

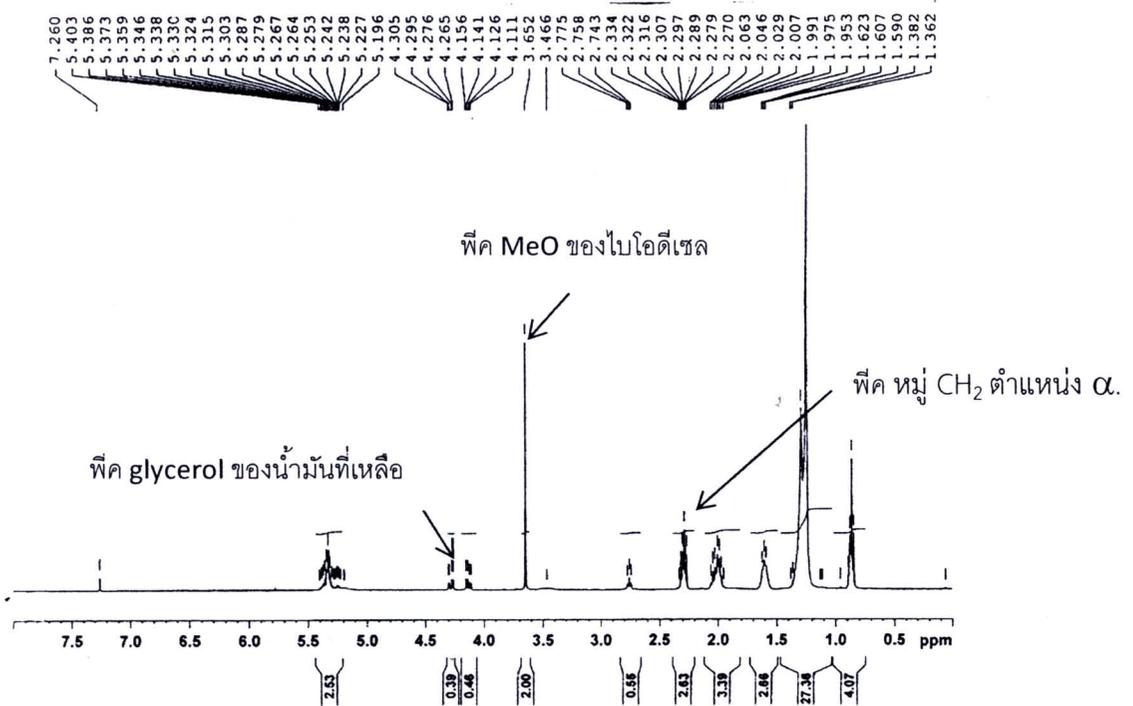
# บทที่ 4

## ผลการวิจัย อภิปรายผล และสรุปผลการวิจัย

### 4.1 ผลการวิจัยและอภิปรายผล

#### 4.1.1 การสังเคราะห์ไบโอดีเซล

หลังทำการสังเคราะห์เรซินตามทีออกแบบไว้ตามปฏิกิริยาและนำเรซินที่ได้ไปทดสอบการทำปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไบโอดีเซลโดย transesterification ได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารผสมระหว่าง น้ำมันพืชและไบโอดีเซล ดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 <sup>1</sup>H NMR ของ biodiesel ที่สังเคราะห์โดยใช้เรซินเป็นตัวเร่งปฏิกิริยานำสเปกตรัมที่ได้มาวิเคราะห์หาร้อยละปริมาณไบโอดีเซลที่สังเคราะห์จากสมการ

$$\text{conversion (\%)} = 100 \times (2A_{\text{ME}}/3A_{\alpha\text{-CH}_2})$$

ตัวอย่าง                      % conversion =  $100 \times (2 \times 2) / (3 \times 2.63) = 51 \%$

โดย  $A_{ME}$  เป็นค่า integration value ของโปรตอนหมู่เมทิลเอสเทอร์ที่ 3.7 ppm,  
 $A_{\alpha-CH_2}$  เป็นค่า integration value ของหมู่  $CH_2$  ตำแหน่ง  $\alpha$ . ที่ 2.3 ppm.

และนำเรซินที่สังเคราะห์มาสังเคราะห์ไบโอดีเซลได้ผลดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ร้อยละปริมาณไบโอดีเซลที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยา transesterification ที่เร่งปฏิกิริยาด้วยเรซินชนิดต่างๆ

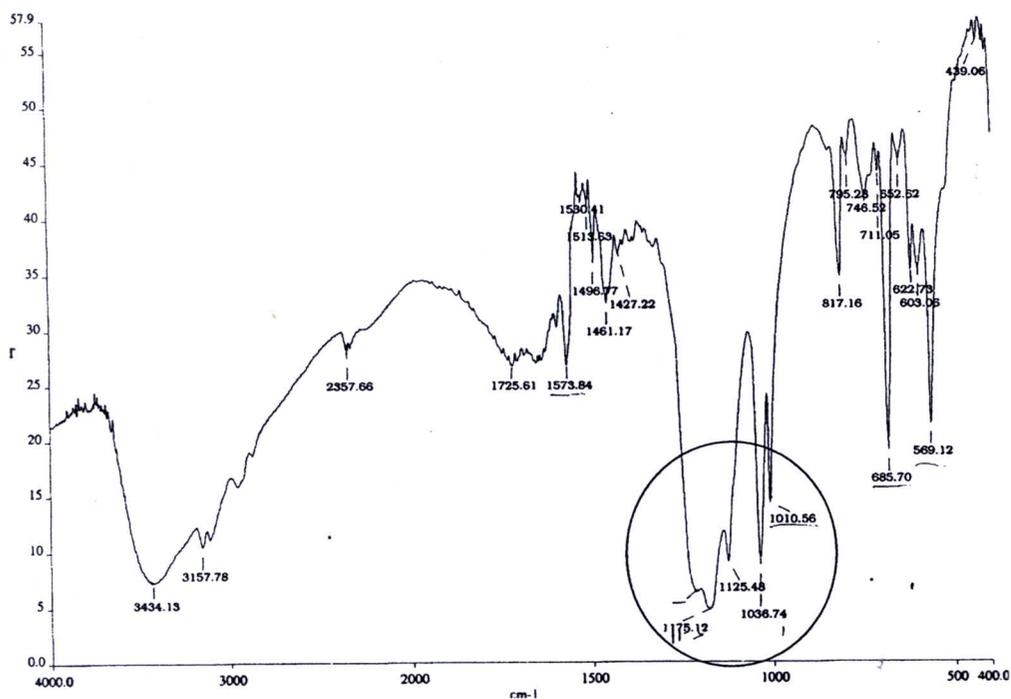
การทดลองที่	เรซิน	ร้อยละปริมาณไบโอดีเซลที่ได้
1	R6	5
2	R7	5
3	R8	51
4	E8	23
5	R9	<1
6	R10	<1
7	R11	<1
8	R12	<1
9	R15	10
10	R16	13
11	E16	66
12	R21	<1
13	E21	5

เรซินที่ออกแบบและสังเคราะห์ได้บางชนิดสามารถเร่งปฏิกิริยา transesterification ของน้ำมันปาล์มกับเมทานอลได้ดี คือ R8 และ E16 และ ที่สามารถเร่งปฏิกิริยาได้ปานกลางคือ E8 R15 และ R16 ซึ่งมีหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญได้แก่ sulfonic acid, imidazolium และ anion เป็น p-Toluene sulfonate ( $p-TsO^-$ ) หรือ hydrogensulfate ( $HSO_4^-$ )

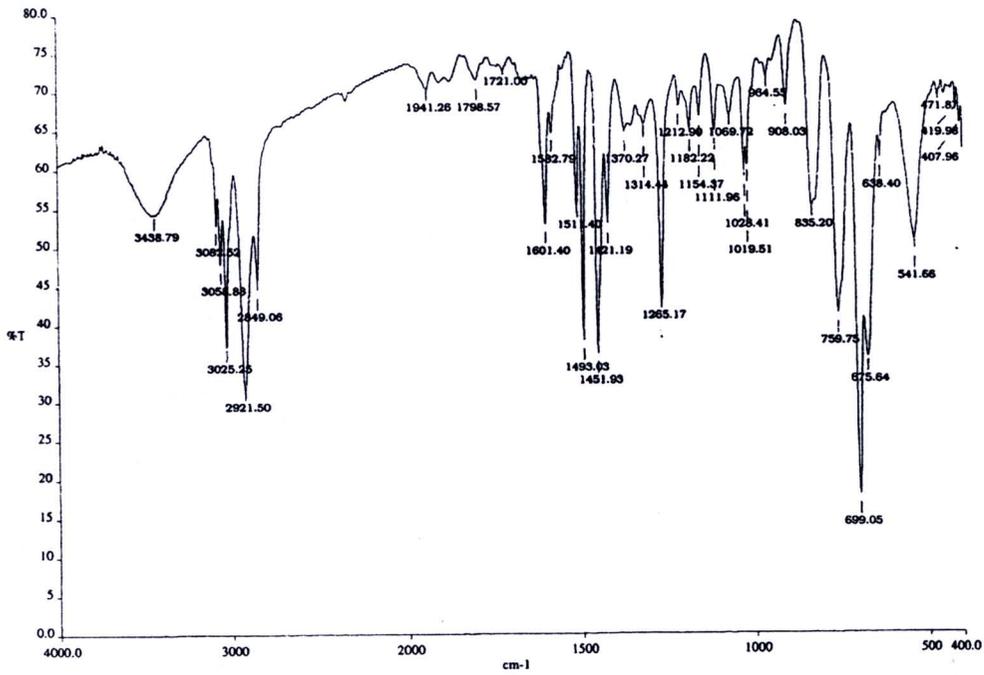


#### 4.1.2 การวิเคราะห์เรซิน

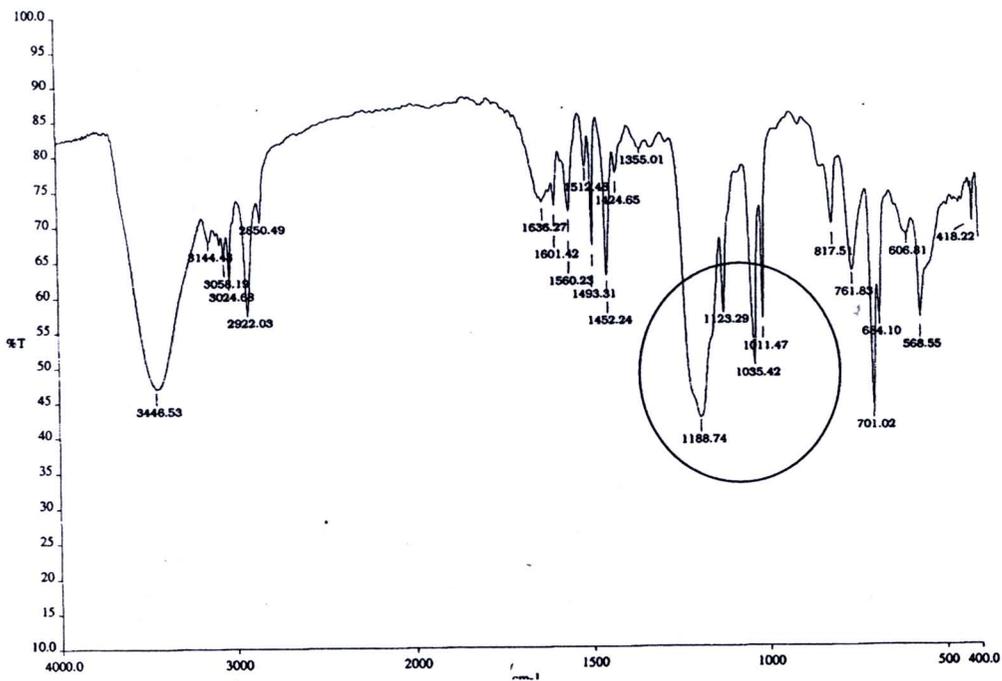
ผลจากการตรวจวัดหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FT-IR spectroscopy พบว่า IR สเปกตรัมของเรซิน R16 และ E16 แสดงพีคของหมู่ฟังก์ชัน sulfonate ที่ 1180, 1121, 1033 และ 1011  $\text{cm}^{-1}$  ซึ่งตรงกับหมู่ฟังก์ชัน sulfonate ของ 1-(4-sulfonic acid) butyl-3-methylimidazolium toluene sulfonic acid ( $[\text{HSO}_3\text{BMIM}]^+p\text{-TsO}^-$ ) ที่นำมาวิเคราะห์เปรียบเทียบ และเปรียบเทียบกับ Merrifield's resin R1 และ E1 นั้นเดิมไม่มีพีคแบบนี้อยู่ แสดงว่า R 16 และ E16 สามารถสังเคราะห์ได้จากวิธีการข้างต้นที่กล่าวมา



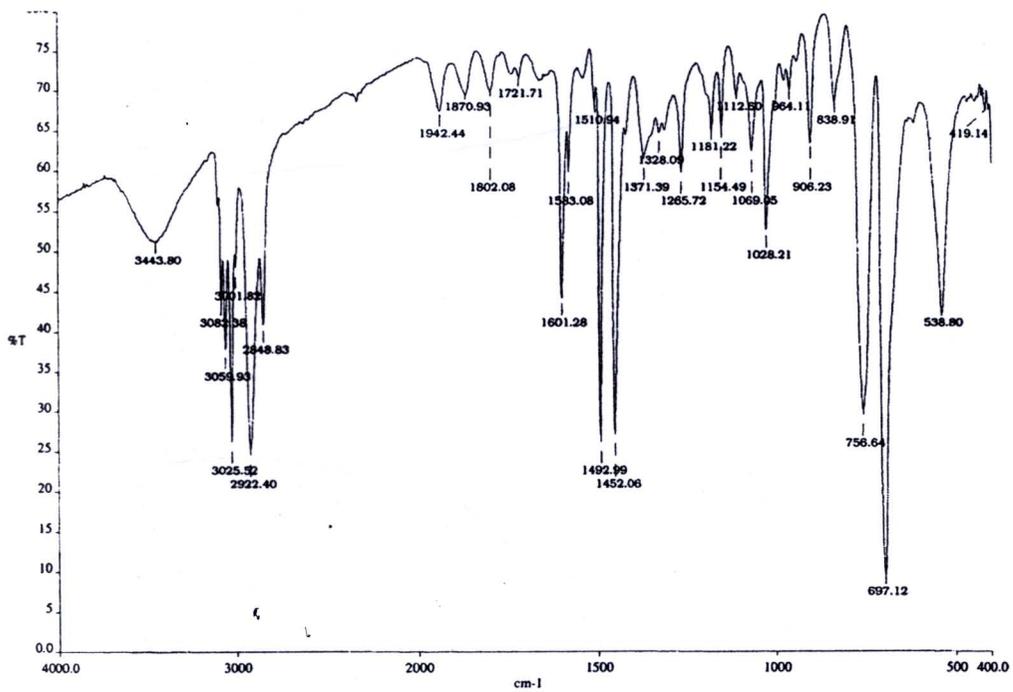
รูปที่ 4.2 IR spectrum ของ IL Z1-(4-sulfonic acid) butyl-3-methylimidazolium toluene sulfonic acid ( $[\text{HSO}_3\text{BMIM}]^+p\text{-TsO}^-$ )



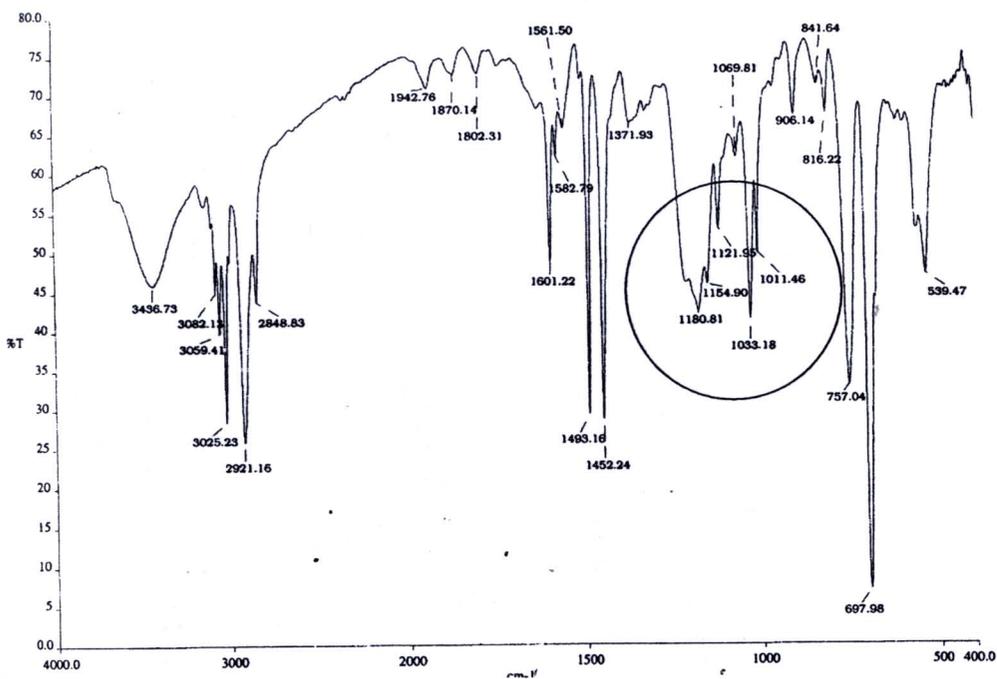
รูปที่ 4.3 IR spectrum ของ เรซิน R1



รูปที่ 4.4 IR spectrum ของ เรซิน E1



รูปที่ 4.5 IR spectrum ของ เรซิน R16



รูปที่ 4.6 IR spectrum ของ เรซิน E16

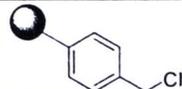
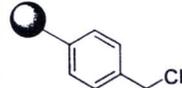
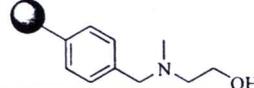
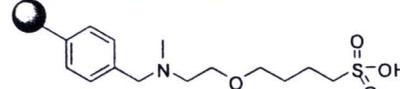
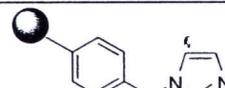
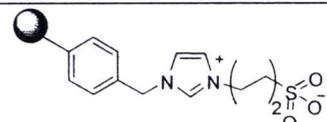
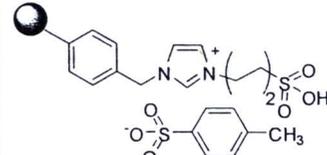
ตารางที่ 4.2 ข้อมูล IR สเปกตรัม ของ R16 และ E16 เปรียบเทียบกับของเหลวไอออนิก [SO<sub>3</sub>HBMIm][p-TsO]

ตัวเร่งปฏิกิริยา	โครงสร้าง	หมู่ฟังก์ชันของ p-TsO <sup>-</sup> (anion)	หมู่ฟังก์ชันของ sulfonate	
		Benzene ring (cm <sup>-1</sup> )	S=O asym.(cm <sup>-1</sup> )	S=O sym.(cm <sup>-1</sup> )
IL [SO <sub>3</sub> HBMIm] [p-TsO <sup>-</sup> ]		1125, 1010	1175	1036
R16		1123, 1011	1188	1035
E16		1154, 1011	1180	1033

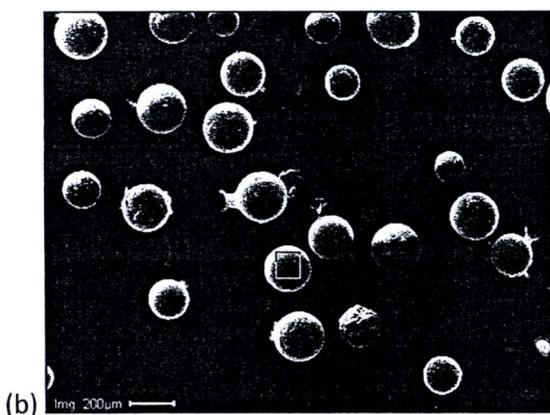
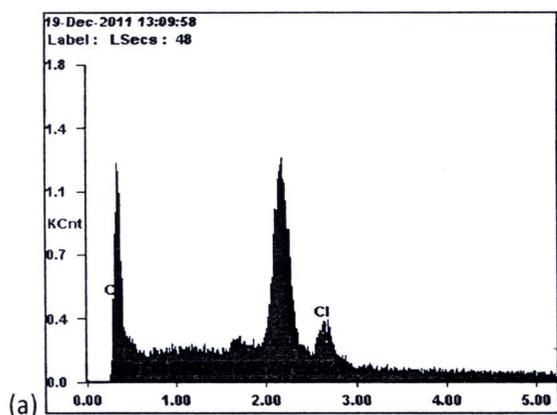
จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX spectroscopy (ตารางที่ 2) เมื่อพิจารณาในส่วนของการสังเคราะห์ R8 โดยขั้นตอนแรกเป็นการทำปฏิกิริยาแทนที่ Cl ด้วย 1-methyl amino ethanol ผลจากการวิเคราะห์พบว่า ก่อนทำปฏิกิริยา Merrifield's resin (R1) มีแต่ปริมาณของอะตอม C และ Cl แต่หลังทำปฏิกิริยา มีปริมาณของอะตอม N และ O (จาก 1-methyl amino ethanol) เพิ่มเข้ามา จึงสรุปได้ว่า เรซิน R2 สามารถสังเคราะห์ได้จากวิธีที่กล่าวไว้ในข้างต้น จากนั้นเป็นขั้นตอนการเติมหมู่ sulfonic acid พบว่าหลังทำปฏิกิริยา มีปริมาณของอะตอม S เพิ่มเข้ามาและอัตราส่วนอะตอมระหว่าง N:O เพิ่มมากขึ้นจากเดิม 10:1(R2) เป็น 10:3 (R8) แสดงว่ามีปริมาณของอะตอม S และ O จากหมู่ sulfonic acid เพิ่มเข้ามา จึงสรุปได้ว่า เรซิน R8 สามารถสังเคราะห์ได้จากวิธีที่กล่าวไว้ในข้างต้น

เมื่อพิจารณาในส่วนของการสังเคราะห์ E16 โดยขั้นตอนแรกเป็นการทำปฏิกิริยาแทนที่ Cl ด้วย imidazole ผลจากการวิเคราะห์พบว่าหลังทำปฏิกิริยา (E13) มีปริมาณของอะตอม N เพิ่มเข้ามา เมื่อเปรียบเทียบกับก่อนทำปฏิกิริยา (E1) ซึ่งไม่มีปริมาณของอะตอม N จากนั้นเป็นขั้นตอนการเติมหมู่ sulfonate (E14) และ p-TsO<sup>-</sup> anion (E16) พบว่าหลังทำปฏิกิริยา มีปริมาณของอะตอม O และ S (จาก 1,4-butane sulfone และ p-TsOH) เพิ่มเข้ามา จึงสรุปได้ว่าเรซิน E16 สามารถสังเคราะห์ได้จากวิธีที่กล่าวไว้ในข้างต้น

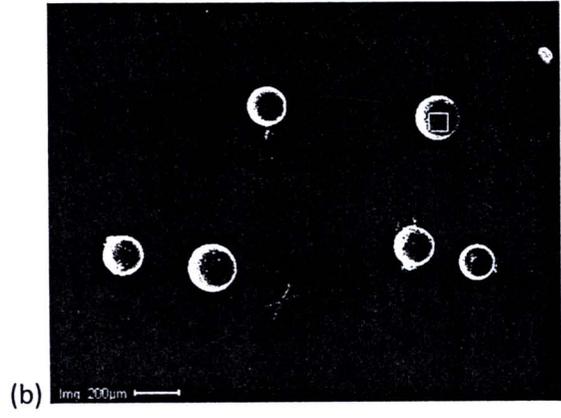
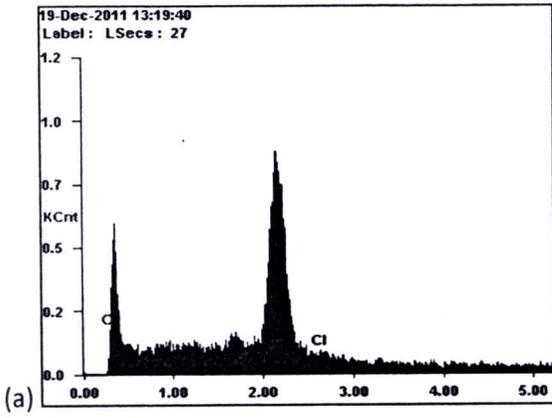
ตารางที่ 4.3 ข้อมูลร้อยละอะตอมของธาตุที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX spectroscopy

เรซิน	โครงสร้าง	ธาตุ (At%) <sup>a</sup>				
		C	Cl	N	O	S
R1		95.934	4.066	-	-	-
E1		98.474	1.526	-	-	-
R2		22.808	0.134	70.026	7.028	-
R8		23.726	0.06	48.486	18.754	6.534
E13		25.21	0.314	74.474	-	-
E14		28.954	0.194	63.552	4.046	3.248
E16		28.776	0.05	64.032	4.018	3.118

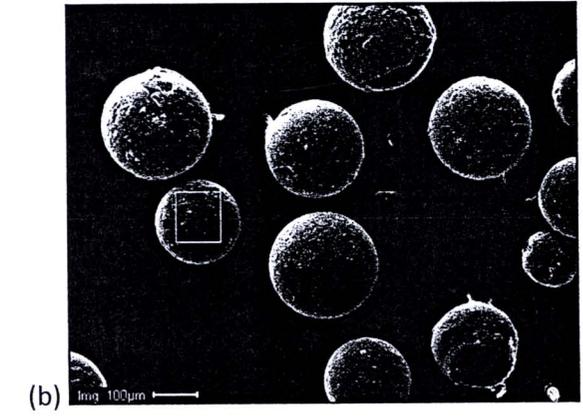
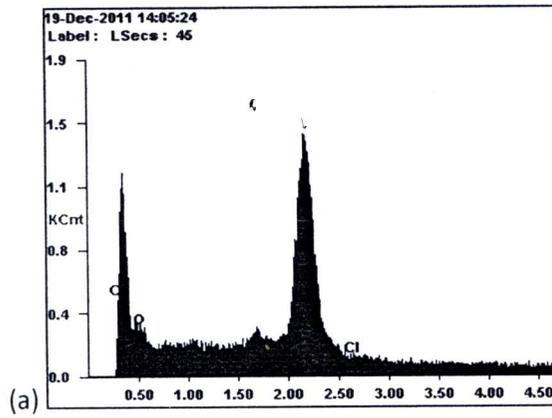
a เป็นค่าเฉลี่ยจากการวิเคราะห์ 5 บริเวณที่แตกต่างกันบนพื้นผิวของเรซิน



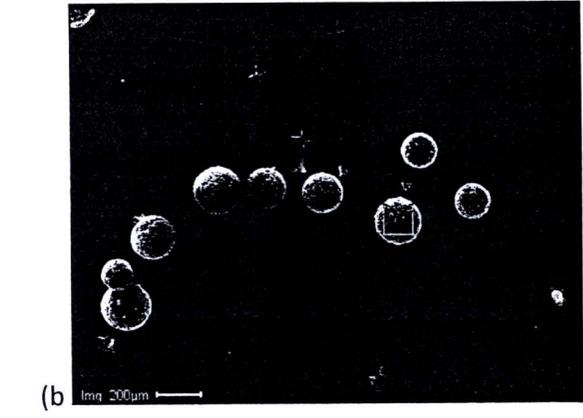
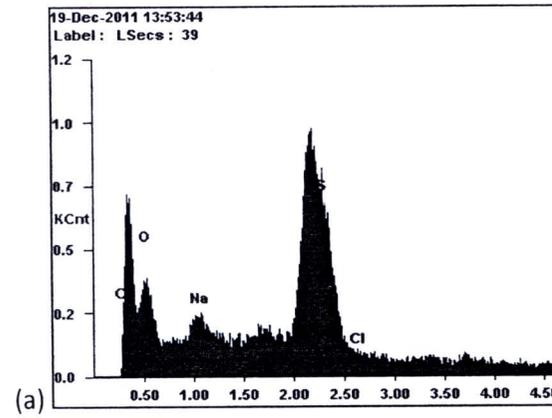
รูปที่ 4.7 (a) EDX สเปกตรัมของเรซิน R1, (b) บริเวณพื้นผิวของเรซิน R1 ที่ทำการวิเคราะห์



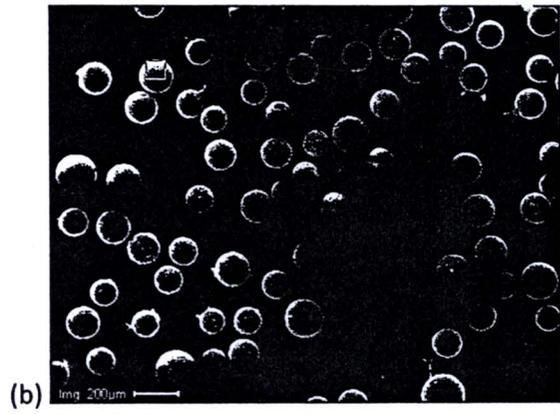
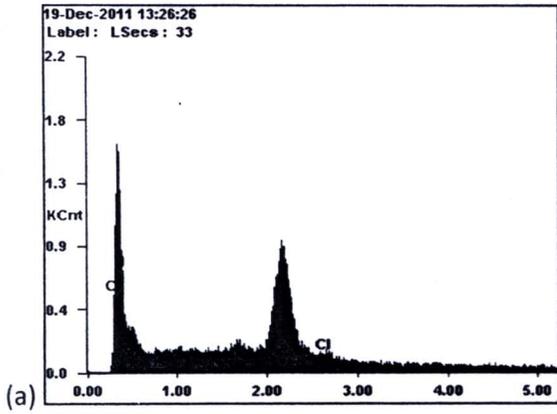
รูปที่ 4.8 (a) EDX สเปกตรัมของเรซิน E1, (b) บริเวณพื้นผิวของเรซิน E1 ที่ทำการวิเคราะห์



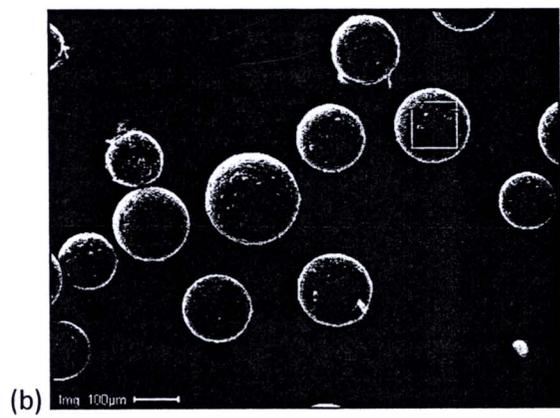
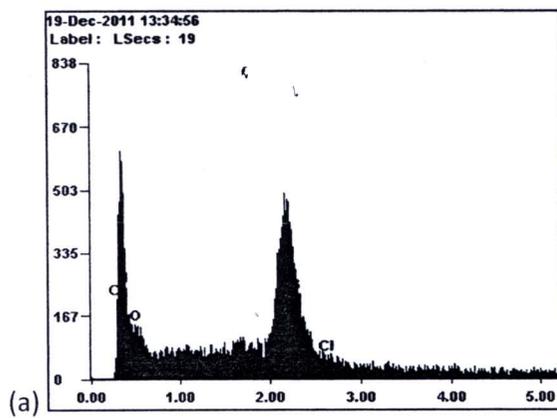
รูปที่ 4.9 (a) EDX สเปกตรัมของเรซิน R2, (b) บริเวณพื้นผิวของเรซิน R2 ที่ทำการวิเคราะห์



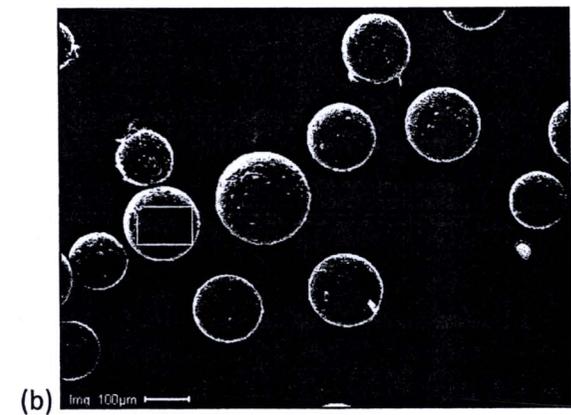
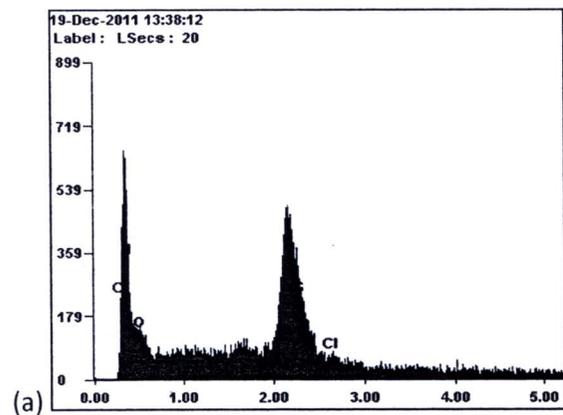
รูปที่ 4.10 (a) EDX สเปกตรัมของเรซิน R8, (b) บริเวณพื้นผิวของเรซิน R8 ที่ทำการวิเคราะห์



รูปที่ 4.11 (a) EDX สเปกตรัมของเรซิน E13, (b) บริเวณพื้นผิวของเรซิน E13 ที่ทำการวิเคราะห์



รูปที่ 4.12 (a) EDX สเปกตรัมของเรซิน E14, (b) บริเวณพื้นผิวของเรซิน E14 ที่ทำการวิเคราะห์



รูปที่ 4.13 (a) EDX สเปกตรัมของเรซิน E16, (b) บริเวณพื้นผิวของเรซิน E16 ที่ทำการวิเคราะห์

## 4.2 สรุปผลการวิจัย

จากผลการทดลองสามารถสรุปได้ว่า เราสามารถสังเคราะห์ของเหลวไอออนิกบนเรซินได้เป็นเรซินชนิดต่างๆ 13 ชนิด เมื่อนำมาใช้เร่งปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไบโอดีเซลผ่าน transesterification ได้ร้อยละผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซลสูงสุดที่ร้อยละ 66 เมื่อใช้ E16 เรซินเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งได้ทำการวิเคราะห์เรซินที่ได้ด้วยเทคนิค FT-IR spectroscopy และ Energy dispersive X-ray (EDX) spectroscopy ที่ใช้ร่วมกับ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าเป็นเรซินนั้นจริง