

รายการอ้างอิง

- [1] Helwani, Z.; Othman, M.R.; Aziz, N., Kim, J. and Fernando, W.J.N. Solid heterogeneous catalysts for transesterification of triglycerides with methanol : A review. Applied Catalysis A : General 363 (2009) : 1–10.
- [2] Corma, A.; Hamid, S.B.A.; Iborra, S. and Velty, A. Lewis and Bronsted basic active site on solid catalysts and their role in the synthesis of monoglycerides. Journal of Catalysis 234 (2005) : 340-347.
- [3] Corma, A.; Iborra, S.; Miquel, S. and Primo, J. Catalyst for the production of fine chemical. Journal of Catalyst 173 (1998) : 315-321.
- [4] Centi, G. and Van Santen, R. A. 2007. Catalysis for renewable United State of America : John wiley & Sons.
- [5] Wittcoff, H.A. and Reuben, B.G. 1996. Industrial organic chemicals. United State of America : John wiley & Sons.
- [6] Zheng, Y.; Chen, X. and Shen, Y. Commodity chemical derived from glycerol, an important biorefinery feedstock. Chemical reserve. 108 (2008) : 5253-5277.
- [7] Wikipedia, Fatty acid methyl ester [Online], 2010, Available from : http://en.wikipedia.org/wiki/Fatty_acid_methyl_ester. [2010, April 6].
- [8] จตุพร วิทยาคุณ และ นุรักษ์ กฤษดานุรักษ์. การเร่งปฏิกิริยา : พื้นฐานและการประยุกต์. กรุงเทพฯ: โรงพิมพ์มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์, 2547.
- [9] สมชัย อัครทิวา. ความรู้พื้นฐานทางวิศวกรรมของปฏิกิริยาเชิงเร่ง. กรุงเทพฯ : สำนักพิมพ์ท็อป, 2546.
- [10] Bartholomew, C. H. and Farrauto, R.J. 2004. Fundamentals of industrial catalytic process. United State of America : Elsevier Academic Press.
- [11] Wypch, F. and Satyanarayana, K. G. 2004. Clay Surface : Fundamentals and application. United State of America : Elsevier Academic Press.
- [12] Carlino, S. The intercalation of carboxylic acids into layered double hydroxides : a critical evaluation and review of the different methods. Solid state Ionic 98 (1997) : 73-84.

- [13] He, J.; Wei, M.; Li, B.; Kang, Y.; Evans, D.G. and Duan, X. 2005. Preparation of layered double hydroxides. Structure Bond 119 (2006) : 89-119.
- [14] Li, F. and Duan, X. Application of layered double hydroxides. Structure Bond 119 (2006) : 119-223.
- [15] Hoyo, C. D. Layered double hydroxides and human health : An overview. Applied Clay Science 36 (2007) : 103-121.
- [16] Newman, S. P. and Jones, W. Synthesis, characterization and application of layered double hydroxides containing guest. New Journal of Chemistry (1998) : 105-115.
- [17] Wikipedia, Layered double hydroxides [Online], 2010, Available from : http://en.wikipedia.org/wiki/Layered_double_hydroxides. [2010, August 25].
- [18] Stanimirova, T. and Hibino, T. Ethylene glycol interaction in MgAlCO₃ hydrotalcite and its low temperature intermediate phases. Applied Clay Science. 31(2006) : 65-75.
- [19] Bhattacharyya, A. A.; Woltermann, G. M.; Yoo, J.S.; Karch, A. and Cormier, W. E. Catalytic SO_x abatement : the role of magnesium aluminate spinel in the removal of SO_x from fluid catalytic cracking (FCC) flue gas. Industrial & Engineering Chemistry Research 27 (1998): 1356.
- [20] Orthman, J.; Zhu, H.Y. and Lu, G.Q. Use of anion clay hydrotalcite to remove coloured organics from aqueous solutions. Separation and Purification Technology 31 (2003) : 53.
- [21] Ulibarri, M.A.; Pavlovic, I.; Barriga, C.; Hermosin, M.C. and Cornejo, J. Adsorption of anionic species on hydrotalcite-like compounds : effect of interlayer anion and crystallinity. Applied Clay science 18 (2001) : 17-27.
- [22] Choy, J.H. and Son, Y. H. Intercalation of Vitamer into LDH and Their Controlled Release Properties. Bulletin of the Korean Chemical Society 25 (2004) : 122-126.
- [23] Miyata, S. and Kuroda, M. Method for inhibiting the thermal or ultraviolet degradation of thermoplastic resin and thermoplastic resin composition having stability to thermal or ultraviolet degradation. US patent 4,299,759 (1991).
- [24] Wikipedia, Alkoxide [Online], 2010, Available from : <http://en.wikipedia.org/wiki/Alkoxide>. [2010, June 7].

- [25] Gardner, E.; Huntoon, K.M. and Pinnavaia, T. J. Direct synthesis of alkoxide-Intercalated derivatives of hydrotalcite-like Layered double hydroxide : Precursors for the formation of colloidal Layered double hydroxide suspension and transparent Thin films. Advanced Materials 13 (2006) : 1263-1266.
- [26] Costantino, U.; Marmottini, F.; Nocchetti, M. and Vivani, R. New Synthetic Routes to Hydrotalcite-Like Compounds - Characterisation and Properties of the Obtained Materials. European Journal of Inorganic Chemistry 1998 (1998) : 1439-1446.
- [27] Choudary, B. M.; Kantam, M. L.; Reddy, C. R. V.; Bharathi, B. and Figueras, F. Wadsworth-Emmons reaction : the unique catalytic reaction by a solid base. Journal of Catalysis 218 (2003) : 191-200.
- [28] Choudary, B.M.; Kantam, M. L.; Kavita, B.; Reddy, Ch. V.; Koteswara Rao, K. and Figueras, F. Aldol condensation catalysed by novel Mg-Al-O-*t*-Bu hydrotalcite. Tetrahedron Letters 39 (1998) : 3555-3558.
- [29] Koteswara Rao, K.; Gravelle, M.; Sanchez, J. and Figueras, F. Activation of Mg-Al Hydrotalcite Catalysts for Aldol Condensation Reactions. Journal of Catalysis 173 (1998) : 115.
- [30] Choudary, B.M.; Kantam, M. L.; Reddy, Ch. V.; Aranganathan, S.; Santhi, P. L. and Figueras, F. Mg-Al-O-*t*-Bu hydrotalcite : a new and efficient heterogeneous catalyst for transesterification. Journal of Molecular Catalysis A : Chemical 159 (2000) : 411-416.
- [31] Cavini, F.; Trifiro, E. and Vaccari, A. Hydrotalcite-type anionic clays: Preparation, properties and applications. Catalysis Today 11 (1991) : 173.
- [32] Sharma, U.; Tyagi, B. and Jasra, R. V. Synthesis and characterization of Mg-Al-CO₃ layered double hydroxide for CO₂ adsorption. Industrial & Engineering Chemistry Research 47 (2008) : 9588-9595.
- [33] Sharma, S.K.; Parikh, P. A. and Jasra, R.V. Eco-friendly synthesis of jasminaldehyde by condensation of 1-heptanal with benzaldehyde using hydrotalcite as a solid base catalyst. Journal of Molecular Catalysis A : Chemical 286 (2008) : 57-58.

- [34] Greenwell, H. C.; Stackhouse, S.; Coneney, P. V. and Jones, W. A density functional theory study of catalytic trans-esterification by tert-butoxide MgAl anionic clay. Journal of Physical Chemistry B 107 (2003) : 3467-3485.



ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

การคำนวณการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์จากสารละลายผสมของเกลือไนเตรตของโลหะแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมกับโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) และเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์สอดแทรกด้วยแอลคอกไซด์โดยวิธีการแลกเปลี่ยนไอออน โดยเกลือโลหะและชนิดของโลหะแอลคอกไซด์ที่ใช้ในการเตรียมแสดงดังตารางที่ ก1

ตารางที่ ก1 มวลโมเลกุลของเกลือโลหะและชนิดของโลหะแอลคอกไซด์ที่ใช้ในการทดลอง

ชนิดสารประกอบโลหะ	มวลโมเลกุล (กรัม/โมล)
$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	256.41
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	375.13
Na_2CO_3	106
CH_3OK	54.02
$\text{C}_2\text{H}_5\text{ONa}$	84.16
<i>i</i> - $\text{C}_3\text{H}_7\text{OLi}$	66.03
<i>t</i> - $\text{C}_4\text{H}_9\text{OK}$	112.21

ตัวอย่างที่ 1 การคำนวณปริมาณสารในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา MgAl LDH ที่มีอัตราส่วนโดยโมล Mg/Al เป็น 3 โดยแยกเป็น 2 ส่วน ดังนี้

ส่วนที่ 1 การเตรียมสารละลายผสมของเกลือไนเตรตของโลหะ 2 ชนิด โดยใช้ $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.09 โมล กับ $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 0.03 โมล ปริมาตรของสารละลายรวม 80 มิลลิลิตร สามารถคำนวณได้ดังนี้

$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ จำนวน 0.09 โมล คิดเป็นน้ำหนัก $0.09 \times 256.41 = 23.0769$ กรัม

$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ จำนวน 0.03 โมล คิดเป็นน้ำหนัก $0.03 \times 375.13 = 11.2539$ กรัม

ดังนั้นใช้ $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 23.0769 กรัม ผสมกับ $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 11.2539 กรัม เติมน้ำกลั่น ปริมาตร 80 มิลลิลิตรเป็นตัวทำละลาย

ส่วนที่ 2 การคำนวณปริมาณสารของตัวตกตะกอน Na_2CO_3

เตรียมสารละลาย Na_2CO_3 ที่มีความเข้มข้น 2.0 โมลต่อลิตร ปริมาตร 250 มิลลิลิตร

ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร มี Na_2CO_3 เท่ากับ 2.0 โมล

ปริมาตร 250 มิลลิลิตร มี Na_2CO_3 เท่ากับ 0.5 โมล

ดังนั้นใช้ Na_2CO_3 $40 \times 0.5 = 20$ กรัม มาละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 250 มิลลิลิตร

ตัวอย่างที่ 2 การคำนวณปริมาณสารในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา MgAl LDH สอดแทรกด้วย เตรีต-บิวทอกไซด์ ดังนี้

การเตรียมสารละลายของโลหะเตริต-บิวทอกไซด์ โดยใช้ $t\text{-C}_4\text{H}_9\text{OK}$ 0.10 โมล ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร มี $t\text{-C}_4\text{H}_9\text{OK}$ เท่ากับ 0.10 โมล

ปริมาตร 100 มิลลิลิตร มี $t\text{-C}_4\text{H}_9\text{OK}$ เท่ากับ 0.01 โมล

ดังนั้นใช้ $t\text{-C}_4\text{H}_9\text{OK}$ $112.21 \times 0.01 = 1.1221$ กรัม มาละลายใน THF ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

การคำนวณปริมาณสารในการศึกษาการดูดซับของตัวเร่งปฏิกิริยา

เตรียมสารละลายของกลีเซอรอลและเมทิลลอรเรตที่มีความเข้มข้น 0.05, 0.10, 0.25 และ 0.40 โมลต่อลิตร ปริมาตร 25 มิลลิลิตร โดยใช้ 1,4-ไดออกเซนเป็นตัวทำละลาย

ตัวอย่าง การคำนวณปริมาณกลีเซอรอลและเมทิลลอรเรตที่มีความเข้มข้น 0.05 โมลต่อลิตร ดังนี้

การเตรียมสารละลายกลีเซอรอลเข้มข้น 0.05 โมลต่อลิตร ปริมาตร 25 มิลลิลิตร

ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร มี กลีเซอรอล เท่ากับ 0.05 โมล

ปริมาตร 25 มิลลิลิตร มี กลีเซอรอล เท่ากับ 0.00125 โมล

ดังนั้นใช้ กลีเซอรอล $92.09 \times 0.00125 = 0.1151$ กรัม มาละลายใน 1,4-ไดออกเซน ปริมาตร 25 มิลลิลิตร

การเตรียมสารละลายเมทิลลอรเรตเข้มข้น 0.05 โมลต่อลิตร ปริมาตร 25 มิลลิลิตร

ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร มี เมทิลลอรเรต เท่ากับ 0.05 โมล

ปริมาตร 25 มิลลิลิตร มี เมทิลลอรเรต เท่ากับ 0.00125 โมล

ดังนั้นใช้ เมทิลลอรเรต $214.35 \times 0.00125 = 0.2679$ กรัม มาละลายใน 1,4-ไดออกเซน ปริมาตร 25 มิลลิลิตร

ภาคผนวก ข

การคำนวณปริมาณสารเคมีในปฏิกิริยา

การคำนวณการหาอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลและเมทิลลอรเรต

ตัวอย่าง การคำนวณปริมาณสารในปฏิกิริยา ที่มีอัตราส่วนโดยโมลกลีเซอรอลต่อเมทิลลอรเรต 6

ต่อ 1 เป็นดังนี้

น้ำหนักโมเลกุลของเมทิลลอรเรต = 214.35 กรัม/โมล

น้ำหนักโมเลกุลของกลีเซอรอล = 92.09 กรัม/โมล

กำหนดน้ำหนักรวมของสารเคมีตั้งต้นในปฏิกิริยา 20 กรัม อัตราส่วนโดยโมลกลีเซอรอลต่อเมทิลลอรเรต 6 ต่อ 1

น้ำหนักของเมทิลลอรเรต 1×214.35 กรัม/โมล = 214.35 กรัม

น้ำหนักของกลีเซอรอล 6×92.09 กรัม/โมล = 552.54 กรัม

น้ำหนักรวมของเมทิลลอรเรตและกลีเซอรอล = 766.89 กรัม

ปริมาณเมทิลลอรเรต

น้ำหนักรวมสารตั้งต้น 766.89 กรัม มี เมทิลลอรเรต 214.35 กรัม

น้ำหนักรวมสารตั้งต้น 20 กรัม มี เมทิลลอรเรต 5.5901 กรัม

ปริมาณกลีเซอรอล

น้ำหนักรวมสารตั้งต้น 766.89 กรัม มี กลีเซอรอล 552.54 กรัม

น้ำหนักรวมสารตั้งต้น 20 กรัม มี กลีเซอรอล 14.4099 กรัม

ดังนั้นใช้ เมทิลลอรเรตหนัก 5.5901 กรัม ผสมกับ กลีเซอรอลหนัก 14.4099 กรัม ในการทำปฏิกิริยา

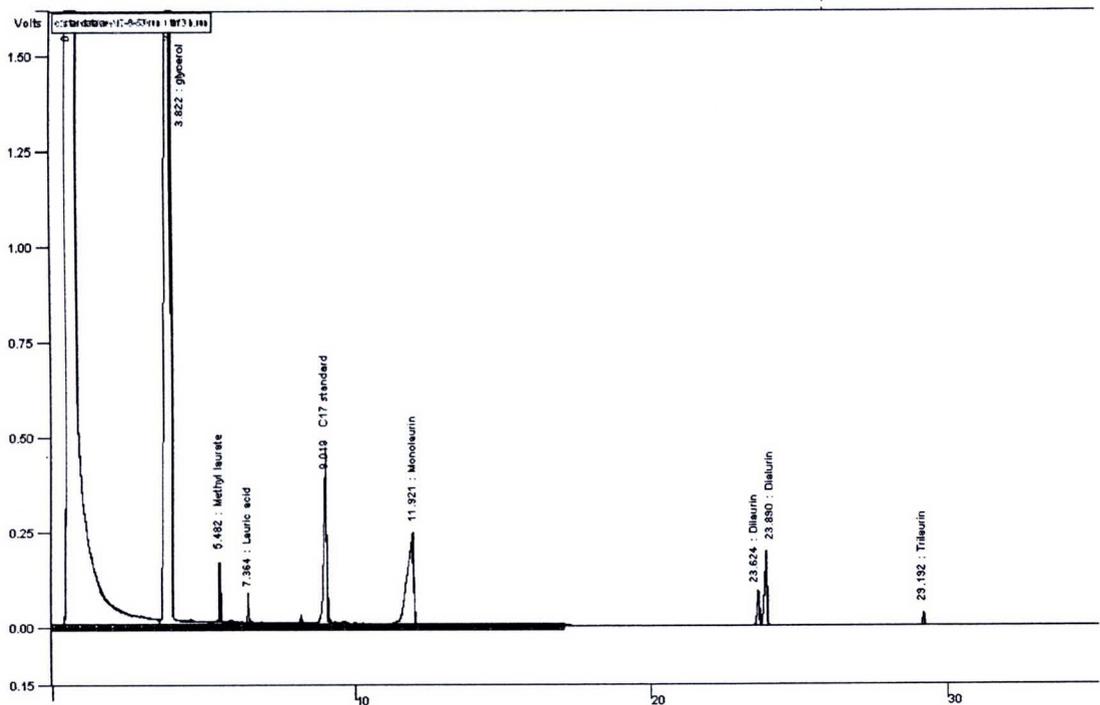
การคำนวณปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา

ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 4 โดยน้ำหนักเทียบกับเมทิลลอรเรต ดังนั้น เมทิลลอรเรต 5.5901 กรัม คิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา 0.2236 กรัม

ภาคผนวก ค

การวิเคราะห์ปริมาณเมทิลเอสเทอร์และกลีเซอไรด์ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟี

เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีที่ใช้วิเคราะห์ คือ เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี รุ่น CP-3800 ของ Varian ซึ่งประกอบด้วยดีเทคเตอร์ชนิด FID (flame ionization detector) และคอลัมน์ชนิด Capillary column โดยใช้ภาวะดังแสดงในตารางที่ 3.1 โครมาโทแกรมดังรูปที่ ค1



รูปที่ ค1 ตัวอย่างโครมาโทแกรมในการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันของเมทิลลอเรตกับกลีเซอรอลบนตัวเร่งปฏิกิริยา $t\text{-C}_4\text{H}_9\text{O}^- \text{MgAl LDH}$

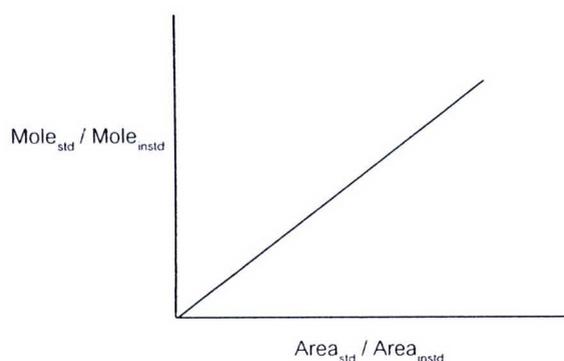
การคำนวณหาปริมาณเมทิลเอสเทอร์และกลีเซอไรด์

การหาปริมาณเมทิลเอสเทอร์และกลีเซอไรด์ในผลิตภัณฑ์ในงานวิจัยนี้ใช้วิธี internal standard โดยใช้เส้นโค้งสอบเทียบของเมทิลเอสเทอร์และกลีเซอไรด์มาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน ซึ่งเส้นโค้งสอบเทียบเป็นกราฟระหว่างอัตราส่วนพื้นที่พีค (แกน X) และอัตราส่วนโดยโมลของสารมาตรฐาน (แกน Y) โดยสามารถคำนวณได้จากสมการที่ ค1 และ ค 2

$$\text{อัตราส่วนพื้นที่พีค} = \frac{\text{พื้นที่พีคของสารมาตรฐาน (Area}_{\text{std}})}{\text{พื้นที่พีคของ Internal standard (Area}_{\text{instd}})} \quad (\text{ค1})$$

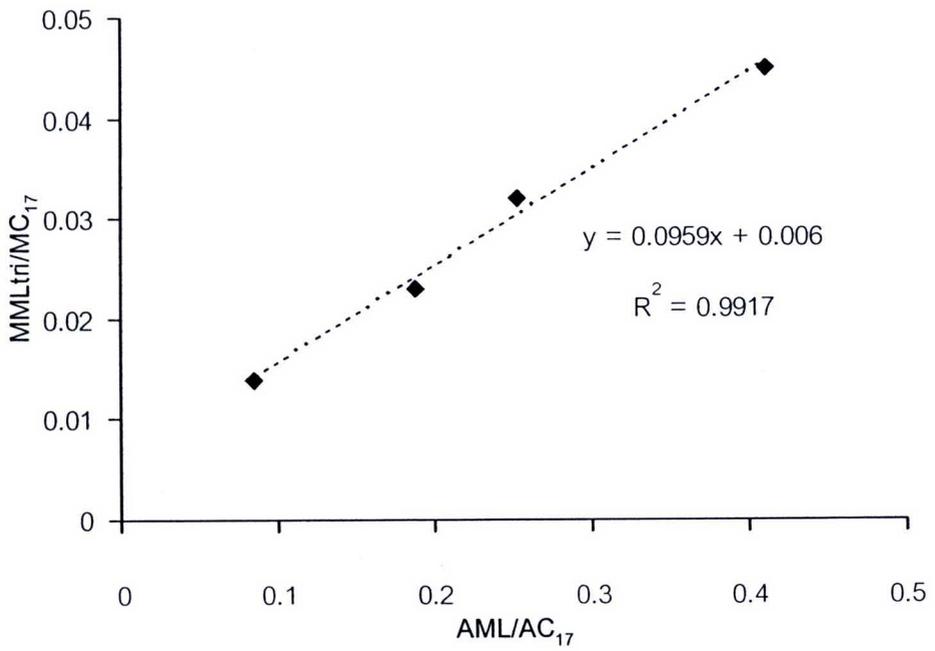
$$\text{อัตราส่วนโดยโมล (mol/mol)} = \frac{\text{ปริมาณของสารมาตรฐาน (Mole}_{\text{std}})}{\text{ปริมาณของ Internal standard Mole}_{\text{instd}}} \quad (\text{ค2})$$

และเมื่อเขียนกราฟระหว่างอัตราส่วนพื้นที่พีคกับอัตราส่วนโมลของสารมาตรฐานเมทิลเอสเทอร์ และกลีเซอไรด์เทียบกับ internal standard จะได้เส้นโค้งสอบเทียบ ดังรูป

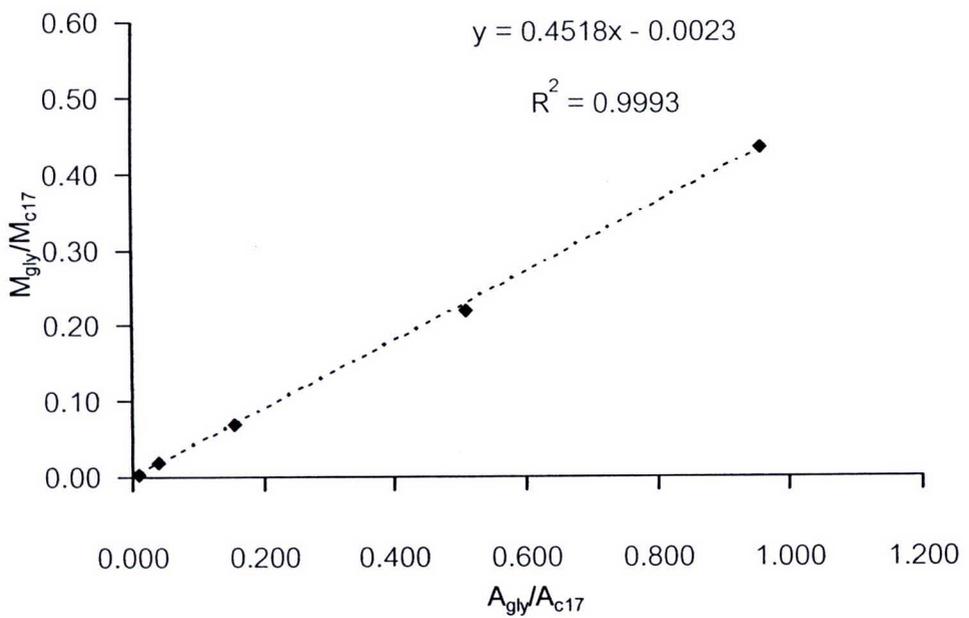


เมื่อ	Area_{std}	=	พื้นที่พีคของสารมาตรฐาน
	$\text{Area}_{\text{instd}}$	=	พื้นที่พีคของ Internal standard
	Mole_{std}	=	จำนวนโมลของสารมาตรฐาน
	$\text{Mole}_{\text{instd}}$	=	จำนวนโมลของ Internal standard

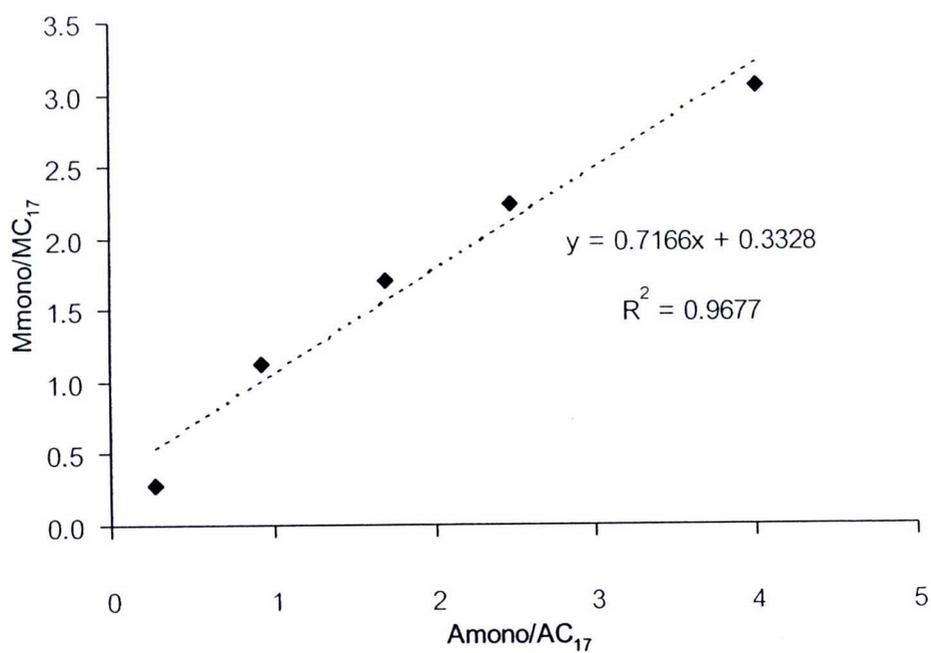
โดยเส้นโค้งที่ได้จากการวิเคราะห์สารผลิตภัณฑ์บริสุทธิ์ความเข้มข้นต่างๆ เทียบกับสารมาตรฐาน (Methyl heptadecanoate เข้มข้น 30 wt%) แสดงดังรูป ค2 ถึง ค6



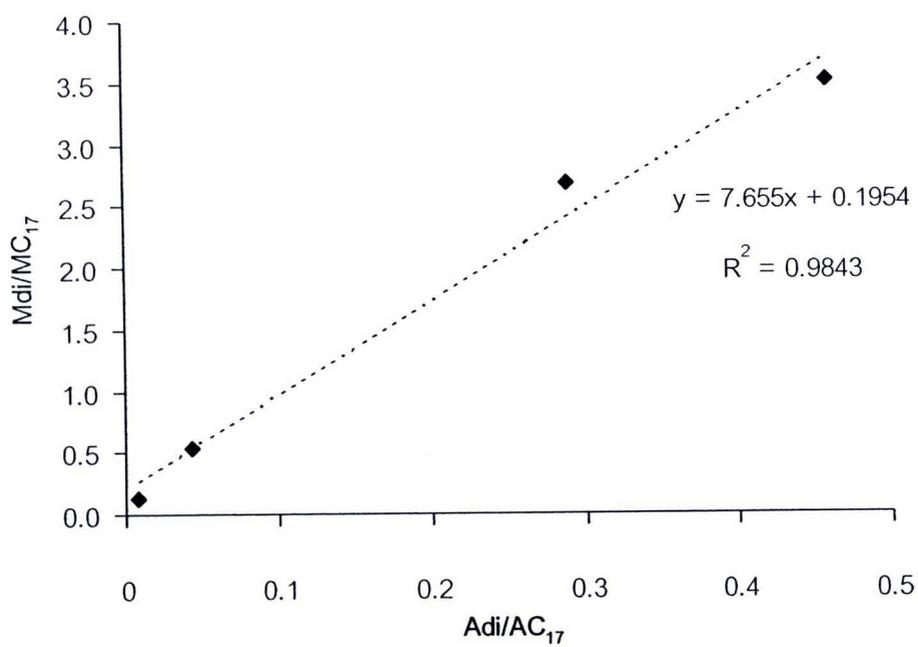
รูปที่ ค2 เส้นโค้งสอบเทียบของสารมาตรฐานเมทิลลอรเดต



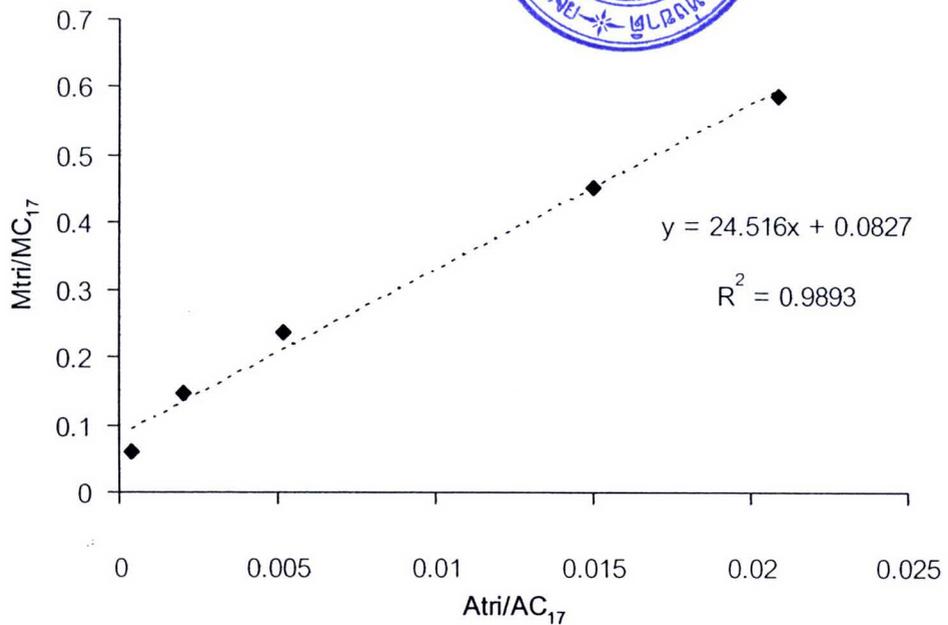
รูปที่ ค3 เส้นโค้งสอบเทียบของสารมาตรฐานกลีเซอรอล



รูปที่ ค4 เส้นโค้งสอบเทียบของสารมาตรฐานโมนอลอริน



รูปที่ ค5 เส้นโค้งสอบเทียบของสารมาตรฐานไดลอริน



รูปที่ ค6 เส้นโค้งสอบเทียบของสารมาตรฐานไตรลอริน

กลีเซอไรด์แต่ละกลุ่มจะปรากฏเป็นพีคเล็กๆ ดังแสดงในรูปที่ ค1 โดยต้องนำพีคมารวมกันแล้วคำนวณเปอร์เซ็นต์ของโมน-, โด- และไตรกลีเซอไรด์จากพื้นที่ใต้พีครวมในแต่ละกลุ่มเทียบกับเส้นโค้งสอบเทียบของสารมาตรฐานตามสมการต่อไปนี้

1) สมการเทียบเส้นโค้งสอบเทียบของสารมาตรฐานเมทิลลอรเรต

$$M_{ML} / M_{instd} = a_{ML} (A_{ML} / A_{instd}) + b_{ML}$$

โดยที่

- M_{ML} = น้ำหนักของเมทิลลอรเรต (มิลลิกรัม)
- M_{instd} = น้ำหนักของ internal standard (มิลลิกรัม)
- A_{ML} = พื้นที่พีคของเมทิลลอรเรต
- A_{instd} = พื้นที่พีคของ internal standard
- a_{ML} และ b_{ML} = ค่าคงที่จากเส้นโค้งสอบเทียบของสารมาตรฐานเมทิลลอรเรต

หมายเหตุ internal standard คือ Methyl heptadecanoate เข้มข้น 30 wt%

2) สมการเทียบเส้นโค้งสอบเทียบของสารมาตรฐานกลีเซอรอล

$$M_{GLY}/M_{instd} = a_{GLY} (A_{GLY}/A_{instd}) + b_{GLY}$$

โดยที่	M_{GLY}	=	น้ำหนักของกลีเซอรอล (มิลลิกรัม)
	M_{instd}	=	น้ำหนักของ internal standard (มิลลิกรัม)
	A_{GLY}	=	พื้นที่พีคของกลีเซอรอล
	A_{instd}	=	พื้นที่พีคของ internal standard
	a_{GLY} และ b_{GLY}	=	ค่าคงที่จาก เส้นโค้งสอบเทียบของสารมาตรฐานกลีเซอรอล

หมายเหตุ internal standard คือ Methyl heptadecanoate เข้มข้น 30 wt%

3) สมการเทียบเส้นโค้งสอบเทียบของสารมาตรฐานกลีเซอไรด์

$$M_m/M_{instd} = a_m(A_m/A_{instd}) + b_m$$

$$M_d/M_{instd} = a_d(A_d/A_{instd}) + b_d$$

$$M_t/M_{instd} = a_t(A_t/A_{instd}) + b_t$$

โดยที่ M_m, M_d, M_t = น้ำหนักของโมโนกลีเซอไรด์, ไดกลีเซอไรด์และไตรกลีเซอไรด์ (มิลลิกรัม)

ตามลำดับ

M_{instd} = น้ำหนักของ internal standard (มิลลิกรัม)

A_m, A_d, A_t = พื้นที่พีคของโมโนกลีเซอไรด์, ไดกลีเซอไรด์และไตรกลีเซอไรด์

ตามลำดับ

A_{instd} = พื้นที่พีคของ internal standard

a_m และ b_m = ค่าคงที่จาก เส้นโค้งสอบเทียบของสารมาตรฐานสำหรับโมโนกลีเซอไรด์

a_d และ b_d = ค่าคงที่จาก เส้นโค้งสอบเทียบของสารมาตรฐานสำหรับไดกลีเซอไรด์

a_t และ b_t = ค่าคงที่จาก เส้นโค้งสอบเทียบของสารมาตรฐานสำหรับไตรกลีเซอไรด์

เมื่อคำนวณปริมาณของโมโน-, ได- และไตรกลีเซอไรด์จากเส้นโค้งสอบเทียบของสารมาตรฐานแล้ว นำปริมาณที่คำนวณได้มาเทียบหาปริมาณโมโน-, ได- และไตรกลีเซอไรด์ทั้งหมดที่เกิดขึ้นในปฏิกิริยา 20 กรัม แสดงการคำนวณได้ดังนี้

จาก	M_{GC}	0.1xxx กรัม	มี M_m or M_d or M_t	A	มิลลิกรัม	
	$M_{sampling+pyridine}$	B	กรัม	มี M_m or M_d or M_t	C	มิลลิกรัม
	$M_{sampling}$	D	กรัม	มี M_m or M_d or M_t	C	มิลลิกรัม
	$M_{total reaction}$	20	กรัม	มี M_m or M_d or M_t	E	มิลลิกรัม

เมื่อ	M_{GC}	=	น้ำหนักของปริมาณสารผลิตภัณฑ์ในการฉีด GC
	M_m, M_d, M_t	=	น้ำหนักของโมโนกลีเซอไรด์, ไดกลีเซอไรด์และไตรกลีเซอไรด์ (มิลลิกรัม)ตามลำดับ
	$M_{\text{sampling+pyridine}}$	=	น้ำหนักรวมของปริมาณสารผลิตภัณฑ์ที่ sampling และ pyridine ในการเจือจาง
	M_{sampling}	=	น้ำหนักรวมของปริมาณสารผลิตภัณฑ์ที่ sampling
	$M_{\text{total reaction}}$	=	น้ำหนักรวมของสารเคมีในปฏิกิริยา 20 กรัม

4) การคำนวณเปอร์เซ็นต์ผลได้ของกลีเซอไรด์

คำนวณเปอร์เซ็นต์โดยโมล (mol %) ของโมโน-, ได- และไตรกลีเซอไรด์ โดยการคำนวณดังสมการ

$$Y_M = [(M_m / M.W. \text{ of monolaurin}) / (M_{ML} / M.W. \text{ of methyl laurate})] \times 100$$

$$Y_D = [(M_d / M.W. \text{ of diaurin}) / (M_{ML} / M.W. \text{ of methyl laurate})] \times 100$$

$$Y_T = [(M_t / M.W. \text{ of trilaurin}) / (M_{ML} / M.W. \text{ of methyl laurate})] \times 100$$

โดยที่	Y_M, Y_D, Y_T	=	เปอร์เซ็นต์ผลได้ของโมโน-, ได- และไตรกลีเซอไรด์
	M_{MLi}	=	ปริมาณเมทิลลอเรตตั้งต้น (กรัม)

5) การคำนวณเปอร์เซ็นต์การเลือกจำเพาะต่อผลิตภัณฑ์ของกลีเซอไรด์

$$\% \text{ Selectivity} = \frac{Y_M}{Y_M + Y_D + Y_T} \times 100$$

6) การคำนวณเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนของเมทิลลอเรต

$$\% \text{ Methyl laurate conversion} = \frac{M_{MLi} - M_{MLO}}{M_{MLi}} \times 100$$

โดยที่	M_{MLi}	=	น้ำหนักเมทิลลอเรตเริ่มต้น (มิลลิกรัม)
	M_{MLO}	=	น้ำหนักเมทิลลอเรตที่เหลือ (มิลลิกรัม)

ตัวอย่างที่ 1 การคำนวณหาค่าคงที่สมการเส้นโค้งสอบเทียบของสารมาตรฐานโมโนลอริน

No. conc.	M_m	M_{instd}	M_m/M_{instd}	A_m	A_{instd}	A_m/A_{instd}
1	0.86	3.085	0.280	1421849	5130912	0.277
2	3.45	3.085	1.119	4503273	4856662	0.927
3	5.18	3.050	1.698	7254171	4293282	1.690
4	6.90	3.085	2.238	11450248	4630908	2.473
5	11.22	3.050	3.050	17842162	4446675	4.012

No. conc.	X	Y	X^2	Y^2	XY
1	0.277	0.280	0.07679	0.0783	0.07752
2	0.927	1.119	0.85977	1.2521	1.037543
3	1.690	1.698	2.85494	2.8822	2.868538
4	2.473	2.238	6.11361	5.0083	5.533429
5	4.012	3.050	16.09994	9.3025	12.23804

หมายเหตุ X แทน A_m/A_{instd} และ Y แทน M_m/M_{instd}

และ $(\sum X)^2 = 87.96659$ $(\sum Y)^2 = 70.29705$ $N = 5$

$\sum X = 9.379$	$\sum Y = 8.384$	$\sum X^2 = 26.00504$	$\sum Y^2 = 15.6411$	$\sum XY = 21.75507$
------------------	------------------	-----------------------	----------------------	----------------------

คำนวณหาค่าคงที่สมการเส้นโค้งมาตรฐานจากสมการ

$$a_m = \frac{(N \times \sum XY) - (\sum X \times \sum Y)}{(N \times \sum X^2) - (\sum X)^2} \quad \text{และ} \quad b_m = \frac{\sum Y - (a_m \times \sum X)}{N}$$

$$\text{ดังนั้น} \quad a_m = \frac{(5 \times 21.75507) - (9.379 \times 8.384)}{(5 \times 26.00504) - 87.96659} = 0.7167$$

$$b_m = \frac{(8.384 - (0.7167 \times 9.379))}{5} = 0.475$$

ตัวอย่างที่ 2 การคำนวณเปอร์เซ็นต์ผลได้ของโมโน-, ได- และไตรลอรินในทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลกับเมทิลลอรเตบนตัวเร่งปฏิกิริยา $t\text{-C}_4\text{H}_9\text{O}^- \text{MgAl LDH}$ ที่ภาวะทำปฏิกิริยา คือ อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเมทิลลอรเต 6, เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง และน้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยา 4 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส

Glycerides	Ai	Ac17	Ai/Ac17	Mi/Mc17	Mi	Mi (total)	% Yields	% selectivity
Mono-	11323131	5485125	2.064	1.812	5.698	7.76	86.6	87.3
Di-	128103	5485125	0.233	0.374	1.175	1.60	10.7	10.8
Tri-	1743	5485125	0.0003	0.089	0.281	0.38	1.8	1.8

M_{GC}	0.1009 กรัม	มี M_m	5.699	มิลลิกรัม
$M_{\text{sampling+pyridine}}$	4.2748 กรัม	มี M_m	252.74	มิลลิกรัม
M_{sampling}	0.8152 กรัม	มี M_m	252.74	มิลลิกรัม
$M_{\text{total reaction}}$	25.0142 กรัม	มี M_m	7755.39	มิลลิกรัม
			7.75539	กรัม

คำนวณเปอร์เซ็นต์ผลได้ของโมโนลอรินจากสมการ

$$Y_M = [(M_m/M.W. \text{ of monolaurin}) / (M_{ML} / M.W. \text{ of methyl laurate})] \times 100$$

$$= [(7.76/274.4) / (6.9959 / 214.35)] \times 100 = 86.6$$

คำนวณเปอร์เซ็นต์การเลือกจำเพาะต่อโมโนโอเลอินจากสมการ

$$\% \text{ Selectivity} = \frac{Y_M}{Y_M + Y_D + Y_T} \times 100$$

$$= \frac{86.6}{86.6 + 10.7 + 1.8} \times 100 = 87.3$$

ตัวอย่างที่ 3 การคำนวณการเปลี่ยนของเมทิลลอรเตในทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลกับเมทิลลอรเตบนตัวเร่งปฏิกิริยา $t\text{-C}_4\text{H}_9\text{O}^- \text{MgAl LDH}$ ที่ภาวะทำปฏิกิริยา คือ อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเมทิลลอรเต 6, เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง และน้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยา 4 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส

AML	Ac17	AML/Ac17	MML/Mc17	MML (mg)	MMLf (total,g)	ML conversion (mol%)
51896	4156454	0.012	0.001	0.0051	0.007	99.0

คำนวณเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนของเมทิลลอเรตจากสมการ

$$\begin{aligned} \% \text{Methyl laurate conversion} &= \frac{M_{MLi} - M_{MLf}}{M_{MLi}} \times 100 \\ &= \frac{6.9959 - 0.007}{0.007} \times 100 \\ &= 99.0 \end{aligned}$$

โดยที่

$$\begin{aligned} M_{MLi} &= \text{น้ำหนักเมทิลลอเรตเริ่มต้น (กรัม)} \\ M_{MLf} &= \text{น้ำหนักเมทิลลอเรตที่เหลือ (กรัม)} \end{aligned}$$

ตัวอย่างที่ 4 การคำนวณปริมาณการดูดซับของสารตั้งต้นเมทิลลอเรตของตัวเร่งปฏิกิริยา $t\text{-C}_4\text{H}_9\text{O}^- \text{-MgAl LDH}$ ที่ภาวะอุณหภูมิห้อง 24 ชั่วโมง ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเท่ากับ 0.05 กรัม

Conc. (M)	AML	Ac17	AML/Ac17	MML/Mc17	MML mg	MML, final (in 20 mL, g)	MML, ads (mole)	Adsorption capacity (mol/g _{cat})	Equilibrium conc. (mol/L)
0.05	191981	2758855	0.070	0.008	0.024	0.026	0.001	0.0173	0.0060
0.10	699454	1824874	0.383	0.044	0.135	0.138	0.001	0.0263	0.0322
0.25	1708158	3922512	0.435	0.051	0.153	0.183	0.004	0.0785	0.0428
0.40	2650486	1373287	1.930	0.224	0.679	0.782	0.004	0.0839	0.1823

ที่ ความเข้มข้น 0.4 โมลต่อลิตร

M_{GC}	0.1	มิลลิลิตร	มี M_{ML}	0.679	มิลลิกรัม
$M_{\text{sampling+pyridine}}$	6	มิลลิลิตร	มี M_{ML}	39.081	มิลลิกรัม
M_{sampling}	1	มิลลิลิตร	มี M_{ML}	39.081	มิลลิกรัม
$M_{\text{total reaction}}$	20	มิลลิลิตร	มี M_{ML}	781.62	มิลลิกรัม
				0.7816	กรัม

$$\begin{aligned} \text{Adsorption capacity (mol/g}_{\text{cat}}) &= [M_{MLi} - M_{ML}] / 0.05 \\ &= [(1.7148 - 0.7816) / 214.35] / 0.05 = 0.0839 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Equilibrium concentration (mol/L)} &= [(M_{ML} / 214.35) * 1000] / 20 \\ &= [(0.7816 / 214.35) * 1000] / 20 = 0.1823 \end{aligned}$$

ภาคผนวก ง

การคำนวณระยะห่างระหว่างระนาบและระยะห่างช่องว่างระหว่างชั้น

การคำนวณระยะห่างระหว่างระนาบและระยะช่องว่างระหว่างชั้น

การคำนวณระยะห่างระหว่างระนาบและระยะห่างช่องว่างระหว่างชั้นอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์โดยเทคนิค XRD

$$\text{จากสมการ "Bragg's Equation"} \quad d \sin \theta = n\lambda \quad (\text{ง1})$$

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ, อังสตรอม (interplanar spacing, Å)

λ คือ ความยาวคลื่น, อังสตรอม (wavelength, Å)

θ คือ มุมตกกระทบของรังสีเอ็กซ์กับระนาบ

n คือ จำนวนเต็ม

ตัวอย่าง การคำนวณระยะห่างระหว่างระนาบ (d) และระยะห่างช่องว่างระหว่างชั้น (ILS) ของตัวเร่งปฏิกิริยา $t\text{-C}_4\text{H}_9\text{O}^- \text{-MgAl LDH}$ เป็นดังนี้

กำหนด ความหนาของชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ (Metal hydroxide layer) เท่ากับ 4.8 อังสตรอม

λ เท่ากับ 1.54 อังสตรอม

n เท่ากับ 1

ILS คือ ระยะห่างช่องว่างระหว่างชั้น

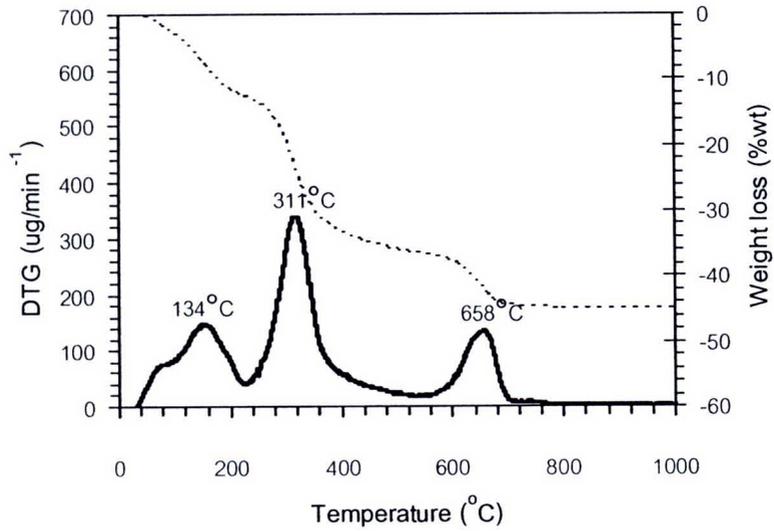
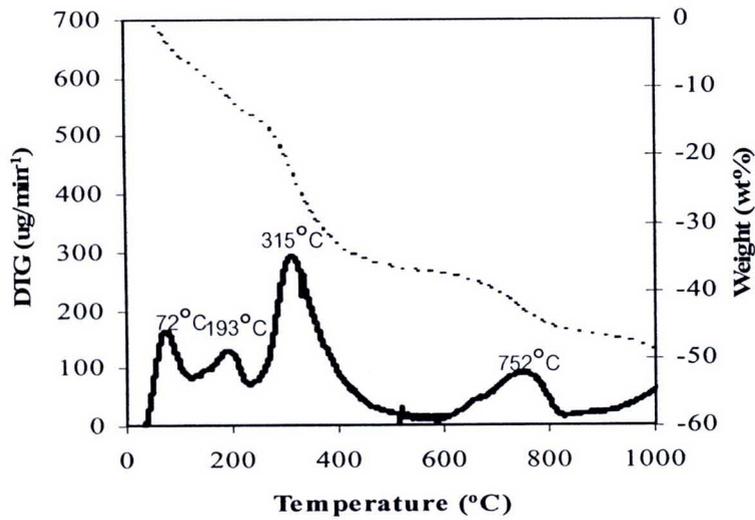
พิจารณาจากระนาบ (003) 2θ เท่ากับ 10.88 , θ เท่ากับ 5.44

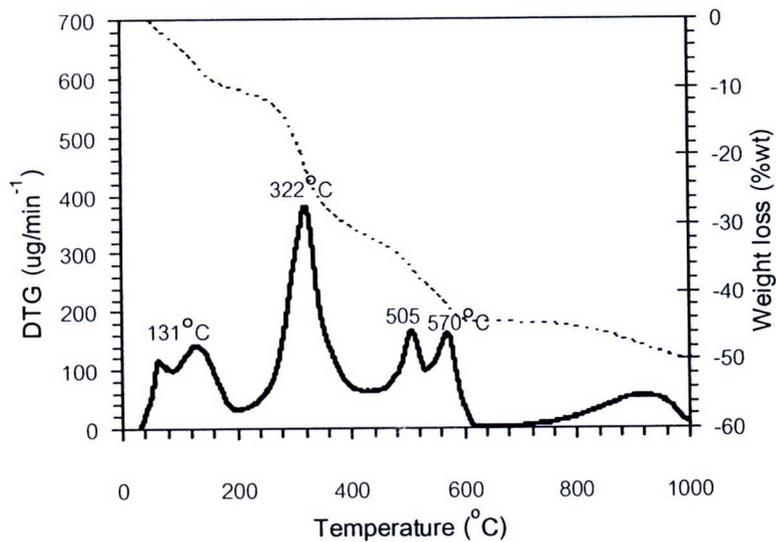
$$\begin{aligned} d_{(003)} &= n\lambda/\sin\theta \\ &= (1)(1.54) / \sin(5.44) \\ &= 8.08 \text{ อังสตรอม} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{จาก } d_{(003)} &= \text{ILS} + \text{Metal hydroxide layer} \\ \text{ILS} &= d_{(003)} - \text{Metal hydroxide layer} \\ &= 8.08 - 4.80 \\ &= 3.28 \text{ อังสตรอม} \end{aligned}$$

ภาคผนวก จ

การสลายตัวเชิงความร้อนจากเทคนิค TG/DTA

รูปที่ จ1 รูปแบบการสลายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{CH}_3\text{O-MgAl LDH}$ รูปที่ จ2 รูปแบบการสลายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{C}_2\text{H}_5\text{O-MgAl LDH}$



รูปที่ ๑๓ รูปแบบการสลายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยา $i\text{-C}_3\text{H}_7\text{O}^- \text{MgAl LDH}$

การคำนวณปริมาณแอลคอกไซด์ที่สอดแทรกภายในโครงสร้างของ MgAl LDH

ตัวอย่าง การคำนวณปริมาณแอลคอกไซด์ไอออน ได้แก่ เตรีต-บิวทอกไซด์ไอออนในโครงสร้างของแมกนีเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์

ปริมาณเตริต-บิวทอกไซด์ตั้งต้น 0.1 โมลต่อลิตร ปริมาตร 100 มิลลิตร คิดเป็น 0.01 โมล

น้ำหนักโมเลกุลของเตริต-บิวทอกไซด์ไอออน = 73 กรัม/โมล

เปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักในช่วง อุณหภูมิ 330 องศาเซลเซียส = 22.8

ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน = 13.955 มิลลิกรัม

จาก 100 มิลลิกรัม มี $t\text{-C}_4\text{H}_9\text{O}^-$ = 22.8 มิลลิกรัม

ถ้า 13.955 มิลลิกรัม มี $t\text{-C}_4\text{H}_9\text{O}^-$ = $(22.8 \times 13.955) / 100$ มิลลิกรัม

= 3.18174 มิลลิกรัม

คิดเป็นโมลต่อกรัมตัวเร่งปฏิกิริยา = $[3.18174 / (1000 \times 73)] / [13.955 / 1000]$

= 3.21×10^{-3} โมลเตริต-บิวทอกไซด์ต่อกรัมตัวเร่งปฏิกิริยา

เปอร์เซ็นต์การสอดแทรก = $\frac{\text{จำนวนโมลของแอลคอกไซด์ในโครงสร้าง}}{\text{จำนวนโมลของแอลคอกไซด์ตั้งต้น}} \times 100$

= $[(3.18174 / 1000 \times 73) / 0.01] \times 100$

= 0.435 เปอร์เซ็นต์โมล

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวนุชนารถ ศิริง้วน เกิดวันที่ 11 สิงหาคม 2528 ที่จังหวัดสมุทรปราการ สำเร็จการศึกษาปริญญาตรีวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ประยุกต์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ ปีการศึกษา 2550 และเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาตรมหาบัณฑิต สาขาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2551 และได้เข้าร่วมเสนอผลงานประชุมทางวิชาการระดับชาติ The 1st National Research Symposium on Petroleum, Petrochemical, and Advance Materials สถานที่ประชุม Rajmontein Grand Ballroom, Montien Hotel ประเทศไทย เมื่อวันที่ 22 เม.ย. 2553 ชื่อผลงานที่นำเสนอ Alkoxide intercalated MgAl layered double hydroxides as heterogeneous base catalysts



