

ผลและวิจารณ์

งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาดัวแปรที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ โดยการผลิตไบโอดีเซลแบบสองขั้นตอน (ขั้นตอนแรกใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และขั้นตอนที่ 2 ใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา) โดยทำการศึกษาดัวแปรต่างๆ ดังนี้ ในขั้นตอนแรกทำการศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมัน ในช่วง 3.03:1 ถึง 20.32:1 ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกระหว่าง 0.5 ถึง 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาระหว่าง 30 ถึง 60 นาที และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาระหว่าง 45 ถึง 60 องศาเซลเซียส โดยการทดลองในขั้นตอนที่ 1 จะเป็นการศึกษาเปรียบเทียบกันระหว่างการไม่มีปฏิสัมพันธ์ (Non-interaction) และมีปฏิสัมพันธ์กัน (Interaction) ระหว่างดัวแปรที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ สำหรับการศึกษาผลของดัวแปรที่มีต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์แบบมีปฏิสัมพันธ์กัน จะใช้โปรแกรมวิเคราะห์ทางสถิติ MINITAB ในการวิเคราะห์ผล โดยใช้วิธีการออกแบบการทดลองแบบ Full Factorial และ Box-Behnken Design ส่วนการทดลองในขั้นตอนที่ 2 ซึ่งใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยทำการศึกษาการมีปฏิสัมพันธ์ระหว่างดัวแปรที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ จะใช้วิธีการออกแบบการทดลองแบบ Box-Behnken Design ดัวแปรที่ทำการศึกษาได้แก่ อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 ในช่วง 5.19:1 ถึง 12.97:1 ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ระหว่าง 0.5 ถึง 1.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาระหว่าง 30 ถึง 60 นาที และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาระหว่าง 50 ถึง 60 องศาเซลเซียส นอกจากนี้ได้ทำการวิเคราะห์คุณสมบัติของไบโอดีเซลที่ผลิตได้ เช่น ความหนืด ความหนาแน่น จุดหมอกควัน จุดไหลเท จุดวาบไฟ และค่าความเป็นกรด เพื่อเปรียบเทียบกับมาตรฐานไบโอดีเซล

เนื่องจากวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลองเป็นน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วซึ่งผ่านความร้อนสูงในกรรมวิธีประกอบอาหาร รวมทั้งยังมีสิ่งเจือปนอยู่หลายชนิด ทำให้สมบัติทางกายภาพและทางเคมีเปลี่ยนแปลงไป ดังนั้นหลังจากผ่านขั้นตอนการบำบัดแล้ว จึงต้องนำน้ำมันไปวิเคราะห์หาสมบัติ องค์ประกอบ ปริมาณและชนิดของกรดไขมัน ก่อนที่จะนำมาเป็นวัตถุดิบในการผลิตไบโอดีเซล โดยผลจากการวิเคราะห์มีดังต่อไปนี้

1. ผลการศึกษาสมบัติและองค์ประกอบของน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้ว

เมื่อนำน้ำมันที่ผ่านขั้นตอนการบำบัดโดยการกรอง และได้น้ำมันที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ไปทำการวิเคราะห์ พบว่ามีค่าความหนืดเท่ากับ 12.80 เซนติสโตกส์ (ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส) ปริมาณน้ำเท่ากับ 0.1 เปอร์เซ็นต์ และมีค่ากรดไขมันอิสระเท่ากับ 1.01 เปอร์เซ็นต์ ซึ่ง Zhang *et al.* (2003) ได้ระบุไว้ว่าน้ำมันที่ใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตไบโอดีเซล โดยใช้เบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ควรมีปริมาณกรดไขมันอิสระน้อยกว่า 0.5 เปอร์เซ็นต์ เพื่อหลีกเลี่ยงปฏิกิริยาซาปอนิฟิเคชันระหว่างกรดไขมันอิสระกับเบสเกิดผลิตภัณฑ์เป็นสบู่ ซึ่งเป็นสาเหตุให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ลดลง จากการวิเคราะห์ปริมาณกรดไขมันอิสระในวัตถุดิบ พบว่ามีค่าสูงกว่า 0.5 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นจึงเหมาะกับการผลิตไบโอดีเซลแบบสองขั้นตอน

1.1. ผลการศึกษาปริมาณและชนิดของกรดไขมันในน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้ว

เนื่องจากปริมาณและชนิดของกรดไขมันที่เป็นองค์ประกอบของน้ำมันพืชจะมีความแตกต่างกันไปตามประเภทของน้ำมัน โดยโครงสร้างทางเคมีของกรดไขมันทั่วไป และผลจากการวิเคราะห์ปริมาณและชนิดของกรดไขมันด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีของน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้ว แสดงดังตารางที่ 13 พบว่าในน้ำมันจะประกอบด้วยกรดโอเลอิก (Oleic) 34.6 เปอร์เซ็นต์ กรดลิโนเลอิก (Linoleic) 29.4 เปอร์เซ็นต์ กรดปาล์มมิติก (Palmitic) 25.8 เปอร์เซ็นต์ และกรดไขมันอื่นๆ อีก 10.2 เปอร์เซ็นต์ สามารถนำมาคำนวณหาจำนวนโมเลกุลของน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้ว จากสมการในภาคผนวก ก เท่ากับ 854.32 กรัมต่อโมล

ตารางที่ 13 ปริมาณและชนิดของกรดไขมันของน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้ว

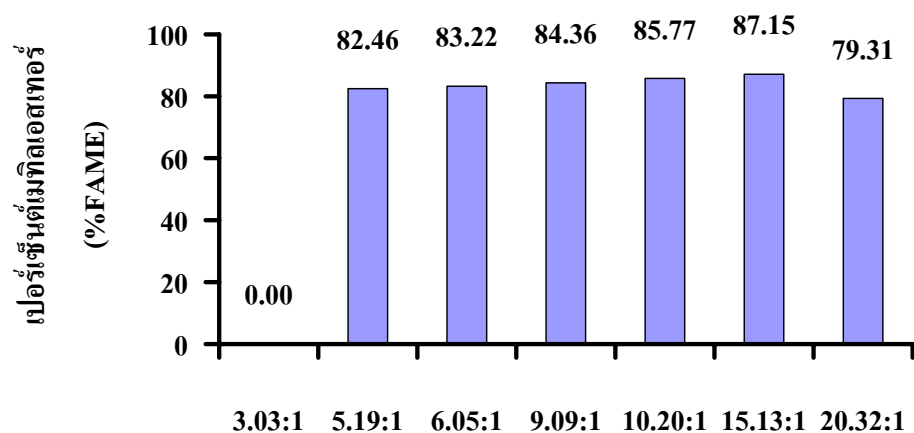
กรดไขมัน		น้ำหนักโมเลกุล	ส่วนประกอบของกรดไขมันในน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้ว (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)
ชื่อ	โครงสร้าง		
Palmitic	16:0	256.42	25.8
Oleic	18:1	282.46	34.6
Linoleic	18:2	280.45	29.4
อื่นๆ			10.2

2. ผลของการทดลองในขั้นตอนที่ 1 (ใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา) โดยพิจารณาแบบไม่มีปฏิสัมพันธ์กัน (Non-interaction) ระหว่างปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์

โดยขั้นตอนที่ 1 เป็นการใช้กรดซัลฟิวริกเร่งปฏิกิริยาระหว่างกรดไขมันอิสระกับเมทานอล เพื่อให้ปริมาณกรดไขมันอิสระมีค่าน้อยกว่าหรือเท่ากับ 0.5 เปอร์เซ็นต์ และขั้นตอนที่ 2 เป็นการนำผลิตภัณฑ์จากขั้นตอนแรก มาทำปฏิกิริยากับเมทานอลต่อโดยใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จนได้ผลิตภัณฑ์เป็นเมทิลเอสเทอร์ โดยศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้ว ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา และกำหนดเวลาในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1 เท่ากับ 30 นาที รวมถึงกำหนดสถานะอื่นๆ ในขั้นตอนที่ 2 ให้คงที่ โดยพิจารณาแบบการไม่มีปฏิสัมพันธ์กันระหว่างปัจจัยต่างๆ มีผลดังต่อไปนี้

2.1. ผลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วในขั้นตอนที่ 1

ทำการศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วในขั้นตอนที่ 1 ที่มีต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ โดยขั้นตอนแรก ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วเท่ากับ 3.03:1 5.19:1 6.05:1 9.09:1 10.20:1 15.13:1 และ 20.32:1 โดยมีสถานะการทดลองอื่นๆ คงที่ ดังต่อไปนี้ ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 1.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 50 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ขั้นตอนที่ 2 ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 เท่ากับ 9.09:1 ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 50 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ผลการทดลองแสดงดังภาพที่ 13



อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้ว

ภาพที่ 13 เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ของผลิตภัณฑ์ เมื่อเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วในขั้นตอนที่ 1

จากผลการทดลองพบว่า ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วระหว่าง 5.19:1 ถึง 15.13:1 ให้ผลของเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ที่สูงใกล้เคียงกัน และเมื่อเปรียบเทียบกันระหว่างอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วเท่ากับ 5.19:1 และ 6.05:1 จะใช้ปริมาณเมทานอลใกล้เคียงกันมาก แต่ที่อัตราส่วนโดยโมลเท่ากับ 6.05:1 จะมีเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ที่สูงกว่า ดังนั้นจึงเลือกใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วที่เหมาะสมเท่ากับ 6.05:1 จากผลการทดลองสามารถอธิบายได้ว่า ปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันเป็นปฏิกิริยาผันกลับได้ ดังนั้นแอลกอฮอล์ที่มากเกินไปจึงเป็นที่ต้องการเพื่อให้สมดุลของปฏิกิริยาเลื่อนไปทางขวา เมื่อพิจารณาที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 3.03:1 พบว่าไม่เกิดเมทิลเอสเทอร์ที่สภาวะดังกล่าว เนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่ได้ไม่เกิดการแยกชั้นกับน้ำในขั้นตอนการล้าง นอกจากนี้อาจเป็นเพราะว่าไม่เกิดปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดไขมันอิสระในขั้นตอนที่ 1 หรือเกิดปฏิกิริยาน้อยมาก ทำให้ตัวเร่งกรดที่เหลืออยู่ทำปฏิกิริยากับเบสในขั้นตอนที่ 2 จึงไม่มีตัวเร่งเบสเหลือเพียงพอสำหรับช่วยเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน ส่งผลให้ไม่เกิดเมทิลเอสเทอร์ขึ้น ส่วนการใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 20.32:1 ปรากฏว่าให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ที่ต่ำลง เนื่องจากปริมาณเมทานอลที่มากเกินไปจะส่งผลให้ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกลดลง ทำให้ประสิทธิภาพในการ

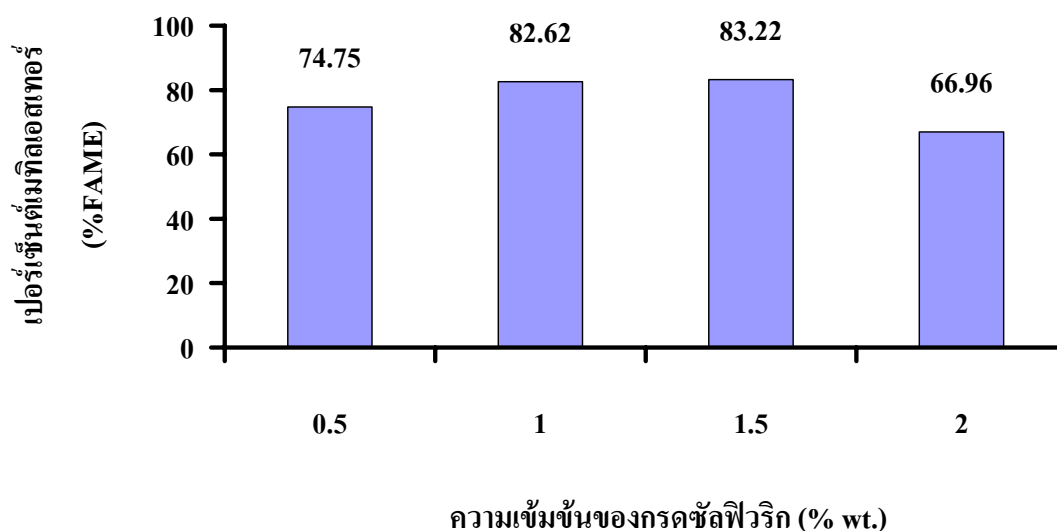
เร่งปฏิกิริยาดำลงด้วย นอกจากนี้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างแอลกอฮอล์ต่อน้ำมันที่มากเกินไป จะส่งผลให้การแยกกลีเซอรอลออกจากเอสเทอร์ได้ยาก (Rashid and Anwar, 2008) และกลีเซอรอลที่ผสมอยู่จะทำให้สมดุลย้อนกลับไปทางซ้ายเป็นผลให้ปริมาณเอสเทอร์ลดลง ซึ่งผลการทดลองที่ได้ใกล้เคียงกับผลการทดลองของ Ramadhas *et al.* (2005) ซึ่งทำการศึกษาการผลิตไบโอดีเซลแบบสองขั้นตอนจากน้ำมันเมล็ดยาง โดยขั้นตอนแรกใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 ผลการทดลองพบว่า มีค่าเปอร์เซ็นต์การแปลงผันสูงสุดเมื่อใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันเมล็ดยางในขั้นตอนที่ 1 เท่ากับ 6:1

2.2. ผลของความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกในขั้นตอนที่ 1

จากการศึกษาผลของเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์เมื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกในการเร่งปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1 โดยทดลองที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกเท่ากับ 0.5 1 1.5 และ 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน และกำหนดให้สภาวะการทดลองอื่นๆ คงที่ ดังนี้ ขั้นตอนที่ 1 อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วเท่ากับ 6.05:1 อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 50 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ขั้นตอนที่ 2 ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 เท่ากับ 9.09:1 ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 50 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ผลการทดลองแสดงดังภาพที่ 14

จากผลการทดลองพบว่า ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกเท่ากับ 1.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน จะส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์สูงสุด เนื่องจากปริมาณของกรดมีความเหมาะสมกับปริมาณกรดไขมันอิสระในน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้ว ดังนั้นปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันจึงเกิดได้ดี ส่วนปริมาณของกรดที่มากเกินไปจะส่งผลให้กรดเหลืออยู่ในผลิตภัณฑ์ และต้องใช้ปริมาณของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในขั้นตอนที่ 2 มากขึ้น เพื่อจะทำปฏิกิริยากับกรดที่เหลือ โดยผลการทดลองที่ได้ไม่สอดคล้องกับงานวิจัยของ Freedman *et al.* (1986) ซึ่งใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันพืชเท่ากับ 30:1 อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 65 องศาเซลเซียส พบว่ามีค่าร้อยละการแปลงผันเป็นไบโอดีเซลเท่ากับร้อยละ 99 โดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 50 ชั่วโมง ทั้งนี้ผลการทดลองที่ไม่สอดคล้องกัน อาจเป็นเพราะน้ำมันที่ใช้ในการทดลองที่ต่างกัน

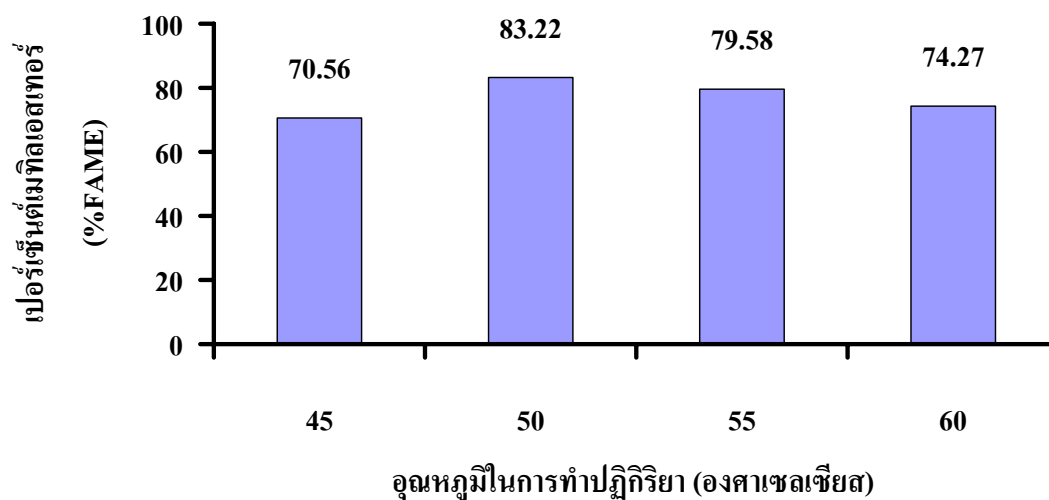
รวมถึงสถานะอื่นๆ เช่น อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมัน อุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาที่ต่างกันด้วย



ภาพที่ 14 เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ของผลิตภัณฑ์ เมื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1

2.3. ผลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1

ทำการศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1 ที่ส่งผลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ โดยใช้สถานะในการทดลองดังนี้ ขั้นตอนที่ 1 ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วเท่ากับ 6.05:1 ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 1.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 45 50 55 และ 60 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ขั้นตอนที่ 2 ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 เท่ากับ 9.09:1 ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 50 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ผลของอุณหภูมิที่มีต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ แสดงดังภาพที่ 15

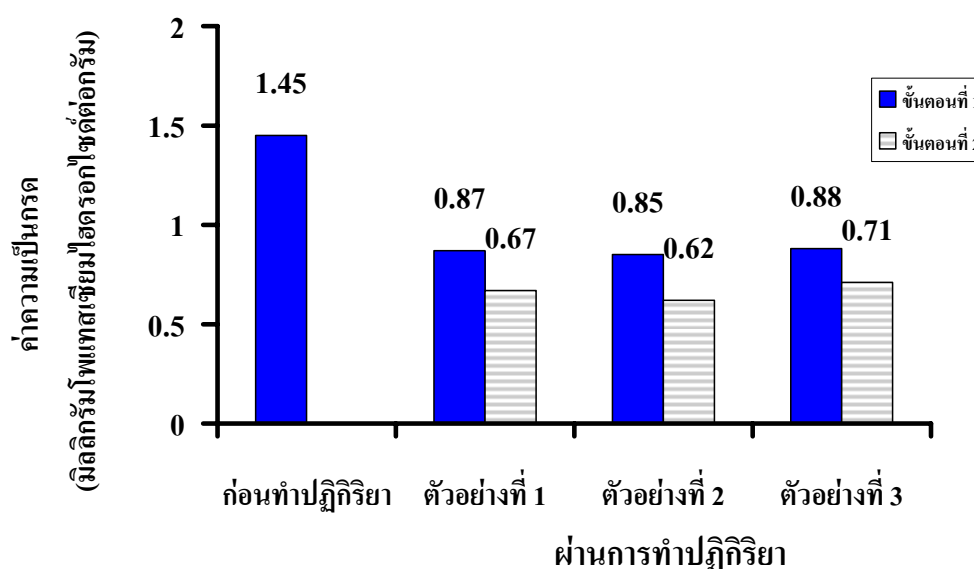


ภาพที่ 15 เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ของผลิตภัณฑ์ เมื่อเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1

จากผลการทดลองพบว่า อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1 เท่ากับ 50 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุด เนื่องจากอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมนั้นจะขึ้นอยู่กับประเภทของน้ำมัน และชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา ส่วนการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 และ 60 องศาเซลเซียสจะได้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ลดลง เนื่องจากน้ำมันซึ่งใช้เป็นวัตถุดิบผ่านการประกอบอาหารซึ่งใช้ความร้อนสูง และมีการปนเปื้อนกับเครื่องปรุงรสต่างๆ ดังนั้นเมื่อใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาสูงขึ้น อาจทำให้สารปนเปื้อนในน้ำมันจับตัวกันเป็นยางเหนียว ส่งผลให้น้ำมันสัมผัสกับเมทานอลได้น้อยลง ซึ่งผลการทดลองข้างต้นสอดคล้องกับงานวิจัยของจริญญา (2550) ซึ่งทำการสังเคราะห์ไบโอดีเซลด้วยวิธีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบสองขั้นตอน โดยใช้วัตถุดิบเป็นน้ำมันสบู่มากำค่าความเป็นกรดเริ่มต้นเท่ากับ 1.32 มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัม ซึ่งเป็นปริมาณที่ใกล้เคียงกับน้ำมันที่ใช้ในงานวิจัยนี้ และพบว่าอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1 เท่ากับ 50 องศาเซลเซียส จะส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์สูงที่สุด

2.4. ค่าความเป็นกรดของผลิตภัณฑ์

เนื่องจากปริมาณของกรดไขมันอิสระในน้ำมันเป็นปัจจัยสำคัญที่ทำให้เกิดสบู่ ส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ลดลง ดังนั้นควรวิเคราะห์ค่าความเป็นกรดของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนแรก ซึ่งใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยน้ำมันที่ใช้เป็นวัตถุดิบมีค่าความเป็นกรดเริ่มต้นเท่ากับ 1.45 มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัม เมื่อผ่านการทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันในขั้นตอนที่ 1 และผ่านขั้นตอนการล้างแล้ว โดยทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง พบว่าค่าความเป็นกรดลดลงเหลือ 0.85 ถึง 0.88 มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัม หรือมีปริมาณกรดไขมันอิสระประมาณ 0.4 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากค่าความเป็นกรดจะมีค่าประมาณ 2 เท่าของปริมาณกรดไขมันอิสระ (Tiwari *et al.*, 2007) และผลิตภัณฑ์สุดท้ายจะมีค่าความเป็นกรดไม่เกิน 0.71 มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัม ผลที่ได้ปรากฏดังภาพที่ 16 แสดงให้เห็นว่าจากการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนแรก กรดซัลฟิวริกสามารถเร่งปฏิกิริยาระหว่างกรดไขมันอิสระกับเมทานอลไปเป็นเมทิลเอสเทอร์ได้ และเมื่อผ่านการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1 ผลิตภัณฑ์ที่ได้ ซึ่งมีปริมาณกรดไขมันอิสระน้อยกว่า 0.5 เปอร์เซ็นต์ จึงมีคุณสมบัติที่เหมาะสมต่อการนำไปทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 ซึ่งใช้เบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาต่อไป



ภาพที่ 16 ค่าความเป็นกรดของผลิตภัณฑ์เมื่อผ่านการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1 และขั้นตอนที่ 2 เทียบกับค่าความเป็นกรดของน้ำมันเริ่มต้น

จากการทดลองในขั้นตอนที่ 1 เมื่อพิจารณาแบบการไม่มีปฏิสัมพันธ์กันระหว่างปัจจัยต่างๆ พบว่าสามารถผลิตไบโอดีเซลให้มีความบริสุทธิ์มากที่สุดเท่ากับ 83.22 เปอร์เซ็นต์ โดยผลิตได้จากสภาวะต่อไปนี้ ขั้นตอนแรก ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วเท่ากับ 6.05:1 ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกเท่ากับ 1.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 50 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 30 นาที ในขั้นตอนที่ 2 ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 เท่ากับ 9.09:1 ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 50 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 30 นาที

การวิเคราะห์ผลการมีปฏิสัมพันธ์กันระหว่างตัวแปร โดยใช้หลักทางสถิติ

จากหัวข้อที่ผ่านมาเป็นผลการทดลองศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่ส่งผลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์โดยพิจารณาแบบการไม่มีปฏิสัมพันธ์กัน แต่เนื่องจากมีงานวิจัยอื่นๆ (Bouaid *et al.*, 2007 Domingo *et al.*, 2008 Tiwari *et al.*, 2007) ที่พบว่า ปัจจัยต่างๆ เช่น อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมัน ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยา จะส่งผลกระทบต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์แบบมีปฏิสัมพันธ์กัน ดังนั้นหัวข้อต่อไปนี้จะเป็นการศึกษาถึงผลของการทดลองในขั้นตอนที่ 1 ซึ่งใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และการทดลองในขั้นตอนที่ 2 ซึ่งใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยการใช้โปรแกรมคอมพิวเตอร์ MINITAB ซึ่งเป็นการใช้วิธีทางสถิติในการออกแบบการทดลอง (Design of Experiments) และวิเคราะห์ผลการมีปฏิสัมพันธ์กันระหว่างตัวแปรต่างๆ

1. ผลการทดลองในขั้นตอนที่ 1 โดยพิจารณาการมีปฏิสัมพันธ์กัน (Interaction) ระหว่างปัจจัยต่างๆ ที่ส่งผลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์

สำหรับการศึกษาผลการทดลองในหัวข้อนี้ จะทำการออกแบบการทดลองแบบ Full Factorial และ Box – Behnken เพื่อนำมาวิเคราะห์ผลของการมีปฏิสัมพันธ์กันระหว่างปัจจัยต่างๆ ที่ส่งผลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์

1.1. ผลการทดลองในขั้นตอนที่ 1 จากการออกแบบการทดลองแบบ Full Factorial

โดยพิจารณา 3 ปัจจัย (Factor) ได้แก่ ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 4 ระดับ คือ 0.5 1 1.5 และ 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 4 ระดับ คือ 45 50 55 และ 60 องศาเซลเซียส ปัจจัยสุดท้ายคือ เวลาในการทำปฏิกิริยา 2 ระดับ คือ 30 และ 60 นาที ดังนั้นจึงมีจำนวนการทดลองทั้งหมด 32 การทดลอง โดยกำหนดให้สภาวะการทดลองอื่นๆ คงที่ คือ ขั้นตอนที่ 1 ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วเท่ากับ 6.05:1 ซึ่งเป็นอัตราส่วนโดยโมลที่เหมาะสมที่สุดจากการทดลองข้างต้น โดยกำหนดให้สภาวะในขั้นตอนที่ 2 คงที่ ดังต่อไปนี้ ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 เท่ากับ 9.09:1 ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 50 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที เมื่อทำการทดลองตามสภาวะต่างๆ ได้ผลเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ดังตารางที่ 14

เมื่อนำเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ที่ผลิตได้ จากสภาวะตามการออกแบบการทดลองมาวิเคราะห์ทางสถิติ โดยผลของปัจจัยหลักที่มีต่อการผลิตเมทิลเอสเทอร์ แสดงดังภาพที่ 17 นอกจากนี้จากการวิเคราะห์ความแปรปรวน (ANOVA) ของข้อมูล โดยมีค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจเท่ากับ 92.21 เปอร์เซ็นต์ แสดงดังตารางที่ 15 เมื่อพิจารณาค่า p -value ของตัวแปรอิสระ ได้แก่ ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก อุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีผลต่อตัวแปรตาม คือ เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ โดยกำหนดสมมติฐานดังนี้

$$H_0: \beta_1, \beta_2, \dots, \beta_k = 0 \quad \text{ตัวแปรอิสระที่ } i (X_i) \text{ ไม่มีอิทธิพลต่อตัวแปรตาม}$$

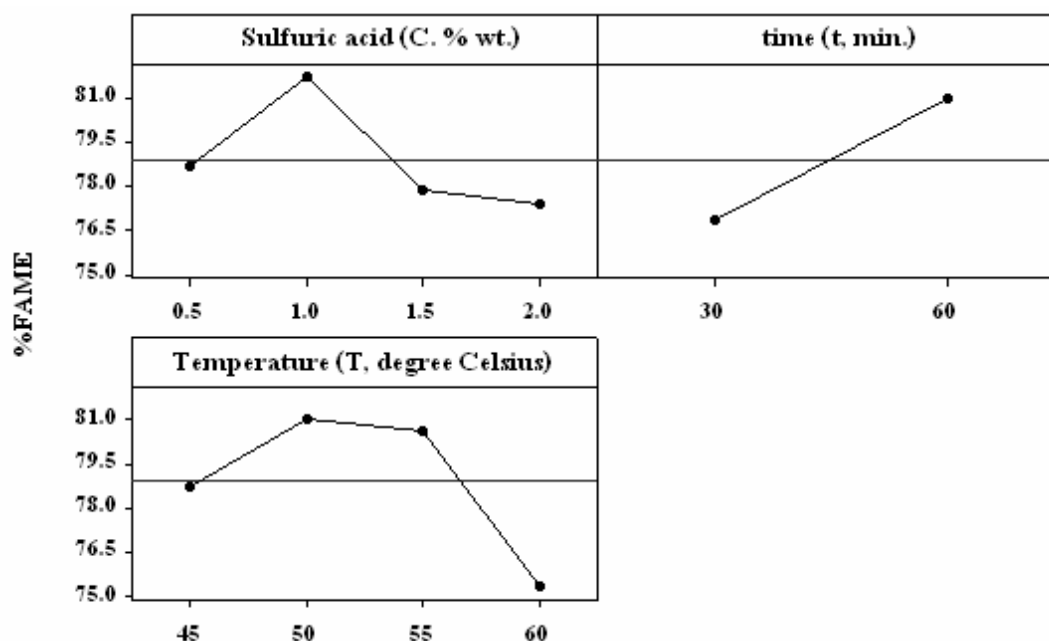
$$H_1: \beta_1, \beta_2, \dots, \beta_k \neq 0 \quad \text{ตัวแปรอิสระที่ } i (X_i) \text{ มีอิทธิพลต่อตัวแปรตาม}$$

ตารางที่ 14 ค่าความเป็นกรด เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ (% FAME) และร้อยละของผลได้ (% Yield) จากการออกแบบการทดลองแบบ Full Factorial

การ ทดลอง ที่	ความเข้มข้น			Acid Value (mg KOH/g)	% FAME	% Yield
	ของกรด ซัลฟิวริก (% wt.)	อุณหภูมิ (°C)	เวลา (นาที)			
1	2	50	30	1.84	66.96	87.04
2	1	50	60	1.23	88.91	95.56
3	2	55	60	1.78	81.33	90.56
4	0.5	60	60	1.34	73.70	89.55
5	1.5	45	60	1.53	75.08	88.97
6	0.5	45	60	1.42	82.31	91.56
7	2	60	60	1.78	76.70	89.04
8	0.5	60	30	1.49	70.71	77.48
9	2	45	60	1.83	81.86	91.23
10	1.5	60	30	1.50	74.27	85.78
11	1	50	30	1.27	82.62	94.32
12	0.5	50	30	1.40	74.75	84.37
13	1.5	55	60	1.38	77.43	86.34
14	1	60	60	1.35	79.68	86.65
15	1.5	50	60	1.42	84.24	93.67
16	0.5	55	60	1.36	82.30	92.56
17	1	55	30	1.31	79.14	89.56
18	0.5	55	30	1.42	81.33	94.65
19	0.5	45	30	1.45	78.92	83.21
20	1.5	45	30	1.63	70.56	75.77
21	1	45	60	1.37	82.68	78.34

ตารางที่ 14 (ต่อ)

การ ทดลอง ที่	ความเข้มข้น		เวลา (นาที)	Acid Value (mg KOH/g)	% FAME	% Yield
	ของกรด ซัลฟิวริก (% wt.)	อุณหภูมิ (°C)				
22	2	50	60	1.92	82.46	93.65
23	1.5	55	30	1.40	79.58	86.3
24	0.5	50	60	1.31	85.04	87.44
25	2	45	30	2.02	79.62	78.12
26	2	60	30	1.76	69.65	75.34
27	1	60	30	1.45	79.15	81.9
28	2	55	30	1.98	80.52	84.77
29	1	45	30	1.39	78.59	83.23
30	1	55	60	1.21	83.12	93.45
31	1.5	50	30	1.62	83.22	92.76
32	1.5	60	60	1.40	78.64	89.66



ภาพที่ 17 ผลของปัจจัยหลักที่มีต่อการผลิตเมทิลเอสเทอร์

ตารางที่ 15 การวิเคราะห์ความแปรปรวน (ANOVA) ของเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์จากการออกแบบการทดลองแบบ Full Factorial

Source	DF	SS	MS	F	<i>p</i> – value
%H ₂ SO ₄ (C)	3	91.729	30.576	4.75	0.030
time(t)	1	135.836	135.836	21.09	0.001
Temp(T)	3	162.059	54.020	8.39	0.006
time*%H ₂ SO ₄ (tC)	3	20.397	6.799	1.06	0.415
Temp*%H ₂ SO ₄ (TC)	9	219.877	24.431	3.79	0.030
Temp*time(Tt)	3	56.141	18.714	2.91	0.094
Error	9	57.956	6.440		
Total	31	743.995			

หมายเหตุ: $R^2 = 92.21\%$ SE = 2.54

$R^2(\%)$ คือค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ

SE คือค่าความคลาดเคลื่อนมาตรฐาน

ตัวสถิติที่ใช้ในการทดสอบคือค่า p -value โดยจะปฏิเสธ H_0 ก็ต่อเมื่อค่า p -value ของตัวแปรอิสระมีค่าน้อยกว่าระดับนัยสำคัญที่กำหนด พบว่าที่ระดับนัยสำคัญ (α) 0.05 ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก ($F = 4.75$, p -value = 0.030) มีอิทธิพลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์อย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันเป็นปฏิกิริยาที่ผันกลับได้และต้องการตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อให้ปฏิกิริยาดำเนินไปทางด้านผลิตภัณฑ์ นอกจากนี้ ที่ระดับนัยสำคัญ (α) 0.01 อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา ($F = 8.39$, p -value = 0.006) และเวลาในการทำปฏิกิริยา ($F = 21.09$, p -value = 0.001) จะเป็นปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์อย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่น 99 เปอร์เซ็นต์ ส่วนการวิเคราะห์การมีปฏิสัมพันธ์ระหว่างปัจจัยต่างๆ ที่ส่งผลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ พบว่ามีปฏิสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาและความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก ($F = 3.79$, p -value = 0.030) แต่ไม่มีปฏิสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการทำปฏิกิริยากับความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก ($F = 1.06$, p -value = 0.415) และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยากับเวลาในการทำปฏิกิริยา ($F = 2.91$, p -value = 0.094) แสดงดังตารางที่ 15

จากผลการวิเคราะห์ด้วยการออกแบบการทดลองแบบ Full Factorial ซึ่งแสดงในข้างต้น ยังได้นำวิธีการ Response Surface Methodology มาวิเคราะห์ผลประกอบกัน เพื่อหาตัวแบบจำลองและค่าสภาวะการทดลองในขั้นตอนที่ 1 ที่เหมาะสมที่สุดต่อการผลิตเมทิลเอสเทอร์ ซึ่งทำการออกแบบการทดลองโดยใช้ Box – Behnken Design โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

1.2. ผลการทดลองในขั้นตอนที่ 1 จากการออกแบบการทดลองโดยวิธี Box – Behnken Design

จากการออกแบบการทดลองโดยทำการศึกษา 3 ปัจจัย ได้แก่ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา และเวลาในการทำปฏิกิริยา แต่ละปัจจัยมี 3 ระดับ และมีการทำการทดลองซ้ำที่จุดกึ่งกลาง ดังนั้นจึงมีจำนวนการทดลองเท่ากับ 15 การทดลอง โดยเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ (%FAME) ที่ผลิตได้จากการทดลองตามสภาวะที่ได้จากการออกแบบการทดลอง ค่าความเป็นกรดของผลิตภัณฑ์ในขั้นตอนที่ 1 รวมถึงการคำนวณร้อยละของผลได้ (% Yield) แสดงดังตารางที่ 16 โดยกำหนดให้สภาวะการทดลองอื่นๆ คงที่ คือ ขั้นตอนที่ 1 ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วเท่ากับ 6.05:1 ซึ่งเป็นอัตราส่วนโดยโมลที่เหมาะสมที่สุดจากการทดลองข้างต้น โดยกำหนดให้สภาวะในขั้นตอนที่ 2 คงที่ ดังต่อไปนี้ ใช้

อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 เท่ากับ 9.09:1 ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 0.5 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนักน้ำมัน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 50 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที จากผลการทดลองสามารถนำมาวิเคราะห์ด้วยโปรแกรม MINITAB โดยประมวลผลด้วยวิธี Response Surface Methodology เพื่อหาตัวแบบจำลองในการทำนายเปอร์เซนต์เมทิลเอสเทอร์ต่อไป

1.2.1. ผลการวิเคราะห์ความเหมาะสมของแบบจำลอง

จากการวิเคราะห์ความเหมาะสมของตัวแบบจำลองโดยใช้โปรแกรม MINITAB สามารถจำแนกแบบจำลองที่มีความเป็นไปได้ในการอธิบายการเปลี่ยนแปลงของค่าเปอร์เซนต์เมทิลเอสเทอร์ด้วยตัวแปรอิสระ (อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมัน ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา และเวลาในการทำปฏิกิริยา) อยู่ 4 แบบจำลอง ดังสมการที่ (1) ถึง (4) โดย Y คือเปอร์เซนต์เมทิลเอสเทอร์ x_i, x_{ij} คือตัวแปรอิสระ β_0 คือค่าคงที่ (Constant) ของแบบจำลอง และ $\beta_i, \beta_{ii}, \beta_{ij}$ คือค่าสัมประสิทธิ์การถดถอยของแต่ละตัวแปรอิสระในแบบจำลอง

Linear Model

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^3 \beta_i x_i \quad (1)$$

Linear + Interaction Model

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^3 \beta_i x_i + \sum_{i=1}^2 \sum_{j=i+1}^3 \beta_{ij} x_{ij} \quad (2)$$

Linear + Square Model

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^3 \beta_i x_i + \sum_{i=1}^3 \beta_{ii} x_i^2 \quad (3)$$

Full Quadratic Model

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^3 \beta_i x_i + \sum_{i=1}^3 \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^2 \sum_{j=i+1}^3 \beta_{ij} x_{ij} \quad (4)$$

โดยต้องพิจารณาค่าความคลาดเคลื่อนมาตรฐาน (SE) และค่าสัมประสิทธิ์การตัดกันใจ (R^2) ของแต่ละแบบจำลองเปรียบเทียบกับกัน เพื่อเลือกแบบจำลองที่เหมาะสมที่จะสามารถอธิบายผลการทดลองได้ดีที่สุด จากการใช้โปรแกรม MINITAB และประมวลผลด้วยวิธี Response Surface Methodology ได้ค่าความคลาดเคลื่อนมาตรฐานและค่าสัมประสิทธิ์การตัดกันใจของแต่ละตัวแบบจำลอง แสดงดังตารางที่ 17

ตารางที่ 16 เปอร์เซนต์เมทิลเอสเทอร์ ค่าความเป็นกรดของผลิตภัณฑ์ในขั้นตอนที่ 1 และร้อยละของผลได้ ที่สภาวะการทดลองต่างๆ

การทดลองที่	ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก (% wt.)	อุณหภูมิ (°C)	เวลา (นาที)	Acid Value (mg KOH/g)	% FAME	% Yield
1	1.5	45	45	1.02	78.23	84.29
2	1.0	55	30	1.08	79.14	85.26
3	1.5	55	45	0.97	83.65	89.44
4	0.5	50	30	1.23	74.75	85.36
5	1.5	50	60	1.24	84.24	90.12
6	1.5	50	30	1.33	83.22	90.26
7	1.0	45	60	1.37	82.68	91.19
8	1.0	50	45	0.94	84.13	93.24
9	0.5	50	60	0.98	85.04	95.03
10	1.0	45	30	1.40	78.59	83.26
11	1.0	50	45	0.95	82.35	87.77
12	1.0	55	60	1.05	83.12	91.78
13	1.0	50	45	1.12	83.34	90.34

ตารางที่ 16 (ต่อ)

การทดลองที่	ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก (% wt.)	อุณหภูมิ (°C)	เวลา (นาที)	Acid Value (mg KOH/g)	% FAME	% Yield
14	0.5	45	45	1.46	73.27	82.16
15	0.5	55	45	1.51	73.14	83.43

จากตารางที่ 17 พบว่า แบบจำลอง Full Quadratic มีค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจที่ปรับค่าแล้วมากที่สุด และค่าความคลาดเคลื่อนมาตรฐานน้อยที่สุด แสดงว่าแบบจำลอง Full Quadratic มีความเหมาะสมที่สุดในการนำมาเป็นตัวแทนจำลองเพื่ออธิบายผลการทดลอง

ตารางที่ 17 ค่าความคลาดเคลื่อนมาตรฐานและค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ จากการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1

แบบจำลอง	R^2 (%)	R^2 (adj)(%)	SE
Linear	49.9	36.2	3.295
Linear + square	82.4	69.1	2.291
Linear + interaction	62.1	33.7	3.358
Full quadratic	94.6	84.9	1.601

หมายเหตุ: R^2 (%) คือ ค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ

R^2 (adj) คือ ค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจที่ปรับค่าแล้ว ใช้ประกอบการพิจารณาเมื่อ

ข้อมูลมีจำนวนน้อยกว่า 30 ตัวอย่าง โดยรายละเอียดการคำนวณอยู่ในภาคผนวก ค

SE คือ ค่าความคลาดเคลื่อนมาตรฐาน

1.2.2. การวิเคราะห์หาค่าสัมประสิทธิ์การถดถอย (β_i) ของตัวแบบจำลองในการทำนายเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์

เนื่องจากต้องการศึกษาการมีปฏิสัมพันธ์กันระหว่างตัวแปรต่างๆ ที่ส่งผลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ ดังนั้นจึงต้องทำการวิเคราะห์จากค่าสัมประสิทธิ์การถดถอย โดยวิธี Response Surface Regression จากตารางที่ 18 พบว่าสามารถเขียนแบบจำลองแบบ Full Quadratic แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์กับตัวแปรอิสระ (ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยากรดซัลฟิวริก อุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยา) ได้ดังสมการที่ (5)

ตารางที่ 18 ค่าสัมประสิทธิ์การถดถอยของตัวแปรอิสระในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1

Term	Coef	<i>p – value</i>
Constant	-281.121	0.025
%H ₂ SO ₄ (C)	13.023	0.033
time(<i>t</i>)	0.019	0.047
Temp(<i>T</i>)	13.880	0.009
%H ₂ SO ₄ *%H ₂ SO ₄ (<i>C</i> ²)	-10.542	0.025
Temp*Temp(<i>T</i> ²)	-0.143	0.008
time*%H ₂ SO ₄ (<i>tC</i>)	-0.309	0.034
Temp*%H ₂ SO ₄ (<i>TC</i>)	0.555	0.144
Temp*time(<i>Tt</i>)	-0.000	0.974

หมายเหตุ $R^2 = 94.6\%$ $R^2(\text{adj}) = 84.9$ $SE = 1.601$ $p - value = 0.011$

Coef คือ ค่าสัมประสิทธิ์การถดถอย β_i ของแต่ละตัวแปรในสมการ Full Quadratic

p – value คือ ตัวสถิติที่ใช้ทดสอบค่าความน่าจะเป็น

$$\begin{aligned} \%FAME = & -281.121 + 13.023C + 0.019t + 13.880T - 10.542C^2 - 0.143T^2 \\ & - 0.309tC + 0.555TC \end{aligned} \quad (5)$$

โดยที่ %FAME คือ เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์

T	คือ อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1 (องศาเซลเซียส)
t	คือ เวลาในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1 (นาท)
C	คือ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยากรดซัลฟิวริก (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน)

เมื่อได้ค่าสัมประสิทธิ์การถดถอยและรูปแบบจำลอง ดังสมการที่ (5) แล้ว ขั้นตอนต่อไปเป็นการวิเคราะห์นัยสำคัญของค่าสัมประสิทธิ์การถดถอย (β_i) ของแต่ละตัวแปรหรือการทดสอบสมมติฐานเกี่ยวกับค่าสัมประสิทธิ์การถดถอย ซึ่งเป็นการทดสอบว่าตัวแปรอิสระ X_i แต่ละตัวในสมการที่ (5) นั้นมีอิทธิพลต่อตัวแปรตาม (เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์) หรือไม่ โดยกำหนดสมมติฐานดังนี้

$$H_0: \beta_1, \beta_2, \dots, \beta_k = 0 \quad \text{ตัวแปรอิสระที่ } i (X_i) \text{ ไม่มีอิทธิพลต่อตัวแปรตาม}$$

$$H_1: \beta_1, \beta_2, \dots, \beta_k \neq 0 \quad \text{ตัวแปรอิสระที่ } i (X_i) \text{ มีอิทธิพลต่อตัวแปรตาม}$$

ตัวสถิติที่ใช้ในการทดสอบคือค่า p -value โดยจะปฏิเสธ H_0 ก็ต่อเมื่อค่า p -value ของตัวแปรอิสระมีค่าน้อยกว่าระดับนัยสำคัญที่กำหนด จากการใช้โปรแกรม MINITAB ประมวลผลค่า p -value ของตัวแปรอิสระแต่ละตัว ได้ผลแสดงดังตารางที่ 18 เมื่อพิจารณาในส่วนของ Linear Terms ได้แก่ C t และ T พบว่า C t และ T มีค่า p -value เท่ากับ 0.033 0.047 และ 0.009 ตามลำดับ ดังนั้นที่ระดับนัยสำคัญ (α) เท่ากับ 0.01 พบว่าค่า p -value ของ T มีค่าน้อยกว่า 0.01 แสดงว่าความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์กับตัวแปรอิสระ อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา (T) เป็นไปอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่น 99 เปอร์เซ็นต์ ในส่วนของตัวแปรอิสระ C และ t ซึ่งมีค่า p -value น้อยกว่า 0.05 แสดงว่าความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์กับความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก (C) และเวลาในการทำปฏิกิริยา (t) เป็นไปอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าตัวแปรอิสระ C t และ T สามารถนำไปใช้ในการพยากรณ์เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ในสมการที่ (5) ได้

เมื่อพิจารณาในส่วนของ Square Terms ได้แก่ C^2 และ T^2 ซึ่งมีค่า p -value เท่ากับ 0.025 และ 0.008 ตามลำดับ ที่ระดับนัยสำคัญ (α) 0.05 พบว่า ค่า p -value ของตัวแปรอิสระ C^2 มีค่าน้อยกว่า 0.05 แสดงว่า ความสัมพันธ์ระหว่าง %FAME กับ

ตัวแปรอิสระ C^2 เป็นไปอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ และ ที่ระดับนัยสำคัญ (α) 0.01 พบว่า ค่า p -value ของตัวแปรอิสระ T^2 มีค่าน้อยกว่า 0.01 แสดงว่าความสัมพันธ์ระหว่าง %FAME กับตัวแปรอิสระ T^2 เป็นไปอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่น 99 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า C^2 และ T^2 สามารถนำไปใช้ในการพยากรณ์เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ในสมการที่ (5) ได้

เมื่อพิจารณาในส่วนของ Interaction Terms ได้แก่ tC TC Tt พบว่ามีค่า p -value เป็น 0.034 0.144 และ 0.974 ตามลำดับ ดังนั้นที่ระดับนัยสำคัญ (α) 0.05 พบว่าค่า p -value ของตัวแปรอิสระ tC มีค่าน้อยกว่า 0.05 แสดงว่า ตัวแปรอิสระ tC จะมีอิทธิพลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ อย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ สามารถนำไปใช้ในการพยากรณ์เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ในสมการที่ (5) ได้

1.2.3. การวิเคราะห์อิทธิพลของตัวแปรอิสระต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์

ก. ผลของความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกและเวลาในการทำปฏิกิริยาต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์

จากการศึกษาลักษณะผลพื้นผิวตอบสนองของความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกและเวลาในการทำปฏิกิริยา ที่ส่งผลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ ในรูปแบบของ Contour Plot และ Surface Plot แสดงดังภาพที่ 18 เมื่อพิจารณาความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกและเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีผลร่วมกันต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ พบว่าเวลาในการทำปฏิกิริยามากกว่า 53 นาที และที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกประมาณ 0.6 ถึง 1.45 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน ส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์สูงสุดเท่ากับ 85 เปอร์เซ็นต์ เมื่อพิจารณาร่วมกับค่าความเป็นกรดของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 แสดงดังภาพที่ 19 พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 ที่มีค่าความเป็นกรดน้อยกว่าหรือเท่ากับ 1.1 มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัม จะส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์สูงที่สุด เนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 นั้น เกิดจากการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างกรดไขมันอิสระกับเมทานอล โดยมีกรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ได้ผลิตภัณฑ์บางส่วนเป็นเมทิลเอสเทอร์ จนปริมาณกรดไขมันอิสระลดลงน้อยกว่าหรือเท่ากับ 0.5 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นเมื่อนำไปทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 ต่อ จึงไม่เกิดสบู่จากปฏิกิริยาสะปอนิฟิเคชันของกรดไขมันอิสระกับเบส ส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์สูงขึ้น โดยผลที่ได้มี

ความสอดคล้องกับการวิเคราะห์หาค่าสัมประสิทธิ์การถดถอย (β_i) ของตัวแบบจำลองในการทำนายเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ ในหัวข้อ 1.2.2. ซึ่งพบว่าในส่วนของ Interaction Terms นั่นคือตัวแปรอิสระ tC จะมีอิทธิพลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ อย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์

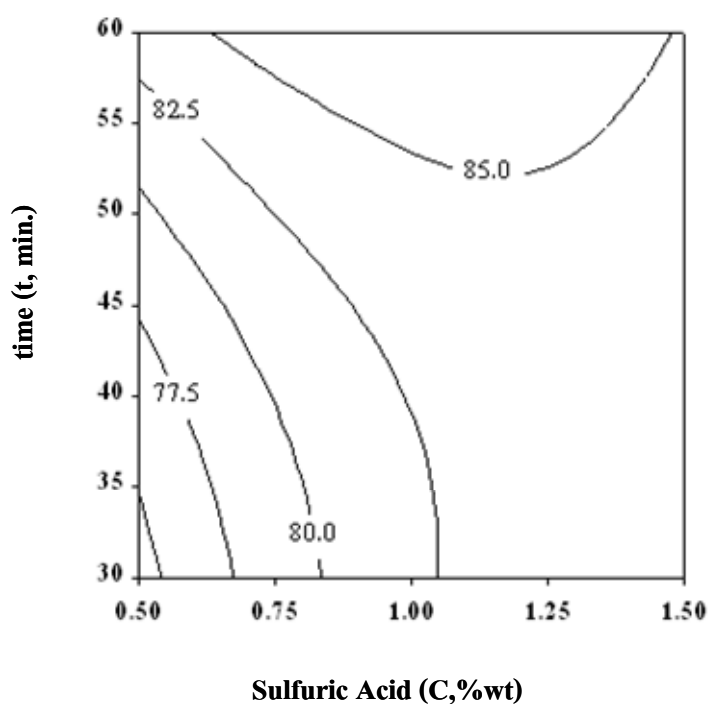
ข. ผลของความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกและอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์

จากการศึกษาลักษณะผลพื้นผิวตอบสนองความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกและอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา ที่ส่งผลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ แสดงดังภาพที่ 20 พบว่าช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วกับเมทานอลอยู่ในช่วง 50 ถึง 52.5 องศาเซลเซียส และความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกอยู่ในช่วง 1.2 ถึง 1.4 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน ส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์เท่ากับ 84 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อพิจารณาประกอบกับผลค่าความเป็นกรดของผลิตภัณฑ์ จากการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1 แสดงดังภาพที่ 21 พบว่ามีค่าลดลงจากเดิม 1.45 มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัม เป็น 1 มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัม โดยวิเคราะห์จากผลิตภัณฑ์ที่ไม่ได้ผ่านขั้นตอนการล้าง เนื่องจากต้องการประหยัดเวลา และการล้างผลิตภัณฑ์ยังส่งผลให้ร้อยละของผลได้ลดลงอีกด้วย ดังนั้นค่าความเป็นกรดของผลิตภัณฑ์ จึงเป็นผลมาจากกรดไขมันอิสระกับกรดซัลฟิวริกที่เหลือจากการทำปฏิกิริยา จากการเปรียบเทียบกับค่าความเป็นกรดเริ่มต้นของน้ำมัน แสดงว่าระหว่างการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1 นั้น ปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างกรดไขมันอิสระกับเมทานอลเกิดขึ้นได้ จนปริมาณกรดไขมันอิสระลดลง ดังนั้นจึงไม่เกิดสบู่เนื่องจากปฏิกิริยาสะปอนิฟิเคชันของกรดไขมันอิสระกับเบส ส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์สูงขึ้น ในส่วนของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมจะขึ้นอยู่กับประเภทของน้ำมัน และชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา เนื่องจากน้ำมันที่ใช้เป็นวัตถุดิบผ่านการประกอบอาหารซึ่งใช้ความร้อนสูงมาแล้ว จึงปนเปื้อนกับเครื่องปรุงรสต่างๆ ดังนั้นเมื่อใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาสูงขึ้นทำให้สารปนเปื้อนในน้ำมันจับตัวกันเป็นยางเหนียว ส่งผลให้น้ำมันสัมผัสกับเมทานอลได้น้อยลง ส่วนการใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ต่ำกว่า 50 องศาเซลเซียส ไม่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน เนื่องจากเป็นปฏิกิริยาผันกลับได้ที่ต้องการพลังงานความร้อนในการขับเคลื่อน เพื่อให้ทิศทางของปฏิกิริยาไปทางผลิตภัณฑ์ ผลการทดลองจากงานวิจัยนี้พบว่า สอดคล้องกับการทดลองของ Ramadhas *et al.* (2005) ที่ระบุว่าอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมจะอยู่ในช่วง 45 ± 5 องศาเซลเซียส โดยอุณหภูมิในการทำ

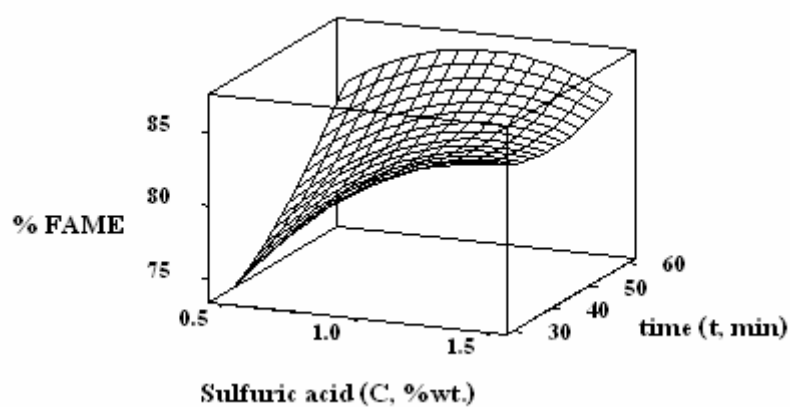
ปฏิกิริยาที่สูงกว่านี้จะมีโอกาสทำให้สูญเสียเมทานอลและผลิตภัณฑ์จะมีสีเข้มขึ้น รวมทั้งเพิ่มต้นทุนในกระบวนการผลิตไบโอดีเซลอีกด้วย

ก. ผลของเวลาและอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์

จากการศึกษาลักษณะผลพื้นผิวตอบสนองของเวลาและอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ แสดงดังภาพที่ 22 พบว่าอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์สูงที่สุดเท่ากับ 85 เปอร์เซ็นต์ คือที่อุณหภูมิ 50 ± 3 องศาเซลเซียส โดยต้องใช้เวลาในการทำปฏิกิริยามากกว่า 53 นาที ทั้งนี้เมื่อเปรียบเทียบกับภาพที่ 23 ซึ่งแสดงค่าความเป็นกรดของผลิตภัณฑ์จากขั้นตอนที่ 1 พบว่าเมื่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์สูงที่สุด จะมีค่าความเป็นกรดของผลิตภัณฑ์จากขั้นตอนที่ 1 น้อยกว่าหรือเท่ากับ 1.1 มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัม ซึ่งได้ผลสอดคล้องกับการวิเคราะห์ผลในหัวข้อที่ผ่านมา นั่นคือการทดลองในขั้นตอนที่ 1 ซึ่งเป็นการใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันระหว่างกรดไขมันอิสระกับเมทานอล ปรากฏว่าเวลาในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1 ที่ประมาณ 50 ถึง 60 นาที เป็นระยะเวลาที่สามารถลดปริมาณของกรดไขมันอิสระจนมีปริมาณเหมาะสมต่อการนำไปทำปฏิกิริยาต่อในขั้นตอนที่ 2 ซึ่งใช้เบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จึงไม่เกิดสบู่เนื่องจากปฏิกิริยาสะปอนิฟิเคชันของกรดไขมันอิสระกับเบส ส่งผลให้มีเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์สูงขึ้น

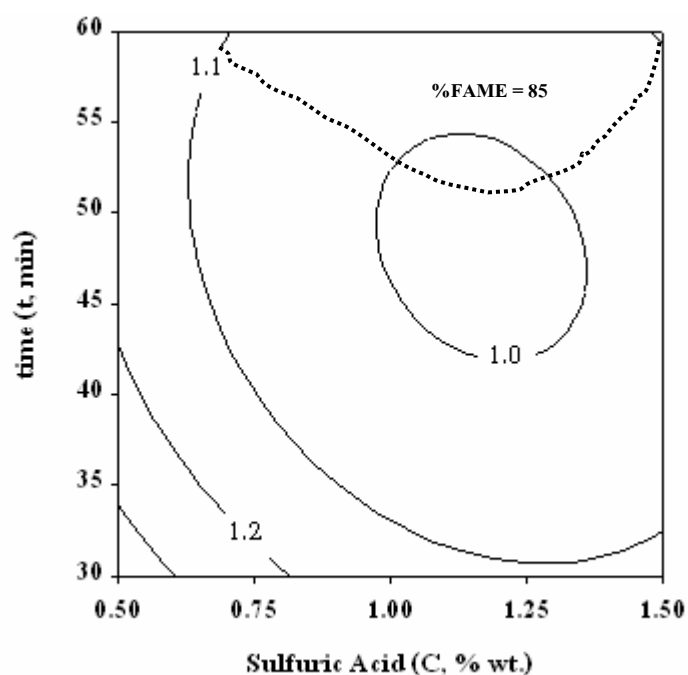


(ก)

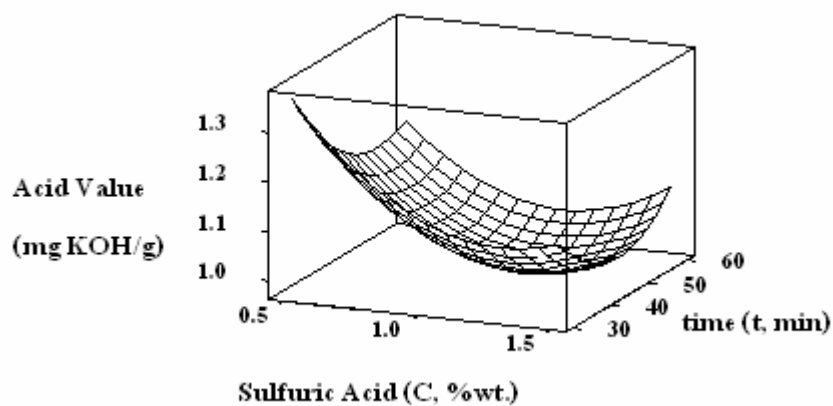


(ข)

ภาพที่ 18 Contour Plot (ก) และ Surface Plot (ข) แสดงอิทธิพลของความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก และเวลาในการทำปฏิกิริยาต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ ของการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1 (ขั้นตอนที่ 1 ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 6.05:1 และ อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 50 องศาเซลเซียส โดยกำหนดให้สภาวะการทดลองต่างๆ ในขั้นตอนที่ 2 คงที่)

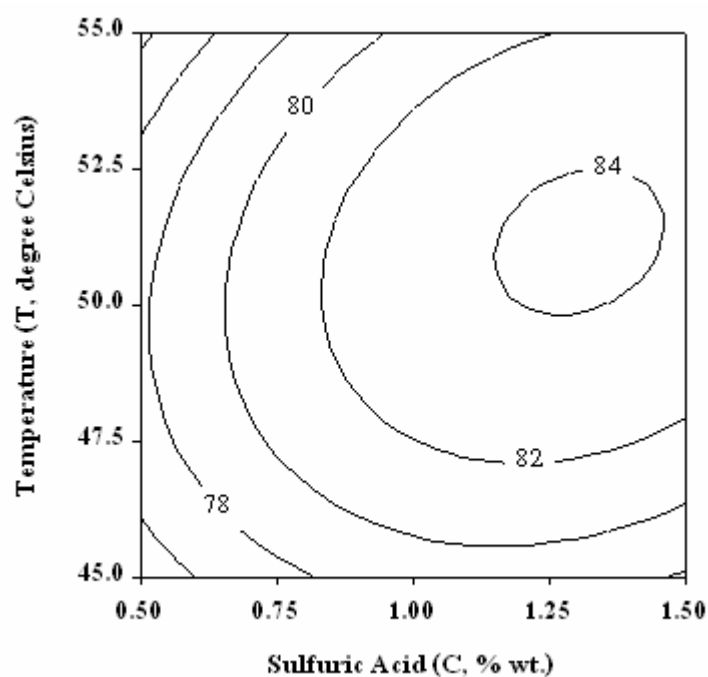


(ก)

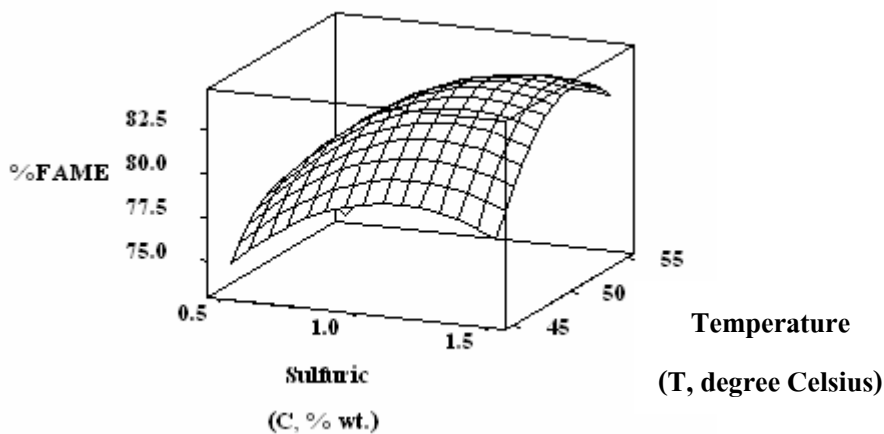


(ข)

ภาพที่ 19 Contour Plot (ก) และ Surface Plot (ข) แสดงอิทธิพลของความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก และเวลาในการทำปฏิกิริยาต่อค่าความเป็นกรดของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 (ขั้นตอนที่ 1 ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 6.05:1 และ อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 50 องศาเซลเซียส โดยกำหนดให้สภาวะการทดลอง ต่างๆ ในขั้นตอนที่ 2 คงที่)

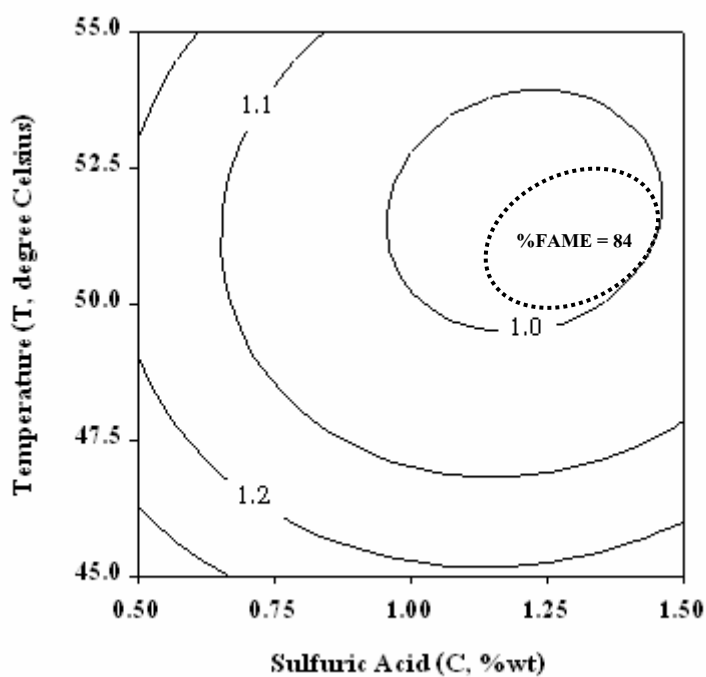


(ก)

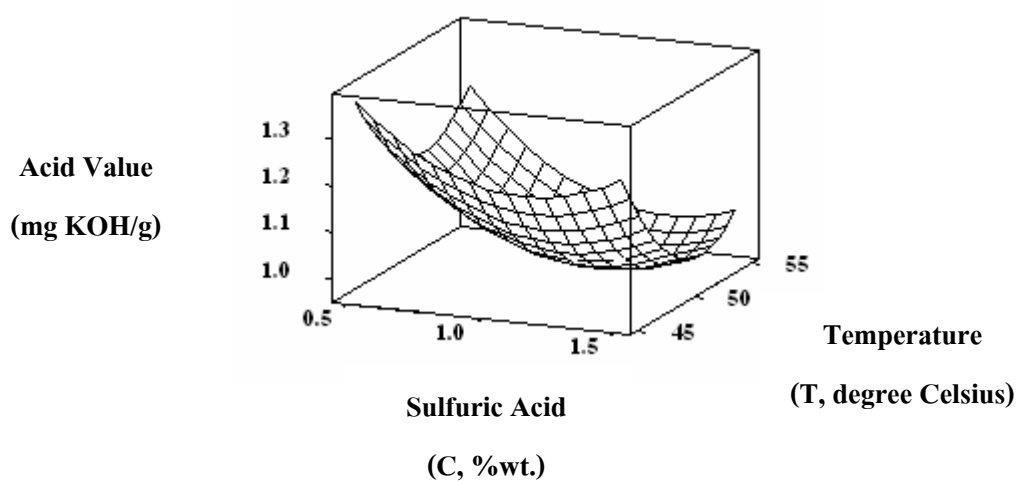


(ข)

ภาพที่ 20 Contour Plot (ก) และ Surface Plot (ข) แสดงผลของความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ ของการทำปฏิกิริยาใน ขั้นตอนที่ 1
(ขั้นตอนที่ 1 ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 6.05:1 เวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 45 นาที โดยกำหนดให้สภาวะการทดลองต่างๆ ในขั้นตอนที่ 2 คงที่)

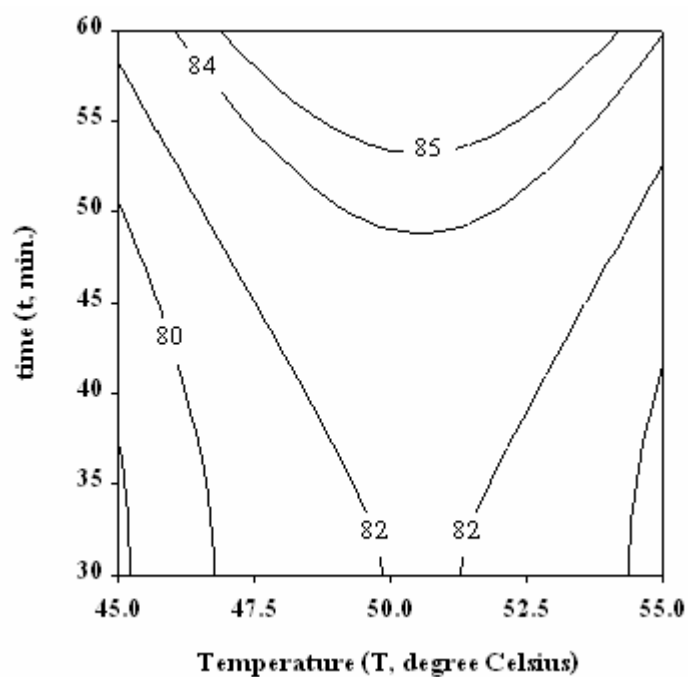


(ก)

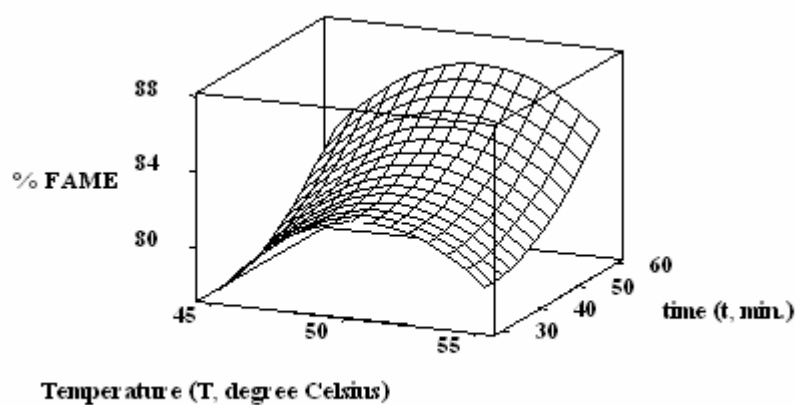


(ข)

ภาพที่ 21 Contour Plot (ก) และ Surface Plot (ข) แสดงผลของความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาต่อค่าความเป็นกรดของผลิตภัณฑ์จากขั้นตอนที่ 1 (ขั้นตอนที่ 1 ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 6.05:1 เวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 45 นาที โดยกำหนดให้สภาวะการทดลองต่างๆ ในขั้นตอนที่ 2 คงที่)

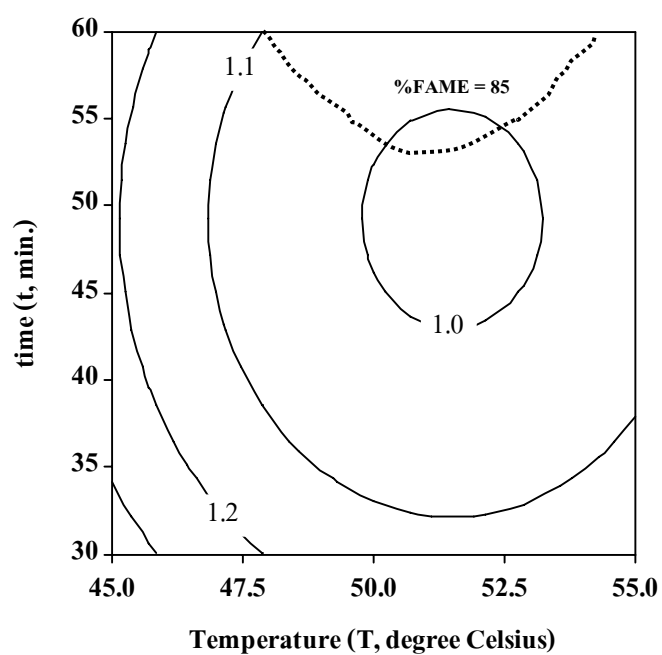


(ก)

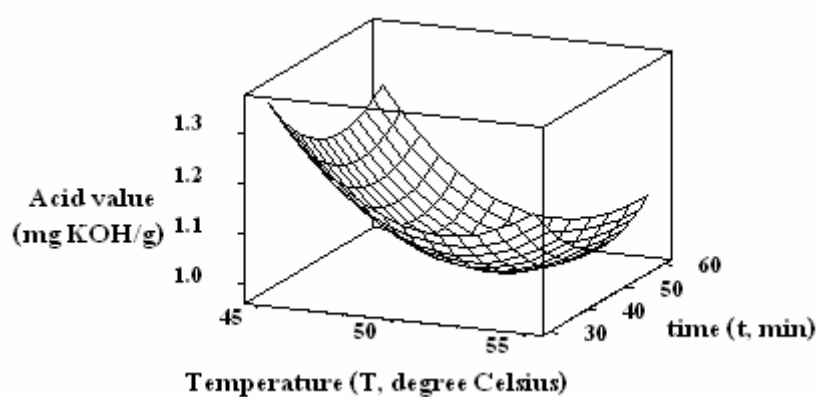


(ข)

ภาพที่ 22 Contour Plot (ก) และ Surface Plot (ข) แสดงผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาและอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ ของการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1 (ขั้นตอนที่ 1 ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 6.05:1 ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกเท่ากับ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน โดยกำหนดให้สภาวะการทดลองต่างๆ ในขั้นตอนที่ 2 คงที่)



(ก)



(ข)

ภาพที่ 23 Contour Plot (ก) และ Surface Plot (ข) แสดงผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาและอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาต่อค่าความเป็นกรดของผลิตภัณฑ์จากขั้นตอนที่ 1 (ขั้นตอนที่ 1 ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 6.05:1 ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกเท่ากับ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน โดยกำหนดให้สภาวะการทดลองต่างๆ ในขั้นตอนที่ 2 คงที่)

1.2.4. การวิเคราะห์หาสถานะที่เหมาะสมจากการทดลองในขั้นตอนที่ 1

จากการวิเคราะห์หาสถานะที่เหมาะสมโดยใช้ Simultaneous Optimization Technique หมายถึง การนำเอา Desirability Functions มาใช้ในการวิเคราะห์หาสถานะที่เหมาะสม (Myers and Montgomery, 2002) เนื่องจากวัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้คือ การผลิตเมทิลเอสเทอร์ ให้มีความบริสุทธิ์มากที่สุด และจากผลการศึกษาปัจจัยต่างๆ ในขั้นตอนที่ 1 ที่ส่งผลต่อเปอร์เซ็นต์ เมทิลเอสเทอร์ จึงมีรายละเอียดการประมวลผลดังต่อไปนี้

ค่าเป้าหมาย (Target) ของเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์

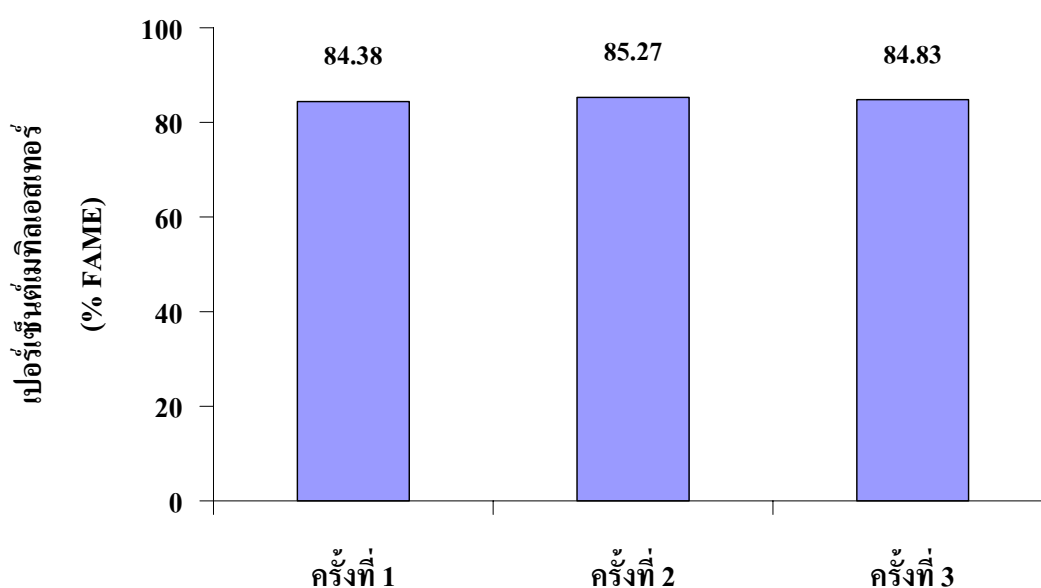
เนื่องจากการทดลองในขั้นตอนแรก มีเป้าหมายเพื่อลดค่าความเป็นกรดของน้ำมันก่อนที่จะนำไปทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 ดังนั้นวัตถุประสงค์เพื่อให้ได้ค่า %FAME มากที่สุด จึงกำหนดค่าเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ที่สูงที่สุดจากการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1 คือ 85.04 เปอร์เซ็นต์ และกำหนดค่าขอบเขตล่าง (Lower Limit) เท่ากับค่าเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ที่ต่ำที่สุดจากการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1 เท่ากับ 73.14 เปอร์เซ็นต์

ค่า Weight

ค่า Weight เป็นตัวกำหนดรูปแบบของ Desirability Functions ซึ่งมีค่าระหว่าง 0.1 ถึง 1 ในที่นี้กำหนดให้เป็น 1 เนื่องจากจะทำให้ค่า Composite Desirability ใกล้เคียงกับ 1 ซึ่งเป็นค่าที่เหมาะสมที่สุด

จากการประเมินผลโดยโปรแกรม MINITAB ด้วยข้อมูลข้างต้น พบว่าสถานะที่เหมาะสมซึ่งจะทำให้ได้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์เท่ากับเป้าหมายที่กำหนด คือ ขั้นตอนแรก ใช้ อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วเท่ากับ 6.05:1 ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกเท่ากับ 0.68 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 51 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 60 นาที โดยกำหนดสถานะในขั้นตอนที่ 2 ดังนี้คือ ใช้ อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 เท่ากับ 9.09:1 ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 50 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 30 นาที

เพื่อเป็นการยืนยันผลการประเมินผลโดยโปรแกรม MINITAB ดังนั้นจึงทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง ตามสภาวะที่ประมวลผล จากผลการทดลองพบว่า ที่สภาวะดังกล่าวได้ผลเฉลี่ยของเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์เท่ากับ 84.83 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งใกล้เคียงกับเป้าหมายที่กำหนด คือ 85.04 เปอร์เซ็นต์ แสดงดังภาพที่ 24



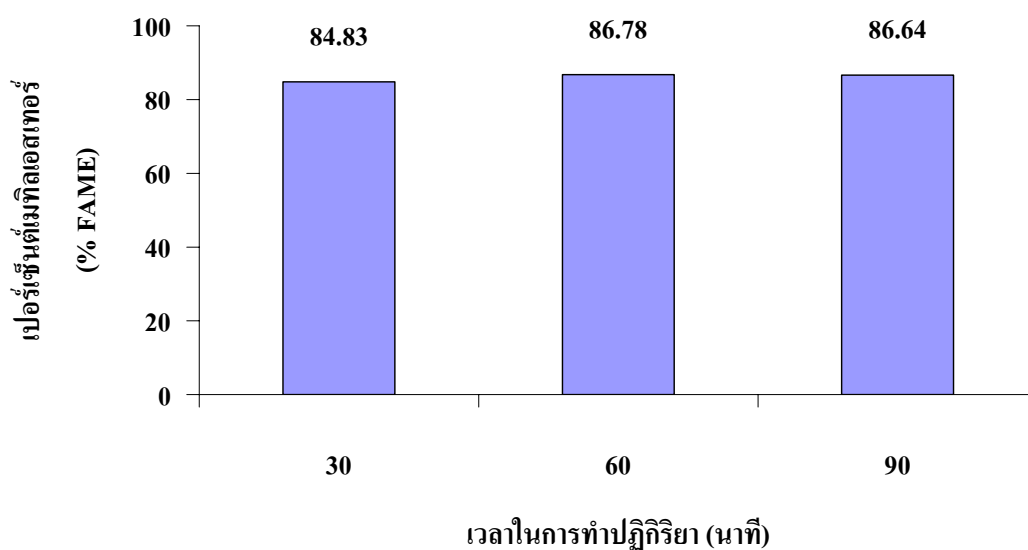
ภาพที่ 24 เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ที่ผลิตได้จากสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในขั้นตอนที่ 1 ที่ได้จากการประเมินผลโดยโปรแกรม MINITAB

2. ผลการทดลองในขั้นตอนที่ 2 (ใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา)

จากสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการผลิตเมทิลเอสเทอร์จากขั้นตอนที่ 1 คือใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วเท่ากับ 6.05:1 ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกเท่ากับ 0.68 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 51 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 60 นาที ดังนั้น การทดลองขั้นต่อมาคือ การหาสภาวะที่เหมาะสมต่อการผลิตเมทิลเอสเทอร์ในขั้นตอนที่ 2 โดยทำการศึกษา 4 ปัจจัยหลัก ได้แก่ อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ อุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยา

2.1 ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 ต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์

เพื่อเป็นการลดจำนวนการทดลอง จึงเริ่มต้นด้วยการศึกษาผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 ที่เวลา 30 60 และ 90 นาที แสดงดังภาพที่ 24 โดยมีสภาวะการทดลองอื่นๆ คงที่ ดังนี้ ขั้นตอนแรก ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วเท่ากับ 6.05:1 ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกเท่ากับ 0.68 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 51 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 60 นาที (เป็นสภาวะที่เหมาะสมที่สุดจากขั้นตอนที่ 1) ส่วนขั้นตอนที่ 2 กำหนดให้สภาวะในการทดลองคงที่ ดังนี้ ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 เท่ากับ 9.09:1 ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 50 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 25 เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ของผลิตภัณฑ์เมื่อเปลี่ยนแปลงเวลาในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2

จากภาพที่ 25 พบว่าเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 ระหว่าง 30 และ 60 นาที เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์จะเพิ่มขึ้น และจะลดลงเล็กน้อยเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 เท่ากับ 90 นาที ทั้งนี้อาจเป็นเพราะปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันเริ่มเข้าสู่จุดสมดุล

เมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 60 นาที ดังนั้นการใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาที่ 90 นาที จึงไม่พบการเพิ่มขึ้นของเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ ซึ่งผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยอื่นๆ ได้แก่ Felizardo *et al.* (2006) ซึ่งศึกษาปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างน้ำมันเมล็ดทานตะวันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วกับเมทานอลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่าสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการผลิตเมทิลเอสเทอร์ให้มีปริมาณมากที่สุดคือ อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 4.8:1 โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.6 เปอร์เซ็นต์ที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 60 นาที ได้เปอร์เซ็นต์การแปลงผันเป็นเมทิลเอสเทอร์สูงสุดเท่ากับ 98 เปอร์เซ็นต์ นอกจากนี้ผลที่ได้ยังใกล้เคียงกับงานวิจัยของ Issariyakul *et al.* (2007) ซึ่งศึกษาการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของ Waste Fryer Grease กับเมทานอล โดยใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมันเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 50 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยา 60 นาที ได้เปอร์เซ็นต์การแปลงผันเป็นเมทิลเอสเทอร์สูงสุดเท่ากับ 90 เปอร์เซ็นต์

2.2. ผลการทดลองในขั้นตอนที่ 2 จากการออกแบบการทดลองโดยวิธี Box – Behnken Design

สำหรับการศึกษาผลการทดลองในหัวข้อนี้ จะใช้วิธี Box – Behnken Design เพื่อนำมาวิเคราะห์ผลการมีปฏิสัมพันธ์กันระหว่างปัจจัยต่างๆ ที่ส่งผลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ โดยทำการศึกษา 3 ปัจจัย แต่ละปัจจัยมี 3 ระดับ ได้แก่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 (5.19:1 9.09:1 และ 12.97:1) ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (0.5 1 และ 1.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน) อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา (50 55 และ 60 องศาเซลเซียส) และมีการทดลองซ้ำที่จุดกึ่งกลาง จึงมีจำนวนการทดลองเท่ากับ 15 การทดลอง โดยนำผลิตภัณฑ์ที่ผลิตได้มาหาค่าความเป็นกรด เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ และคำนวณร้อยละของผลได้ จากการทดลองผลิตไบโอดีเซลที่สภาวะต่างๆ แสดงดังตารางที่ 19 โดยกำหนดให้สภาวะการทดลองอื่นๆ คงที่ ดังนี้ ขั้นตอนที่ 1 อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วเท่ากับ 6.05:1 ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกเท่ากับ 0.68 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 51 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 60 นาที (เป็นสภาวะที่เหมาะสมที่สุดจากการประมวลผลในขั้นตอนที่ 1) และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 เท่ากับ 60 นาที จากผลการทดลองสามารถนำมาวิเคราะห์ด้วยโปรแกรม

MINITAB โดยประมวลผลด้วยวิธี Response Surface Methodology เพื่อหาตัวแบบจำลองในการทำนายเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์

ตารางที่ 19 ค่าความเป็นกรด เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ และร้อยละของผลได้จากการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 ที่สภาวะการทดลองต่างๆ

การทดลองที่	MeOH : oil (M')	KOH (C') (% wt.)	อุณหภูมิ (T') (°C)	Acid Value (mg KOH/g)	% FAME	% Yield
1	12.97	0.5	55	0.66	83.12	89.23
2	9.09	1.0	55	0.32	92.16	95.41
3	9.09	0.5	60	0.54	85.36	90.04
4	5.19	0.5	55	0.58	83.55	91.45
5	9.09	0.5	50	0.55	85.12	94.32
6	5.19	1.5	55	0.56	80.59	87.89
7	12.97	1.5	55	0.51	83.25	88.56
8	9.09	1.5	60	0.68	82.16	94.26
9	12.97	1.0	60	0.58	84.29	93.26
10	5.19	1.0	60	0.65	81.35	90.12
11	9.09	1.0	55	0.43	90.84	95.66
12	9.09	1.0	55	0.46	89.14	95.07
13	5.19	1.0	50	0.58	82.13	90.58
14	12.97	1.0	50	0.54	86.67	91.33
15	9.09	1.5	50	0.52	81.56	89.45

2.2.1. ผลการวิเคราะห์ความเหมาะสมของแบบจำลองของการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2

จากผลการทดลองต้องพิจารณาค่าความคลาดเคลื่อนมาตรฐาน (SE) และค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (R^2) ของแต่ละแบบจำลองเปรียบเทียบกับกัน เพื่อเลือกแบบจำลองที่เหมาะสมที่จะอธิบายผลการทดลองได้ดีที่สุด จากการใช้โปรแกรม MINITAB และประมวลผล

ด้วยวิธี Response Surface Methodology ได้ค่าความคลาดเคลื่อนมาตรฐานและค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจของแต่ละตัวแบบ แสดงในตารางที่ 20 พบว่าแบบจำลอง Linear + Square และ Full Quadratic จะมีค่าความคลาดเคลื่อนมาตรฐานที่ต่ำ และค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจที่สูงใกล้เคียงกัน ดังนั้นจึงเลือกแบบจำลอง Full Quadratic เพราะเป็นแบบจำลองที่อธิบายการมีปฏิสัมพันธ์กันระหว่างตัวแปรได้

ตารางที่ 20 ค่าความคลาดเคลื่อนมาตรฐานและค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจของการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2

แบบจำลอง	R ² (%)	R ² (adj)(%)	SE
Linear	13.7	0.0	3.701
Linear + Square	91.4	84.9	1.370
Linear + Interaction	15.5	0.0	4.296
Full Quadratic	93.2	80.8	1.547

2.2.2. การวิเคราะห์หาค่าสัมประสิทธิ์การถดถอย (β_i) ของตัวแบบจำลองในการทำนายเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์

เมื่อทำการวิเคราะห์ค่าสัมประสิทธิ์การถดถอย ด้วยโปรแกรม MINITAB โดยวิธี Response Surface Regression ได้ผลดังตารางที่ 21 พบว่าสามารถเขียนแบบจำลองแบบ Full Quadratic แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์กับตัวแปรอิสระ (อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมัน ความเข้มข้นของปฏิกิริยาโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา) ได้ดังสมการที่ (6)

ตารางที่ 21 ค่าสัมประสิทธิ์การถดถอยของตัวแปรอิสระในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2

Term	Coef	<i>p</i> – value
Constant	-323.411	0.024
MeOH : oil (M')	5.878	0.061
%KOH(C')	24.593	0.243
Temp(T')	13.691	0.012
MeOH : oil * MeOH : oil (M'^2)	-0.266	0.004
%KOH *%KOH (C'^2)	-16.292	0.004
Temp* Temp (T'^2)	-0.124	0.012
MeOH : oil * %KOH ($M' C'$)	0.398	0.364
MeOH : oil * Temp ($M' T'$)	-0.021	0.627
%KOH * Temp ($C' T'$)	0.036	0.912

หมายเหตุ $R^2 = 93.2\%$ $R^2(\text{adj}) = 80.8$ $SE = 1.547$ $p - value = 0.019$

Coef คือ ค่าสัมประสิทธิ์การถดถอย β_i ของแต่ละตัวแปรในสมการ Full Quadratic

$p - value$ คือ ตัวสถิติที่ใช้ทดสอบค่าความน่าจะเป็น

$$\begin{aligned} \%FAME = & -323.411 + 5.878M' + 24.593C' + 13.691T' - 0.266M'^2 - 16.292C'^2 \\ & - 0.124T'^2 + 0.398M'C' - 0.021MT' + 0.036CT' \end{aligned} \quad (6)$$

โดยที่ $\%FAME$ คือ เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์

M' คือ อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1

C' คือ ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน)

T' คือ อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 (องศาเซลเซียส)

2.2.3. การวิเคราะห์ผลของตัวแปรอิสระต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์

จากการประมวลผลตามสถานะในการออกแบบการทดลองด้วยโปรแกรม MINITAB โดยวิธีการศึกษาลักษณะผลพื้นผิวตอบสนองของตัวแปรอิสระ (อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2) ต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ ผลที่ได้จะอยู่ในรูปแบบของ Contour Plot และ Surface Plot แสดงดังภาพที่ 26 ถึง 28 สามารถอธิบายผลของตัวแปรอิสระเหล่านี้ต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ โดยการวิเคราะห์ผลเชิงสถิติทั้งในส่วนของ ปัจจัยหลัก และปัจจัยที่มีปฏิสัมพันธ์กัน ดังต่อไปนี้

ก. ผลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 ต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์

จากการศึกษาลักษณะผลพื้นผิวตอบสนองของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมัน ที่มีอิทธิพลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ ซึ่งแสดงข้อมูลดังตารางที่ 22 รวมถึง Contour Plot และ Surface Plot แสดงดังภาพที่ 26 และ 27 เมื่อพิจารณาจากค่าสัมประสิทธิ์การถดถอยของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 พบว่าในกรณีของ Linear Terms ตัวแปร M' (Coef = 5.878) ซึ่งมีสัมประสิทธิ์การถดถอยเป็นบวก แสดงว่าการเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 จะส่งผลให้เพิ่มเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ แต่เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 จนถึงระดับหนึ่งจะส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ลดลง สามารถอธิบายได้จาก Square Terms ตัวแปร M'^2 (Coef = -0.266) ซึ่งมีสัมประสิทธิ์การถดถอยเป็นลบ และเมื่อพิจารณาในส่วนของ Interaction Terms พบว่า $M' C'$ (Coef = 0.398) ซึ่งมีสัมประสิทธิ์การถดถอยเป็นบวก แสดงว่าการเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 และความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์จะส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้น ในส่วนของ $M' T'$ (Coef = -0.021) ซึ่งมีสัมประสิทธิ์การถดถอยเป็นลบ แสดงว่าการเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาจะส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ลดลง จากภาพที่ 26 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันประมาณ 8:1 ถึง 11:1 และความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ประมาณ 0.7 ถึง 1.1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน จะส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์มีค่าสูงสุดเท่ากับ 90 เปอร์เซ็นต์

เมื่อพิจารณาตามปริมาณสารสัมพันธ์ของปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน ซึ่ง 3 โมลของ แอลกอฮอล์ทำปฏิกิริยากับ 1 โมลของไตรกลีเซอไรด์ จะได้ผลิตภัณฑ์เป็น 3 โมลของอัลกิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน และ 1 โมลของกลีเซอรอล แต่เนื่องจากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเป็นปฏิกิริยาผันกลับได้ ดังนั้นการใช้แอลกอฮอล์ที่มากเกินไป จึงเป็นที่ต้องการเพื่อให้สมดุลของปฏิกิริยาเลื่อนไปทางขวา แต่การใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างแอลกอฮอล์ต่อน้ำมันที่มากเกินไป จะส่งผลต่อการแยกกลีเซอรอลออกจากเอสเทอร์ เพราะปริมาณแอลกอฮอล์ที่มากเกินไป จะทำให้การละลายระหว่างกลีเซอรอลกับเอสเทอร์เพิ่มขึ้น และกลีเซอรอลที่ผสมอยู่จะเป็นตัวช่วยให้สมดุลย้อนกลับไปทางซ้าย เป็นผลให้ปริมาณเอสเทอร์ลดลง ซึ่งผลที่ได้ใกล้เคียงกับผลการทดลองของ Encinar *et al.* (2007) ซึ่งทำการศึกษาปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วกับเอทานอล ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง 6:1 ถึง 12:1 พบว่า ปริมาณเอทิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้นเรื่อยๆ ตามอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเอทานอลต่อน้ำมัน และอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเอทานอลต่อน้ำมันที่ส่งผลให้ปริมาณเอทิลเอสเทอร์สูงจะอยู่ในช่วง 9:1 ถึง 12:1 สำหรับอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเอทานอลต่อน้ำมันที่น้อยกว่า 6:1 ปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ และเมื่อพิจารณาในภาพที่ 27 พบว่าทั้งอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันและอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาต่างก็มีผลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ ซึ่งอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันประมาณ 8:1 ถึง 11:1 และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาประมาณ 52 ถึง 57 องศาเซลเซียส จะเหมาะสมที่สุดต่อการผลิตเมทิลเอสเทอร์ โดยได้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์เท่ากับ 90 เปอร์เซ็นต์

ข. ผลของความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์

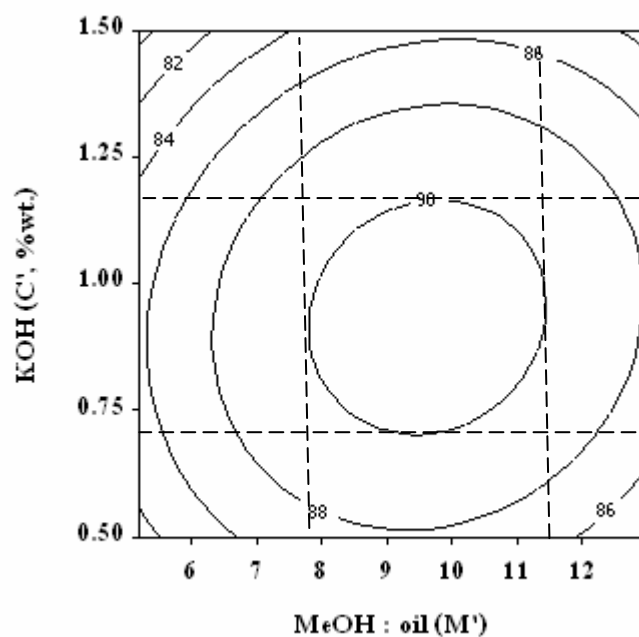
จากการศึกษาลักษณะผลพื้นผิวตอบสนองของความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่มีอิทธิพลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ จาก Contour Plot และ Surface Plot แสดงดังภาพที่ 26 และ 28 ประกอบกับการพิจารณาจากค่าสัมประสิทธิ์การถดถอยของความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ แสดงข้อมูลดังตารางที่ 22 พบว่าในกรณีของ Linear Terms ตัวแปร C' (Coef = 24.593) ซึ่งมีสัมประสิทธิ์การถดถอยเป็นบวก แสดงว่าการเพิ่มความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ จะส่งผลให้เพิ่มเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ แต่เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ จนถึงระดับหนึ่งจะส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ลดลง สามารถอธิบายได้จาก Square Terms ตัวแปร C'^2 (Coef = -16.292) ซึ่งมีสัมประสิทธิ์การถดถอยเป็นลบ และเมื่อพิจารณาในส่วนของการ Interaction Terms พบว่า $M'C'$ (Coef = 0.398) ซึ่งมี

สัมประสิทธิ์การถดถอยเป็นบวก แสดงว่าการเพิ่มอัตราส่วนโดยโมระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 และความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์จะส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้น ในส่วนของ $C' T'$ (Coef = 0.036) ซึ่งมีสัมประสิทธิ์การถดถอยเป็นบวก แสดงว่าการเพิ่มความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาจะส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้น และเมื่อพิจารณาตามภาพที่ 26 พบว่าอัตราส่วนโดยโมระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันประมาณ 8:1 ถึง 11:1 และความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ประมาณ 0.7 ถึง 1.1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน จะส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์สูงสุดคือ 90 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อพิจารณาตามภาพที่ 28 พบว่าสภาวะที่เหมาะสมต่อการผลิตเมทิลเอสเทอร์ คือที่ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในช่วง 0.7 ถึง 1.1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 ในช่วง 52 ถึง 57 องศาเซลเซียส

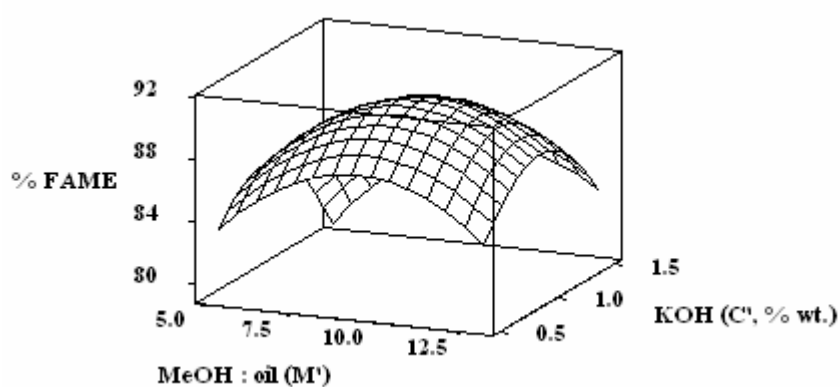
ก. ผลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 ต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์

จากการศึกษาลักษณะผลพื้นผิวตอบสนองของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 ที่มีอิทธิพลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ จาก Contour Plot และ Surface Plot แสดงดังภาพที่ 27 และ 28 รวมถึงพิจารณาจากค่าสัมประสิทธิ์การถดถอยของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 ซึ่งแสดงข้อมูลดังตารางที่ 22 พบว่าในกรณีของ Linear Terms ตัวแปร T' (Coef = 13.691) ซึ่งมีสัมประสิทธิ์การถดถอยเป็นบวก แสดงว่าการเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 จะส่งผลให้เพิ่มเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 จนถึงระดับหนึ่งจะส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ลดลง สามารถอธิบายได้จาก Square Terms ตัวแปร T'^2 (Coef = -0.124) ซึ่งมีสัมประสิทธิ์การถดถอยเป็นลบ และเมื่อพิจารณาในส่วนของ Interaction Terms พบว่า $M' T'$ (Coef = -0.021) ซึ่งมีสัมประสิทธิ์การถดถอยเป็นลบ แสดงว่าการเพิ่มอัตราส่วนโดยโมระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาจะส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ลดลง ในส่วนของ $C' T'$ (Coef = 0.036) ซึ่งมีสัมประสิทธิ์การถดถอยเป็นบวก แสดงว่าการเพิ่มความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 จะส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้น จากภาพที่ 27 พบว่าทั้งอัตราส่วนโดยโมระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันและอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาต่างก็มีผลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ ซึ่งอัตราส่วนโดยโมระหว่างเมทานอลต่อน้ำมัน

ประมาณ 8:1 ถึง 11:1 และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาประมาณ 52 ถึง 57 องศาเซลเซียส จะเหมาะสมที่สุดต่อการผลิตเมทิลเอสเทอร์ ส่งผลให้ได้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์เท่ากับ 90 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Agarwal and Das (2001) ที่ศึกษาการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมัน linseed พบว่าได้ปริมาณเอสเทอร์สูง เมื่อใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยามากกว่า 50 องศาเซลเซียส อย่างไรก็ตาม การใช้อุณหภูมิที่มากกว่า 60 องศาเซลเซียส จะไม่เหมาะสมในกรณีของการใช้น้ำมันเมล็ดยางเป็นวัตถุดิบ เนื่องจากมีกรดไขมันอิสระสูง รวมถึงการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเบส เพราะอุณหภูมิที่สูงเกินไปจะไปเร่งให้เกิดปฏิกิริยาสaponิฟิเคชันของกลีเซอไรด์ ก่อนที่ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันจะเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์

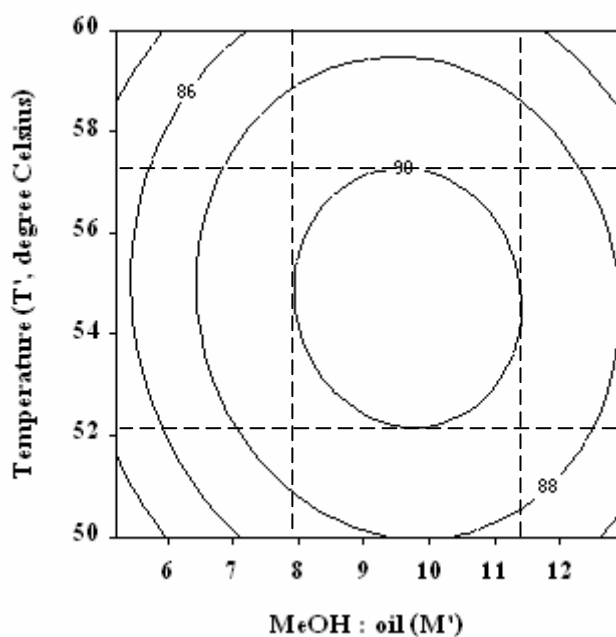


(ก)

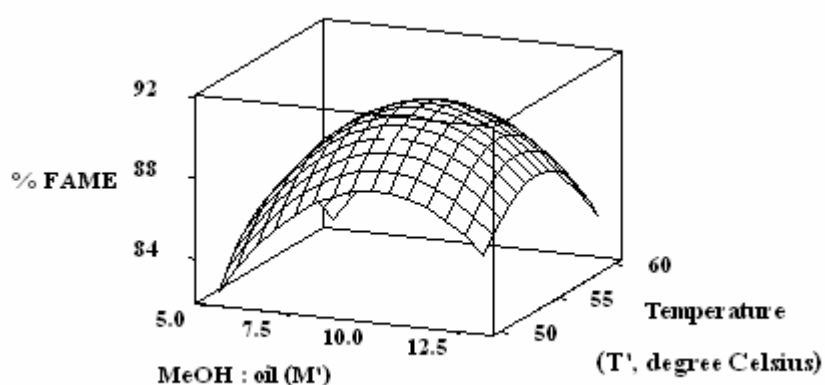


(ข)

ภาพที่ 26 Contour Plot (ก) และ Surface Plot (ข) แสดงผลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง เมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 และความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ ของการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 (ขั้นตอนที่ 2 ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 60 นาที และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 55 องศาเซลเซียส โดยกำหนดให้สภาวะการทดลองต่างๆ ในขั้นตอนที่ 1 คงที่)

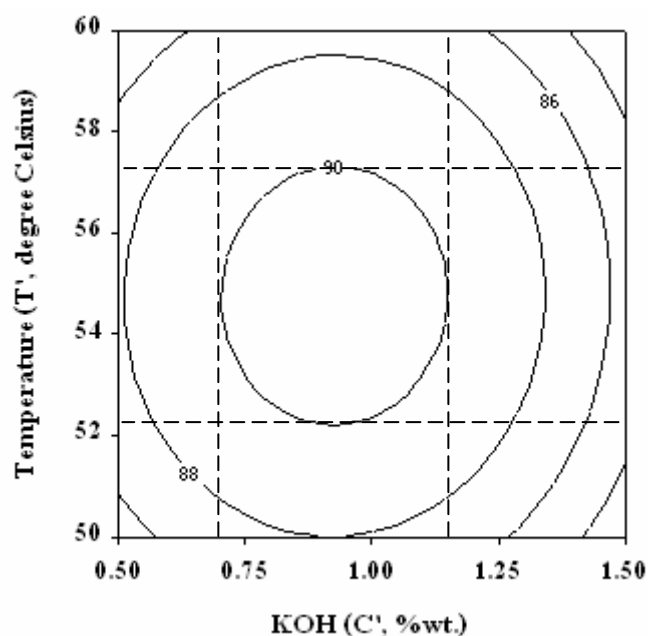


(ก)

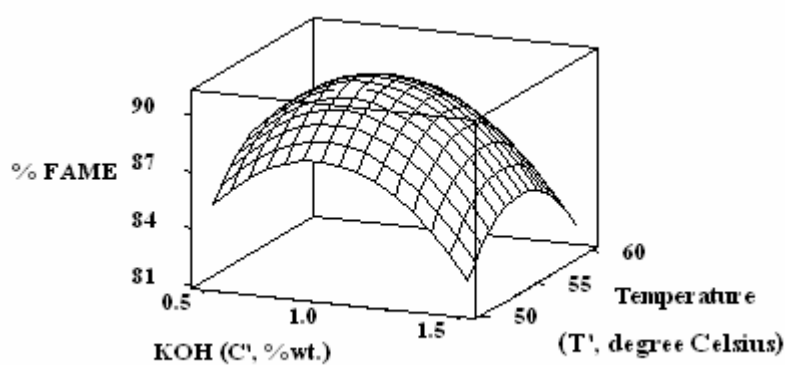


(ข)

ภาพที่ 27 Contour Plot (ก) และ Surface Plot (ข) แสดงผลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง เมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาต่อ เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ ของการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 (ขั้นตอนที่ 2 ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 60 นาที และความเข้มข้นของ โปแตสเซียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน โดยกำหนดให้สภาวะ การทดลองต่างๆ ในขั้นตอนที่ 1 คงที่)



(ก)



(ข)

ภาพที่ 28 Contour Plot (ก) และ Surface Plot (ข) แสดงผลของความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ของการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 (ขั้นตอนที่ 2 ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 60 นาที และอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 เท่ากับ 9.09:1 โดยกำหนดให้สภาวะการทดลองต่างๆ ในขั้นตอนที่ 1 คงที่)

2.2.4. การวิเคราะห์หาสภาวะที่เหมาะสมจากการทดลองในขั้นตอนที่ 2

จากการวิเคราะห์หาสภาวะที่เหมาะสมโดยใช้ Simultaneous Optimization Technique เพื่อการผลิตเมทิลเอสเทอร์ให้มีความบริสุทธิ์มากที่สุด และจากการศึกษาผลของปัจจัยต่างๆ ของการทดลองในขั้นตอนที่ 2 จึงมีรายละเอียดการประมวลผลดังต่อไปนี้

ค่าเป้าหมาย (Target) ของเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์

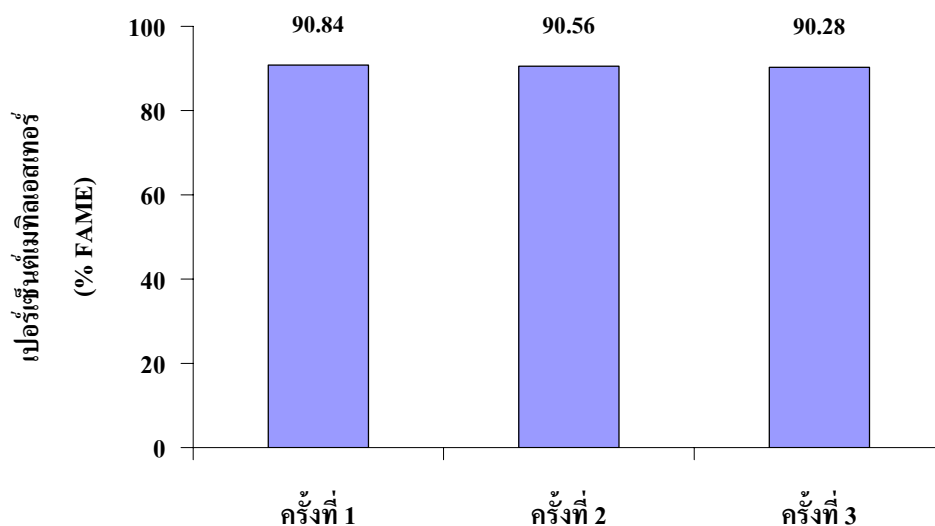
จากวัตถุประสงค์เพื่อต้องการได้ค่าเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์มากที่สุด ตามมาตรฐานข้อกำหนดลักษณะและคุณภาพไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเทอร์ของกรมฯ กำหนดโดยกรมธุรกิจพลังงาน (2550) คือเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์เท่ากับ 96.5 เปอร์เซ็นต์ และกำหนดค่าขอบเขตล่าง เท่ากับค่าเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ที่ต่ำที่สุดจากการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 2 คือ 80.59 เปอร์เซ็นต์

ค่า Weight

ค่า Weight เป็นตัวกำหนดรูปแบบของ Desirability Functions ซึ่งมีค่าระหว่าง 0.1 ถึง 1 ในที่นี้กำหนดให้เป็น 0.1 เนื่องจากจะทำให้ค่า Composite Desirability มีค่าใกล้เคียง 1 ซึ่งเป็นค่าที่เหมาะสมที่สุด

จากการประเมินผลโดยโปรแกรม MINITAB ด้วยข้อมูลข้างต้น พบว่าสภาวะที่เหมาะสมซึ่งจะทำให้ได้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์สูงที่สุดคือ ขั้นตอนแรก ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วเท่ากับ 6.05:1 ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกเท่ากับ 0.68 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 51 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 60 นาที ซึ่งเป็นสภาวะที่เหมาะสมที่สุดจากการประมวลผลในขั้นตอนที่ 1 ส่วนในขั้นตอนที่ 2 ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 เท่ากับ 9.09:1 ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 55 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 60 นาที เพื่อเป็นการยืนยันการประเมินผลโดยโปรแกรม MINITAB ดังนั้นจึงทำการ

ทดลองตามสภาวะที่ประมวลผลได้ พบว่าที่สภาวะดังกล่าวได้ผลเฉลี่ยของเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ เท่ากับ 90.56 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งใกล้เคียงกับค่าที่ประมวลผล (90.72 เปอร์เซ็นต์) แสดงดังภาพที่ 29



ภาพที่ 29 เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ที่ผลิตได้จากสภาวะที่เหมาะสมที่สุด จากการประเมินผลโดยโปรแกรม MINITAB

โดยสภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากการวิเคราะห์ทางสถิติ มีผลใกล้เคียงกับงานวิจัยของ Ramadhas *et al.* (2005) ซึ่งศึกษาการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันเมล็ดยางด้วยกระบวนการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบสองขั้นตอน โดยศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ ได้แก่ อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมัน ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิ และเวลาในการทำปฏิกิริยา พบว่า สภาวะที่เหมาะสมที่ทำให้ได้เปอร์เซ็นต์การแปลงผันเป็นเอสเทอร์สูงสุด และสามารถลดปริมาณกรดไขมันอิสระในน้ำมันให้น้อยกว่า 2 เปอร์เซ็นต์ คือ ขั้นตอนที่ 1 ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 6:1 ปริมาณกรดซัลฟิวริก 0.5 เปอร์เซ็นต์ อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาอยู่ในช่วง 40 ถึง 50 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 20 ถึง 30 นาที ทั้งนี้ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 1 ไม่สอดคล้องกับ Ramadhas *et al.* (2005) เนื่องจากน้ำมันที่ใช้เป็นน้ำมันคนละชนิดกัน ดังนั้นความต้องการใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาจึงต่างกัน ส่วนผลการทดลองในขั้นตอนที่ 2 พบว่าสอดคล้องกับงานวิจัยของ จริญญา (2550) ซึ่งศึกษาปฏิกิริยาเมทาโนไลซิสของน้ำมันสบู่ดำด้วยการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบสองขั้นตอน โดยขั้นตอนแรกใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และขั้นตอนที่ 2 ใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 9:1

อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 50 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 30 นาที จะส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์สูงสุด

3. ค่าคุณสมบัติของไบโอดีเซล

เนื่องจากไบโอดีเซลที่ผลิตได้จะต้องมีคุณสมบัติต่างๆ อยู่ในเกณฑ์มาตรฐาน ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงได้นำไบโอดีเซลที่ผลิตได้มาตรวจสอบคุณสมบัติ ได้แก่ ความหนืด ความหนาแน่น จุดวาบไฟ จุดหมอกควัน จุดไหลเท และค่าความเป็นกรด

ตารางที่ 22 คุณสมบัติของไบโอดีเซลที่ผลิตได้เปรียบเทียบกับมาตรฐานไบโอดีเซล

คุณสมบัติ	ไบโอดีเซลจาก น้ำมันที่ผ่าน การใช้ทอด แล้ว	มาตรฐานกรม ธุรกิจพลังงาน ^ก (เมทิลเอสเทอร์ ของกรดไขมัน)	มาตรฐานกรม ธุรกิจพลังงาน ^ข (ไบโอดีเซล ชุมชน)	มาตรฐาน ไบโอดีเซล ASTM 6751-02 ^ค
เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์	90.56	96.5	-	-
ค่าความหนืดที่ 40 องศาเซลเซียส (มิลลิเมตร ² ต่อวินาที)	4.61	3.5 – 5.0-	1.9 – 8.0-	1.9-6.
ความหนาแน่นที่ 15 องศาเซลเซียส (กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร)	885.4	860-900	860-900	-
จุดวาบไฟ (องศาเซลเซียส)	160	ไม่ต่ำกว่า 120	ไม่ต่ำกว่า 120	ไม่ต่ำกว่า 130
จุดหมอกควัน (องศาเซลเซียส)	11	-	-	-3 – 12
จุดไหลเท (องศาเซลเซียส)	-2	-	-	-15 – 10
ค่าความเป็นกรด (มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ต่อกรัม)	0.41	ไม่สูงกว่า 0.5	ไม่สูงกว่า 0.8	ไม่สูงกว่า 0.8

ที่มา: ^ก กรมธุรกิจพลังงาน (2550)

^ข กรมธุรกิจพลังงาน (2549)

^ค Ramadhas *et al.* (2005)

โดยไบโอดีเซลที่นำมาตรวจสอบคุณสมบัตินี้ ผลิตจากสภาวะที่เหมาะสมที่สุดดังนี้ ขั้นตอนแรก ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้วเท่ากับ 6.05:1 ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกเท่ากับ 0.68 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 51 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 60 นาที ส่วนในขั้นตอนที่ 2 ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 เท่ากับ 9.09:1 ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักน้ำมัน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 55 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 60 นาที ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติต่างๆ ของไบโอดีเซลแสดงดังตารางที่ 22

จากตารางที่ 22 พบว่า ไบโอดีเซลที่ผลิตได้มีค่าความหนืดที่ 40 องศาเซลเซียสเท่ากับ 4.61 ตารางมิลลิเมตรต่อวินาที ความหนาแน่นที่ 15 องศาเซลเซียสเท่ากับ 885.4 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร มีจุดหมอกควันเท่ากับ 11 องศาเซลเซียส จุดไหลเทเท่ากับ -2 องศาเซลเซียส จุดวาบไฟเท่ากับ 160 องศาเซลเซียส และมีค่าความเป็นกรดเท่ากับ 0.41 มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัม ซึ่งผ่านตามมาตรฐานของข้อกำหนดลักษณะและคุณภาพไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน และข้อกำหนดลักษณะและคุณภาพไบโอดีเซลสำหรับเครื่องยนต์การเกษตร (ไบโอดีเซลชุมชน) ที่ประกาศโดยกรมธุรกิจพลังงาน รวมถึงมาตรฐาน ASTM 6751-02 ยกเว้นเปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ที่ผลิตได้เท่ากับ 90.56 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งต่ำกว่ามาตรฐานของข้อกำหนดลักษณะและคุณภาพของไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน ที่กำหนดไว้เท่ากับ 96.5 เปอร์เซ็นต์ ทั้งนี้เนื่องจากน้ำมันที่ใช้เป็นวัตถุดิบเป็นน้ำมันที่ผ่านการใช้ทอดแล้ว จึงมีความบริสุทธิ์ต่ำ ทำให้สิ่งเจือปนต่างๆ ที่อยู่ในน้ำมัน เช่นเครื่องปรุงรสและปริมาณน้ำจะขัดขวางการทำปฏิกิริยาระหว่างน้ำมันกับเมทานอล กล่าวคือน้ำมันจะสัมผัสกับเมทานอลได้น้อยลง ดังนั้นการทำปฏิกิริยาจึงไม่สมบูรณ์ ส่งผลให้เปอร์เซ็นต์เมทิลเอสเทอร์ที่ผลิตได้มีค่าต่ำกว่ามาตรฐาน แต่ไบโอดีเซลที่ผลิตได้นี้สามารถนำไปใช้กับเครื่องยนต์การเกษตรได้