



วว.

โครงการวิจัยที่ ภ. 46-12 / ย.2 / รายงานฉบับที่ 1 (ฉบับสมบูรณ์)

# โครงการศึกษาและวิจัยสารเร่งปฏิกิริยา เพื่อใช้ในกระบวนการผลิตไบโอดีเซล



สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย

สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย

โครงการวิจัยที่ ภ. 46-12/ย.2

โครงการศึกษาและวิจัยสารเร่งปฏิกิริยาเพื่อใช้ในกระบวนการผลิตไบโอดีเซล

รายงานฉบับที่ 1 (ฉบับสมบูรณ์)

โครงการศึกษาและวิจัยสารเร่งปฏิกิริยาเพื่อใช้ในกระบวนการผลิตไบโอดีเซล

โดย

ลลิตา อ้วนโอ

พนิดา ศิริบังเกิดผล

พิศมัย เจนวนิชปัญจกุล

บรรณาธิการ

ดารณี ประภาสะโนบล

บุญเรียม น้อยชุมแพ

ปฐมสุดา สำเร็จ

วว., กรุงเทพฯ 2548

สงวนลิขสิทธิ์

รายงานฉบับนี้ได้รับการอนุมัติให้พิมพ์โดย  
ผู้ว่าการสถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย

นางลักษณ ปานเกิดดี

(ดร. นางลักษณ ปานเกิดดี)

ผู้ว่าการ

## คณะทำงาน

ผู้อำนวยการโครงการวิจัย : นางสาวพิศมัย เจนวนิชปัญจกุล

ผู้ร่วมโครงการ : นางสาวลลิตา อัครนโถ  
นางสาวพนิดา ศิริบังเกิดผล  
นางสาวอมรรัตน์ ส้อมโนธรรม  
นายกษมา เพชรทับทิม  
นายรัฐพงษ์ บาลัน

## สารบัญ

|  | หน้า |
|--|------|
| คณะทำงาน   | ก    |
| สารบัญตาราง  | ค    |
| สารบัญรูป  | ง    |
| ABSTRACT   | 1    |
| บทคัดย่อ   | 2    |
| 1. บทนำ  | 3    |
| 2. วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการ  | 11   |
| 3. ผลการทดลองและวิจารณ์  | 15   |
| 4. สรุปผลการทดลอง  | 26   |
| 5. เอกสารอ้างอิง   | 27   |
| 6. ภาคผนวก ก. การวิเคราะห์ค่าเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันในไบโอดีเซล<br>โดยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ตามมาตรฐาน EN 14103 | 29   |
| ภาคผนวก ข. การออกแบบการทดลองแบบบล็อกซ์-เบห์นเคน  | 32   |
| ภาคผนวก ค. วิธีการพื้นผิวผลตอบ   | 39   |

## สารบัญตาราง

|             | หน้า  |    |
|-------------|---|----|
| ตารางที่ 1. | คุณสมบัติทางกายภาพและเคมีของน้ำมันมะพร้าวดิบ                                    | 11 |
| ตารางที่ 2. | องค์ประกอบกรดไขมันของน้ำมันมะพร้าวดิบ   | 12 |
| ตารางที่ 3. | ผลการทดลองการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างๆในการผลิตไบโอดีเซล                     | 16 |
| ตารางที่ 4. | การออกแบบบ็อกซ์-เบห์นเคนแบบสามตัวแปร  | 19 |
| ตารางที่ 5. | การทดลองเชิงแฟกทอเรียล $2^2$ การทดลองซ้ำที่จุดกึ่งกลาง และ<br>การทดลองตามแนวแกน | 22 |

## สารบัญรูป

|  | หน้า |
|--|------|
| รูปที่ 1. ลักษณะของสารผสมจากปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันในการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันมะพร้าวดิบ เมื่อใช้โพแทสเซียมคาร์บอเนต (A) แคลเซียมออกไซด์ (B) และแคลเซียมคาร์บอเนต (C) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา                          | 16   |
| รูปที่ 2. ความสัมพันธ์ร่วมระหว่างอุณหภูมิและปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาต่อความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซลในรูปของเมทิลเอสเทอร์ อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันดิบเท่ากับ 12:1  | 20   |
| รูปที่ 3. ความสัมพันธ์ร่วมระหว่างปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (1-2.5% โดยน้ำหนัก) และอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันมะพร้าวดิบ (6:1-12:1) ที่มีต่อความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซลในรูปของเมทิลเอสเทอร์ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส | 21   |
| รูปที่ 4. ความสัมพันธ์ของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาและอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันมะพร้าวดิบที่มีต่อความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซล ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส  | 24   |

# **STUDY AND RESEARCH ON CATALYST IN BIODIESEL PRODUCTION**

**Lalita Attanatho, Panida Siribangkeadpol and Peesamai Jenvanitpanjakul**

## **ABSTRACT**

Nowadays, the commercial biodiesel industry normally uses sodium hydroxide as a base homogeneous catalyst for transesterification of vegetable oil or animal fat with an alcohol, because of its reasonable price. The complicated and cost consuming purification process is needed in order to remove the homogeneous catalyst from the biodiesel product.

The purpose of this study is to examine the heterogeneous catalyst for producing biodiesel from crude coconut oil. The results showed that potassium carbonate, calcium oxide, sodium hydrogen sulfate, potassium hydrogen sulfate and zinc carbonate could be used as the catalyst for transesterification reaction at 60 °C. However, potassium carbonate, which yielded highest biodiesel purity, was completely dissolved in the reaction mixture. Thus, calcium oxide was selected as the most potential heterogeneous catalyst for biodiesel production.

The factorial design and response surface methodology was applied to optimize the biodiesel production process using calcium oxide as a heterogeneous catalyst. The optimum condition was found to be 60 °C, 12:1 molar ratio of methanol to crude coconut oil, 6-8.6% by oil weight of the catalyst, which yielded methyl ester with higher than 96.5% in purity.



# โครงการศึกษาและวิจัยสารเร่งปฏิกิริยา เพื่อใช้ในกระบวนการผลิตไบโอดีเซล

ลลิตา อัดนโถ<sup>1</sup>, พนิดา สิริบังเกิดผล<sup>1</sup> และ พิศมัย เจนวนิชปัญจกุล<sup>1</sup>

## บทคัดย่อ

กระบวนการทรานเอสเทอร์ฟิเคชันเป็นกระบวนการผลิตเอสเทอร์ของกรดไขมัน โดยเป็นปฏิกิริยาระหว่างน้ำมันพืชกับแอลกอฮอล์ และมีกรดหรือเบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้รับความนิยม เนื่องจากให้ผลได้ของผลิตภัณฑ์สูง แต่จะยุ่งยากในขั้นตอนของการแยกเอาตัวเร่งปฏิกิริยาออกเมื่อปฏิกิริยาเสร็จสิ้น ซึ่งเป็นการเพิ่มขั้นตอนและการลงทุน.

การศึกษานี้มุ่งเน้นที่การศึกษาผลของการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดวิวิธพันธ์ในกระบวนการทรานเอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันมะพร้าว จากการศึกษาในเบื้องต้นพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดวิวิธพันธ์ ดังต่อไปนี้ คือ โพแทสเซียมคาร์บอเนต, แคลเซียมออกไซด์, โซเดียมไฮโดรเจนซัลเฟต, โพแทสเซียมไฮโดรเจนซัลเฟต และซิงค์คาร์บอเนต มีความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน โดยที่โพแทสเซียมคาร์บอเนต และแคลเซียมออกไซด์ มีความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสูงสุด แต่โพแทสเซียมคาร์บอเนตละลายได้ดีในของผสมที่ทำปฏิกิริยา ในการศึกษาเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมจึงเลือกใช้แคลเซียมออกไซด์ ที่สภาวะอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส แคลเซียมออกไซด์มีความเหมาะสมในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์มากที่สุด โดยให้ผลผลิตไบโอดีเซลที่มีความบริสุทธิ์ในรูปเมทิลเอสเทอร์ร้อยละ 92.83 โดยน้ำหนัก.

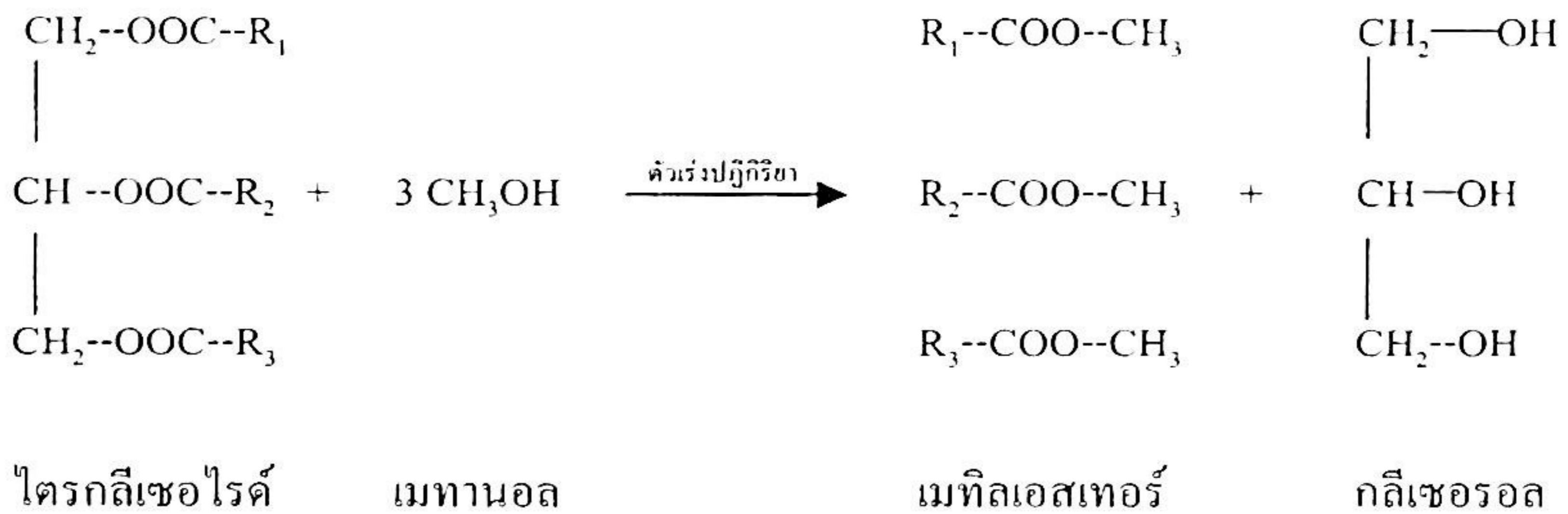
การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการใช้แคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่าที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันมะพร้าวดิบ 12:1 และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 6-8.6 โดยน้ำหนักของน้ำมันพืช จะให้ไบโอดีเซลหรือเมทิลเอสเทอร์ที่มีความบริสุทธิ์มากกว่าร้อยละ 96.5 โดยน้ำหนัก.

<sup>1</sup> ฝ่ายสิ่งแวดล้อม นิเวศวิทยาและพลังงาน, สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย (วว.)

# 1. บทนำ

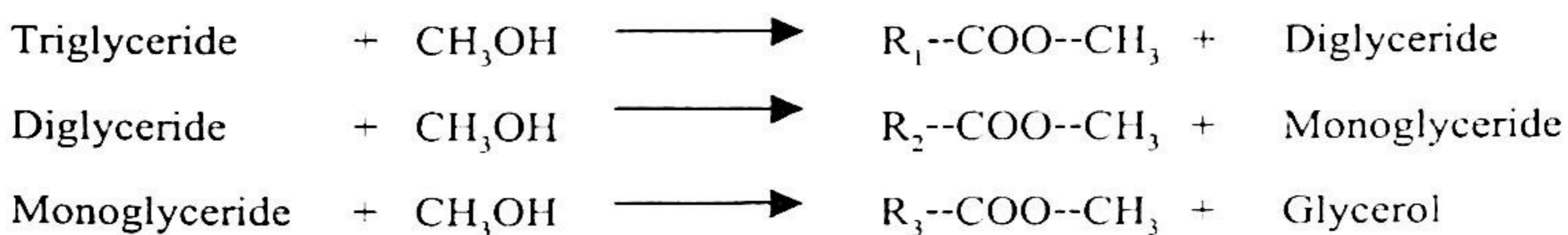
กระบวนการทรานเอสเทอร์ริฟิเคชัน คือ กระบวนการผลิตเอสเทอร์ของกรดไขมัน หรือที่รู้จักกันในชื่อของไบโอดีเซลจากน้ำมันพืชหรือไขมันสัตว์ซึ่งมีไตรกลีเซอไรด์ (Triglyceride) เป็นองค์ประกอบหลัก โดยเป็นปฏิกิริยาระหว่างน้ำมันพืชกับแอลกอฮอล์และมีกรดหรือเบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ได้ผลิตภัณฑ์หลัก คือ ไบโอดีเซลและกลีเซอรอล ซึ่งเป็นผลพลอยได้จากปฏิกิริยาดังกล่าวปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ริฟิเคชันระหว่างน้ำมันหรือไขมันกับแอลกอฮอล์.

## ปฏิกิริยารวม



ปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ริฟิเคชันเป็นปฏิกิริยาแบบผันกลับได้ (reversible reaction) โดยต้องการแอลกอฮอล์ 3 โมลต่อโมลของไตรกลีเซอไรด์ ตามปริมาณสัมพันธ์ (stoichiometry) ซึ่งจะได้ไบโอดีเซล 3 โมลและกลีเซอรอล 1 โมล แต่ในทางปฏิบัติจะใช้ปริมาณแอลกอฮอล์ที่มากเกินไปเพื่อให้ปฏิกิริยาดำเนินไปข้างหน้า ปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ริฟิเคชันประกอบด้วยปฏิกิริยาย่อย 3 ขั้นตอน ซึ่งจะมีสารกึ่งผลิตภัณฑ์ (intermediate) คือ ไดกลีเซอไรด์และโมโนกลีเซอไรด์เกิดขึ้นในแต่ละขั้นตอนดังกล่าว (Freedman *et al.* 1986).

## ปฏิกิริยาย่อย



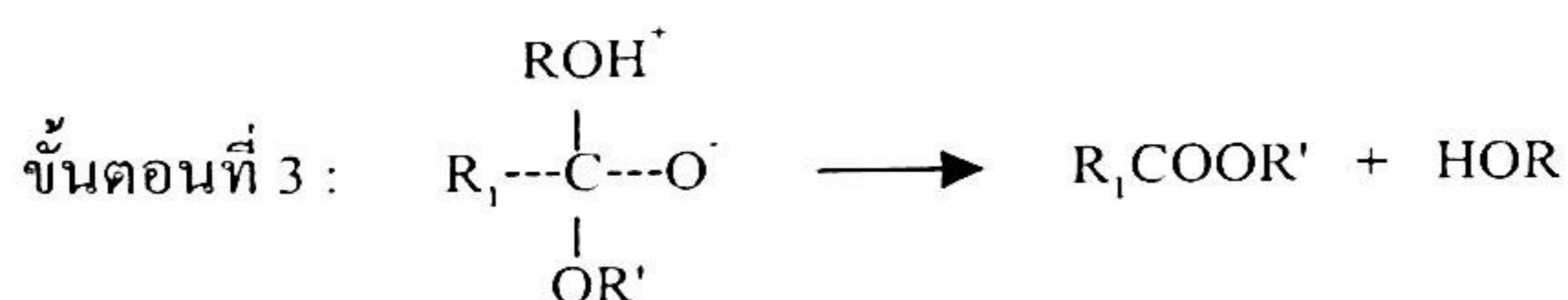
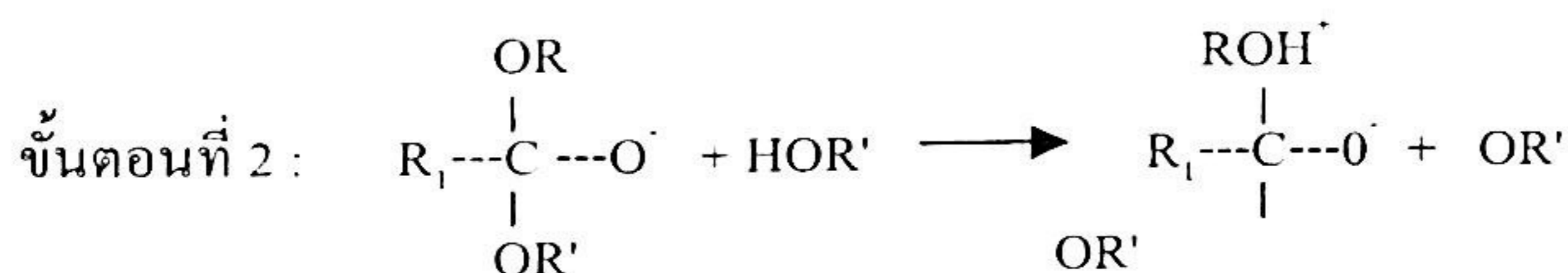
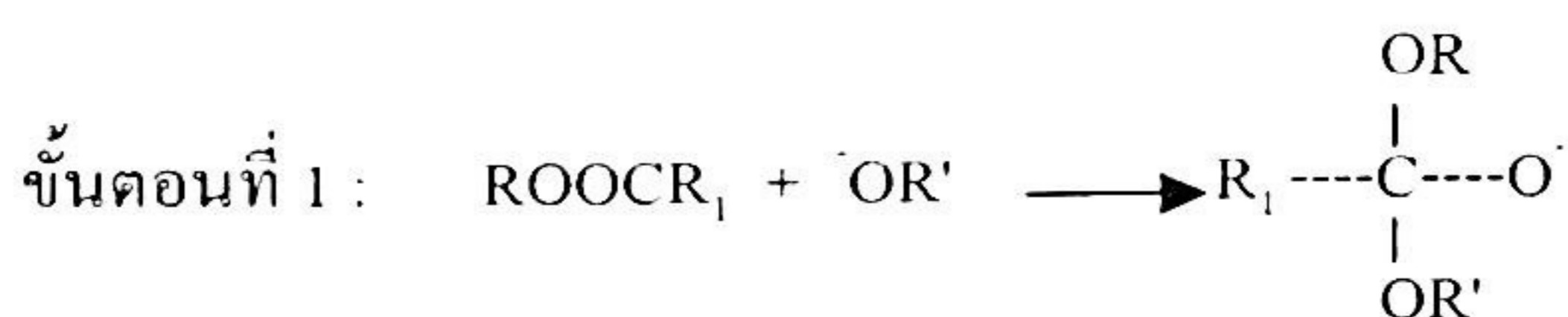
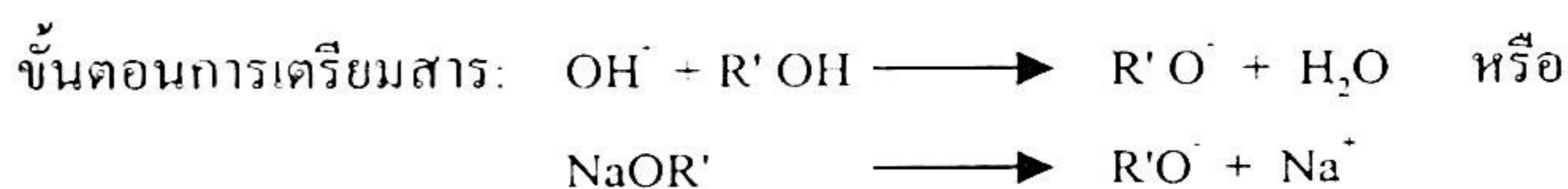
เมทานอลเป็นแอลกอฮอล์ที่มีรายงานการใช้เป็นสารตั้งต้น สำหรับปฏิกิริยาทรานเอส-เทอร์ริฟิเคชันเพื่อผลิตไบโอดีเซลมากที่สุดเนื่องจากมีคุณสมบัติทางเคมีและทางกายภาพที่เหมาะสม คือ มีความเป็นขั้วสูง และเป็นแอลกอฮอล์ที่มีโครงสร้างโมเลกุลเล็กที่สุด. นอกจากนี้ยังมีราคาถูก เมื่อเทียบกับแอลกอฮอล์ชนิดอื่น อย่างไรก็ตามได้มีรายงานการใช้แอลกอฮอล์อื่นๆ เป็นสารตั้งต้น ในกระบวนการทรานเอสเทอร์ริฟิเคชัน เช่น เอทานอล โพรพานอลและบิวทานอล โดยที่เอทานอล เป็นแอลกอฮอล์ที่ผลิตได้จากผลิตภัณฑ์ทางการเกษตรและมีความเป็นพิษน้อยกว่าเมทานอล.

## 1.1 การผลิตไบโอดีเซลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ (Homogeneous catalyst)

ปัจจุบันมีงานวิจัยจำนวนมากที่ศึกษาการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ในการผลิตไบโอดีเซล โดยตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ริฟิเคชันแบบเอกพันธ์ แบ่งได้เป็น 2 ชนิด คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบกรด และตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเบส ดังมีรายละเอียดดังนี้ :

### 1.1.1 การผลิตไบโอดีเซลโดยตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเบส (Base catalyzed process)

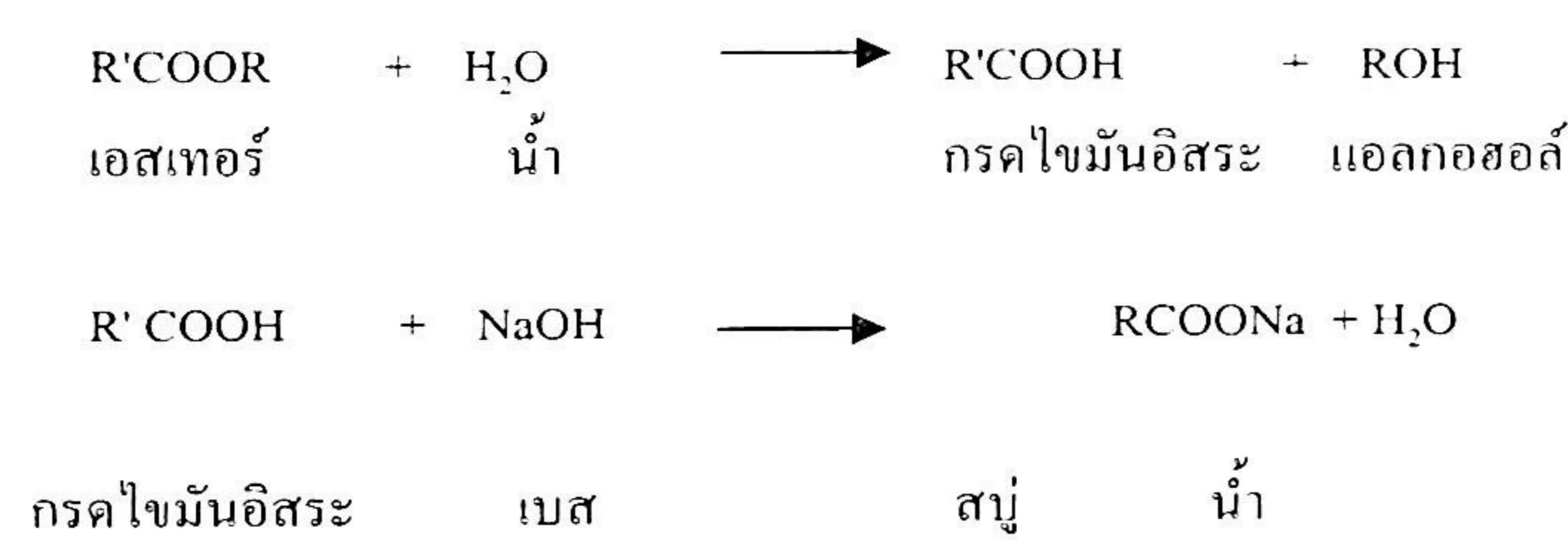
กลไกในการเกิดปฏิกิริยาสำหรับปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ริฟิเคชัน เมื่อใช้เบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ประกอบด้วย 3 ขั้นตอนย่อยดังนี้ (Frangrui Ma *et al.* 1999).



หมายเหตุ : R-OH คือ ไคกลีเซอไรด์  
 $\text{R}_1$  คือ กลุ่มอัลคิลที่มีสายโซ่โมเลกุลยาว  
 $\text{R}'$  คือ กลุ่มอัลคิลที่มีสายโซ่โมเลกุลสั้น

ในขั้นตอนก่อนเกิดปฏิกิริยา สารเร่งปฏิกิริยาที่เป็นเบสเกิดการละลายในแอลกอฮอล์ และเกิดการแตกตัวของแอลกอฮอล์หรือตัวเร่งปฏิกิริยาได้เมทอกไซด์ไอออน ซึ่งก็คือ ไอออนลบของแอลกอฮอล์ จากนั้นเมทอกไซด์ไอออนเข้าไปจับที่อะตอมของคาร์บอนในหมู่คาร์บอนิลของไตรกลีเซอไรด์เกิดเป็น tetrahedral intermediate ในขั้นตอนแรก จากนั้นขั้นตอนที่สอง tetrahedral intermediate ทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์ ได้ tetrahedral intermediate อีกโครงสร้างหนึ่ง และปล่อยเมทอกไซด์ไอออนออกมาจากปฏิกิริยา และขั้นตอนสุดท้ายคือการจัดโครงสร้างของ tetrahedral intermediate เกิดเป็น เมทิลเอสเทอร์และไตรกลีเซอไรด์.

รายงานการวิจัยของ Freedman *et al.* (1984) แสดงให้เห็นว่าโซเดียมเมทอกไซด์มีประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งในปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันได้ดีกว่าโซเดียมไฮดรอกไซด์ เนื่องจากปริมาณน้ำที่เกิดขึ้นจากการละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในเมทานอล เป็นสาเหตุหนึ่งของการเกิดสบู่ซึ่งเป็นผลจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเอสเทอร์ ซึ่งจะลดประสิทธิภาพของการเกิดปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันดังกล่าว.



หมายเหตุ : R คือ กลุ่มอัลคิลที่มีสายโซ่โมเลกุลสั้น  
R' คือ กลุ่มอัลคิลที่มีสายโซ่โมเลกุลยาว

อย่างไรก็ตามค่าคอนเวอร์ชัน (conversion) หลังจากทำปฏิกิริยา 60 นาที มีค่าใกล้เคียงกันเมื่อใช้โซเดียมเมทอกไซด์ 0.5% และ โซเดียมไฮดรอกไซด์ 1% โดยน้ำหนักของน้ำมัน.

ศรีสวัสดิ์ (2529) ศึกษาการผลิตเมทิลเอสเทอร์จากน้ำมันเนื้อในเมล็ดปาล์ม, น้ำมันมะพร้าว และไขสัตว์ ในเครื่องปฏิกรณ์แบบไม่ต่อเนื่อง โดยใช้โซเดียมเมทอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 40-60 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 4 ชั่วโมง อัตราส่วนน้ำมันพืชต่อเมทานอลเท่ากับ 1:6 โมล ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเท่ากับ 1% โดยน้ำหนักน้ำมัน พบว่าเมทิลเอสเทอร์จากน้ำมัน

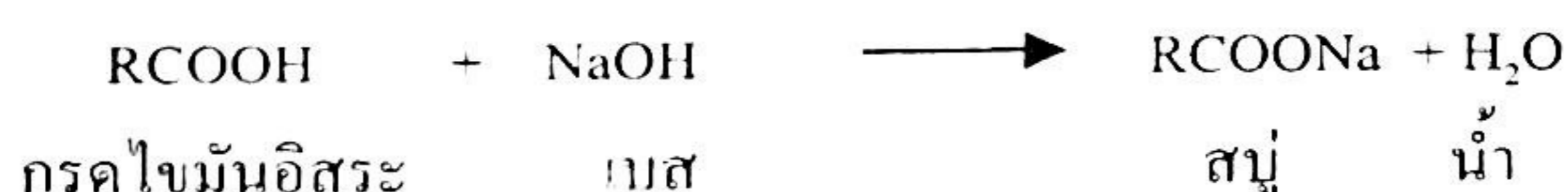
มะพร้าวที่เกิดขึ้น มีปริมาณดังนี้ เมทิลลอเรต (Methyl Laurate) 47%, เมทิลไมริสเตต (Methyl Myristate) 17%, เมทิลปาล์มิเตต (Methyl Palmitate) 8.8%. เมทิลเอสเทอร์จากน้ำมันเนื้อในเมล็ดปาล์ม มีปริมาณดังนี้ เมทิลลอเรต 47%, เมทิลไมริสเตต 14.5%, เมทิลปาล์มิเตต 7.8% ส่วนเมทิลเอสเทอร์จากไขสัตว์ พบว่ามีปริมาณเมทิลลอเรต 2.9%, เมทิลไมริสเตต 28.2%, เมทิลปาล์มิเตต 35.6% และมีค่าคอนเวอร์ชันประมาณ 98-99%.

Jose *et al.* (1999) ศึกษาการสังเคราะห์ไบโอดีเซลจากน้ำมัน *Cynara Cardunculus* โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์, โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ และโซเดียมเมทอกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาคั้งแต่ 0.1-1% โดยน้ำหนัก ความเข้มข้นของเมทานอล 5-21% โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 25-60 องศาเซลเซียส ผลการศึกษาพบว่า การใช้เมทานอลความเข้มข้น 15% โดยน้ำหนัก และโซเดียมเมทอกไซด์ 1% โดยน้ำหนัก เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เวลา 120 นาที ทำให้ได้ไบโอดีเซลที่มีคุณภาพดีที่สุด และมีคุณสมบัติใกล้เคียงกับน้ำมันดีเซลมาก โดยมีปริมาณผลได้ 94% โดยน้ำหนัก.

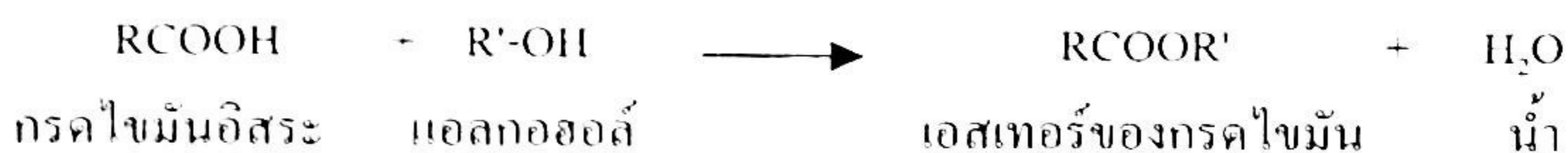
Antolin *et al.* (2002) พบว่าสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันเมล็ดทานตะวันโดยใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา คือ ใช้เมทานอลสามเท่าของปริมาณทางทฤษฎี ปริมาณโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 0.28% โดยน้ำหนักน้ำมัน ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส โดยมีปริมาณผลได้ เท่ากับ 96% โดยน้ำหนัก และได้ไบโอดีเซลที่มีคุณภาพตามมาตรฐานยุโรป.

### 1.1.2 การผลิตไบโอดีเซลโดยตัวเร่งปฏิกิริยาแบบกรด (Acid catalyzed process)

การใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตไบโอดีเซลนั้นจะใช้ในกรณีที่น้ำมันพืชตั้งต้นมีคุณภาพต่ำเช่นน้ำมันที่ผ่านการใช้แล้ว หรือน้ำมันที่มีปริมาณกรดไขมันอิสระสูง ซึ่งกรดไขมันอิสระดังกล่าวไม่สามารถเปลี่ยนรูปเป็นเอสเทอร์ของกรดไขมันได้ เมื่อใช้เบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา แต่กรดไขมันจะทำปฏิกิริยากับเบสเช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์เกิดเป็นเกลือของกรดไขมันหรือสบู่ ดังสมการ.



สบู่ที่เกิดขึ้นนอกจากจะทำให้ปริมาณผลได้ของผลิตภัณฑ์ลดลงแล้ว ยังมีผลต่อขั้นตอนการแยกของไบโอดีเซลและกลีเซอรอลและขั้นตอนการทำให้ไบโอดีเซลบริสุทธิ์อีกด้วย ในขณะที่กรดไขมันอิสระจะทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์ได้ผลิตภัณฑ์คือเอสเทอร์ของกรดไขมันและน้ำ เมื่อใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งปฏิกิริยาดังกล่าวเรียกว่าปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันดังสมการ.



กรดที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน คือ กรดบรอนสเตด เช่น กรดซัลโฟนิก กรดซัลฟิวริกและกรดไฮโดรคลอริก.

Freedman *et al.* (1984), Harrington, and D-Arcy-Evans (1985) มีผลการวิจัยที่แสดงให้เห็นว่าการใช้ค่าंगประเภทไฮดรอกไซด์หรือเมทอกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันนั้น จะใช้ระยะเวลาที่ปฏิกิริยาจะเกิดสมบูรณ์สั้น คือ 30 นาที ในสภาวะอุณหภูมิห้อง ในขณะที่การใช้กรด เช่น กรดซัลฟิวริก เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จะต้องใช้อุณหภูมิสูงกว่า คือ ประมาณ 100 องศาเซลเซียส และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 3-4 ชั่วโมง.

Alcantara *et al.* (2000) ศึกษาสภาวะของการเกิดปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน ไขมันสัตว์ โดยใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบกะ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยเปรียบเทียบการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากรดและเบส คือ กรดซัลฟิวริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่าการใช้กรดมีอัตราการเกิดปฏิกิริยาน้อย คือ เพียง 13% ที่เวลา 48 ชั่วโมง ส่วนเบสจะเกิดปฏิกิริยาได้สมบูรณ์ในระยะเวลาน้อยกว่า 3 ชั่วโมง.

## 1.2 การผลิตไบโอดีเซลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ (Heterogeneous catalyst)

การศึกษาการผลิตไบโอดีเซลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธุ์ที่ได้รับความนิยมในปัจจุบันนั้น จะต้องประกอบด้วยขั้นตอนการทำผลิตภัณฑ์ให้บริสุทธิ์ เพื่อแยกสารเร่งปฏิกิริยาออกจากผลิตภัณฑ์ภายหลังปฏิกิริยาสิ้นสุด ในขณะที่การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ จะช่วยลดขั้นตอนดังกล่าว ซึ่งเป็นทางหนึ่งในการลดต้นทุนในการผลิต การศึกษาการผลิตไบโอดีเซลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ เริ่มต้นมีรายงานการศึกษาโดย Peterson *et al.* (1984) ซึ่งทดสอบคุณสมบัติของแคลเซียมออกไซด์, โพแทสเซียมคาร์บอเนต, โซเดียมเมทอกไซด์,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{NaAlO}_2$ , Zn, Sn, Pb, ZnO และ Dowex 2X8 ซึ่งเป็นสารในกลุ่ม Anion exchange resin ในการเป็น

ตัวเร่งปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันเมล็ดเรปและเมทานอล ที่อุณหภูมิ 60-63 องศาเซลเซียส จากผลการศึกษาพบว่า CaO.MgO ให้คุณสมบัติในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีที่สุด และการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์จะให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาค่าต่ำกว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธุ์ เนื่องจากการแพร่ของสารในสารผสมในการทำปฏิกิริยา ซึ่งแยกออกเป็น 3 วัฏภาค ได้แก่ น้ำมัน, เมทานอล และตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นตัวชะลอการเกิดปฏิกิริยา.

Vincente (1998) ศึกษาการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันเมล็ดทานตะวันบริสุทธิ์โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธุ์และแบบวิวิธพันธุ์ โดยผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธุ์ที่นิยมใช้มากที่สุด ให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาสูง เมื่อปฏิกิริยาดำเนินไปเพียงแค่ 5 นาที คอนเวอร์ชันมีค่ามากกว่า 88% ในขณะที่การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ให้ค่าคอนเวอร์ชันก่อนข้างค้ำที่สภาวะในการทดลองเดียวกัน โดยแมกนีเซียมออกไซด์ให้ค่าคอนเวอร์ชัน 11% ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันพืชเท่ากับ 6 ต่อ 1 ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา 1% โดยน้ำหนักน้ำมันพืช ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 8 ชั่วโมง ส่วนการใช้สารในกลุ่ม cation exchange resin หรือที่เรียกตามชื่อการค้าว่า Amberlyst 15 ให้ค่าคอนเวอร์ชันสูงกว่าสารในกลุ่ม anion exchange resin หรือชื่อการค้า Amberlyst A26, Amberlyst A27 อย่างไรก็ตามเมื่อใช้สาร ion exchange resin เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา คอนเวอร์ชันมีค่าต่ำกว่า 1% และเมื่อใช้สารในกลุ่ม Zirconium based และ Immobilized lipase เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่าไม่มีผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซลเกิดขึ้นเลย.

Leclercq *et al.* (2001) ศึกษาการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด basic zeolites ซึ่งได้แก่ Cesium exchange NaCsX zeolites และตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ ได้แก่ Hydrotalcite ที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 723 องศาเซลวิน แมกนีเซียมออกไซด์ที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 723 และ 823 องศาเซลวิน และแบเรียมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 473 องศาเซลวิน ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา 10% โดยน้ำหนักของน้ำมัน ที่อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันพืชต่างๆ ในการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันเมล็ดเรป จากผลการศึกษาพบว่าการใช้ Cesium exchange NaCsX zeolites เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันสูงและระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยานาน พบว่ามีการเกิดปฏิกิริยาและให้ผลได้ของเมทิลเอสเทอร์สูง ในขณะที่การใช้แมกนีเซียมออกไซด์ที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 823 องศาเซลวิน จะลดเวลาและปริมาณของเมทานอลที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาลงได้ ส่วนแบเรียมไฮดรอกไซด์มีความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสูง เมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 1 ชั่วโมง อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันพืช 6:1 ให้ค่าคอนเวอร์ชันสูงถึง 80%.

Suppes *et al.* (2001) ศึกษาการใช้สารในกลุ่มคาร์บอนเนต เป็นตัวเร่งปฏิกิริยากระบวนการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันถั่วเหลือง ที่อุณหภูมิ 210 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2-2.5 ชั่วโมง พบว่าปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ริฟิเคชันของน้ำมันถั่วเหลืองและไดเอทิลีนไกลคอลหรือกลีเซอริน โดยมีแคลเซียมออกไซด์, แคลเซียมคาร์บอเนต, โซเดียมคาร์บอเนต, โพแทสเซียมคาร์บอเนต, ซิงค์คาร์บอเนต และแมกนีเซียมคาร์บอเนต เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา มีค่าคอนเวอร์ชันมากกว่า 95% ซึ่งปฏิกิริยานี้เกิดขึ้นได้สมบูรณ์เมื่อใช้เวลาเพียง 18 นาที และเมื่อนำแคลเซียมคาร์บอเนตมาบรรจุในถังปฏิกรณ์แบบฟิกส์เบด พบว่าปฏิกิริยาของน้ำมันถั่วเหลืองกับไดเอทิลีนไกลคอลหรือกลีเซอรินที่สัดส่วนโดยมวลเท่ากัน อุณหภูมิ 200-260 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 18 นาที พบว่ามีการเกิดปฏิกิริยามากกว่า 95% ในขณะที่การใช้เอทานอลเป็นสารตั้งต้น จะมีการเกิดปฏิกิริยาค่ากว่า 5% แต่เมื่อเติมเมทิลเอสเทอร์ของน้ำมันถั่วเหลืองปริมาณ 2 เท่าของน้ำมันถั่วเหลืองเพื่อไปละลายให้น้ำมันถั่วเหลืองและเอทานอลเป็นเนื้อเดียวกัน ที่อุณหภูมิ 200-260 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 18 นาที พบว่าที่อุณหภูมิ 260 องศาเซลเซียส มีการเกิดปฏิกิริยามากกว่า 95% ในขณะที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส มีการเกิดปฏิกิริยาค่ากว่า 1% ซึ่งผู้วิจัยและคณะได้สรุปว่าแคลเซียมคาร์บอเนตมีความเหมาะสมที่จะเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการนี้.

Khan (2002) ศึกษาการใช้สารประกอบในกลุ่มอะลูมินาซิลิเกต ซึ่งมีชื่อทางการค้าว่า Valfor และแคลเซียมคาร์บอเนต เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันเมล็ดเรป ที่อุณหภูมิ ความดัน และเวลาในการทำปฏิกิริยาต่างกัน ซึ่งไม่มีรายงานว่าได้วิเคราะห์ปริมาณ เมทิลเอสเทอร์ที่เกิดขึ้น เพราะการเกิดปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นต่ำมาก.

Khan (2002) ศึกษาชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ริฟิเคชันของน้ำมันคาโนลา ได้แก่ แคลเซียมคาร์บอเนต, Zirconium, Zircon sand ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 180 นาที โดยสังเกตจากการเกิดขึ้นของกลีเซอรินในสารผสมที่ได้จากปฏิกิริยา ที่สัดส่วนโมลน้ำมันต่อเอทานอล 1:6 และปริมาณสารเร่งปฏิกิริยาประมาณ 3% โดยน้ำหนักน้ำมัน จากการศึกษพบว่าแคลเซียมคาร์บอเนตไม่มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาที่ภาวะในการทดลอง ในขณะที่ Zirconia ให้แนวโน้มว่าจะเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีเพราะสังเกตเห็นชั้นของกลีเซอริน ในขณะที่ Zircon sand ไม่มีการเกิดปฏิกิริยาเกิดขึ้นเลย.

Siegfried (2002) ศึกษาการใช้เกลือโลหะของกรดอะมิโน เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ริฟิเคชันของน้ำมันปาล์ม จากการศึกษพบว่าเกลือของกรดอะมิโน เช่น zinc salts of arginine, carnitine หรือ histidine ซึ่งมีคุณสมบัติเป็นเบสแก่และไม่ละลายในแอลกอฮอล์ กลีเซอรอลและ



ไบโอดีเซล มีความเหมาะสมในการใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ในปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์-ฟิเคชันของน้ำมันพืช โดยให้ค่าคอนเวอร์ชัน 50-60% ที่อุณหภูมิ 100-150 องศาเซลเซียส.

นอกจากนี้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดอื่นๆ เช่น เถ้าของปาล์มและมะพร้าวและซีโอไลต์ ได้รับการทดสอบคุณสมบัติในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน ซึ่งมีรายงานว่าตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวให้ค่าผลได้ของเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันที่ 90% ในขณะที่เถ้าของมะพร้าว ที่มีโพแทสเซียมคาร์บอเนตและโซเดียมคาร์บอเนตอยู่ในองค์ประกอบ มีคุณสมบัติในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันปาล์ม โดยให้ค่าความบริสุทธิ์ของเมทิลเอสเทอร์ 96-98% (Knothe, n.d).

สารเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้ในกระบวนการระดับอุตสาหกรรมในปัจจุบันคือ โซเดียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธุ์ ซึ่งมีข้อดีคือมีราคาถูกและจัดหาได้ง่าย แต่มีข้อเสีย คือ ต้องประกอบด้วยขั้นตอนการกำจัดสารเร่งปฏิกิริยาออกจากผลิตภัณฑ์ ซึ่งก่อให้เกิดน้ำเสียและของเสีย ซึ่งจะส่งผลให้ต้นทุนในการผลิตสูง การผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันพืชให้มีความเป็นไปได้ในเชิงพาณิชย์นั้น นอกเหนือจากคุณภาพของไบโอดีเซลที่ได้แล้ว ราคาต้นทุนในการผลิตก็เป็นตัวแปรที่มีความสำคัญ. ดังนั้นสถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย จึงได้จัดทำโครงการศึกษาและวิจัยสารเร่งปฏิกิริยาเพื่อใช้ในกระบวนการผลิตไบโอดีเซล โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาและวิจัยสารเร่งปฏิกิริยาที่มีความเหมาะสม เพื่อใช้ในกระบวนการทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน เพื่อหาแนวทางในการพัฒนาและเพิ่มแหล่งพลังงานในประเทศ.

## 2. วัสดุ อุปกรณ์และวิธีการ

### 2.1 สารเคมี

#### 1. น้ำมันมะพร้าวดิบ

คุณสมบัติทั้งกายภาพ เคมี และค่าความร้อนของน้ำมันมะพร้าวดิบ แสดงไว้ในตารางที่ 1 ส่วนองค์ประกอบกรดไขมันของน้ำมันแสดงไว้ในตารางที่ 2.

ตารางที่ 1. คุณสมบัติทางกายภาพและเคมีของน้ำมันมะพร้าวดิบ

| คุณสมบัติของน้ำมันพืช   | วิธีทดสอบ   | น้ำมันมะพร้าวดิบ |
|---|---|------------------|
| 1. ความถ่วงจำเพาะ<br>ที่ 40/25 องศาเซลเซียส                         | AOCS. Official Method Cc 10a-25                                   | 0.922            |
| 2. ค่าของกรด (AV),<br>มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์<br>ต่อกรัมไขมัน | AOCS. Official Method Cd 3a-63                                    | 0.25             |
| 3. ปริมาณกรดไขมันอิสระ*<br>% โดยน้ำหนัก                             | AOCS. Official Method Cd 3a-63                                    | 0.09             |
| 4. ปริมาณน้ำและสิ่งที่ระเหยได้<br>% โดยน้ำหนัก                      | AOCS. Official Method Ca 2b-38(Hot-<br>Plate Method) <sup>B</sup> | 0.07             |
| 5. ค่าไอโอดีนแบบวิงส์<br>เซนติกรัมไอโอดีนต่อกรัมไขมัน               | AOCS. Official Method Cd 1-25                                     | 7.14             |
| 6. ค่าความร้อน<br>กิโลแคลอรีต่อกิโลกรัม                             | ASTM D2015  | 8,960            |
| 7. ความหนืด ที่ 40 องศาเซลเซียส<br>เซนติสโตก                        | ASTM D445   | 24.85            |

\* % FFA (as lauric acid) = AV/2.81

## ตารางที่ 2. องค์ประกอบกรดไขมันของน้ำมันมะพร้าวดิบ

| ชนิดของกรดไขมัน       | น้ำมันมะพร้าวดิบ |
|-----------------------|------------------|
| Caprylic acid (C8:0)  | 7.3              |
| Capric acid (C10:0)   | 5.7              |
| Lauric acid (C12:0)   | 48.6             |
| Myristic acid (C14:0) | 19.3             |
| Palmitic acid (C16:0) | 9.2              |
| Stearic acid (C18:0)  | 1.0              |
| Oleic acid (C18:1)    | 5.8              |
| Linoleic acid (C18:2) | 3.0              |

น้ำหนักโมเลกุลของน้ำมันมะพร้าวดิบคำนวณได้จากองค์ประกอบของกรดไขมันในน้ำมัน โดยน้ำมันมะพร้าวดิบที่ใช้ในการทดลองนี้มีค่าน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 676.

2. เมทานอล (MeOH) A.R. grade ความบริสุทธิ์ 99.8 %, บริษัท Merck
3. โพแทสเซียมคาร์บอเนต (Anhydrous  $K_2CO_3$ ) ความบริสุทธิ์ 99.0 %, บริษัท UNILAB
4. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) , บริษัท Merck
5. แคลเซียมออกไซด์ (CaO) ความบริสุทธิ์ 96.0 % , บริษัท UNILAB
6. แคลเซียมคาร์บอเนต ( $CaCO_3$ ) ความบริสุทธิ์ 99.0 % , บริษัท Fluka
7. โซเดียมไฮโดรเจนซัลเฟต ( $NaHSO_4$ ) ความบริสุทธิ์ 99.0 %, บริษัท MERCK
8. โพแทสเซียมไฮโดรเจนซัลเฟต ( $KHSO_4$ ) ความบริสุทธิ์ 99.0 %, บริษัท MERCK
9. แมกนีเซียมคาร์บอเนต ( $MgCO_3$ ) บริษัท UNILAB
10. ซิงค์คาร์บอเนต ( $ZnCO_3$ ) บริษัท FLUKA
11. ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ความบริสุทธิ์ 99.7 % , บริษัท BDH Chemicals Ltd.
12. โซเดียมซัลเฟตแอนไฮไดรรัส ชนิด Analytical Grade (AR) ( $Na_2SO_4$ ) , บริษัท UNIVAR
13. โพรพานอล (propanol) ความบริสุทธิ์ 99.99 % , บริษัท Fisher Chemicals

## 2.2 อุปกรณ์และเครื่องมือในการทดลอง

1. เครื่องชั่งทศนิยม 2 ตำแหน่ง รุ่น PB602-5 ของบริษัท Mettler-Toledo (Thailand) Ltd.
2. เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่งรุ่น AB204-5 ของบริษัท Mettler-Toledo (Thailand) Ltd.
3. เครื่องวัดความหนืดรุ่น LV-DV-III ยี่ห้อ Brookfield

4. เครื่องระเหยแบบหมุนได้ (Rotary Evaporator) รุ่น R 205 ของบริษัท BEC Thai
5. ชุดอุปกรณ์การทดลองปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน ซึ่งประกอบด้วยเครื่องกวนและให้ความร้อนแบบแม่เหล็กหมุน (magnetic stirrer/hot plate) ของบริษัท ชัชรีย์โฮลดิ้งจำกัด; ชุดอุปกรณ์ควบแน่นไอระเหยของเมทานอลด้วยน้ำเย็น และอ่างน้ำควบอุณหภูมิ รุ่น TC-200 ยี่ห้อ Brookfield
6. เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (GC) รุ่น GC 2010 ของบริษัท SHIMADZU

## 2.3 วิธีการทดลอง

### 2.3.1 การทดลองผลิตไบโอดีเซลด้วยปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน

ขั้นตอนในการทดลองมีรายละเอียดดังนี้ :

1. ชั่งน้ำหนักน้ำมันมะพร้าวดิบ เติมลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 500 มิลลิลิตร.
2. ชั่งน้ำหนักเมทานอล แล้วเติมลงในสารในข้อ 1 จากนั้นต่อเข้ากับชุดอุปกรณ์ควบแน่นไอระเหยของเมทานอลด้วยน้ำเย็น.
3. เริ่มกวนสารละลายจากข้อ 2 ด้วยเครื่องกวนและให้ความร้อนแบบแม่เหล็กหมุน ที่ความเร็วรอบคงที่ จนได้อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส.
4. ชั่งน้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยาและเติมลงไปในการละลายในข้อ 3 จากนั้นเริ่มกวนด้วยความเร็วรอบคงที่.
5. หยุดการกวนหลังจากครบเวลาในการทำปฏิกิริยา บันทึกลักษณะทางกายภาพ จากนั้นวางทิ้งไว้ให้ตัวเร่งปฏิกิริยาแยกชั้น.
6. กรองตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากสารละลายจากข้อ 5 โดยใช้กระดาษกรองเบอร์ 42.
7. ระเหยเมทานอลออกจากสารละลายที่ได้จากข้อ 6 ด้วยเครื่องระเหยแบบหมุนได้.
8. นำสารละลายที่ได้จากข้อ 7 ใส่ลงในกรวยแยก แล้วบันทึกลักษณะของสารละลาย.
9. ไหลกรวยแยกเอาเฟสด้านล่างของสารละลายในข้อ 8 ออก และชั่งน้ำหนัก.
10. ล้างเฟสด้านบนของสารละลายในข้อ 8 ด้วยน้ำกลั่นที่มีอุณหภูมิประมาณ 50-60 องศาเซลเซียส, ใช้ปริมาณ 100 มล. ในการล้างแต่ละครั้ง, วัดค่า pH ของน้ำล้าง ทำการล้างจนกว่าค่า pH ของน้ำล้างเป็นกลาง.
11. ไหลเอาสารละลายในข้อ 10 ลงในบีกเกอร์ จากนั้นเติมโซเดียมซัลเฟต 20% โดยน้ำหนักของน้ำมันที่ได้ ใช้แท่งแก้วกวนและทิ้งไว้จนกระทั่งสารละลายมีลักษณะใส.
12. ใช้กระดาษกรอง เบอร์ 42 เพื่อกรองโซเดียมซัลเฟตออกจากสารละลายจากข้อ 11. โดยใช้การกรองแบบสุญญากาศ ชั่งน้ำหนักและบันทึกลักษณะของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้.

### 2.3.2 วิธีการวิเคราะห์และทดสอบความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซล

ไบโอดีเซลที่ผลิตได้จากการใช้น้ำมันมะพร้าวดิบเป็นวัตถุดิบ และผ่านกระบวนการทรานเอสเทอริฟิเคชัน ได้รับการวิเคราะห์ค่าองค์ประกอบเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันในไบโอดีเซลที่ผลิตได้ โดยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ด้วยวิธีการตามมาตรฐาน EN 14103 โดยมีสถานะในการวิเคราะห์ดังนี้ :

|                             |  |
|-----------------------------|--|
| คอลัมน์                     | คอลัมน์แบบคาปิลารี (Capillary column) โดยมี<br>พอลิเอทิลีนไกลคอล เป็นเฟสคงที่<br>ความยาว 15 เมตร<br>เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.32 มิลลิเมตร<br>ความหนาของชั้นฟิล์ม 0.1 มิลลิเมตร |
| อุณหภูมิคอลัมน์             | 200 องศาเซลเซียส   |
| อุณหภูมิ ส่วนของช่องฉีดสาร  | 200 องศาเซลเซียส   |
| อุณหภูมิ ดีเทคเตอร์ แบบ FID | 200 องศาเซลเซียส   |
| อัตราการไหลของไนโตรเจน      | 3 มิลลิลิตรต่อนาที   |

### 3. ผลการทดลองและวิจารณ์

รายงานวิจัยฉบับนี้เป็นรายงานฉบับสมบูรณ์ของโครงการศึกษาและวิจัยสารเร่งปฏิบัติการเพื่อใช้ในกระบวนการผลิตไบโอดีเซล โดยการศึกษาแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอน ขั้นตอนแรกคือการศึกษาและคัดเลือกตัวเร่งปฏิบัติการแบบวิวิธพันธุ์สำหรับปฏิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน ส่วนในการทดลองขั้นตอนที่สองเป็นการศึกษาถึงภาวะที่เหมาะสมในการผลิตไบโอดีเซลโดยใช้สารเร่งปฏิบัติการแบบวิวิธพันธุ์ โดยอาศัยการออกแบบการทดลอง เพื่อช่วยในการวิเคราะห์ภาวะที่เหมาะสม โดยมีรายละเอียดของผลการทดลองดังนี้ :

#### 3.1 การศึกษาและคัดเลือกสารเร่งปฏิบัติการ

ในการทดลองเพื่อศึกษาและคัดเลือกสารเร่งปฏิบัติการที่มีแนวโน้มในการเป็นตัวเร่งปฏิบัติการแบบวิวิธพันธุ์สำหรับปฏิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันสำหรับผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันมะพร้าวดิบ ตัวเร่งปฏิบัติการหลายชนิดได้แก่ แคลเซียมออกไซด์, โพแทสเซียมคาร์บอเนต โซเดียมไฮดรอกไซด์, โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์, แคลเซียมคาร์บอเนต, แมกนีเซียมคาร์บอเนต ซิงค์คาร์บอเนต และซิงค์ออกไซด์ ได้ถูกทดสอบความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิบัติการในการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันมะพร้าวดิบ ซึ่งเป็นน้ำมันพืชชนิดหนึ่งที่มีศักยภาพในการเป็นวัตถุดิบในการผลิตไบโอดีเซลในประเทศ ภาวะการผลิตที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ถูกเลือกใช้ในการทดลองเพื่อหลีกเลี่ยงการใช้อุปกรณ์ที่ทนต่ออุณหภูมิและความดันสูง ซึ่งมีผลโดยตรงต่อต้นทุนการผลิตรวมทั้งค่าใช้จ่ายด้านพลังงานที่ต้องใช้ในการดำเนินงานที่อุณหภูมิสูง โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิบัติการเท่ากับ 5% โดยน้ำหนักของน้ำมันมะพร้าว อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมัน เท่ากับ 21:1 ซึ่งเป็นปริมาณเมทานอลที่มากเกินไป เพื่อเพิ่มแรงขับเคลื่อนให้สมดุลของปฏิริยาเลื่อนไปทางผลิตภัณฑ์ให้มากที่สุด และระยะเวลาในการทำปฏิริยา 6 ชั่วโมง เนื่องจากระยะเวลาในการทำปฏิริยาที่นาน จะไม่เหมาะสมกับการผลิตในทางอุตสาหกรรม ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.

โพแทสเซียมคาร์บอเนตมีความสามารถสูงสุดในการเป็นตัวเร่งปฏิบัติการ โดยให้ผลผลิตไบโอดีเซลที่มีความบริสุทธิ์ในรูปของเมทิลเอสเทอร์เท่ากับ 97.03% โดยน้ำหนัก แคลเซียมออกไซด์ ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิริยาชนิดเบสแบบวิวิธพันธุ์ที่ใช้ในกระบวนการผลิตไบโอดีเซลไรด์



รูปที่ 1. ลักษณะสารผสมจากปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันในการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันมะพร้าวดิบ เมื่อใช้โพแทสเซียมคาร์บอเนต (A) แคลเซียมออกไซด์ (B) และ แคลเซียมคาบอเนต (C) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา.

ตารางที่ 3. ผลการทดลองการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างๆ ในการผลิตไบโอดีเซล

| ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา    | ความหนืดที่อุณหภูมิ<br>40 องศาเซลเซียส<br>(เซนติสโตกร) | ปริมาณเมทิลเอสเทอร์<br>(% โดยน้ำหนัก) |
|-------------------------|--|---------------------------------------|
| 1. แคลเซียมออกไซด์      | 2.60   | 92.83                                 |
| 2. โพแทสเซียมคาร์บอเนต  | 2.53   | 97.03                                 |
| 3. โซเดียมไฮดรอกไซด์    | 21.9   | 6.46                                  |
| 4. โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ | 15.5   | 16.24                                 |
| 5. แคลเซียมคาร์บอเนต    | 24.2   | 0.11                                  |
| 6. แมกนีเซียมคาร์บอเนต  | 24.0   | 0.45                                  |
| 7. ซิงค์คาร์บอเนต       | 23.1   | 4.36                                  |
| 8. ซิงค์ออกไซด์         | 25.8   | 0.07                                  |

ภาวะในการทำปฏิกิริยา : อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมัน เท่ากับ 21 : 1  
 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเท่ากับ 5% โดยน้ำหนักของน้ำมันมะพร้าว  
 อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส  
 เวลาในการทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง

ในการทดลองนี้แคลเซียมออกไซด์ให้ผลผลิตไบโอดีเซลที่มีความบริสุทธิ์ในรูปของเมทิลเอสเทอร์ เท่ากับ 92.83% โดยน้ำหนัก เมื่อดำเนินการผลิตที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ที่ความดันบรรยากาศ.

โซเดียมไฮโดรเจนซัลเฟต และโพแทสเซียมไฮโดรเจนซัลเฟต ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดสำหรับปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน ให้ผลผลิตไบโอดีเซลที่มีความบริสุทธิ์ในรูปของเมทิลเอสเทอร์เท่ากับ 6.46 และ 16.24% โดยน้ำหนักตามลำดับ.

แคลเซียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งมีรายงานว่ามีความสามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันถั่วเหลือง (Suppes, 2001) ที่ภาวะดำเนินการอุณหภูมิและความดันสูง แต่ในการทดลองครั้งนี้พบว่าแคลเซียมคาร์บอเนตไม่มีความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างน้ำมันมะพร้าวดิบและเมทานอล ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เช่นเดียวกับแมกนีเซียมคาร์บอเนตและซิงค์ออกไซด์ ในขณะที่ซิงค์คาร์บอเนตมีความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ค่อนข้างต่ำโดยให้ผลผลิตไบโอดีเซลที่มีความบริสุทธิ์ในรูปของเมทิลเอสเทอร์เท่ากับ 4.36%.

จากผลการทดสอบเพื่อคัดเลือกสารเร่งปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันแบบวิวิธพันธุ์สำหรับผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันมะพร้าวดิบ สามารถสรุปได้ว่าโพแทสเซียมคาร์บอเนต, แคลเซียมออกไซด์, โซเดียมไฮโดรเจนซัลเฟต, โพแทสเซียมไฮโดรเจนซัลเฟต และซิงค์คาร์บอเนต มีความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน โดยที่โพแทสเซียมคาร์บอเนตมีประสิทธิภาพสูงสุด รองลงมาได้แก่แคลเซียมออกไซด์, โพแทสเซียมไฮโดรเจนซัลเฟต, โซเดียมไฮโดรเจนซัลเฟต และซิงค์คาร์บอเนต ตามลำดับ อย่างไรก็ตามโพแทสเซียมคาร์บอเนตมีความสามารถในการละลายเป็นอย่างดีในสารผสมจากการทำปฏิกิริยาที่ภาวะดำเนินการ จึงไม่เหมาะสมที่จะใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ ดังแสดงในรูปที่ 1A.

มีรายงานว่าแคลเซียมออกไซด์มีความสามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน ในการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันถั่วเหลือง เมื่อดำเนินการที่อุณหภูมิ 210 องศาเซลเซียส โดยมีอัตราการเกิดปฏิกิริยามากกว่า 95% (Suppes *et al.* 2001) อย่างไรก็ตามยังไม่มีผลการศึกษาที่แสดงให้เห็นถึงภาวะที่เหมาะสมในการใช้แคลเซียมออกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน ในช่วงอุณหภูมิต่ำกว่าจุดเดือดของเมทานอล เพื่อให้ได้ไบโอดีเซลที่มีความบริสุทธิ์ของเมทิลเอสเทอร์มากกว่า 96.5% โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นไปตามข้อกำหนดมาตรฐานของไบโอดีเซล



ตามมาตรฐาน EN 14214 ดังนั้นแคลเซียมออกไซด์จึงถูกเลือกเป็นสารเร่งปฏิกิริยาที่มีแนวโน้มในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันแบบวิวิธพันธุ์ เพื่อศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการผลิตต่อไป.

### 3.2 ภาวะที่เหมาะสมต่อการผลิตไบโอดีเซลโดยใช้แคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

สำหรับการศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันมะพร้าวดิบโดยใช้แคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวแปรที่ทำการศึกษาได้แก่ อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาในช่วง 30-60 องศาเซลเซียส ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาในช่วง 1-2.5% โดยน้ำหนักน้ำมัน และอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันมะพร้าวดิบในช่วง 6:1 ถึง 12:1 ซึ่งคิดเป็นปริมาณเมทานอลมากเกินไป 100-300% การออกแบบการทดลองแบบบล็อกซ์-เบห์นเคน ถูกนำมาใช้ในการทดลองนี้เพื่อหาภาวะเหมาะสมของตัวแปรทั้งสามที่มีต่อความบริสุทธิ์ในรูปของเมทิลเอสเทอร์ของไบโอดีเซลที่ผลิตได้ การออกแบบการทดลองและผลการทดลองได้แสดงไว้ในตาราง 4.

การสร้างแบบจำลองควอราดริกของผลตอบความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซลในรูปของเมทิลเอสเทอร์ โดยใช้โปรแกรมคอมพิวเตอร์ในการวิเคราะห์พื้นผิวผลตอบ สมการแสดงผลของความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซลในรูปของเมทิลเอสเทอร์ (%FAME) โดยมีตัวแปรคืออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา ( $X_T$ ) ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา ( $X_C$ ) และอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันมะพร้าวดิบ ( $X_M$ ) สำหรับตัวแปรที่ถูกเข้ารหัส คือ

$$\begin{aligned} \%FAME = & 24.74 + 37.103X_T + 9.57X_C + 1.138X_M + 20.969X_T^2 - 8.416X_C^2 + 0.299X_M^2 \\ & + 13.607X_T X_C + 2.082X_T X_M - 0.383X_C X_M \end{aligned}$$

เมื่อ  $X_T = \frac{T - 45}{15}$

$$X_C = \frac{C - 1.75}{0.75}$$

$$X_M = \frac{M - 9}{3}$$

โดยที่ T คือ อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา (องศาเซลเซียส), C คือ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (%โดยน้ำหนัก) และ M คือ อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันมะพร้าวดิบ โดยสมการข้างต้นมีค่า R-Square เท่ากับ 97.8 %.

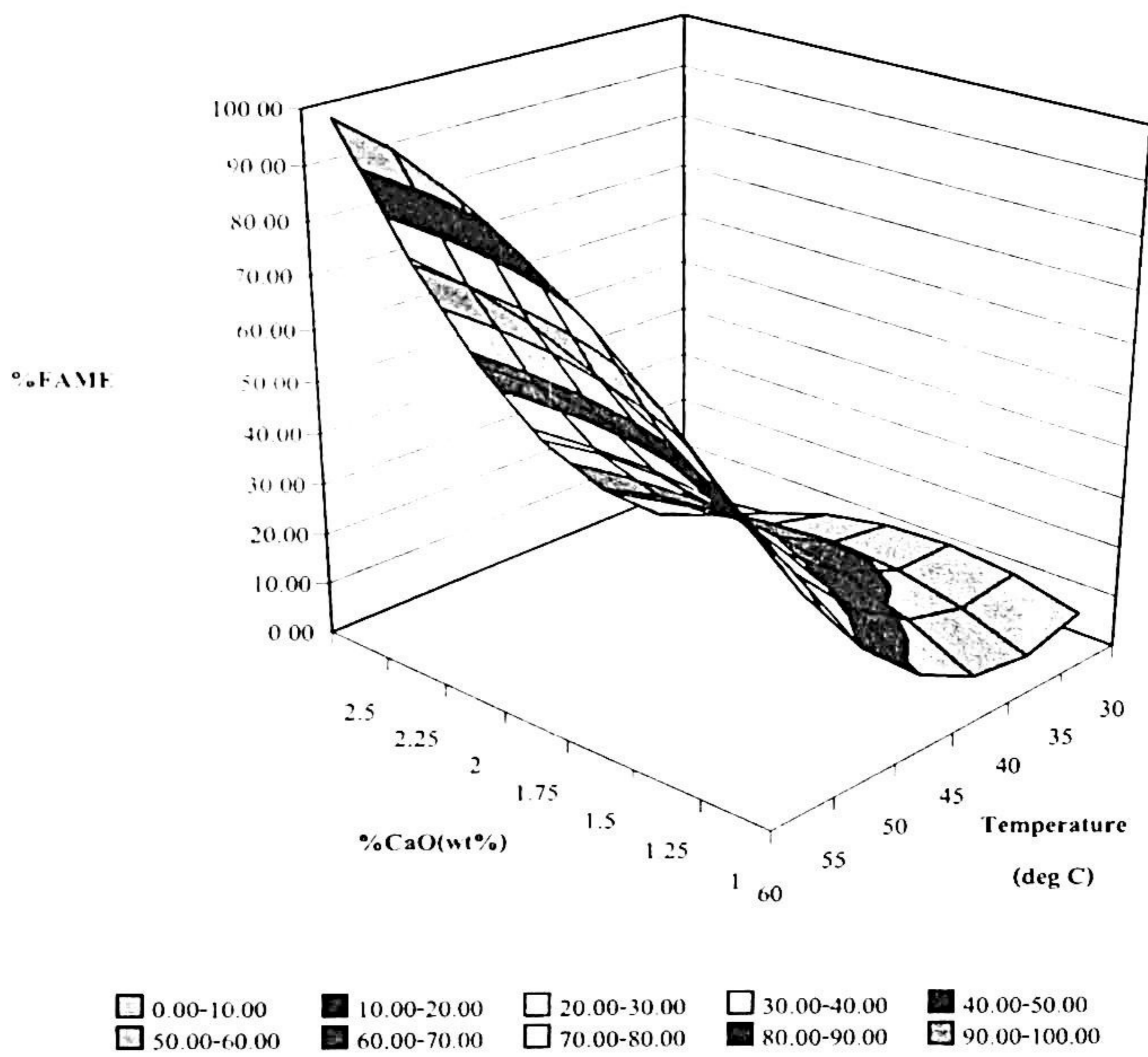
ตารางที่ 4. การออกแบบบ็อกซ์-เบห์นเคนแบบสามตัวแปร

| การทดลองที่ | ค่าของตัวแปร   |  |   | รหัสของตัวแปร |       |       | % เมทิลเอสเทอร์ (% โดยน้ำหนัก) |
|-------------|----------------|--|---|---------------|-------|-------|--------------------------------|
|             | อุณหภูมิ (°ซ.) | ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา (% โดยน้ำหนัก) | อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลและน้ำมันมะพร้าว | $X_T$         | $X_C$ | $X_M$ |                                |
| A1          | 30             | 1.00                                     | 9   | -1            | -1    | 0     | 5.61                           |
| A2          | 60             | 1.00                                     | 9   | 1             | -1    | 0     | 42.29                          |
| A3          | 30             | 2.50                                     | 9   | -1            | 1     | 0     | 5.08                           |
| A4          | 60             | 2.50                                     | 9   | 1             | 1     | 0     | 96.19                          |
| A5          | 30             | 1.75                                     | 6   | -1            | 0     | -1    | 4.32                           |
| A6          | 60             | 1.75                                     | 6   | 1             | 0     | -1    | 84.67                          |
| A7          | 30             | 1.75                                     | 12  | -1            | 0     | 1     | 3.18                           |
| A8          | 60             | 1.75                                     | 12  | 1             | 0     | 1     | 91.86                          |
| A9          | 45             | 1.00                                     | 6   | 0             | -1    | -1    | 9.68                           |
| A10         | 45             | 2.50                                     | 6   | 0             | 1     | -1    | 22.01                          |
| A11         | 45             | 1.00                                     | 12  | 0             | -1    | 1     | 11.97                          |
| A12         | 45             | 2.50                                     | 12  | 0             | 1     | 1     | 22.80                          |
| A13         | 45             | 1.75                                     | 9   | 0             | 0     | 0     | 25.43                          |
| A14         | 45             | 1.75                                     | 9   | 0             | 0     | 0     | 24.48                          |
| A15         | 45             | 1.75                                     | 9   | 0             | 0     | 0     | 24.31                          |

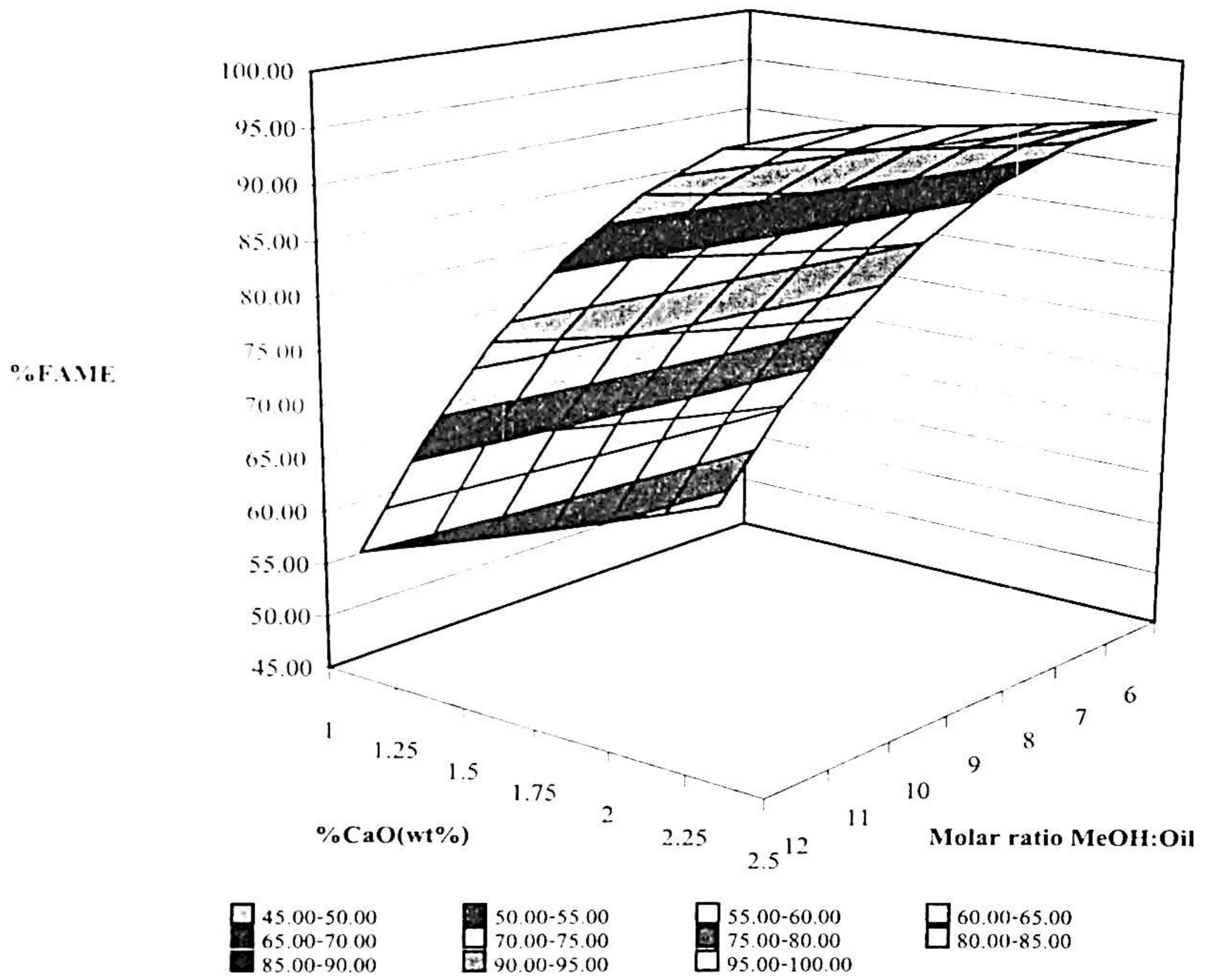
#### อิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา

อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยามีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาอย่างมาก จากผลการทดสอบทางสถิติในภาคผนวก ข แสดงให้เห็นว่าผลของปัจจัยอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยามีค่าสูงเมื่อเทียบกับผลของปัจจัยปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันมะพร้าวดิบ และผลของอันตรกิริยา (interaction) ผลของอิทธิพลร่วมของอุณหภูมิและปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อปริมาณเมทิลเอสเทอร์ดังแสดงในรูปที่ 2 จะสังเกตเห็นว่าไบโอดีเซลจะมีความบริสุทธิ์สูง เมื่อ

ดำเนินการที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาและปริมาณเมทานอลในระดับสูง.



รูปที่ 2. ความสัมพันธ์ร่วมระหว่างอุณหภูมิ และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาต่อความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซลในรูปของเมทิลเอสเทอร์ อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันดิบเท่ากับ 12:1.



รูปที่ 3. ความสัมพันธ์ร่วมระหว่างปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (1-2.5 % โดยน้ำหนัก) และอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันมะพร้าวดิบ (6:1-12:1) ที่มีความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซลในรูปของเมทิลเอสเทอร์ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส.

การออกแบบการทดลองเชิงแฟกเตอร์เรียงแบบ  $2^2$  การทดลองซ้ำที่จุดกึ่งกลาง และการทดลองตามแนวแกน ถูกนำมาใช้เพื่อศึกษาอิทธิพลของแต่ละตัวแปรที่มีต่อความบริสุทธิ์ในรูปของเมทิลเอสเทอร์ของไบโอดีเซลที่ผลิตได้เพิ่มเติม เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการผลิตไบโอดีเซล เมื่อใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาและเมทานอลในช่วงที่สูงขึ้น ตัวแปรที่ทำการศึกษาได้แก่ อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันมะพร้าวดิบในช่วง 12:1 ถึง 30:1 และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาในช่วง 2.5-7.5% โดยน้ำหนักน้ำมัน การออกแบบการทดลองและผลการทดลองได้แสดงไว้ในตาราง 5.

ตารางที่ 5. การทดลองเชิงแฟกเตอร์เรียง  $2^2$  การทดลองซ้ำที่จุดกึ่งกลางและการทดลองตามแนวแกน

| การทดลองที่ | ค่าของตัวแปร                             |   | รหัสของตัวแปร |        | % เมทิลเอสเทอร์ (% โดยน้ำหนัก) |
|-------------|--|---|---------------|--------|--------------------------------|
|             | ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา (% โดยน้ำหนัก) | อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลและน้ำมันมะพร้าว | $X_C$         | $X_M$  |                                |
| B1          | 2.5                                      | 12:1                                      | -1            | -1     | 92.05                          |
| B2          | 7.5                                      | 12:1                                      | +1            | -1     | 98.72                          |
| B3          | 2.5                                      | 30:1                                      | -1            | +1     | 86.01                          |
| B4          | 7.5                                      | 30:1                                      | +1            | +1     | 91.78                          |
| B5          | 1.5                                      | 21  | -1.414        | 0      | 68.44                          |
| B6          | 8.5                                      | 21  | 1.414         | 0      | 95.28                          |
| B7          | 5  | 8.25                                      | 0             | -1.414 | 92.31                          |
| B8          | 5  | 33.7                                      | 0             | 1.414  | 95.28                          |
| B9          | 5  | 21:1                                      | 0             | 0      | 87.60                          |
| B10         | 5  | 21:1                                      | 0             | 0      | 92.83                          |
| B11         | 5  | 21:1                                      | 0             | 0      | 92.05                          |

สร้างแบบจำลองของพื้นผิวผลตอบที่มี 2 ตัวแปร โดยใช้โปรแกรมคอมพิวเตอร์ในการวิเคราะห์ ผลการวิเคราะห์ทางสถิติแสดงในภาคผนวก ค สมการแสดงความสัมพันธ์ของตัวแปรที่ถูกเข้ารหัส คือ

$$\% \text{ FAME} = 90.827 + 6.3X_C - 1.097X_M - 3.405X_C^2 + 2.562X_M^2 - 0.225X_C X_M$$

$$\text{เมื่อ } X_C = \frac{C-5}{2.5} \quad X_M = \frac{M-21}{9}$$

โดยที่ C คือ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (%โดยน้ำหนัก) และ M คืออัตราส่วนโดยโมลของ เมทานอลต่อน้ำมันมะพร้าวดิบ โดยสมการข้างต้นมีค่า R-Square เท่ากับ 73.3%.

### อิทธิพลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา

ผลการทดสอบทางสถิติในภาคผนวก ข แสดงให้เห็นว่า ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยามีค่าเป็นบวก เมื่อเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาจาก 1 เป็น 2.5% จะทำให้ความบริสุทธิ์เพิ่มขึ้นอย่างชัดเจน เมื่อใช้อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันพืชและอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ระดับสูง ดังแสดงในรูปที่ 2 และ 3.

ผลการทดสอบทางสถิติในภาคผนวก ค แสดงให้เห็นว่า ผลของปัจจัยปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยามีค่าเป็นบวก ซึ่งหมายความว่า การเพิ่มขึ้นของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาจากระดับต่ำ (2.5%) ไประดับสูง (7.5%) จะทำให้ความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซลเพิ่มขึ้น.

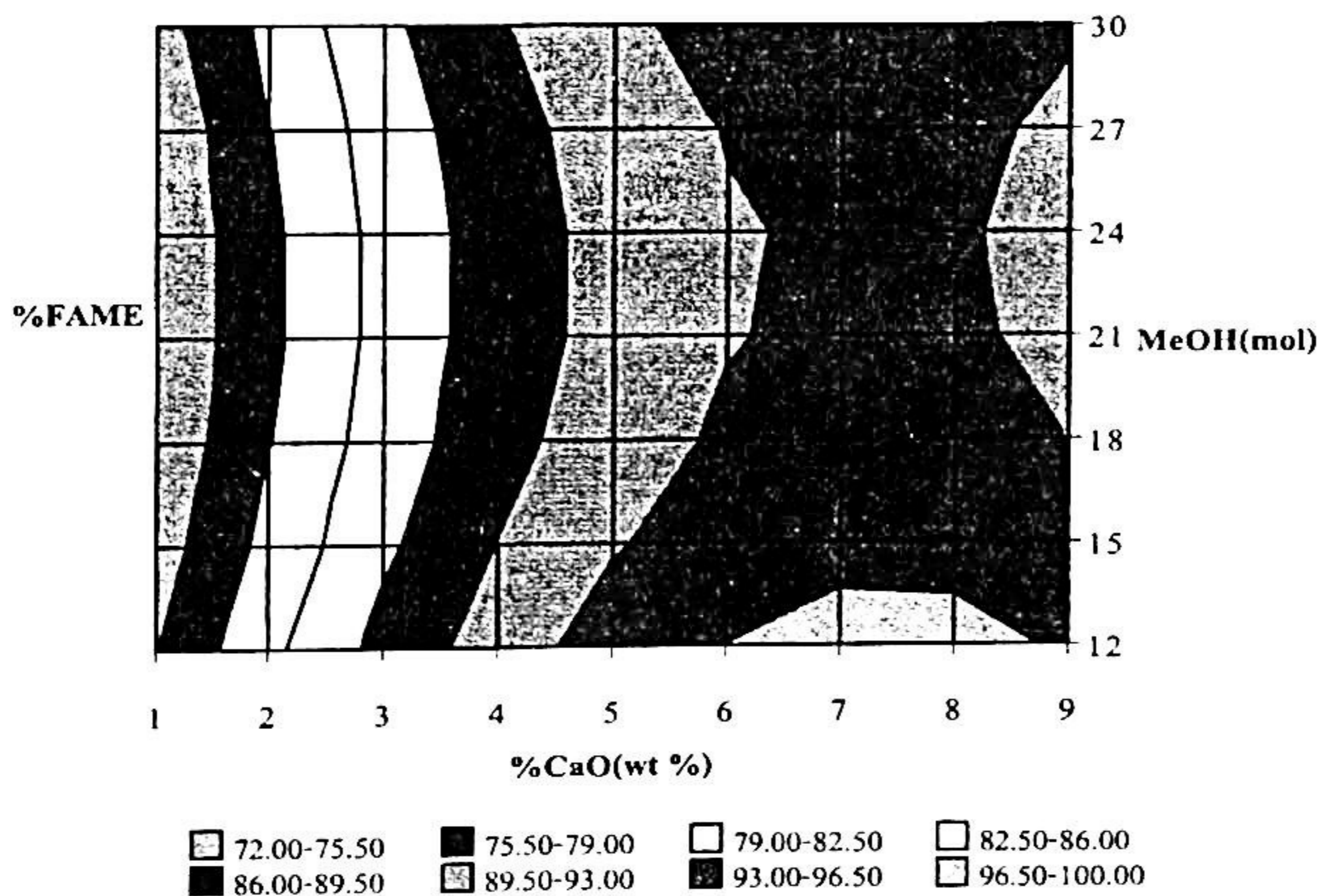
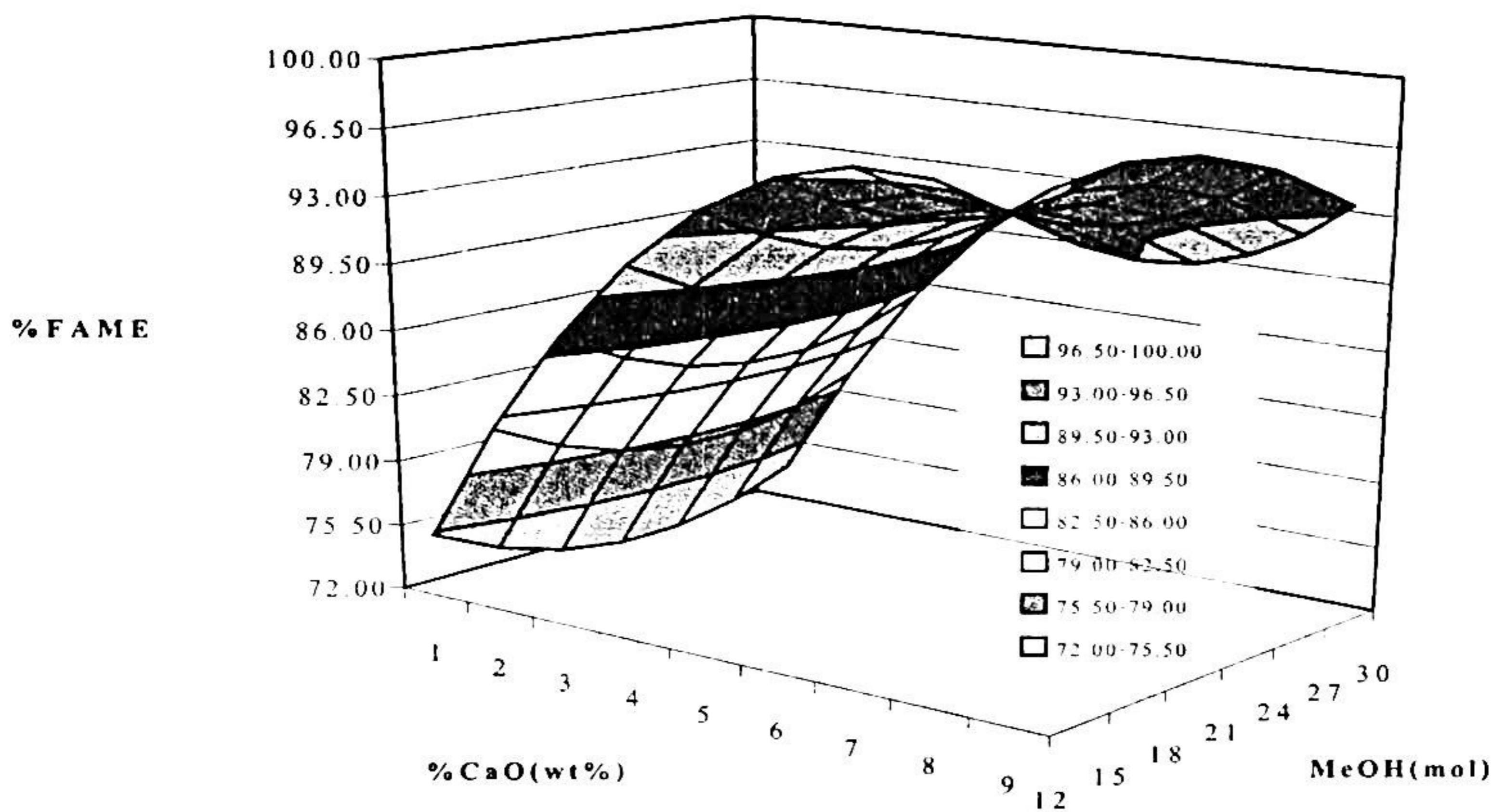
### อิทธิพลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันมะพร้าวดิบ

อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันพืชสำหรับปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันในทางทฤษฎี คือ เมทานอล 3 โมลต่อน้ำมันพืช 1 โมล โดยผลได้ คือ เอสเทอร์ 3 โมล และกลีเซอริน 1 โมล เนื่องจากปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันเป็นปฏิกิริยาผันกลับ ในทางปฏิบัติจึงต้องใช้ปริมาณเมทานอลมากเกินไป ผลการทดสอบทางสถิติในภาคผนวก ข แสดงว่าผลของปัจจัยอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันมะพร้าวดิบมีค่าต่ำ เมื่อเทียบกับผลของปัจจัยหลักอื่นๆ. อย่างไรก็ตาม การใช้อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันพืช ต่ำกว่า 12 : 1 โมล จะไม่เพียงพอในการที่จะทำให้ปฏิกิริยาเกิดอย่างสมบูรณ์ ในช่วงอุณหภูมิการทำปฏิกิริยาที่ 30-60 องศาเซลเซียส จึงเพิ่มการทดลองเพื่อศึกษาผลของการใช้อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันพืชในช่วง 12:1 ถึง 30:1.

จากผลการทดสอบทางสถิติในภาคผนวก ค พบว่าผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันมะพร้าวดิบ และผลของอันตรกิริยาระหว่างปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาและอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันมะพร้าวดิบ มีค่าต่ำเมื่อเทียบกับผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา.

กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา ( $X_C$ ) และอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันมะพร้าวดิบ ( $X_M$ ) ที่มีต่อความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซลในรูปของเมทิลเอสเทอร์ ดังแสดงในรูปที่ 4 ซึ่งแสดงให้เห็นว่า ภาวะที่เหมาะสมในการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันมะพร้าวดิบเมื่อใช้เคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา คือ ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 60 องศาเซลเซียส

อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันมะพร้าวดิบ 12:1 และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 6-8.6 โดยน้ำหนักของน้ำมันพืช ซึ่งจะให้ไบโอดีเซลที่มีความบริสุทธิ์มากกว่าร้อยละ 96.5 โดยน้ำหนัก.



รูปที่ 4. ความสัมพันธ์ของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาและอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันมะพร้าวดิบที่มีต่อความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซล ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส.

ความสามารถในการนำมาใช้ซ้ำของแคลเซียมออกไซด์ถูกทดสอบ โดยนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้แล้วจากการทำปฏิกิริยา ที่อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 12:1 ปริมาณแคลเซียมออกไซด์ 7.5% โดยน้ำหนักน้ำมัน ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นภาวะที่เหมาะสมในการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันมะพร้าวดิบ โดยใช้แคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กรองแคลเซียมออกไซด์ออกจากสารผสมจากการทำปฏิกิริยา และอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส จากนั้นนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตที่ภาวะเดิม ผลการทดลองพบว่าความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซลในรูปของเมทิลเอสเทอร์มีค่าลดลงจาก 98.72% เป็น 92.5% โดยน้ำหนักเมื่อนำแคลเซียมออกไซด์กลับมาใช้ซ้ำครั้งที่ 1 และมีค่าลดลงจาก 92.5% เป็น 86.8% เมื่อนำแคลเซียมออกไซด์กลับมาใช้ซ้ำครั้งที่ 2 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของแคลเซียมออกไซด์ลดต่ำลงจนไม่สามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาซ้ำเพื่อให้ได้ความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซลในรูปของเมทิลเอสเทอร์มากกว่า 95% โดยน้ำหนักได้ โดยไม่ผ่านกระบวนการปรับปรุงใดๆ.



#### 4. สรุปผลการทดลอง

โพแทสเซียมคาร์บอเนต, แคลเซียมออกไซด์, โซเดียมไฮโดรเจนซัลเฟต, โพแทสเซียมไฮโดรเจนซัลเฟต และซิงค์คาร์บอเนต มีความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างน้ำมันมะพร้าวดิบและเมทานอล โดยที่โพแทสเซียมคาร์บอเนตมีประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสูงสุด รองลงมาได้แก่ แคลเซียมออกไซด์, โพแทสเซียมไฮโดรเจนซัลเฟต โซเดียมไฮโดรเจนซัลเฟต และซิงค์คาร์บอเนต ตามลำดับ.

แคลเซียมออกไซด์มีความเหมาะสมในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์สำหรับปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน เนื่องจากมีคุณสมบัติที่ไม่ละลายในสารผสมจากการทำปฏิกิริยาสามารถแยกออกได้โดยการกรอง ทำให้สามารถลดขั้นตอนการล้างเพื่อกำจัดตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากไบโอดีเซลดังเช่นที่ปฏิบัติเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธุ์ ซึ่งนอกจากจะช่วยลดต้นทุนการผลิตแล้ว ยังเป็นการลดปริมาณน้ำเสียที่เกิดขึ้นจากกระบวนการ โดยภาวะที่เหมาะสมในการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันมะพร้าวดิบเมื่อใช้แคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา คือ ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 60 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันมะพร้าวดิบ 12:1 และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 6-8.6 โดยน้ำหนักของน้ำมันพืช ซึ่งจะให้ไบโอดีเซลที่มีความบริสุทธิ์มากกว่าร้อยละ 96.5 โดยน้ำหนัก แคลเซียมออกไซด์ที่ใช้แล้วและไม่ผ่านกระบวนการใดๆ มีความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาลดลง 6.2% และ 5.7% เมื่อนำกลับมาใช้ซ้ำครั้งที่ 1 และ 2 .

## 5. เอกสารอ้างอิง

- ศรีสวัสดิ์, อติสร 2529. การผลิตเมทิลเอสเทอร์จากน้ำมันพืชและไขสัตว์. วิทยานิพนธ์ปริญญา  
มหาบัณฑิต, ภาควิชาเคมีเทคนิค บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย: กรุงเทพฯ.
- Alcantara, R., Amores, J., Canoira, L., Fidalgo, E., Franco, M.J., and Navarro, A. 2000. Catalyst  
Production of Biodiesel from Soy-Bean Oil. Used Frying Oil and Tallow. *Biomass and  
Bioenergy*. 18: 515-527.
- Encinar, Jose M. *et al.* 1999. Preparation and Properties of Biodiesel from *Cynara Cardunculus* L.  
Oil. *Ind. Eng. Chem. Res.* 38 (8): 2927-2931.
- Freesman., B., Butterfield, R.O. and Pryde, E.H. 1986. Transesterification Kinetics of Soybean  
Oil. *JAOCS*. 63: 1375-1380.
- Freedman, B., Kwolek, W.F. and Pryde, E.H. 1986. Quantitation in the Analysis of Transesterified  
Soybean Oil by Capillary Gas Chromatography. *JAOCS*. 63.
- Freedman, B., Pryde, E.M. and Mounts, T.L. 1984. Variables Affecting the Yield of Fatty Esters  
from Transesterified Vegetable Oils. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 61: 1638.
- Harrington, K.J. and D-Arcy-Evans, C. 1985. Transesterification in situ of Sunflower Seed Oil.  
*Ind. Eng. Chem. Prod. Res. Dev.* 24: 314.
- Khan, Adam. 2002. Research into Biodiesel Catalyst Screening and Development. Thesis. The  
University of Queensland. Queensland. Australia.
- Knothe, G., Dunn R.O. and Bagby M.O. (n.d.) Biodiesel : The Use of Vegetable Oils and Their  
Derivatives as Alternative Diesel Fuels. Oil Chemical Research. National Center for  
Agricultural Research, Agricultural Research Service, U.S. Department of Agriculture,  
Peoria, IL 61064.
- Leclercq, Elisabeth, Finiels, A. , and Moreau, C. 2001. Transesterification of Rapeseed Oil in  
the Presence of Basic Zeolites and Related Solid Catalysts. *JAOCS*. 78 (11): 1161-1165.
- Ma, F. and Hanna, M.A. 1999. Biodiesel Production: a review. *Bioresource Technology*. 70 : 1-15.
- Peterson, G.R. and Scarrah, W.P. 1984. Rapeseed Oil Transesterification by Heterogeneous  
Catalyst. *JAOCS*. 61 (10): 1593-1596.
- Schuchardt, Ulf., Sercheli R. and Vargas, R.M. . 1998. Transesterification of Vegetable Oils: a

- review'. *J. Braz. Chem. Soc.* 9 (1): 199-210.
- Siegfried, Peter, K.F. , Ganswindt, R. , Neuner, H.P. and Weidner, E. 2002. Alcoholysis of Triacylglycerols by Heterogeneous Catalysis. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 104: 324-330.
- Suppes, G.J., Bockwinkel, K., Lucas, S., Botts, J.B., Mason, M.H., and Heppert J.A. 2001. Calcium Carbonate Catalyzed Alcoholysis of Fats and Oils. *JAOCS.* 78 (2): 139-145.
- Vincente, G., Coteron, A. , Martinez, M. and Aracil, J. 1998. Application of the Factorial Design of Experiments and Response Surface Methodology to Optimize Biodiesel Production. *Industrial Crops and Products.* 8: 29-35.

## ภาคผนวก ก

### การวิเคราะห์ค่าเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันในไบโอดีเซล โดยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ตามมาตรฐาน EN 14103

#### 1. วัตถุประสงค์

เพื่อหาปริมาณเอสเทอร์ของกรดไขมัน(Fatty Acid Methyl Ester ) โดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

#### 2. หลักการ

การหาเปอร์เซ็นต์ของเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน ที่มีอยู่ในตัวอย่างไบโอดีเซลโดยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี โดยวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วยเทคนิค Internal standardization method

#### 3. สารเคมีและอุปกรณ์การวิเคราะห์

##### 3.1 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี รุ่น GC-2010 SHIMADZU

- Flame Ionization Detector, temperature 200 °C
- Capillary column coated with Polyethylene glycol, length 15 m, internal diameter

0.32 mm, film thickness 0.1 µm, upper temperature 200 °C

- Oven temperature 200 °C

##### 3.2 ขวดวัดปริมาตร ขนาด 50 มล.

##### 3.3 บีเปต ขนาด 5 มล.

##### 3.4 สารละลายเฮปเทน analytical grade

3.5 เตรียม internal solution ให้มีความเข้มข้น 10 มก./มล. : ชั่ง Eicosanoic acid methyl ester (FAME C22:0) ซึ่งใช้เป็นสาร internal standard ปริมาณ 500 มก. ลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 50 มล. เติมสารละลายเฮปเทนจนมีปริมาตร 50 มล.

#### 4. การเตรียมสาร

ชั่งน้ำหนักตัวอย่างไบโอดีเซล 250 มก. โดยเครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง ใส่ใน vial ขนาด 10 มล. จากนั้นเติม internal solution (ข้อ 3.5) 5 มล. โดยใช้ปิเปต จากนั้นฉีดสารที่เตรียมได้ ปริมาตร 1 ไมโครลิตร เข้าเครื่อง GC.

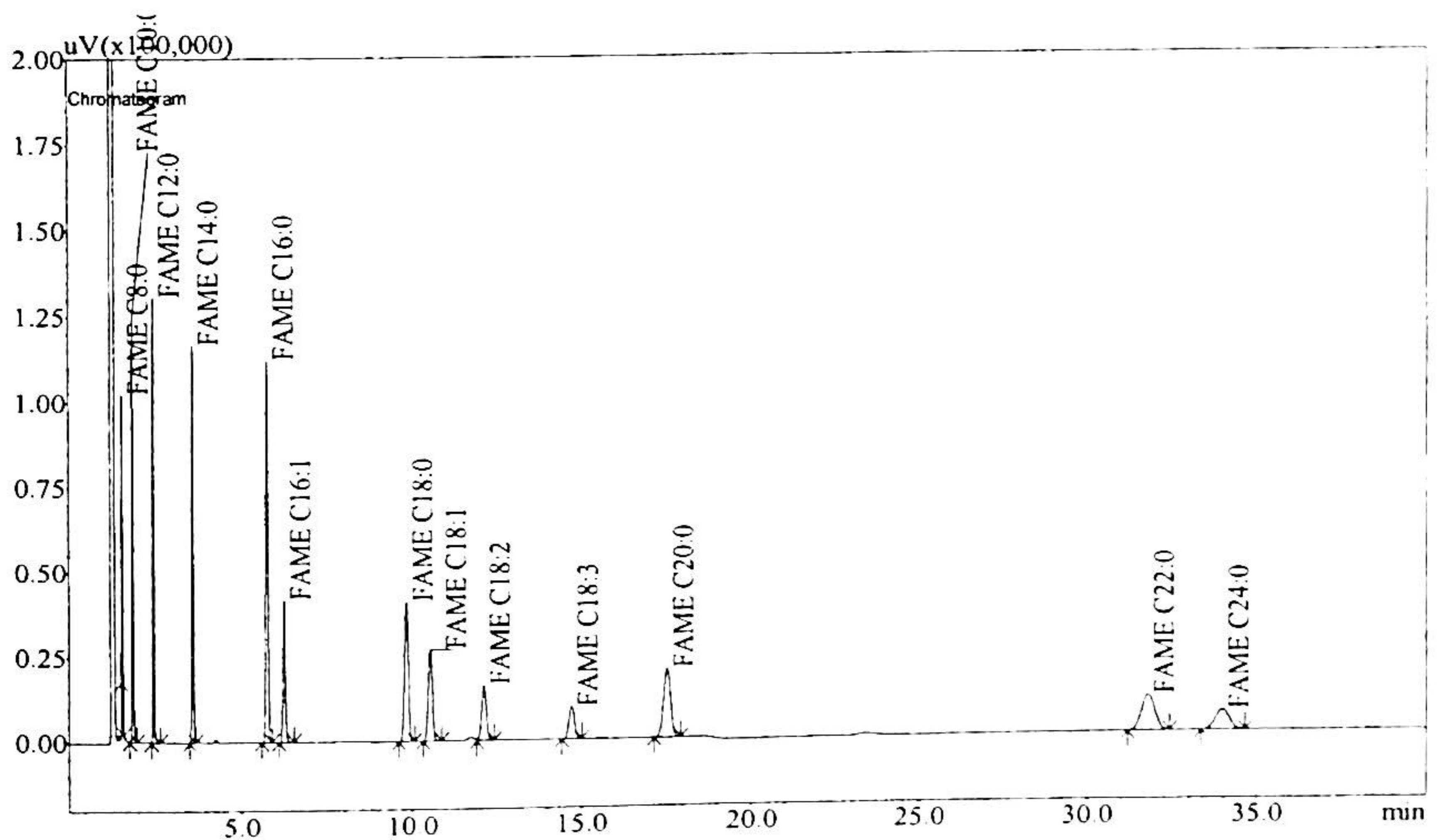
#### 5. การวิเคราะห์ผล

คำนวณปริมาณเอสเทอร์ในหน่วยเปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก จากสมการดังนี้

$$C = \frac{\sum A}{A_{IS}} \times \frac{C_{IS} \times V_{IS}}{W} \times 100$$

|       |          |   |  |
|-------|----------|---|--|
| เมื่อ | $\sum A$ | - | Total peak area from methyl ester        |
|       | $A_{IS}$ | - | Peak area of internal standard           |
|       | $C_{IS}$ | - | ความเข้มข้นของ internal standard (mg/ml) |
|       | $V_{IS}$ | - | ปริมาตรของ internal standard (mg)        |
|       | $W$      | - | น้ำหนักของสารตัวอย่าง (mg)               |

#### Reference Chromatograms



| Peak | Ret. Time | Area     | Compound Name |
|------|-----------|----------|---------------|
| 1    | 1.529     | 166233.4 | FAME C8:0     |
| 2    | 1.838     | 268676.8 | FAME C10:0    |
| 3    | 2.433     | 302210.8 | FAME C12:0    |
| 4    | 3.571     | 340355.7 | FAME C14:0    |
| 5    | 5.740     | 513696.5 | FAME C16:0    |
| 6    | 6.240     | 206047.8 | FAME C16:1    |
| 7    | 9.835     | 327768.8 | FAME C18:0    |
| 8    | 10.539    | 226895.6 | FAME C18:1    |
| 9    | 12.12.6   | 158062.7 | FAME C18:2    |
| 10   | 14.717    | 10274.5  | FAME C18:3    |
| 11   | 17.523    | 299106.2 | FAME C20:0    |
| 12   | 31.797    | 298786.7 | FAME C22:0    |
| 13   | 33.998    | 176973.6 | FAME C24:0    |

## ภาคผนวก ข

### การออกแบบการทดลองแบบบล็อกซ์-เบห์นเคน

วิธีทางสถิติที่นำมาใช้ในการออกแบบและวิเคราะห์ผลการทดลองนี้เป็นวิธีที่เรียกว่าวิธีการพื้นผิวผลตอบ โดยผลตอบในการทดลองคือความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซลในรูปของเมทิลเอสเทอร์ โดยข้อมูลจะอยู่ในรูปของสมการความสัมพันธ์ของตัวแปรอิสระซึ่งประกอบด้วย อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา ( $X_T$ ) ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา ( $X_C$ ) และอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลและน้ำมันมะพร้าว ( $X_M$ ) กำหนดช่วงค่าตัวแปรอิสระของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาในช่วง 30-60 องศาเซลเซียส ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาในช่วง 1-2.5% และอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันมะพร้าวคิบในช่วง 6:1 ถึง 12:1 โดยน้ำหนักของน้ำมันมะพร้าวคิบ กำหนดค่าตัวแปรอิสระที่ถูกเข้ารหัสในช่วง -1 ถึง 1 โดยสมการ

$$X_n = \frac{Z - a}{b}$$

สมการ ข1

|       |       |                                       |
|-------|-------|---------------------------------------|
| เมื่อ | $X_n$ | โค้ดของตัวแปรอิสระแต่ละตัว            |
|       | Z     | ค่าจริงของตัวแปรอิสระ                 |
|       | a     | จุดกึ่งกลางของช่วงตัวแปรอิสระ         |
|       | b     | เป็นช่วงกว้างที่ทำการทดสอบแต่ละตัวแปร |

สามารถแสดงรหัสของตัวแปรอิสระได้ดังนี้

สมการ ข2 
$$X_T = \frac{\text{Temp} - 45}{15}$$

สมการ ข3 
$$X_C = \frac{\% \text{Catalyst} - 1.75}{0.75}$$

สมการ ข4 
$$X_M = \frac{\text{MeOH} - 9}{3}$$

การออกแบบบ็อกซ์-เบห์นเคน ซึ่งเป็นการออกแบบสามระดับสำหรับพิดพื้นผิวผลตอบ โดยรวมการออกแบบแฟกทอเรียล  $2^k$  กับการออกแบบบล็อกไม่บริบูรณ์ ถูกนำมาใช้ในการทดลองนี้ ดังแสดงรายละเอียดในตาราง ข1.

ตาราง ข1. แสดงค่าตัวแปรในการออกแบบบ็อกซ์-เบห์นเคนแบบสามตัวแปร

| การทดลองที่ | ค่าของตัวแปร |                           |   | รหัสของตัวแปร |       |       |
|-------------|--------------|---------------------------|---|---------------|-------|-------|
|             | อุณหภูมิ     | ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา | อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลและน้ำมันมะพร้าว | $X_T$         | $X_C$ | $X_M$ |
| 1           | 30           | 1.00                      | 9   | -1            | -1    | 0     |
| 2           | 60           | 1.00                      | 9   | 1             | -1    | 0     |
| 3           | 30           | 2.50                      | 9   | -1            | 1     | 0     |
| 4           | 60           | 2.50                      | 9   | 1             | 1     | 0     |
| 5           | 30           | 1.75                      | 6   | -1            | 0     | -1    |
| 6           | 60           | 1.75                      | 6   | 1             | 0     | -1    |
| 7           | 30           | 1.75                      | 12  | -1            | 0     | 1     |
| 8           | 60           | 1.75                      | 12  | 1             | 0     | 1     |
| 9           | 45           | 1.00                      | 6   | 0             | -1    | -1    |
| 10          | 45           | 2.50                      | 6   | 0             | 1     | -1    |
| 11          | 45           | 1.00                      | 12  | 0             | -1    | 1     |
| 12          | 45           | 2.50                      | 12  | 0             | 1     | 1     |
| 13          | 45           | 1.75                      | 9   | 0             | 0     | 0     |
| 14          | 45           | 1.75                      | 9   | 0             | 0     | 0     |
| 15          | 45           | 1.75                      | 9   | 0             | 0     | 0     |



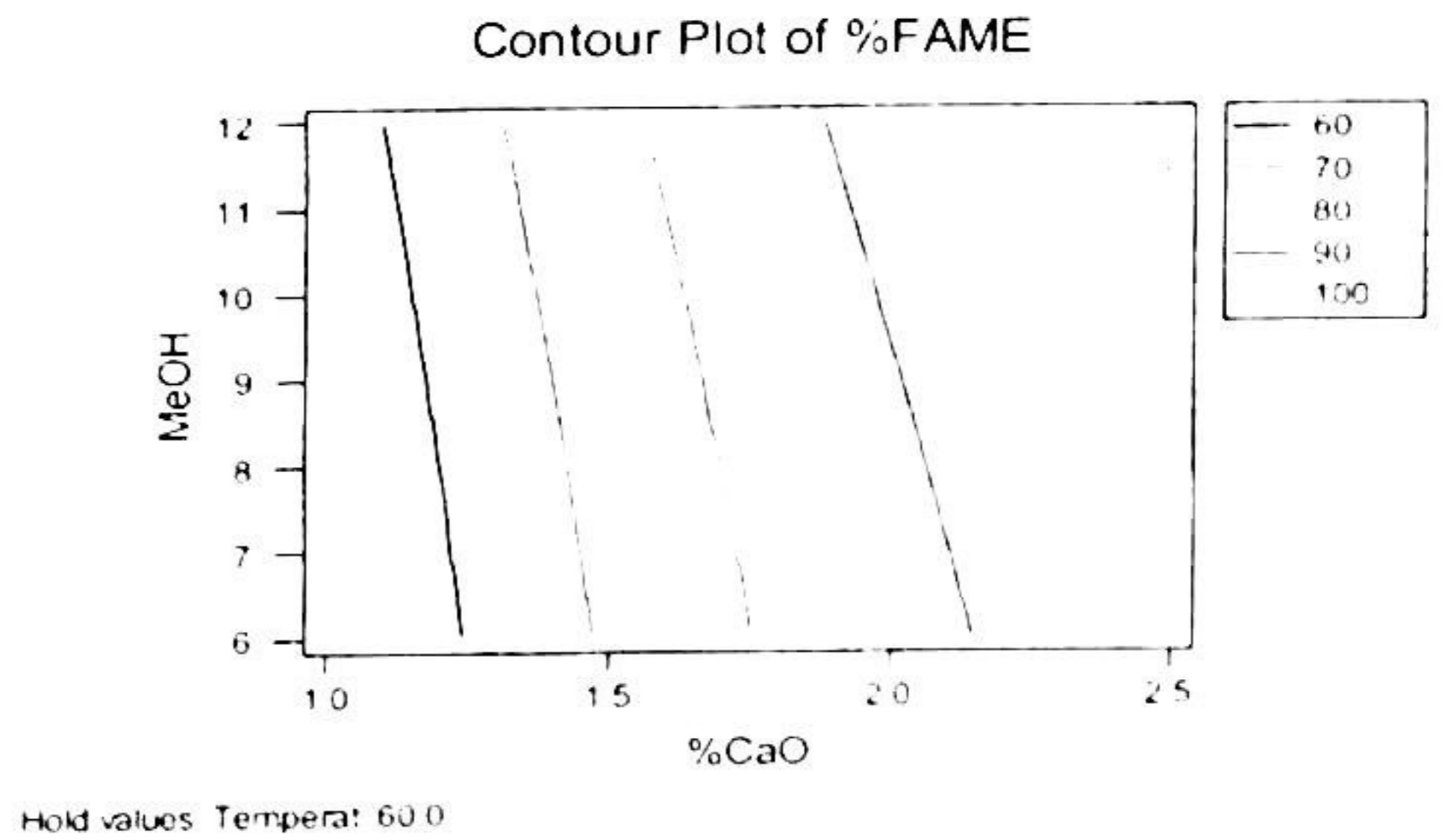
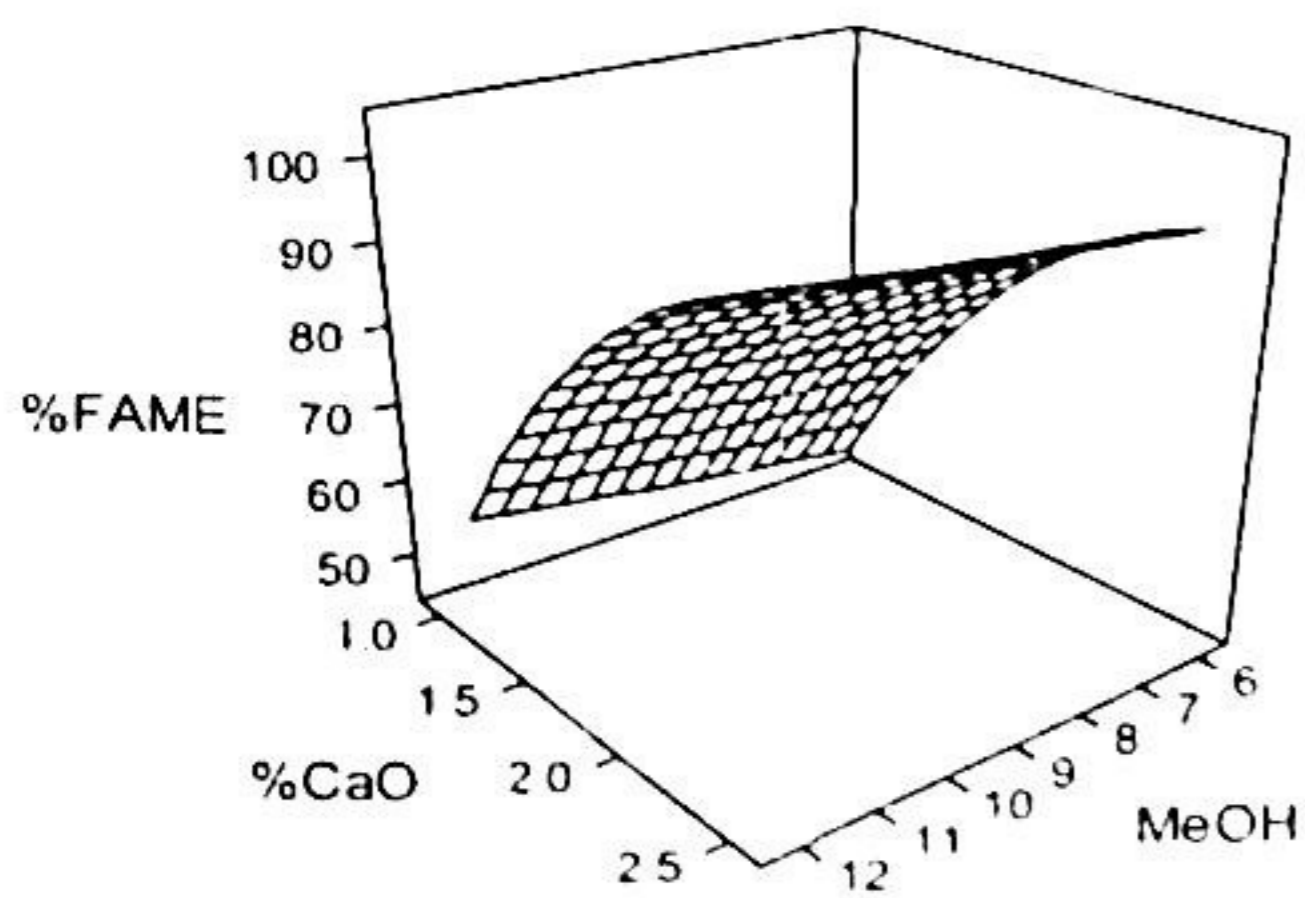
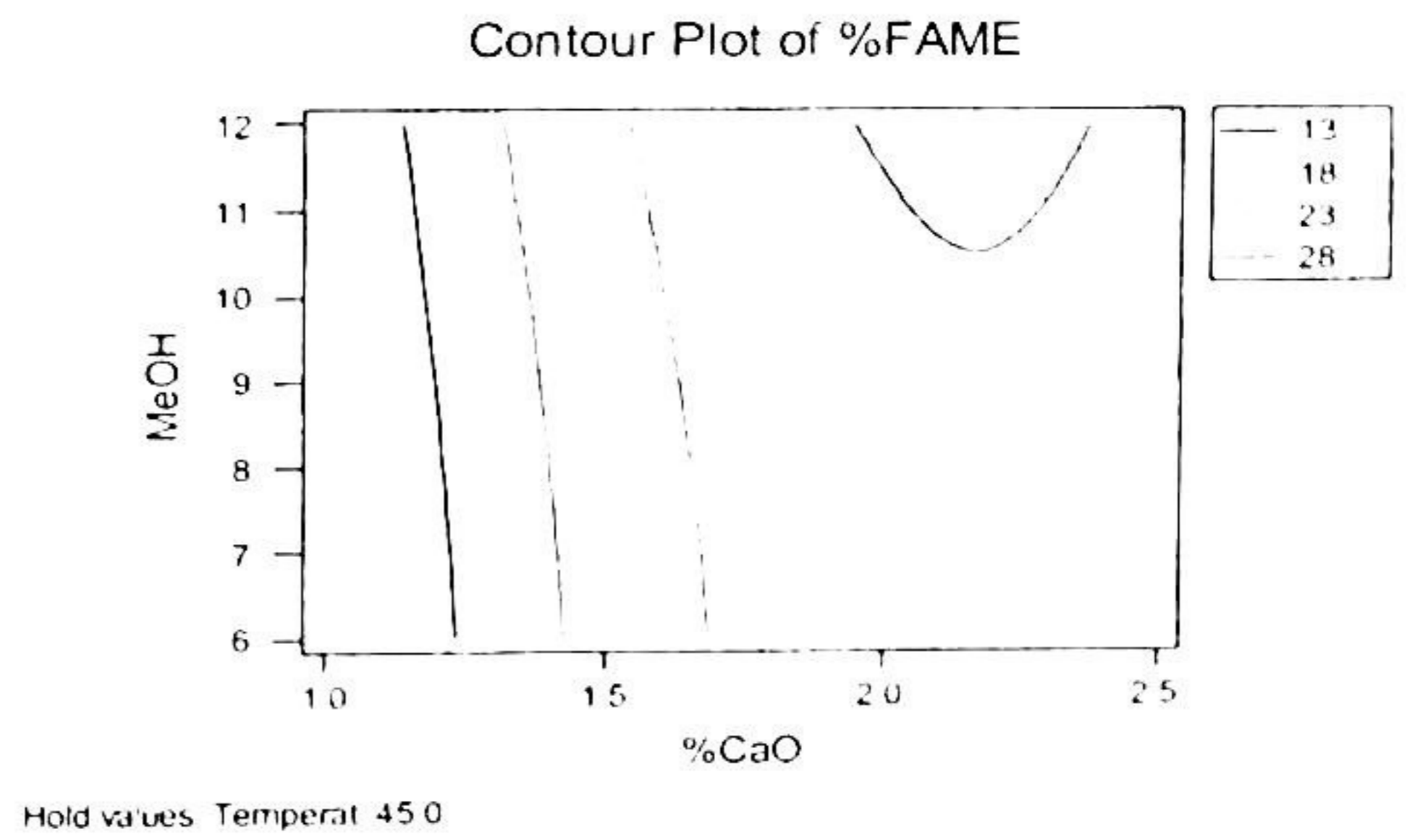
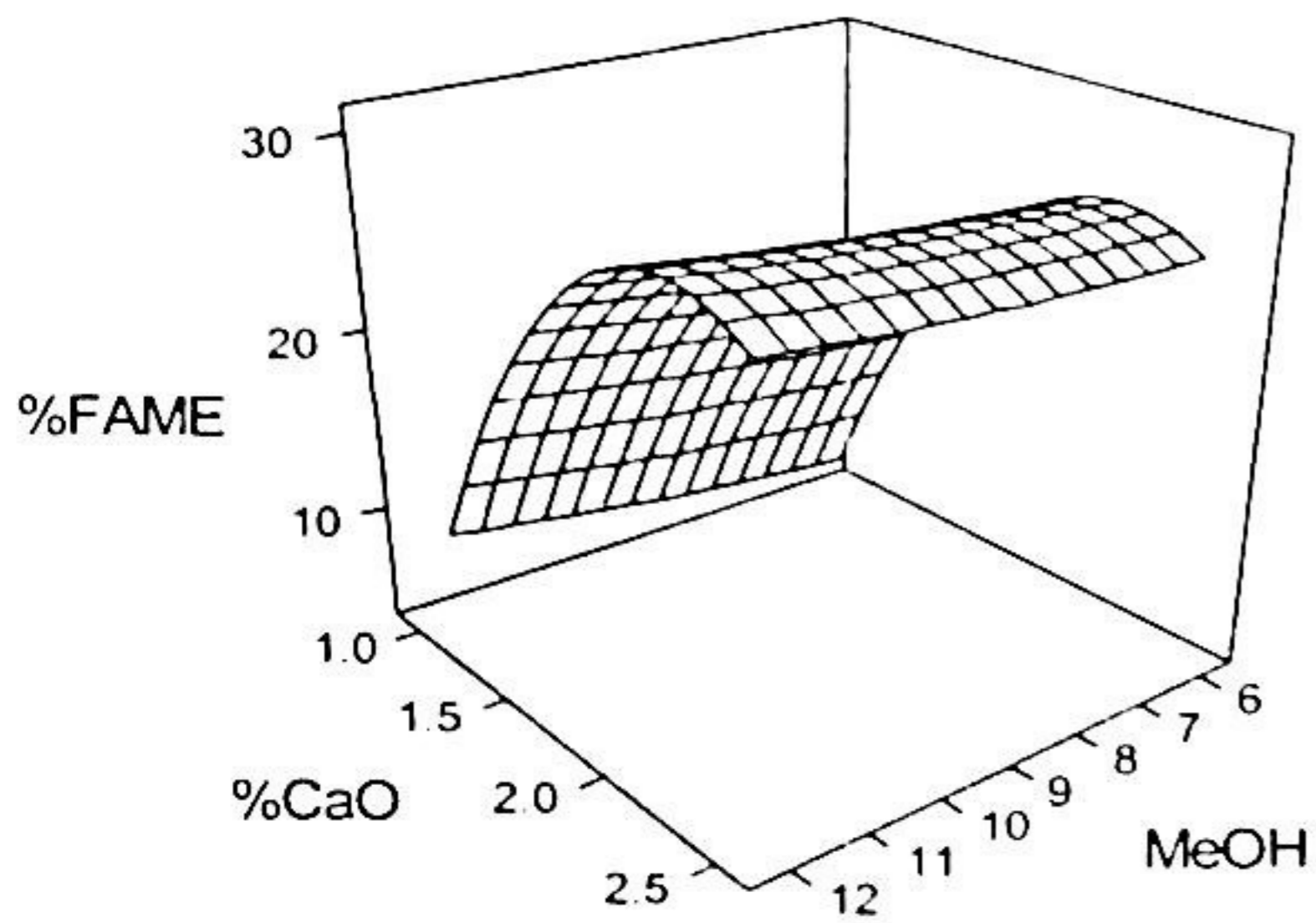
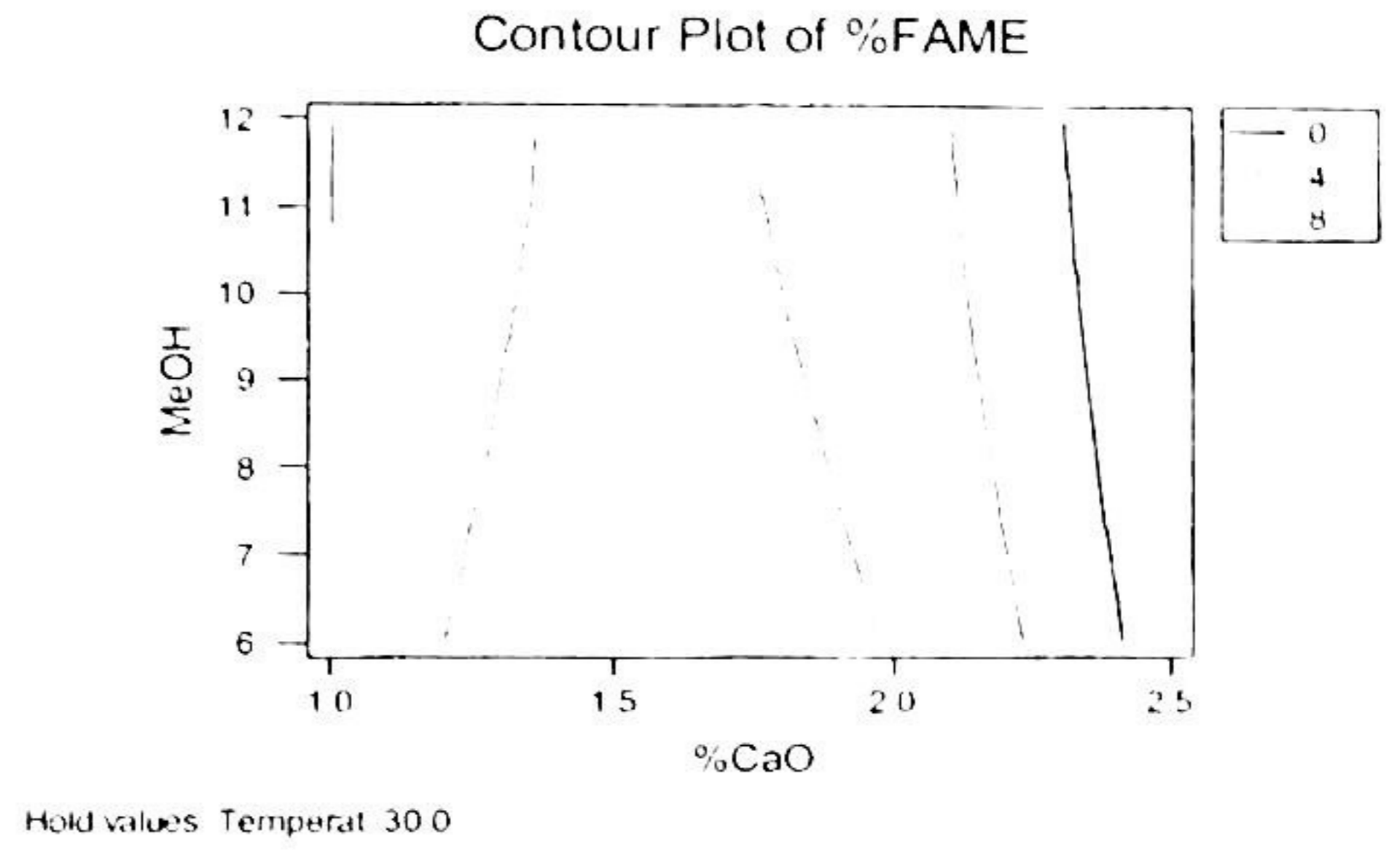
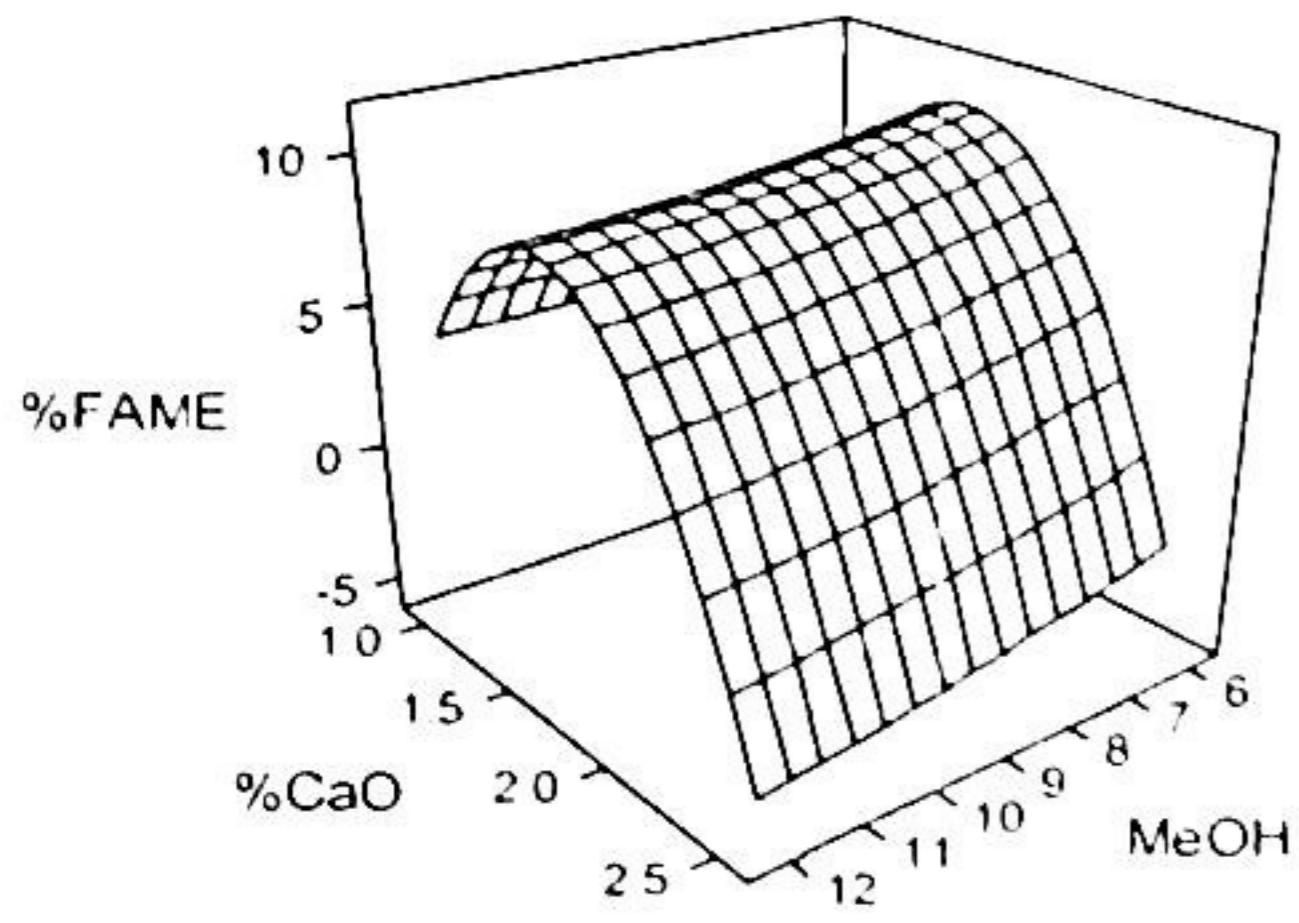
ตาราง ข2. ผลการวิเคราะห์ทางสถิติด้วยโปรแกรมคอมพิวเตอร์ของการออกแบบบ็อกซ์-เบห์นเคน  
แบบสามตัวแปร

| Box-Behnken Design                                 |        |                |         |         |          |          |
|--|--------|----------------|---------|---------|----------|----------|
| Factors:   | 3      | Blocks:        | none    |         |          |          |
| Runs:  | 15     | Center points: | 3       |         |          |          |
| Response Surface Regression                        |        |                |         |         |          |          |
| The analysis was done using <i>coded units</i> .   |        |                |         |         |          |          |
| Estimated Regression Coefficients for %FAME        |        |                |         |         |          |          |
| Term   | Coef   | StDev          | T       | P       |          |          |
| Constant   | 24.740 | 4.678          | 5.288   | 0.003   |          |          |
| Temperature  | 37.103 | 2.865          | 12.951  | 0.000   |          |          |
| %CaO   | 9.570  | 2.865          | 3.340   | 0.021   |          |          |
| MeOH   | 1.138  | 2.865          | 0.397   | 0.708   |          |          |
| Temp*Temp  | 20.969 | 4.217          | 4.972   | 0.004   |          |          |
| %CaO*%CaO  | 8.416  | 4.217          | -1.996  | 0.102   |          |          |
| MeOH*MeOH  | 0.299  | 4.217          | 0.071   | 0.946   |          |          |
| Temp*%CaO  | 13.607 | 4.052          | 3.359   | 0.020   |          |          |
| Temp*MeOH  | 2.082  | 4.052          | 0.514   | 0.629   |          |          |
| %CaO*MeOH  | 0.383  | 4.052          | -0.094  | 0.928   |          |          |
| S = 8.103      R Sq = 97.8%      R Sq(adj) = 93.8% |        |                |         |         |          |          |
| Analysis of Variance for %FAME                     |        |                |         |         |          |          |
| Source   | DF     | Seq SS         | Adj SS  | Adj MS  | F        | P        |
| Regression   | 9      | 14512.8        | 14512.8 | 1612.53 | 24.56    | 0.001    |
| Linear   | 3      | 11755.8        | 11755.8 | 3918.60 | 59.68    | 0.000    |
| Square   | 3      | 1998.4         | 1998.4  | 666.13  | 10.15    | 0.014    |
| Interaction  | 3      | 758.6          | 758.6   | 252.86  | 3.85     | 0.090    |
| Residual Error                                     | 5      | 328.3          | 328.3   | 65.66   |          |          |
| Lack-of-Fit  | 3      | 327.6          | 327.6   | 109.19  | 299.73   | 0.003    |
| Pure Error   | 2      | 0.7            | 0.7     | 0.36    |          |          |
| Total  | 14     | 14841.1        |         |         |          |          |
| Obs  | %FAME  | Fit            | StDev   | Fit     | Residual | St Resid |
| 1  | 5.610  | 4.227          | 7.017   | 4.227   | 1.383    | 0.34     |
| 2  | 42.290 | 51.217         | 7.017   | 51.217  | -8.928   | -2.20R   |
| 3  | 5.080  | -3.847         | 7.017   | -3.847  | 8.927    | 2.20R    |
| 4  | 96.190 | 97.573         | 7.017   | 97.573  | -1.382   | -0.34    |
| 5  | 4.320  | 9.850          | 7.017   | 9.850   | -5.530   | -1.36    |
| 6  | 84.670 | 79.890         | 7.017   | 79.890  | 4.780    | 1.18     |
| 7  | 3.180  | 7.960          | 7.017   | 7.960   | -4.780   | -1.18    |
| 8  | 91.860 | 86.330         | 7.017   | 86.330  | 5.530    | 1.36     |
| 9  | 9.680  | 5.532          | 7.017   | 5.532   | 4.148    | 1.02     |
| 10   | 22.040 | 25.437         | 7.017   | 25.437  | -3.397   | -0.84    |
| 11   | 11.970 | 8.572          | 7.017   | 8.572   | 3.398    | 0.84     |
| 12   | 22.800 | 26.947         | 7.017   | 26.947  | -4.147   | -1.02    |
| 13   | 25.430 | 24.740         | 4.678   | 24.740  | 0.690    | 0.10     |
| 14   | 24.480 | 24.740         | 4.678   | 24.740  | -0.260   | -0.04    |
| 15   | 24.310 | 24.740         | 4.678   | 24.740  | -0.430   | -0.06    |

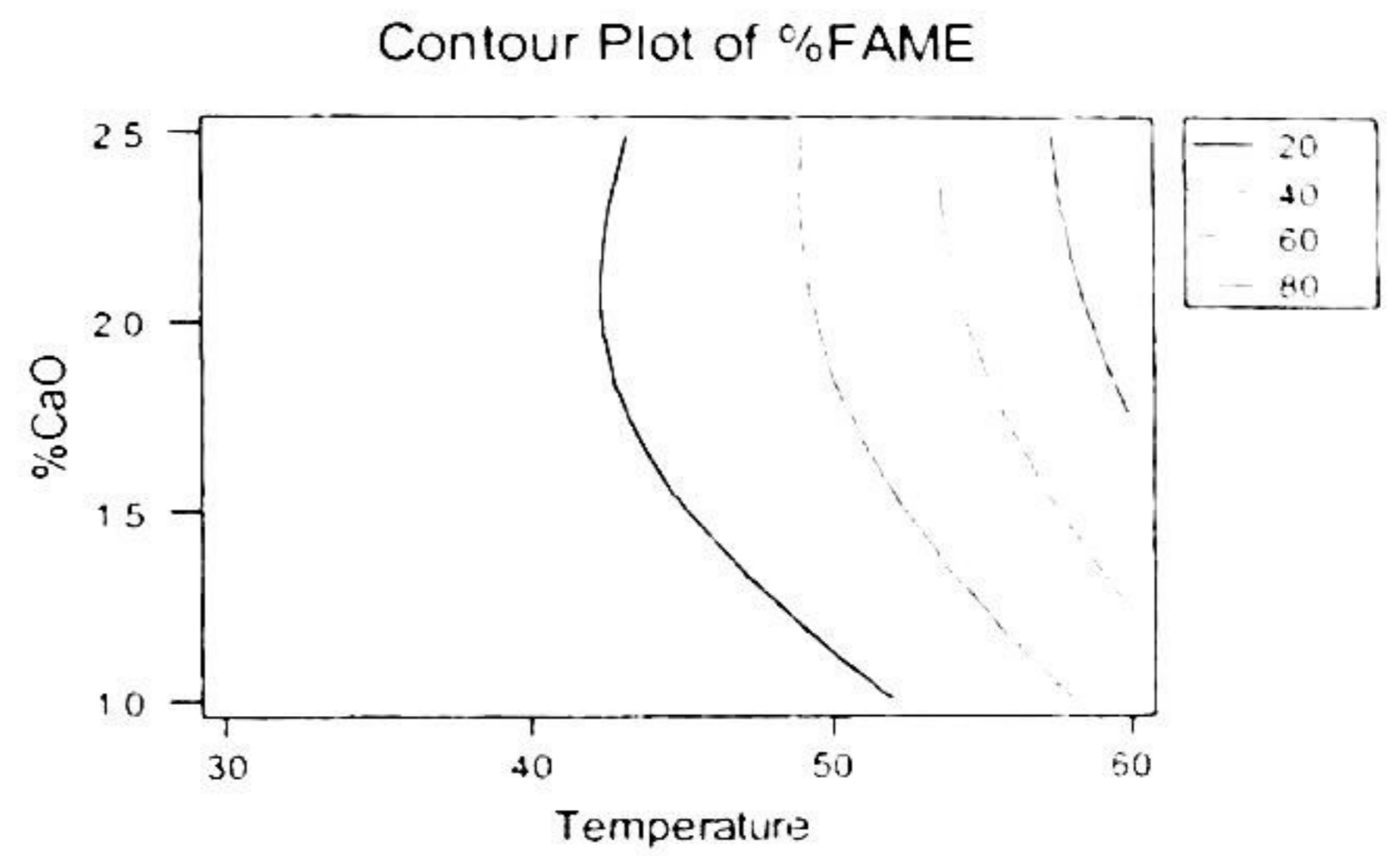
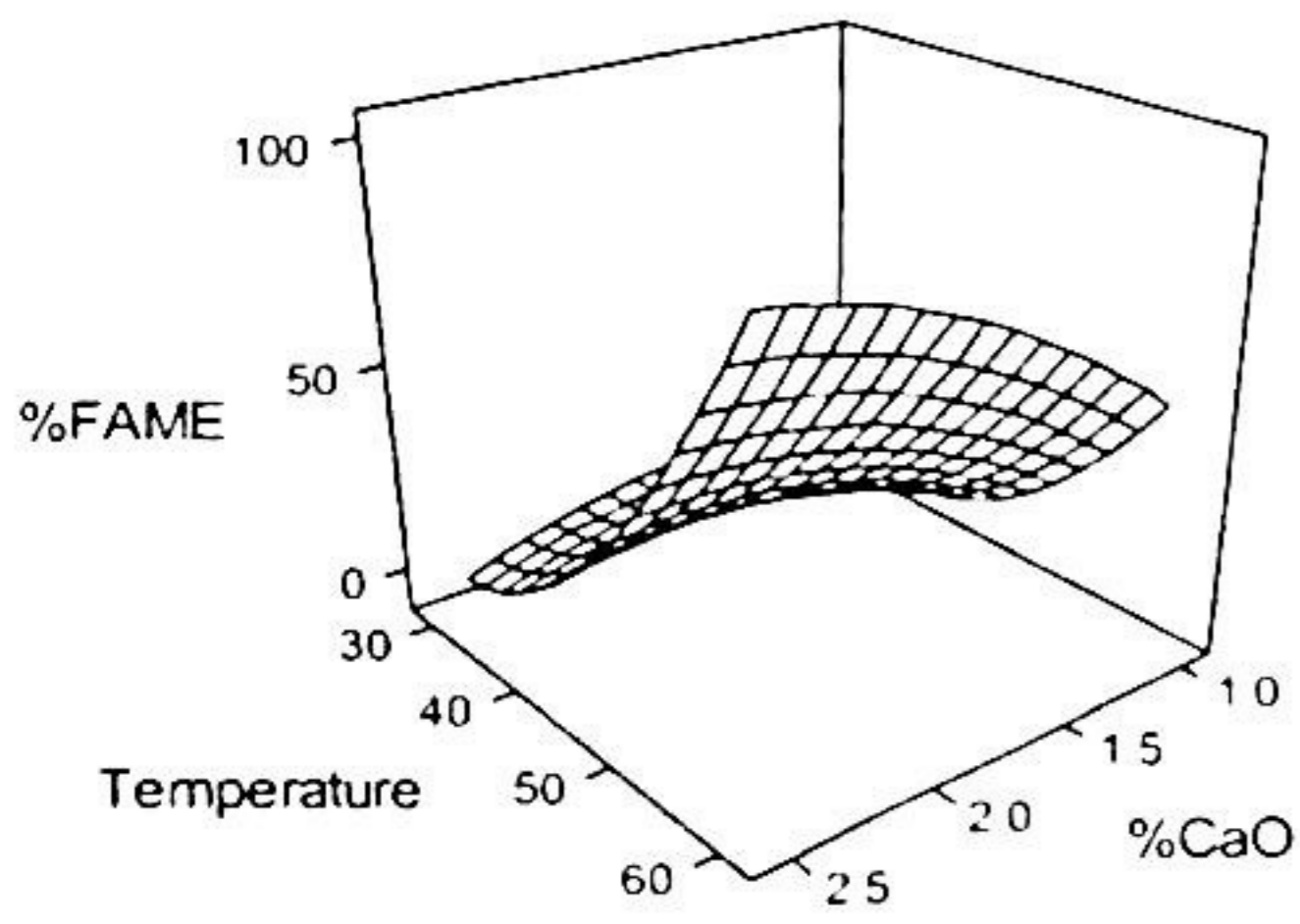
ตาราง ข2 (ต่อ)

| Box-Behnken Design                                 |        |         |           |          |          |       |
|--|--------|---------|-----------|----------|----------|-------|
| Response Surface Regression                        |        |         |           |          |          |       |
| The analysis was done using <i>uncoded units</i> . |        |         |           |          |          |       |
| Estimated Regression Coefficients for %FAME        |        |         |           |          |          |       |
| Term   | Coef   | StDev   | T         | P        |          |       |
| Constant   | 144.59 | 80.8526 | 1.788     | 0.134    |          |       |
| Temperature  | -8.45  | 1.9838  | -4.258    | 0.008    |          |       |
| %CaO   | 12.23  | 35.0479 | 0.349     | 0.741    |          |       |
| MeOH   | -2.00  | 9.9191  | -0.202    | 0.848    |          |       |
| Temp*Temp  | 0.09   | 0.0187  | 4.972     | 0.004    |          |       |
| %CaO*%CaO  | -14.96 | 7.4969  | -1.996    | 0.102    |          |       |
| MeOH*MeOH  | 0.03   | 0.4686  | 0.071     | 0.946    |          |       |
| Temp*%CaO  | 1.21   | 0.3601  | 3.359     | 0.020    |          |       |
| Temp*MeOH  | 0.05   | 0.0900  | 0.514     | 0.629    |          |       |
| %CaO*MeOH  | -0.17  | 1.8007  | -0.094    | 0.928    |          |       |
| S = 8.103      R-Sq = 97.8%      R-Sq(adj) = 93.8% |        |         |           |          |          |       |
| Analysis of Variance for %FAME                     |        |         |           |          |          |       |
| Source   | DF     | Seq SS  | Adj SS    | Adj MS   | F        | P     |
| Regression   | 9      | 14512.8 | 14512.79  | 1612.532 | 24.56    | 0.001 |
| Linear   | 3      | 11755.8 | 1308.09   | 436.028  | 6.64     | 0.034 |
| Square   | 3      | 1998.4  | 1998.40   | 666.134  | 10.15    | 0.014 |
| Interaction  | 3      | 758.6   | 758.59    | 252.863  | 3.85     | 0.090 |
| Residual Error                                     | 5      | 328.3   | 328.30    | 65.660   |          |       |
| Lack-of-Fit  | 3      | 327.6   | 327.57    | 109.190  | 299.73   | 0.003 |
| Pure Error   | 2      | 0.7     | 0.73      | 0.364    |          |       |
| Total  | 14     | 14841.1 |           |          |          |       |
| Obs  | %FAME  | Fit     | StDev Fit | Residual | St Resid |       |
| 1  | 5.610  | 4.227   | 7.017     | 1.383    | 0.34     |       |
| 2  | 42.290 | 51.217  | 7.017     | -8.927   | -2.20R   |       |
| 3  | 5.080  | -3.848  | 7.017     | 8.928    | 2.20R    |       |
| 4  | 96.190 | 97.572  | 7.017     | -1.382   | -0.34    |       |
| 5  | 4.320  | 9.850   | 7.017     | -5.530   | -1.36    |       |
| 6  | 84.670 | 79.890  | 7.017     | 4.780    | 1.18     |       |
| 7  | 3.180  | 7.960   | 7.017     | -4.780   | -1.18    |       |
| 8  | 91.860 | 86.330  | 7.017     | 5.530    | 1.36     |       |
| 9  | 9.680  | 5.532   | 7.017     | 4.148    | 1.02     |       |
| 10   | 22.040 | 25.437  | 7.017     | -3.397   | -0.84    |       |
| 11   | 11.970 | 8.572   | 7.017     | 3.398    | 0.84     |       |
| 12   | 22.800 | 26.947  | 7.017     | -4.147   | -1.02    |       |
| 13   | 25.430 | 24.740  | 4.678     | 0.690    | 0.10     |       |
| 14   | 24.480 | 24.740  | 4.678     | -0.260   | -0.04    |       |
| 15   | 24.310 | 24.740  | 4.678     | -0.430   | -0.06    |       |

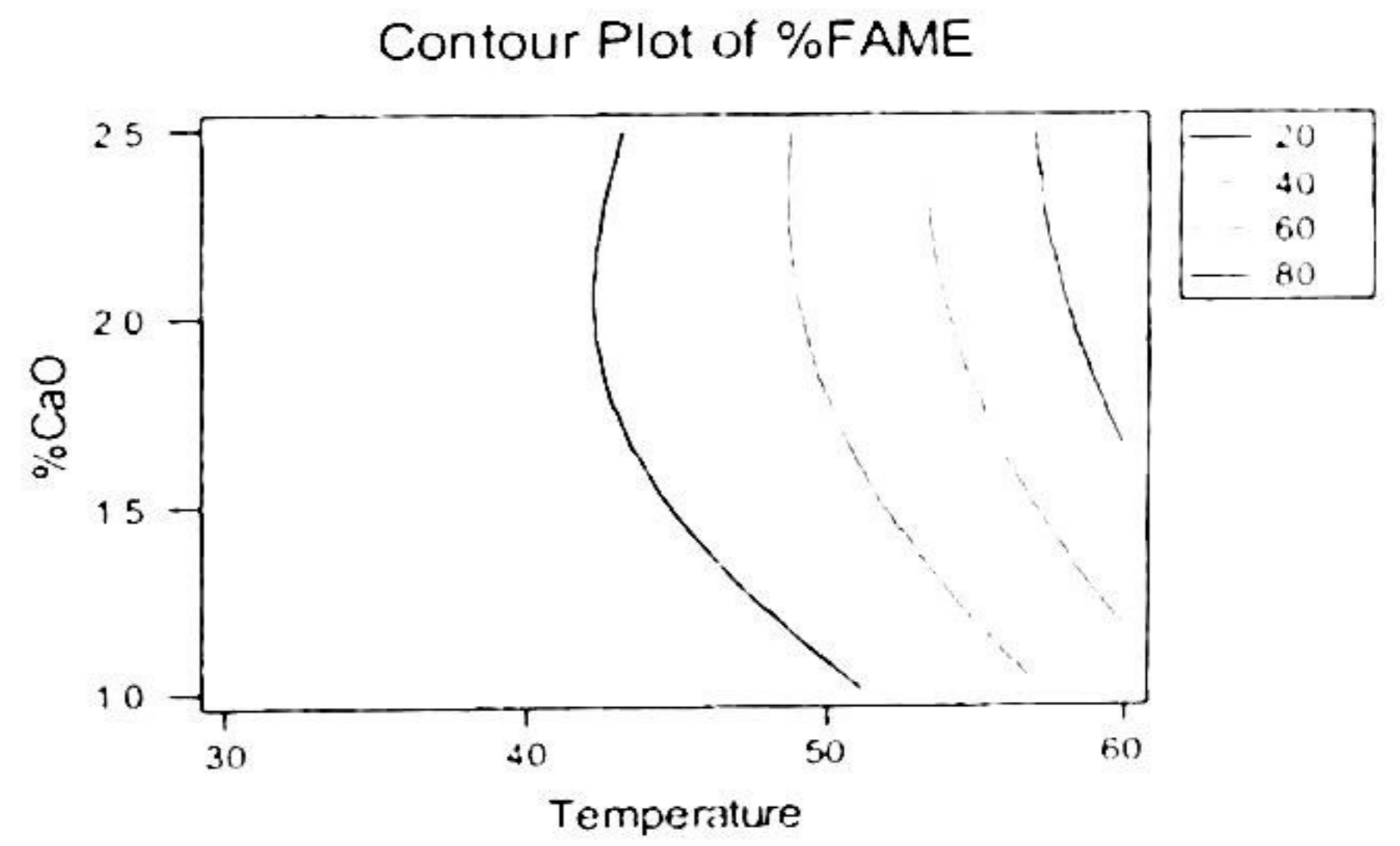
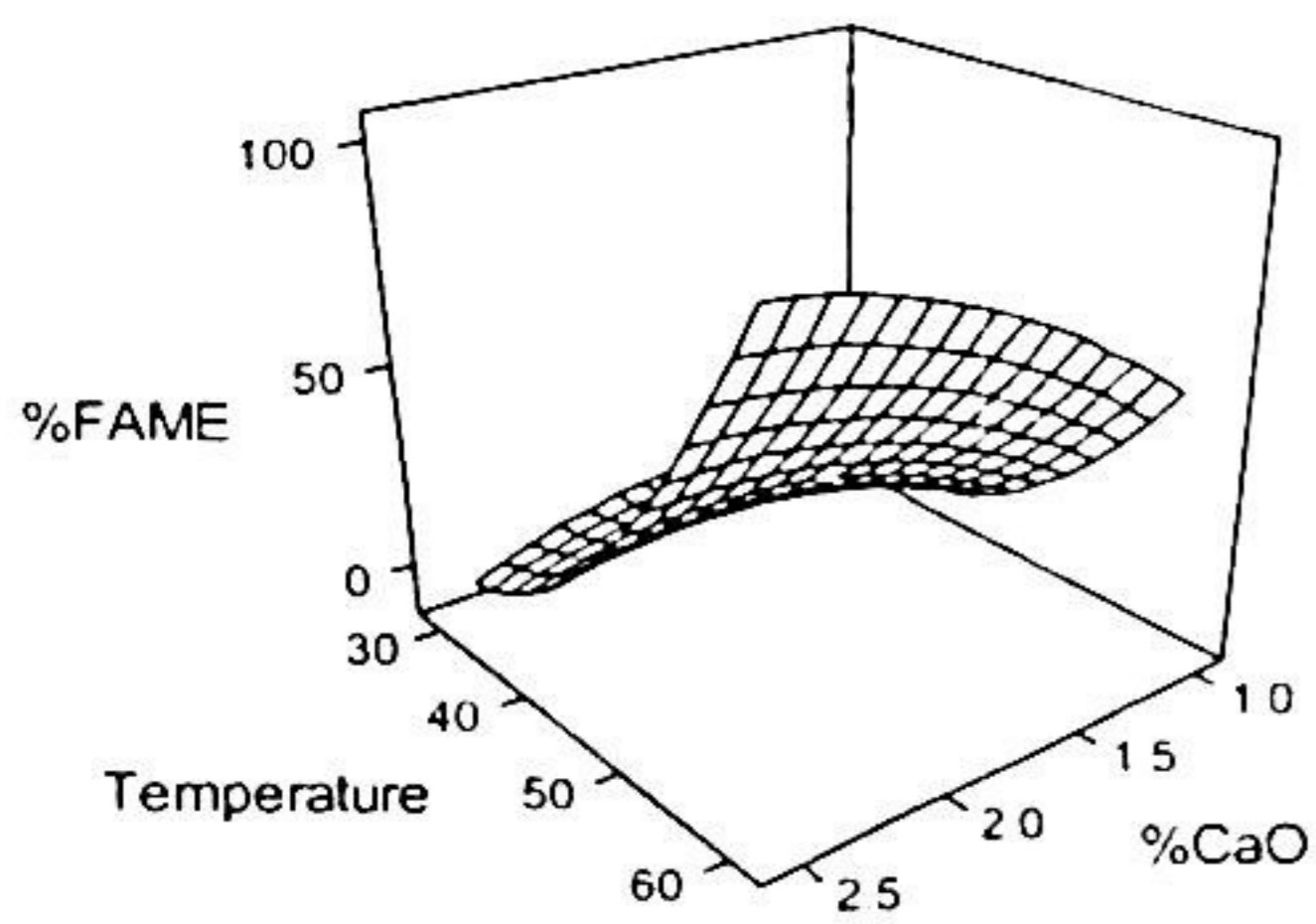
กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาและอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอล  
 ต่อน้ำมันพืชที่มีต่อความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซล.



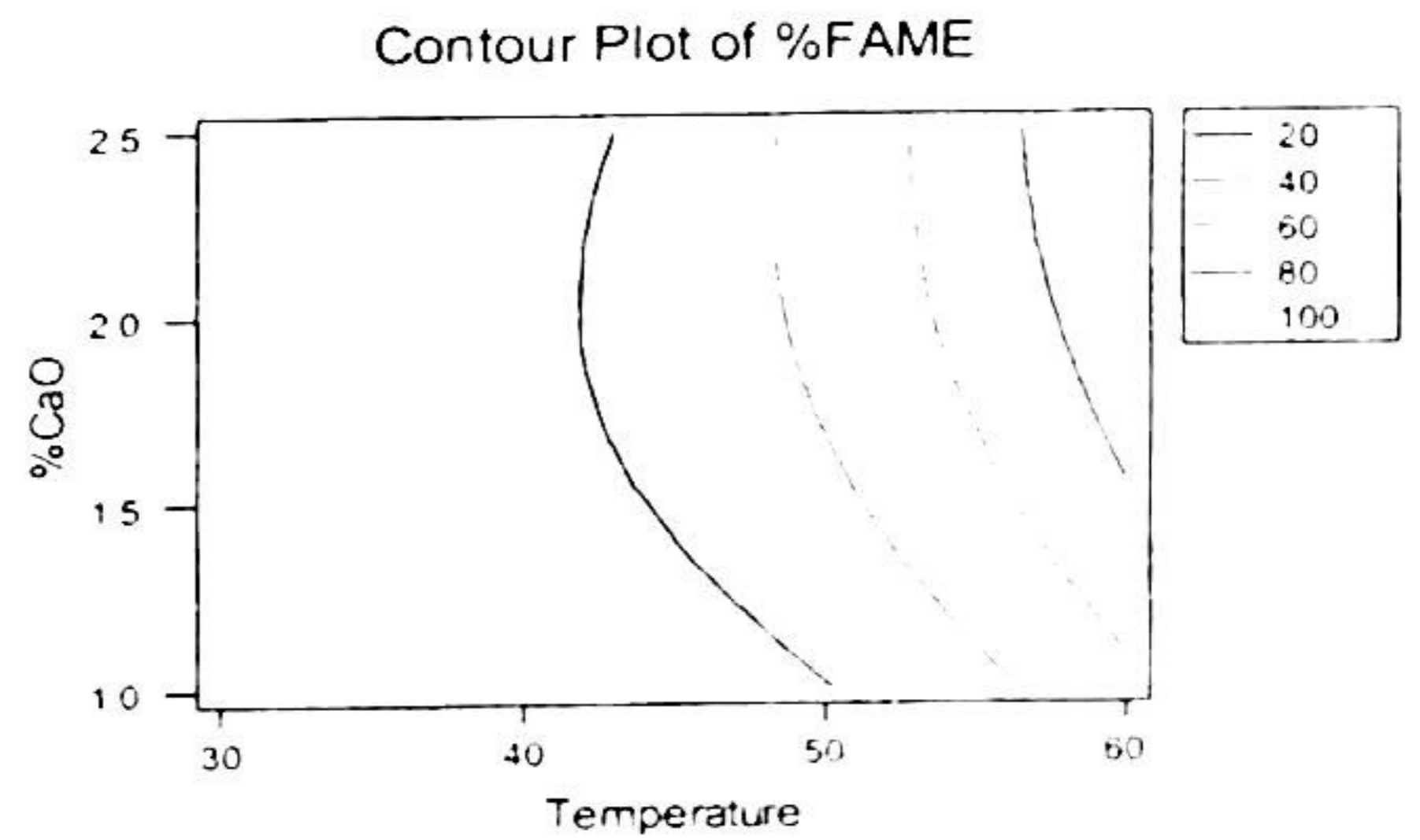
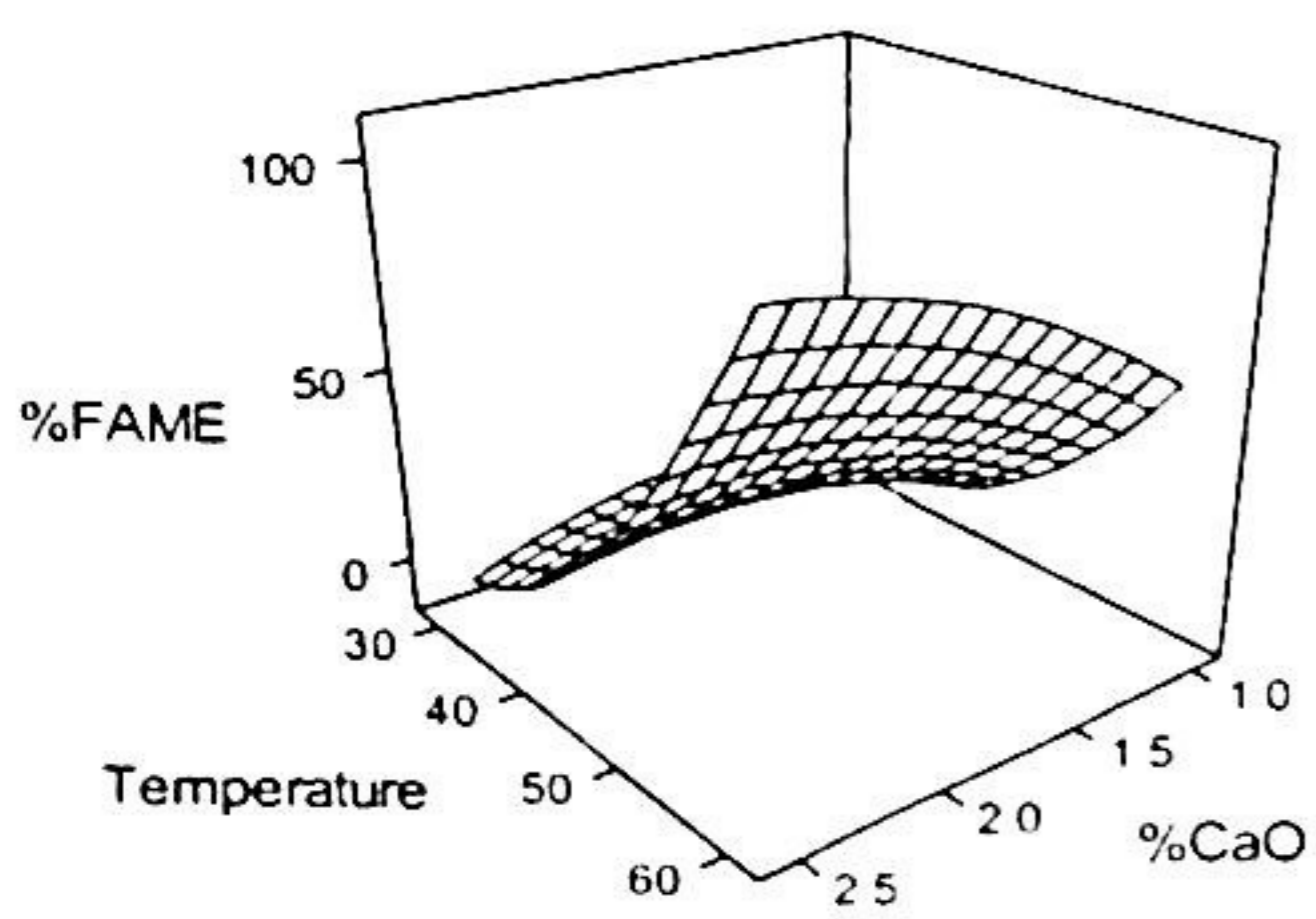
กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซล.



Hold values MeOH 6.0

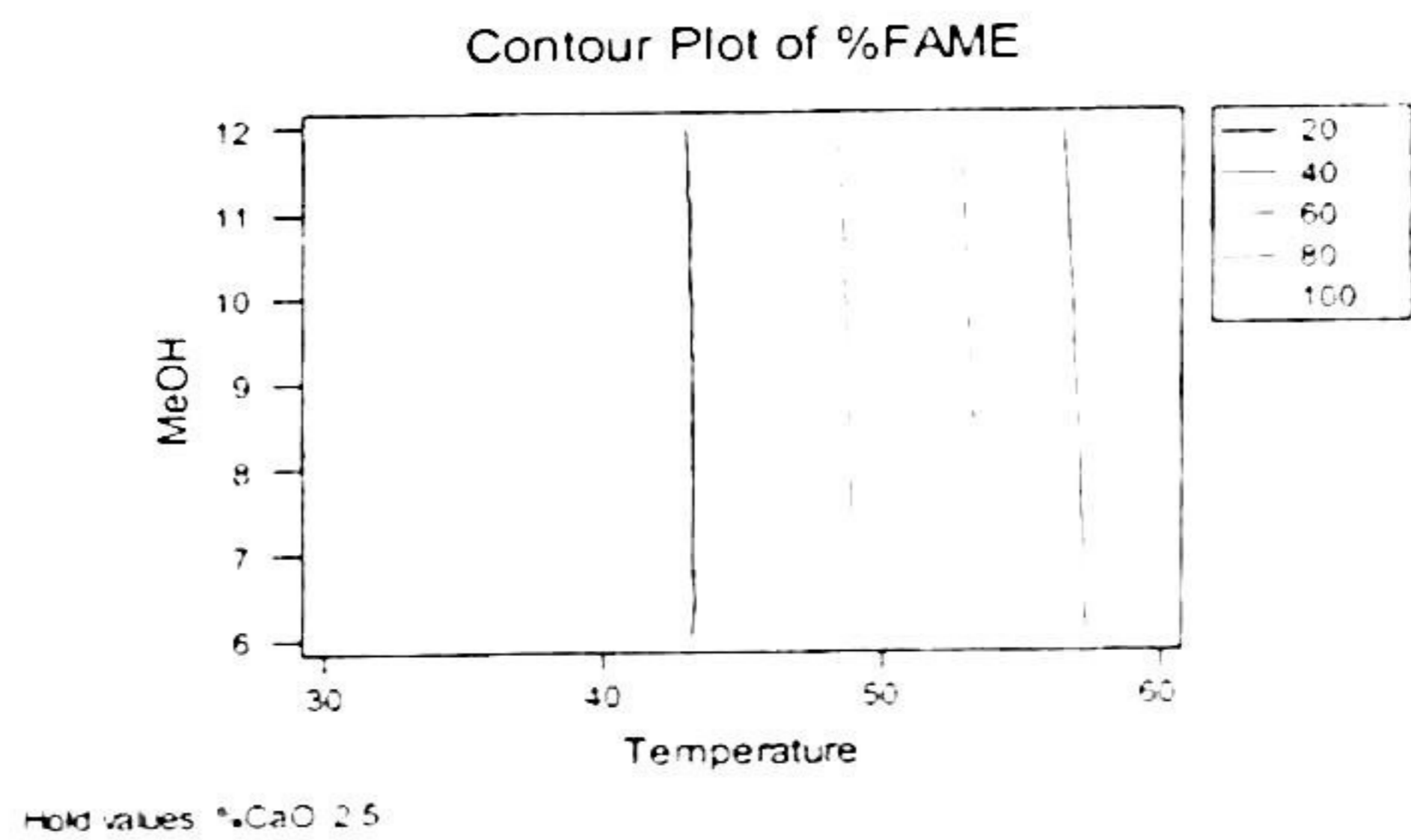
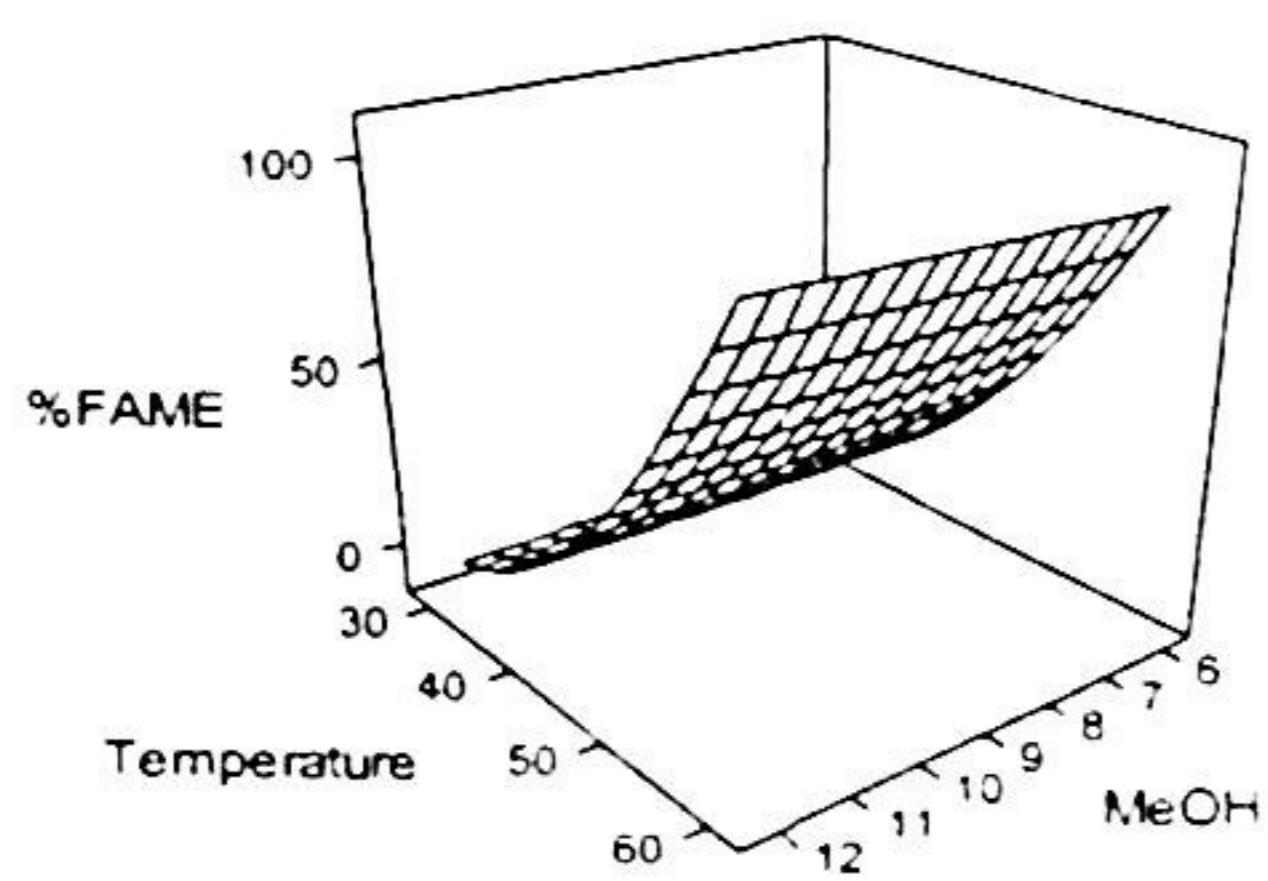
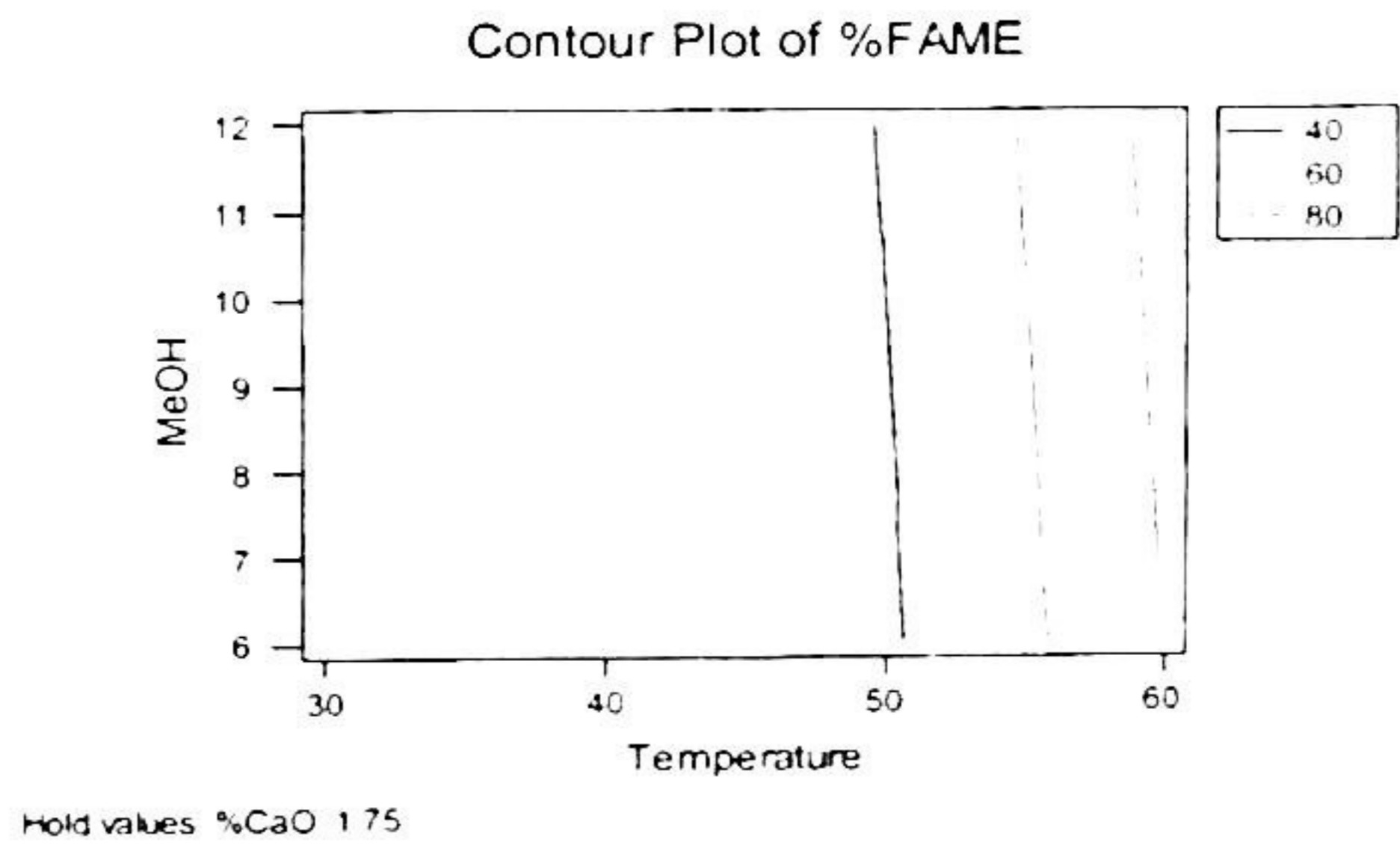
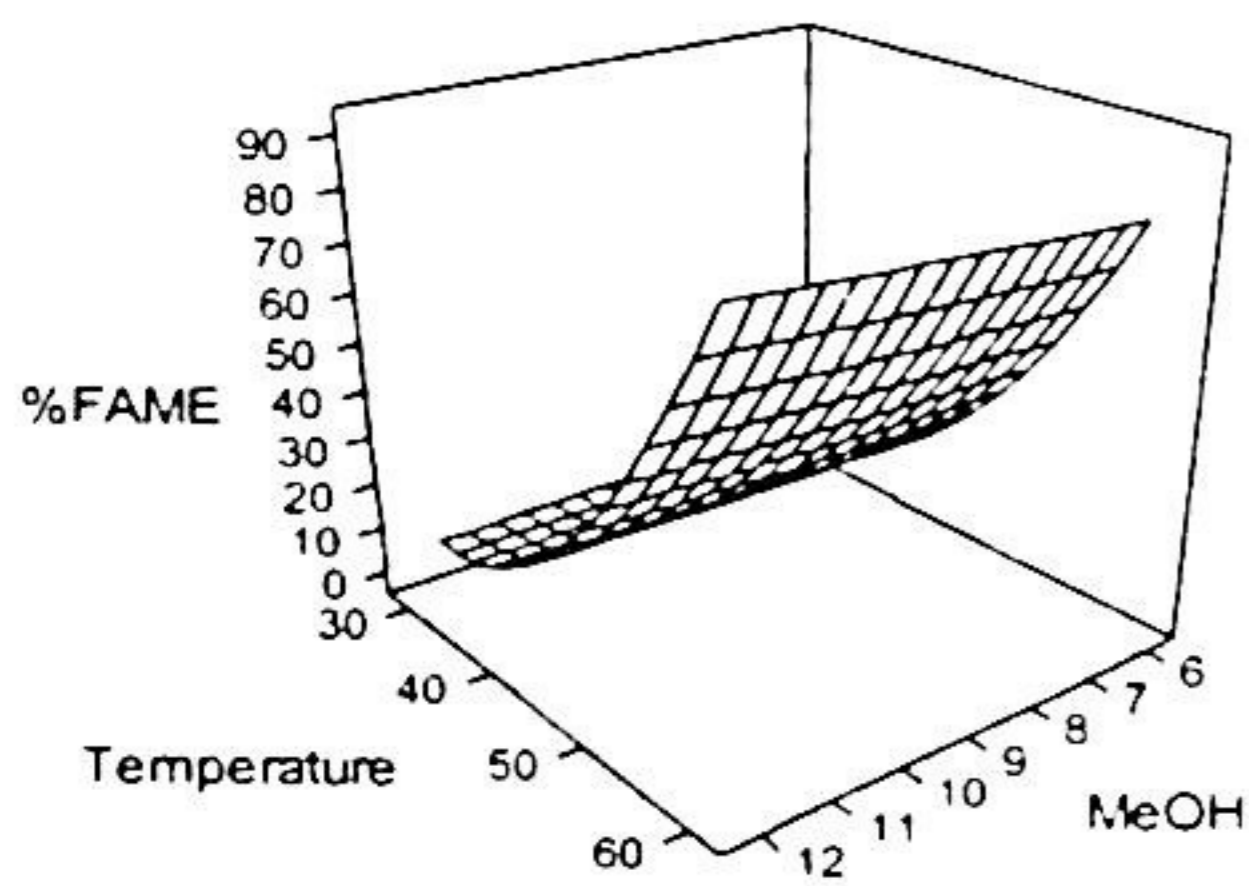
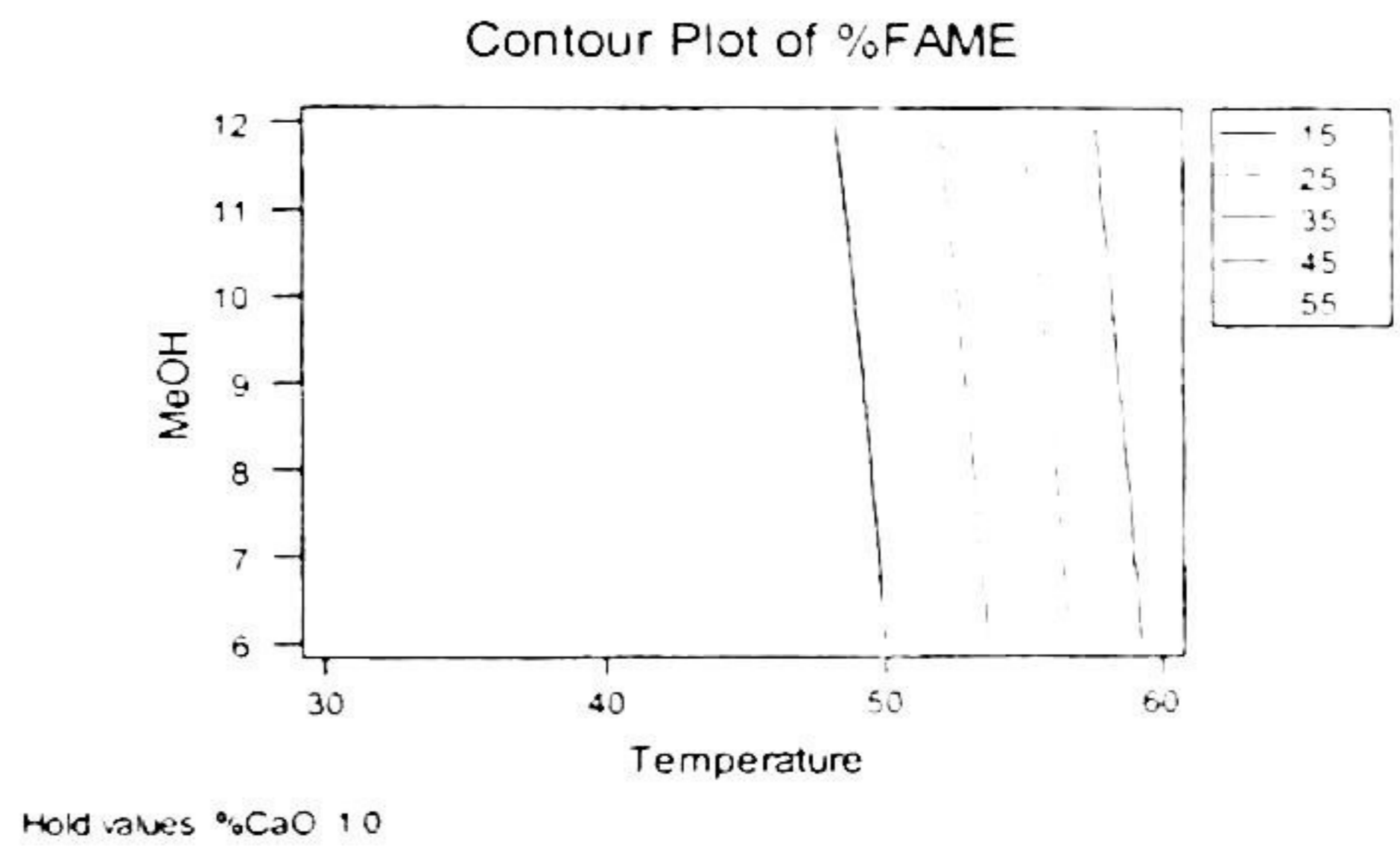
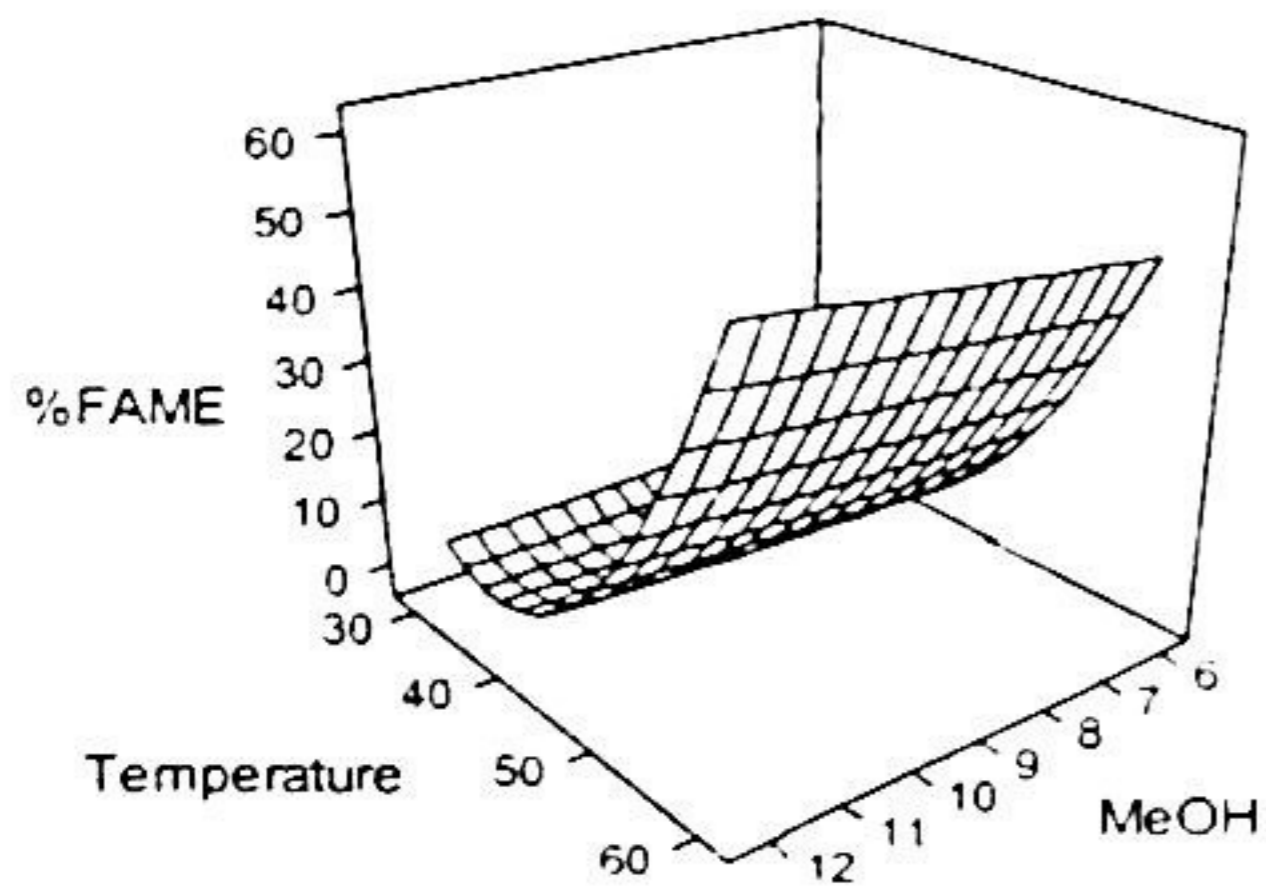


Hold values MeOH 9.0



Hold values MeOH 12.0

กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันพืชที่มีต่อความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซล.



**ภาคผนวก ก**  
**วิธีการพื้นผิวผลตอบ**

การออกแบบการทดลองแบบพื้นผิวผลตอบประกอบด้วย การทดลองแบบแฟกเตอร์เรียล 2<sup>2</sup> และการทดลองซ้ำที่จุดกึ่งกลางจำนวน 3 การทดลอง และการทดลองตามแนวแกน รวม 11 การทดลอง ถูกนำมาใช้ในการทดลองนี้ ดังแสดงรายละเอียดในตารางที่ ก1. เพื่อศึกษาอิทธิพลของตัวแปรอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลค่อน้ำมันมะพร้าวลิบ (X<sub>1</sub>) ในช่วง 12:1 ถึง 30:1 และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (X<sub>2</sub>) ในช่วง 2.5-7.5% โดยน้ำหนักน้ำมัน ที่มีต่อความบริสุทธิ์ในรูปของเมทิลเอสเทอร์ของไบโอดีเซลที่ผลิตได้ การออกแบบการทดลองไว้ในตาราง ก1. โดยรหัสของตัวแปรอิสระคือ สมการ ก1

$$X_c = \frac{\%Catalyst - 5}{2.5}$$

สมการ ก2

$$X_w = \frac{MeOH - 21}{9}$$

ตารางที่ ก1. การออกแบบแฟกทอเรียล 2<sup>2</sup> ร่วมกับการทดลองตามแนวแกน

| การทดลองที่ | ค่าของตัวแปร              |   | โค้ดของตัวแปร |        |
|-------------|---------------------------|---|---------------|--------|
|             | ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา | อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลและน้ำมันมะพร้าว | X1            | X2     |
| 1           | 2.5                       | 12:1                                      | -1            | -1     |
| 2           | 7.5                       | 12:1                                      | -1            | -1     |
| 3           | 2.5                       | 30:1                                      | -1            | -1     |
| 4           | 7.5                       | 30:1                                      | -1            | -1     |
| 5           | 1.5                       | 21:1                                      | -1.414        | 0      |
| 6           | 8.5                       | 21:1                                      | -1.414        | 0      |
| 7           | 5                         | 8.25:1                                    | 0             | -1.414 |
| 8           | 5                         | 33.75:1                                   | 0             | -1.414 |
| 9           | 5                         | 21:1                                      | 0             | 0      |
| 10          | 5                         | 21:1                                      | 0             | 0      |
| 11          | 5                         | 21:1                                      | 0             | 0      |

ตาราง ค2. ผลการวิเคราะห์ทางสถิติด้วยโปรแกรมคอมพิวเตอร์ของการออกแบบแฟกเตอร์เรียล 2<sup>3</sup>  
และการทดลองตามแนวแกน

**Response Surface Regression**

The analysis was done using coded units.

Estimated Regression Coefficients for %FAME

| Term      | Coef   | StDev | T      | P     |
|-----------|--------|-------|--------|-------|
| Constant  | 90.827 | 3.380 | 26.869 | 0.000 |
| %CaO      | 6.300  | 2.070 | 3.043  | 0.029 |
| MeOH      | -1.097 | 2.070 | -0.530 | 0.619 |
| %CaO*%CaO | -3.405 | 2.464 | -1.382 | 0.226 |
| MeOH*MeOH | 2.562  | 2.464 | 1.040  | 0.346 |
| %CaO*MeOH | -0.225 | 2.927 | -0.077 | 0.942 |

S = 5.855      R-Sq = 73.3%      R-Sq(adj) = 46.7%

Analysis of Variance for %FAME

| Source         | DF | Seq SS  | Adj SS  | Adj MS  | F    | P     |
|----------------|----|---------|---------|---------|------|-------|
| Regression     | 5  | 471.321 | 471.321 | 94.264  | 2.75 | 0.146 |
| Linear         | 2  | 327.124 | 327.124 | 163.562 | 4.77 | 0.069 |
| Square         | 2  | 143.994 | 143.994 | 71.997  | 2.10 | 0.218 |
| Interaction    | 1  | 0.203   | 0.203   | 0.203   | 0.01 | 0.942 |
| Residual Error | 5  | 171.404 | 171.404 | 34.281  |      |       |
| Lack-of-Fit    | 3  | 155.483 | 155.483 | 51.828  | 6.51 | 0.136 |
| Pure Error     | 2  | 15.921  | 15.921  | 7.961   |      |       |
| Total          | 10 | 642.725 |         |         |      |       |

| Obs | %FAME  | Fit    | StDev Fit | Residual | St Resid |
|-----|--------|--------|-----------|----------|----------|
| 1   | 92.050 | 84.557 | 4.629     | 7.493    | 2.09R    |
| 2   | 98.720 | 97.606 | 4.629     | 1.114    | 0.31     |
| 3   | 86.010 | 82.812 | 4.629     | 3.198    | 0.89     |
| 4   | 91.780 | 94.961 | 4.629     | -3.181   | -0.89    |
| 5   | 68.440 | 75.107 | 4.629     | -6.667   | -1.86    |
| 6   | 95.280 | 92.925 | 4.629     | 2.355    | 0.66     |
| 7   | 92.310 | 97.503 | 4.629     | -5.193   | -1.45    |
| 8   | 95.280 | 94.399 | 4.629     | 0.881    | 0.25     |
| 9   | 87.600 | 90.827 | 3.380     | -3.227   | -0.67    |
| 10  | 92.830 | 90.827 | 3.380     | 2.003    | 0.42     |
| 11  | 92.050 | 90.827 | 3.380     | 1.223    | 0.26     |

