



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ

การผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มด้วยไมโครเวฟ
ที่ใช้ดินสอพองเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

Biodiesel Production from Palm Oil by Microwave
using Marl Catalyst

วัลย์ลิกา สุขสำราญ

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยราชภัฏเทพสตรี

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยของมหาวิทยาลัยราชภัฏเทพสตรี
ประจำปีงบประมาณ พ.ศ.๒๕๖๐

บทคัดย่อ

จุดประสงค์ของงานวิจัยนี้คือการหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมไบโอดีเซลจากไมโครเวฟด้วยการใช้แคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากดินสอพองเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ศึกษาผลของตัวแปรในกระบวนการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันซึ่งได้แก่ อัตราส่วนของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม แหล่งให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟและการให้ความร้อนแบบธรรมดาและระยะเวลาในการเขย่าผสมเมทานอลกับตัวเร่งปฏิกิริยา จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า สภาวะที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันโดยใช้แคลเซียมออกไซด์ที่ได้จากดินสอพองเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาคือใช้อัตราส่วนของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์มเป็น 5:1 และ 10:1 เมื่อให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟและวิธีธรรมดาตามลำดับ ฉายรังสีไมโครเวฟที่ 800 วัตต์ เป็นเวลา 15 นาที โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 5 ของน้ำหนักน้ำมันปาล์ม ระยะเวลาที่เหมาะสมในการเขย่าเมทานอลผสมกับตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันด้วยการให้ความร้อนแบบธรรมดาคือ 60 นาที

มหาวิทยาลัยราชภัฏวไลยอลงกรณ์

Abstract

The purpose of this research was to optimize parameters for the preparation of biodiesel production by microwave irradiation using CaO catalyst from Marl. Effects of various process parameters for transesterification reaction, namely, the molar ratio of methanol to palm oil, source of heating by microwave and conventional technique and stirring time of methanol and catalyst were investigated. The results revealed that the optimum condition for transesterification reaction of CaO from Marl using as a catalyst where the molar ratio of methanol to palm oil at 5:1 and 10:1 by microwave and conventional technique, respectively. Microwave irradiation was 800 watts for 15 minutes and catalyzed by 5% of CaO of weight oil. The suitable stirring time of methanol and catalyst for the transesterification reaction by conventional technique was 60 minutes.

มหาวิทยาลัยราชภัฏวชิรเวศน์

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
สารบัญ	ค
สารบัญตาราง	ง
สารบัญภาพ	ฉ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	2
บทที่ 2 การทบทวนวรรณกรรม/สารสนเทศ (information) ที่เกี่ยวข้อง	3
2.1 วัตถุดิบที่ใช้ผลิตไบโอดีเซล	3
2.2 ปฏิกริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน	4
2.3 ประเภทของตัวเร่งปฏิกริยา	4
2.4 ปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน	5
2.5 ข้อกำหนดและมาตรฐานของไบโอดีเซล	8
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	8
บทที่ 3 วิธีการดำเนินการวิจัย	17
3.1 สารเคมี	17
3.2 วิธีดำเนินการวิจัย	17
3.2.1 การวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบในดินสอพอง	17
3.2.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกริยาวิธีพ่นจากดินสอพอง	17
3.2.3 การวิเคราะห์ค่าของกรดในน้ำมันพืชโดยการไทเทรต	17
3.2.4 การเตรียมน้ำมันไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มผ่านกระบวนการผลิต	18
3.2.5 การวิเคราะห์คุณภาพเบื้องต้นของน้ำมันไบโอดีเซลที่เตรียมได้	19
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง	21
4.1 การหาลักษณะเฉพาะของสารตัวเร่งปฏิกริยา	21

สารบัญ (ต่อ)

4.2 การหาลักษณะเฉพาะของตัวเร่งปฏิกิริยาวิธีพินิจจากดินสอพอง	25
4.3 การวิเคราะห์ค่าของกรดในน้ำมันพืชโดยการไทเทรต	24
4.4 การตรวจสอบคุณภาพน้ำมันไบโอดีเซล	24
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง	37
5.1 การหาลักษณะเฉพาะของสารตัวเร่งปฏิกิริยา	37
5.2 ผลของอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันและผลของแหล่งให้ความร้อนใน การทำปฏิกิริยาที่มีต่อการเตรียมไบโอดีเซล	38
5.3 ผลของเวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยา ทรานส์เอสเทอริฟิเคชันในการให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาที่มีต่อ สมบัติของไบโอดีเซล	38
5.5 ข้อเสนอแนะ	38
บรรณานุกรม	39
ภาคผนวก	42

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอ็กเรย์ฟลูออเรสเซนส์ของดินสอพอง	22
ตารางที่ 4.2 สมบัติของไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืช 5:1 10:1 15:1 และ 20:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8	25
ตารางที่ 4.3 สมบัติของจุดวาบไฟของไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน 5:1 10:1 15:1 และ 20:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8	26
ตารางที่ 4.4 ปริมาณกลีเซอรอลที่ได้จากการทำปฏิกิริยาซ้ำในโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน 5:1, 10:1 15:1 และ 20:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8	28
ตารางที่ 4.5 สมบัติของไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้เวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันในการให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซลในอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน 10:1 โดยโมล ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8	32
ตารางที่ 4.6 สมบัติของจุดวาบไฟของไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้เวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันในการให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซลในอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน 10:1 โดยโมล ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8	33
ตารางที่ 4.7 ปริมาณกลีเซอรอลที่ได้จากการทำปฏิกิริยาซ้ำในไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้เวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน	34
ตารางที่ ก.1 กำหนดลักษณะและคุณภาพของไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน	43
ตารางที่ ก.2 มาตรฐานน้ำมันไบโอดีเซลตามมาตรฐาน ASTM D 6751 ของประเทศสหรัฐอเมริกา	45
ตารางที่ ก.3 มาตรฐานน้ำมันไบโอดีเซลตามมาตรฐาน DIN E 51606 ของประเทศเยอรมนี	46

สารบัญภาพ

	หน้า
ภาพที่ 2.1 แสดงปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันโดยไตรกลีเซอไรด์ถูกเปลี่ยนเป็นเมทิลเอสเทอร์ ไดกลีเซอไรด์ มอนอกลีเซอไรด์และกลีเซอรอลตามลำดับ	13
ภาพที่ 2.2 แสดงกลไกการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันโดยใช้แคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	15
ภาพที่ 4.1 สเปกตรัมเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์ของดินสอพอง	22
ภาพที่ 4.2 สเปกตรัมเอ็กซ์เรย์ดิฟเฟรคชันของดินสอพอง (a) ก่อนเผา (b) หลังเผาที่ 1000°C 6 ชั่วโมง	23
ภาพที่ 4.3 ปริมาณกลีเซอรอลที่ได้จากการทำปฏิกิริยาซาโนไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วน เมทานอลต่อน้ำมัน 5:1, 10:1, 15:1 และ 20:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8 ด้วยวิธีไมโครเวฟ เวลาในการทำปฏิกิริยา 15 นาที 800 วัตต์	27
ภาพที่ 4.4 ปริมาณกลีเซอรอลที่ได้จากการทำปฏิกิริยาซาโนไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วน เมทานอลต่อน้ำมัน 5:1, 10:1, 15:1 และ 20:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8 วิธีให้ความร้อนด้วย เตาไฟฟ้า ที่อุณหภูมิ 65°C ระยะเวลา 3 ชั่วโมง	27
ภาพที่ 4.5 ผลการตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันจากเทคนิค TLC ของ ไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน (b) 5:1, (c) 10:1, (d) 15:1 และ (e) 20:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8 ด้วยวิธีไมโครเวฟ เวลาในการทำปฏิกิริยา 15 นาที 800 วัตต์ เปรียบเทียบกับ (a) ไบโอดีเซลและ (f) น้ำมันพืช	29
ภาพที่ 4.6 ผลการตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันจากเทคนิค TLC ของนไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน (b) 5:1, (c) 10:1, (d) 15:1 และ (e) 20:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8 วิธีให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาที่อุณหภูมิ 65°C ระยะเวลา 3 ชั่วโมง เปรียบเทียบกับ (a) ไบโอดีเซลและ (f) น้ำมันพืช	29

สารบัญภาพ (ต่อ)

	หน้า
ภาพที่ 4.7 ปริมาณกลีเซอรอลที่ได้จากการทำปฏิกิริยาซ้ำในไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้เวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันในการให้ความร้อนด้วยเตาไฟฟ้าที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซลในอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน 10:1 โดยโมล ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8 ที่อุณหภูมิ 65°C เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง	34
ภาพที่ 4.8 ผลการตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันจากเทคนิค TLC ของน้ำมัน ไบโอดีเซล ที่ อุณหภูมิ 65°C ระยะเวลา 3 ชั่วโมง ในอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันเป็น 10:1 ใช้เวลาในการเวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันในการให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาที่ (b) 60, (c) 45, (d) 30 และ (e) 15 นาทีเปรียบเทียบกับ (a) ไบโอดีเซลและ (f) น้ำมันพืช	35

มหาวิทยาลัยราชภัฏวไลยอลงกรณ์

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มา

ในสถานะที่เกิดวิกฤตทางด้านพลังงานที่มีแนวโน้มราคาสูงขึ้น น้ำมันดีเซลเป็นเชื้อเพลิงปิโตรเลียมชนิดหนึ่งที่ใช้เป็นแหล่งพลังงานไม่ว่าจะในระบบอุตสาหกรรมและการขนส่งที่มีแนวโน้มถูกนำมาใช้สูงขึ้นทุกปี การนำน้ำมันดีเซลมาใช้เป็นเชื้อเพลิงจะปล่อยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ คาร์บอนมอนอกไซด์ สารประกอบไนโตรเจนออกไซด์ สารประกอบของกำมะถันและอะโรมาติก ดังนั้น การมองหาแหล่งพลังงานทดแทนใหม่ที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมจึงเป็นสิ่งจำเป็นที่จะต้องดำเนินการอย่างเร่งด่วน ปัจจุบันได้มีการศึกษาเกี่ยวกับการหาพลังงานอื่นมาทดแทนน้ำมันดีเซลในรูปแบบต่าง ๆ กัน ซึ่งพลังงานทดแทนหนึ่งที่น่าสนใจและมีความเป็นไปได้คือ การผลิตไบโอดีเซลจากแหล่งต่างๆ อาทิ น้ำมันปาล์ม น้ำมันละหุ่ง น้ำมันมะพร้าว น้ำมันถั่วเหลือง น้ำมันพืชที่ใช้แล้ว และสบู่ดำ เนื่องจากไบโอดีเซลมีองค์ประกอบหลักเป็นมอนออัลคิลเอสเทอร์ (monoalkyl ester) ของกรดไขมัน ที่มีสมบัติทางกายภาพคล้ายคลึงกับน้ำมันดีเซล สามารถย่อยสลายได้และไม่ปลดปล่อยสารประกอบของกำมะถันและอะโรมาติกที่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม และยังสามารถเตรียมได้จากการนำน้ำมันที่ได้จากพืชและสัตว์มาทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์ที่มีโมเลกุลเป็นสายโซ่สั้น โดยผ่านกระบวนการทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน (transesterification) ในช่วงแรกๆของงานเตรียมไบโอดีเซลด้วยกระบวนการนี้จะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ (homogenous catalyst) ที่มีสมบัติเป็นเบส ซึ่งเตรียมได้ง่ายและเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันได้เร็ว อย่างไรก็ตามข้อจำกัดของปฏิกิริยาดังกล่าวมีสมบัติกัดกร่อน ผลพลอยได้ของปฏิกิริยาจะเป็นกลีเซอรอลที่มีคุณภาพต่ำและจะได้ออกมาด้วย นอกจากนี้ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ยังยากต่อการนำกลับมาใช้ใหม่ จึงได้มีการศึกษาวิจัยตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ (heterogenous catalyst) (Wei, 2009) พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ไม่กัดกร่อนโลหะ ไม่ปลดปล่อยสารประกอบของกำมะถันและอะโรมาติกที่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม ย่อยสลายได้ง่ายต่อการแยกออกจากไบโอดีเซลสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้และเกิดสบู่น้อยมาก

ตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ที่นิยมนำมาใช้ในการเตรียมไบโอดีเซลตัวหนึ่งคือแคลเซียมออกไซด์ สามารถเตรียมได้จากสารประกอบที่มีแคลเซียมเป็นองค์ประกอบหลัก ได้แก่ แคลเซียมไนเตรต แคลเซียมคาร์บอเนต แคลเซียมฟอสเฟต แคลเซียมไฮดรอกไซด์ และวัสดุจากธรรมชาติที่มีแคลเซียมเป็นองค์ประกอบหลัก เช่น แร่โดโลไมท์ หินปูน เปลือกไข่ เปลือกกุ้ง เปลือกหอยและปู รวมถึงกระดูกสัตว์จากการศึกษาธาตุที่เป็นองค์ประกอบของดินสอพองในจังหวัดลพบุรีที่ผ่านการสตุแล้วพบว่า มีธาตุแคลเซียมมากถึงร้อยละ 93.28 และยังมีซิลิกอน, อลูมิเนียม, เหล็ก, แมกนีเซียมและแมงกานีสร้อยละ 3.99, 1.13, 0.85, 0.66 และ 0.10 ตามลำดับ (วัลย์ลีลา, 2553) แคลเซียมที่มีในปริมาณสูงทำให้ดินสอพองมีศักยภาพในการเตรียมเป็นวัตถุดิบในการเตรียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์อย่างแคลเซียม

ออกไซด์ได้ นอกจากนี้ธาตุอื่นในดินสอพองยังช่วยสนับสนุนการเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันอีกด้วย (Ngamcharussrivichai, 2010) ดังนั้นในการศึกษาครั้งนี้เป็นการนำดินสอพองที่พบมากในจังหวัดลพบุรีและมีราคาเพียงกิโลกรัมละ 50 สตางค์ มาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการผลิตไบโอดีเซลโดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อนเปรียบเทียบการให้ความร้อนแบบวิธีธรรมดา

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1. เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมไบโอดีเซลโดยใช้ดินสอพองเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน
2. เพื่อศึกษาผลของระยะเวลาในการเขย่าเมทานอลกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซลที่เตรียมจากการให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดา

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

- 1.3.1 ในกระบวนการผลิตไบโอดีเซลจะใช้ดินสอพองเป็นวัตถุดิบ ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ โดยการเปลี่ยนดินสอพองให้เป็นแคลเซียมออกไซด์
- 1.3.2 ในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันจะใช้เมทานอลกับน้ำมันปาล์มที่ผ่านกระบวนการผลิต
- 1.3.3 ในการศึกษาในกระบวนการผลิตไบโอดีเซลที่มีคุณภาพจะศึกษาเฉพาะอัตราส่วนของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม แหล่งให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟและการให้ความร้อนแบบธรรมดาและระยะเวลาในการเขย่าผสมเมทานอลกับตัวเร่งปฏิกิริยา

บทที่ 2

การทบทวนวรรณกรรม/สารสนเทศ (information) ที่เกี่ยวข้อง

ไบโอดีเซล หมายถึง น้ำมันเชื้อเพลิงที่ได้จากน้ำมันพืช น้ำมันจากสัตว์ หรือน้ำมันที่ใช้ปรุงอาหารแล้ว นำมาแปรรูปด้วยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน (transesterification) ทุเบเคมี เพื่อเปลี่ยนให้มีคุณสมบัติใกล้เคียงกับน้ำมันดีเซล กระบวนการผลิตไบโอดีเซลเกิดจากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของไตรกลีเซอไรด์ที่มีอยู่ในน้ำมันพืชและน้ำมันสัตว์กับแอลกอฮอล์ โดยใช้กรดหรือเบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ภายใต้อุณหภูมิสูง ได้เป็นน้ำมันชนิดใหม่ที่อยู่ในรูปของเอทิลเอสเทอร์หรือเมทิลเอสเทอร์และมีกลีเซอรอลเป็นผลพลอยได้ซึ่งสามารถนำไปใช้ในอุตสาหกรรมยาและเครื่องสำอาง แอลกอฮอล์ที่ใช้นั้น มีการใช้ทั้งเมทานอลและเอทานอล แต่เนื่องจากเมทานอลมีราคาถูกกว่าจึงมีการใช้ในการผลิตไบโอดีเซลมากกว่า (ไบโอดีเซล, 2555ข)

2.1 วัตถุดิบที่ใช้ผลิตไบโอดีเซล

น้ำมันพืชหลักๆ ที่เป็นแหล่งวัตถุดิบสำหรับการผลิตไบโอดีเซลทั่วโลก ใน 10 อันดับแรก ได้แก่ น้ำมันถั่วเหลือง น้ำมันเมล็ดฝ้าย(cottonseed) น้ำมันจากถั่วลิสง น้ำมันเมล็ดดอกทานตะวัน น้ำมันเรพซีด (Rapeseed oil) น้ำมันงา น้ำมันปาล์ม น้ำมันมะพร้าว น้ำมันลินซีด (Linseed oil) และน้ำมันละหุ่ง นอกจากนี้ยังมีการนำไขมันและไขมันจากสัตว์และน้ำมันทอดใช้แล้วมาผลิตเป็นไบโอดีเซลอีกด้วย ในที่นี้จะกล่าวถึงรายละเอียดของน้ำมันปาล์มและน้ำมันทอดใช้แล้ว

2.1.1 น้ำมันปาล์ม

ปาล์มน้ำมัน (*Elaeis guineensis*) มีบทบาทสำคัญมากสำหรับการผลิตไบโอดีเซลในเอเชียใต้ น้ำมันปาล์มสามารถแยกออกเป็น 2 ส่วน คือปาล์มสเตียรีนซึ่งแข็งและปาล์มโอเลอินในส่วนเหลว น้ำมันปาล์มโอเลอินและปาล์มสเตียรีน ได้รับความสนใจในการใช้เป็นวัตถุดิบสำหรับการผลิตไบโอดีเซลเป็นอย่างมาก

จุดเด่นของน้ำมันปาล์ม คือให้ผลผลิตต่อพื้นที่ต่อปีสูงและมีราคาปานกลางในตลาดโลก เมื่อเปรียบเทียบกับน้ำมันพืชสำหรับการบริโภคชนิดอื่นๆ การจะทำให้เชื้อเพลิงไบโอดีเซลสามารถแข่งขันในเชิงเศรษฐศาสตร์กับน้ำมันปิโตรเลียมดีเซลโดยไม่มีมาตรการการสนับสนุนด้านภาษีนั้นค่าใช้จ่ายในการผลิตไบโอดีเซลต้องมีราคาต่ำ ซึ่งจะเกิดขึ้นได้ยากกับน้ำมันพืชรีไฟน์ชนิดอื่นๆ ซึ่งอาจจะต้องใช้ประโยชน์เป็นอาหารเท่านั้น อย่างไรก็ตามปาล์มน้ำมันเป็นพืชที่มีค่าใช้จ่ายในการดูแลสวนต่ำ ดังนั้นการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มจึงสมเหตุสมผลในเชิงเศรษฐศาสตร์แม้ว่ามีปริมาณกรดไขมันอิ่มตัวอยู่มาก ซึ่งทำให้มีจุดอุดตันไส้กรองที่อุณหภูมิต่ำ (cold filter plugging point) ที่มีค่าประมาณ 11°C และมีจุดขุ่น (cloud point) ที่ 13°C ส่งผลให้ไม่สามารถใช้เมทิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มดิบบริสุทธิ์ในฤดูหนาวของประเทศที่มีภูมิอากาศในเขตอบอุ่น (temperate climate) ได้ ยิ่งกว่านั้นปริมาณกรดไขมันอิสระที่มีอยู่มากในสารเข้าทำปฏิกิริยาก่อให้เกิดปัญหาในการผลิตไบโอดีเซลที่ใช้ต่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ดังนั้นจึง

จำเป็นต้องมีขั้นตอนกำจัดกรดไขมันอิสระ (deacidification) หรือการทำ esterification โดยใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาก่อน ในน้ำมันปาล์มดิบนั้นองค์ประกอบจะกรดไขมันจะเป็นสารประกอบไม่อิ่มตัวและสารประกอบไม่อิ่มตัวในสัดส่วนเท่า ๆ กันคือ 50% ส่งผลให้มีค่าไอโอดีนประมาณ 53 และมีเสถียรภาพต่อการเกิดออกซิเดชันสูงเมื่อเทียบกับน้ำมันพืชอื่น ๆ

2.1.2 น้ำมันทอดใช้แล้ว

น้ำมันทอดใช้แล้วหรือน้ำมันหมุนเวียนกลับมาใช้ใหม่ (recycled or waste oil) เป็นวัตถุดิบที่ใช้กันมากสำหรับผลิตไบโอดีเซลในการผลิตขนาดเล็ก เนื่องจากราคาถูกและให้ประโยชน์ในเชิงรักษาสภาพแวดล้อม ซึ่งเป็นการช่วยกำจัดมลภาวะ

โดยปกติน้ำมันใช้แล้วจะประกอบด้วยกรดไขมันอิสระและน้ำในปริมาณที่สูงกว่าน้ำมันพืชใหม่สด นักวิจัยจำนวนหนึ่งใช้แนวคิดการทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันที่ไม่ใช้ด่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอยู่เป็นจำนวนมาก เช่นการใช้เอนไซม์ไลเปส (lipases) ซึ่งมีกัมมันตภาพที่สามารถเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันของไตรกลีเซอไรด์และเอสเทอร์ริฟิเคชันของกรดไขมันอิสระได้พร้อมๆ กัน ในกระบวนการเพียงขั้นตอนเดียวและเอนไซม์ไลเปสหลายชนิดทำงานได้ดีขึ้นเมื่อมีน้ำอยู่ด้วย เนื่องจากการใช้น้ำมันใช้แล้วซึ่งเป็นผลพลอยได้ของอุตสาหกรรมน้ำมันบริโภค ที่หลากหลายสามารถใช้เป็นวัตถุดิบสำหรับการผลิตแอลคิลเอสเทอร์ได้อย่างมีศักยภาพ (ไบโอดีเซล, 2555ง)

2.2 ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชัน

ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชัน ในพืชน้ำมันให้เปลี่ยนเป็นไบโอดีเซลนั้นเกิดจากน้ำมันหรือไขมันทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์จะได้ผลิตภัณฑ์คือเมทิลเอสเทอร์ซึ่งคือไบโอดีเซลและ ไดกลีเซอรอลเป็นผลิตภัณฑ์ร่วมดังสมการ



2.3 ประเภทของตัวเร่งปฏิกิริยา

2.3.1 การใช้กรด เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชัน อาทิเช่น sulfuric, phosphoric, hydrochloric organic, sulfonic acid กระบวนการเกิดปฏิกิริยาช้ากว่าการใช้เบสเป็นตัวเร่ง เหมาะสำหรับกลีเซอไรด์ที่มีปริมาณ free fatty acid สูงและมีน้ำมาก

2.3.2 การใช้เบส เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเช่น sodium hydroxide, potassium hydroxide, carbonates เป็นต้น โดยจะมีการเร่งปฏิกิริยาที่เร็วกว่าการใช้กรดถึง 4000 เท่า จึงมักนิยม

ใช้วิธีการนี้มากในการผลิตไบโอดีเซล โดยเฉพาะอย่างยิ่งการใช้ sodium hydroxide และ potassium hydroxide ซึ่งมีราคาถูกกว่าสารชนิดอื่น ๆ แม้ว่ากระบวนการทรานเอสเทอร์ฟิเคชันโดยมีกรดหรือเบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีระดับการเปลี่ยนไขมันเป็นเมทิลเอสเทอร์ที่สูงในระยะเวลาอันสั้น แต่ก็พบว่ามีข้อเสียหลายประการ เช่น การแยกกลีเซอรอลทำได้ยาก มีการรบกวนของ free fatty acid และน้ำในปฏิกิริยากำจัดกรดหรือเบสที่ปะปนอยู่กับเมทิลเอสเทอร์ที่ได้และจำเป็นต้องทำการบำบัดน้ำเสียในภายหลัง

2.3.3 การใช้เอนไซม์ไลเปสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน สามารถแก้ปัญหาที่เกิดจากการใช้กรดหรือเบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ และสามารถแยกกลีเซอรอลออกมาได้ง่าย และมีการเกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์ แต่ในทางกลับกันค่าใช้จ่ายในการใช้เอนไซม์ไลเปสเร่งปฏิกิริยา มีความสำคัญอย่างมากเมื่อเปรียบเทียบกับการใช้เบสเป็นตัวเร่ง

2.3.4 การใช้ supercritical fluids (สภาพของเหลวเหนือจุดวิกฤต) โดยทำการให้ความร้อนเริ่มต้น 350 องศาเซลเซียส จากนั้นนำไปทำปฏิกิริยากับ supercritical methanol นาน 240 วินาที (ไบโอดีเซล, 2555ค)

2.3.5 การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ มีข้อดีคือ ตัวเร่งปฏิกิริยาไม่ปนเปื้อนลงไปในผลผลิตเอสเทอร์และกลีเซอรอล มีการกักครองที่น้อยลง และมีผลดีกว่าในด้านการรักษาสีแวลลุ่ม แต่ต้องใช้การกวนผสมที่รุนแรงเพื่อให้ไขมันและแอลกอฮอล์ละลายเป็นเนื้อเดียวกัน ความบริสุทธิ์ของเอสเทอร์สูง การจัดการกับกลีเซอรอลง่ายเพียงการระเหยเมทานอลออกโดยไม่ต้องใช้สารเคมี เป็นกลางใสและปราศจากเกลือ (ไบโอดีเซล, 2555ง)

2.4 ปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน

ปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันและการเร่งปฏิกิริยามีอยู่หลายปัจจัย ได้แก่

2.4.1 อัตราส่วนระหว่างเมทานอลต่อไขมัน

แอลกอฮอล์ที่ใช้ในการเร่งปฏิกิริยามีหลายชนิด เช่น เมทานอล เอทานอล โพรพานอล บิวทานอล โดยเมทานอลและเอทานอลถูกนำไปใช้ทั้งในระดับการวิจัย และใช้ในโรงงานอุตสาหกรรม เนื่องจากเมทานอลมีราคาถูก ส่วนเอทานอลได้จากผลิตผลทางการเกษตร ซึ่งสามารถผลิตขึ้นใหม่ได้และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ดังนั้นเอทานอลจึงเป็นตัวเลือกที่ดีสำหรับการนำไปผลิตเป็นเชื้อเพลิง ส่วนบิวทานอลมีข้อดีคือสามารถจะผสมกับไขมันที่เป็นวัตถุดิบได้ดีกว่า นอกจากนี้การใช้แอลกอฮอล์ที่มีโมเลกุลใหญ่จะมีจุดเดือดสูงกว่าการใช้แอลกอฮอล์โมเลกุลเล็ก ทำให้สามารถทำงานได้ที่อุณหภูมิสูง แต่ใช้ความดันปานกลาง ซึ่งบิวทานอลจะให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาสูงที่สุดตามมาด้วย 1-propanol และเอทานอล ตามลำดับ แม้ว่าการเร่งปฏิกิริยาด้วยเมทานอลจะให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาช้าที่สุด แต่มี 2 ปัจจัยที่มีผลต่อการเข้ากันได้ของสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยา คือการเพิ่มความไม่ขี้วและอุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเนื่องจากการเพิ่มของน้ำหนักโมเลกุลของแอลกอฮอล์ในทางทฤษฎีพบว่า

ต้องใช้เมทานอล 3 โมลต่อไตรกลีเซอไรด์ 1 โมล เพื่อให้ได้เมทิลเอสเตอร์ 3 โมลและ กลีเซอรอล 1 โมล หมายถึงต้องใช้อัตราส่วนของ เมทานอลต่อน้ำมันเป็น 3:1 อย่างไรก็ตาม เมื่อใช้น้ำมันบริสุทธิ์โดยใช้ อัตราส่วนของเมทานอลต่อน้ำมันเป็น 6:1 จะทำให้เกิดผลิตภัณฑ์มากที่สุด ถ้ามีปริมาณแอลกอฮอล์เพิ่ม มากขึ้น จะทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้เร็วและสมบูรณ์ขึ้น รวมทั้งเกิดเอสเตอร์เพิ่มมากขึ้น แต่ปฏิกิริยายังเกิดไม่ สมบูรณ์เมื่อใช้อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันสูงกว่าอัตราส่วนของเมทานอลต่อน้ำมันเป็น 6:1 นอกจากนี้ ยังทำให้การแยกชั้นระหว่างชั้นเอสเตอร์และชั้นน้ำมีความลำบาก ใช้เวลานานและเสียค่าใช้จ่ายในการ แยกมากขึ้น สำหรับน้ำมันที่ใช้แล้วพบว่า ต้องใช้อัตราส่วนของเมทานอลต่อน้ำมันเป็น 7:1 จะทำได้เอ สเตอร์มากที่สุด โดยมากกว่าการใช้ น้ำมันบริสุทธิ์ อาจเป็นเพราะน้ำมันที่ใช้แล้วมีความหนืดสูงกว่าทำให้ ต้องใช้ปริมาณเมทานอลมาก เพื่อไปละลายน้ำมันและทำให้เกิดการสัมผัสกันของน้ำมันและเมทานอล ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา นอกจากนี้พบว่าอัตราส่วนของเมทานอลต่อน้ำมันมีผลต่อการอุณหภูมิและเวลาที่ ใช้ แม้ว่า การใช้แอลกอฮอล์ต่างชนิดกัน จะทำให้มีความแตกต่างกันในกลไกการเกิดปฏิกิริยาและปริมาณ เอสเตอร์ที่ได้

2.4.2 อุณหภูมิ

อุณหภูมิเป็นปัจจัยที่สำคัญในการผลิตไบโอดีเซล การใช้อุณหภูมิสูงในการทำ ปฏิกิริยาจะทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาเร็วขึ้น โดยอุณหภูมิสูงจะทำให้การแยกตัวของแต่ละเฟสลดลง ค่าคงที่ของอัตราการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้น และเพิ่มการเข้ากันได้ของสารตั้งต้นและตัวเร่งปฏิกิริยา ทำ ให้เวลาในการทำปฏิกิริยาลดลง แต่การใช้อุณหภูมิสูงให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้ลดลงตามไปด้วย นอกจากนี้การใช้ อุณหภูมิสูงทำให้เกิดสบู่มากขึ้นสำหรับน้ำมันบริสุทธิ์ ส่วนในน้ำมันที่ใช้แล้วการใช้อุณหภูมิสูงจะเพิ่มความ หนืดของ ไบโอดีเซลและมีผลต่อการเกิดสบู่มากขึ้นและทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ลดลง ทำให้การละลายของน้ำมันในเม ทานอลดีขึ้นและเพิ่มพื้นที่การสัมผัสทำให้เกิดไตรกลีเซอไรด์สูงขึ้น ทำให้ปฏิกิริยาเกิดดีและเร็วแต่มีผลใน การเร่งการเกิดสบู่มากขึ้น แสดงว่าอุณหภูมิสูงมีผลในทางลบต่อน้ำมันบริสุทธิ์ แต่มีผลทางบวกต่อน้ำมันที่ใช้ แล้วเพราะทำให้มีความหนืดมากขึ้น อุณหภูมิที่ใช้จะสัมพันธ์กับเวลาที่ใช้ ควรหลีกเลี่ยงการใช้อุณหภูมิที่ มากกว่าจุดเดือดของแอลกอฮอล์เนื่องจากอุณหภูมิสูงจะช่วยเร่งปฏิกิริยาการเกิดสบู่มากขึ้นของกลีเซอไรด์ (Meher et al., 2006)

2.4.3 เวลาในการทำปฏิกิริยา

ระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเกิดอย่างสมบูรณ์มี ความสัมพันธ์กับอุณหภูมิที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา กล่าวคือ ถ้าใช้อุณหภูมิสูง ระยะเวลาที่ใช้จะน้อย แต่ถ้า ใช้อุณหภูมิต่ำ ระยะเวลาที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์จะใช้เวลานานขึ้น ส่วนกลไกการเกิดปฏิกิริยา พบว่า ถ้าใช้เวลา 15 นาทีในการเกิดปฏิกิริยา ปฏิกิริยาจะเกิดเร็วในช่วง 5 นาทีแรกโดยเกิดเป็นเอสเตอร์ ถึง 90% จากนั้นปฏิกิริยาจะเกิดอย่างช้าๆ จนเกิดสมบูรณ์ที่ 15 นาทีและถ้าปล่อยเวลาให้ผ่านไปจนกระทั่ง อยู่ในช่วง 15-30 นาทีพบว่าปริมาณเอสเตอร์ที่ได้ไม่เพิ่มขึ้น แต่จะไปลดผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นเนื่องจากเวลา ที่มากจะทำให้เกิดการไฮโดรลิซิสของเอสเตอร์ ทำให้ปริมาณเอสเตอร์ลดลง มีกรดไขมันเพิ่มและเกิดสบู่มาก ที่สุด เมื่อเวลาผ่านไปจะเริ่มเห็นสบู่มากขึ้น ดังนั้นต้องควบคุมไม่ให้ใช้เวลานานเกินไปเนื่องจากจะไปเร่ง

การเกิดปฏิกิริยาผันกลับทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ลดลงแต่ความเข้มข้นของเมทิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้นเมื่อระยะเวลาเพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มการผสมกันของสารตั้งต้นและการกระจายตัวของเมทานอลในน้ำมัน (Attanatho et al., 2004)

2.4.4 ความเข้มข้นและชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา

ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาถ้าน้อยเกินไปจะไม่เพียงพอต่อการเร่งปฏิกิริยา แต่ถ้ามากเกินไปจะทำให้เกิดผลิตภัณฑ์น้อยลงเนื่องจากเกิดสบู่ขึ้นแทน ทำให้ความหนืดของสารละลายเพิ่มความเข้มข้นของเมทิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา เนื่องจากการถ่ายเทมวลน้อยของอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันในระดับต่ำ แต่ถ้าใช้อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันสูงจะเพิ่มการสัมผัสของเมทานอลกับน้ำมันมากขึ้นจึงทำให้ความเข้มข้นของเมทิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้นด้วย แต่การเพิ่มของเมทานอลที่มากเกินไปจะทำให้เกิดเอสเทอร์เพิ่มและจะไปรบกวนการแยกชั้นระหว่างเมทิลเอสเทอร์กับกลีเซอรินเนื่องจากเมทานอลไปทำให้การละลายของทั้งสองชั้นดีขึ้น นอกจากนี้การเกิดผลิตภัณฑ์ที่ลดลงยังเพิ่มการละลายเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ซึ่งเป็นการลดการแยกชั้นระหว่างเมทิลเอสเทอร์กับกลีเซอริน อัตราการเกิดปฏิกิริยาโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาจะเพิ่มขึ้นเมื่อใช้ปริมาณมากขึ้น แต่การใช้กรดมากเกินไปจะกระตุ้นให้เกิดอีเทอร์จากปฏิกิริยา alcohol degradation มากขึ้น การใช้เบสมากเกินไปจะทำให้ไตรกลีเซอไรด์เปลี่ยนไปเป็นสบู่ ยังมีเบสมากไตรกลีเซอไรด์ยังเปลี่ยนเป็นสบู่มาก ทำให้เปลี่ยนเป็นเอสเทอร์ได้น้อยลง ตัวอย่างเช่น การลดลงของผลิตภัณฑ์เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ จาก 0.5 เป็น 1.5 เนื่องจากการเกิดสบู่ในปฏิกิริยา การเกิดสบู่จะทำให้เมทิลเอสเทอร์ละลายในชั้นกลีเซอรอล ทำให้การแยกชั้นเมทิลเอสเทอร์กับชั้นกลีเซอรอลทำได้ยากขึ้น นอกจากนี้ยังส่งผลถึงการแยกตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีมากเกินไป และการกำจัดสบู่ที่ต้องเสียค่าใช้จ่ายมาก ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยามีผลมากกว่าอุณหภูมิเวลาในการทำปฏิกิริยา และอัตราส่วนของเมทานอลต่อน้ำมันที่ใช้ (Attanatho et al., 2004)

2.4.5 การปั่นกววน

การปั่นกววนมีความสำคัญต่อปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันเนื่องจากการปั่นกววนมีส่วนช่วยในการเริ่มต้นของปฏิกิริยาที่ทำให้น้ำมันกับแอลกอฮอล์ และตัวเร่งปฏิกิริยาเริ่มมีการสัมผัสหรือชนกัน เนื่องจากน้ำมันและแอลกอฮอล์ที่ใช้นั้นไม่สามารถรวมตัวเป็นเนื้อเดียวกันได้ตามธรรมชาติและสารทั้งสองมีความสามารถในการละลายที่แตกต่างกัน ถ้าไม่มีการปั่นกววนปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นเฉพาะบริเวณรอยต่อของชั้นน้ำมันกับแอลกอฮอล์เท่านั้น ดังนั้นการปั่นกววนจะช่วยทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้มากขึ้นและเร็วขึ้น ยิ่งมีการปั่นกววนมาก ปฏิกิริยาจะเกิดมาก แต่ถ้าการปั่นกววนมากกว่าค่าหนึ่งแล้วก็จะไม่ทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้เร็วไปกว่านั้นเนื่องจากค่าๆ นั้นเป็นค่าการสัมผัสของน้ำมันกับแอลกอฮอล์และตัวเร่งปฏิกิริยาที่มากที่สุด (Rashid and Anwar, 2008)

2.5 ข้อกำหนดและมาตรฐานของไบโอดีเซล

ในกระบวนการผลิตไบโอดีเซลจะต้องมีการควบคุมคุณสมบัติต่างๆ ของไบโอดีเซลให้เป็นไปตามข้อกำหนดต่างๆ ที่ตั้งไว้ ซึ่งข้อกำหนดนั้นจะพิจารณาถึงการนำไปใช้งานได้อย่างมีประสิทธิภาพ ไม่ก่อให้เกิดความเสียหายในการใช้งาน มีความปลอดภัย และไม่ก่อให้เกิดผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม ดังนั้นในข้อกำหนดจึงแบ่งวิธีทดสอบออกเป็น 2 ส่วน คือ

1. การตรวจสอบคุณสมบัติทางเคมี และกายภาพ ได้แก่ ความหนาแน่น ความหนืด ค่าจุดวาบไฟ ปริมาณกำมะถัน ปริมาณกากคาร์บอน ปริมาณน้ำ ปริมาณสิ่งปนเปื้อน ค่าความเป็นกรดด่าง
2. การทดสอบในการทำงาน ได้แก่ การหาค่าซีเทนนัมเบอร์ เป็นต้น จำนวนสิ่งปนเปื้อนเป็นค่าที่บอกถึงความสามารถในการจุดระเบิดและการลุกติดไฟได้เร็ว ซึ่งมีผลต่อการสตาร์ทติดของเครื่องยนต์ การเผาไหม้และปริมาณมลพิษในไอเสีย เลขซีเทนสูงจะทำให้เครื่องยนต์ดีดง่าย

วิธีทดสอบส่วนใหญ่ที่ใช้ ได้แก่ American Society for Testing and Material (ASTM) หรือ The European Standard (EN) ซึ่งในวิธีทดสอบจะกำหนดเครื่องมือที่ใช้ ทั้งขนาด รูปร่าง ขั้นตอน การทดสอบอย่างละเอียด วิธีการรายงานผล รวมถึงความแตกต่างระหว่างผลการทดสอบที่ยอมรับได้ เพื่อให้ค่าที่ทดสอบได้มีความละเอียดน่าเชื่อถือ (ไบโอดีเซล-2555ก)

จากปัจจัยที่มีผลต่อปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันไม่ว่าจะเป็นอัตราส่วนของแอลกอฮอล์กับน้ำมัน ชนิดและปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา ระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยา และการปั่นกวน จึงได้มีการศึกษาวิจัยหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมไบโอดีเซล โดยมีงานวิจัยมากมายที่นำวัสดุต่างๆ มาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยามีวิธีพ่นสารสำหรับการเตรียมไบโอดีเซล ไม่ว่าจะเป็นสารประกอบที่เป็นของแข็ง วัสดุเหลือทิ้ง แร่ธาตุและวัสดุจากธรรมชาติ

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

วัสดุจากธรรมชาติพวกหนึ่งที่นิยมมาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยามีวิธีพ่นคือเปลือกไข่ เปลือกหอยและเปลือกปู เนื่องจากมีราคาถูกและมีแคลเซียมเป็นองค์ประกอบ ซึ่งสามารถเปลี่ยนเป็นแคลเซียมออกไซด์ที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ดี โดยได้มีการเตรียมไบโอดีเซลจากเปลือกไข่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันของน้ำมันถั่วเหลืองกับเมทานอล ที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส และ 150 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของน้ำมันถั่วเหลืองและเมทานอล 9:1 และใช้เปลือกไข่ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิตั้งแต่ 200-1000 องศาเซลเซียส ในปริมาณร้อยละ 3 โดยมวล จากผลการทดลองพบว่า อุณหภูมิของเผาเปลือกไข่ที่อุณหภูมิสูงกว่า 700 องศาเซลเซียส จะปรากฏว่ามี CaO เกิดขึ้น แต่อุณหภูมิในการเผาที่ต่ำกว่า 600 องศาเซลเซียส ไม่ปรากฏการเปลี่ยนแปลงของ CaCO₃ เปลี่ยนเป็น CaO ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นต้นไปจะปรากฏอย่างชัดเจนว่า CaCO₃ เปลี่ยนเป็น CaO มากขึ้น ซึ่งวัฏภาค CaO จะเป็นวัฏภาคที่มีผลต่อการเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน โดยจะให้ร้อยละผลผลิตเท่ากับ 95 ปริมาณของเปลือกไข่ที่ผ่านการเผาที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่าร้อยละของตัวเร่งปฏิกิริยาน้อยกว่าร้อยละ 1 พบว่าให้ร้อยละผลผลิตต่ำมาก แต่เมื่อร้อยละของตัวเร่งปฏิกิริยามากกว่าร้อยละ 10

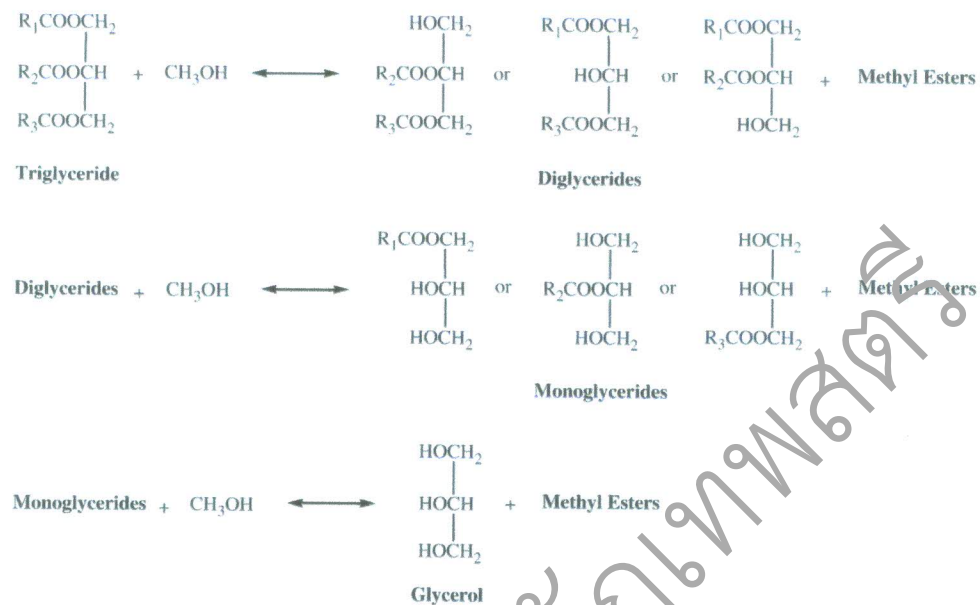
พบว่าทำให้ปฏิกิริยามีความหนืดมากขึ้น ทำให้คนส่วนผสมต่างๆ ได้ยากขึ้น พบว่าร้อยละผลผลิตจะเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น แต่ร้อยละผลผลิตจะไม่เพิ่มขึ้นอีกเมื่อร้อยละของตัวเร่งปฏิกิริยาสูงกว่าร้อยละ 3 นอกจากนี้พบว่าเมื่ออัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลกับน้ำมันเพิ่มขึ้น ร้อยละผลผลิตจะเพิ่มขึ้น ซึ่งภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมไบโอดีเซลจากน้ำมันถั่วเหลืองกับเมทานอลโดยใช้เปลือกไข่ที่ผ่านการเผาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาคืออุณหภูมิที่ใช้เผาเปลือกไข่ที่ 1000 องศาเซลเซียส ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลกับน้ำมันถั่วเหลือง 9:1 จะให้ร้อยละผลผลิตเท่ากับ 95 และจากการศึกษาการนำกลับมาใช้ใหม่ของตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่าสามารถนำกลับมาใช้ใหม่โดยที่ความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาไม่ลดลงนั้นสามารถใช้ได้ 13 ครั้ง จากผลของการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กเรย์ดิฟเฟรลชัน พบว่าจะเกิดวัฏภาค $\text{Ca}(\text{OH})_2$ เมื่อตัวเร่งถูกใช้ซ้ำมากกว่า 17 ครั้ง อาจเกิดขึ้นเนื่องมาจาก CaO ทำปฏิกิริยากับน้ำที่มีอยู่ในระบบ ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยามีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาลดลง แต่ตัวเร่งสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้อีกเมื่อทำการเผา (Wei et al., 2009) เช่นเดียวกับ Khemthong, et al., (2012) ได้ใช้เปลือกไข่ที่ผ่านการเผาที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันปาล์มโอสีนกับเมทานอล ภาวะที่เหมาะสมคือทำปฏิกิริยาภายใต้สภาวะไมโครเวฟที่ 4 นาที 900 วัตต์ ใช้อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลกับน้ำมันที่ 18:1 และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 15 โดยได้ผลผลิตร้อยละ 96.7 ในขณะที่ Cho และ Seo (2010) ได้มีการเปรียบเทียบเปลือกไข่นอกกับเปลือกไข่ไก่ โดยนำเปลือกไข่นอกและเปลือกไข่ไก่มาเผาที่ 800 องศาเซลเซียส พบว่าแคลเซียมคาร์บอเนตเปลี่ยนเป็นแคลเซียมออกไซด์ นำมาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันปาล์มและเมทานอล โดยทำปฏิกิริยาในออคเวฟ (autocave) โดยสภาวะที่เหมาะสมของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลกับน้ำมัน 12:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้โดยนี้เท่ากับน้ำหนักของน้ำมันเท่ากับ 2:0.03 ทำปฏิกิริยาที่ 65 องศาเซลเซียส พบว่าได้ร้อยละของการเปลี่ยนแปลงเท่ากับ 98 และพบว่าไข่นอกมีความว่องไวในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยามากกว่าไข่ไก่ เนื่องจากมีจำนวน strong basic site มากกว่า

นอกจากเปลือกไข่แล้วได้มีการนำเปลือกกุ้งมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ ในการเตรียมไบโอดีเซล โดยนำเปลือกกุ้งมาให้ความร้อนที่ 300-500 องศาเซลเซียส เพื่อให้เกิดการเปลี่ยนเป็น CaO บางส่วน เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วใส่ KF ลงไปในปริมาณร้อยละ 12, 25 และ 35 โดยน้ำหนักเมื่อเทียบกับน้ำหนักของเปลือกกุ้งที่ผ่านการให้ความร้อน แล้วนำไปเผาที่ 200-500 องศาเซลเซียส อีก 2 ชั่วโมง โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีลักษณะเป็นโพรงร่างตาข่าย ความว่องไวในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน เกิดจาก active site ที่เกิดจากการที่เปลือกกุ้งถูกเปลี่ยนเป็น CaO บางส่วนทำปฏิกิริยากับ KF พบว่าสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมไบโอดีเซล คือการเผาเปลือกกุ้ง ที่ 450 องศาเซลเซียส โดยใส่ KF ไปร้อยละ 25 โดยน้ำหนัก แล้วทำการกระตุ้นโดยการเผาที่ 250 องศาเซลเซียส แล้วนำมาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเตรียมไบโอดีเซลที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส ใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 2.5 อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลกับน้ำมันเรพซิด 9:1 เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่ามีร้อยละของการเปลี่ยนแปลง (%conversion) 89.1 หลังจากการนำตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาใช้ใหม่อีก 10

การเตรียมไบโอดีเซล โดยใช้ไขมันถั่วเหลืองทำปฏิกิริยากับเมทานอล โดยใช้เปลือกหอย (oyster shell) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยการเผาเปลือกหอยที่อุณหภูมิ 100, 500, 700, 800, 900 และ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง สภาวะที่เหมาะสมคือการทำที่ 700 องศาเซลเซียส จะเกิดการเปลี่ยนแปลงของ CaCO_3 เป็น CaO ในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน ใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 2.5 โดยมวล อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 65 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ได้ ไบโอดีเซลที่มีความบริสุทธิ์สูงมากกว่าร้อยละ 70 เปลือกหอย *Meretrix meretrix* ได้นำมา เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวีริฟิกันในการเตรียมไบโอดีเซล โดยนำมาเผาที่ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3.5 ชั่วโมง โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 3 กรัมในเมทานอล 25 มิลลิลิตรต่อน้ำมัน 100 มิลลิลิตรที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ได้ร้อยละผลผลิต 89 (Nair et al., 2012)

เศษของปะการังซึ่งมีแคลเซียมคาร์บอเนตเป็นองค์ประกอบหลัก ได้นำมาเตรียมไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์ม น้ำมันถั่วเหลือง น้ำมันรำข้าวและน้ำมันไข่แล้วกับเมทานอล โดยใช้เศษปะการังที่ผ่านการเผาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวีริฟิกัน พบว่าร้อยละผลผลิตเมทิลเอสเทอร์มีค่า 98 เมื่อทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมัน 15:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเท่ากับร้อยละ 100 โดยน้ำหนักเมื่อเทียบกับน้ำหนักของน้ำมัน โดยเศษปะการังจะถูกเผาที่ 700 องศาเซลเซียส โดยเศษปะการังจะเปลี่ยนจาก CaCO_3 เป็น CaO ในช่วงอุณหภูมิ 600-740 องศาเซลเซียส เศษปะการังที่เผาแล้วมีรูพรุนมาก จึงทำให้เศษปะการังที่ผ่านการเผาที่ 700 องศาเซลเซียส มีประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวีริฟิกัน เนื่องจากพื้นที่ผิวที่เพิ่มขึ้นทำให้มี catalytic site เพิ่มขึ้น เมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้แล้ว กลับมาใช้ใหม่ โดยการล้างด้วยอะซิโตนและทำให้แห้งที่ 110 องศาเซลเซียส แล้วนำไปเผาใหม่ที่ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง สามารถนำกลับมาใช้ได้ 5 ครั้ง โดยที่ร้อยละผลผลิตของเมทิลเอสเทอร์ยังคงมากกว่า 94 และไม่สามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเมื่อใช้ไปมากกว่า 10 ครั้ง (Roschat et al., 2012) ได้มีการศึกษาถึงแหล่งที่มาของแคลเซียมจากธรรมชาติ เพื่อนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในการเตรียมน้ำมัน ไบโอดีเซล ด้วยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน ซึ่งได้แก่ หินปูน (limestone) แร่แคลไซต์ (calcite) กระดองปลาหมึก (cuttlebone) หินโดโลไมท์ (dolomite) ไฮดรอกซิอะปาไทต์ และโดแคลเซียมฟอสเฟต โดยทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน ที่ 60 องศาเซลเซียส 1 บรรยากาศ จากผลการวิจัยพบว่าหินโดโลไมท์ซึ่งมีองค์ประกอบหลักเป็น CaCO_3 และ MgCO_3 มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยามากที่สุด โดยนำตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างๆ มาทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน พบว่าสภาวะที่เหมาะสมคือใช้ปริมาณตัวเร่งที่ผ่านการเผาที่ 800 องศาเซลเซียส ร้อยละ 6 โดยมวลเมื่อเทียบกับปริมาณน้ำมันปาล์ม และใช้อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลกับน้ำมัน 30:1 ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่าได้ร้อยละผลผลิตเมทิลเอสเทอร์เท่ากับ 98 พบว่าความว่องไวในการเร่งปฏิกิริยาของ CaO เกิดขึ้นเนื่องจากเติมไปด้วย Ca บน MgO

พบว่า CaO เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันปาล์ม การเผา CaCO_3 ที่อุณหภูมิสูงจะทำให้เกิดเป็น CaO ขึ้น ซึ่งจากงานวิจัยนี้แร่แคลไซต์ กระดองปลาหมึก และหินโดโลไมท์ จะเกิดการเปลี่ยนแปลงจาก CaCO_3 เป็น CaO ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และพบว่าคาร์มี Ca และ Mg ช่วยทำให้หินโดโลไมท์เปลี่ยน CaCO_3 กับ CaO ได้มากขึ้น นอกจากนี้ยังมี วัฏภาค Ca(OH)_2 ในกระดองปลาหมึกกับแร่แคลไซต์ อาจเกิดขึ้นเนื่องจาก CaO ทำปฏิกิริยากับความชื้น ในบรรยากาศ ซึ่งมีผลทำให้ประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันลดลง แต่ไม่ปรากฏ วัฏภาคของ Ca(OH)_2 ในหินโดโลไมท์ อาจเนื่องจากโครงสร้างผลึกและธาตุที่เป็นองค์ประกอบของหินโดโลไมท์ จากการวิเคราะห์ผลด้วย XRD พบว่าการเผาหินโดโลไมท์ที่อุณหภูมิ 600-700 องศาเซลเซียส เพียงพอต่อการเปลี่ยน MgCO_3 เป็น MgO แต่ไม่เพียงพอสำหรับการเปลี่ยน CaCO_3 เป็น CaO ซึ่งต้องเผาที่อุณหภูมิตั้งแต่ 800 องศาเซลเซียส ขึ้นไปจึงจะเปลี่ยน CaCO_3 เป็น CaO ได้ โดย CaO มีความเป็นเบสที่แรงกว่า MgO นอกจากนี้ CaO ยังเป็นตัวหลักในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน ถ้า MgO ถูกเปลี่ยนเป็นรูปที่มีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นจะมีผลทำให้ประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยา จากการใช้หินโดโลไมท์เผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าไม่มีสบูเกิดขึ้น เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมัน จาก 15 เป็น 30 พบว่าเมทิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้นจากร้อยละ 66.5 เป็น 98.6 แต่เมื่อเพิ่มอัตราส่วนมากขึ้นจาก 90-70 พบว่าปริมาณเมทิลเอสเทอร์ลดลงเนื่องจากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน เป็นปฏิกิริยาผันกลับได้ อาจเกิดการทำปฏิกิริยาระหว่างกลีเซอรอลกับเมทิลเอสเทอร์ย้อนกลับมาได้อีกหนึ่งของไตรกลีเซอไรด์ขึ้น เช่นพวกมอนอกลิเซอไรด์ (monodglycerides) และไดกลีเซอไรด์ (diglycerides) มีผลทำให้ร้อยละผลผลิตของเมทิลเอสเทอร์ลดลง ดังแผนภาพ 1 โดยทั่วไปเมื่อใช้ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละผลผลิตของเมทิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้นเนื่องจากการเพิ่มขึ้นของจำนวน active basic site โดยเมื่อเปรียบเทียบกับผลการศึกษาคายใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาประเภท solid base catalyst หลายชนิด ในปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันถั่วเหลือง พบว่าความว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยาสัมพันธ์กับจำนวน basic sites มากกว่าความแรงของเบส ดังนั้นเมื่อเพิ่มปริมาณหินโดโลไมท์ที่ผ่านการเผาสูงกว่าร้อยละ 6 โดยมวล พบว่าปริมาณของเมทิลเอสเทอร์ไม่เพิ่มขึ้นอีก หินโดโลไมท์ที่ผ่านการเผาที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สามารถนำกลับมาใช้ได้ 7 ครั้งแต่ยังคงมีปริมาณเมทิลเอสเทอร์มากกว่าร้อยละ 90 (Ngamcharussrivichai, 2010)



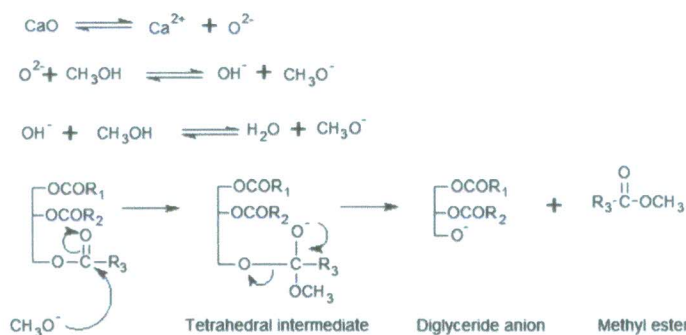
ภาพที่ 2.1 แสดงปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันโดยไตรกลีเซอไรด์ถูกเปลี่ยนเป็นเมทิลเอสเทอร์ ไคลิเซอไรด์ มอนอกลีเซอไรด์และกลีเซอรอลตามลำดับ (Ngamcharussrivichai, 2010)

นอกจากวัสดุจากธรรมชาติแล้ว สารประกอบอนินทรีย์ยังได้ถูกนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ โดยได้ใช้ออกไซด์ของแคลเซียมกับซิลิเกต เพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเตรียมไบโอดีเซลจากน้ำมันถั่วเหลืองกับเมทานอล ที่อุณหภูมิ 64.7 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าสารผสมระหว่างออกไซด์ของแคลเซียมกับซิลิเกต มีความว่องไวในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีสำหรับการเตรียมไบโอดีเซล มีความเป็น Lewis acid มากกว่าซิลิกาบริสุทธิ์ หลังจากทำการเผาซ้ำแล้วนำกลับมาใช้ใหม่ได้ 8 ครั้ง การจากตรงจลพบว่าการก่อสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมนี้จะมีลักษณะเป็น lamellar porous ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมนี้มีข้อดีกว่าการใช้โซเดียมเมทอกไซด์และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เพราะไม่ต้องใช้น้ำเสียในปริมาณมากเพื่อทำให้เป็นกลาง (Hsin et al., 2010) และยังได้ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเนื้อผสมโดยใช้ CaMgO และ CaZnO เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันของน้ำมันสุ่มุดำ (*Jatropha curcas*) กับเมทานอล ตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง CaMgO และ CaZnO เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมของสารละลายโลหะไนเตรตที่ละลายในเกลือคาร์บอนเนตที่ pH 8-9 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยา CaMgO และ CaZnO มีความว่องไวสูงเหมือนกับ CaO และง่ายต่อการแยกออกจากไบโอดีเซล CaMgO จะมีความว่องไวมากกว่า CaZnO ในการใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ในปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันกับเมทานอลที่อุณหภูมิ 338 K โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลกับน้ำมันเป็น 15:1 เป็นเวลา 6 ชั่วโมง พบว่าได้ไบโอดีเซลมากกว่าร้อยละ 80 (Taufiq-Yap et al., 2011) วัสดุเหลือใช้จากคอนกรีตก็ได้ถูกนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์สำหรับน้ำมันถั่วเหลืองกับเมทานอล โดยนำคอนกรีตที่ใช้แล้วมาเผาที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส

ถึง 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากผลการวิเคราะห์พบว่าคอนกรีตมีธาตุที่เป็นองค์ประกอบหลักคือ O, Ca, Si, Mg, Fe และ Al โดยอยู่ในรูปสารประกอบ CaCO_3 , SiO_2 , Fe_2O_3 และดินซึ่งมีองค์ประกอบเป็นอะลูมิเนียมซิลิเกตและแมกนีเซียมซิลิเกต พบว่าการเผาคอนกรีตที่ 450-650 องศาเซลเซียส จะปรากฏว่ามี CaO เกิดขึ้น โดยสภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา คือ การเผาคอนกรีตที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง นำมาทำปฏิกิริยาการเตรียมไบโอดีเซลที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน 3 ชั่วโมง ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 32.8 โดยน้ำหนัก อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลกับน้ำมันเป็น 24:1 จะได้เมทิลเอสเทอร์ร้อยละ 97.6 (Wang et al., 2012)

ได้มีการใช้ CaO กับ mesoporous silica เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันถั่วเหลือง พบว่าสภาวะที่เหมาะสมคือใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มี Ca ร้อยละ 15 โดยน้ำหนักใน mesoporous silica โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา CaO กับ mesoporous silica ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ได้ร้อยละผลิตภัณฑ์ 95.2 (Samart et al., 2010) และในการศึกษาที่ใช้ CaO-MgO และ CaO-MgO ที่มี KF อยู่ด้วย เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเตรียมไบโอดีเซลจากน้ำมันถั่วเหลืองกับเมทานอล จากการศึกษาพบว่า MgO/CaO มีความเป็นเบสมากกว่า MgO ดังนั้น พบว่าสภาวะที่เหมาะสมคือตัวเร่งปฏิกิริยา CaO-MgO ในอัตราส่วน CaO:MgO เท่ากับ 8:2 จะให้ร้อยละเมทิลเอสเทอร์เท่ากับ 63.6 และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มี KF ได้ร้อยละผลผลิตเท่ากับ 97.9 เมื่อใช้ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก เมื่อเทียบกับน้ำหนักของเมทานอลกับน้ำมันพืช โดยทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส ในอัตราส่วนของเมทานอลกับน้ำมันในอัตราส่วน 9:1 เป็นเวลา 2.5 ชั่วโมง พบว่า KF/CaO-MgO สามารถนำซ้ำได้ 4 ครั้งยังคงให้ร้อยละผลผลิต 86.7 (Fan et al., 2012)

สมบัติของ basis sites บนพื้นผิวของ CaO จากการรายงานผลการวิจัยของ Lizuka et al. (1971) ตัวเร่งปฏิกิริยา CaO ที่เป็นของแข็งมีสภาพความเป็นเบส จะเกิดขึ้นบนพื้นผิวของออกซิเจนไอออน CaO เป็นออกไซด์ของโลหะในหมู่ที่ 2 ซึ่งรวมตัวอยู่ในรูปของผลึกไอออนิก และมีความเป็นกรดที่อ่อนตามทฤษฎีของลิวอิสเนื่องจากมีค่าอิเล็กโตรเนกาวิตีต่ำ ดังนั้นการรวมเป็นกับออกซิเจนที่ป็นประจุลบ จึงแสดงว่าเป็นเบสแก่ จากการรายงานวิจัยของ Lizuka จากผลการทดลองอินฟราเรดสเปกตรัมแสดงให้เห็นถึง basic sites เกิดขึ้นบนพื้นผิวของ CaO โดยการตรวจสอบโมเลกุลของกรด จึงแสดงให้เห็นว่าเกิดแถบของหมู่ไฮดรอกไซด์ใหม่ที่ 3650 cm^{-1} และเมื่อโมเลกุลของกรดหายไป จะปรากฏแถบที่ 3750 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงหมู่ไฮดรอกไซด์อิสระ ดังนั้นแถบของหมู่ไฮดรอกไซด์ใหม่ที่เกิดขึ้นอาจเนื่องมาจากโปรตอนในโมเลกุลของกรดบนพื้นผิวของออกซิเจนไอออน ดังนั้นหมู่ไฮดรอกไซด์อิสระจึงเป็นตำแหน่งของเบส จากผลการทดลองพบว่าหมู่ไฮดรอกไซด์อิสระจะเกิดบนพื้นผิวของ CaO ที่ผ่านการเผา (Kouzu and Hidaka, 2012) ในขณะที่ Boey et al. (2009) ได้เสนอกลไกในการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันโดยใช้แคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ดังนี้



ภาพที่ 2.2 แสดงกลไกการเกิดปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันโดยใช้แคลเซียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Boey et al., 2009)

สมบัติความเป็นเบสของพื้นผิว สามารถหาได้จากการวัด การดูดซับและไม่ดูดซับของ CO_2 ที่เกิดขึ้นใน *in vacuo* โดยเริ่มจากการเผา CaO ที่อุณหภูมิที่กำหนดไว้ เพื่อให้เกิดเป็น คาร์บอนไดออกไซด์และน้ำโดยสมบูรณ์ โดยทั่วไปเป็นที่ทราบกันดีกว่าที่ 1000K การเผาแคลเซียมออกไซด์ในอากาศที่ความดันบรรยากาศปกติจะทำให้คาร์บอนไดออกไซด์กับน้ำเป็นผลิตภัณฑ์ การให้ความร้อนบางส่วนก่อนจะทำให้คาร์บอนไดออกไซด์ดูดซับบนพื้นผิวของ CaO และการดูดซับของ คาร์บอนไดออกไซด์จะค่อยๆ มากขึ้น เมื่อให้ความร้อนต่อไปอีก ดังนั้นคาร์บอนไดออกไซด์ที่ดูดซับไว้ที่ อุณหภูมิที่ต่ำกว่าการดูดซับของคาร์บอนไดออกไซด์สูงสุด จะสอดคล้องกับจำนวนของ basic sites และบ่ง บอถึงความแรงของ basic sites ดัง Zhang et al. (1988) ได้รายงานสมบัติความเป็นเบสของ ออกไซด์ของโลหะในหมู่ที่ 2 โดยความแรงของ basic sites เรียงตามลำดับดังนี้ $\text{MgO} > \text{CaO} > \text{SrO} > \text{BaO}$ ซึ่งเป็นไปตามความต่างของความเป็นกรดลิวอิสของโลหะในหมู่ที่ 2

นอกจากนี้หมู่ basic site ต่อน้ำหนักจะสอดคล้องตามพื้นที่ผิวดังนี้ $\text{CaO} > \text{MgO} > \text{SrO} > \text{BaO}$ บทบาทของการเร่งปฏิกิริยาของ basic sites ที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวของแคลเซียมออกไซด์ เกิด จากโปรตอนในสารอินทรีย์ซึ่งเป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่เป็นมีสภาพเป็นเบส ปฏิกิริยาหนึ่งของตัวริเริ่ม ประเภทนี้ได้แก่ aldol addition โดย basic site จะจับกับโปรตอนในตำแหน่งแอลฟาของหมู่คาร์บอนิลใน สารตั้งต้นและนิวคลีโอไฟล์ (nucleophile) จะเข้าที่ตำแหน่งคาร์บอนิลคาร์บอนของสารตั้งต้น หลังจากนั้นจะสร้างพันธะระหว่าง C-C ใหม่ ระหว่างสารประกอบคาร์บอนิลที่เป็นสารตั้งต้นด้วยกัน (Kouzu and Hidaka, 2012)

โดยในการศึกษาของ Rangga et al. (2014) ได้ทำการศึกษาการเตรียมไบโอดีเซลจากน้ำมัน ปาล์มโดยใช้ CaO เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ พบว่าสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการ เตรียมไบโอดีเซลคือการใช้ความร้อน 400 วัตต์ อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืช $18:1$ เป็นเวลา 20 นาที โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 5% และในการศึกษาของรัชดาและศิริพร (2551) ได้ทำการศึกษาการเตรียม

โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 5% และในการศึกษาของรัชดาและศิริพร (2551) ได้ทำการศึกษาการเตรียมไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มโดยใช้ CaO เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ พบว่าสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมไบโอดีเซลคือการใช้ความร้อน 800 วัตต์ อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืช 6:1 เป็นเวลา 12 นาที โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 9% ซึ่งจากการทดลองของทั้งสองงานวิจัยแสดงให้เห็นว่าเมื่อใช้ความร้อนน้อยต้องเพิ่มเวลาในการเกิดปฏิกิริยาและปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นของแข็งที่เหมาะสมจะไม่เกินร้อยละ 10 โดยมวลของน้ำมันพืช

มหาวิทยาลัยราชภัฏเทพสตรี

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมี

สารเคมีที่ใช้ได้แก่ ดินสอพองในแหล่งจังหวัดลพบุรี แอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, 98%, Ajax Finechem) สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH , 30%, Carlo Erba) กรดไนตริก (HNO_3 , 69.5%, Carlo Erba) เมทานอล (CH_3OH , 95%) เอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, 99.8%, องค์การสุรา กรมสรรพสามิต) Silica gel 60 fluorescent indicator UV254, ปีโตรเลียมอีเทอร์ (60-80°C, for analysis), กรดอะซิติก (99.8%, Carlo Erba), ไดเอทิลอีเทอร์ (99.5%)

3.2 วิธีดำเนินการวิจัย

3.2.1 การวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบในดินสอพอง

นำดินสอพองที่อบที่ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมงแล้วมาวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบโดยเครื่องเอ็กเรย์ฟลูออเรสเซนซ์

3.2.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาวิธีพันธจากดินสอพอง

นำดินสอพองที่เผาแล้วที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 6 ชั่วโมงนำดินสอพองไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเอ็กเรย์ดิฟเฟรคชัน

3.2.3 การวิเคราะห์ค่าของกรดในน้ำมันพืชโดยการไทเทรต

ชั่งน้ำมันพืชที่เตรียมได้ชั่งน้ำหนักแน่นอน 1-10 กรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร โดยผสมเอทานอล 50 มิลลิลิตรที่ทำให้เป็นกลางด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.1 นอร์มัล โดยใช้ฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์แล้วเขย่าให้น้ำมันไบโอดีเซลละลาย (อาจใช้ความร้อนในกรณีที่น้ำมันไม่ละลายในสารละลาย) เติมสารละลายฟีนอล์ฟทาลีน ปริมาณ 3-4 หยด นำไปไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 นอร์มัลแล้วนำไปคำนวณปริมาณกรดไขมันอิสระจากสูตร

$$\% \text{FFA} = \frac{\text{ปริมาณสารละลายเบสที่ใช้ (มิลลิลิตร)} \times \text{ความเข้มข้นของสารละลายเบส (นอร์มัล)} \times 25.6}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)}}$$

น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)

3.2.4 การเตรียมน้ำมันไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มผ่านกระบวนการผลิต

3.2.4.1. ศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันที่มีต่อคุณภาพของน้ำมันไบโอดีเซลโดยให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ

ใส่ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ ในปริมาณร้อยละ 8 โดยมวล เมื่อเทียบกับน้ำหนักน้ำมันปาล์มเติมเมทานอลลงไป ในปริมาณที่คิดเป็นอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันเป็น 5:1, 10:1 15:1 และ 20:1 ลงในชุดอุปกรณ์สำหรับเครื่องไมโครเวฟ (Anton Paar® GmbH) เวลา 15 นาทีที่ 800 วัตต์แล้วนำมาแยกออกโดยชั้นบนจะเป็นน้ำมันไบโอดีเซล ส่วนชั้นล่างจะเป็นกลีเซอรอลและเมทานอล ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยามีวิธีพันธะจะตกตะกอนอยู่ด้านล่าง นำส่วนต่างๆ มาแยกออกจากกัน และนำส่วนกลีเซอรอลและเมทานอลเข้าเครื่อง rotary evaporator เพื่อเอาเมทานอลส่วนเกินออก แล้วนำส่วนของไบโอดีเซลมาล้างจนเป็นกลางและนำไปให้ความร้อนทำให้ปราศจากน้ำแล้วนำไปโอดีเซลไปตรวจสอบคุณภาพต่อไป

3.2.4.2 ศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันที่มีต่อคุณภาพของน้ำมันไบโอดีเซลโดยให้ความร้อนด้วยเตาไฟฟ้า

ใส่ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ ในปริมาณร้อยละ 8 โดยมวล เมื่อเทียบกับน้ำหนักน้ำมันปาล์มเติมเมทานอลลงไป ในปริมาณที่คิดเป็นอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันเป็น 5:1 10:1 15:1 และ 20:1 ในขวดกั้นกลมต่อกับชุดคอนเดนเซอร์เพื่อป้องกันการระเหยของเมทานอลที่ อุณหภูมิ 65°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วนำมาแยกออกโดยชั้นบนจะเป็นน้ำมันไบโอดีเซล ส่วนชั้นล่างจะเป็นกลีเซอรอลและเมทานอล ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยามีวิธีพันธะจะตกตะกอนอยู่ด้านล่าง นำส่วนต่างๆ มาแยกออกจากกัน และนำส่วนกลีเซอรอลและเมทานอลเข้าเครื่อง rotary evaporator เพื่อเอาเมทานอลส่วนเกินออก แล้วนำส่วนของไบโอดีเซลมาล้างจนเป็นกลางและนำไปให้ความร้อนทำให้ปราศจากน้ำแล้วนำไปโอดีเซลไปตรวจสอบคุณภาพต่อไป

3.2.4.3. ศึกษาผลของเวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลที่มีต่อคุณภาพของน้ำมันไบโอดีเซล

ใส่ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ ในปริมาณร้อยละ 8 โดยมวล เมื่อเทียบกับน้ำหนักน้ำมันปาล์มเติมเมทานอลลงไป นำไปเขย่าเป็นเวลา 15 30 45 และ 60 นาที โดยปริมาณเมทานอลคิดเป็นอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันเป็น 10:1 ในขวดกั้นกลมต่อกับชุดคอนเดนเซอร์เพื่อป้องกันการระเหยของเมทานอลที่ อุณหภูมิ 65°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วนำมาแยกออกโดยชั้นบนจะเป็นไบโอดีเซล ส่วนชั้นล่างจะเป็นกลีเซอรอลและเมทานอล ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยามีวิธีพันธะจะตกตะกอนอยู่ด้านล่าง นำส่วนต่างๆ มาแยกออกจากกัน และนำส่วนกลีเซอรอลและเมทานอลเข้าเครื่อง rotary evaporator เพื่อเอาเมทานอลส่วนเกินออก แล้วนำส่วนของไบโอดีเซลมาล้างจนเป็นกลางและนำไปให้ความร้อนทำให้ปราศจากน้ำแล้วนำน้ำมันไบโอดีเซลไปตรวจสอบคุณภาพต่อไป

3.2.5 การวิเคราะห์คุณภาพเบื้องต้นของน้ำมันไบโอดีเซลที่เตรียมได้

3.2.5.1 ความหนาแน่นของน้ำมันไบโอดีเซล

ทดสอบตามวิธี ASTM D1298 ซึ่งผลที่ได้จะได้ค่าไม่ต่ำกว่า 860 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตรและไม่สูงกว่า 900 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร ที่ 15°C การวัดค่าความหนาแน่นหรือค่าความถ่วงจำเพาะนี้ ทำการวัดค่าโดยใช้อุปกรณ์วัดความถ่วงจำเพาะโดยเทน้ำมันที่ต้องการทดสอบลงในกระบอกตวงประมาณ 3 ใน 4 ของกระบอกตวง โดยเอียงกระบอกตวง ตวงให้น้ำมันไหลลงโดยความผั่งของกระบอกตวงเพื่อป้องกันการเกิดฟองอากาศ รอให้ฟองอากาศที่เกิดขึ้นลอยขึ้นมาที่ผิวหน้าของน้ำมันแล้วทำการกำจัดออก วางกระบอกตวงให้อยู่ในแนวตั้งรักษาอุณหภูมิของน้ำมันให้คงที่ที่ 15°C ในแนวเครื่องควบคุมอุณหภูมิจากนั้นจึงค่อยๆ หย่อนอุปกรณ์วัดความถ่วงจำเพาะลงไป แล้วปล่อยให้ลอยอยู่อย่างอิสระ ไม่เกาะติดกับกระบอกตวง จากนั้นทำการอ่านค่าความถ่วงจำเพาะที่ขีดระดับอุปกรณ์วัดความถ่วงจำเพาะ (ศูนย์บริการวิชาการที่ 3 จังหวัดมหาสารคาม, 2555)

3.2.5.2 ปริมาณกรดไขมันอิสระและค่าความเป็นกรดของน้ำมันไบโอดีเซล

นำน้ำมันไบโอดีเซลที่เตรียมได้ชั่งน้ำหนักแน่นอน 1-10 กรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่ ปริมาณ 250 มิลลิลิตรโดยผสมเอทานอล 50 มิลลิลิตรที่ทำให้เป็นกลางด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.1 นอร์มัล โดยใช้ฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์แล้วเขย่าให้น้ำมันไบโอดีเซลละลาย (อาจใช้ความร้อนในกรณีที่น้ำมันไม่ละลายในสารละลาย) เติมสารละลายฟีนอล์ฟทาลีน ปริมาณ 3-4 หยด นำไปไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 นอร์มัลแล้วนำไปคำนวณปริมาณกรดไขมันอิสระจากสูตร (เจษฎา สุขสัมพันธ์ และคณะ 2558)

$$\%FFA = \frac{\text{ปริมาณสารละลายเบสที่ใช้ (มิลลิลิตร)} \times \text{ความเข้มข้นของสารละลายเบส (นอร์มัล)} \times 25.6}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)}}$$

$$FFA = \frac{\text{ค่ากรดไขมัน}}{2.91}$$

3.2.5.3 การตรวจสอบน้ำมันปาล์มที่เหลือจากการเกิดปฏิกิริยาของน้ำมันไบโอดีเซล

นำน้ำมันไบโอดีเซลที่เตรียมได้ 20 กรัม มาเติมสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในเมทานอล 3 % w/w นำไปเข้าในไมโครเวฟเป็นเวลา 30 วินาทีที่กำลัง 90 วัตต์แล้ววัดปริมาณกลีเซอรีนที่เกิดขึ้น (คุณภาพไบโอดีเซล, 2555)

3.2.5.4 ความหนืดของน้ำมันไบโอดีเซล

นำน้ำมันไบโอดีเซลที่เตรียมได้ มาวัดความหนืดด้วยเครื่องวัดความหนืด (ยี่ห้อ Thermo Hacke) ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส

3.2.5.5 จุดวาบไฟของน้ำมันไบโอดีเซลด้วยวิธี ASTM D95

ชั่งน้ำมันตัวอย่าง 0.9 กรัม ใส่บีกเกอร์นำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100, 110, 120, 130, 140, 150, 160 และ 170 องศาเซลเซียส โดยผ่านเปลวไฟให้ผ่านข้ามจุดศูนย์กลางของถ้วยทดสอบ และให้ก้านของที่จุดเปลวไฟอยู่ในแนวราบเสมอ การเคลื่อนที่ของเปลวไฟผ่านถ้วยทดสอบจะต้องมีความเร็วสม่ำเสมอเป็นแนวเส้นตรง จุดศูนย์กลางของเปลวไฟที่เคลื่อนผ่านถ้วยทดสอบจะต้องอยู่ในระดับที่สูงกว่าขอบของถ้วยไม่เกิน 2 มม. และให้ผ่านไปทางหนึ่งก่อนแล้วผ่านกลับมา ระยะเวลาที่เปลวไฟผ่านถ้วยทดสอบประมาณ 1 วินาที. เมื่อเกิดไฟวาบขึ้นที่จุดหนึ่งจุดใดบนผิวหน้าของตัวอย่าง อ่านอุณหภูมิจากเทอร์โมมิเตอร์บันทึกผลตามอุณหภูมิที่ติดไฟ (กรมทางหลวง, 2555)

3.2.5.6 การทดสอบจุดไหลเท

น้ำมันตัวอย่างมา 10 มิลลิลิตร ใส่ลงในหลอดทดลองพร้อมหย่อนเทอร์โมมิเตอร์ลงไปเพื่ออ่านค่านำไปแช่น้ำแข็ง แล้วจับออกมาดูทุกๆ 5 นาที จนเห็นว่าของเหลวเริ่มแข็งตัวอ่านค่าที่ของเหลวเริ่มจะไม่ไหล (สุภาชิต, 2553)

3.2.5.7 การวิเคราะห์ไบโอดีเซลด้วยวิธี Thin Layer Chromatography (TLC)

ขีดเส้นเป็นฐานในการจุดสารและจุดสิ้นสุดเมื่อตัวทำละลายเคลื่อนที่ไปถึง บนแผ่น Silica gel 60 fluorescent indicator UV254 ขนาด 6x10 ตารางเซนติเมตร แล้วใช้หลอดแคปพิลารีจุ่มลงในสารตัวอย่าง แล้วจุดลงบนเส้นเริ่มต้นที่ขีดไว้ โดยใช้ น้ำมันไบโอดีเซลมาตรฐานที่เตรียมจากปฏิกิริยาน้ำมันปาล์มกับเมทานอลในอัตราส่วน โดยใช้สารละลาย KOH เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากนั้น นำแผ่น TLC ที่จุดสารแล้วใส่ลงในบีกเกอร์ที่มีตัวทำละลาย โดยผสมปิโตรเลียมอีเทอร์ 40 มิลลิลิตร, กรดอะซิติก 1 มิลลิลิตร และ ไดเอทิลอีเทอร์ 8 มิลลิลิตร แล้วคนให้เข้ากันแล้วปิดฝาแล้วรอนกว่าตัวทำละลายเคลื่อนที่ไปถึงเส้นสิ้นสุดแล้วเอาออก หลังจากนั้นนำแผ่น TLC เป่าด้วยลมร้อนให้แห้งแล้วนำไปใส่ลงในบีกเกอร์ที่มีไอของผงไอโอดีนอยู่แล้ว ปิดฝาด้วยให้สนิท รอนจนปรากฏแถบสีของสารจึงนำออกแล้วบันทึกผล

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

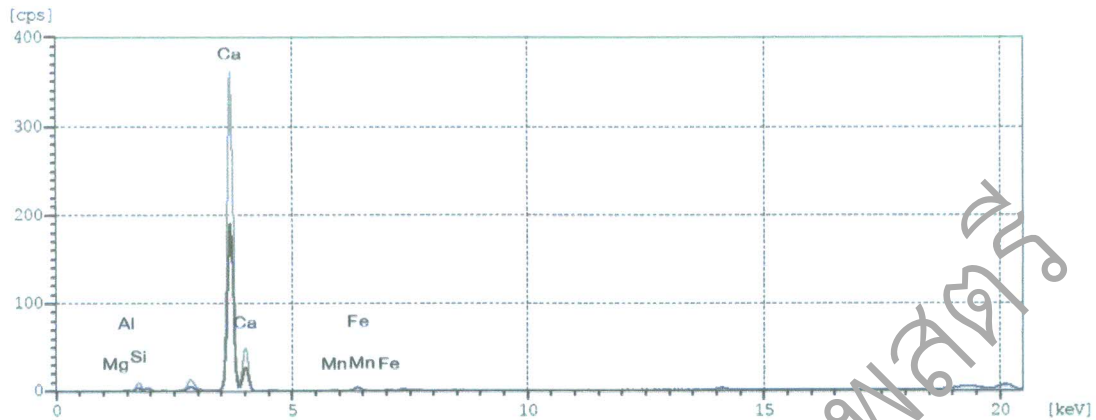
ในงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมไบโอดีเซลโดยใช้ดินสอพองเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน และเพื่อศึกษาผลของระยะเวลาในการเขย่าเมทานอลกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซลที่เตรียมจากการให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดา โดยมีขอบเขตของงานวิจัยคือในกระบวนการผลิตไบโอดีเซลจะใช้ดินสอพองเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาวิธีอื่นด้วยการเปลี่ยนดินสอพองให้เป็นแคลเซียมออกไซด์ สารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันคือเมทานอลกับน้ำมันปาล์มที่ผ่านกระบวนการผลิต ในการศึกษากระบวนการผลิตไบโอดีเซลในงานวิจัยนี้จะศึกษาเฉพาะอัตราส่วนของเมทานอลกับน้ำมันปาล์ม แหล่งให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟและวิธีธรรมดา และระยะเวลาในการเขย่าเมทานอลกับตัวเร่งปฏิกิริยา ได้ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลองดังนี้

4.1 การหาลักษณะเฉพาะของสารตัวเร่งปฏิกิริยา

สารตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ถูกไปวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะเทียบกับแคลเซียมออกไซด์มาตรฐานโดยวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันที่สำคัญของแคลเซียมออกไซด์ด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรสโคปีและวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบโดยเครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ วิเคราะห์และเปรียบเทียบค่าแห่งของ 2θ ของแคลเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้กับแคลเซียมออกไซด์มาตรฐานด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟเฟรคชัน ได้ผลการวิเคราะห์ดังนี้

4.1.2 การวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบในดินสอพอง

นำดินสอพอง ที่อบที่ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมงแล้วมาวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบโดยเครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ จากผลการวิเคราะห์องค์ประกอบที่สำคัญของดินสอพอง โดยใช้เทคนิคเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ แสดงดังภาพที่ 4.1 และตารางที่ 4.1



ภาพที่ 4.1. สเปกตรัมเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์ของดินสอพอง

ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์ของดินสอพอง

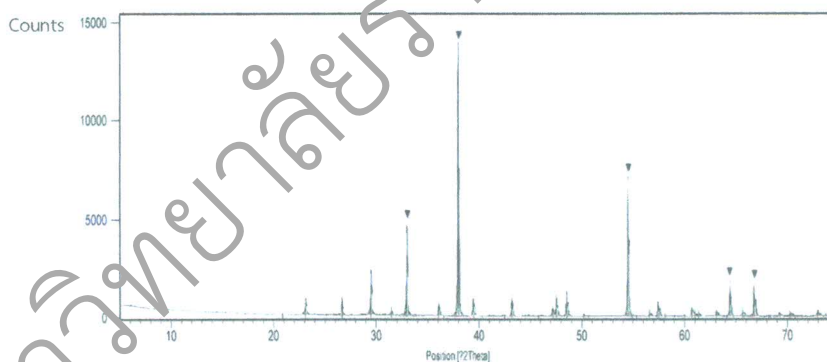
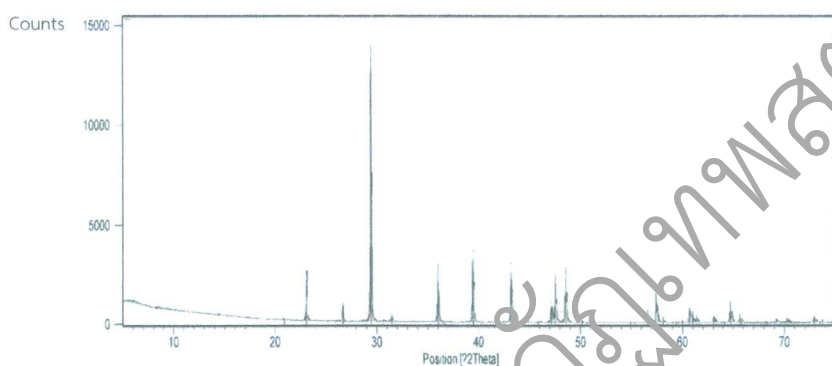
Element	Element Mass [%]	2 Sigma [%]
Mg Magnesium	0.66	0.30
Al Aluminium	1.13	0.14
Si Silicon	3.99	0.14
Ca Calcium	93.28	0.36
Mn Manganese	0.10	0.06
Fe Iron	0.85	0.10

จากการวิเคราะห์พบว่าธาตุที่เป็นองค์ประกอบในดินสอพองซึ่งเป็นสารตัวอย่างที่ได้จากจังหวัดลพบุรี มีธาตุแคลเซียมมากที่สุดคือร้อยละ 93.28 โดยมีธาตุซิลิกอนร้อยละ 3.99 อลูมิเนียมร้อยละ 1.13 เหล็กร้อยละ 0.85 แมงกานีสร้อยละ 0.66 และแมงกานีสร้อยละ 0.10

4.2 การหาลักษณะเฉพาะของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์จากดินสอพอง

4.2.1 การหาลักษณะเฉพาะของตัวเร่งปฏิกิริยาแคลเซียมออกไซด์ที่เตรียมจากดินสอพอง

จากการนำดินสอพองมาเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง แล้วนำดินสอพองไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเอ็กซ์เรย์ดิฟเฟรคชัน (x-ray diffraction) แสดงดังภาพที่ 4.2



(b)

ภาพที่ 4.2 สเปกตรัมเอ็กซ์เรย์ดิฟเฟรคชันของดินสอพอง (a) ก่อนเผา (b) หลังเผาที่ 1000°C 6 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.2 แสดงสเปกตรัมเอ็กซ์เรย์ดิฟเฟรคชันของดินสอพองโดยในรูป 4.2 (a) ดินสอพองก่อนเผาจะแสดงตำแหน่งพีค 2θ ที่ 29.5°, 39.5° และ 48.6° (Husin et al., 2013) ซึ่งแสดงถึงตำแหน่งสำคัญของแคลเซียมคาร์บอเนต และจะปรากฏที่ 26.5° ซึ่งเป็นตำแหน่ง SiO_2 (Saleiro and Holanda, 2012) ซึ่งเป็นอีกองค์ประกอบหนึ่งในดินสอพอง เมื่อนำดินสอพองไปเผาที่ 1000 °C 6 ชั่วโมง จะพบ

ตำแหน่งของ 2θ ที่ 32.3°, 37.5°, 54°, 64.5° และ 68° (สุภกรและคณะ, 2558) แสดงให้เห็นว่า CaCO₃ เปลี่ยนเป็น CaO แต่ยังไม่ปรากฏพีคที่ตำแหน่งของ CaCO₃ อยู่บ้างแสดงว่ายังคงมี CaCO₃ บางส่วนที่ไม่เปลี่ยนเป็น CaO

4.3 การวิเคราะห์ค่าของกรดในน้ำมันพืชโดยการไทเทรต

จากการวิเคราะห์คุณภาพของน้ำมันพืชที่ใช้ในการวิจัยนี้คือน้ำมันปาล์มผ่านกรรมวิธี โดยการหาค่าของกรดพบว่ามีค่า %FFA เท่ากับร้อยละ 0.43

4.4 การตรวจสอบคุณภาพไบโอดีเซล

จากการศึกษาความเป็นไปได้ของดินสอพองที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา วิวิธพันธ์และหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมไบโอดีเซล โดยศึกษาผลของอัตราส่วนของน้ำมันพืชกับเมทานอล ผลของแหล่งให้ความร้อนในการทำปฏิกิริยาและผลของเวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยา ทรานส์เอสเทอริฟิเคชันในให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซลที่เตรียมได้ดังนี้

4.4.1 ผลของอัตราส่วนเมทานอลต่อไขมันและผลของแหล่งให้ความร้อนในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อการเตรียมไบโอดีเซล

จากผลการศึกษาผลของอัตราส่วนเมทานอลต่อไขมันที่มีต่อสมบัติการเตรียมไบโอดีเซล ในอัตราส่วนโดยโมล 5:1 10:1 15:1 และ 20:1 โดยใช้ CaO ที่เตรียมได้ โดยเปรียบเทียบแหล่งให้ความร้อนในการทำปฏิกิริยาคือการใช้ไมโครเวฟและวิธีธรรมดา แสดงดังตารางที่ 4.2 - 4.4 และภาพที่ 4.3 - 4.6

ตารางที่ 4.2 สมบัติของไปโอติเซลที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืช 5:1 10:1 15:1 และ 20:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8

สถานะในการเตรียมไปโอติเซล	อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน	ค่าความหนาแน่น (g/cm ³) [*]	ความหนืด (เซนติสโตกส์) [*] (3.5-5.0)	ค่าความเป็นกรด (mg KOH/g) ^{**}	จุดหลอมเหลว (°C) (-15 - 6°C) ^{**}	ค่า pH
วิธีไมโครเวฟ เวลา 15 นาที 800 วัตต์	5:1	0.92	7	0.34	4	7
	10:1	0.91	7	0.43	4	7
	15:1	0.92	7	0.43	4	7
	20:1	0.91	8	0.43	4	7
วิธีให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาอุณหภูมิ 65°C เวลา 3 ชั่วโมง	5:1	0.88	8	0.77	5	8
	10:1	0.88	4	0.60	8	8
	15:1	0.90	7	0.77	5	8
ไปโอติเซลที่เตรียมจากการใช้สารละลาย NaOH เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาน้ำมันพืช	0.88	5	0.43	8	7	
	0.93	29	0.43	4	7	

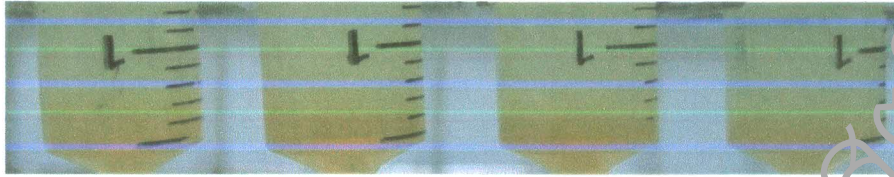
* (ราชกิจจานุเบกษา, 2556) ** (ชัยศรี, 2558)

ตารางที่ 4.3 สมบัติของจุดวาบไฟของไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน 5:1 10:1 15:1 และ 20:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8

สภาวะในการเตรียมน้ำมันไบโอดีเซล	ตัวอย่าง	จุดวาบไฟ(100-170 °C)**							
		อุณหภูมิ							
		100°C	110°C	120°C	130°C	140°C	150°C	160°C	170°C
วิธีไมโครเวฟ เวลา 15 นาที 800 วัตต์	5:1	X	X	X	X	X	X	X	✓
	10:1	X	X	X	X	X	X	X	✓
	15:1	X	X	X	X	X	X	X	✓
	20:1	X	X	X	X	X	✓	✓	✓
วิธีให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดา อุณหภูมิ 65°C เวลา 3 ชั่วโมง	5:1	X	X	X	✓	✓	✓	✓	✓
	10:1	X	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	15:1	X	X	✓	✓	✓	✓	✓	✓
ไปโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้สารละลาย NaOH เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	น้ำมันพืช	X	X	X	X	X	✓	✓	✓
	น้ำมันพีช	X	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓

สงวนลิขสิทธิ์

ปริมาณกลีเซอรอลที่ได้จากการทำปฏิกิริยาซ้ำในไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วน เมทานอลต่อน้ำมัน 5:1, 10:1, 15:1 และ 20:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8 ด้วยวิธีไมโครเวฟ เวลา ในการทำปฏิกิริยา 15 นาที 800 วัตต์ และวิธีให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาอุณหภูมิ 65°C เวลาในการทำ ปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง ได้ผลดังภาพที่ 4.3 – 4.4 และตารางที่ 4.4



ภาพที่ 4.3 ปริมาณกลีเซอรอลที่ได้จากการทำปฏิกิริยาซ้ำในไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วน เมทานอลต่อน้ำมัน 5:1, 10:1, 15:1 และ 20:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8 ด้วยวิธีไมโครเวฟ เวลา ในการทำปฏิกิริยา 15 นาที 800 วัตต์

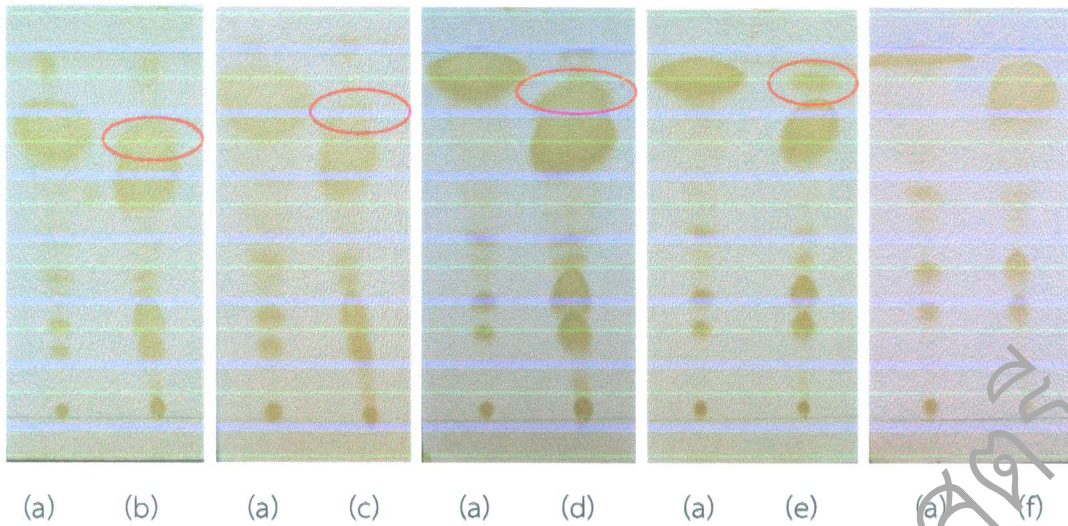


ภาพที่ 4.4 ปริมาณกลีเซอรอลที่ได้จากการทำปฏิกิริยาซ้ำในไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วน เมทานอลต่อน้ำมัน 5:1, 10:1, 15:1 และ 20:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8 วิธีให้ความร้อนด้วย เตาไฟฟ้า ที่อุณหภูมิ 65°C ระยะเวลา 3 ชั่วโมง

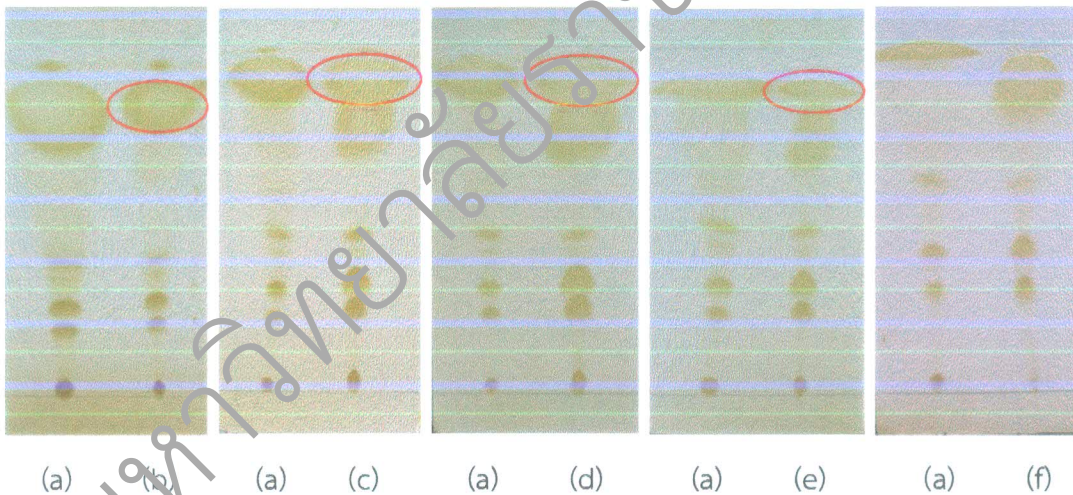
ตารางที่ 4.4 ปริมาณกลีเซอรอลที่ได้จากการทำปฏิกิริยาซ้ำในไอดีเซลที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วน
เมทานอลต่อน้ำมัน 5:1, 10:1, 15:1 และ 20:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8

สภาวะในการ เตรียมน้ำมัน ไบโอดีเซล	ตัวอย่าง	ปริมาณกลีเซอรอล (มิลลิลิตร)
วิธีไมโครเวฟ เวลา 15 นาที 800 วัตต์	5:1	0.10
	10:1	0.20
	15:1	0.20
	20:1	0.15
วิธีให้ความร้อนด้วย วิธีธรรมดาอุณหภูมิ 65°C เวลา 3 ชั่วโมง	5:1	0.15
	10:1	0.05
	15:1	0.20
	20:1	0.15
ไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้ สารละลาย NaOH เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา		0.00
น้ำมันพืช		0.25

ในการทดสอบการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอร์ฟิเคชันโดยใช้เทคนิค TLC ของไบโอดีเซลที่
เตรียมได้จากการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟและวิธีธรรมดา เปรียบเทียบกับไบโอดีเซลมาตรฐานที่เตรียม
จากการใช้สารละลาย KOH เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและเปรียบเทียบกับน้ำมันพืช ได้ผลดังนี้



ภาพที่ 4.5 ผลการตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันจากเทคนิค TLC ของ ไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน (b) 5:1, (c) 10:1, (d) 15:1 และ (e) 20:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8 ด้วยวิธีไมโครเวฟ เวลาในการทำปฏิกิริยา 15 นาที 800 วัตต์ เปรียบเทียบกับ (a) ไบโอดีเซลและ (f) น้ำมันพืช



ภาพที่ 4.6 ผลการตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันจากเทคนิค TLC ของไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน (b) 5:1, (c) 10:1, (d) 15:1 และ (e) 20:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8 วิธีให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาที่อุณหภูมิ 65°C ระยะเวลา 3 ชั่วโมง เปรียบเทียบกับ (a) ไบโอดีเซลและ (f) น้ำมันพืช

เมื่อพิจารณาไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้ CaO ที่เตรียมจากดินสอพองเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8 โดยมวลของน้ำมันพืช และใช้อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืชเป็น 5:1 10:1 15:1 และ 20:1 การให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟกำลังไฟ 800 วัตต์เป็นเวลา 15 นาที จากตารางที่ 4.2 พบว่าอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันที่ 5:1 ให้สมบัติของไบโอดีเซลที่ใกล้เคียงกับประกาศของกรมธุรกิจพลังงาน แต่เนื่องจากน้ำมันปาล์มที่ใช้เตรียมไบโอดีเซลมีค่าความเป็นกรดสูงจึงทำให้ไบโอดีเซลที่ได้มีค่าความเป็นกรดสูงกว่าค่ามาตรฐานทุกตัว เมื่อทำการทดสอบจุดวาบไฟ (ตารางที่ 4.3) พบว่าการใช้อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืชเป็น 20:1 มีจุดวาบไฟที่ 150°C ในขณะที่การใช้อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืชในอัตราส่วนอื่นๆ จะมีจุดวาบไฟที่ 160°C ซึ่งไบโอดีเซลที่เตรียมได้จะมีจุดวาบไฟอยู่ในช่วงมาตรฐาน เมื่อเทียบกับไบโอดีเซลที่เตรียมในสภาวะเดียวกันแต่ให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดา พบว่าอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันที่ 10:1 ให้สมบัติของไบโอดีเซลที่ใกล้เคียงกับประกาศของกรมธุรกิจพลังงาน เมื่อทดสอบจุดวาบไฟ พบว่าการใช้อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืชเป็น 10:1 มีจุดวาบไฟที่ 110°C และอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืชอื่นมีจุดวาบไฟ 120 - 130°C ซึ่งมีจุดวาบไฟที่ต่ำกว่าไบโอดีเซลที่เตรียมจากการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ จุดวาบไฟที่สูงกว่าจะทำให้มีค่าการจุดระเบิดในเครื่องยนต์ที่ต่ำกว่า

จากการตรวจสอบปริมาณกลีเซอรอลที่ได้จากการทำปฏิกิริยาซ้ำในไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วน เมทานอลต่อน้ำมัน 5:1, 10:1, 15:1 และ 20:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8 ด้วยวิธีไมโครเวฟ เวลาในการทำปฏิกิริยา 15 นาที 800 วัตต์ และวิธีให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาอุณหภูมิ 65°C เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง ปริมาณกลีเซอรอลได้จากการทำปฏิกิริยาซ้ำในไบโอดีเซลแสดงดังภาพที่ 4.3 และ 4.4 และตารางที่ 4.4 ปริมาณกลีเซอรอลที่เกิดขึ้นจะเห็นได้ว่า ไบโอดีเซลที่เตรียมจากการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟโดยใช้อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืช 5:1 จะมีกลีเซอรอลน้อยที่สุดนั้นแสดงว่าการเกิดปฏิกิริยา ทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันได้มากที่สุดเป็นอัตราส่วนนี้ แต่จากปริมาณกลีเซอรอลที่เหลืออยู่แสดงว่ายังมีปริมาณน้ำมันพืชที่ยังไม่เกิดปฏิกิริยา ทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันอยู่ ยิ่งปริมาณกลีเซอรอลที่เกิดขึ้นมากแสดงว่ามีปริมาณน้ำมันพืชที่ไม่เกิดปฏิกิริยามากตามไปด้วย แต่เมื่อเทียบกับไบโอดีเซลที่เตรียมจากการให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดา อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืช 10:1 จะไม่มีปริมาณกลีเซอรอลเกิดขึ้นเลย หรือถ้าจะมีก็น้อยมาก แสดงว่า การให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาโดยใช้อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืช 10:1 เกิดปฏิกิริยา ทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันได้ดีกว่าอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืชอื่นๆ และดีกว่าการให้ความร้อนในการเกิดปฏิกิริยาด้วยไมโครเวฟ การเกิดปฏิกิริยา ทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันจากเทคนิค TLC ของไบโอดีเซลโดยใช้ CaO ที่เตรียมจากดินสอพอง ในอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน 5:1, 10:1, 15:1 และ 20:1 ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8 (ภาพที่ 4.5) จะพบว่า อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันในทุกอัตราส่วนจะตำแหน่งที่แสดงให้เห็นว่าเกิดปฏิกิริยา ทรานส์ เอสเทอร์ฟิเคชันเป็นไบโอดีเซล เช่นเดียวกับ การให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดา

จากศึกษาผลของอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืชที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซลที่เตรียมโดยให้ความร้อนในการทำปฏิกิริยาด้วยไมโครเวฟ แสดงให้เห็นว่าอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืชเมื่อเพิ่มขึ้นมากกว่า 10:1 จะส่งผลต่อสมบัติของไบโอดีเซลไม่แตกต่างกัน แต่ในกรณีการให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดา อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืช 10:1 จะส่งผลต่อสมบัติของไบโอดีเซลที่แตกต่างจากอัตราส่วนอื่นๆ ไม่

ว่าจะมีปริมาณกลีเซอรอลที่เหลือน้อยมา จุดวาบไฟที่ต่ำ ซึ่งแสดงให้เห็นผลของอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืชที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซลค่อนข้างชัดเจนกว่ากรณีของการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ

โดยในการศึกษาของ Rangga et al. (2014) ได้ทำการศึกษาศึกษาการเตรียมไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มโดยใช้ CaO เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ พบว่าสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมไบโอดีเซลคือการใช้ความร้อน 400 วัตต์ อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืช 18:1 เป็นเวลา 20 นาที โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 5 และในการศึกษาของรัชดาและศิริพร (2551) ได้ทำการศึกษาศึกษาการเตรียมไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มโดยใช้ CaO เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ พบว่าสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมไบโอดีเซลคือการใช้ความร้อน 800 วัตต์ อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืช 6:1 เป็นเวลา 12 นาที โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 9 ซึ่งจากการทดลองของทั้งสองงานวิจัยแสดงให้เห็นว่า เมื่อใช้ความร้อนน้อยต้องเพิ่มเวลาในการเกิดปฏิกิริยาและปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา ที่เป็นของแข็งที่เหมาะสมจะไม่เกินร้อยละ 10 โดยมวลของน้ำมันพืช ซึ่งจากผลการทดลองในงานวิจัยนี้จะได้สภาวะที่ใกล้เคียงกับรัชดาและศิริพร (2551) นั่นคือการใช้ความร้อนด้วยไมโครเวฟที่ 800 วัตต์ อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืช 5:1 ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 15 นาที ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้คือร้อยละ 8

4.4.2 ผลของเวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันในการให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซล

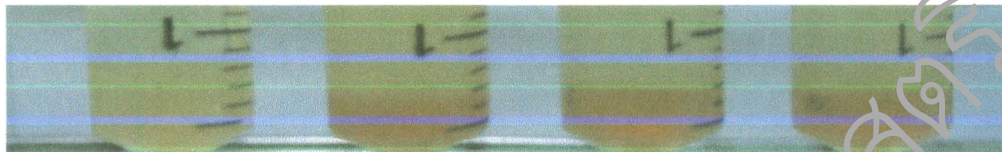
การใช้เวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันในการให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซลในอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน 10:1 โดยโมล ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8 ที่อุณหภูมิ 65°C เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง ระยะเวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันคือ 15, 30, 45 และ 60 นาที ได้ผลดังตารางที่ 4.5- 4.7 และภาพที่ 4.7-4.8

ตารางที่ 4.5 สมบัติของไบโอดีเซลที่เตรียมขึ้นจากการใช้เวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันในการให้ควมร้อน ด้วยวิธีธรรมดาที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซลในอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน 10:1 โดยโมล ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8

สถานะในการเตรียมไบโอดีเซล	ระยะเวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน (นาที)	แรงดัน (g/cm ³) * (0.86-0.90)	ความหนืด (เซนติสโตกส์) * (3.5-5.0)	ค่าความเป็นกรด (mg KOH/g)**	จุดไหลเท (°C) (-15 - 60C)**	ค่า pH
วิธีให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาอุณหภูมิ 65°C เวลา 3 ชั่วโมง	15	0.90	8	0.34	8	8
	30	0.91	8	0.51	6	8
	45	0.88	5	0.85	5	9
ไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้สารละลาย NaOH เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาน้ำมันพืช	60	0.88	3	0.60	8	8
		0.88	5	0.13	8	7
		0.93	29	0.43	4	7

* (ราชกิจจานุเบกษา, 2556) ** (ชัยศรี, 2558)

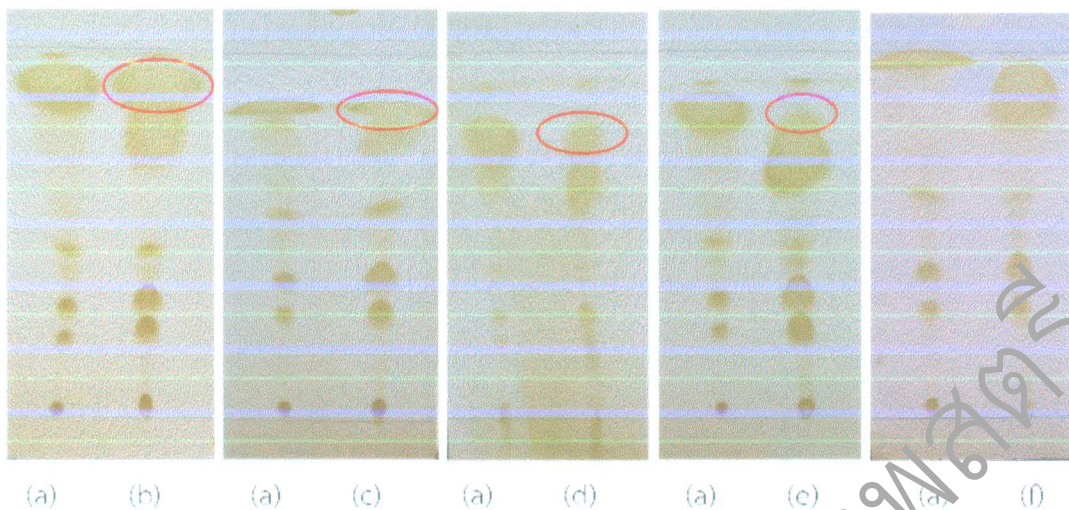
ปริมาณกลีเซอรอลที่ได้จากการทำปฏิกิริยาซ้ำในไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้เวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันในการให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซลในอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน 10:1 โดยโมล ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8 ที่อุณหภูมิ 65°C เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง ได้ผลดังภาพที่ 4.7 – 4.8 และตารางที่ 4.4



ภาพที่ 4.7 ปริมาณกลีเซอรอลที่ได้จากการทำปฏิกิริยาซ้ำในไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้เวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันในการให้ความร้อนด้วยเตาไฟฟ้าที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซลในอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน 10:1 โดยโมล ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8 ที่อุณหภูมิ 65°C เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง

ตารางที่ 4.7 ปริมาณกลีเซอรอลที่ได้จากการทำปฏิกิริยาซ้ำในไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้เวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน

สภาวะในการเตรียมน้ำมันไบโอดีเซล	ระยะเวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน (นาที)	ปริมาณกลีเซอรอล (มิลลิลิตร)
วิธีให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาอุณหภูมิ 65°C เวลา 3 ชั่วโมง	15	0.30
	30	0.40
	45	0.30
	60	0.00
ไบโอดีเซลที่เตรียมจากการใช้สารละลาย NaOH เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาน้ำมันพืช		0.00
		0.20



ภาพที่ 4.8 ผลการตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันจากเทคนิค TLC ของน้ำมันไบโอดีเซล ที่ อุณหภูมิ 65°C ระยะเวลา 3 ชั่วโมง ในอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันเป็น 10:1 ใช้เวลาในการเวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันในการให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาที่ (b) 60, (c) 45, (d) 30 และ (e) 15 นาทีเปรียบเทียบกับ (a) ไบโอดีเซลและ (f) น้ำมันพืช

จากผลการศึกษาผลของเวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันในการให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซลในอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน 10:1 โดยไม่ส ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 8 โดยเปรียบเทียบแหล่งให้ความร้อนในการทำปฏิกิริยาคือการใช้ไมโครเวฟและวิธีธรรมดา โดยใช้เวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน คือ 15, 30, 45 และ 60 นาที พบว่าการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาที่เวลา 60 นาทีให้สมบัติของไบโอดีเซลที่ใกล้เคียงกับประกาศของกรมธุรกิจพลังงาน (ตารางที่ 4.7) และให้จุดวาบไฟต่ำกว่าสถานะอื่นๆ คือที่ 110°C และจากการตรวจสอบปริมาณกลีเซอรอลที่ได้จากการทำปฏิกิริยาซ้ำในไบโอดีเซลที่ได้จากการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาที่เวลา 60 นาทีจะแทบไม่พบปริมาณกลีเซอรอลอยู่เลย (ตารางที่ 4.8) ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดสอบด้วยเทคนิค TLC (ภาพที่ 4.7- 4.8) จะปรากฏส่วนที่ไบโอดีเซลแยกออกมาอย่างชัดเจนและในปริมาณที่มาก ผลของระยะเวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซลอาจเนื่องมาจากเมทานอลซึ่งเป็นสารตั้งต้นตัวหนึ่งในการเกิดปฏิกิริยาได้ถูกดูดซับบนผิวของ CaO ดังนั้นเมื่อระยะเวลาในการเขย่าเมทานอลกับ CaO มากขึ้นทำให้

การดูดซับมากขึ้น มีพื้นที่ผิวสัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยามากขึ้น เมื่อใส่น้ำมันพืชซึ่งเป็นสารตั้งต้นอีกตัวหนึ่งลงไป ปฏิกิริยาจึงเกิดขึ้นที่ผิวของ CaO ที่ดูดซับเมทานอลไว้ได้มากขึ้น

มหาวิทยาลัยราชภัฏเทพสตรี

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมไบโอดีเซลโดยใช้ดินสอพองเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน และเพื่อศึกษาผลของระยะเวลาในการเขย่าเมทานอลกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซลที่เตรียมจากการให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดา วิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของตัวเร่งปฏิกิริยาและหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมไบโอดีเซลใช้ดินสอพองเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อนเทียบกับการให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดา โดยมีขอบเขตของงานวิจัยคือในกระบวนการผลิตไบโอดีเซลจะใช้ดินสอพองเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ด้วยการเปลี่ยนดินสอพองให้เป็นแคลเซียมออกไซด์ สารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันคือเมทานอลกับน้ำมันปาล์มที่ผ่านกระบวนการผลิต ในการศึกษากระบวนการผลิตไบโอดีเซลในงานวิจัยนี้จะศึกษาเฉพาะอัตราส่วนของเมทานอลต่อน้ำมันปาล์ม แหล่งให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟและวิธีธรรมดา และระยะเวลาในการเขย่าเมทานอลกับตัวเร่งปฏิกิริยา จากผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลองในบทที่ผ่านมา สามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

5.1 การหาลักษณะเฉพาะของสารตัวเร่งปฏิกิริยา

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRF พบว่าธาตุที่เป็นองค์ประกอบในดินสอพองซึ่งเป็นสารตัวอย่างที่ได้จากจังหวัดลพบุรี มีธาตุแคลเซียมมากที่สุดคือร้อยละ 93.28 โดยมีธาตุซิลิกอนร้อยละ 3.99 อลูมิเนียมร้อยละ 1.13 เหล็กร้อยละ 0.85 แมกนีเซียมร้อยละ 0.66 และแมงกานีสร้อยละ 0.10

จากสเปกตรัมเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ของดินสอพอง เป็นดินสอพองก่อนเผา จะแสดงตำแหน่งพีค 2θ ที่ 29.5° , 39.5° และ 48.6° ซึ่งแสดงถึงตำแหน่งสำคัญของแคลเซียมคาร์บอเนต และจะปรากฏที่ 26.5° ซึ่งเป็นตำแหน่ง SiO_2 ซึ่งเป็นอีกองค์ประกอบหนึ่งในดินสอพอง เมื่อนำดินสอพองไปเผาที่ 1000°C 6 ชั่วโมง จึงพบตำแหน่งของ 2θ ที่ 32.3° , 37.5° , 54° , 64.5° และ 68° แสดงให้เห็นว่า CaCO_3 เปลี่ยนเป็น CaO แต่ยังคงปรากฏพีคที่ตำแหน่งของ CaCO_3 อยู่บ้างแสดงว่ายังคงมี CaCO_3 บางส่วนที่ไม่เปลี่ยนเป็น CaO

5.2 ผลของอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืชที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซลที่เตรียมโดยให้ความร้อนในการทำปฏิกิริยาด้วยไมโครเวฟ

จากศึกษาผลของอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืชที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซลที่เตรียมโดยให้ความร้อนในการทำปฏิกิริยาด้วยไมโครเวฟ แสดงให้เห็นว่าอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืชเมื่อเพิ่มขึ้นมากกว่า 10:1 จะส่งผลต่อสมบัติของไบโอดีเซลไม่แตกต่างกัน แต่ในกรณีการให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดา อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืช 10:1 จะส่งผลต่อสมบัติของไบโอดีเซลที่แตกต่างจากอัตราส่วนอื่นๆ ว่าจะมีปริมาณกลีเซอรอลที่เหลือน้อยมา จุดวาบไฟที่ต่ำ ซึ่งแสดงให้เห็นผลของอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมันพืชที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซลค่อนข้างชัดเจนกว่ากรณีของการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ

5.3 ผลของเวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันในการให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซล

จากผลการศึกษาผลของเวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันในการให้ความร้อนด้วยวิธีธรรมดาที่มีต่อสมบัติของไบโอดีเซลในอัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน 10:1 โดยโมล ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 8% โดยเปรียบเทียบกับแหล่งให้ความร้อนในการทำปฏิกิริยาคือการใช้ไมโครเวฟและวิธีธรรมดา โดยใช้เวลาในการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน คือ 15, 30, 45 และ 60 นาที พบว่าการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาที่เวลา 60 นาทีให้สมบัติของไบโอดีเซลที่ใกล้เคียงกับประกาศของกรมธุรกิจพลังงาน (ตารางที่ 4.7) และให้จุดวาบไฟต่ำกว่าสภาวะอื่นๆ คือที่ 110°C และจากการตรวจสอบปริมาณกลีเซอรอลที่ได้จากการทำปฏิกิริยาซ้ำในไบโอดีเซลที่ได้จากการเขย่าตัวเร่งปฏิกิริยากับเมทานอลก่อนทำปฏิกิริยาที่เวลา 60 นาทีจะแทบไม่พบปริมาณกลีเซอรอลอยู่เลยแสดงถึงการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันที่ดี

5.5 ข้อเสนอแนะ

1. ศึกษาเพิ่มเติมปริมาณและขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อสมบัติของไบโอดีเซลที่ได้จากการเตรียมโดยใช้ไมโครเวฟ
2. ศึกษาเพิ่มเติมการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากดินสอพองกับน้ำมันชนิดอื่น

บรรณานุกรม

- กรมทางหลวง กองวิเคราะห์และวิจัย. (2555, สิงหาคม 20). **วิธีการทดลองหาจุดวาบไฟและจุดไฟโดยใช้ Cleveland open cup.** (ออนไลน์). เข้าถึงได้จาก:
<http://www.doh.go.th/spaw2/uploads/files/menu1/02/dht406-19.pdf>
- คุณภาพไบโอดีเซล. (2555, สิงหาคม 20). **การตรวจสอบคุณภาพไบโอดีเซลแบบประมาณ (proximate analysis) โดยใช้ไมโครเวฟ.** (ออนไลน์). เข้าถึงได้จาก:
<http://www.biodiesel.eng.psu.ac.th/>
- เจษฎา สุขสัมพันธ์, อาภาภรณ์ สกฤตการะเวก, วิทยา ปั่นสุวรรณ, และชนากานต์ เพิ่มฉลาด. (2558). **การผลิตไบโอดีเซลจากกรดไขมันปาล์มด้วยกระบวนการเอสเทอร์ฟิเคชันร่วมกับสภาวะเมทานอลเหนือจุดวิกฤต.** วารสารมหาวิทยาลัยทักษิณ. 18(3): 137-144.
- เทคโนโลยีและกระบวนการผลิตไบโอดีเซล. (2555ฉ, สิงหาคม 23). **ประมวลสารสนเทศพร้อมใช้เทคโนโลยีและกระบวนการผลิตไบโอดีเซล (Technology and biodiesel production).** สำนักหอสมุดและศูนย์สารสนเทศวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี กรมวิทยาศาสตร์บริการ กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี. (ออนไลน์). เข้าถึงได้จาก
<http://www.siweb.dss.go.th/ repack/fulltext/IR13.pdf>.
- ไบโอดีเซล. (2555ก, สิงหาคม 20). **โครงการวิจัยและพัฒนาน้ำมันเชื้อเพลิงไบโอเซล.** กองทัพเรือ. (ออนไลน์). เข้าถึงได้จาก <http://www.biotech.sci.ru.ac.th>.
- ไบโอดีเซล. (2555ข, สิงหาคม 20). **โครงการวิจัยและพัฒนาน้ำมันเชื้อเพลิงไบโอดีเซล.** กองทัพเรือ. (ออนไลน์). เข้าถึงได้จาก : <http://www.biotech.sci.ru.ac.th/index.php>.
- ไบโอดีเซล. (2555ค, สิงหาคม 20). **ไบโอดีเซล.** (ออนไลน์). เข้าถึงได้จาก
http://www.barascientific.com/article/Biodiesel2/biodiesel_2.php
- ไบโอดีเซล. (2555ง, สิงหาคม 20). **ไบโอดีเซล.** มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์. (ออนไลน์). เข้าถึงได้จาก <http://shape.psu.ac.th/blog/eng-biodiesel>.
- รัชดา ครองทรัพย์และศิริพร ละมั่งทอง. (2551). **การผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งร่วมกับการใช้คลื่นไมโครเวฟ.** ปรินญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีมหานคร.
- วัลย์ลิกง สุขสำราญ. (2553). **อิทธิพลของโลหะในดินสอพองที่มีต่อโครงสร้างของไฮดรอกซีอะพาไทด.** มหาวิทยาลัยราชภัฏเทพสตรี. ลพบุรี.
- ศูนย์บริการวิชาการที่ 3 (จังหวัดมหาสารคาม). (2555, สิงหาคม 20). **เทคนิคการผลิตไบโอดีเซลให้ได้คุณภาพ.** (ออนไลน์). เข้าถึงได้จาก: <http://www2.dede.go.th/bett/Activities/KM/BioDiesel%20Manual.pdf>
- สุภาษิต ชุกกลิ่น. (2553). **การผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันเมล็ดงาพารา.** วิทยานิพนธ์ (วิศวกรรมเคมี). มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์. (ออนไลน์). เข้าถึงได้จาก: <http://kb.psu.ac.th/psukb/handle/2553/2592>.

- Attanatho, L., S. Magmee and P. Jenvanitpanjakul. (2004). **Factors affecting the synthesis of biodiesel from crude palm kernel oil**. The Joint International Conference on "Sustainable Energy and Environment". Dec. 1-3; Hua Hin: Thailand. 359-361
- Birla, A., B. Singh, S.N. Upadhyay and Y.C. Sharma. (2012). **Kinetics studies of synthesis of biodiesel from waste frying oil using a heterogeneous catalyst derived from snail shell**. *Bioresour. Technol.* 106 : 95-100.
- Boey, P., G. P. Maniam, S.A. Hamid and D. M. Hag Ali. (2011). **Crab and Cockle Shells as Catalysts for the Preparation of Methyl Esters from Low Free Fatty Acid Chicken Fat**. *J Am Oil Chem Soc* 88:283-288.
- Fan, M., P. Zhang and Q. Ma. (2012). **Enhancement of biodiesel synthesis from soybean oil by potassium fluoride modification of a calcium magnesium oxides catalyst**. *Bioresour. Technol.* 104:447-450.
- Hsin, T., S. Chen, E. Guo, C. Tsai, M. Pruski and V. S. Y. Lin. (2010). **Calcium Containing Silicate Mixed Oxide-Based Heterogeneous Catalysts for Biodiesel Production**. *Top Catal* 53:746-754.
- Hu, S., Y. Wang and H. Han. (2011). **Utilization of waste freshwater mussel shell as an economic catalyst for biodiesel production**. *biomass and bioenergy* 35 : 3627-3635.
- Kouzu, M. and J. Hidaka. (2012). **Transesterification of vegetable oil into biodiesel catalyzed by CaO: A review**. *Fuel* 93:1-12.
- Lizuka, T, Hattori H, Ohno Y, Sonma J and Tanabe K. (1971). **Basic sites and reducing sites of calcium oxide and their catalytic activities**. *J. Catal.* 22:130-9.
- Meher, LC., VSS. Dharmagadda and SN. Naik. (2006). **Optimization of alkali-catalyzed transesterification of Pongamia pinnata oil for production of biodiesel**. *Biores. Technol.* 97 : 1392-1397.
- Nakatani, N., H. Takamori, K. Takeda and H. Sakugawa. (2009). **Transesterification of soybean oil using combusted oyster shell waste as a catalyst**. *Bioresour. Technol.* 100: 1510-1513.
- Ngamcharussrivichai, C., P. Nunthasanti, S. Tanachai and K. Bunyakiat. (2010). **Biodiesel production through transesterification over natural calciums**. *Fuel Process. Technol.* 91:1409-1415.

- Rangga, S., A. Susila, and K. Attaso. (2014). **Making of Palm Oil into Biodiesel Catalyzed by CaO aided by Microwave Heating**. Proceedings of The 5th Sriwijaya International Seminar on Energy and Environmental Science & Technology Palembang. Indonesia September 10-11: 64-70.
- Rashid, U. and F. Anwar. (2008). **Production of biodiesek through optimized alkaline-catalyzed transterification of rapeseed oil**. Fule. 87:265-273.
- Samart, C., C. Chaiya and P. Reubroycharoen. (2010). **Biodiesel production by methanolysis of soybean oil using calcium supported on mesoporous silica catalyst**. Energy Conversion and Management 51:1428-1431.
- Taufiq-Yap, Y.H., H.V. Lee, M.Z. Hussein, and R. Yunus. (2011). **Calcium based mixed oxide catalysts for methanolysis of Jatropha curcas oil to biodiesel**. biomass and bioenergy 35: 827-834.
- Wang J., K. Chen, B. Wenc, Y. B. Liao and C. Chen. (2012). **Tran-esterification of soybean oil to biodiesel using cement as a solid base catalyst**. Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers 43:215-219.
- Wei, Z., C. Xu and B. Li. (2009). **Application of waste eggshell as low-cost solid catalyst for biodiesel production**. Biores. Technol. 100: 2883-2885.
- Yang L., A. Zhang, and X. Zheng. (2009). **Shrimp Shell Catalyst for Biodiesel Production**. Energy & Fuels, 23:3859-3865.
- Zhang G, Hattori H and Tanabe K. (1988). **Aldol addition of acetone, catalyzed by solid base catalysts: magnesium oxide, calcium oxide, strontium oxide, barium oxide, lanthanum oxide and zirconium oxide**. Appl Catal 36:189-97.

ภาคผนวก

มหาวิทยาลัยราชภัฏเทพสตรี

ตารางที่ ก.1 กำหนดลักษณะและคุณภาพของไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเตอร์ของกรดไขมัน

รายละเอียดแนบท้ายประกาศกรมธุรกิจพลังงาน
เรื่อง กำหนดลักษณะและคุณภาพของไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเตอร์ของกรดไขมัน
พ.ศ. ๒๕๕๖

รายการ	ข้อกำหนด	อัตราสูงสุด	วิธีทดสอบ ^๑	
๑	เมทิลเอสเตอร์ (Methyl Ester, ร้อยละโดยน้ำหนัก 96wt.)	ไม่ต่ำกว่า	๙๖.๕	EN ๑๔๑๐๓
๒	ความหนาแน่น ณ อุณหภูมิ ๑๕ °ซ (Density at 15 °C)	ไม่ต่ำกว่า และ ไม่สูงกว่า	๘๖๐ ๙๐๐	ASTM D ๑๖๒๘
๓	ความหนืด ณ อุณหภูมิ ๔๐ °ซ (Viscosity at 40 °C)	ไม่ต่ำกว่า และ ไม่สูงกว่า	๓.๕ ๖.๐	ASTM D ๔๔๕
๔	จุดวาบไฟ (Flash Point,	ไม่ต่ำกว่า	๑๒๐	ASTM D ๙๓
๕	กำมะถัน (Sulphur, ร้อยละโดยน้ำหนัก 96wt.)	ไม่สูงกว่า	๐.๐๐๑๐	ASTM D ๒๖๒๒
๖	กากถ่าน จากร้อยละ ๑๐ ของส่วนที่เหลือจากการกลั่น (Carbon Residue, on 10% Distillation Residue ร้อยละโดยน้ำหนัก 96wt.)	ไม่สูงกว่า	๐.๓๐	ASTM D ๔๕๓๐
๗	จำนวนซีเทน (Cetane Number)	ไม่ต่ำกว่า	๕๑	ASTM D ๖๓๓
๘	เถ้าซัลเฟต (Sulphated Ash, ร้อยละโดยน้ำหนัก 96wt.)	ไม่สูงกว่า	๐.๐๒	ASTM D ๘๗๔
๙	น้ำ (Water มิลลิกรัม/กิโลกรัม mg/kg)	ไม่สูงกว่า	๕๐๐	EN ISO ๑๒๖๓๗
๑๐	สิ่งปนเปื้อนทั้งหมด (Total Contamination มิลลิกรัม/กิโลกรัม mg/kg)	ไม่สูงกว่า	๒๔	EN ๑๒๖๒๒
๑๑	การกัดกร่อนทองแดง (Copper Strip Corrosion)	ไม่สูงกว่า	หมายเลข ๑	ASTM D ๑๓๐
๑๒	เสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ณ อุณหภูมิ ๑๑๐ °ซ (Oxidation Stability at 110 °C ชั่วโมง hr.)	ไม่ต่ำกว่า	๑๐	EN ๑๕๓๕๓
๑๓	ค่าความเป็นกรด (Acid Value , มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์/กรัม mg KOH/g)	ไม่สูงกว่า	๐.๕๐	ASTM D ๒๖๔

(ต่อ -๒-)

ตารางที่ ก.1 กำหนดลักษณะและคุณภาพของไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน (ต่อ)

- ๒ -

รายการ	ข้อกำหนด		อัตราสูงต่ำ		วิธีทดสอบ ^ข
๑๔	ค่าไอโอดีน (Iodine Value ,	กรัมไอโอดีน/๑๐๐ กรัม) g Iodine / 100g)	ไม่สูงกว่า	๑๒๐	EN ๑๔๑๑๑
๑๕	กรดลิโนเลนิกเมทิลเอสเทอร์ (Linolenic Acid Methyl Ester ,	ร้อยละโดยน้ำหนัก % wt.)	ไม่สูงกว่า	๑๒.๐	EN ๑๔๑๑๑
๑๖	เมทานอล (Methanol ,	ร้อยละโดยน้ำหนัก % wt.)	ไม่สูงกว่า	๐.๒๐	EN ๑๔๑๑๑
๑๗	โมโนกลีเซอไรต์ (Monoglyceride ,	ร้อยละโดยน้ำหนัก % wt.)	ไม่สูงกว่า	๐.๑๐	EN ๑๔๑๑๕
๑๘	ดีกลีเซอไรต์ (Diglyceride ,	ร้อยละโดยน้ำหนัก % wt.)	ไม่สูงกว่า	๐.๒๐	EN ๑๔๑๑๕
๑๙	ไตรกลีเซอไรต์ (Triglyceride ,	ร้อยละโดยน้ำหนัก % wt.)	ไม่สูงกว่า	๐.๒๐	EN ๑๔๑๑๕
๒๐	กลีเซอรินอิสระ (Free glycerin ,	ร้อยละโดยน้ำหนัก % wt.)	ไม่สูงกว่า	๐.๐๒	EN ๑๔๑๑๕
๒๑	กลีเซอรินทั้งหมด (Total glycerin ,	ร้อยละโดยน้ำหนัก % wt.)	ไม่สูงกว่า	๐.๒๕	EN ๑๔๑๑๕
๒๒	โลหะกลุ่ม ๑ (โซเดียมและโพแทสเซียม) (Group I metals (Na +K),	มิลลิกรัม/กิโลกรัม mg/kg)	ไม่สูงกว่า	๕.๐	EN ๑๔๕๓๘
	โลหะกลุ่ม ๒ (แคลเซียมและแมกนีเซียม) (Group II metals (Ca + Mg),	มิลลิกรัม/กิโลกรัม mg/kg)	ไม่สูงกว่า	๕.๐	EN ๑๔๕๓๘
๒๓	ฟอสฟอรัส (Phosphorus ,	ร้อยละโดยน้ำหนัก % wt.)	ไม่สูงกว่า	๐.๐๐๑๐	EN ๑๔๑๑๗
๒๔	จุดขุ่น (Cloud Point : CP	องศาเซลเซียส °C)	รายงาน ^ค		
๒๕	จุดอุดตันที่ไหลที่อุณหภูมิต่ำ (Cold Flow Plugging Point : CFPP	องศาเซลเซียส °C)	รายงาน ^ค		
๒๖	สารเติมแต่ง (ถ้ามี) (Additives , If Any)		ให้เป็นไปตามที่ได้รับความเห็นชอบจากอธิบดี		

ที่:

- หมายเหตุ ๑/ วิธีทดสอบอาจใช้วิธีอื่นที่เทียบเท่าก็ได้ แต่ในกรณีที่มีข้อโต้แย้งให้ใช้วิธีที่กำหนดในรายละเอียดแนบท้ายนี้
๒/ ให้ผู้ค้านำมันรายงานต่ออธิบดีเป็นรายไตรมาส ภายในวันที่ ๑๕ ของเดือนถัดจากเดือนสุดท้ายของไตรมาสนั้น

ตารางที่ ก.2 มาตรฐานน้ำมันไบโอดีเซลตามมาตรฐาน ASTM D 6751 ของประเทศสหรัฐอเมริกา

คุณสมบัติน้ำมันเชื้อเพลิง	หน่วย	วิธีทดสอบ	เกณฑ์ต่ำสุด	เกณฑ์สูงสุด
จุดวาบไฟ	องศาเซลเซียส	ASTM D 93	130	-
น้ำและตะกอน	ร้อยละโดยปริมาตร	ASTM D 2709	-	0.050
ค่าความหนืด ที่ 40 °C	ตารางมิลลิเมตร/ วินาที	ASTM D 445	1.9	6.0
เถ้าซิลิเกต	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ASTM 874	-	0.02
ปริมาณกำมะถัน	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ASTM 5453	-	0.05
การกัดกร่อนทองแดง		ASTM 130	47	No.3
ค่าซีเทน		ASTM D 615	-	-
จุดขุ่น	องศาเซลเซียส	ASTM D 2500	รายงานผล	
กากถ่าน (ร้อยละ 100)	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ASTM 4590	-	0.050
ค่าของกรด	มิลลิกรัม/กรัม น้ำหนัก	ASTM 664	-	0.80
กลีเซอรินอิสระ	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ASTM D 6584	-	0.02
กลีเซอรินทั้งหมด	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ASTM D 6584	-	0.24
ปริมาณฟอสฟอรัส	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ASTM D4951	-	0.001
อุณหภูมิการกลั่น เทียบเท่า ที่ความดันบรรยากาศกลั่น ได้ร้อยละ 90	องศาเซลเซียส	ASTM D 1180	-	360

ที่มา: ชัยศรี (2558)

ตารางที่ ก.3 มาตรฐานน้ำมันไบโอดีเซลตามมาตรฐาน DIN E 51606 ของประเทศเยอรมนี

คุณสมบัติน้ำมันเชื้อเพลิง	หน่วย	วิธีทดสอบ	เกณฑ์ต่ำสุด	เกณฑ์สูงสุด
ค่าความถ่วงจำเพาะ ที่ 15 °C	กรัม/มิลลิเมตร	ISO 3675	0.875	0.900
ค่าความหนืด ที่ 40 °C	ตารางมิลลิเมตร/ วินาที	ISO 3104	3.5	5.0
จุดวาบไฟ	องศาเซลเซียส	ISO 2719	100	-
จุดจุดดับไส้กรอง (CEPP)		DIN EN 116	*	0
15 เม.ย.-30 ก.ย.		*	-	0
10 ต.ค.-15 พ.ย.	องศาเซลเซียส	-	-	-10
16 พ.ย.-28 ก.พ.		-	-	-20
1 มี.ค.-14 เม.ย.		-	-	-10
ปริมาณกำมะถัน	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ISO 4266	-	0.01
กากถ่านคอนราสสัน (ร้อยละ 10 ของกากที่เหลือ)	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ISO 10300	-	0.30
ค่าซีเทน		ISO 5165	49	-
เถ้า	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ISO 6245	-	0.01
น้ำ	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ASTM D 1744	-	300
มลพิษทั้งหมด	ร้อยละโดยน้ำหนัก	DIN 51419	-	20
การกัดกร่อนทองแดง ที่ 50 °C 3 ชั่วโมง	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ISO 2160	-	1
ค่าความเป็นกลาง	ร้อยละโดยน้ำหนัก	DIN51558part1	-	0.5
เมทานอล	ร้อยละโดยน้ำหนัก	**	-	0.3
โมโนกลีเซอไรด์	ร้อยละโดยน้ำหนัก	**	-	0.8
ไดกลีเซอไรด์	ร้อยละโดยน้ำหนัก	**	-	0.1
ไตรกลีเซอไรด์	ร้อยละโดยน้ำหนัก	**	-	0.1
กลีเซอรอลอิสระ	ร้อยละโดยน้ำหนัก	**	-	0.02
กลีเซอรอลทั้งหมด	ร้อยละโดยน้ำหนัก	**	-	0.25
ค่าไอโอดีน	กรัม/100กรัม	DIN53241part1	-	115
ฟอสฟอรัส	องศาเซลเซียส	**	-	10