบวงสมดุลของปฏิกิริยา เพื่อให้ปฏิกิริยาไปข้างหน้ามากขึ้นเพื่อเพิ่มค่าแปรผันทางเคมีของกรดไมลิสติก โดยน้ำถูกแยกออกโดยการประยุกต์ใช้เครื่องมือสกัดแบบชอกท์เลตเป็นหอดูดซับ โดยใช้โมเลกุลาร์ซีฟขนาด 3Å เป็นตัวดูดซับ โดยทำการทดลองที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส และใช้กรดซัลฟิวริกความเข้มข้นร้อยละ 2 ของโมลกรดไมลิสติกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าเมื่อทำการทดลองที่อัตราส่วนไอโซโพรพานอลต่อกรดไมลิสติก 4:1 จะได้ค่าการแปลงผันทางเคมีของกรดไมลิสติกมีค่าอยู่ที่ 0.92 ถึง 0.94 ที่เวลา 6 ชั่วโมง และที่อัตราส่วน 6:1 พบว่าค่าการแปลงผันทางเคมีของกรดไมลิสติกมีค่าอยู่ที่ 0.98 ที่ช่วงเวลาเท่ากัน และเมื่อทำการคำนวณหาอัตราเร็วการเกิดปฏิกิริยา พบว่ามีอัตราเร็วของการสังเคราะห์ไอโซโพรพิลไมลิสเตดเป็น $-r_{MA} = 9.39C_{MA}^{1.455} \text{mmol}/(\text{L}\cdot\text{min})$

Report Title Isopropyl Myristate Synthesis

By Mr. Teerach Korchakul
Mr. Sittikiat Winyuwiriyawong

Degree Bachelor of Engineering

Program Chemical Engineering

Year 2014

Advisor Assoc. Prof. Dr. Prakob Kitchaiya

ABSTRACT

Isopropyl Myristate is extensively used as an ingredient in many industries such as pharmaceutical, food and cosmetic industries. Therefore this research's objective is to study the esterification of myristic acid (MA) with isopropanol to synthesize isopropyl myristate. The research was divided in two parts. The first part, to study about the influence of catalyst types including sulfuric acid, Lewatit GF101, DOWEX Monosphere and Lipozyme TL IM. The experiments showed that for this reaction there is only sulfuric acid is effective but the rest are not. For the second part, the esterification of myristic acid with isopropanol was carried out in continuous water removal condition using sulfuric acid as catalyst. The Soxhlet extractor was used as an adsorption column and using molecular sieve 3Å as the adsorbent. The results showed that at the molar ratio of myristic acid to isopropanol of 4:1. The conversions of myristic acid were 0.92 to 0.94 at 6 hours. And the conversion at the molar ratio of 6:1 was 0.98 at the same time period. And after the calculation of reaction rate of myristic acid the result is $-r_{MA} = 9.39C_{MA}^{1.455}$ mmol/(L·min)

กิตติกรรมประกาศ

ปริญญาานิพนธ์เรื่องแบบจำลองการสังเคราะห์ไอโซโพรพิลไมลีสเตตและการเพิ่มร้อยละผลได้ของไอโซโพรพิลไมลีสเตต ได้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ด้วยความช่วยเหลือจากคณาจารย์ และ บุคคลหลายฝ่ายทางผู้จัดทำต้องขอขอบพระคุณบุคคลต่างๆดังนี้

รศ.ดร.ประกอบ กิจไชยา อาจารย์ที่ปรึกษาปริญญาานิพนธ์ที่ให้คำแนะนำทางด้านทฤษฎี และทางด้านเทคนิคการปฏิบัติ พร้อมทั้งช่วยเหลือในทุกๆด้านของการทำปริญญาานิพนธ์ อีกทั้งยังชี้ให้เห็นแนวทางการแก้ไขปัญหาในการทำปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้

ผศ.รีนฤดี เบญจางคประเสริฐ และ ดร.สันติ วัฒนานุสรณ์ คณะกรรมการสอบปริญญาานิพนธ์ที่ให้คำแนะนำในการทำปริญญาานิพนธ์และตรวจสอบปริญญาานิพนธ์

เจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการเคมี ที่คอยอำนวยความสะดวกในการทดลอง อีกทั้งยังสอนเทคนิคนำไปใช้ในการทดลอง

ขอขอบพระคุณคณาจารย์ประจำสาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ได้พรีสอน แนะนำ ตลอดจนให้ความรู้ที่สามารถนำมาประยุกต์ใช้ในการทำปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้เป็นอย่างดี

หากปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้มีข้อผิดพลาดหรือข้อบกพร่องประการใด คณะผู้จัดทำต้องขอภัยและพร้อมน้อมรับคำติชมไว้ ณ ที่นี้ และหวังเป็นอย่างยิ่งว่าปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้จะมีคุณค่าและเป็นประโยชน์กับผู้ที่ต้องการศึกษาอย่างยิ่ง

ผู้จัดทำ

นายธีรัช ค้อชากุล
นายสิทธิเกียรติ วิญญูวิริยวงศ์

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	i
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ii
กิตติกรรมประกาศ.....	iii
สารบัญ.....	iv
สารบัญตาราง.....	vii
สารบัญรูปภาพ.....	viii
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปริญญานิพนธ์.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขต.....	2
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีเบื้องต้นและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 เอสเทอร์.....	3
2.1.1 ปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดอินทรีย์.....	3
2.1.2 ปฏิกิริยาแอลกอฮอล์ไลซิสของอัลคิลคลอไรด์ และแอซิดแอนไฮไดรด์.....	4
2.1.3 ปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน.....	4
2.1.4 ปฏิกิริยาอินเทอร์เอสเทอร์ฟิเคชัน.....	5
2.2 ไอโซโพรพิลไมริสเตต.....	5
2.2.1 การผลิตในทางอุตสาหกรรม.....	5
2.2.2 การผลิตโดยการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์.....	6
2.2.3 การผลิตโดยการใช้เอนไซม์.....	6
2.3 หลักการของเลอชาเตอลิเอ.....	7
2.4 กระบวนการแยกน้ำออกจากปฏิกิริยา.....	8
2.4.1 การแยกน้ำโดยการใช้ตัวดูดซับ.....	8
2.4.2 การแยกน้ำโดยการใช้เมมเบรน.....	9
2.5 เครื่องมือสกัดแบบซอกท์เลต(Soxhlet Extractor).....	10
2.5.1 หลักการของเครื่องมือสกัดแบบซอกท์เลต.....	10
2.5.2 การประยุกต์ใช้เครื่องมือสกัดแบบซอกท์เลตในการกำจัดน้ำ.....	10
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	11

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงาน.....	12
3.1 อุปกรณ์.....	12
3.2 สารเคมี.....	13
3.3 วิธีการทดลอง.....	13
3.4 วิธีการวิเคราะห์.....	15
3.5 ขั้นตอนการสร้างแบบจำลองจลนพลศาสตร์.....	16
3.6 การคาดการณ์การเกิดปฏิกิริยาจากแบบจำลองจลนพลศาสตร์.....	16
บทที่ 4 ผลการดำเนินงานและวิเคราะห์ผล.....	17
4.1 ผลของตัวเร่งปฏิกิริยาเอสเทอร์พีเคชั้น.....	17
4.2 ผลของค่าแปรผันทางเคมีเมื่อมีการกำจัดน้ำออกอย่างต่อเนื่อง.....	18
4.3 การสร้างแบบจำลองจลนพลศาสตร์.....	19
4.4 ผลการคาดการณ์การเกิดปฏิกิริยาจากแบบจำลองจลนพลศาสตร์.....	20
บทที่ 5 สรุปผลดำเนินงานและข้อเสนอแนะ.....	23
5.1 สรุปผลดำเนินงาน.....	23
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	23
เอกสารอ้างอิง.....	24
ภาคผนวก.....	26
ภาคผนวก ก ข้อมูลดิบ.....	27
ภาคผนวก ข การหาปริมาณกรดไขมันอิสระ.....	37
ภาคผนวก ค ตัวอย่างการคำนวณปริมาณกรดไขมันอิสระและค่าแปรผันทางเคมี.....	39
ภาคผนวก ง การสร้างแบบจำลองจลนพลศาสตร์.....	42
ภาคผนวก จ ข้อมูลสารไอโซโพรพิลไมริสเตต.....	47

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 แสดงชนิดของโมเลกุลาร์ซีฟและคุณสมบัติต่างๆ.....	8
3.1 สภาวะในการทดลองตัวเร่งปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน.....	14
4.1 ค่า r-square (R^2) ของแต่ละการทดลอง.....	22
ก.1 ผลการทดลองความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของกรดซัลฟิวริก	27
ก.2 ผลการทดลองความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของ Lewatit GF101	29
ก.3 ผลการทดลองความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของ DOWEX Monoshere88.....	30
ก.4 ผลการทดลองความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของ Lipozyme TL IM	31
ก.5 ผลการทดลองปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันเมื่อกำจัดน้ำออกอย่างต่อเนื่องที่อัตราส่วนไอโซโพรพานอล 4 โมล ต่อ กรดไมริสติก 1 โมล (ครั้งที่ 1).....	32
ก.6 ผลการทดลองปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันเมื่อกำจัดน้ำออกอย่างต่อเนื่องที่อัตราส่วนไอโซโพรพานอล 4 โมล ต่อ กรดไมริสติก 1 โมล (ครั้งที่ 2).....	33
ก.7 ผลการทดลองปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันเมื่อกำจัดน้ำออกอย่างต่อเนื่องที่อัตราส่วนไอโซโพรพานอล 6 โมล ต่อ กรดไมริสติก 1 โมล.....	35
ข.1 สัดส่วนปริมาณสารที่ใช้ในการทดสอบเพื่อหาปริมาณกรดไขมันอิสระ.....	37
ง.1 การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นเทียบกับเวลา.....	43
ง.2 การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นเทียบกับเวลาในการทดลอง 4:1 ครั้งที่ 1.....	43
ง.3 การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นเทียบกับเวลาในการทดลอง 4:1 ครั้งที่ 2.....	45
จ.1 ปริมาณการใช้ไอโซโพรพิลไมริสเตตในผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ	47
จ.2 Pharmacopeial Specifications for isopropyl myristate	48

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 กลไกการเกิดปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดอินทรีย์.....	4
2.2 ปฏิกิริยาอินเทอร์เอสเทอร์ฟิเคชัน.....	5
2.3 การผลิตไอโซโพรพานอลในอุตสาหกรรม.....	6
2.4 หลักการกระบวนการเมมเบรนเพอร์เวปอเรชัน.....	9
2.5 เครื่องสกัดแบบชอกห์เลต.....	10
4.1 ผลของค่าแปรผันทางเคมี เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง ๆ.....	17
4.2 ผลของค่าแปรผันทางเคมีของอัตราส่วนสารตั้งต้นต่าง ๆ เมื่อมีการกำจัดน้ำออกจากปฏิกิริยาอย่างต่อเนื่อง.....	18
4.3 ความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln[-(dC_{MA}/dt)]$ และ $\ln C_{MA}$ ที่การทดลองอัตราส่วน 4:1 ครั้งที่ 1.....	19
4.4 ความสัมพันธ์ระหว่าง $(2.2/(C_{MA}^{0.455}))-(2.2/(C_{MA0}^{0.455}))$ และ เวลา(นาที) ที่การทดลองอัตราส่วน 4:1 ครั้งที่ 1.....	20
4.5 ความสัมพันธ์ระหว่าง $(2.2/(C_{MA}^{0.455}))-(2.2/(C_{MA0}^{0.455}))$ และ เวลา(นาที) ที่การทดลองอัตราส่วน 4:1 ครั้งที่ 2.....	21
4.6 ความสัมพันธ์ระหว่าง $(2.2/(C_{MA}^{0.455}))-(2.2/(C_{MA0}^{0.455}))$ และ เวลา (นาที) ที่การทดลองอัตราส่วน 6:1.....	21
ก.1 ผลการทดลองความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของกรดซัลฟิวริก.....	28
ก.2 ผลการทดลองความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของ Lewatit GF101.....	29
ก.3 ผลการทดลองความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของ DOWEX Monoshere88.....	30
ก.4 ผลการทดลองความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของ Lipozyme TL IM.....	31
ก.5 ผลการทดลองปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันเมื่อกำจัดน้ำออกอย่างต่อเนื่องที่อัตราส่วนไอโซโพรพานอล 4 โมล ต่อ กรดไมริสติก 1 โมล (ครั้งที่ 1).....	34
ก.6 ผลการทดลองปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันเมื่อกำจัดน้ำออกอย่างต่อเนื่องที่อัตราส่วนไอโซโพรพานอล 4 โมล ต่อ กรดไมริสติก 1 โมล (ครั้งที่ 2).....	34
ก.7 ผลการทดลองปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันเมื่อกำจัดน้ำออกอย่างต่อเนื่องที่อัตราส่วนไอโซโพรพานอล 6 โมล ต่อ กรดไมริสติก 1 โมล.....	36
ง.1 ความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln[-(dC_A/dt)]$ และ $\ln C_A$	44
ง.2 ความสัมพันธ์ระหว่าง $(2.2/(C_{MA}^{0.455}))-(2.2/(C_{MA0}^{0.455}))$ และ เวลา(นาที) ที่การทดลองอัตราส่วน 4:1 ครั้งที่ 2.....	46

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปริญญานิพนธ์

ไอโซโพรพิลไมริสเตตเป็นสารอินทรีย์ประเภทเอสเทอร์ เป็นสารไม่มีสี ไม่มีกลิ่น ให้ความชุ่มชื้นแก่ผิวหนัง และสามารถดูดซึมเข้าผิวหนังได้อย่างรวดเร็ว[1] จึงมีการนำมาใช้เป็นวัตถุบออย่างแพร่หลายในหลายอุตสาหกรรม เช่น อุตสาหกรรมเครื่องสำอาง อุตสาหกรรมอาหาร และอุตสาหกรรมยา ซึ่งเป็นส่วนประกอบสำคัญในหลายผลิตภัณฑ์ เช่น ครีมบำรุงผิว แชมพู ลิปสติก น้ำยาบ้วนปาก และยากำจัดเหา เป็นต้น ซึ่งในประเทศไทยนั้นมีการผลิตผลิตภัณฑ์ที่ใช้ไอโซโพรพิลไมริสเตตเป็นส่วนประกอบเป็นจำนวนมาก แต่ปัจจุบันไอโซโพรพิลไมริสเตตที่มีอยู่ในประเทศไทยนั้นล้วนมาจากการนำเข้าจากต่างประเทศทั้งสิ้น ประเทศไทยจึงต้องเสียรายได้ไปกับการนำเข้าวัตถุดิบนี้ ทำให้ต้นทุนการในการผลิตสูงขึ้น ส่งผลให้ผลิตภัณฑ์มีราคาสูง

จากการศึกษาเรื่องกระบวนการผลิตไอโซโพรพิลไมริสเตตพบว่า ไอโซโพรพิลไมริสเตตเกิดจากการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดไมริสติกกับไอโซโพรพานอล โดยที่แต่ละกระบวนการผลิตจะมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่แตกต่างกันออกไป จากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมาพบว่ามีการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาที่เกี่ยวข้องกับปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดไมริสติกกับไอโซโพรพานอล ซึ่งประกอบไปด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ ตัวเร่งปฏิกิริยาอวิวิพันธ์ และตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทเอนไซม์[2] และยังมีงานวิจัยที่ไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งจำเป็นต้องใช้สภาวะอุณหภูมิและความดันสูง[3]

ผู้ศึกษาจึงมีความสนใจในการศึกษาในการหาแนวทางผลิตไอโซโพรพิลไมริสเตตที่มีประสิทธิภาพและมีความบริสุทธิ์สูง โดยสนใจในเรื่องของตัวเร่งปฏิกิริยา และอัตราการเกิดของปฏิกิริยาเมื่อทำการรบกวนสมดุลของปฏิกิริยาโดยการกำจัดน้ำออกอย่างต่อเนื่อง

1.2 วัตถุประสงค์

- 1.2.1 เพื่อหาแนวทางในการผลิตไอโซโพรพิลไมริสเตดที่มีความบริสุทธิ์สูง
- 1.2.2 เพื่อหาแนวทางในการเพิ่มร้อยละผลได้ของไอโซโพรพิลไมริสเตด
- 1.2.3 สร้างแบบจำลองทางจลนพลศาสตร์การสังเคราะห์ไอโซโพรพิลไมริสเตด

1.3 ขอบเขต

- 1.3.1 ศึกษาวิธีเกิดปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของไอโซโพรพิลไมริสเตด โดยใช้ไอโซโพรพานอล กรดไมริสติกเป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยา และใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา
- 1.3.2 ศึกษาการรบกวนสมดุลโดยการกำจัดน้ำ ซึ่งเป็นผลพลอยได้จากการเกิดปฏิกิริยาอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้ปฏิกิริยาไปข้างหน้ามากขึ้น ส่งผลให้เกิดผลิตภัณฑ์มากขึ้น

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

- 1.4.1 เป็นข้อมูลใช้ในการศึกษากระบวนการผลิต และข้อมูลอ้างอิง
- 1.4.2 ทราบแบบจำลองการเกิดปฏิกิริยาเบื้องต้น



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีเบื้องต้นและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 เอสเทอร์

เอสเทอร์ เป็นสารประกอบอินทรีย์ประเภทหนึ่งที่มีหมู่แอลคอกซีคาร์บอนิลเป็นหมู่ฟังก์ชัน มีสูตรทั่วไปเป็น $R'COOR$ หรือ $R'CO_2R$ เมื่อ R' แทนหมู่แอลคิลของหมู่ไฮดรอกซิล(-OH) และ R แทนหมู่แอลคิลของกรดคาร์บอกซิลิก(-COOH)[4]

โดยทั่วไปแล้ว เอสเทอร์เป็นสารเคมีที่มีกลิ่นหอมจึงมักถูกใช้ในอุตสาหกรรมน้ำหอม หรือ อุตสาหกรรมที่ต้องการผลิตภัณฑ์ที่เกี่ยวข้องกับความหอม ซึ่งปฏิกิริยาที่เกี่ยวข้องกับการเกิดเอสเทอร์มีมากมายหลายวิธี ซึ่งจะแสดงปฏิกิริยาที่นิยมใช้ในการผลิตเอสเทอร์เพียงบางปฏิกิริยาดังนี้

2.1.1 ปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดอินทรีย์

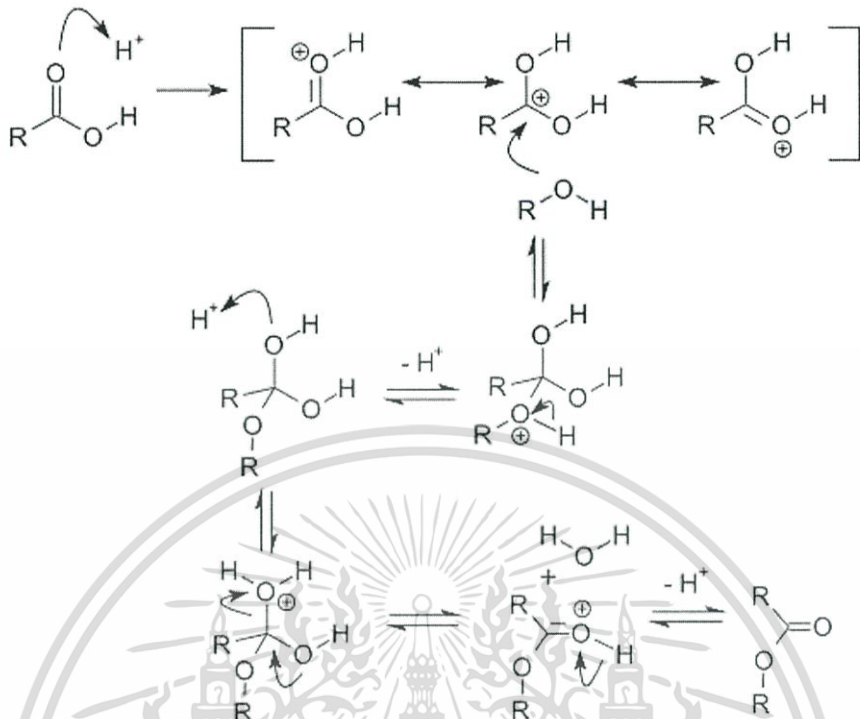
ปฏิกิริยานี้เป็นปฏิกิริยาดั้งเดิมและพบเห็นได้มากที่สุดในการผลิตสารอินทรีย์ประเภทเอสเทอร์ ซึ่งเป็นปฏิกิริยาของกรดคาร์บอกซิลิกกับแอลกอฮอล์โดยมีกรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา(Fisher esterification) ซึ่งแสดงเป็นสมการเคมีได้ดังนี้



ปฏิกิริยานี้สามารถเกิดขึ้นเองได้ช้า จึงจำเป็นต้องใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งส่วนมากจะใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา มีกลไกการเกิดปฏิกิริยาดังรูปที่ 2.1 โดยมีขั้นตอนดังนี้[5]

1. โปรตอนจากตัวเร่งปฏิกิริยากรดถูกถ่ายโอนไปยังออกซิเจนในหมู่คาร์บอนิลของกรดคาร์บอกซิลิกทำให้ความต้องการอิเล็กตรอนของคาร์บอนในหมู่คาร์บอนิลเพิ่มขึ้น
2. คาร์บอนในหมู่คาร์บอนิลสร้างพันธะระหว่างออกซิเจนในแอลกอฮอล์
3. โปรตอนถูกถ่ายโอนจาก ออกโซเนียมไอออน (oxonium ion) ไปยังโมเลกุลที่สองของแอลกอฮอล์เพื่อกระตุ้นการทำงานเชิงซ้อน
4. หนึ่งในโปรตอนของหมู่ไฮดรอกซิลเชิงซ้อนจะช่วยให้เกิด ออกโซเนียมไอออนตัวใหม่
5. ออกโซเนียมไอออน ตัวใหม่ จะสูญเสียน้ำและคายโปรตรอนซึ่งทำให้เกิดเอสเทอร์ตัวใหม่

ทั้งนี้เนื่องจากกระบวนการนี้เป็นปฏิกิริยาสมดุลผันกลับได้ ทำให้ปฏิกิริยาหยุดลงเมื่อถึงจุดสมดุล แต่สามารถเพิ่มค่าผลได้ของปฏิกิริยาได้โดยการเพิ่มสารตั้งต้น(โดยส่วนมากจะเพิ่มแอลกอฮอล์) หรือใช้ตัวดูดซับ เพื่อกำจัดน้ำออกจากปฏิกิริยา ทั้งสองวิธีข้างต้นนี้มีจุดประสงค์เพื่อรบกวนสมดุลของปฏิกิริยาให้ไปข้างหน้ามากขึ้น



รูปที่ 2.1 กลไกการเกิดปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดอินทรีย์[5]

2.1.2 ปฏิกิริยาแอลกอฮอล์ไลซิสของอัลคิลคลอไรด์ และแอซิดแอนไฮไดรด์

ปฏิกิริยานี้เป็นการทำปฏิกิริยาของแอลกอฮอล์กับอัลคิลคลอไรด์ และแอซิดแอนไฮไดรด์ ซึ่งมีสมการเคมีดังนี้



ปฏิกิริยานี้เป็นปฏิกิริยาที่ผันกลับไม่ได้ เหมาะสำหรับการทำปฏิกิริยาในสถานะที่ไม่มีน้ำในปฏิกิริยา เนื่องจากอัลคิลคลอไรด์ และแอซิดแอนไฮไดรด์สามารถทำปฏิกิริยากับน้ำ แต่วิธีนี้ไม่ได้รับความนิยมมากนักเนื่องจากมีค่าใช้จ่ายสูง เหมาะสำหรับการทดลองในห้องปฏิบัติการเท่านั้น

2.1.3 ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน

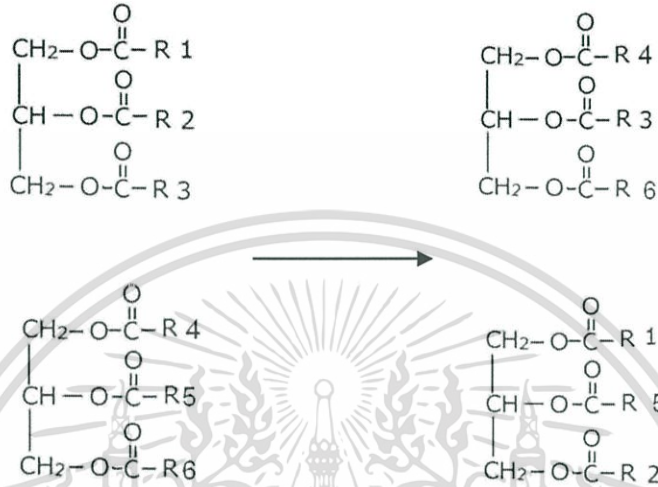
ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันคือปฏิกิริยาที่เปลี่ยนเอสเทอร์ชนิดหนึ่งให้กลายเป็นอีกชนิด โดยมีสมการเคมีดังนี้



ปฏิกิริยานี้สามารถพบเห็นได้บ่อยครั้งในการผลิตไบโอดีเซล ซึ่งปฏิกิริยานี้จะใช้กรด หรือเบสเป็นตัวเร่ง

2.1.4 ปฏิกริยาอินเทอร์เอสเทอร์ฟิเคชัน

อินเทอร์เอสเทอร์ฟิเคชัน คือ ปฏิกริยาเคมีที่ใช้ดัดแปลงโครงสร้างของไตรกลีเซอไรด์ โดยการเปลี่ยนแปลงชนิด หรือตำแหน่งของกรดไขมัน ในโมเลกุลของไตรกลีเซอไรด์ เพื่อเปลี่ยนแปลงสมบัติ เช่น จุดหลอมเหลว โดยการเกิดปฏิกริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน อาจใช้เอนไซม์เป็นตัวเร่งปฏิกริยา



รูปที่ 2.2 ปฏิกริยาอินเทอร์เอสเทอร์ฟิเคชัน [6]

2.2 ไอโซโพรพิลไมริสเตต

ไอโซโพรพิลไมริสเตตเป็นสารอินทรีย์ประเภทเอสเทอร์ ซึ่งเป็นสารที่ไม่มีสีและไม่มีกลิ่น มีคุณสมบัติในการให้ความชุ่มชื้นแก่ผิวหนัง สามารถดูดซึมได้รวดเร็วเร็ว ไม่มีพิษ และสามารถลดความมันของเครื่องสำอางได้ [7,8] ด้วยคุณสมบัติเหล่านี้ไอโซโพรพิลไมริสเตตจึงถูกนำไปใช้เป็นส่วนประกอบสำคัญในหลายๆผลิตภัณฑ์เช่น ครีมบำรุงผิว แชมพู ลิปสติก น้ำยاب้วนปาก หรือ ยากำจัดเหา เป็นต้น

2.2.1 การผลิตในทางอุตสาหกรรม

ในการผลิตไอโซโพรพิลไมริสเตตในปัจจุบันจะใช้ปฏิกริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดอินทรีย์ในการผลิต โดยมีสารตั้งต้นของปฏิกริยาคือกรดไมริสติก และไอโซโพรพานอล มีปฏิกริยาทางเคมีดังนี้

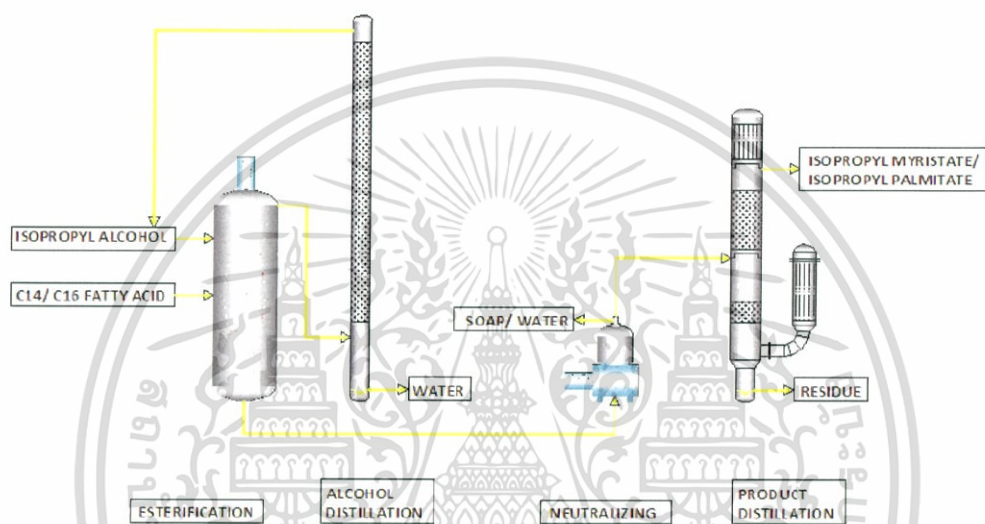


(ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์) (กรดไมริสติก) (ไอโซโพรพิลไมริสเตต) (น้ำ)

ซึ่งในแต่ละอุตสาหกรรมจะมีการใช้ตัวเร่งปฏิกริยาที่แตกต่างกันออกไป โดยแบ่งตัวเร่งปฏิกริยาออกเป็น 2 ประเภท คือ ตัวเร่งปฏิกริยาเอกพันธ์ เช่น กรดต่าง ๆ และเอนไซม์

2.2.2 การผลิตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์[9]

ขั้นตอนการผลิตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์เริ่มต้นจากการทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้นคือ กรดไมริสติก และไอโซโพรพานอล โดยใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในระหว่างการทำปฏิกิริยาจะมีการกลั่น แยกระหว่างน้ำและไอโซโพรพานอล เพื่อนำไอโซโพรพานอลกลับมาทำปฏิกิริยาใหม่ เมื่อทำปฏิกิริยาเสร็จแล้ว ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะถูกนำไปทำให้มีสภาพเป็นกลาง และเข้าสู่กระบวนการกลั่นเพื่อให้ไอโซโพรพิลไมริส เตตมีความบริสุทธิ์เพิ่มขึ้น ดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 การผลิตไอโซโพรพิลไมริสเตดในอุตสาหกรรม[9]

2.2.3 การผลิตโดยใช้เอนไซม์[2]

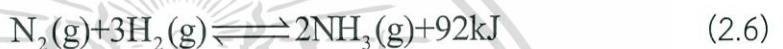
ขั้นตอนการผลิตโดยใช้เอนไซม์เริ่มจากทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้นคือกรดไมริสติก และไอโซโพรพานอลเช่นเดียวกับการผลิตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ แต่การผลิตแบบนี้จะในเอนไซม์ในการเร่งปฏิกิริยา เอนไซม์ที่ใช้คือ *Candida Antarctica* เมื่อทำปฏิกิริยาถึงจุดสมดุลแล้ว ก็จะทำการแยกน้ำออกจากปฏิกิริยาโดยใช้เมมเบรนแบบ Polyvinyl alcohol(PVA) การใช้เมมเบรนในการแยกมีข้อดีคือจะมีแต่น้ำเท่านั้นที่ออกไปจากปฏิกิริยา ทำให้ไม่ต้องทำการกลั่นเพื่อแยกน้ำออกจากไอโซโพรพานอล เมื่อทำการแยกน้ำแล้วก็นำไปทำปฏิกิริยาใหม่อีกครั้ง และเมื่อถึงจุดสมดุลแล้วก็จะถูกนำไปแยกน้ำด้วยเมมเบรนอีก ซึ่งจะทำวนไปเรื่อยๆจนกรดไมริสติกซึ่งเป็นสารตั้งต้นเปลี่ยนเป็นผลิตภัณฑ์ทั้งหมด และสุดท้ายจะนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปกลั่นแยกไอโซโพรพานอลออก เพื่อให้ได้ไอโซโพรพิลไมริสเตดที่มีความบริสุทธิ์

2.3 การรบกวนสมดุลโดยหลักการของเลอชาเตอลิเอ[10]

การทำนายทิศทางการเปลี่ยนแปลงของสมดุลเคมีจะอาศัย หลักของเลอชาเตอลิเอ(Le Chatelier's principle) โดยหลักการกล่าวว่า ถ้าระบบที่อยู่ในสมดุลเคมีถูกรบกวนโดยการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้น อุณหภูมิ ปริมาตร หรือความดันย่อย สมดุลจะมีการเลื่อนตำแหน่ง (shift) เพื่อลดการรบกวนนั้นเข้าสู่สมดุลอีกครั้งหนึ่ง

การใช้หลักของเลอชาเตอลิเอในอุตสาหกรรม

ในวงการอุตสาหกรรม ผู้ผลิตจะเลือกกรรมวิธีผลิตที่สามารถเปลี่ยนวัตถุดิบหรือสารตั้งต้นให้เกิดเป็นผลิตภัณฑ์ได้มากที่สุด โดยเสียเวลาและค่าใช้จ่ายน้อยที่สุด จึงมีการนำหลักของเลอชาเตอลิเอมาใช้กันอย่างแพร่หลาย เช่น การผลิตแก๊สแอมโมเนีย เพื่อใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟต พลาสติกหรือสีย้อม การผลิตแก๊สแอมโมเนียใช้สารตั้งต้นคือแก๊สไนโตรเจนที่ได้จากแก๊สธรรมชาติ ปฏิกริยาระหว่างแก๊สไนโตรเจนกับแก๊สไฮโดรเจนเกิดขึ้น ดังสมการ



ปฏิกริยานี้เป็นปฏิกริยาคายความร้อน และเป็นปฏิกริยาผันกลับได้ ที่ภาวะสมดุล จึงมีสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ทุกชนิดปนกัน การทดลองผลิตแก๊สแอมโมเนีย (NH_3) ที่อุณหภูมิ และความดันต่างๆ ได้แก๊ส NH_3 คิดเป็นร้อยละต่างๆ ร้อยละโดยโมลของ NH_3 ที่สมดุล ที่ความดันและอุณหภูมิต่างๆ ที่ความดันค่าหนึ่ง เมื่อใช้อุณหภูมิต่ำจะผลิตแก๊ส NH_3 ปริมาณมากกว่าเมื่อผลิตที่อุณหภูมิสูง ซึ่งสามารถอธิบายโดยใช้หลักของเลอชาเตอลิเอได้ว่า เนื่องจากปฏิกริยาของการผลิต $\text{NH}_3(\text{g})$ เป็นแบบคายความร้อน ถ้าลดอุณหภูมิสมดุลของระบบเสียไป ในทิศทางที่จะต้องปรับตัวเกิดปฏิกริยาไปข้างหน้ามากขึ้น เพื่อคายพลังงานเพิ่มขึ้น ตามหลักของเลอชาเตอลิเอ ที่สมดุลใหม่จะพบว่าปริมาณ $\text{NH}_3(\text{g})$ เพิ่มขึ้น ที่อุณหภูมิต่ำค่าหนึ่ง เมื่อเพิ่มความดันจะได้แก๊ส NH_3 มากขึ้น ปฏิกริยาที่เป็นแก๊ส จำนวนโมลของแก๊สที่เป็นสารตั้งต้นไม่เท่ากับจำนวนโมลของแก๊สที่เป็นผลิตภัณฑ์ในสมการที่ดุลแล้ว เมื่อเพิ่มความดัน ทำให้สมดุลเสียไปในทิศทางต้องเกิดจากการปรับตัวเกิดปฏิกริยาไปข้างหน้ามากขึ้น ที่สมดุลใหม่จะพบว่าปริมาณ $\text{NH}_3(\text{g})$ การผลิตแก๊ส NH_3 ให้มีปริมาณมาก ควรเลือกผลิตที่อุณหภูมิต่ำ และความดันสูง การผลิตแก๊ส NH_3 ในอุตสาหกรรม นอกจากต้องผลิต $\text{NH}_3(\text{g})$ มากๆ แล้วยังต้องคำนึงถึงเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกริยา คือ ถ้าผลิตที่อุณหภูมิต่ำ จะมีอัตราการเกิดปฏิกริยาต่ำ ทำให้ได้แก๊ส NH_3 ช้า เป็นการสิ้นเปลืองเวลา จากการทดลองพบว่า อุณหภูมิที่พอเหมาะในการผลิตแก๊ส NH_3 คือ 500 องศาเซลเซียส

จากหลักการดังกล่าวจึงนำมาใช้เพิ่มร้อยละผลผลิตของไอโซโพรพิลไมริสเตต งานวิจัยจึงเลือกที่จะรบกวนสมดุลด้วย 2 ปัจจัย คือ 1. การกำจัดผลิตภัณฑ์ที่เป็นผลพลอยได้ ออก และ 2. การเพิ่มสารตั้งต้นตัวใดให้มากเกินไป โดยการทดลองเป็นปฏิกริยาเอสเทอร์ฟิเคชันผลิตภัณฑ์ที่ได้คือ เอสเทอร์ และ น้ำ จึงกำจัดน้ำออกเพื่อรบกวนสมดุล และนอกจากจะกำจัดน้ำออกแล้ว ยังรบกวนสมดุลด้วยการเติมผลิตภัณฑ์ให้มากเกินไปโดยผลิตภัณฑ์ที่เรเติมมากเกินไป คือ ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ จาก 2 ปัจจัยดังกล่าวทำให้สมดุลจะมีการเลื่อนตำแหน่ง

2.4 กระบวนการแยกน้ำออกจากปฏิกิริยา

การกำจัดน้ำเป็นการรบกวนสมดุลของปฏิกิริยา ทำให้ปฏิกิริยาไปข้างหน้ามากขึ้น ได้ผลิตภัณฑ์มากขึ้น หรือค่าแปรผันทางเคมีของสารตั้งต้นเพิ่มขึ้น ซึ่งกระบวนการแยกน้ำแบ่งออกเป็น 2 วิธี คือ

2.4.1 การแยกน้ำโดยการใช้ตัวดูดซับ[11]

การดูดซับเป็นกระบวนการที่เกี่ยวข้องกับการสะสมตัวของสาร หรือความเข้มข้นของสารที่บริเวณพื้นผิวหรือระหว่างผิวหน้า กระบวนการนี้สามารถเกิดที่บริเวณผิวสัมผัสระหว่าง 2 สภาวะใดๆ เช่น ของเหลวกับของเหลว ก๊าซกับของเหลว ก๊าซกับของแข็ง หรือของเหลวกับของแข็ง โดยการใช้ตัวดูดซับโมเลกุลบนพื้นผิวแบ่งออกเป็น 2 ประเภท คือ

1) การดูดซับทางกายภาพ (Physical adsorption) หมายถึง การดูดซับที่เกี่ยวข้องกับแรง แวนเดอร์วาลส์ (Van der Waals) ซึ่งเป็นแรงแบบอ่อน ซึ่งไม่เกี่ยวข้องกับการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของอิเล็กตรอนทั้งในโมเลกุลของตัวถูกดูดซับหรือที่พื้นผิวของซับสเตรต

2) การดูดซับทางเคมี (Chemical adsorption) หมายถึง การดูดซับที่เกี่ยวข้องกับพันธะทางเคมี ซึ่งเกี่ยวข้องกับการจัดตัวใหม่ของความหนาแน่นของอิเล็กตรอนที่เกิดจากการสร้างพันธะระหว่างโมเลกุลตัวถูกดูดซับและพื้นผิวของซับสเตรต โดยธรรมชาติของพันธะทางเคมีนี้จะเกี่ยวข้องกับ ลักษณะความเป็นไอออนิก (Ionic character) หรือลักษณะความเป็นโควาเลนต์ (Covalent character)

ในปฏิกิริยาป็นนี้มีการใช้ตัวดูดซับทางกายภาพ คือโมเลกุลาร์ซีฟ ซึ่งโมเลกุลาร์ซีฟแบ่งออกตามขนาดของรูพรุน ดังแสดงในตารางที่ 2.1 ในการเลือกใช้ขนาด 3Å ซึ่งเหมาะสมต่อการแยกน้ำออกจากไอโซโพรพานอล โดยจากข้อมูลพบว่าน้ำมีขนาดโมเลกุล 2.63 อังสตรอม และ แอลกอฮอล์มีขนาด 16.05 อังสตรอม[12]

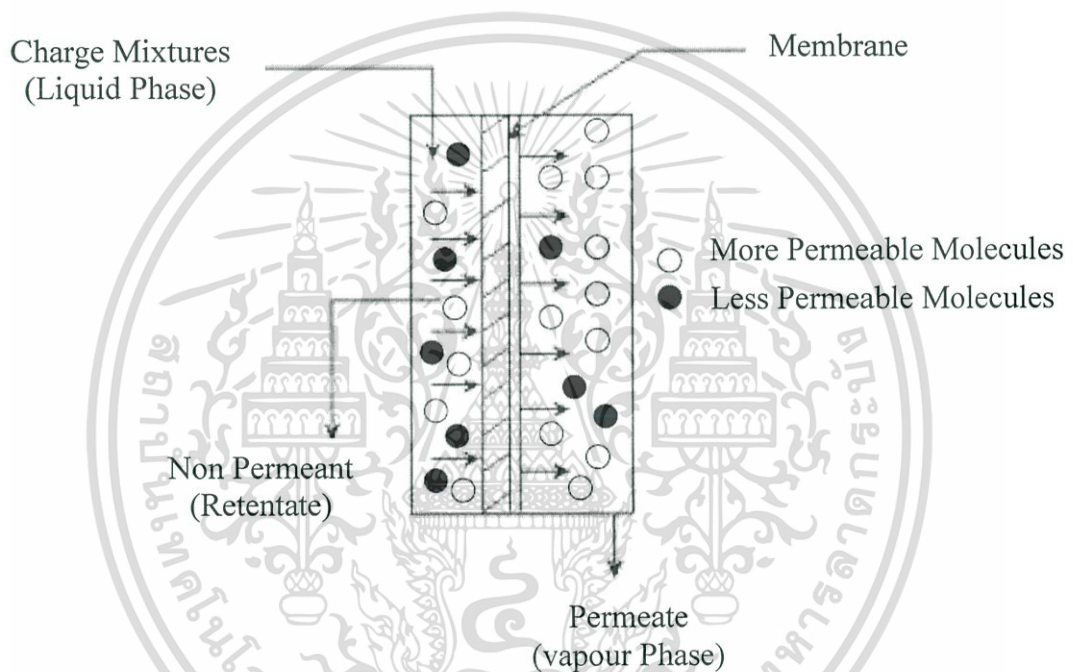
ตารางที่ 2.1 แสดงชนิดของโมเลกุลาร์ซีฟและคุณสมบัติต่างๆ[11]

ชนิด	เส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน (อังสตรอม)	ความหนาแน่นรวม (กรัม/มิลลิลิตร)	การดูดซับน้ำ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
3Å	3	0.60-0.68	19-20
4Å	4	0.60-0.65	20-21
5Å	5	0.60-0.65	20-21
10X	8	0.50-0.60	23-24
13X	10	0.55-0.65	23-24

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.2 การแยกน้ำโดยใช้เมมเบรน[13]

การใช้เมมเบรนเป็นอีกวิธีการที่สามารถแยกน้ำออกได้ โดยกระบวนการกระบวนการเพอแวก-พอเรชัน เป็นกระบวนการแยกสารละลายผ่านเมมเบรนเนื้อแน่น เหมาะสำหรับการแยกสารละลายผสมซึ่งมีองค์ประกอบหนึ่งอยู่ในอัตราส่วน มีประโยชน์มากกับสารละลายอะซิโโทรป เช่น สารละลายแอลกอฮอล์-น้ำ หรือ สารอินทรีย์ที่เจือปนในน้ำทิ้ง หลักการของกระบวนการเมมเบรนเพอแวกพอเรชันคือ องค์ประกอบหนึ่งในสารละลายของเหลวบ่อนสามารถแพร่และละลายผ่านเมมเบรนสังเคราะห์ โดยอาศัยแรงขับเคลื่อนเนื่องจากผลต่างของความสามารถในการละลายและการแผ่ผ่านเมมเบรน ดังรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 หลักการกระบวนการเมมเบรนเพอแวกพอเรชัน[13]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

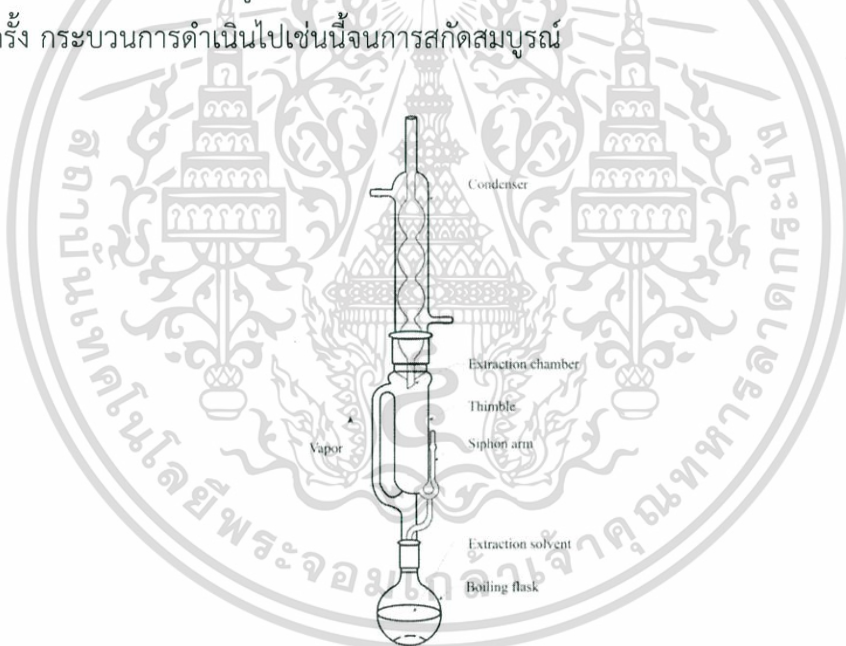
2.5 เครื่องมือสกัดแบบซอกท์เลต(S Soxhlet Extractor)

เครื่องมือสกัดแบบซอกท์เลตเป็นเครื่องมือสกัดแบบ Solid/Liquid Extraction เพื่อสกัดสารที่ต้องการออกจากของแข็งโดยการใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสม ในปริญญานิพนธ์นี้มีการประยุกต์ใช้เครื่องมือสกัดแบบซอกท์เลตเพื่อใช้กำจัดน้ำออกจากปฏิกิริยา

2.5.1 หลักการของเครื่องมือสกัดแบบซอกท์เลต[14]

เครื่องมือสกัดแบบซอกท์เลต(รูปที่ 2.5) มีความพิเศษคือ ใช้ตัวทำละลายในปริมาณน้อย เนื่องจากตัวทำละลายที่ใช้สกัดสารจะระเหยและควบแน่นกลับมาอีกครั้งด้วยระบบหล่อเย็น ทำให้สารละลายสามารถสกัดได้อีกหลายครั้งในลักษณะหมุนเวียนเพื่อเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพการสกัด จนกระทั่งสารที่ต้องการสกัดมีปริมาณเข้มข้นมากพอ

วิธีการในการสกัดทำได้โดยเริ่มจากการบรรจุของแข็งที่ต้องการสกัดลงใน Thimble จากนั้นเทสารละลายลงในขวดด้านล่าง(Boiling flask) และให้ความร้อนจนตัวทำละลายระเหยขึ้นไปแล้วกลั่นตัวลงมาใน Thimble เมื่อสารที่สกัดได้สูงถึงระดับกาลักน้ำ สารสกัดจะไหลกลับลงมาในขวดบรรจุสารละลายด้านล่างอีกครั้ง กระบวนการดำเนินไปเช่นนี้จนการสกัดสมบูรณ์



รูปที่ 2.5 เครื่องสกัดแบบซอกท์เลต

2.5.2 การประยุกต์ใช้เครื่องมือสกัดแบบซอกท์เลตในการกำจัดน้ำ

การใช้เครื่องมือสกัดแบบซอกท์เลตในการกำจัดน้ำออกจากปฏิกิริยาทำได้โดยการบรรจุตัวดูดซับน้ำ(โมเลกุลาร์ซีฟ 3Å) ลงใน Thimble ซึ่งความร้อนในขณะที่ทำปฏิกิริยาทำให้แอลกอฮอล์และน้ำระเหยขึ้นไปแล้วกลั่นตัวลงมาใน Thimble ซึ่งจะทำให้ น้ำที่ควบแน่นลงมาแล้วถูกดูดซับออกจากแอลกอฮอล์ และเมื่อแอลกอฮอล์อยู่ในระดับกาลักน้ำแล้ว แอลกอฮอล์ก็จะไหลกลับไปที่ขวดบรรจุสารด้านล่างอีกครั้ง

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Yalçinyuva และคณะ (2008) [2] ศึกษาจลนพลศาสตร์และปัจจัยต่างๆที่ส่งผลต่อปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดไมริสติกและไอโซโพรพานอล ปัจจัยที่ได้ทำการศึกษา ได้แก่ อัตราส่วนของสารตั้งต้น โดยทำการเพิ่มโมลไอโซโพรพานอลตั้งแต่อัตราส่วน 1:1 ถึง 10:1 อัตราการใส่ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ตั้งแต่ร้อยละ 0.2 ถึง 2 เปรียบเทียบความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์และตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ และได้ทำการทดลองที่อุณหภูมิตั้ง 60 ถึง 80 องศาเซลเซียส ผลการทดลองสรุปได้ดังนี้ การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์และตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ที่สภาวะต่างๆ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ คือ กรดซัลฟูริก และกรดพาราโทลูอินซัลโฟนิค(p-TSA) ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ คือ Amberlyst-15 และ Degussa พบว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ทั้ง 2 ชนิดให้ค่าแปรผันทางเคมีสูงใช้เวลาน้อย แต่กรดพาราโทลูอินซัลโฟนิคจะให้ค่าแปรผันทางเคมีสูงกว่าเล็กน้อยที่เวลาเท่ากัน ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ให้ค่าแปรผันทางเคมีค่อนข้างต่ำเมื่อเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ที่เวลาเท่ากัน ส่วนอุณหภูมิที่ทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้เร็วที่สุดคืออุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ในส่วนของอัตราส่วนสารตั้งต้นเนื่องจากปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันเป็นปฏิกิริยาที่ผันกลับได้ ทำให้เมื่อเพิ่มสารตั้งต้นชนิดใดตัวหนึ่งมากเกินไปจะทำให้ปฏิกิริยาไปข้างหน้ามากขึ้น ซึ่งงานวิจัยนี้ได้ใช้ไอโซโพรพานอลเป็นสารตั้งต้นที่มากเกินไปพบว่าอัตราส่วนที่ทำให้ปฏิกิริยาไปข้างหน้ามากขึ้นอย่างมีนัยสำคัญคือ อัตราส่วนไอโซโพรพานอล ต่อกรดไมริสติก ตั้งแต่ 1:1 ถึง 3:1

M.C. de Jong และคณะ[15] ศึกษาเปรียบเทียบชนิดแอลกอฮอล์ระหว่างไอโซโพรพิลไมริสเตดกับนอร์มอลโพรพานอลในการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันกับกรดไมริสติก โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากรดพาราโทลูอินซัลโฟนิค(p-TSA) พบว่าไอโซโพรพิลไมริสเตดมีอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่ช้ากว่าการใช้นอร์มอลโพรพานอล เนื่องจากพบว่าแรง Steric hindrance และเหตุผลที่เลือกใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ คือ ค่าแปรผันทางเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์ที่มีค่าต่ำอาจเกิดจากปัญหาการแพร่กระจายกรดไมริสติกในรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์เกิดได้ไม่ดีส่งผลให้ค่าแปรผันทางเคมีมีค่าต่ำ

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงาน

การทดลองแบ่งออกเป็น 2 ตอน โดยการทดลองแรกเป็นการศึกษาเกี่ยวกับตัวเร่งปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดไมริสติก และไอโซโพรพานอล ในส่วนของการทดลองที่สองเป็นการทดลองเพื่อศึกษาค่าแปรผันทางเคมีของกรดไมริสติกเมื่อทำการกำจัดน้ำออกจากปฏิกิริยาอย่างต่อเนื่อง

3.1 อุปกรณ์

1) บิวเรต	จำนวน 1 ชั้น
2) ขวดรูปชมพูนขนาด 250 มิลลิลิตร	จำนวน 10 ชั้น
3) บีกเกอร์ขนาด 2,000 มิลลิลิตร	จำนวน 2 ชั้น
4) บีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร	จำนวน 1 ชั้น
5) ปีเปตขนาด 1 มิลลิลิตร	จำนวน 1 ชั้น
6) ปีเปตขนาด 10 มิลลิลิตร	จำนวน 1 ชั้น
7) ขวดกั้นกลม 3 คอ ขนาด 500 มิลลิลิตร	จำนวน 1 ชั้น
8) แท่งแก้วคนสาร	จำนวน 1 แท่ง
9) กรวยกรองแก้ว	จำนวน 1 ชั้น
10) หลอดหยดสาร	จำนวน 1 ชั้น
11) เทอร์โมคัปเปิล	จำนวน 1 ชุด
12) เครื่องกวนสารให้ความร้อน	จำนวน 1 เครื่อง
13) ชุดการสกัดด้วยระบบชอกท์เสต	จำนวน 1 ชุด
14) ชุดคอนเดนเซอร์ไส้ตรง	จำนวน 2 ชุด
15) เครื่องปฏิกรณ์แบบแจคเก็ต	จำนวน 1 ชุด
16) อ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ	จำนวน 1 เครื่อง
17) เครื่องควบคุม	จำนวน 1 เครื่อง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2 สารเคมี

- 1) โซเดียมไฮดรอกไซด์
- 2) กรดซัลฟิวริกความเข้มข้น ร้อยละ 98
- 3) ไอโซโพรพานอลเข้มข้น ร้อยละ 95
- 4) กรดไมริสติก ความบริสุทธิ์ 99.9
- 5) น้ำผ่านระบบรีเวอร์สออสโมซิส
- 6) ฟีนอล์ฟทาลีน
- 7) เอทิลแอลกอฮอล์ความเข้มข้น ร้อยละ 95
- 8) เรซิน Lewatit GF 101
- 9) เรซิน Dowex Monosphere88
- 10) เอนไซม์ Lipozyme TL IM
- 11) โมเลกุลาร์ซีฟขนาด 3Å

3.3 วิธีการทดลอง

ตอนที่ 1 การเตรียมสาร

1. การเตรียมฟีนอล์ฟทาลีนใช้ในการไทเทรตหาปริมาณกรดไขมันอิสระ

- 1.1 นำฟีนอล์ฟทาลีนมาชั่งให้ได้น้ำหนัก 0.25 กรัม
- 1.2 ละลายฟีนอล์ฟทาลีนในเอทิลแอลกอฮอล์ ความเข้มข้นร้อยละ 95 โดยปริมาตร จนได้ปริมาณครบ 50 มิลลิลิตร
- 1.3 กวนผสมให้เข้ากัน และบรรจุสารลงในภาชนะที่เหมาะสม

2. การเตรียมโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.25 M

- 2.1 ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์น้ำหนัก 10 กรัม
- 2.2 ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงในน้ำผ่านระบบรีเวอร์สออสโมซิสปริมาตร 1 ลิตร
- 2.3 กวนผสมให้เข้ากัน และบรรจุสารลงในภาชนะที่เหมาะสม

3. เตรียมไอโซโพรพานอลที่ใช้ในการทดสอบหากรดไขมันอิสระมาทำให้มีฤทธิ์เป็นกลาง ตามมาตรฐาน AOCS Official Method Ca 5a-40

- 3.1 โดยหยดฟีนอล์ฟทาลีน 0.1 มิลลิลิตร ลงในแอลกอฮอล์ที่เตรียมไว้
- 3.2 หยดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.25 โมลาร์ จนแอลกอฮอล์มีสีชมพูอ่อน
- 3.3 แอลกอฮอล์ที่ได้จะมีฤทธิ์เป็นกลาง นำแอลกอฮอล์ที่ได้ไปใช้ทดสอบ

ตอนที่ 2 การทดลองตัวเร่งปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน

1. ติดตั้งอุปกรณ์การทดลองทำการทดลองในเครื่องปฏิกรณ์แบบแจ็กเก็ตควบคุมอุณหภูมิอยู่ในช่วง 60-80 องศาเซลเซียส ดังข้อมูลตามตารางที่ 3.1
2. การทดลองเลือกใช้อัตราส่วนแอลกอฮอล์ต่อกรดไมริสติก ตัวเร่งปฏิกิริยา และปริมาณการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาดัง ข้อมูลตามตารางที่ 3.1
3. เก็บตัวอย่างตามช่วงเวลาต่าง ๆ จนครบเวลา 6 ชั่วโมง

ตารางที่ 3.1 สภาวะในการทดลองตัวเร่งปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน

ตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วน ไอโซโพรพานอลต่อไมริสติก	อุณหภูมิ (°C)	ปริมาณการเติม ตัวเร่งปฏิกิริยา
กรดฟอสฟอริก	3:1	80	ร้อยละ 2 ของโมลกรดไขมัน
Lewatit GF 101	3:1	80	ร้อยละ 5 ของน้ำหนักกรดไขมัน
Dowex Monosphere88	1:2	80	ร้อยละ 5 ของน้ำหนักกรดไขมัน
Lipozyme TL IM	3:1	60	ร้อยละ 5 ของน้ำหนักกรดไขมัน

ตอนที่ 3 การทดลองปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันโดยทำการกำจัดน้ำออกอย่างต่อเนื่อง

1. ทำการเทน้ำมันพืชลงในบีกเกอร์ขนาด 2000 มิลลิลิตร ประมาณครึ่งหนึ่งของบีกเกอร์ โดยวางบีกเกอร์ไว้บนเครื่องกวนสารให้ความร้อน เพื่อให้ความร้อน
2. ติดตั้งอุปกรณ์โดยบรรจุสารลงในขวดก้นกลมขนาด 500 มิลลิลิตร แบบ 3 คอ โดยให้อัตราส่วนแอลกอฮอล์ต่อกรดไมริสติกที่ 4:1 และ 6:1
3. ทำการติดตั้งเครื่องสกัดแบบชอกท์เสตลงในคอตรงกลางของขวดก้นกลม ส่วนอีก 2 คอที่เหลือให้ทำการติดตั้งเทอร์โมมิเตอร์ไว้ 1 คอ และเหลือคอไว้สำหรับเก็บตัวอย่างอีก 1
4. ติดตั้งเครื่องควบคุมอุณหภูมิกับเครื่องกวนสารให้ความร้อนเข้าด้วยกัน พร้อมทั้งต่อสายเทอร์โมคัปเปิลในบีกเกอร์ขนาด 2000 มิลลิลิตร
5. ติดตั้งระบบควบแน่นบริเวณเหนือชอกท์เสตและบริเวณเก็บตัวอย่างสารเพื่อไม่ให้แอลกอฮอล์ระเหยแล้ว ต่อระบบควบแน่นเข้ากับแหล่งจ่ายน้ำ
6. เปิดเครื่องกวนสารให้ความร้อน เพื่อให้ความร้อนโดยที่ตั้งค่าไว้ที่ 120 องศาเซลเซียส
7. รอจนกระทั่งอุณหภูมิคงที่ จากนั้นทำการเติมกรดซัลฟิวริก เป็นจำนวนร้อยละ 2 ของโมลกรดไมริสติก เพื่อเร่งปฏิกิริยาและเริ่มนับเวลาการทดลอง
8. ทำการเก็บตัวอย่างตามช่วงเวลาต่าง ๆ จนครบเวลา 6 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4 วิธีการวิเคราะห์

การวิเคราะห์สารตัวอย่างทั้ง 2 ตอนไม่เหมือนกัน เนื่องจากปริมาตรสารที่ทำปฏิกิริยาในตอนที่ไม่คงที่ เพราะขณะทำปฏิกิริยาจะมีไอโซโพรพานอลบางส่วนขึ้นไปอยู่ในด้านบนของชอกท์เลต จึงวิธีการทดลองดังนี้

การหาปริมาณกรดไขมันอิสระในตอนที่ 1

ในตอนที่ 1 ปริมาตรของสารขณะทำปฏิกิริยานั้นคงที่ ทำให้สามารถเก็บตัวอย่างและนำมาวิเคราะห์ได้ทันที ซึ่งมีขั้นตอนคือ

1. เก็บตัวอย่างโดยให้น้ำหนักประมาณ 2-3 กรัม ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร
2. เติมฟีนอล์ฟทาลีน 2-3 หยด และเติมไอโซโพรพานอลที่มีสภาพเป็นกลาง 30 มิลลิลิตร ลงตัวอย่าง จากนั้นเขย่าให้ตัวอย่างละลายในไอโซโพรพานอลที่มีสภาพเป็นกลาง
3. ไตเตรตสารละลายตัวอย่างด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.25 M จนกระทั่งได้สีชมพู
4. นำค่าน้ำหนักและปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้มาคำนวณค่าเปอร์เซ็นต์กรดไขมันอิสระ (%FFA) ที่เหลืออยู่ในตัวอย่าง ปริมาณของกรดไขมันอิสระจะลดลง เมื่อปฏิกิริยาดำเนินไป ตามความสัมพันธ์ดังนี้

$$\%FFA = \frac{\text{NaOH Volume (ml)} \times \text{NaOH Concentration (N)} \times 228 \times 100}{\text{Sample Weight (g)}} \quad (3.1)$$

5. จากนั้นนำค่าเปอร์เซ็นต์กรดไขมันอิสระที่ได้ไปคำนวณค่าแปรผันทางเคมี (conversion) แล้วนำค่าแปรผันทางเคมีไปคำนวณความเข้มข้น ที่เวลาต่างๆได้ตามสมการ(3.2)

$$\%Conversion = \frac{\%FFA_0 - \%FFA_t}{\%FFA_0} \times 100 \quad (3.2)$$

การหาปริมาณกรดไขมันอิสระในตอนที่ 2

วิธีการวิเคราะห์ปฏิบัติตามเช่นเดียวกับตอนที่แล้วในขั้นตอนที่ 1 ถึง 3 แต่ก่อนการคำนวณในขั้นตอนที่ 4 และ 5 จะนำสารตัวอย่างที่ผ่านการไทเทรตแล้วไปอบในตู้อบอุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง เพื่อกำจัดไอโซโพรพานอลและน้ำออกจากสารตัวอย่าง ให้เหลือแต่กรดไขมัน และไอโซโพรพิลไมริสเตต นำไปชั่งน้ำหนัก และนำไปคำนวณในขั้นตอนที่ 4 และ 5 เช่นเดียวกับตอนที่ 1 (วิธีคำนวณโดยละเอียดจะแสดงในภาคผนวก ค)

3.5 ขั้นตอนการสร้างแบบจำลองจลนพลศาสตร์

1. เมื่อทราบความเข้มข้นที่เวลาต่างๆแล้ว ทำการวิเคราะห์อัตราการเกิดปฏิกิริยาด้วยวิธีเชิงอนุพันธ์ (Differential method) เพื่อหาค่าอันดับการเกิดปฏิกิริยา (α) และ ค่าคงที่การเกิดปฏิกิริยา (k')
2. เนื่องจากแอลกอฮอล์ที่ใช้ในปฏิกิริยามีปริมาณมากเกินไป ดังนั้นรูปแบบสมการจลนพลศาสตร์คือ

$$\frac{dC_A}{dt} = k'C_A^\alpha \quad (3.3)$$

3. สามารถหาค่า dC_A/dt ด้วยวิธี numerical Method เพื่อนำค่าที่ได้มาพลอตกราฟระหว่าง $\ln(dC_A/dt)$ กับค่า $\ln C_A$
4. จากนั้นจึงหาสมการเส้นแนวโน้ม เพื่อหาค่าอันดับการเกิดปฏิกิริยา และ ค่าคงที่การเกิดปฏิกิริยา
5. นำค่าค่าอันดับการเกิดปฏิกิริยาและค่าคงที่การเกิดปฏิกิริยาที่ได้ไปออกแบบสมการจลนพลศาสตร์

3.6 การคาดการณ์การเกิดปฏิกิริยาจากแบบจำลองจลนพลศาสตร์

1. นำสมการแบบจำลองที่ได้ มาคาดการณ์การเกิดปฏิกิริยาด้วยวิธีอินทิกรัล (Integral method)
2. โดยนำค่าอันดับการเกิดปฏิกิริยา (α) และ ค่าคงที่การเกิดปฏิกิริยา (k') ที่ได้จากขั้นตอนการสร้างแบบจำลองจลนพลศาสตร์มาใช้ นำมาอินทิเกรต จะได้รูปแบบสมการดังนี้

$$\int_0^A \frac{1}{C_A^\alpha} dC_A = k't \quad (3.4)$$

3. พล็อตกราฟระหว่าง เทอม $\int_0^A \frac{1}{C_A^\alpha} dC_A$ กับค่าเวลา (t) โดยใช้ค่าความเข้มข้น (C_A) และ เวลา (t)

จากการทดลอง

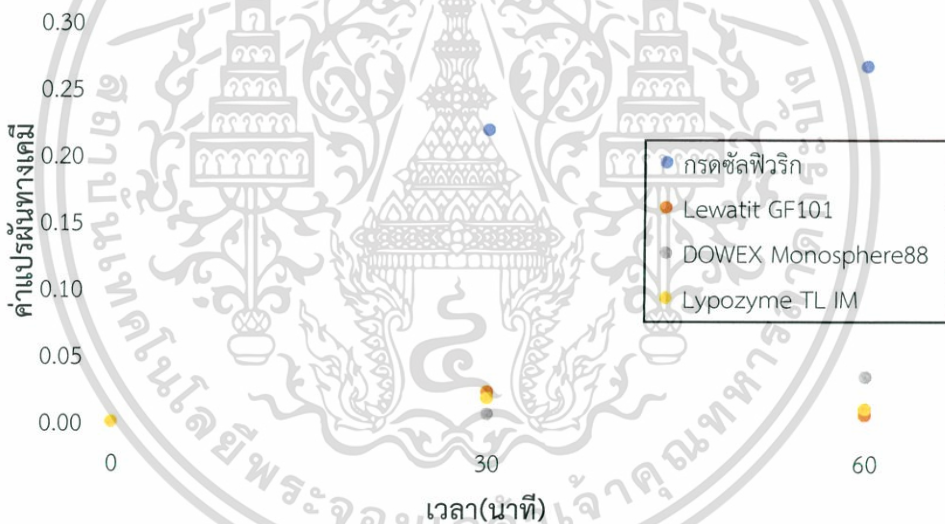
4. สร้างสมการเส้นแนวโน้ม และ ค่า R^2 จากกราฟที่ได้
5. พิจารณาค่า R^2 ถ้ามีค่าเข้าใกล้หนึ่ง พิจารณาว่าแบบจำลองจลนพลศาสตร์มีความน่าเชื่อถือ

บทที่ 4

ผลการดำเนินงานและวิเคราะห์ผล

4.1 ผลของตัวเร่งปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน

ปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันโดยปกติมีอัตราการเกิดที่ช้า ดังนั้นเพื่อให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาเร็วกว่าปกติจึงต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา จากการทดลองใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 4 ตัว ซึ่งประกอบไปด้วย กรดซัลฟิวริก Lewatit GF101 DOWEX Monosphere และ Lipozyme TL IM (ข้อมูลผลการทดลองโดยละเอียดอยู่ในภาคผนวก ก) พบว่ามีเพียงกรดซัลฟิวริกเท่านั้นที่สามารถเร่งปฏิกิริยาได้ดี จากรูปที่ 5.1 จะเห็นได้ว่าปฏิกิริยาที่ใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยามีค่าแปรผันทางเคมีของกรดไมริสติกประมาณ 0.7 เมื่อทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 6 ชั่วโมง 30 นาที ซึ่งเมื่อทำการทดลองด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดอื่น จะเห็นได้ว่าเมื่อทำปฏิกิริยาไปเป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าค่าแปรผันทางเคมีต่ำมาก ซึ่งเมื่อเทียบกับกรดซัลฟิวริกที่เวลาเท่ากันแล้ว จะเห็นได้ว่าค่าแปรผันทางเคมีของปฏิกิริยาที่ใช้กรดซัลฟิวริกมีค่าเท่ากับ 0.27 ดังรูปภาพที่ 4.1

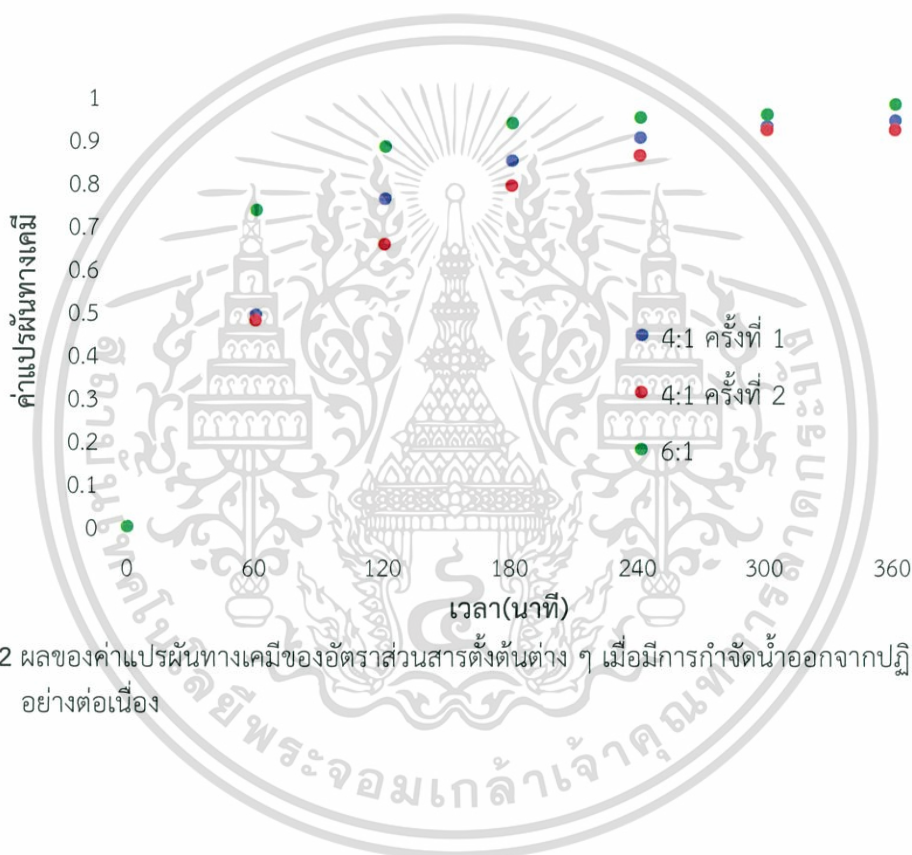


รูปที่ 4.1 ผลของค่าแปรผันทางเคมี เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง ๆ

ผลทดลองนี้จึงเลือกใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการทดลองต่อไป

4.2 ผลของค่าแปรผันทางเคมีเมื่อมีการกำจัดน้ำออกอย่างต่อเนื่อง

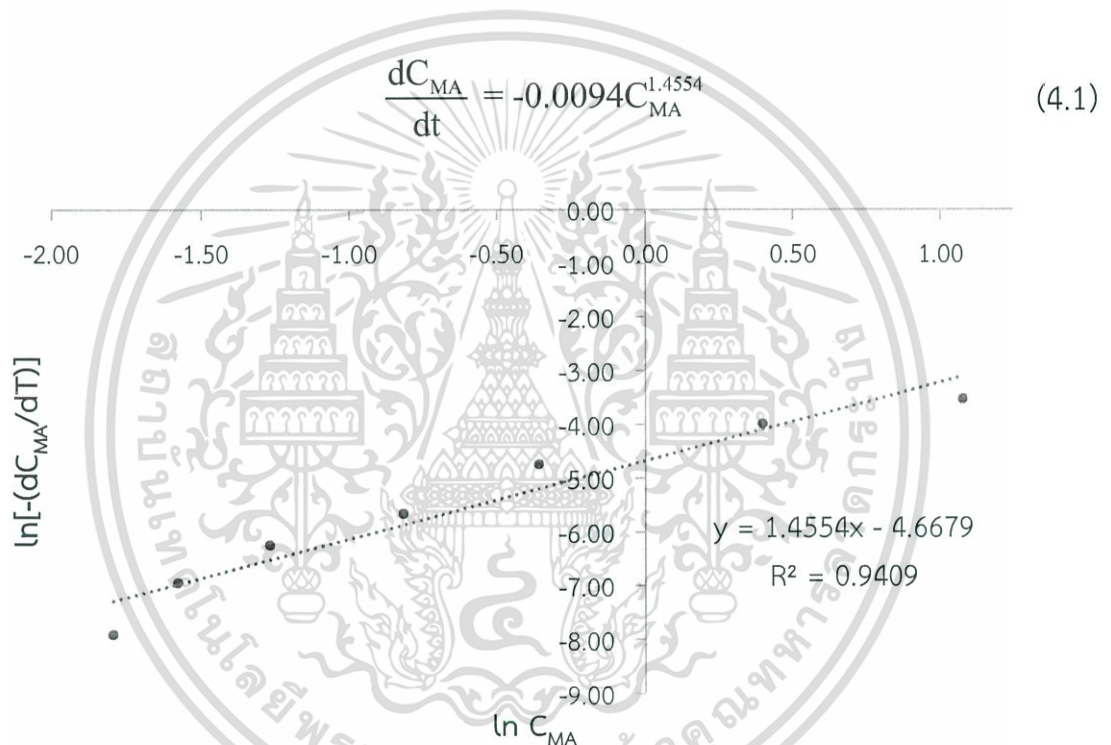
จากผลการทดลองในตอนที 2 พบว่า โมเลกุลาร์ซีพขนาด 3Å สามารถใช้เป็นตัวดูดซับน้ำออกจากไอโซโพรพานอลได้ ทำให้ไอโซโพรพานอลที่มีส่วนผสมของน้ำมีความบริสุทธิ์เพิ่มขึ้น เมื่อน้ำถูกแยกออกจากปฏิกิริยา ทำให้สมดุลของปฏิกิริยาถูกรบกวน และสารตั้งต้นเปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์มากขึ้น จากการทดลองจะเห็นว่า เมื่ออัตราส่วนโมลไอโซโพรพานอลต่อกรดไมริสติกเท่ากับ 4 ต่อ 1 โมล ที่เวลา 6 ชั่วโมง ค่าแปรผันทางเคมีของกรดไมริสติกมีค่าถึง 0.92 ถึง 0.94 และเมื่อทำการทดลองที่อัตราส่วนโมลไอโซโพรพานอลต่อกรดไมริสติกเท่ากับ 6 ต่อ 1 โมล ที่เวลา 6 ชั่วโมง พบว่ามีค่าแปรผันทางเคมีถึง 0.98 ดังรูปที่ 5.2



รูปที่ 4.2 ผลของค่าแปรผันทางเคมีของอัตราส่วนสารตั้งต้นต่าง ๆ เมื่อมีการกำจัดน้ำออกจากปฏิกิริยาอย่างต่อเนื่อง

4.3 การสร้างแบบจำลองจลนพลศาสตร์

จากผลการทดลองตอนที่ 2 นำผลการทดลองมาสร้างแบบจำลองทางจลนพลศาสตร์ โดยผู้ศึกษาเลือกการทดลอง 4:1 ครั้งที่ 1 มาสร้างแบบจำลอง การสร้างแบบจำลองใช้วิธีเชิงอนุพันธ์ เพื่อหาค่าอันดับการเกิดปฏิกิริยา และ ค่าคงที่การเกิดปฏิกิริยา จากการพลอตกราฟระหว่าง $\ln(dC_A/dt)$ กับ $\ln C_A$ จะได้สมการตามความสัมพันธ์ $y = 1.4554x - 4.6679$ ค่าอันดับการเกิดปฏิกิริยา (α) เท่ากับ 1.4554 และ $\ln(K')$ เท่ากับ -4.6679 เมื่อทำการคำนวณค่าคงที่การเกิดปฏิกิริยา (K') จะมีค่าเท่ากับ 0.0094 เนื่องจากปฏิกิริยามีแอลกอฮอล์มากเกินไป ดังนั้นจึงสมการแบบจำลองจลนพลศาสตร์เป็น



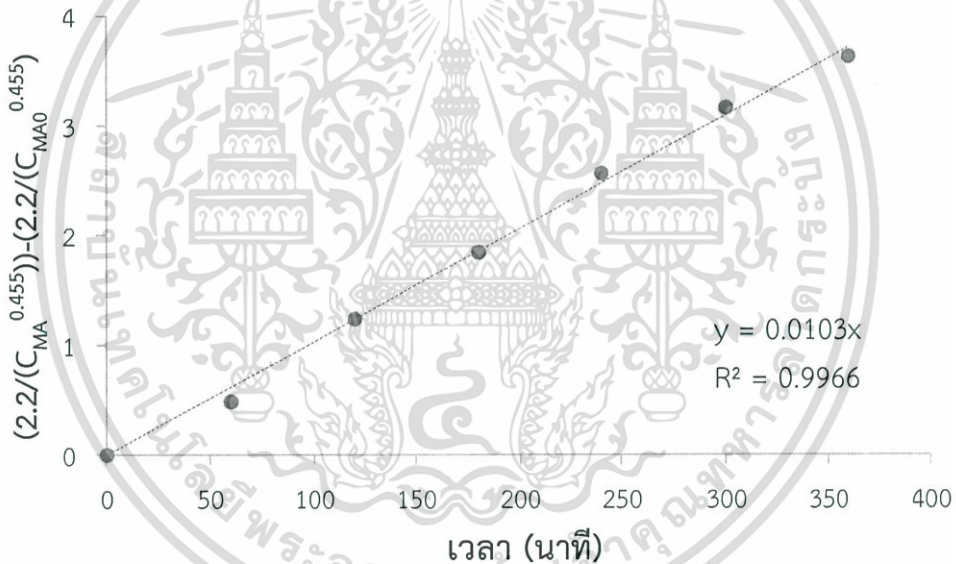
รูปที่ 4.3 ความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln[-(dC_{MA}/dt)]$ และ $\ln C_{MA}$ ที่การทดลองอัตราส่วน 4:1 ครั้งที่ 1

4.4 ผลการคาดการณ์การเกิดปฏิกิริยาจากแบบจำลองจลนพลศาสตร์

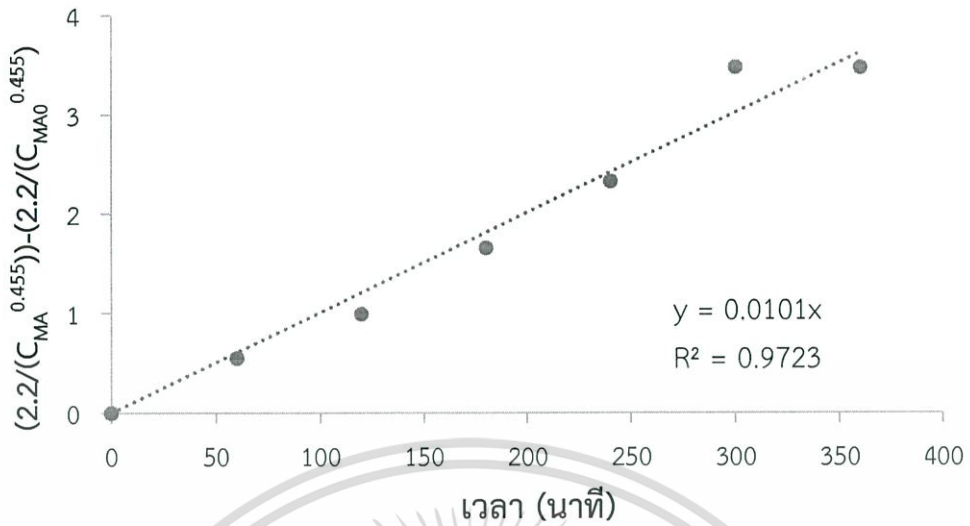
เนื่องจากการทดลองเป็นปฏิกิริยาที่มีสารตั้งต้นชนิดเดียวกัน ดังนั้นหากนำแบบจำลองที่ได้ นำไปใช้คาดการณ์การเกิดปฏิกิริยาก็สามารถคาดการณ์การความเข้มข้นในช่วงเวลาหนึ่งๆได้ โดยจากการ นำแบบจำลองไปเปรียบเทียบกับวิธีอินทิกรัล (Integral method) ในการทดลองที่อัตราส่วนโมล 4:1 และการทดลองที่อัตราส่วนโมล 6:1 เมื่อทำวิธีอินทิกรัลจะได้รูปแบบสมการดังนี้

$$\left(\frac{2.2}{C_{MA}^{0.455}}\right) - \left(\frac{2.2}{C_{MA0}^{0.455}}\right) = kt \quad (4.2)$$

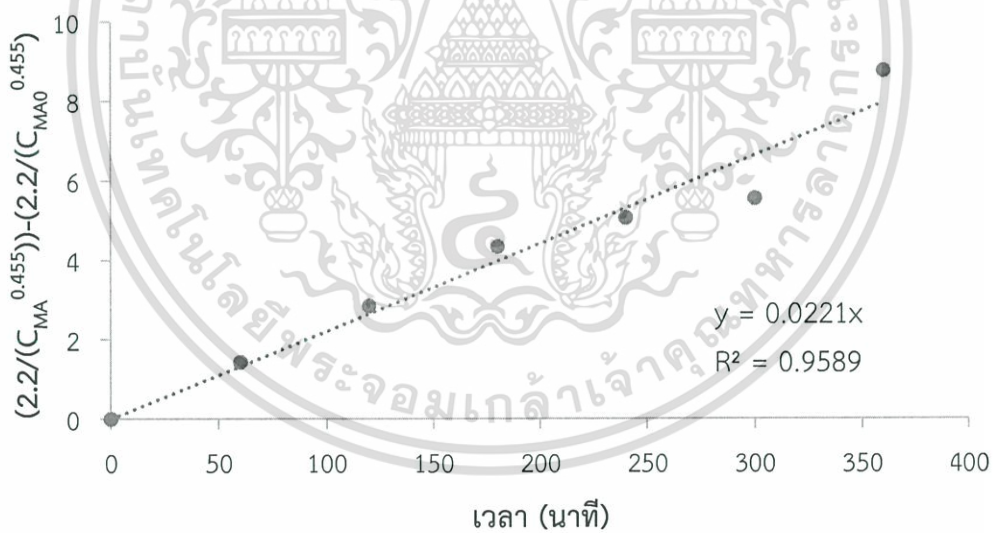
พลอตกราฟระหว่าง $\left(\frac{2.2}{C_{MA}^{0.455}}\right) - \left(\frac{2.2}{C_{MA0}^{0.455}}\right)$ กับ เวลา(t) โดยใช้ค่าจากการทดลอง จะได้กราฟดังนี้



รูปที่ 4.4 ความสัมพันธ์ระหว่าง $\left(\frac{2.2}{C_A^{0.455}}\right) - \left(\frac{2.2}{C_{A0}^{0.455}}\right)$ และ เวลา(t) ที่การทดลอง อัตราส่วน 4:1 ครั้งที่ 1



รูปที่ 4.5 ความสัมพันธ์ระหว่าง $(2.2/(C_{MA}^{0.455})) - (2.2/(C_{MAO}^{0.455}))$ และ เวลา (t) ที่การทดลอง อัตราส่วน 4:1 ครั้งที่ 2



รูปที่ 4.6 ความสัมพันธ์ระหว่าง $(2.2/(C_{MA}^{0.455})) - (2.2/(C_{MAO}^{0.455}))$ และ เวลา (t) ที่การทดลอง อัตราส่วน 6:1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.1 ค่า r-square (R^2) ของแต่ละการทดลอง

อัตราส่วนโมลไอโซโพรมานอล ต่อกรดไมริสติก	ค่า R^2
4:1 ครั้งที่ 1	0.9966
4:1 ครั้งที่ 2	0.9723
6:1	0.9589

จากกราฟเมื่อนำข้อมูลมาพลอตสามารถวิเคราะห์ทางสถิติ เป็นการวิเคราะห์สมการถดถอย โดยการหาค่า r-square ดังนั้นจากตารางที่ 4.1 พบว่าค่า r-square มีค่าเข้าใกล้ 1 จึงพิจารณาได้ว่ารูปแบบสมการจำลองจลนพลศาสตร์มีความแม่นยำพอสมควร สามารถนำมาใช้คาดการณ์การเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไอโซโพรพิลไมริสติก โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากรดซัลฟิวริกได้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สรุปผลดำเนินงานและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลดำเนินงาน

การผลิตไอโซโพรพิลไมริสเตดด้วยปฏิกิริยาระหว่างไอโซโพรพานอลและกรดไมริสติก ซึ่งปกติอัตราการเกิดปฏิกิริยาดำเนินไปได้ช้า ดังนั้นจึงมีการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยา โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่เลือกศึกษามีทั้งตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ แบบวิวิธพันธ์ และเอนไซม์ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ในปริมาตรน้ำป้อนนี้คือกรดซัลฟิวริก ให้ค่าแปรผันทางเคมีสูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์ และเอนไซม์ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์และเอนไซม์ ให้ค่าแปรผันทางเคมีต่ำกว่ามาก จึงเลือกใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา แต่เมื่อปฏิกิริยาผ่านไประยะหนึ่งพบว่าค่าแปรผันทางเคมีมีค่าคงที่หรือเกิดสมดุลของปฏิกิริยา ดังนั้นจึงต้องรบกวนสมดุลของปฏิกิริยาตามหลักของเลอชาเตอลิเอโดยการกำจัดน้ำออกและการเพิ่มอัตราส่วนแอลกอฮอล์ ในการกำจัดน้ำออกเลือกใช้ตัวดูดซับคือโมเลกุลาร์ซีฟ ขนาด 3Å และทดลองเพิ่มอัตราส่วนไอโซโพรพานอลต่อกรดไมริสติก พบว่าการกำจัดน้ำออกมีผลต่อปฏิกิริยาทำให้ค่าแปรผันทางเคมีจาก 0.7 เพิ่มขึ้นเป็น 0.92 ถึง 0.94 อีกทั้งการเพิ่มอัตราส่วนแอลกอฮอล์ก็มีผลทำให้ค่าแปรผันทางเคมีเพิ่มขึ้น โดยในอัตราส่วนไอโซโพรพานอลต่อกรดไมริสติก 6:1 มีค่าแปรผันทางเคมี 0.98 เมื่อนำค่าจากผลการทดลองที่ได้ไปออกแบบ แบบจำลองทางจลนพลศาสตร์ พบว่าได้สมการที่ได้คือ

$$\frac{dC_{MA}}{dt} = -0.0094C_{MA}^{1.4554} \quad (5.1)$$

ในการคาดการณ์ผลการทดลองโดยพิจารณาค่า r-square พบว่ามีค่าเข้าใกล้หนึ่งดังตารางที่ 4.1 ดังนั้นสมการแบบจำลองทางจลนพลศาสตร์ ที่ได้นี้สามารถนำไปใช้คาดการณ์ผลการทดลองของปฏิกิริยาระหว่างไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์กับกรดไมริสติกโดยมีสถานะในการทดลองที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ความดัน 1 บรรยากาศ และมีตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น กรดซัลฟิวริก ได้

5.2 ข้อเสนอแนะ

ปัญหาในการทำการทดลองเกิดจากการจากที่เครื่องมือสกัดแบบชอกท์เลตที่มีปริมาตรคงที่ ทำให้ไม่สามารถเพิ่มจำนวนของโมเลกุลาร์ซีฟได้ ปริมาณโมเลกุลาร์ซีฟที่ใช้ในการทดลองแต่ละการทดลองนั้นมีปริมาณ 100 กรัม ซึ่งสามารถกำจัดน้ำออกได้เพียงประมาณ 10 กรัม โดยน้ำเป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้จากการเกิดจากการทำปฏิกิริยา และจากความไม่บริสุทธิ์ของไอโซโพรพานอล ทำให้กำหนดค่าแปรผันอัตราส่วนสารตั้งต้นได้ลำบาก หากให้ไอโซโพรพานอลน้อยเกินไป จะทำให้ปริมาณของไอโซโพรพานอลไม่พอสำหรับการทำปฏิกิริยาเพราะขณะทำปฏิกิริยาจะมีไอโซโพรพานอลบางส่วนค้างอยู่ในชอกท์เลต แต่หากใส่ไอโซโพรพานอลมากเกินไป ก็จะส่งผลให้มีน้ำอยู่ในปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้นด้วย

ดังนั้นเพื่อการทดลองที่มีประสิทธิภาพมากขึ้น จึงความออกแบบเครื่องมือสกัดแบบชอกท์เลตให้มีขนาดเหมาะสม สามารถใส่โมเลกุลาร์ซีฟได้พร้อมกับน้ำที่จะเกิดขึ้นจากปฏิกิริยาและไอโซโพรพานอล

เอกสารอ้างอิง

- [1] AK Taylor, "Handbook of Pharmaceutical 6th edition ", 28 January 2009,348-349
- [2] Tuncer Yalc,inyuva, H "USEYIN DELIG "OZ, ISMAIL BOZ, MEHMET ALI G "URKAYNAK, "Kinetics and Mechanism of Myristic Acid and Isopropyl Alcohol Esterification Reaction with Homogeneous and Heterogeneous Catalysts", Published online in Wiley InterScience
- [3] จีรกานต์ สิ้นยัง และ ดร.เจตศักดิ์ ไชยคุนา ,”ปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันแบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของกรดไมริสติกและไอโซโพรพานอล”,วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- [4] Wikipedia, "ester", [Online]. Available : <http://en.wikipedia.org/wiki/Ester>, 2015
- [5] Wikipedia, "Fischer–Speier esterification" , [Online]. Available : http://en.wikipedia.org/wiki/Fischer%E2%80%93Speier_esterification, 2015
- [6] ผศ.ดร.พิมพ์เพ็ญ พรเฉลิมพงศ์,ศาสตราจารย์ ดร.นิธิยา รัตนานนท์, "อินเตอร์เอสเทอร์ฟิเคชัน:", [Online]. Available : <http://www.foodnetworksolution.com/wiki/word/1216/interesterification>, 2015
- [7] EUROPEAN PHARMACOPOEIA 5.0, "ISOPROPYL MYRISTATE", 1842-1843
- [8] D.J.McCracken, P.F. Dickson, Ind. Eng. Chem. Proc. Des. Develop. 6(1967) 286-293
- [9] Process Technologies, Inc. ,2010, "Isopropyl Laurate/Palmitate/Myristate (IPL/IPP/IPM)", 2015
- [10] หนังสือเรียนวิชาเคมี กระทรวงศึกษาธิการ, "หลักของเลอชาเตอลิเ", [Online]. Available : http://www.myfirstbrain.com/student_view.aspx?ID=71895, 2015
- [11] Wikipedia, "Molecular sieve ", [Online]. Available : http://en.wikipedia.org/wiki/Molecular_sieve#FDA_approval. 2015
- [12] Molecular Sieve Mavens, "Molecule Mass Sizes" , [Online]. Available :<http://hengyeusa.com/community/molecular-sieve-questions-finding-molecule-mass-size>, 2015

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง(ต่อ)

- [13] มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, “เทคโนโลยีเมมเบรน” , [Online]. Available :http://kb.psu.ac.th/psukb/bitstream/2553/2603/7/278844_ch1.pdf,2015
- [14] มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, “เทคนิคการสกัดแบบซอกท์เลต” , [Online]. Available :<http://share.psu.ac.th/blog/sci-discus/18284>, 2015
- [15] M.C. de Jong, R.Fejit, E. Zondervan, T.A. Nijhuis,A.B. de Haan, “Reaction kinetics of the esterification of myristic acid with isopropanol and n-propanol using p-toluene sulphonic acid as catalyst”, Applied Catalysis A: General 365 (2009),141-147



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก ข้อมูลดิบ

ก.1 ผลการทดลองตัวเร่งปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน

ก.1.1 กรดซัลฟิวริก

การทดลองปฏิกิริยาระหว่างไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ และ กรดไมริสติก โดยใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยกำหนดสภาวะที่ใช้ในการทดลอง ดังนี้

สารตั้งต้น	: ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ และ กรดไมริสติก
อัตราส่วนโดยโมลของแอลกอฮอล์ต่อกรด	: 3 ต่อ 1
อุณหภูมิ	: 80 องศาเซลเซียส
ความดัน	: 1 ความดันบรรยากาศ
เวลา	: 390 นาที
ปริมาณกรดซัลฟิวริก	: ร้อยละ 2 ของโมลกรดไมริสติก

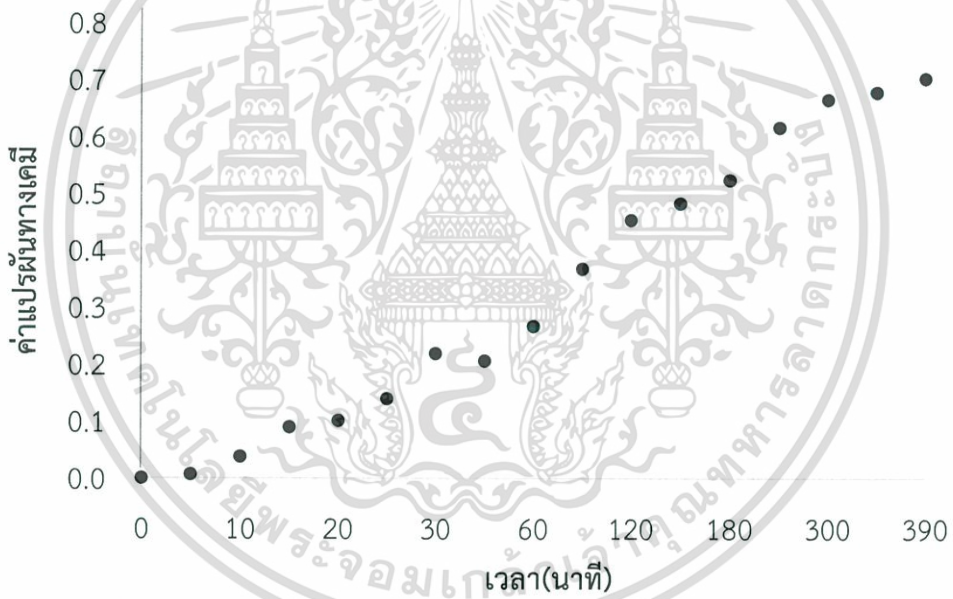
ตารางที่ ก.1 ผลการทดลองความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของกรดซัลฟิวริก

เวลา (นาที)	น้ำหนักสารตัวอย่าง (กรัม)	ปริมาตรไทแทนต์ (มิลลิลิตร)	ร้อยละ กรดไขมันอิสระ	ค่าแปรผันทางเคมี ของกรดไมริสติก
0	0.98	8.7	50.60	0.00
5	0.98	8.7	50.27	0.01
10	1.07	9.2	48.70	0.04
15	1.02	8.3	46.06	0.09
20	1.02	8.2	45.50	0.10
25	1.00	7.7	43.56	0.14
30	1.03	7.2	39.53	0.22
45	1.07	7.6	40.18	0.21
60	0.99	6.5	37.10	0.27
90	1.04	5.9	32.02	0.37
120	1.08	5.3	27.67	0.45

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก.1(ต่อ) ผลการทดลองความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของกรดซัลฟิวริก

เวลา (นาที)	น้ำหนักสารตัวอย่าง (กรัม)	ปริมาตรไทเทรนต์ (มิลลิลิตร)	ร้อยละกรดไขมันอิสระ	ค่าแปรผันทางเคมีของกรดไมริสติก
150	1.01	4.7	26.20	0.48
180	1.05	4.5	24.12	0.52
210	1.01	3.5	19.43	0.62
300	0.99	3.0	16.94	0.67
360	1.03	3.0	16.29	0.68
390	1.00	2.7	15.06	0.70



รูปที่ ก.1 ผลการทดลองความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของกรดซัลฟิวริก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ก.1.2 Lewatit GF101

การทดลองปฏิกิริยาระหว่างไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ และ กรดไมริสติก โดยใช้เรซิน Lewatit GF101 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยกำหนดสภาวะที่ใช้ในการทดลอง ดังนี้

สารตั้งต้น	:	ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ และ กรดไมริสติก
อัตราส่วนโดยโมลของแอลกอฮอล์ต่อกรด	:	3 ต่อ 1
อุณหภูมิ	:	80 องศาเซลเซียส
ความดัน	:	1 ความดันบรรยากาศ
เวลา	:	60 นาที
ปริมาณเรซิน Lewatit GF101	:	ร้อยละ 5 ของน้ำหนักกรดไมริสติก

ตารางที่ ก.2 ผลการทดลองความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของ Lewatit GF101

เวลา (นาที)	น้ำหนักสารตัวอย่าง (กรัม)	ปริมาตรไทเทรนต์ (มิลลิลิตร)	ร้อยละ กรดไขมันอิสระ	ค่าแปรผันทางเคมีของกรดไมริสติก
0	0.99	9.1	52.39	0.00
15	1.02	9.1	50.85	0.03
20	1.09	9.8	51.25	0.02
30	1.08	9.7	51.19	0.02
45	1.05	9.5	51.57	0.02
60	1.28	11.7	52.10	0.01



รูปที่ ก.2 ผลการทดลองความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของ Lewatit GF101

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ก.1.3 DOWEX Monoshere88

การทดลองปฏิกิริยาระหว่างไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ และ กรดไมริสติก โดยใช้เรซิน DOWEX Monoshere88 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยกำหนดสภาวะที่ใช้ในการทดลอง ดังนี้

สารตั้งต้น	:	ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ และ กรดไมริสติก
อัตราส่วนโดยโมลของแอลกอฮอล์ต่อกรด	:	1 ต่อ 2
อุณหภูมิ	:	60 องศาเซลเซียส
ความดัน	:	1 ความดันบรรยากาศ
เวลา	:	60 นาที
ปริมาณเรซิน DOWEX Monoshere88	:	ร้อยละ 5 ของน้ำหนักกรดไมริสติก

ตารางที่ ก.3 ผลการทดลองความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของ DOWEX Monoshere88

เวลา (นาที)	น้ำหนักสารตัวอย่าง (กรัม)	ปริมาตรไทแทนต์ (มิลลิลิตร)	ร้อยละ กรดไขมันอิสระ	ค่าแปรผันทางเคมีของกรดไมริสติก
0	1.00	14.7	83.79	0.00
30	1.02	14.9	83.26	0.01
60	1.00	14.2	80.94	0.03



รูปที่ ก.3 ผลการทดลองความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของ DOWEX Monoshere88

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ก.1.4 Lipozyme TL IM

การทดลองปฏิกิริยาระหว่างไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ และ กรดไมริสติก โดยใช้เอนไซม์ Lipozyme TL IM เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยกำหนดสภาวะที่ใช้ในการทดลอง ดังนี้

สารตั้งต้น	:	ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ และ กรดไมริสติก
อัตราส่วนโดยโมลของแอลกอฮอล์ต่อกรด	:	3 ต่อ 1
อุณหภูมิ	:	60 องศาเซลเซียส
ความดัน	:	1 ความดันบรรยากาศ
เวลา	:	60 นาที
ปริมาณเอนไซม์ Lipozyme TL IM	:	ร้อยละ 5 ของน้ำหนักกรดไมริสติก

ตารางที่ ก.4 ผลการทดลองความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของ Lipozyme TL IM

เวลา (นาที)	น้ำหนักสารตัวอย่าง (กรัม)	ปริมาตรไทเทรนต์ (มิลลิลิตร)	ร้อยละ กรดไขมันอิสระ	ค่าแปรผันทางเคมีของกรดไมริสติก
0	1.04	10.2	55.90	0.00
30	1.09	10.5	54.91	0.02
60	1.03	10.0	55.34	0.01



รูปที่ ก.4 ผลการทดลองความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของ Lipozyme TL IM

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ก.2 ผลการทดลองปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันเมื่อกำจัดน้ำออกอย่างต่อเนื่อง

ก.2.1 อัตราส่วนไอโซโพรพานอล 4 โมล ต่อ กรดไมริสติก 1 โมล (ครั้งที่ 1)

สารตั้งต้น	:	ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ และ กรดไมริสติก
อัตราส่วนโดยโมลของแอลกอฮอล์ต่อกรด	:	4 ต่อ 1
อุณหภูมิ	:	90 องศาเซลเซียส
ความดัน	:	1 ความดันบรรยากาศ
เวลา	:	360 นาที
ปริมาณกรดซัลฟิวริก	:	ร้อยละ 2 ของโมลกรดไมริสติก
ปริมาณโมเลกุลาร์ซีฟ ขนาด 3Å	:	102 กรัม

ตารางที่ ก.5 ผลการทดลองปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันเมื่อกำจัดน้ำออกอย่างต่อเนื่องที่อัตราส่วนไอโซโพรพานอล 4 โมล ต่อ กรดไมริสติก 1 โมล (ครั้งที่ 1)

เวลา (นาที)	น้ำหนักสารตัวอย่าง หลังอบแห้ง(กรัม)	ปริมาตรไทเทรนต์ (มิลลิลิตร)	ร้อยละ กรดไขมันอิสระ	ค่าแปรผันทางเคมีของกรดไมริสติก
0	-	-	100	0.00
10	1.10	14.1	76.34	0.24
20	1.00	13.7	81.83	0.18
30	1.40	16.1	67.40	0.33
45	1.70	14.1	47.20	0.53
60	1.10	9.9	50.85	0.49
120	2.50	11.4	23.88	0.76
180	2.00	6.3	15.00	0.85
240	3.30	7.3	9.61	0.90
300	2.70	4.8	7.02	0.93
360	4.70	7.2	5.66	0.94

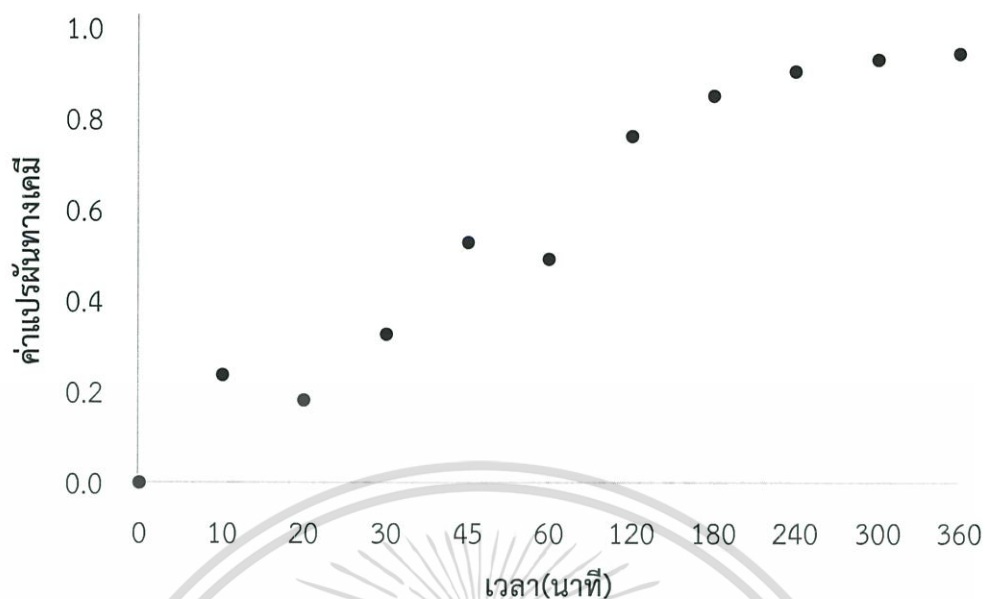
ก.2.2 อัตราส่วนไอโซโพรพานอล 4 โมล ต่อ กรดไมริสติก 1 โมล (ครั้งที่ 2)

สารตั้งต้น	:	ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ และ กรดไมริสติก
อัตราส่วนโดยโมลของแอลกอฮอล์ต่อกรด	:	4 ต่อ 1
อุณหภูมิ	:	90 องศาเซลเซียส
ความดัน	:	1 ความดันบรรยากาศ
เวลา	:	360 นาที
ปริมาณกรดซัลฟิวริกที่ใช้	:	ร้อยละ 2 ของโมลกรดไมริสติก
ปริมาณโมเลกุลาร์ซีฟ ขนาด 3Å	:	102 กรัม

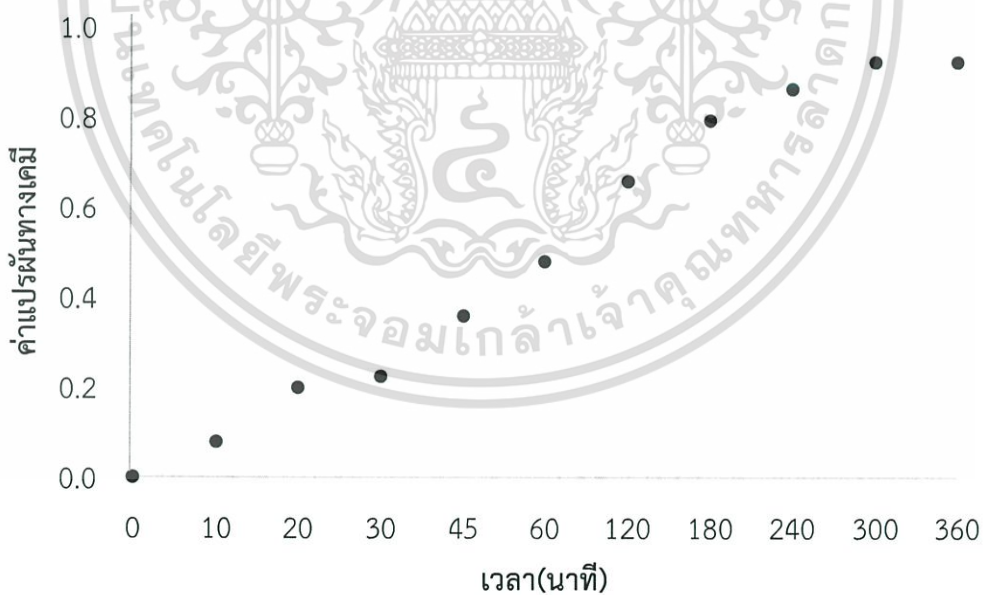
ตารางที่ ก.6 ตารางผลการทดลองปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันเมื่อกำจัดน้ำออกอย่างต่อเนื่องที่อัตราส่วนไอโซโพรพานอล 4 โมล ต่อ กรดไมริสติก 1 โมล (ครั้งที่ 2)

เวลา (นาที)	น้ำหนักสารตัวอย่าง หลังอบแห้ง(กรัม)	ปริมาตรไทเทรนต์ (มิลลิลิตร)	ร้อยละ กรดไขมันอิสระ	ค่าแปรผันทางเคมี ของกรดไมริสติก
0	-	-	100	0.00
10	1.20	18.2	92.23	0.08
20	1.50	20.1	80.12	0.20
30	1.50	19.6	77.61	0.22
45	1.70	18.8	64.23	0.36
60	1.40	12.8	52.13	0.48
120	1.80	11.4	34.39	0.66
180	2.60	10.6	20.79	0.79
240	2.80	8.2	13.77	0.86
300	2.90	5.3	7.81	0.92
360	3.00	5.8	7.82	0.92

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก.5 ผลการทดลองปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันเมื่อกำจัดน้ำออกอย่างต่อเนื่องที่อัตราส่วน ไอโซโพรพานอล 4 โมล ต่อ กรดไมริสติก 1 โมล (ครั้งที่ 1)



รูปที่ ก.6 ผลการทดลองปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันเมื่อกำจัดน้ำออกอย่างต่อเนื่องที่อัตราส่วน ไอโซโพรพานอล 4 โมล ต่อ กรดไมริสติก 1 โมล (ครั้งที่ 2)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ก.2.3 อัตราส่วนไอโซโพรพานอล 6 โมล ต่อ กรดไมริสติก 1 โมล

สารตั้งต้น	:	ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ และ กรดไมริสติก
อัตราส่วนโดยโมลของแอลกอฮอล์ต่อกรด	:	6 ต่อ 1
อุณหภูมิ	:	90 องศาเซลเซียส
ความดัน	:	1 ความดันบรรยากาศ
เวลา	:	360 นาที
ปริมาณกรดซัลฟิวริกที่ใช้	:	ร้อยละ 2 ของโมลกรดไมริสติก
ปริมาณโมเลกุลาร์ซีฟ ขนาด 3Å	:	102 กรัม

ตารางที่ ก.7 ตารางผลการทดลองปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันเมื่อกำจัดน้ำออกอย่างต่อเนื่องที่อัตราส่วน ไอโซโพรพานอล 6 โมล ต่อ กรดไมริสติก 1 โมล

เวลา (นาที)	น้ำหนักสารตัวอย่าง หลังอบแห้ง(กรัม)	ปริมาตรไทเทรนต์ (มิลลิลิตร)	ร้อยละ กรดไขมันอิสระ	ค่าแปรผันทางเคมี ของกรดไมริสติก
0	-	-	100	0.00
60	1.30	6.3	26.48	0.74
120	2.50	5.9	11.73	0.88
180	2.40	3.5	6.30	0.94
240	3.10	3.7	4.93	0.95
300	4.50	4.8	4.23	0.96
360	5.20	3.3	1.89	0.98

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก.7 ผลการทดลองปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันเมื่อกำจัดน้ำออกอย่างต่อเนื่องที่อัตราส่วน ไอโซไพรพานอล 6 โมล ต่อ กรดไมริสติก 1 โมล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

การหาปริมาณกรดไขมันอิสระ (Free Fatty Acid Value)

การหาปริมาณไอโซพรอพิลไมริสเตตจากปฏิกิริยาการทดลอง เลือกใช้วิธีการหาปริมาณกรดไขมันอิสระ (Free Fatty Acid Value) เนื่องจากปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันในการทดลองเป็นอัตราส่วนโมล 1 ต่อ 1 เท่ากันทุกสาร ดังนั้นเมื่อทราบปริมาณของกรดไขมันอิสระก็สามารถคำนวณปริมาณของไอโซพรอพิลไมริสเตตที่เกิดขึ้น โดยวิธีการไทเทรตหาปริมาณกรดไขมันอิสระที่เหลืออยู่อ้างอิงตามมาตรฐาน AOCS Official Method Ca 5a-40 ซึ่งเป็นมาตรฐานที่ใช้หาปริมาณกรดไขมันอิสระในน้ำมันถั่วเหลือง น้ำมันปาล์ม น้ำมันปลา ไบโอดีเซล เป็นต้น โดยมีรายละเอียดดังนี้

ข.1 ขั้นตอนการเตรียมสาร

1. เตรียมสารละลายฟีนอล์ฟทาลีน โดยนำฟีนอล์ฟทาลีน 0.25 กรัม มาละลายในเอทิลแอลกอฮอล์ 95 เปอร์เซ็นต์ จนได้ปริมาตร 50 มิลลิลิตร
2. เตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น ดังตารางที่ ก.1
3. เตรียมไอโซพรอพิลแอลกอฮอล์ที่ใช้ในการทดสอบมาทำให้มีฤทธิ์เป็นกลาง โดยหยดฟีนอล์ฟทาลีน 0.1 มิลลิลิตร ลงในแอลกอฮอล์ที่เตรียมไว้ หยดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.25 โมลต่อลิตร จนกระทั่งแอลกอฮอล์มีสีชมพูอ่อน
4. เก็บตัวอย่างน้ำมันน้ำหนัkdังตารางที่ ข.1 มาทดสอบ

ตารางที่ ข.1 สัดส่วนปริมาณสารที่ใช้ในการทดสอบเพื่อหาปริมาณกรดไขมันอิสระ

ร้อยละกรดไขมันอิสระ	น้ำหนักของสารตัวอย่าง (กรัม)	ปริมาตรของแอลกอฮอล์ (มิลลิลิตร)	ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (โมลต่อลิตร)
0.0	56.4±0.2	50	0.1
0.2-1.0	28.2±0.2	50	0.1
1.0-30.0	7.05±0.05	75	0.25
30.0-50.0	7.05±0.05	100	0.25
50.0-100.0	3.525±0.001	100	1.0

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ข.2 ขั้นตอนการทดลอง

1. ประเมินความเข้มข้นของกรดไขมันอิสระในตัวอย่างเบื้องต้น
2. ชั่งตัวอย่างสารที่ต้องการทดสอบให้ได้น้ำหนักตามตารางที่ ก.1
3. ใส่ฟีนอร์ฟทาลีนในสารตัวอย่าง 2 หยด แล้วจึงใส่ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ที่มีฤทธิ์เป็นกลางปริมาตรตามตารางที่ ข.1
4. นำสารที่ได้มาไทเทรตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามตารางที่ ก.1 โดยไทเทรตจนได้สีชมพูอ่อน และทิ้งไว้ 30 วินาที เพื่อทดสอบว่าสีชมพูอ่อนยังคงอยู่
5. บันทึกค่าปริมาณสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ เพื่อนำไปคำนวณหาปริมาณกรดไขมันอิสระ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค.
ตัวอย่างการคำนวณปริมาณกรดไขมันอิสระ
และค่าแปรผันทางเคมี

ค.1 การทดลองตัวเร่งปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน

จากตาราง ก.1 ผลการทดลองเวลา 30 นาที

เวลา (นาที)	น้ำหนักสารตัวอย่าง (กรัม)	ปริมาตรไทเทรนต์ (มิลลิลิตร)	ร้อยละกรดไขมันอิสระ	ค่าแปรผันทางเคมีของกรดไมริสติก
30	1.03	7.2	39.53	0.22

จากสมการที่ (3.1)

$$\begin{aligned} \%FFA &= \frac{\text{NaOH Volume (ml)} \times \text{NaOH Concentration (N)} \times 228 \times 100}{\text{Sample Weight (g)}} \\ &= \frac{7.2(\text{ml}) \times 0.25(\text{mol/dm}^3) \times 228 \times 100}{1.03(\text{g.})} \\ &= 39.53\% \end{aligned}$$

จากสมการที่ (3.2)

$$\begin{aligned} \%Conversion &= \frac{\%FFA_0 - \%FFA_t}{\%FFA_0} \times 100 \\ &= \frac{50.60\% - 39.53\%}{50.60\%} \times 100 \\ &= 22\% \end{aligned}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ค.2 การทดลองปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันโดยทำการกำจัดน้ำออกอย่างต่อเนื่อง

จากตาราง ก.5 ผลการทดลองเวลา 30 นาที

เวลา (นาที)	น้ำหนักสารตัวอย่าง หลังอบแห้ง(กรัม)	ปริมาตรไทเทรนต์ (มิลลิลิตร)	ร้อยละ กรดไขมันอิสระ	ค่าแปรผันทางเคมี ของกรดไมริสติก
30	1.40	16.1	67.40	0.33

เนื่องจากน้ำหนักสารตัวอย่างหลังอบแห้งเป็นสารที่ผ่านการไทเทรตกับโซเดียมไฮดรอกไซด์มาแล้ว ทำให้กรดไมริสติกในสารตัวอย่างเปลี่ยนเป็นโซเดียมไมริสเตต ดังนั้นในสารตัวอย่างหลังอบแห้งจะประกอบไปด้วยโซเดียมไมริสเตต และไอโซโพรพิลไมริสเตต ซึ่งมีน้ำหนักเท่ากับ 1.40 ซึ่งจะสามารถคำนวณน้ำหนักโซเดียมไมริสเตตได้จากปริมาตรของไทเทรนต์ที่ใช้ ดังนี้

$$C_{\text{NaOH}} V_{\text{NaOH}} = \text{Weight}_{\text{NaC}_{14}\text{H}_{27}\text{O}_2} \times M.W._{\text{NaC}_{14}\text{H}_{27}\text{O}_2}$$

$$0.25(\text{mol}/\text{dm}^3) \times 1.4(\text{ml}) = \text{Weight}(\text{g.}) \times 250$$

$$\text{Weight}(\text{g.}) = 0.949\text{g}$$

จะได้น้ำหนักของโซเดียมไมริสเตตเท่ากับ 0.949 กรัม นำไปลบออกจากสารตัวอย่างหลังอบแห้ง ซึ่งจะได้น้ำหนักของ ไอโซโพรพิลไมริสเตต คือ $1.40 - 0.949 = 0.419\text{g}$.

จากนั้นแปลงน้ำหนักของโซเดียมไมริสเตตเป็นน้ำหนักของกรดไมริสติก จะได้

$$\left(\frac{\text{g}}{M.W.} \right)_{\text{NaC}_{14}\text{H}_{27}\text{O}_2} = \left(\frac{\text{g}}{M.W.} \right)_{\text{C}_{14}\text{H}_{28}\text{O}_2}$$

$$\left(\frac{0.949}{250} \right)_{\text{NaC}_{14}\text{H}_{27}\text{O}_2} = \left(\frac{\text{g}}{228} \right)_{\text{C}_{14}\text{H}_{28}\text{O}_2}$$

$$g = 0.865\text{g}$$

เมื่อนำน้ำหนักของกรดไมริสติก และไอโซโพรพิลไมริสเตตรวมกันจะได้น้ำหนักของสารตัวอย่างก่อนอบเท่ากับ 1.284 กรัม นำค่านี้ไปคำนวณตามสมการที่ (3.1) จะได้

$$= \frac{16.1(\text{ml}) \times 0.25(\text{mol}/\text{dm}^3) \times 228 \times 100}{1.40(\text{g.})}$$

$$= 64.40\%$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากสมการที่ (3.2)

$$\begin{aligned} \% \text{Conversion} &= \frac{\% \text{FFA}_0 - \% \text{FFA}_i}{\% \text{FFA}_0} \times 100 \\ &= \frac{100\% - 67.40\%}{100\%} \times 100 \\ &= 32.8\% \end{aligned}$$



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ง

การสร้างแบบจำลองจลนพลศาสตร์

ง.1 สมการออกแบบเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ

เนื่องจากงานวิจัยฉบับนี้ใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบกะในการทดลองทั้งหมด ดังนั้นสมการออกแบบเครื่องปฏิกรณ์แบบกะมีสมการเป็นดังนี้

$$-\frac{dC_A}{dt} = -r_A \quad (\text{ง.1})$$

เมื่อ C_A ความเข้มข้นของสาร A
 r_A อัตราการเกิดปฏิกิริยาของสาร A
 t เวลา

ง.2 การวิเคราะห์อัตราการเกิดปฏิกิริยาด้วยวิธีเชิงอนุพันธ์ (Differential method)

จากงานวิจัยเมื่อทราบความเข้มข้นที่เวลาใดๆ ในการทดลองแล้วนั้น สามารถหาอัตราการเกิดปฏิกิริยาได้โดยใช้วิธีเชิงอนุพันธ์ ได้ดังสมการนี้

จาก
$$-r_A = f^n(C_i, T) \quad (\text{ง.2})$$

จากกฎอัตรา
$$-r_A = k_A C_A^\alpha C_B^\beta \quad (\text{ง.3})$$

เมื่อ ความเข้มข้นของสารตั้งต้นมีปริมาณมากเกินพอ ทำให้ $C_B \gg C_A$

ดังนั้น
$$-r_A = k' C_A^\alpha \quad (\text{ง.4})$$

โดย
$$k' = k C_B^\beta \approx k C_{B0}^\beta \quad (\text{ง.5})$$

จะได้ว่า
$$-\frac{dC_A}{dt} = -r_A = k' C_A^\alpha \quad (\text{ง.6})$$

จัดรูปให้เป็นสมการเชิงเส้น $y = mx + c$

$$\ln \left[-\frac{dC_A}{dt} \right] = \ln(k') + \alpha \ln(C_A)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อ k' คือ ค่าคงที่อัตรา
 α คือ อันดับปฏิกิริยา

หาค่า $-(dC_A/dt)$ ได้จากวิธี numerical Method ดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นเทียบกับเวลา

Time (min)	t_0	t_1	t_2	t_3	t_4	t_5
Concentration (mol/dm ³)	C_{A0}	C_{A1}	C_{A2}	C_{A3}	C_{A4}	C_{A5}

สมการที่ใช้หาค่า

ช่วงเริ่มต้น
$$\left(\frac{dC_A}{dt}\right)_{t_0} = \frac{-3C_{A0} + 4C_{A1} - C_{A2}}{2\Delta t} \quad (\text{ง.7})$$

ช่วงกลาง
$$\left(\frac{dC_A}{dt}\right)_{t_i} = \frac{1}{2\Delta t} [(C_{A(i+1)} - C_{A(i-1)})] \quad (\text{ง.8})$$

ช่วงสุดท้าย
$$\left(\frac{dC_A}{dt}\right)_{t_5} = \frac{1}{2\Delta t} [(C_{A3} - 4C_{A4} + 3C_{A5})] \quad (\text{ง.9})$$

จากข้อมูลการทดลองสามารถหาค่า $-(dC_{MA}/dt)$ เมื่อแทนค่าในสมการ (ง.7) (ง.8) และ (ง.9) ค่าที่ได้เป็นดังตารางที่ 2 ดังรูปที่ 3.1

ตารางที่ 2 การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นเทียบกับเวลาในการทดลอง 4:1 ครั้งที่ 1

t (min)	0	60	120	180	240	300	360
C_{MA} (mol/dm ³)	2.93	1.49	0.70	0.44	0.28	0.21	0.17
$-(dC_{MA}/dt)$ (mol/(dm ³ xmin))	0.0295	0.0186	0.0088	0.0035	0.0020	0.0010	0.0004

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

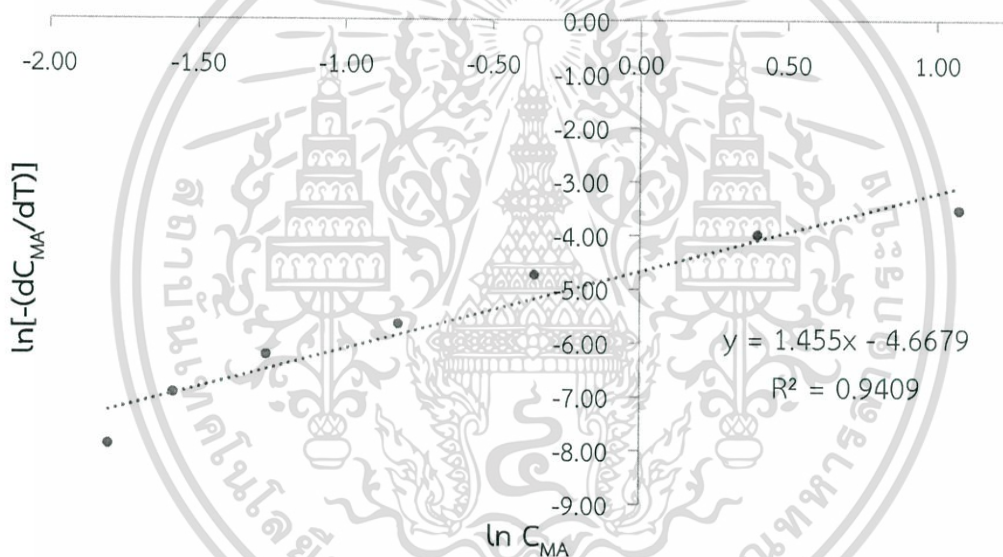
ตัวอย่างการคำนวณ หาค่า $-(dC_{MA}/dt)$ ที่เวลาเท่ากับ 0 นาที

$$\text{จากสมการที่ (ง.7)} \quad \left(\frac{dC_{MA}}{dt} \right)_{t_0} = \frac{-3C_{MA0} + 4C_{MA1} - C_{MA2}}{2\Delta t}$$

$$\text{แทนค่าในสมการ} \quad = \frac{-3(2.93) + 4(1.49) - 0.70}{2(60)}$$

$$= 0.0295$$

เมื่อนำมาพลอตกราฟระหว่าง $\ln[-(dC_{MA}/dt)]$ และ $\ln C_{MA}$ จะได้กราฟ ดังรูปที่



รูปที่ ง.1 ความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln[-(dC_A/dt)]$ และ $\ln C_A$

ทำการพลอตเส้นแนวโน้มเพื่อหาค่าคงที่อัตรา และค่าอันดับปฏิกิริยา ได้สมการเส้นแนวโน้มดังนี้ $y = 1.455x - 4.6679$ ดังนั้น ค่าอันดับการเกิดปฏิกิริยา (α) เท่ากับ 1.455 และ $\ln(K')$ เท่ากับ -4.6679 เมื่อทำการคำนวณค่าคงที่การเกิดปฏิกิริยา (K') จะมีค่าเท่ากับ 0.0094

$$\frac{dC_{MA}}{dt} = -0.0094C_{MA}^{1.455}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ง.3 การวิเคราะห์อัตราการผลิตปฏิกิริยาด้วยวิธีอินทิกรัล (Integral method)

วิธีการนี้เป็นวิธีการที่ต้องสมมติอันดับปฏิกิริยาขึ้นมาก่อน เพื่อนำไปแทนในสมการกฏอัตรา แล้วจึงนำกฏอัตราที่ได้ไปแทนในสมการการออกแบบเครื่อง

กำหนดให้ ค่าอันดับปฏิกิริยา (α) เท่ากับ 1.455

จากสมการ (ง.1)
$$-\frac{dC_A}{dt} = -r_A$$

จากกฏอัตรา (ง.3)
$$-r_A = k'C_A^\alpha$$

จะได้
$$-\frac{dC_{MA}}{dt} = k'C_{MA}^\alpha = k'C_{MA}^{1.455} \quad (\text{ง.10})$$

$$\int_{C_{A0}}^{C_A} \frac{1}{C_A^\alpha} dC_A = k' \int_0^t dt \quad (\text{ง.11})$$

$$\left(\frac{2.2}{C_{MA}^{0.455}} \right) - \left(\frac{2.2}{C_{MA0}^{0.455}} \right) = k't$$

พลอตกราฟระหว่าง เทอม $(2.2/(C_A^{0.455})) - (2.2/(C_{A0}^{0.455}))$ และ เวลา (t) โดยการนำข้อมูลความเข้มข้นที่เวลาต่างๆมาแทนค่า จากนั้นพิจารณา ค่า r-square (R^2) ถ้าค่า R^2 เข้าใกล้ 1 แสดงว่าข้อมูลผลการทดลองมีค่าใกล้เคียงกับรูปแบบสมการโดยที่ ค่าอันดับปฏิกิริยา (α) เท่ากับ 1.455

ตัวอย่างการคำนวณ

จากการทดลองอัตราส่วน 4:1 ครั้งที่ 2 ข้อมูลการทดลองแสดงดังตารางที่ ง.3 เมื่อนำความเข้มข้นแต่ละช่วงเวลาไปแทนใน $(2.2/(C_{MA}^{0.455})) - (2.2/(C_{MA0}^{0.455}))$ จากนั้นนำค่าดังกล่าวไปพลอตกราฟกับค่าเวลา (t) เพื่อหาค่า R-square

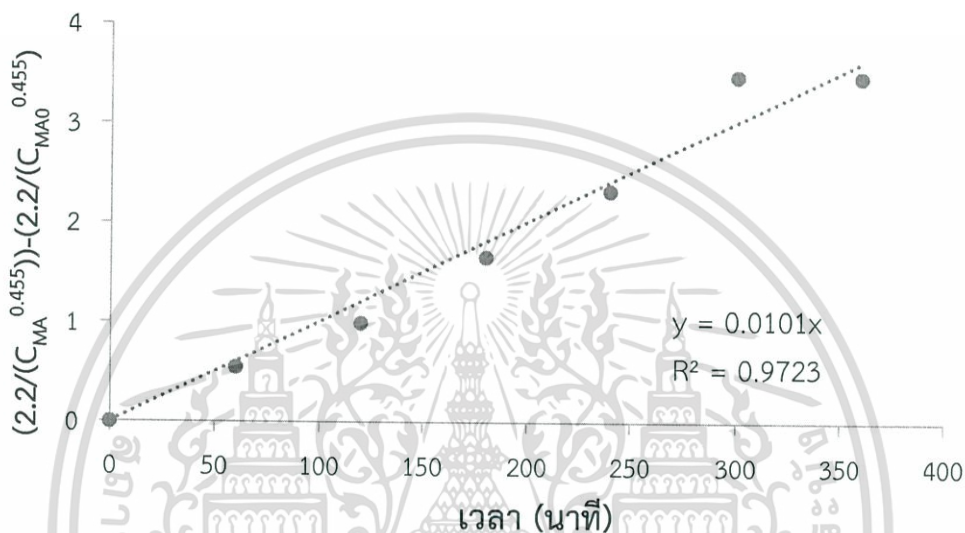
ตารางที่ ง.3 การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นเทียบกับเวลาในการทดลอง 4:1 ครั้งที่ 2

t (min)	0	60	120	180	240	300	360
C_{MA} (mol/dm ³)	2.05	1.07	0.70	0.43	0.28	0.16	0.16
$(2.2/(C_{MA}^{0.455})) - (2.2/(C_{MA0}^{0.455}))$	0.000	0.542	0.987	1.657	2.338	3.524	3.519

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปแบบสมการ $(2.2/(C_{MA}^{0.455})) - (2.2/(C_{MA0}^{0.455}))$
 ที่เวลา 60 นาที มีค่า $C_{MA} = 1.07 \text{ (mol/dm}^3\text{)}$
 ดังนั้น $(2.2/(C_{MA}^{0.455})) - (2.2/(C_{MA0}^{0.455})) = 0$

พลอตกราฟระหว่าง เทอม $(2.2/(C_{MA}^{0.455})) - (2.2/(C_{MA0}^{0.455}))$ และ เวลา (นาที) ความเข้มข้นที่
 เวลาต่างๆได้ดังนี้



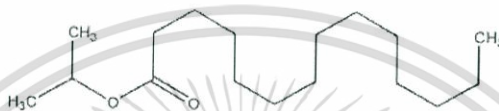
รูปที่ ๒.2 ความสัมพันธ์ระหว่าง $(2.2/(C_{MA}^{0.455})) - (2.2/(C_{MA0}^{0.455}))$ และ เวลา(t) ที่การทดลอง
 อัตราส่วน 4:1 ครั้งที่ 2

ค่า R-square ที่ได้มีค่าเท่ากับ 0.9723 ซึ่งมีค่าใกล้เคียง 1 มาก ดังนั้นที่ค่าอันดับปฏิกิริยา
 เท่ากับ 1.455 สามารถคาดการณ์ผลการทดลองนี้ได้ค่อนข้างแม่นยำ

ภาคผนวก จ

ข้อมูลสารไอโซโพรพิลไมริสเตต

- ชื่อทั่วไป: Isopropyl Myristate
- ชื่อพ้องอื่นๆ: Tetradecanoic acid, 1-methylethyl ester, Myristic acid isopropyl ester
- ชื่อทางเคมี [หมายเลข CAS]: 1-Methylethyl tetradecanoate [110-27-0]
- สูตรทางเคมี (มวลโมเลกุล): $C_{17}H_{34}O_2$ (270.5)
- สูตรโครงสร้าง:



- ประเภทการใช้งาน: ให้ความชุ่มชื้น ดูดซึมทางผิวหนัง ตัวทำละลาย
- การใช้งาน:

ตารางที่ จ.1 ปริมาณการใช้ไอโซโพรพิลไมริสเตตในผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ

Use	Concentration (%)
Detergent	0.003–0.03
Otic suspension	0.024
Perfumes	0.5–2.0
Microemulsions	<50
Soap	0.03–0.3
Topical aerosols	2.0–98.0
Topical creams and lotions	1.0–10.0

8. ลักษณะทางกายภาพ

ไอโซโพรพิลไมริสเตตเป็นสารที่ใส ไม่มีสี และไม่มีกลิ่น จะมีลักษณะเป็นไขที่มีความหนืดต่ำที่อุณหภูมิประมาณ 58 องศาเซลเซียส ไอโซโพรพิลไมริสเตตเกิดจากการทำปฏิกิริยาของไอโซโพรพานอลและกรดไมริสติก

9. คุณสมบัติทางเคมี

จุดเดือด: 140.28 องศาเซลเซียส ที่ความดัน 266 ปาสคาล

จุดวาบไฟ: 153.58 องศาเซลเซียส

จุดเยือกแข็ง: 58 องศาเซลเซียส

ละลายได้ใน อะซิโตน คลอโรฟอร์ม เอทานอล(95%) เอทิลอะซิเตต ไฮโดรคาร์บอนเหลว โทลูอิน ฯลฯ
ไม่ละลายใน กลีเซอริน ไกลคอล และน้ำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

10. Pharmacopeial Specifications:

ตารางที่ ๑.2 Pharmacopeial Specifications for Isopropyl myristate.

Test	PhEur 6.0	USP32-NF27
Identification	+	+
Characters	+	-
Appearance of solution	+	-
Relative density	0.853	0.846–0.854
Refractive index	1.434–1.437	1.432–1.436
Residue on ignition	≤0.1%	≤0.1%
Acid value	≤1.0	≤1.0
Saponification value	202–212	202–212
Iodine value	≤1.0	41.0
Viscosity	Viscosity 5–6 mPa s	-
Water	≤0.1%	-
Assay (as C ₁₇ H ₃₄ O ₂)	≥90.0%	≥90.0%

11. ความปลอดภัย:

มีการใช้ไอโซโพรพิลไมริสเตดอย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมเครื่องสำอาง และยา ซึ่งเป็นสารที่ไม่มีพิษ และอันตราย

LD₅₀ (หนู, ทางปาก): 49.7 กรัมต่อน้ำหนักหนู 1 กิโลกรัม

LD₅₀ (กระต่าย, ทางผิวหนัง): 5.0 กรัมต่อน้ำหนักกระต่าย 1 กิโลกรัม

12. การจัดเก็บ:

ไอโซโพรพิลไมริสเตดเป็นสารที่ต้านทานต่อการเกิดออกซิเดชัน ไฮโดรไลซิส และไม่เกิดการเห็นวิธีเก็บที่เหมาะสมควรเก็บอยู่ในบรรจุภัณฑ์ที่มิดชิด ในอากาศแห้งและเย็น หลีกเลี่ยงจากแสง