

รายงานผลการวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการวิจัย (Project)

โครงการวิจัยทุนอุดหนุนวิจัย มก. ปีงบประมาณ พ.ศ. 2557

ส่วนที่ 1 สรุปผลการดำเนินงานโครงการวิจัย (Project)

1.1 รหัส ว-ท(ด)4.57 ชื่อโครงการ กระบวนการหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มรีไฟน์โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งเพื่อให้เกิดกระบวนการที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม (Process Optimization for Biodiesel Production from Refined Palm Oil Using Solid Catalyst for Environmental Friendly Process)

1.2 ลักษณะโครงการ  เป็นโครงการวิจัยเดี่ยว  
 เป็นโครงการย่อยในชุดโครงการวิจัย (ระบุชื่อชุดโครงการวิจัย)

1.3 ชื่อหัวหน้าโครงการ รศ.ดร. วิทยา ปั่นสุวรรณ

1.4 หน่วยงานหลักรับผิดชอบ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์  
 หน่วยงานหลัก ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

1.5 ประเภทโครงการ  โครงการวิจัย 3 สาขา;  เกษตรศาสตร์  วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี  สังคมศาสตร์  
 โครงการวิจัยสถาบันเพื่อพัฒนาคุณภาพ  
 โครงการวิจัยและถ่ายทอดงานวิจัยสู่ประชาชน  
 โครงการเสริมสร้างความเข้มแข็งด้านการวิจัย  
 โครงการวิจัยเพื่อพัฒนาหน่วยปฏิบัติการวิจัยเชี่ยวชาญเฉพาะ (SRU)  
 โครงการวิจัยและพัฒนาเพื่อเพิ่มศักยภาพเชิงบูรณาการเพื่อการแข่งขัน  
 โครงการวิจัยพัฒนาร่วมภาครัฐและเอกชน

1.6 ระยะเวลาดำเนินงานวิจัยตลอดโครงการ 1 ปี ตั้งแต่ปีงบประมาณ พ.ศ. 2557 ถึงปีงบประมาณ พ.ศ. 2557

1.7 สถานที่ดำเนินงานวิจัย/เก็บข้อมูล ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

1.8 งบประมาณรวมตลอดโครงการ 310,000 บาท ประกอบด้วย  
 ปีงบประมาณ พ.ศ. 2557 ได้รับ 310,000 บาท ปีงบประมาณ ได้รับ บาท  
 ปีงบประมาณ ได้รับ บาท ปีงบประมาณ ได้รับ บาท  
 ปีงบประมาณ ได้รับ บาท ปีงบประมาณ ได้รับ บาท

1.9 วัตถุประสงค์โครงการวิจัย

- ศึกษาคุณสมบัติต่างๆของปูนสูกที่ผลิตในประเทศไทยด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูง
- ศึกษาคุณสมบัติของน้ำมันปาล์มรีไฟน์โดยใช้เครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูง
- ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มรีไฟน์โดยใช้ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันและใช้เทคนิค Response Surface Methodology (RSM) ช่วยในการหาสภาวะที่เหมาะสม
- ศึกษาคุณสมบัติของน้ำมันไบโอดีเซลที่เตรียมได้ตามวิธีมาตรฐาน ASTM และ EN รวมทั้งการใช้เครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูงวิเคราะห์คุณสมบัติ

1.10 เป้าหมายผลงานวิจัยตลอดโครงการ

ปีที่	เดือนที่	ผลงานวิจัยที่คาดว่าจะได้
1.	1-6	รู้คุณสมบัติของน้ำมันปาล์มรีไฟน์และสามารถสังเคราะห์ตัวเร่งแคลเซียมออกไซด์จากปูนสุก รวมถึงวิเคราะห์คุณสมบัติของตัวเร่งที่สังเคราะห์ได้และสามารถหาสภาวะเบื้องต้นที่เหมาะสมในการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มรีไฟน์และเมทานอลโดยใช้ตัวเร่ง CaO
	7-12	การทดลองโดยใช้วิธี RSM เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมของการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มรีไฟน์และเมทานอลโดยใช้ตัวเร่ง CaO และวิเคราะห์คุณภาพของน้ำมันไบโอดีเซลที่ผลิตได้ตามมาตรฐานของไบโอดีเซล
2.	1-6	
	7-12	
3.	1-6	
	7-12	

1.11 สรุปการดำเนินงานวิจัยตลอดโครงการ

วัตถุประสงค์ (ตามแผน)	เป้าหมาย / ผลที่คาดหวัง (ตามแผน)	ผลการดำเนินงาน (ปฏิบัติได้จริง)
1. ศึกษาคุณสมบัติของปูนสุกที่เผาแล้วด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูง	1.เตรียมตัวเร่ง CaO และวิเคราะห์คุณสมบัติของตัวเร่ง CaO ที่เตรียมได้จากปูนสุกด้วยเครื่องมือ XRD, SEM และ BET	1. สามารถปฏิบัติได้จริงตามเป้าหมาย
2. ศึกษาคุณสมบัติของน้ำมันปาล์มรีไฟน์โดยใช้เครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูง	2.ทราบคุณสมบัติทางเคมีและองค์ประกอบในน้ำมันปาล์มรีไฟน์โดยการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC	2.สามารถปฏิบัติได้จริงตามเป้าหมาย
3. ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มรีไฟน์โดยใช้ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันและใช้เทคนิค RSM ช่วยในการหาสภาวะที่เหมาะสม	3.ได้สภาวะที่เหมาะสมในการผลิตไบโอดีเซลด้วยเทคนิค RSM	3.สามารถปฏิบัติได้จริงตามเป้าหมาย
4.ศึกษาคุณสมบัติของน้ำมันไบโอดีเซลที่เตรียมได้และวิเคราะห์คุณสมบัติตาม	4. ได้คุณสมบัติของไบโอดีเซลที่เตรียมได้เทียบกับมาตรฐานของไบโอดีเซล	4. สามารถปฏิบัติได้จริงตามเป้าหมาย

มาตรฐาน ASTM และ EN		
---------------------	--	--

1.12 สรุปผลการดำเนินงานตามวัตถุประสงค์

- บรรลุ ได้ผลตามวัตถุประสงค์ที่เขียนไว้.....
- บรรลุบางส่วน (.....).....
- ไม่บรรลุ เหตุผล.....

1.13 ผลผลิต/ สิ่งที่ได้จากการวิจัย (Outputs) (โปรดระบุรายละเอียด)

- องค์ความรู้/ข้อมูลพื้นฐาน.....
- สายพันธ์พืช/สัตว์/จุลินทรีย์.....
- ผลิตภัณฑ์ ตัวเร่งปฏิกิริยา CaO ที่เป็นของแข็งและน้ำมันไบโอดีเซลที่ผลิตจากตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็ง

CaO.....

- สิ่งประดิษฐ์.....
- เทคโนโลยี/นวัตกรรม.....
- ฐานข้อมูล/ซอฟต์แวร์.....
- คู่มือ.....
- วิทยุทัศน์.....
- การสร้างนักวิจัย/สนับสนุนนิสิตปริญญาตรี.....1.....คน ปริญญาโท.....1.....คน ปริญญาเอก.....คน
- สนับสนุนการศึกษาปัญหาพิเศษ.....1.....เรื่อง (ระบุ)การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาแคลเซียมออกไซด์

จากปุนสุก วิทยานิพนธ์.....1.....เรื่อง (ระบุ)Process optimum for biodiesel production from refined palm oil using solid catalyst for environmental friendly.....

- อื่นๆ (ระบุ).....

1.14 ผลลัพธ์/ผลสำเร็จที่ได้/หรือคาดว่าจะได้จากการนำผลการวิจัยไปใช้ประโยชน์ (Outcomes)

(1) เป้าหมายการนำไปใช้ประโยชน์ (ระบุกลุ่มเป้าหมายของงานวิจัยเชิงปริมาณ/คุณภาพ)

- ด้านการศึกษา/เสริมการเรียนการสอนเป็นการสร้างองค์ความรู้ในการผลิตไบโอดีเซล.....
- ด้านการเกษตรเป็นการส่งเสริมการนำผลผลิตปาล์มน้ำมันเพื่อก่อให้เกิดการนำไปใช้ประโยชน์และเพิ่มมูลค่าปาล์มน้ำมัน และทำให้เกิดความยั่งยืนในอุตสาหกรรมปาล์มน้ำมันในอนาคต.....
- ด้านอุตสาหกรรมเป็นการผลิตไบโอดีเซลที่ไม่ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อม.....
- ด้านทรัพยากรธรรมชาติ/สิ่งแวดล้อมลดปัญหาการใช้พลังงานไบโอดีเซล.....
- ด้านคุณภาพชีวิต สุขภาพอนามัย.....
- ด้านเศรษฐกิจ.....
- ด้านสังคม.....
- ด้านการทำนุบำรุงศิลป ศาสนา วัฒนธรรม.....
- ด้านการถ่ายทอดเทคโนโลยี/ฝึกอบรมแก่กลุ่มเป้าหมาย.....
- เสนอภาครัฐ เพื่อใช้กำหนดแผน/นโยบาย ฯลฯ.....
- นำความรู้ไปวิจัย/พัฒนาขั้นต่อไปใช้เป็นความรู้พื้นฐานในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดอื่นๆต่อ.....
- ก่อให้เกิดความร่วมมือระหว่างหน่วยงาน/การสร้างเครือข่ายสร้างเครือข่ายทั้งทางภาคอุตสาหกรรมและเกษตรกรและหน่วยงานรัฐบาลในการนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์.....
- อื่นๆ (ระบุ).....

(2) สรุปผลการนำผลการวิจัยไปเผยแพร่ / ถ่ายทอด ตั้งแต่เริ่มต้นจนถึงสิ้นสุดโครงการ (ระบุรายละเอียด อยู่ระหว่างดำเนินการส่งตีพิมพ์/ตีพิมพ์แล้วในรูปแบบเอกสารอ้างอิงและแนบสำเนาเป็นภาคผนวกของรายงาน)



- ตีพิมพ์ในวารสารวิชาการต่างประเทศ..... 1 ..... เรื่อง (ระบุ) วารสารชื่อ Asian Journal of Chemistry เรื่อง Optimization of Transesterification Reaction for Biodiesel Production from Refined Palm Oil Using Calculated quick lime Catalyst.....
- ตีพิมพ์ในวารสารวิชาการในประเทศ..... เรื่อง (ระบุ).....
- นำเสนอในการประชุม/สัมมนา ต่างประเทศ..... เรื่อง (ระบุ).....
- นำเสนอในการประชุม/สัมมนา ในประเทศ..... 1 ..... เรื่อง (ระบุ)นำเสนอในรูปแบบโปสเตอร์ในการประชุม Pure and Applied Chemistry International Conference 2015 (PACCON 2015) ที่ โรงแรม อมารี วอเตอร์เกท กรุงเทพฯ เมื่อวันที่ 21-23 ม.ค. 2015 หัวข้อเรื่อง Process optimum for Biodiesel Production from Refined palm oil using solid catalyst for Environmental Freindly.
- นำเสนอทางวิทยุ/โทรทัศน์/Website..... เรื่อง/ครั้ง (ระบุ).....
- นำเสนอทางนิตยสาร..... เรื่อง/ครั้ง (ระบุ).....
- บทความ/เอกสารสิ่งพิมพ์/วีดิทัศน์..... เรื่อง/ครั้ง (ระบุ).....
- ถ่ายทอด/ฝึกอบรมแก่เกษตรกร/ผู้สนใจ..... เรื่อง/ครั้ง (ระบุ).....
- ถ่ายทอดสู่ภาคเอกชน/อุตสาหกรรม/ผู้ประกอบการ (ประโยชน์เชิงพาณิชย์)..... เรื่อง/ครั้ง (ระบุ).....
- ภาครัฐนำไปใช้กำหนดแผน/นโยบาย ฯลฯ (ระบุ).....
- มีผู้นำผลงานวิจัยไปอ้างอิง (ระบุ).....
- อื่นๆ (ระบุ).....

1.15 การยื่นจด  สิทธิบัตร  อนุสิทธิบัตร  ลิขสิทธิ์  
 มีศักยภาพที่จะยื่นจด (ระบุ).....  ยื่นจดแล้ว เมื่อ.....

- 1.16 ผลกระทบ (Impact) ที่เกิดจากการนำผลการวิจัยไปใช้ (ระบุว่าจะก่อให้เกิดผลกระทบอย่างไร)
- ด้านความมั่นคง อาทิ การเมืองการปกครอง กฎหมาย การต่างประเทศ โครงสร้างพื้นฐาน และบริการโทรคมนาคม ฯลฯ (ระบุ).....
  - ด้านการเศรษฐกิจ อาทิ การพาณิชย์กรรม การเกษตรกรรม การอุตสาหกรรม การท่องเที่ยว วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี พลังงาน ฯลฯ (ระบุ).....สร้างความยั่งยืนในการผลิตไบโอดีเซลที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม.....
  - ด้านคุณภาพชีวิตและสังคม ศักยภาพของคนและการศึกษา การแพทย์และสาธารณสุข หลักประกันความมั่นคง สวัสดิการสังคม วัฒนธรรม จริยธรรมและค่านิยม ฯลฯ (ระบุ).....
  - ด้านทรัพยากรธรรมชาติและสิ่งแวดล้อม การบริหารจัดการการใช้ทรัพยากรให้เกิดประโยชน์ การป้องกันการทำลาย ลดการสูญเสีย การฟื้นฟูทรัพยากรและสิ่งแวดล้อม ฯลฯ
  - อื่นๆ (ระบุ).....

ผลการดำเนินงานวิจัยสอดคล้องกับยุทธศาสตร์ชาติ ในด้าน

- ยุทธศาสตร์การจัดความยากจน
- ยุทธศาสตร์การพัฒนาคคนและสังคมที่มีคุณภาพ
- ยุทธศาสตร์การปรับโครงสร้างเศรษฐกิจให้สมดุล และแข่งขันได้
- ยุทธศาสตร์การบริหารจัดการทรัพยากรธรรมชาติและสิ่งแวดล้อม
- ยุทธศาสตร์การต่างประเทศและเศรษฐกิจระหว่างประเทศ

- ยุทธศาสตร์การพัฒนากฎหมายและส่งเสริมการบริหารกิจการบ้านเมืองที่ดี
- ยุทธศาสตร์การส่งเสริมประชาธิปไตยและกระบวนการประชาสังคม
- ยุทธศาสตร์การรักษาความมั่นคงของรัฐ
- ยุทธศาสตร์การรองรับการเปลี่ยนแปลงและพลวัตโลก
- อื่นๆ โปรดระบุ.....

1.18 ปัญหา อุปสรรค ในการดำเนินงานวิจัยและแนวทางแก้ไข

1.19 งานที่จะทำต่อไป/คำชี้แจงเพิ่มเติมศึกษาการนำตัวเร่งกลับมาใช้ใหม่และการ leaching ตัวเร่งในไบโอดีเซล.....

1.20 ได้แนบ “รายงานผลการวิจัยฉบับสมบูรณ์ของโครงการ (Project)” ตามหัวข้อ ในส่วนที่ 2 (หน้าถัดไป) มาด้วยแล้ว

ลงชื่อ.....หัวหน้าโครงการ

(.....รศ.ดร. วิทยา ปั่นสุวรรณ.....)

...../...../..... วัน/เดือน/ปี ที่รายงาน

## ส่วนที่ 2

## รายงานผลการวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการวิจัยทุนอุดหนุนวิจัย มก. ปีงบประมาณ.....พ.ศ. 2557.....

โครงการวิจัยรหัส ว-ท(ด)4.57

(กระบวนการหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มรีไฟน์โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  
ของแข็งเพื่อให้เกิดกระบวนการที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม(Process Optimization for Biodiesel Production from Refined Palm Oil Using Solid Catalyst  
for Environmental Freindly Process)(วิทยา ปันสุวรรณ<sup>(1)</sup> วราคม สุวรรณชัย<sup>(1)</sup> รยากร นกแก้ว<sup>(2)</sup>)(Vittaya Punsuvon<sup>(1)</sup> Warakom Suwantha<sup>(1)</sup> Rayakorn Nokkaew<sup>(2)</sup>)

## บทคัดย่อ

ปูนสุก (Quick lime) ถูกนำมาเผาที่อุณหภูมิสูงเพื่อผลิตแคลเซียมออกไซด์ (CaO) และ แคลเซียมออกไซด์จะถูกใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งสำหรับปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างน้ำมันปาล์มรีไฟน์กับเมทานอล คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกตรวจสอบคุณสมบัติโดยเครื่องมือเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน (XRD), เครื่องสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคปี (SEM), เครื่องบรูว์นเนอร์ เอ็มเมทท์ เทลเลอร์ (BET) และ แฮมเมทอินดิเคเตอร์ ซึ่งผลจากการตรวจสอบคุณสมบัติพบว่า แคลเซียมออกไซด์สามารถเตรียมได้สำเร็จเป็นอย่างดีจากปูนสุก ในการหาประสิทธิภาพของตัวเร่งแคลเซียมออกไซด์สำหรับปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน วิธีการพื้นผิวตอบสนอง (RSM) ได้ถูกนำมาใช้ในการทดลองประสิทธิภาพ โดยการออกแบบการทดลองแบบ central composite design ซึ่งมีตัวแปรสามตัวแปรและแต่ละตัวแปรจะมีห้าระดับการทดลอง เพื่อศึกษาอิทธิพลของตัวแปรต่างๆที่มีผลต่อ เปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงเป็น แฟตตี้ แอซิด เมทิล เอสเทอร์ (FAME) ที่วิเคราะห์ด้วยเครื่องโปรตรอน แมกเนติก เรโซแนนซ์ (<sup>1</sup>H-NMR) สเปกโตรมิเตอร์ ผลจากการทดลองพบว่า สมการกำลังสอง (Quadratic equation) ที่ได้จากวิธีการพื้นผิวตอบสนอง สามารถใช้ทำนายผล %FAME ที่ได้จากการทดลองได้ถูกต้อง แม่นยำและมีเหตุผล รวมทั้งสามารถหาสภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันคือ สภาวะที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 6.32 % โดยน้ำหนัก, อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 14.12:1, ระยะเวลา 214 นาที ซึ่งภายใต้สภาวะนี้ น้ำมันไบโอดีเซลที่ผลิตได้สามารถผ่านมาตรฐานของน้ำมันไบโอดีเซลที่กำหนดไว้ได้เป็นอย่างดี

คำสำคัญ: ปูนสุก, ทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน, วิธีการพื้นผิวตอบสนอง, น้ำมันปาล์มรีไฟน์, ไบโอดีเซล

<sup>(1)</sup>(ภาษาไทย) ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ กรุงเทพฯ 10900

(ภาษาอังกฤษ) Department of Chemistry, Faculty of Science, Kasetsart University, Bangkok 10900

<sup>(2)</sup>(ภาษาไทย) ศูนย์ความเป็นเลิศทางวิชาการด้านปาล์มน้ำมัน มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ กรุงเทพฯ 10900

(ภาษาอังกฤษ) Center of Excellence-oil Palm, Kasetsart University, Bangkok 10900

Quick lime was calcined to produce calcium oxide (CaO) and it was used as solid catalyst for the transesterification between refined palm oil and methanol. The physical and chemical properties of catalyst were characterized by X-Ray diffraction (XRD), Scanning electron microscopy (SEM), Brunauer-Emmett-Teller (BET) and Hammett indicators. The results from characterization showed that CaO was successfully prepared from quick lime. In the investigation of CaO catalyst activity for transesterification reaction, a response surface methodology (RSM) was carried out by application of 5-level-3-factors central composite design in order to study the effect of different variable factors on the percentage of fatty acid methyl ester (FAME) conversion that determined by proton-nuclear magnetic resonance (<sup>1</sup>H-NMR) spectrometer. The result revealed that a quadratic model obtained from RSM can be used to predict reasonable precise outcome. In addition, the optimum conditions obtained from RSM were 6.32 wt% of catalyst concentration, 14.12:1 of methanol-to-oil molar ratio and 214 min of reaction time. Under these conditions, the produced biodiesel met well with the standard biodiesel requirement.

Key words: Quick lime, Transesterification, Response surface methodology , Refined oil Biodiesel

**บทนำ**

กระบวนการผลิตน้ำมันปาล์มรีไฟน์มีรายละเอียดดังนี้คือ นำน้ำมันปาล์มดิบมาผ่านขั้นตอนการกำจัดยางเหนียว (Gum) โดยใช้สารละลายกรดฟอสฟอริกในปริมาณ 0.05-0.1 % เทียบกับน้ำหนักน้ำมันปาล์มดิบ จากนั้นทำการฟอกสี (Bleaching) เพื่อให้สีของน้ำมันปาล์มดิบมีสีส้ม โดยใช้ดินฟอกสีปริมาณ 2-3% จากนั้นจะทำการกรองแยกดินฟอกสีออกจากน้ำมัน โดยน้ำมันที่ผ่านการฟอกสีแล้วจะถูกนำไปกำจัดกรดไขมันอิสระ (Free Fatty Acid, FFA) ด้วยกระบวนการกลั่นที่อุณหภูมิ 240-260 °C ภายใต้ความดันสุญญากาศ น้ำมันที่ได้จะเรียกว่า น้ำมันปาล์มรีไฟน์ ที่สามารถนำไปใช้ทอดอาหาร หรือใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตน้ำมันไบโอดีเซล ต่อได้ เพราะในน้ำมันมีกรดไขมันอิสระประกอบอยู่ในปริมาณต่ำ (ไม่เกิน 0.1%) แต่ถ้าจะผลิตเป็นน้ำมันปาล์มโอเลอิน และน้ำมันปาล์มสเตียรีนต้องนำน้ำมันปาล์มรีไฟน์ไปผ่านความเย็น (Cooling) เพื่อแยกไขคือ ส่วนของน้ำมันปาล์มโอเลอินและน้ำมันปาล์มสเตียรีนออกจากส่วนของเหลวที่เรียกว่าน้ำมันปาล์มโอเลอิน ต่อ ซึ่งขั้นตอนของการผลิตน้ำมันปาล์มบริสุทธิ์แสดงดังแผนภาพต่อไปนี้





**รูปที่ 1** แสดงแผนภาพการผลิตน้ำมันปาล์มรีไฟน์

ดังนั้นโรงกลั่นน้ำมันปาล์มจึงสามารถผลิตน้ำมันที่ใช้บริโภคคือ น้ำมันปาล์มโอเลอิน และน้ำมันไบโอดีเซลได้จากน้ำมันปาล์มรีไฟน์ที่กลั่นได้ ซึ่งในขั้นตอนการผลิตน้ำมันไบโอดีเซล ตัวเร่งที่เลือกใช้คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ซึ่งจะก่อให้เกิดปัญหาในเรื่องน้ำเสียเพราะต้องใช้น้ำจำนวนมากในการล้างไบโอดีเซลให้บริสุทธิ์

**องค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันปาล์มดิบ**

องค์ประกอบหลักของน้ำมันปาล์มดิบคือ ไตรกลีเซอไรด์ (Triglyceride) รองลงมาคือ ไดกลีเซอไรด์ (Diglyceride) และโมนอกลิเซอไรด์ (Monoglyceride) ตามลำดับ นอกจากนี้ยังมีองค์ประกอบอื่น ๆ และสารประกอบพวก Nonglycerides โดยทั่ว ๆ ไปพบว่าในน้ำมันปาล์มดิบจะมีองค์ประกอบของกรดไขมันดังตารางที่ 1

**ตารางที่ 1** องค์ประกอบของกรดไขมันในน้ำมันปาล์มดิบ

ชื่อกรด	ชนิดของ C อะตอม	ร้อยละโดยเฉลี่ย
กรดลอริก	C12:0	0.4
กรดไมริสติก	C14:0	1.1
กรดปาล์มมิติก	C16:0	44.0
กรดปาล์มมิโตเลอิก	C16:1	0.1
กรดสเตียริก	C18:0	4.5
กรดโอเลอิก	C18:1	39.2

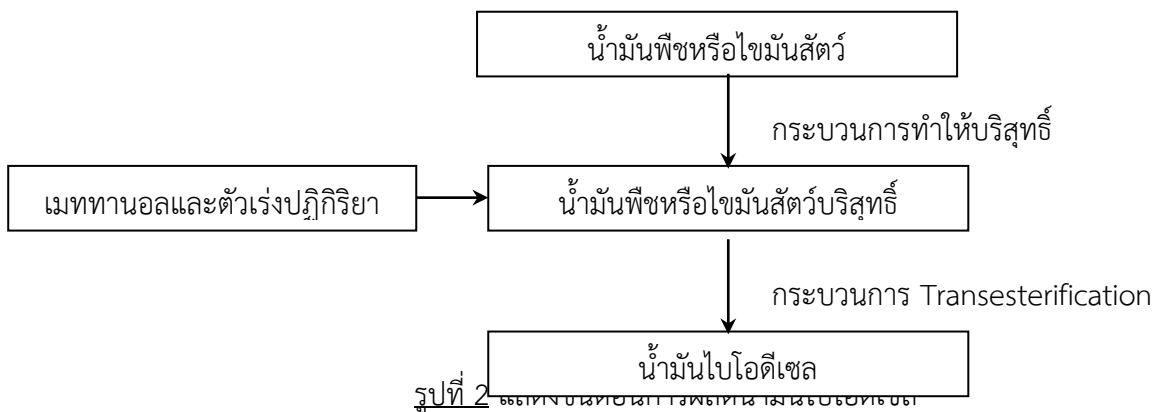
**ตารางที่ 1** องค์ประกอบของกรดไขมันในน้ำมันปาล์มดิบ (ต่อ)

ชื่อกรด	ชนิดของ C อะตอม	ร้อยละโดยเฉลี่ย
กรดไลโนเลอิก	C18:2	10.1
กรดไลโนเลนิก	C18:3	0.1
กรดอะราซิดิก	C20:0	0.4

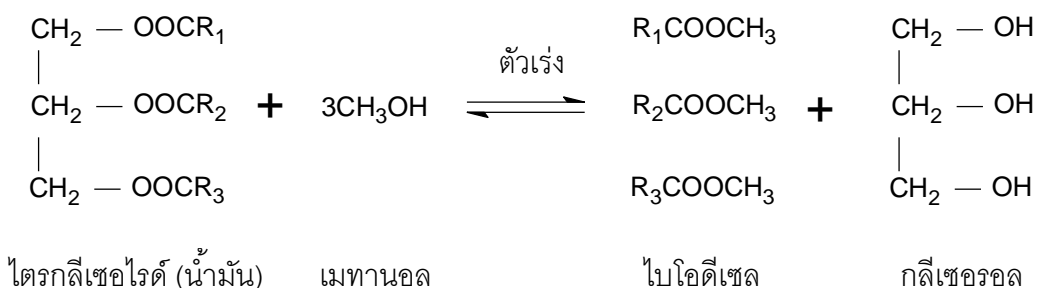
**การผลิตไบโอดีเซล**

ไบโอดีเซล คือน้ำมันพืชหรือน้ำมันสัตว์แปรรูปเป็นอัลคิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน ซึ่งได้จากกระบวนการเคลื่อนย้ายหมู่เอสเทอร์ระหว่างสารตั้งต้นไตรกลีเซอไรด์กับแอลกอฮอล์ที่มีสารโซคาร์บอนสั้น ไบโอดีเซลโดยทั่วไปมีองค์ประกอบที่มีลักษณะโมเลกุลใกล้เคียงกับน้ำมันเชื้อเพลิงดีเซลซึ่งสามารถผลิตและพัฒนาได้จากไขมันและน้ำมันพืชและสัตว์ แต่โดยส่วนใหญ่แล้วจะมุ่งไปที่เมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมันที่เตรียมได้จากปฏิกิริยาการ

เคลื่อนย้ายหมู่เอสเทอร์โดยใช้ไตรกลีเซอไรด์ในไขมันและน้ำมันที่ได้จากพืชหรือสัตว์กับเมทานอลมากที่สุด โดยแผนผังการผลิตไบโอดีเซลแสดงในรูปที่ 2



กระบวนการทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน (Transesterification) คือกระบวนการทางเคมีที่หมู่ alkoxy group ของสารประกอบเอสเทอร์ทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์โดยใช้กรดหรือเบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทำให้ได้เอสเทอร์ในรูปแบบอื่นตามชนิดของแอลกอฮอล์ที่ใช้ทำปฏิกิริยาดังปฏิกิริยาที่แสดง



โดยทางทฤษฎีแล้วปริมาณสารสัมพันธ์ (Stoichiometry) ของปฏิกิริยาระหว่างแอลกอฮอล์ต่อน้ำมันพืชหรือไขมันสัตว์จะเป็น 3:1 โดยโมลของการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน แต่ในทางปฏิบัติพบว่าปฏิกิริยาเป็นปฏิกิริยาผันกลับได้ ดังนั้นถ้าต้องการผลิตภักดิ์ของเอสเทอร์คือ น้ำมันไบโอดีเซลมากขึ้นจึงต้องเพิ่มจำนวนโมลของแอลกอฮอล์ให้มากขึ้นเพื่อให้สมดุลเคมีเคลื่อนที่ไปทางขวามือเพื่อทำให้เกิดเอสเทอร์มากขึ้นด้วย

อิทธิพลที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันดังนี้คือ

1. อิทธิพลของอัตราส่วนโดยโมลของแอลกอฮอล์ต่อน้ำมันพืชหรือต่อกรดไขมัน
2. อิทธิพลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา
3. อิทธิพลของระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา
4. อิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา
5. อิทธิพลของอัตราเร็วในการกวนเพื่อเกิดปฏิกิริยา

คุณสมบัติของไบโอดีเซลที่ผลิตได้จะต้องเป็นไปตามลักษณะและคุณภาพไบโอดีเซลที่กำหนดขึ้นโดยกรมธุรกิจพลังงานที่แสดงไว้ในตารางที่ 2

**ตารางที่ 2** มาตรฐานน้ำมันไบโอดีเซลและมาตรฐานวิธีวิเคราะห์

คุณสมบัติ	ข้อกำหนด	อัตราสูงต่ำ	การทดสอบ
1.เมทิลเอสเทอร์	ร้อยละโดยน้ำหนัก (%wt)	ไม่ต่ำกว่า 96.5	EN 14103
2.ความหนาแน่น (15°C)	กิโลกรัม/ลูกบาศก์เมตร (Kg/m <sup>3</sup> )	0.860 – 0.900	ASTMD1298

คุณสมบัติ	ข้อกำหนด	อัตราสูงต่ำ	การทดสอบ
3.ความหนืด ณ อุณหภูมิ 40°C	เซนติสโตกส์ (cSt)	3.5 – 5.0	ASTMD 445
4.จุดวาบไฟ	องศาเซลเซียส (°C)	> 120	ASTMD 93-02a
5.กำมะถัน	ร้อยละโดยน้ำหนัก (%wt)	< 0.001	ASTMD 2622
6.กากถ่าน (ร้อยละ 10 ของกากที่เหลือจากการกลั่น)	ร้อยละโดยน้ำหนัก (%wt)	< 0.30	ASTMD 445
7.จำนวนซีเทน		< 51	ASTMD 613
8. เถ้าซัลเฟต	ร้อยละโดยน้ำหนัก (%wt)	< 0.02	ASTMD 874
9. น้ำ	ร้อยละโดยน้ำหนัก (%wt)	< 0.0024	ASTMD 2709
10.สิ่งปนเปื้อนทั้งหมด	ร้อยละโดยน้ำหนัก (%wt)	< 0.0024	ASTMD 5452
11.การกัดกร่อนแผ่นทองแดง			ASTMD 130
12.เสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ณ อุณหภูมิ 110°C	ชั่วโมง	> 6	ASTMD 112
13.ค่าความเป็นกรด	มิลลิกรัมโปตัสเซียมไฮดรอกไซด์/กรัม	< 0.50	AOCS Ca5a-40
14.ค่าไอโอดีน	กรัมไอโอดีน/100 กรัม	< 120	EN 14111
15.กรดลิโนเลอิกเมทิลเอสเทอร์	ร้อยละโดยน้ำหนัก (%wt)	< 12.0	EN 14103
16.เมทานอล	ร้อยละโดยน้ำหนัก (%wt)	< 0.20	EN 14110
17.โมนอกลิเซอไรด์	ร้อยละโดยน้ำหนัก (%wt)	< 0.8	EN 14105
18.ไตรกลีเซอไรด์	ร้อยละโดยน้ำหนัก (%wt)	< 0.2	EN 14105

ตารางที่ 2 มาตรฐานน้ำมันไบโอดีเซลและมาตรฐานวิธีวิเคราะห์ (ต่อ)

คุณสมบัติ	ข้อกำหนด	อัตราสูงต่ำ	การทดสอบ
19.กลีเซอรินอิสระ	ร้อยละโดยน้ำหนัก (%wt)	< 0.02	EN 14105
20.กลีเซอไรด์รวม	ร้อยละโดยน้ำหนัก (%wt)	< 0.25	EN 14105
21.โลหะกลุ่ม 1 (โซเดียมและโปแตสเซียม)	มิลลิกรัม/กิโลกรัม	< 5.0	EN 14108 และ EN 14109
22.โลหะกลุ่ม 2 (แคลเซียมและแมกนีเซียม)	มิลลิกรัม/กิโลกรัม	< 5.0	Pr EN 4538
23.ฟอสฟอรัส	ร้อยละโดยน้ำหนัก (%wt)	< 0.0010	ASTMD 4951

**Response Surface Methodology (RSM)** คือเทคนิคทางสถิติที่มีประโยชน์มากในการนำมาประยุกต์ใช้กับงานวิจัยที่มีตัวแปรจำนวนมากที่ซับซ้อน การทำงานของ RSM จะใช้การวิเคราะห์ค่า multiple regression และ Correlation การนำ RSM มาใช้ในงานหาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตไบโอดีเซลจะสามารถทำให้จำนวนครั้งของการทดลอง ในระดับห้องปฏิบัติการลดน้อยลงและได้ข้อมูลที่ถูกต้องที่สามารถขยายกำลังการผลิตไปสู่ระดับนำร่อง (Pilot scale) และระดับอุตสาหกรรมได้ รวมทั้งการศึกษาโดยใช้เทคนิค RSM ก็ยังสามารถทำให้งานวิจัยสามารถตีพิมพ์ในวารสารต่างประเทศได้ง่ายขึ้นด้วย ซึ่งเป็นวัตถุประสงค์หลักของผู้ให้ทุนวิจัยคือต้องการผลงานตีพิมพ์ ดังนั้นคณะผู้วิจัยจึงเลือกใช้ RSM มาทดลองในการผลิตไบโอดีเซล

Lin และคณะ (2008) ศึกษาปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันในน้ำมันถั่วเหลืองเพื่อผลิตไบโอดีเซล โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแคลเซียมออกไซด์ (CaO) โดยศึกษาตัวแปรคือ อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมัน อุณหภูมิที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา และปริมาณน้ำ จากการศึกษาพบว่าสภาวะที่

เหมาะสมในการผลิตไบโอดีเซลคือใช้อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 12:1 ปริมาณ CaO เท่ากับ 8% อุณหภูมิ 65°C และมีปริมาณน้ำปนอยู่ 2.03% ในเมทานอล ผลการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของไบโอดีเซลที่เตรียมได้มีค่าเท่ากับ 95% ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง และพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยา CaO สามารถนำกลับมาใช้ซ้ำได้ถึง 20 ครั้ง

Vujicic และคณะ (2010) ศึกษาการใช้ CaO เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันดอกทานตะวัน การทดลองใช้ขวดก้นกลมขนาด 2 ลิตร ใช้อัตราเร็วในการกวนเท่ากับ 200 รอบ/นาที ใช้อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 6:1 และใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเท่ากับ 1% โดยน้ำหนัก Vujicic ศึกษาตัวแปรคือ อุณหภูมิในช่วง 60-120°C ความดัน 1-15 บาร์ และเวลาในการเกิดปฏิกิริยาตั้งแต่ 1.5-5.5 ชั่วโมง ผลการศึกษาพบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาคือ 100°C ความดันมากกว่า 10 บาร์ โดยสภาวะนี้จะให้เมทิลเอสเทอร์สูงสุดมากกว่า 91%

Tang และคณะ (2011) ศึกษาการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา CaO ที่มีจำหน่ายทางการค้ามาปรับปรุงคุณสมบัติโดยใช้ไตรเมทิลคลอโรไซเลน (TMCS) และใช้ CaO ที่ปรับปรุงคุณสมบัติแล้วเป็นตัวเร่งในการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันเมล็ดเรพ (Rape Seed) ผลการศึกษาพบว่าเมทิลเอสเทอร์ที่ผลิตได้มีค่าตั้งแต่ 85.4-94.6% และตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถนำกลับมาใช้ซ้ำได้มากกว่า 15 ครั้ง

Cantu และคณะ (2012) ศึกษาการใช้  $\text{Ca(OH)}_2$  และ CaO เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันของน้ำมันละหุ่ง ตัวอย่างน้ำมันละหุ่งและไบโอดีเซลที่ได้ภายหลังการทำปฏิกิริยาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TLC และ  $^1\text{H-NMR}$  Cantu ศึกษาตัวแปรในการเกิดปฏิกิริยา คือ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมัน ระยะเวลา และอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยารวมทั้งศึกษาคุณสมบัติของตัวเร่ง  $\text{Ca(OH)}_2$  และ CaO ด้วยเครื่อง XRD ผลการทดลองพบว่า  $\text{Ca(OH)}_2$  เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีกว่า CaO ซึ่งให้ค่าความบริสุทธิ์ของเมทิลเอสเทอร์ที่ 98%

Watcharathamrongkul และคณะ (2010) ได้ศึกษาการผลิตเอทิลเอสเทอร์จากน้ำมันถั่วเหลืองโดยใช้ CaO เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในการศึกษาได้นำ CaO และ  $\text{CaO}$  ที่แช่ในสารละลาย  $\text{Ca(OH)}_2$  ความเข้มข้น 3.7% ไปเผาที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำตัวเร่งทั้งสองนี้รวมทั้งตัวเร่ง CaO ที่ไม่ได้เผาไปวิเคราะห์คุณสมบัติด้วยเครื่อง XRD และ BET หลังจากนั้นได้นำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตไบโอดีเซล ผลการทดลองพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยา CaO ที่แช่ใน  $\text{Ca(OH)}_2$  ความเข้มข้น 3.7% สามารถผลิตไบโอดีเซลที่มีความบริสุทธิ์ 96.3% โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 9:1 และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยานาน 10 ชั่วโมง

Punsuvon และคณะ (2011) ได้ศึกษาการผลิตไบโอดีเซลจากไขมันสัตว์โดยใช้ปฏิกิริยาสองขั้นตอนคือ ปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน และทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน แลในการทดลองใช้เทคนิค RSM หาสภาวะที่เหมาะสมในขั้นตอนปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน เพื่อลดปริมาณกรดไขมันอิสระที่ประกอบอยู่ในไขมันสัตว์จาก 39.60% ให้เหลือต่ำกว่า 1% แล้วตามด้วยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน และสรุปสภาวะที่เหมาะสมคือ ปริมาณเมทานอลต่อไขมันสัตว์เท่ากับ 1.1 ปริมาตร/น้ำหนัก ความเข้มข้นกรดซัลฟูริกเท่ากับ 2.4% เวลา 1 ชั่วโมง อุณหภูมิ 60°C ส่วนสภาวะในการทำปฏิกิริยาขั้นทรานส์เอสเทอริฟิเคชันคือ อัตราส่วนโมลของเมทานอลต่อไขมันสัตว์เท่ากับ 6:1 อุณหภูมิ 60°C ความเข้มข้นของ KOH เท่ากับ 1% เวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งไบโอดีเซลที่ผลิตได้ผ่านมาตรฐาน ASTM ของไบโอดีเซล

โดยทั่วไปไบโอดีเซลถูกผลิตโดยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน (แอลกอฮอล์ไลซิส) ซึ่งใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous catalyst) ที่มีคุณสมบัติเป็นเบส และ/หรือ กรด จากการตรวจเอกสารพบว่า ข้อดีของการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเนื้อเดียวกันที่มีคุณสมบัติเป็นเบสคือ จะทำให้ปฏิกิริยาเกิดรวดเร็ว (เกิดไว 400 เท่า เมื่อเปรียบเทียบกับการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเนื้อเดียวกันที่เป็นกรด) ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีสมบัติเป็นเบสที่นิยมใช้คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) ซึ่งทั้งคู่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ราคาถูกและหาซื้อได้ง่าย และปฏิกิริยาสามารถเกิดขึ้นในสภาวะที่ไม่รุนแรง ส่วนข้อดีของตัวเร่งปฏิกิริยาเนื้อเดียวกันที่มีสมบัติเป็นกรด

คือ สามารถใช้ได้กับน้ำมันที่ประกอบด้วยกรดไขมันอิสระ และน้ำประกอบอยู่ในปริมาณสูงได้ โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะเกิดทั้งปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน และทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันพร้อมกัน โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะเกิดในสภาวะที่ไม่รุนแรง

แต่อย่างไรก็ตาม ปัญหาของการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยานี้คือ ต้องใช้น้ำจำนวนมากในการล้างไบโอดีเซลเพื่อให้ได้ไบโอดีเซลบริสุทธิ์ก่อนที่จะนำไปใช้เป็นเชื้อเพลิง ดังนั้นตัวเร่งปฏิกิริยานี้คือตัวเร่งปฏิกิริยาเนื้อผสม (Heterogeneous catalyst) คือเป็นตัวเร่งที่เป็นของแข็งจึงมีความสนใจในการนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเพื่อผลิตไบโอดีเซล ซึ่งจะก่อให้เกิดปัญหาเรื่องการบำบัดน้ำเสีย

ในปัจจุบันโรงงานผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มรีไฟน์ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นของเหลวคือ โซเดียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งจะทำให้เกิดปัญหาในเรื่องการบำบัดน้ำเสีย ดังนั้นถ้าโรงงานเปลี่ยนมาใช้ตัวเร่งที่เป็นของแข็งจะตัดปัญหาในเรื่องน้ำเสีย ประกอบกับประเทศไทยมีแหล่งปูนขาวที่ผลิตเป็นการค้าอยู่ที่จังหวัดสระบุรี ซึ่งปูนขาวเหล่านี้จะถูกนำมาเผาเพื่อเปลี่ยนให้อยู่ในรูปของแคลเซียมออกไซด์โดยปูนขาวที่เผาแล้วจะถูกเรียกว่า ปูนสุก (Quick lime) และถูกนำมาใช้ในอุตสาหกรรมเยื่อกระดาษ ซึ่งถ้าสามารถนำมาใช้ในอุตสาหกรรมผลิตไบโอดีเซลก็จะเป็นการเพิ่มมูลค่าปูนสุกและทำให้อุตสาหกรรมการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มของประเทศไทยเกิดความยั่งยืนและแข่งขันกับต่างประเทศได้ รวมทั้งจะส่งผลไปถึงเกษตรกรผู้ปลูกปาล์มทำให้มีรายได้ที่มั่นคงในการปลูกปาล์มน้ำมันด้วย

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ดังต่อไปนี้คือ

1. ศึกษาคุณสมบัติต่างๆ ของปูนสุกที่เผาแล้วที่ผลิตในประเทศไทยด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูง (XRD, SEM, BET)
2. ศึกษาคุณสมบัติของน้ำมันปาล์มรีไฟน์โดยใช้เครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูง (GC, FT-IR)
3. ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มรีไฟน์ โดยใช้ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันและใช้เทคนิค Response Surface Methodology (RSM) ช่วยในการหาสภาวะที่เหมาะสม
4. ศึกษาคุณสมบัติของน้ำมันไบโอดีเซลที่เตรียมได้และไบโอดีเซลของโรงงานตามวิธีมาตรฐาน ASTM และ EN รวมทั้งการใช้เครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูงวิเคราะห์คุณสมบัติ

ขอบเขตของโครงการวิจัยนี้คือ คณะผู้วิจัยศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตเป็นไบโอดีเซลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งชนิดเบสคือปูนสุกที่ผลิตในประเทศไทย และใช้เทคนิคสถิติที่เรียกว่าการวิเคราะห์พื้นผิว (RSM) มาช่วยในการหาสภาวะที่เหมาะสม รวมทั้งวิเคราะห์คุณภาพของน้ำมันไบโอดีเซลที่เตรียมได้และน้ำมันที่ใช้เป็นวัตถุดิบ ตามวิธีมาตรฐาน ASTM และ EN พร้อมทั้งวิเคราะห์คุณสมบัติของตัวเร่งที่นำมาใช้ใหม่ และศึกษาประสิทธิภาพการนำตัวเร่งกลับมาใช้ใหม่ นอกจากนี้จะใช้เครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูงมาช่วยในการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วย

## วิธีวิจัย

ในการวิจัยจะดำเนินงานตามขั้นตอนต่างๆ เรียงลำดับดังนี้คือ

### 1. สารเคมี

ปูนสุกได้รับมาจากบริษัท สุธากัญ จำกัด (ประเทศไทย), น้ำมันปาล์มรีไฟน์ (RPO) ได้รับจากบริษัท น้ำมันพืชปทุม จำกัด (ประเทศไทย), คลอโรฟอร์มได้รับจากบริษัท Sigma-Aldrich จำกัด, เมทานอลสั่งซื้อจากบริษัท Merck (เยอรมันนี)

### 2. การเตรียมและวิเคราะห์คุณสมบัติของปูนสุก (CaO)

ปูนสุกถูกนำมาบดในครกหินเพื่อให้ละเอียดแล้วนำไปร่อนผ่านตะแกรงขนาด 60 เมช (mesh) ผงหินสุกที่ผ่านตะแกรงขนาด 60 เมช จะนำไปเผาในเตาเผา (Furnace) ที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

การวิเคราะห์คุณสมบัติของปูนสุกที่ผ่านการเผาแล้วมีรายละเอียดต่อไปนี้คือ

- ก. วิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ ดิฟแฟกชัน (XRD) การวิเคราะห์จะใช้ช่วง  $2\theta$  จาก 5 ถึง 40
- ข. วิเคราะห์ด้วยเครื่อง สแกนนิ่ง อิเล็กตรอน ไมโครสโคปี (SEM) เพื่อดูลักษณะทางกายภาพ
- ค. วิเคราะห์ด้วยเครื่อง BET เพื่อดูพื้นที่ผิว, ปริมาตรของรูพรุน และเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุน

**ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมัน RPO กับเมทานอล**

ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมัน RPO กับเมทานอลจะทำปฏิกิริยาในขวดสามคอขนาด 100 ml โดยขวดสามคองี้จะมี reflux condenser และเทอร์โมมิเตอร์รวมอยู่ด้วยรวมทั้งมีการกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก (magnetic stirrer) ที่ความเร็วรอบ 750 rpm ตัวเร่ง CaO ที่สังเคราะห์แล้วจะถูกเติมลงไปในช่วงสามคอ เมื่อสารเริ่มต้นที่ใช้ทำปฏิกิริยามีอุณหภูมิสูงขึ้นถึงอุณหภูมิที่ต้องการ ภายหลังจากปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ผลผลิตที่ได้จากปฏิกิริยาจะถูกแยกออกจากกันโดยการเหวี่ยง ส่วนที่เป็นผลิตภัณฑ์ที่ลอยอยู่บนคือส่วนของไบโอดีเซล และส่วนที่อยู่ชั้นล่างคือส่วนผสมของกลีเซอรอลและตัวเร่ง CaO ส่วนของไบโอดีเซลจะถูกนำไประเหยเอาเมทานอลที่เป็นส่วนเกินออกโดยใช้เครื่องระเหยภายใต้สุญญากาศ น้ำมันไบโอดีเซลที่ได้จะถูกบรรจุในขวดที่ปิดฝาแน่นและเก็บไว้เพื่อวิเคราะห์คุณภาพต่อ

**3. การออกแบบการทดลองและการวิเคราะห์ทางสถิติ**

ก่อนที่จะทำการทดลองโดยใช้ RSM การทดลองขั้นต้น (preliminary test) เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมของตัวแปรต่างๆคือ ความเข้มข้นของ CaO, อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันและระยะเวลาสำหรับการผลิตไบโอดีเซล ได้ทำการทดลองก่อนดังนี้คือ อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันจะศึกษาในช่วงการเปลี่ยนแปลงตั้งแต่ 8:1 ถึง 16:1 ส่วนความเข้มข้นของตัวเร่ง CaO จะศึกษาการเปลี่ยนแปลงในช่วง 3 ถึง 7 %โดยน้ำหนัก และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาจะศึกษาในช่วงตั้งแต่ 60 ถึง 300 นาที โดยที่ในการทดลองจะทำที่อุณหภูมิคงที่ที่ 60°C และอัตราเร็วในการกวนเท่ากับ 750 rpm ทุกการทดลอง

การออกแบบการทดลองจะใช้ central composite design (CCD) มาออกแบบการทดลองโดยนำผลที่ได้จากการทำการทดลองขั้นต้นมาใช้ในการออกแบบ ซึ่งจะทำการทดลองโดยใช้ปัจจัยหรือตัวแปร 3 ตัวแปร และแต่ละตัวแปรจะมีการเปลี่ยนแปลง 5 ระดับ โดยที่ในการทดลองนี้จะทดลองทั้งหมด 20 ครั้ง โดยการออกแบบการทดลองจะแสดงในตารางที่ 3

**ตารางที่ 3** แสดงค่าตัวแปรและระดับสำหรับ CCD

ตัวแปร	สัญลักษณ์	ระดับ				
		-1.68	-1	0	+1	+1.68
ความเข้มข้นของตัวเร่ง (%โดยน้ำหนัก)	A	3.48	4.5	6.0	7.5	8.52
อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอล:น้ำมัน (โมล)	B	8.95	11	14	17	19.04
ระยะเวลา (นาที)	C	104.32	135	180	225	255.68

ข้อมูลจากการทดลองจะถูกวิเคราะห์ด้วยสมการกำลังสองเพื่อหาความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรต่างๆกับค่าเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงของเมทิลเอสเทอร์ (% FAME Conversion) โดยสมการกำลังสองที่ใช้คือ

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^3 \beta_i X_i + \sum_{i=1}^3 \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i=1}^2 \sum_{j=i+1}^3 \beta_{ij} X_i X_j \tag{1}$$

โดยที่ y คือ ค่าตอบสนอง (% FAME Conversion)

$\beta$  คือ ค่าสัมประสิทธิ์การถดถอย (Regression coefficient)

X คือ ตัวแปรอิสระที่ทำการศึกษา

การวิเคราะห์ทางสถิติของสมการกำลังสองจะใช้การวิเคราะห์ค่าความแปรปรวน (ANOVA) และโปรแกรม Design-Expert 8.0 (State Ease Inc. Minneapolis, Mn, USA)

#### 4. การหาค่า % FAME Conversion

ค่า % FAME Conversion ของน้ำมัน RPO จะถูกหาค่าโดยใช้เครื่อง  $^1\text{H-NMR}$  ตามงานวิจัยของ Knothe ซึ่งสามารถอธิบายย่อๆได้ดังนี้คือ chemical shift ที่ 3.6 ppm จะแทนโปรตอนของเมทิลเอสเทอร์และที่ค่า chemical shift 2.3 ppm จะแทนโปรตอนของเมทิลีน ( $\text{CH}_2$ ) ที่อยู่ใน Triglyceride (น้ำมัน) ซึ่งค่าที่ได้จะถูกนำไปคำนวณตามสูตร

$$\% \text{ FAME Conversion} = \frac{2A_{ME}}{3A_{\alpha-\text{CH}_2}} \times 100 \quad (2)$$

เมื่อ  $A_{ME}$  คือ intergration value ของโปรตอนของเมทิลเอสเทอร์

$A_{\alpha-\text{CH}_2}$  คือ intergration value ของโปรตอนของเมทิลีนที่อยู่ใน Triglyceride

#### 5. การวิเคราะห์น้ำมันปาล์มรีไฟน์

ตัวอย่างน้ำมันหนักประมาณ 40 มิลลิกรัม ใส่ในขวดสามคอขนาด 50 มิลลิลิตร แล้วเติม 5 ml ของ 0.5 N สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในเมทานอลลงไปในขวดสามคอ สารละลายจะทำปฏิกิริยาภายใต้สภาวะการ reflux ที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลาประมาณ 5-10 นาที หลังจากนั้นเติม 5 ml ของสารละลายโบรอนไตรฟลูออไรด์ ( $\text{BF}_3$ ) ที่มีความเข้มข้น 14 %v/v โดยเติมผ่านทางคอนเดนเซอร์ (condenser) ที่ติดอยู่กับคอของขวดสามคอแล้วให้ทำปฏิกิริยาต่ออีก 2 นาที หลังจากนั้นเติม 5 ml ของเฮปแทนลงไปแล้วให้ทำปฏิกิริยาต่ออีก 1 นาที เมื่อปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์แล้วสารละลายจะถูกทำให้เย็นลงที่อุณหภูมิห้องแล้วเติม 15 ml ของสารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัวลงไปพร้อมกับเขย่าสารละลายให้ผสมกันประมาณ 15 วินาที แล้วทิ้งให้แยกชั้นเป็นสองชั้นโดยชั้นบนจะถูกนำมาวิเคราะห์หาค่าองค์ประกอบของกรดไขมันด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี (GC)

### ผลและวิจารณ์

#### 1. ผลการวิเคราะห์น้ำมันปาล์มรีไฟน์

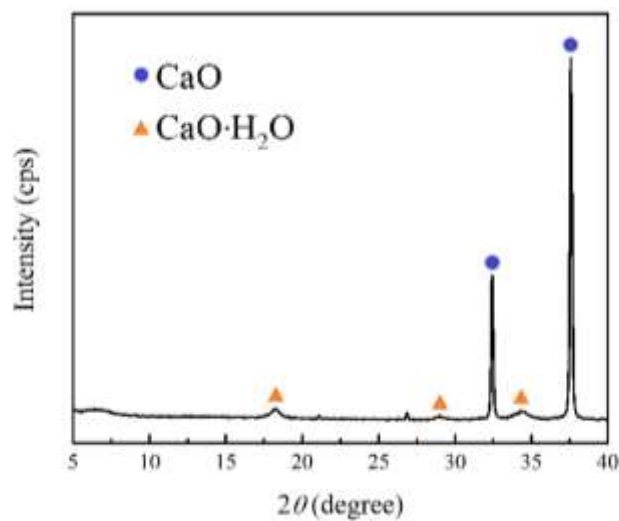
จากโครมาโตแกรมที่ได้จากเครื่อง GC พบว่าน้ำมันปาล์มรีไฟน์ประกอบด้วยกรดปาล์มติก 42.83% และกรดโอเลอิก 39.59% โดยกรดทั้งคู่นี้เป็นกรดไขมันหลักที่ประกอบอยู่ในน้ำมันปาล์มรีไฟน์ นอกจากนี้ยังมีกรดไขมันชนิดอื่นๆที่ประกอบอยู่คือ กรดไลโนเลอิก 9.40%, กรดสเตียริก 4.43%, กรดลิโนเซอริก 1.69%, กรดไมริสติก 0.94%, กรดอะราซิดิก 0.35%, กรดลอริก 0.32%, กรดเบนิสิก 0.16%, กรดไลโนเลนิก 0.15% และกรดปาล์มมิโตเลอิก 0.14% ค่าปริมาณขององค์ประกอบกรดไขมันที่ได้จากเครื่อง GC เมื่อนำไปคำนวณหาโมเลกุล

ของน้ำมันปาล์มรีไฟน์จะได้น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 854.45 g/mol และค่ากรดไขมันอิสระ (FFA) ที่ประกอบอยู่ในน้ำมันปาล์มรีไฟน์มีค่าเท่ากับ 0.1% โดยน้ำหนัก

## 2. ผลการวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาแคลเซียมออกไซด์ (CaO) ที่เตรียมจากปูนสุก

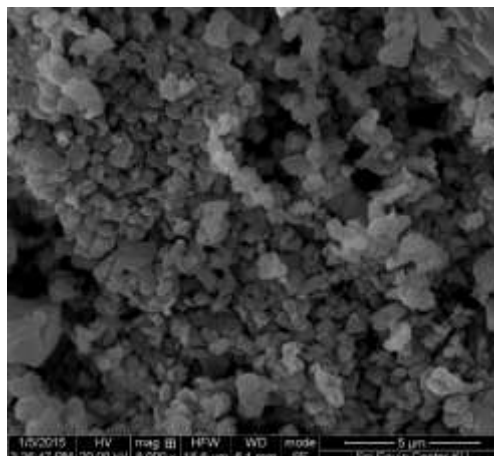
โครงสร้างผลึกและสมมาตรของตัวอย่างจะถูกเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลของรูปแบบเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันจาก International Centre of Diffraction Data (ICDD)

การเผาที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง สามารถกำจัดแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Ca(OH)<sub>2</sub>) ที่ปนเปื้อนอยู่ใน quick lime ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700°C แล้ว ได้หมด ซึ่งแสดงในรูปที่ 1. พบว่าที่มุม  $2\theta = 32.20^\circ$  และ  $37.34^\circ$  แสดงให้เห็นถึงรูปแบบของความเป็นผลึกสูงของเฟสแคลเซียมออกไซด์ (ICDD file No. 00-037-1497) ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของ quick lime นอกจากนี้ยังปรากฏเฟสของแคลเซียมออกไซด์ไฮเดรต (CaO·H<sub>2</sub>O, ICDD file No. 01-070-5492) ที่มุม  $2\theta = 18.07^\circ$  และ  $34.17^\circ$  ซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างพื้นผิวของแคลเซียมออกไซด์กับความชื้น



**รูปที่ 3** รูปแบบเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันของ quick lime ที่ผ่านการแคลไซน์

ผลลักษณะทางกายภาพของพื้นผิวและรูปร่างของอนุภาคแคลเซียมออกไซด์จากกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ในการตรวจวิเคราะห์แสดงในรูปที่ 4



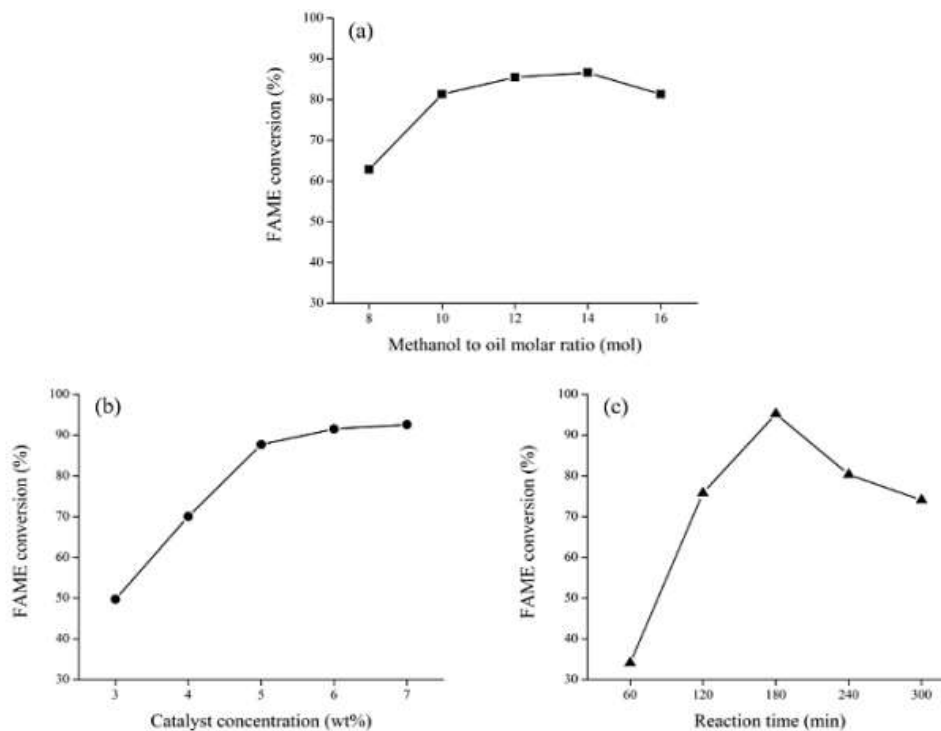
**รูปที่ 4** ภาพแสดงลักษณะของพื้นผิวของ quick lime ที่ผ่านการแคลไซน์แล้ว

ผลของการวิเคราะห์ตัวเร่ง CaO ด้วยเครื่อง BET พบว่าพื้นที่ผิว, ปริมาตรรูและขนาดของรูพรุนมีค่าเท่ากับ  $16.66 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ ,  $0.18 \text{ cm}^3\text{g}^{-1}$  และ  $44.26 \text{ nm}$  ตามลำดับซึ่งพื้นที่ผิวมีผลต่อการเร่งปฏิกิริยา พื้นที่ผิวที่มีค่ามากของตัวเร่งนี้แสดงให้เห็นถึงความว่องไวในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่สูง

การเปลี่ยนสีของอินดิเคเตอร์ที่ใช้ทดสอบความเป็นเบสของตัวเร่งพบว่า แคลเซียมออกไซด์มีค่าความเป็นเบสอยู่ที่ระหว่าง 9.3 ถึง 18.4 ซึ่งมีความเป็นเบสสูงสำหรับใช้เป็นตัวเร่งของแข็งในปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันสำหรับการผลิตไบโอดีเซล เนื่องจากแคลเซียมออกไซด์เปลี่ยนสีในอินดิเคเตอร์ phenolphthalein ( $H_+ = 9.3$ ) เป็นสีชมพูเข้ม, อินดิเคเตอร์ 2,4-dinitroaniline ( $H_+ = 15.0$ ) เป็นม่วงและมีบางส่วนของแคลเซียมออกไซด์ไม่เปลี่ยนสีเนื่องจากมีแคลเซียมออกไซด์ไฮดรตเจือปนอยู่, และไม่เปลี่ยนสีในอินดิเคเตอร์ 4-nitroaniline ( $H_+ = 18.4$ )

**3. ผลการหาสภาวะที่เหมาะสมของปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันในขั้นตอนการทำ preliminary Transesterification**

ผลของอัตราส่วนโดยโมลของน้ำมันปาล์มรีไฟน์ต่อเมทานอล, ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา CaO และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงเป็น FAME แสดงในรูปที่ 5a, 5b และ 5c ตามลำดับ



**รูปที่ 5** ผลของตัวแปรต่างๆคือ อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมัน (a), ความเข้มข้นตัวเร่งปฏิกิริยา (b) และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา (c) ที่มีผลต่อ %FAME Conversion ของปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน

จากรูป 5a, 5b และ 5c พบว่าสภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของการทำ preliminary คือ อัตราส่วนโดยโมลของน้ำมันต่อเมทานอลเท่ากับ 14:1, ความเข้มข้นตัวเร่งปฏิกิริยาเท่ากับ 6% โดยน้ำหนัก และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 180 นาที ซึ่งที่สภาวะนี้สามารถให้ %FAME Conversion ได้สูงถึง 95.23% และสภาวะที่เหมาะสมนี้ได้นำไปใช้ออกแบบในการออกแบบการทดลองแบบ CCD ของการวิเคราะห์ RSM โดยใช้ค่าที่สูงสุดที่ได้จากกราฟในรูป 5a, 5b, 5c เป็นค่าจุดกึ่งกลาง (0) ในการออกแบบ CCD

#### 4. ผลการวิเคราะห์ทางสถิติ

ผลจากการทดลองที่ได้จากการออกแบบการทดลองแบบ CCD จะถูกติดตามผลด้วยการวิเคราะห์แบบ second-order polynomial regression analysis และวิเคราะห์ความแตกต่างและความแปรปรวนด้วย Analysis Of Variance (ANOVA) ซึ่งจากแผนการทดลองแบบ CCD จำนวน 20 การทดลองแสดงในตารางที่ 4 โดย %FAME Conversion อยู่ในช่วง 60.93% ถึง 96.62% โดยที่ค่า %FAME Conversion ต่ำสุดคือ 60.93% อยู่ที่สภาวะความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา 4.50% อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 11:1 และระยะเวลาเท่ากับ 135 นาที และ %FAME Conversion สูงสุดคือ 96.62% อยู่ที่สภาวะความเข้มข้นตัวเร่งปฏิกิริยา 6.00% อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 14:1 และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 180 นาที

**ตารางที่ 4** แสดงแผนการทดลอง CCD ชนิด 3 ปัจจัย จำนวน 20 การทดลองของปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน

Run	Catalyst concentration (wt%)	Methanol-to-oil molar ratio (mole)	Reaction time (min)	Observed %FAME Conversion (%)	Predicted %FAME Conversion (%)
1	4.50	11.00	135.00	60.93	66.07
2	7.50	11.00	135.00	70.71	75.45
3	4.50	17.00	135.00	69.67	71.44
4	7.50	17.00	135.00	77.52	81.38
5	4.50	11.00	225.00	87.72	87.91
6	7.50	11.00	225.00	93.89	93.14
7	4.50	17.00	225.00	88.89	88.16
8	7.50	17.00	225.00	95.24	94.01
9	3.48	14.00	180.00	80.32	76.65
10	8.52	14.00	180.00	91.32	89.36
11	6.00	8.95	180.00	86.58	82.82
12	6.00	19.04	180.00	90.09	88.09

13	6.00	14.00	104.32	74.91	65.80
14	6.00	14.00	255.68	91.32	98.13
15	6.00	14.00	180.00	92.59	94.62
16	6.00	14.00	180.00	96.62	94.62
17	6.00	14.00	180.00	95.24	94.62
18	6.00	14.00	180.00	93.16	94.62
19	6.00	14.00	180.00	93.90	94.62
20	6.00	14.00	180.00	95.24	94.62

จากตารางที่ 4 เมื่อวิเคราะห์ด้วยโปรแกรมทางสถิติโดยใช้ Design-Expert 8 Software เพื่อสร้างสมการกำลังสอง (Quadratic equation) พบความสัมพันธ์ระหว่างอิทธิพลของตัวแปรอิสระต่างๆ คือ ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาแคลเซียมออกไซด์, wt%, (A); อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน, mol, (B); ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา, min, (C) กับค่าการตอบสนองคือ %FAME Conversion มีสมการและผลปัจจัยร่วมกัน (Interaction effect) ดังสมการที่ 3

$$Y = -216.09 + 6.69A + 12.01B + 1.31C + 0.03AB - 0.02AC - 0.10BC - 1.83A^2 - 0.36B^2 \quad (3)$$

โดยที่ Y คือ %FAME Conversion (%)

A คือ ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาแคลเซียมออกไซด์ (wt%)

B คือ อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน (mol)

C คือ ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา (min)

ข้อมูลที่ได้จากตารางที่ 4 จะถูกนำไปวิเคราะห์ค่าความแปรปรวนโดยใช้ Analysis of Variation (ANOVA) สำหรับทำให้สมการกำลังสองมีความเหมาะสมในการใช้งานโดยใช้ least square method ซึ่งเทอมของ significant ของสมการและผลตอบสนองต่างๆแสดงในตารางที่ 5

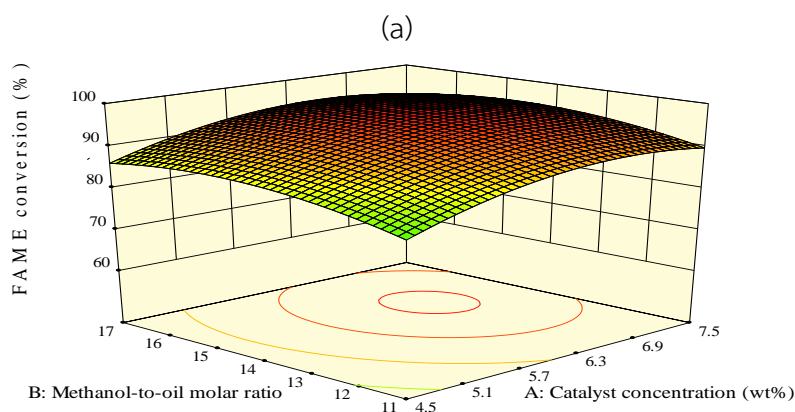
**ตารางที่ 5** แสดงความแปรปรวนของ %FAME conversion ของการตอบสนองรูปแบบพื้นผิวกำลังสอง

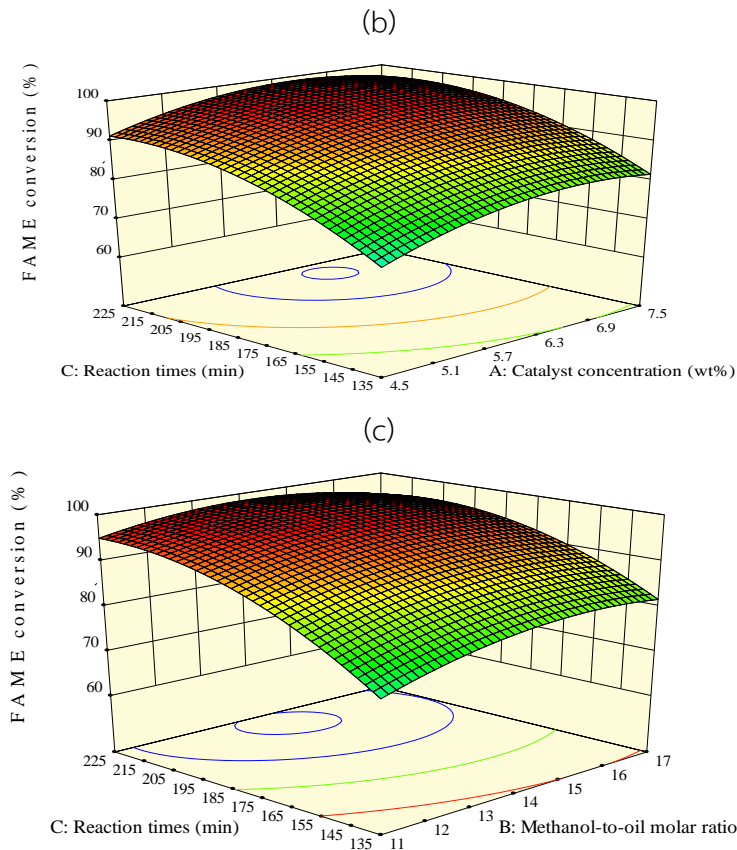
Source of variation	Sum of squares	df <sup>a</sup>	Mean square	F-value	p-value <sup>b</sup>	Significant at 5% level
Model	1889.48	9	209.94	10.71	0.0005	Yes
A	168.49	1	168.49	8.59	0.0150	Yes

B	39.73	1	39.73	2.03	0.1850	No
C	948.74	1	948.74	48.39	<0.0001	Yes
AB	0.74	1	0.74	0.038	0.8500	No
AC	4.19	1	4.19	0.21	0.6537	No
BC	23.50	1	23.50	1.20	0.2993	No
A <sup>2</sup>	267.62	1	267.62	13.65	0.0041	Yes
B <sup>2</sup>	168.58	1	168.58	8.60	0.0150	Yes
C <sup>2</sup>	399.59	1	399.59	20.38	0.0011	Yes
Residual	196.06	10	19.61			
Lack of Fit	190.87	5	38.17	36.81	0.0006	Yes
Pure Error	5.19	5	1.04			
Total	2085.54	19				

a. *df* คือ degree of freedom

เมื่อพิจารณาความเหมาะสมของการออกแบบการทดลองโดยการวิเคราะห์ ความแปรปรวน ANOVA ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% พบว่ามีค่า P-value ของแบบสมการ (Model) เท่ากับ 0.0005 ซึ่งน้อยกว่า 0.05 แสดงว่าแบบสมการกำลังสองนี้มีความเหมาะสมในการใช้อธิบายความสัมพันธ์ระหว่างผลตอบสนองและตัวแปรการทดลอง และเมื่อพิจารณาค่า P-value ของตัวแปร รวมถึงความสัมพันธ์ของตัวแปรต่างๆ พบว่า ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาแคลเซียมออกไซด์ ระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ปฏิสัมพันธ์ของความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาแคลเซียมออกไซด์ ปฏิสัมพันธ์ของอัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน และปฏิสัมพันธ์ของระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา มีค่า P-value น้อยกว่า 0.05 แสดงว่าตัวแปรและปฏิสัมพันธ์ของตัวแปรดังกล่าวมีความสำคัญและส่งผลต่อ %FAME Conversion อย่างมีนัยสำคัญ เมื่อพิจารณาค่า R-Square (R<sup>2</sup>) มีค่าเท่ากับ 0.9060 หมายความว่า สามารถใช้สมการดังกล่าวอธิบายร้อยละ %FAME Conversion จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันโดยใช้ตัวเร่ง CaO ได้ร้อยละ 90.60 เมื่อค่า R<sup>2</sup> เข้าใกล้ 1 จะหมายถึงสมการกำลังสองที่ได้มีความเหมาะสมในการใช้อธิบายความสัมพันธ์ของผลตอบสนองกับตัวแปร ซึ่งสามารถเขียนแบบจำลองของสมการกำลังสองของตัวแปรต่างๆ ได้ดังรูปที่ 6





**รูปที่ 6** แสดงกราฟพื้นผิวดอบนสองที่อธิบายถึงผลกระทบของ (a) ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา แคลเซียมออกไซด์และอัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน (b) ระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาและความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาแคลเซียมออกไซด์ (c) ระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาและอัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน

รูปที่ 6 แสดงกราฟพื้นผิว 3 มิติ ที่ได้จากการทดลอง (สมการที่ 3) รูปที่ 6(a) แสดงผลกระทบระหว่างความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาแคลเซียมออกไซด์และอัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน ที่เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 180 min พบว่า %FAME Conversion เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาแคลเซียมออกไซด์และอัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน โดยทั่วไปปริมาณของตัวเร่งของแข็งมีผลเชิงบวกอย่างมีนัยสำคัญสำหรับปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันของน้ำมันพืชเนื่องจากจำนวนของพื้นที่กระตุ้นปฏิกิริยา และปริมาณเมทานอลที่มากจะช่วยสนับสนุนให้ปฏิกิริยาที่ผันกลับได้ดำเนินปฏิกิริยาไปข้างหน้าส่งผลให้ %FAME Conversion เพิ่มขึ้น แต่เมทานอลที่มากเกินไปจะส่งผลให้ %FAME Conversion ลดลง เนื่องจากปฏิกิริยาเกิดการผันกลับ รูปที่ 6(b) แสดงผลกระทบระหว่างระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาและความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาแคลเซียมออกไซด์ ที่อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน 14 mol พบว่า %FAME Conversion เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาและความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาแคลเซียมออกไซด์ อย่างไรก็ตาม %FAME Conversion ลดลงเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาแคลเซียมออกไซด์เกิน 7 wt% เนื่องมาจากความหนืดที่เพิ่มมากขึ้นมีผลต่อความสามารถในการปั่นกววนเพื่อผสมสารในปฏิกิริยา รูปที่ 6(c) แสดงผลกระทบระหว่างระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาและอัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน ที่ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาแคลเซียมออกไซด์ที่ 6 wt% พบว่า %FAME Conversion เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมัน และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

สถานะที่เหมาะสมของปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันหาได้โดยวิธี numerical optimization ของ Design-Expert Software ซึ่งผลการทดลองพบว่าสถานะที่ทำให้ %FAME Conversion สูงสุดถึง 98.69% ของค่า %predicted FAME Conversion คือการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาปริมาณ 6.32 %โดยน้ำหนัก, อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 14.12:1 และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยานาน 214 นาที ซึ่งค่า %predict value นี้มีค่าใกล้เคียงกับค่า %observed value ที่ 97.58%

## 5. ผลคุณสมบัติน้ำมันไบโอดีเซลที่ผลิตได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน

ผลของค่าคุณสมบัติต่างๆที่ทดสอบโดยใช้มาตรฐานของสหรัฐอเมริกาคือ มาตรฐาน ASTM และ มาตรฐานยุโรปคือมาตรฐาน EN ได้ผลดังตารางที่ 6

**ตารางที่ 6** คุณสมบัติของน้ำมันไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มรีไฟน์

คุณสมบัติ	วิธีการทดลอง	ค่ามาตรฐาน	ค่าที่ได้จากไบโอดีเซลที่ผลิต
ความหนืดที่ 40°C (cSt)	ASTM D445	1.9-6.0	5.64
ความหนาแน่นที่ 15°C (g/cm <sup>3</sup> )	EN ISO 3675	0.86-0.90	0.882
จุดวาบไฟ (°C)	ASTM D93	>120	154
ค่าความเป็นกรด (mg KOH/g)	ASTM D664	<0.80	0.66
น้ำและตะกอน (%v)	ASTM D2709	<0.05	0.04

ผลจากตารางที่ 6 พบว่าน้ำมันไบโอดีเซลที่ผลิตได้โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา CaO มีคุณสมบัติต่างๆคือ ความหนืดที่ 40°C, ความหนาแน่นที่ 15°C, จุดวาบไฟ, ค่าความเป็นกรด และค่าน้ำและตะกอนผ่านค่ามาตรฐานที่กำหนดไว้โดยมาตรฐานของ ASTM และ EN

### สรุปและเสนอแนะ

1. จากการทดลองสามารถสรุปผลได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งคือ CaO สามารถถูกสังเคราะห์ขึ้นได้สำเร็จโดยสามารถยืนยันได้จากเครื่อง XRD
2. เทคนิค RSM สามารถถูกนำมาใช้หาสถานะที่เหมาะสมในการผลิตไบโอดีเซลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา CaO โดยสถานะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา คือ การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 6.32 %โดยน้ำหนัก, อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันเท่ากับ 14.12:1 และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยานาน 214 นาที ซึ่งที่สถานะนี้สามารถให้ %FAME Conversion ที่ได้จากการทดลอง (observed value) สูงถึง 97.58%
3. คุณสมบัติของน้ำมันไบโอดีเซลที่ผลิตได้ผ่านมาตรฐานของ ASTM และ EN standard

### เอกสารอ้างอิง

Lin, X., He, H., Wany, Y., Zhu., S. and Piao, X. 2008. Transesterification soybean oil to biodiesel using CaO as a solid base catalyst. Fuel, 87 : 216-221.

Vujicic, Dj., Comic. D., Zarubica. A., Micic, R. and Boskovic, G. 2010. Kinetic of biodiesel synthesis from sunflower oil over CaO heterogeneous catalyst. Fuel. 89: 2054-2001.

Tang, Y., Meag, M., Zhang, J. and Lu., Y. 2011. Efficient preparation of biodiesel from rapeseed oil over modified CaO. Applied Energy, 88: 2735-2739.

Cantu, M.S., Dias, L.M.P., Rosas, I.D., Torres, E.C., Amador, L.J., Rosas, E.R., Acosta, M.R. and Valente, J.S. 2012. Hydrated lime as an effect heterogeneous catalyst for the transesterification of castor oil and methanol. Fuel. Available online 27 August 2012.

Watchathamornngkul, K., Jongsomjit, B. and Phisalaphong, M. 2010. Calcium oxide based catalysts for ethanolysis of soybean oil. Songklanakarin J. Sci. Technol. 32(6): 627-634.

Punsuvon, V., Nokkaew, R., Somkling, P., Taponwong, M., and Karnasuta, S. 2011. Process optimization for biodiesel production from animal fat via two-step catalyzed process. Journal of Environmental Science and Engineering. 5: 453-459.

### ภาคผนวก

1. การหาค่าประกอบของกรดไขมัน และน้ำหนักมวลโมเลกุลของน้ำมันปาล์มโอเลอิน (Fatty Acid; มาตรฐาน AOAC Official Method 969.3)

#### อุปกรณ์

1. เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี (Gas Chromatography; GC)
2. เครื่องชั่งน้ำหนักละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง
3. ขวดสีชาขนาด 2 มล.
4. ไมโครปิเปตขนาด 10-100  $\mu\text{l}$  และ 100-1000  $\mu\text{l}$
5. เครื่องผสม (vortex mixer)
6. หยอดหยด
7. ขวดวัดปริมาตรขนาด 10 มล.
8. เตาให้ความร้อน
9. เทอร์โมมิเตอร์
10. ขวดสามคอขนาด 50 มล. พร้อมจุกปิด
11. นาฬิกาจับเวลา
12. คอนเด็นเซอร์
13. เครื่องทำความเย็น

#### สารเคมี

1. สารละลายโบรอนไตรฟลูออไรด์ (14% v/v) ในเมทานอล ( $\text{BF}_3$  ในเมทานอล)
2. 0.5 N โซเดียมไฮดรอกไซด์ (0.5 N NaOH)
3. ตัวทำละลายเมทานอล
4. สารละลายอิมตัวของโซเดียมคลอไรด์
5. ตัวทำละลายเฮกเซน

วิธีการทดลอง**1.การทำ Derivatization น้ำมัน**

- 1.1 ชั่งตัวอย่างน้ำมัน 40 mg พร้อมทั้งบันทึกน้ำหนักที่แน่นอนลงในขวดสามคอขนาด 50 มล.
- 1.2 เติม 0.5 N NaOH ในเมทานอล ปริมาตร 5 มล. ในตัวอย่างที่เตรียมไว้ในข้อ 1 นำสารละลายที่ได้ไปรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ  $90 \pm 5$  °C เป็นเวลา 30 นาที
- 1.3 เติมสารละลายโบรอนไตรฟลูออไรด์ในเมทานอล (14% v/v) ปริมาตร 3 มล. ทำการรีฟลักซ์ต่อที่อุณหภูมิ  $90 \pm 5$  °C เป็นเวลา 2 นาที แล้วนำสารละลายที่ได้มาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง
- 1.4 เติมสารละลายอิมตัวของโซเดียมคลอไรด์ปริมาตร 3 มล. ในขั้นตอนนี้จะเกิดตะกอนสีขาวของเกลือโซเดียมคลอไรด์
- 1.5 เติมตัวทำละลายเฮปเทนปริมาตร 10 มล. ปิดจุกขวดสามคอแล้วทำการเขย่าเป็นเวลา 3 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้เกิดการแยกชั้น
- 1.6 ดูดสารละลายใสจากชั้นของเฮปเทน (อยู่บนใช้บนสุด) มา 0.9 มล. เก็บไว้ในขวดสีชาขนาด 2 มล.
- 1.7 นำสารที่เตรียมได้วิเคราะห์หาองค์ประกอบของกรดไขมันด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตแก๊ส



รูปภาพผนวกที่ 1 การทำเมทิลเลชันของน้ำมันด้วยการรีฟลักซ์

**ตารางผนวกที่ 1** สภาวะในการวิเคราะห์กรดไขมันในน้ำมัน ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟฟี (Agilent 6890, USA)

Injector	Split ratio 30:1		
Sample size	1 $\mu$ l		
Inlet	Track		
Column temperature program			Rum time (min)
Initial temperature	80 °C	Hold 1 min	1.0
Rate 1	10 °C/min to 250 °C	Hold 2 min	20.0
Post run	50	Hold 0 min	20
Detector temperature	270 °C	-	
Carrier gas	He	Measured at 50 °C	
Flow rate	3 มล./min		

ตารางภาคผนวกที่ 2 โครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐานกรดไขมันเมทิลเอสเทอร์ผสม(C<sub>8</sub>-C<sub>24</sub>)

RT, (min)	Name	Chemical bond	Chemical structure	Mw of Methyl ester (g/mole)	Mw of Triglyceride (g/mole)
7.207	Methyl octanoate	C8:0	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub>	158	470
9.901	Methyl decanoate	C10:0	C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	174	554
12.290	Methyl laurate	C12:0	C <sub>12</sub> H <sub>24</sub> O <sub>2</sub>	214	638
14.372	Methyl myristate	C14:0	C <sub>14</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub>	242	722
16.295	Methyl palmitate	C16:0	C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	270	806
16.523	Methyl palmitoleate	C16:1	C <sub>16</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub>	268	788
18.077	Methyl stearate	C18:0	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	298	890
18.237	Methyl oleate	C18:1	C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	296	884
18.625	Methyl linoleate	C18:2	C <sub>18</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	294	878
19.169	Methyl linolenate	C18:3	C <sub>18</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub>	292	872
19.724	Methyl achidate	C20:0	C <sub>20</sub> H <sub>40</sub> O <sub>2</sub>	326	974
21.285	Methyl behenate	C22:0	C <sub>22</sub> H <sub>44</sub> O <sub>2</sub>	354	1058
21.442	Methyl erucate	C22:1	C <sub>22</sub> H <sub>42</sub> O <sub>2</sub>	352	1052
22.832	Methyl lignocerate	C24:0	C <sub>24</sub> H <sub>48</sub> O <sub>2</sub>	384	1142

## การคำนวณและการรายงานผล

## 1. การคำนวณ

1.1 องค์ประกอบของกรดไขมันจากพื้นที่ใต้พีค

$$FA = \frac{A_i}{\Sigma A} \times 100$$

เมื่อ

FA = ปริมาณของกรดไขมันแต่ละชนิดในสารตัวอย่าง (%)

A<sub>i</sub> = พื้นที่พีคของเมทิลเอสเทอร์แต่ละตัวตั้งแต่ C<sub>8</sub> ถึง C<sub>24</sub>ΣA = พื้นที่พีคทั้งหมดของเมทิลเอสเทอร์ตั้งแต่ C<sub>8</sub> ถึง C<sub>24</sub>

1.2 น้ำหนักมวลโมเลกุลเฉลี่ยของน้ำมัน

$$Mw_{average} = \frac{\sum(\%A_i)(Mw_i)}{100}$$

เมื่อ

$Mw_{average}$  = น้ำหนักมวลโมเลกุลเฉลี่ยของน้ำมัน (g/mole)

$\%A_i$  = เปอร์เซ็นต์พื้นที่พีคของเมทิลเอสเทอร์ตั้งแต่ C<sub>8</sub> ถึง C<sub>24</sub>

$Mw_i$  = น้ำหนักมวลโมเลกุลของไตรกลีเซอไรด์ของกรดไขมันแต่ละชนิด ตั้งแต่ C<sub>8</sub> ถึง C<sub>24</sub>

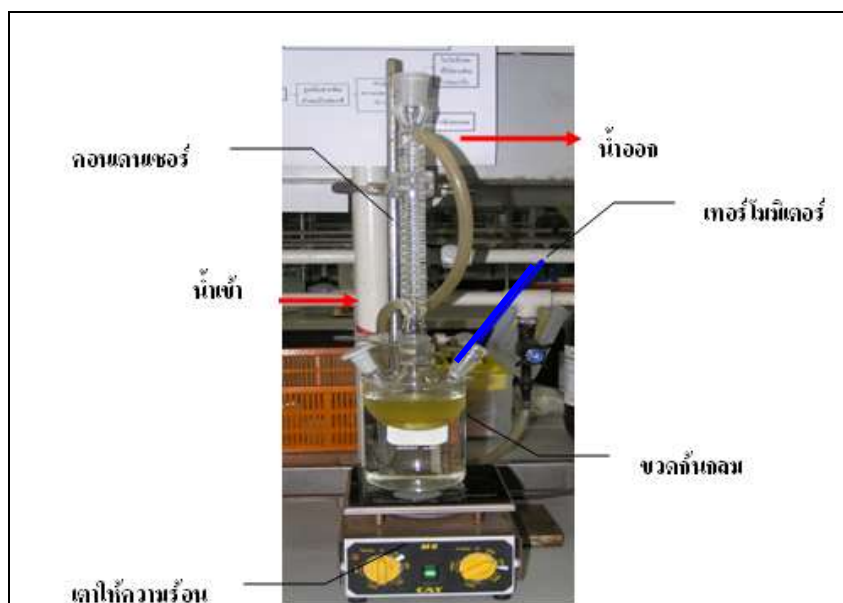
## 2. การผลิตน้ำมันไบโอดีเซล

### สารเคมี

1. น้ำมันปาล์มบริสุทธิ์ (RPO)
2. โพตัสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH)
3. ตัวทำละลายเมทานอล (CH<sub>3</sub>OH)

### อุปกรณ์

1. เครื่องชั่งตวงวัด 2 ตำแหน่ง
2. ชุดอุปกรณ์การผลิตไบโอดีเซล
3. กรวยแยก
4. เตาให้ความร้อน
5. บีกเกอร์ขนาด 250 มล.
6. หลอดหยด



รูปภาพผนวกที่ 2 แสดงชุดอุปกรณ์การผลิตไบโอดีเซล

วิธีทดลอง

1. จัดอุปกรณ์การทดลองตามรูปที่ 3.1
2. ชั่งน้ำหนักน้ำมันปาล์มบริสุทธิ์ 20 กรัม ใส่ลงในขวดก้นกลม แล้วนำไปประกอบกับชุดอุปกรณ์ผลิตไบโอดีเซล
3. ทำการอุ่นน้ำมันจนอุณหภูมิถึง 65 °C
4. ชั่งตัวเร่งปฏิกิริยา CaO และเมทานอล
5. ใส่ตัวเร่งปฏิกิริยาลงไปในน้ำมันที่เตรียมไว้ในข้อ 3 พร้อมกับเมทานอลกวนสารละลายให้เข้ากันที่ความเร็วรอบ 750 รอบ/นาที ตามเวลาที่กำหนด ระหว่างทำปฏิกิริยาให้ควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ตลอดการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน
6. เมื่อปฏิกิริยาสิ้นสุดปิดเตาให้ความร้อน ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น นำเข้าเครื่องเหวี่ยงเพื่อแยกตัวเร่งปฏิกิริยาและกลีเซอรอลออกจากน้ำมันไบโอดีเซล
7. น้ำมันไบโอดีเซลที่แยกได้นำไปต้มในเตาให้ความร้อนเพื่อไล่เมทานอลที่เหลือออกเป็นเวลา 15 นาที

### 3. การหาค่าความเป็นกรด

#### สารเคมี

1. 0.1 N โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (0.1 N KOH)
2. ตัวทำละลายผสมอัตราส่วน 1:1 ระหว่างไอโซโพรพานอลกับโทลูอีน
3. ฟีนอล์ฟทาลีน อินดิเคเตอร์; ชั่งฟีนอล์ฟทาลีน 1 กรัม ละลายในตัวทำละลายไอโซโพรพานอล 100 มล.

#### อุปกรณ์

1. ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มล.
2. ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มล.
3. บิวเรต
4. เครื่องชั่งหยาบทศนิยม 2 ตำแหน่ง
5. หลอดหยด

#### วิธีการทดลอง

1. ชั่งน้ำมันตัวอย่างใส่ในขวดรูปชมพู่ตามตารางข้างล่างดังนี้ พร้อมทั้งบันทึกน้ำหนักที่ชั่งได้

ตารางภาคผนวกที่ 3 ปริมาณน้ำมันที่ใช้ในการวิเคราะห์ค่าความเป็นกรด

Acid value	Weight of sample (g)
0 - 1	20.0
1 - 4	10.0
4 - 15	2.5
15 - 75	0.5
≥ 75	0.1

2. เติมตัวทำละลายผสมปริมาตร 125 มล. ในขวดรูปชมพู่ในข้อที่ 1 เขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน (หากไม่ละลาย เป็นเนื้อเดียวกันให้ทำการอุ่นที่อุณหภูมิ 50-60 °C แล้วเขย่าให้เข้ากัน)
3. เติมฟีนอล์ฟทาลีน 2 มล. เขย่าให้เข้ากัน ทำการไทเทรตด้วย 0.1 N KOH บันทึกปริมาตรของ 0.1 N KOH ที่ใช้เมื่อถึงจุดยุติ (สารละลายเปลี่ยนเป็นสีชมพู นานประมาณ 30 วินาที)
4. เตรียม Blank สำหรับการไทเทรต โดยเตรียมเหมือนกับข้อ 2-3

### การคำนวณและการรายงานผล

#### 1. การคำนวณ

$$\text{Acid number (AV; mg KOH/ mg of sample)} = \frac{(A - B) \times N \times 56.1}{W}$$

เมื่อ

A	ปริมาตรของ 0.1 N KOH ที่ใช้ในการไทเทรต (มล.)
B	ปริมาตรของ 0.1 N KOH ที่ใช้ในการไทเทรต Blank (มล.)
N	ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่ใช้ในการไทเทรต (0.1 N KOH)
W	น้ำหนักของตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์ (g)

#### หมายเหตุ

ในการเปลี่ยนจากค่า Acid number ให้เป็นค่า Free fatty acid ดังนี้

$$\text{Free fatty acid (\%)} = \frac{\text{Acid number}}{F}$$

เมื่อ F ตัวเลขแฟคเตอร์แล้วแต่ละชนิดของกรดดังนี้ กรดโอเลอิก ลอริก และปาล์มมิติก คือ 1.99, 2.81 และ 2.19 ตามลำดับ

#### 4. การหาค่าความหนืดไคเนเมติก (Kinematic Viscosity) (ASTM D445)

##### อุปกรณ์การทดลอง

1. Viscometer
2. Viscohoder
3. Viscometer Thermostat and Bath
4. นาฬิกาจับเวลา



รูปภาคผนวกที่ 3 ชุดอุปกรณ์วัด Viscosity

### วิธีทดลอง

#### 1. วิธีทดลองน้ำมันชนิดโปร่งแสง (Procedure for transparent liquids)

- 1.1 เลือก Viscometer ที่แห้งและสะอาดตามชนิดและขนาดที่เหมาะสมกับงานที่จะใช้ คือตัวอย่างที่มีความหนืดมาก ๆ ควรเลือก Viscometer ที่มี capillary แคบ โดยเวลาที่ใช้ในการทดลองเป็นวินาที ระหว่างจุดที่หนึ่งและจุดที่สองไม่ควรต่ำกว่า 200 วินาที
- 1.2 นำน้ำมันตัวอย่างใส่ใน viscometer ตามวิธีที่กำหนด โดยผู้ออกแบบเครื่องมือ หากตัวอย่างมีพวก solid particle ต้องกรองด้วยกระดาษเบอร์ 200 (75µm) ก่อน
- 1.3 นำ viscometer ไปแชวนใน viscometer bath ที่ตั้งอุณหภูมิไว้แล้วประมาณ 30 นาที
- 1.4 ใช้ suction หรือ pressure ปรับให้ระดับบน (head level) อยู่สูงกว่าจุดจับเวลาจุดแรก (start mark) ประมาณ 5 mm ปลดปล่อยให้น้ำมันตัวอย่างไหลอย่างอิสระภายใต้แรงโน้มถ่วงโลก เริ่มจับเวลาเมื่อระดับบนไหลถึงจุดจับเวลาจุดแรก และหยุดเมื่อถึงจุดจับเวลาจุดที่สอง (stop mark) บันทึกเวลาที่ได้เป็นวินาที



จุดเริ่มจับเวลา  
(Start mark)

จุดสิ้นสุดการจับ  
เวลา

รูปภาคผนวกที่ 4 การจับเวลาในการวิเคราะห์ความ

หมายเหตุ

1. หากเวลาได้ไม่ถึง 200 วินาที จะต้องทำการทดลองใหม่โดยใช้ Viscometer ที่มี capillary เล็กลง
2. การใช้ capillary ที่มีขนาดกว้างเกินไป ( flow time ไม่ถึง 200 วินาที) จะทำให้การจับเวลาผิดพลาดได้ง่าย เนื่องจากตัวอย่างไหลเร็วเกินไป แต่ในทางกลับกันถ้าใช้ capillary เล็กเกินไปจะทำให้เสียเวลามากเกินความจำเป็น
3. Flow time ที่ได้ในครั้งแรกและครั้งที่สองควรต่างกันไม่เกิน 0.2% ถือว่าผลการทดลองนี้สามารถนำไปใช้ในการคำนวณได้ หากผลที่ได้แตกต่างกันมากกว่า 0.2% ให้เริ่มทำการทดลองใหม่ โดยกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 200 ไม่ว่าตัวอย่างนั้นจะมี solid particle หรือไม่ก็ตาม

**2. วิธีทดลองน้ำมันชนิดทึบแสง (Procedure for opaque liquids)**

- 2.1 อุ่นน้ำมันตัวอย่างที่อุณหภูมิประมาณ  $60 \pm 2$  °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง หรือจนแน่ใจว่าพวกไขที่มีอยู่ในน้ำมันละลายหมด (น้ำมันตัวอย่างที่มีไขสูงหรือความหนืดสูง ๆ อาจจะต้องอุ่นในที่อุณหภูมิสูงกว่านี้)
- 2.2 ใช้แท่งแก้วคนให้ทั่วถึงภาชนะจนกระทั่งไม่มี sludge หรือไขเกาะที่แท่งแก้ว ปิดจุกภาชนะเขย่าให้แรง 1 นาที
- 2.3 แบ่งน้ำมันตัวอย่างมาให้มีปริมาณเพียงพอสำหรับ 2 Viscometers ใน Flask ขนาด 100 มล. ปิดด้วยจุกก๊อกหรือจุกยางหลวมๆ (สำหรับน้ำมันตัวอย่างที่ผสมด้วยน้ำมันก๊าด ควรปิดจุกให้แน่นเพราะน้ำมันก๊าดบางส่วนอาจจะระเหยหายไป และได้ค่าความหนืดสูงกว่าความเป็นจริง)
- 2.4 นำ Flask ไปแช่ในอ่างน้ำเดือด 30 นาที แล้วนำออกมาเขย่าให้เข้ากัน เสร็จแล้วกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 200 (ควรอุ่นขณะกรองน้ำมันเพื่อป้องกันน้ำมันตัวอย่างจับเป็นก้อน (Coagulating) ในระหว่างการกรองและควรอุ่น Viscometer ที่จะนำมาใช้ด้วยเพราะน้ำมันตัวอย่างอาจจะจับตัวแข็งและอุดตัน Capillary tube)
- 2.5 นำน้ำมันตัวอย่างใส่ใน Viscometer แล้วนำ viscometer ไปแชวนใน viscometer bath ที่ตั้งอุณหภูมิไว้แล้วประมาณ 30 นาที
- 2.6 ปลอ่ยให้น้ำมันตัวอย่างไหลย้อนอย่างอิสระ ในทิศทางตรงข้ามกับแรงโน้มถ่วงของโลก และเมื่อระดับบนของน้ำมันตัวอย่างถึงจุดจับเวลาจุดแรกจึงเริ่มจับเวลา และหยุดเมื่อถึงจุดจับเวลาจุดที่สอง บันทึกเวลาเป็นวินาที และ Flow time ที่ได้ยึดหลักเกณฑ์เดียวกับน้ำมันชนิดโปร่งแสง

หมายเหตุ กรณีที่ทำการทดลองสองครั้งให้ถือปฏิบัติดังนี้

- การทำการทดลองที่อุณหภูมิ 50 °C ค่าที่ได้ทั้งสองครั้งไม่ควรต่างกันเกิน 17% ของค่าเฉลี่ย
- การทดลองที่อุณหภูมิ 80 หรือ 100 °C ค่าที่ได้ทั้งสองครั้งไม่ควรต่างกันเกิน 11% ของค่าเฉลี่ยบวก 8 [11% of (V<sub>mean</sub> + 8)]

ถ้าผลการทดลองต่างกันเกินค่าที่กำหนดไว้ข้างต้น ให้ทำการทดลองใหม่ตั้งแต่ข้อ 2.1-2.6 จนได้ผลการทดลองตามที่กำหนด

### การคำนวณและการรายงานผล

#### 1. การคำนวณ

1.1 
$$V = Ct$$

เมื่อ	V	คือ Kinematic Viscosity มีหน่วยเป็น cSt หรือ mm <sup>2</sup> /s
	C	คือ ค่าคงที่ของ Viscometer มีหน่วยเป็น cSt/s
	T	คือ Flow time ที่ได้จากการจับเวลา มีหน่วยเป็น s

1.2 
$$N = qV$$

เมื่อ	N	คือ Dynamic Viscosity มีหน่วยเป็น cP (Centipoist) หรือ mPa-s (Milliascal-Second)
	q	คือ ความหนาแน่นของน้ำมันตัวอย่างที่วัด ณ อุณหภูมิเดียวกับ Flow time มีหน่วยเป็น g/ml. หรือ g/cm <sup>3</sup>
	V	คือ Kinematic Viscosity มีหน่วยเป็น cSt หรือ mm <sup>2</sup> /s

#### 5. การหาจุดวาบไฟ (Flash point) (ASTM D93 Flash Point by Pensky Martens Closed Tester)

##### อุปกรณ์การทดลอง

1. อุปกรณ์ Pensky-Martens Closed Tester
2. เทอร์โมมิเตอร์มาตรฐานโดย
  - สำหรับการทดสอบที่อุณหภูมิตั้งแต่ 50-230 °F (10-110°C) ใช้เทอร์โมมิเตอร์ 9F (9C)
  - สำหรับการทดสอบที่อุณหภูมิตั้งแต่ 230-700 °F (110-370°C) ใช้เทอร์โมมิเตอร์ 10F (10C)

##### หมายเหตุ

-ถ้าน้ำมันตัวอย่างมีความหนืดสูง ต้องเพิ่มอุณหภูมิของน้ำมันตัวอย่างก่อน แต่ต้องไม่เกิน 30°F (17°C) ก่อนถึงจุดวาบไฟที่คาดไว้

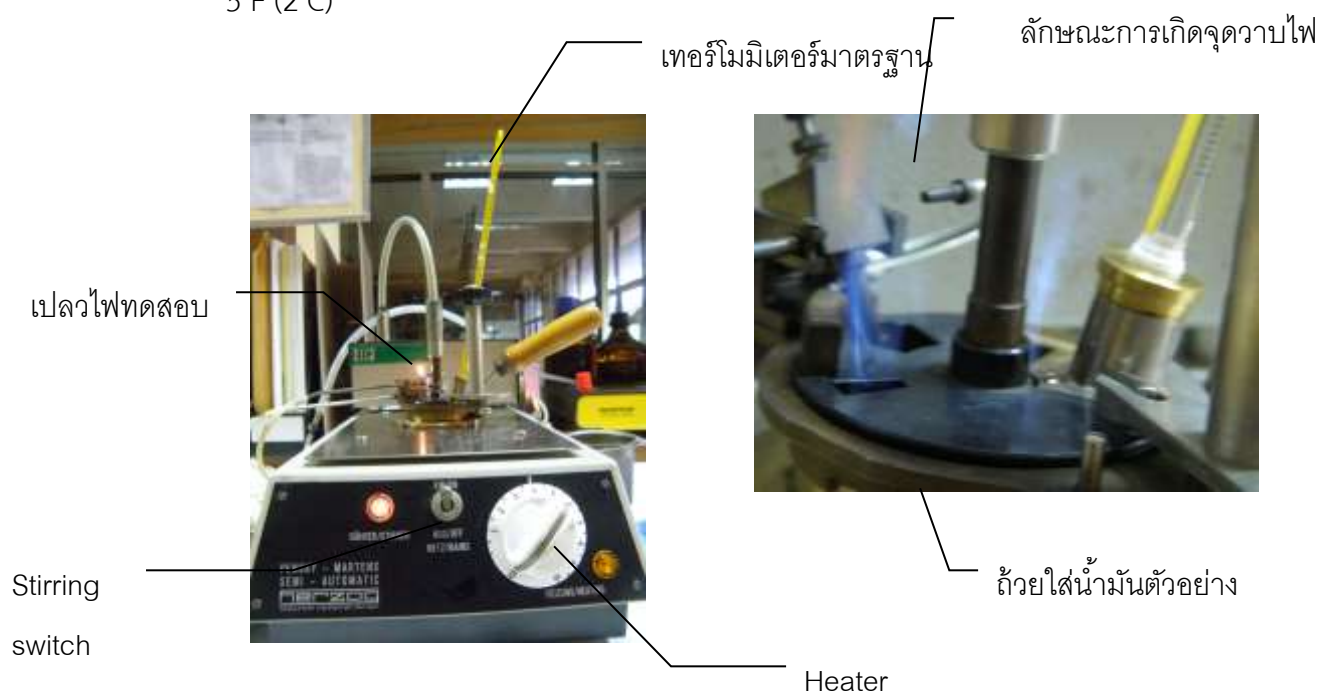
-ไม่เก็บน้ำมันตัวอย่างในภาชนะที่เป็นพลาสติก เนื่องจากสารที่ระเหยได้อาจแพร่ผ่านภาชนะพลาสติกออกมาได้

### วิธีการทดลอง

1. จัดอุปกรณ์เครื่องมือ ควรระวังถ้วยที่ใส่น้ำมันตัวอย่างและส่วนประกอบทุกชิ้นให้มีความสะอาดอย่างมาก
2. ใส่น้ำมันตัวอย่างลงในถ้วยจนถึงขีดที่กำหนด
3. ปิดฝาถ้วยและประกอบเครื่องมือ หมุนสกรูยึดอุปกรณ์ให้เรียบร้อย
4. จุดเปลวไฟทดสอบ (Test Flame) ให้มีเส้นผ่าศูนย์กลางขนาด 4 mm
5. ให้ความร้อนแก่น้ำมันตัวอย่าง โดยการเพิ่มอุณหภูมิในอัตรา (9-11 °F)/นาที ((5-6°C)/นาที)
6. ปรับใบกวนน้ำมันตัวอย่างในถ้วย ให้หมุนในทิศทาง Downward direction ให้ได้ประมาณ 90-120 รอบ/นาที
7. นำเปลวไฟทดสอบเข้าไปในถ้วยที่อุณหภูมิจากจุดวาบไฟใช้เวลา 0.5 วินาที แล้วปล่อยให้ถ้วยทดลอง 1 วินาที แล้วรีบนำขึ้น ทำตามวิธีนี้ทุก ๆ ช่วงอุณหภูมิ 2°F (1°C) ที่เพิ่มขึ้นจนกระทั่งสังเกตเห็นการวาบไฟของไอระเหยของน้ำมันตัวอย่างพร้อมกับบันทึกอุณหภูมิที่เกิดการวาบไฟ

### หมายเหตุ

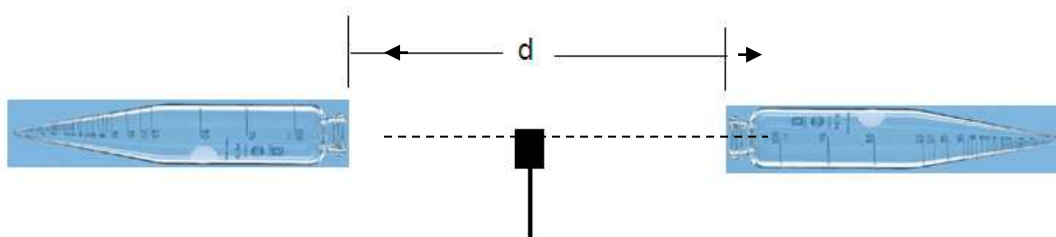
1. สำหรับน้ำมันตัวอย่างที่มีจุดวาบไฟสูงกว่า 230°F (110°C) ให้นำเปลวไฟทดสอบเข้าไปในถ้วยทุก ๆ 5°F (2°C)



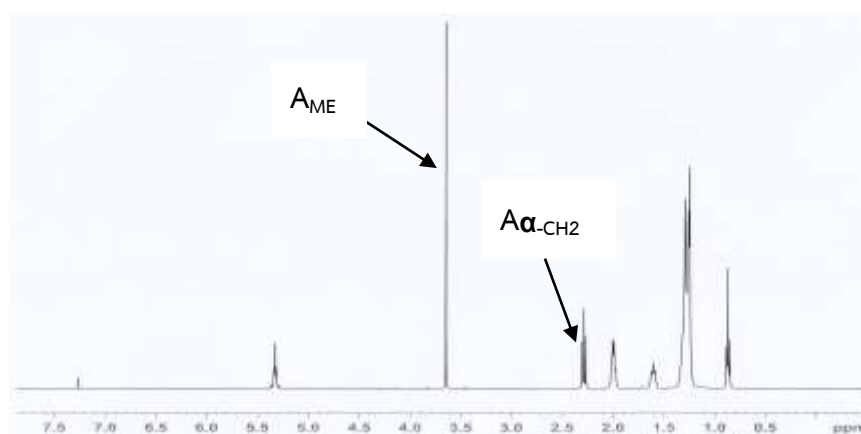
รูปภาพผนวกที่ 5 อุปกรณ์ Pensky-Martens Closed Tester

2. หากความดันบรรยากาศขณะทำการทดลองเท่ากับ 760 mmHg ก็ให้ใช้อุณหภูมิที่บันทึกในข้อ 7 รายงานผลได้เลย แต่ถ้าความดันบรรยากาศไม่ใช่ 760 mmHg ให้ทำการปรับค่าจุดวาบไฟ โดยใช้ความสัมพันธ์





7. การหาค่า %FAME Conversion จากเครื่อง <sup>1</sup>H-NMR



$$\%FAME \text{ Conversion} = \frac{2A_{ME}}{3A_{\alpha-CH_2}} \times 100$$

เมื่อ

$A_{ME}$  = integrate value ของเมทอกซีโปรตอน

$A_{\alpha-CH_2}$  = integrate value ของเมทิลีนโปรตอน

---

(1) (ภาษาไทย) ภาควิชา / (ศูนย์) / สถานี ความเป็นเลิศทางวิชาการด้านปาล์มน้ำมัน มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์  
คณะ / สถาบัน (สำนัก) อธิการบดี

(ภาษาอังกฤษ) .....

**หมายเหตุ :** ให้ส่งรายงานผลการวิจัยฉบับสมบูรณ์ (ฉบับร่าง) จำนวน 3 ชุด ก่อน โดยสถาบันวิจัยและพัฒนาจะส่งให้ผู้ทรงคุณวุฒิ  
ประเมิน / วิจัย หากไม่มีการแก้ไข จะแจ้งให้ส่งเพิ่ม แต่หากมีความเห็นข้อเสนอแนะจากผู้ทรงคุณวุฒิให้ปรับแก้ไข จะแจ้งให้  
ดำเนินการแก้ไข และให้ส่งรายงานผลงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ (ฉบับจริง) จำนวน 12 ชุด พร้อม Diskette ต่อไป