

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

การผลิตเอซิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มด้วยเครื่องปฏิกรณ์ท่อผสมแบบหมุนวน

Ethyl Ester Production from Crude Palm Oil Using Static Mixer Reactor
in Circulation Process

คณะนักวิจัย

ดร.ฐานันดรศักดิ์ เทพญา

ดร.กฤษ สมนึก

นางสาวนฤมล อินทร์ตัน

โครงการวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนจาก งบประมาณแผ่นดิน

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ประจำปีงบประมาณ 2557 รหัสโครงการ ENG570123b

สารบัญ

	หน้า
สารบัญ	ก
รายการตาราง	ค
รายการภาพประกอบ	ง
กิตติกรรมประกาศ	ฉ
บทคัดย่อ	ช
Abstract	ช
บทนำ	1
วัตถุประสงค์	2
การตรวจเอกสาร	2
วิธีการทดลอง	6
วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการดำเนินงาน	6
วัสดุ	6
1. วัตถุดิบและสารเคมีในการผลิตเอซิลเอสเทอร์	6
2. สารเคมีในการวิเคราะห์หองค์ประกอบน้ำมัน ด้วยเทคนิค thin layer chromatography/flame ionization detection	6
อุปกรณ์	7
1. ชุดเครื่องปฏิบัติการทดลองการผลิตเอซิลเอสเทอร์	7
2. ชุดอุปกรณ์การล้างน้ำมัน	9
3. ชุดอุปกรณ์การวิเคราะห์องค์ประกอบน้ำมัน	9
วิธีการดำเนินงาน	9
1. การศึกษากระบวนการผลิตเอซิลเอสเทอร์ด้วยชุดปฏิบัติการแบบใบกวน	9
2. การศึกษากระบวนการผลิตเอซิลเอสเทอร์ด้วยชุดปฏิบัติการท่อผสมสถิตแบบหมุนวน	10
3. การวิเคราะห์หองค์ประกอบในน้ำมันด้วยเทคนิค thin layer chromatography – flame ionization detection	11
4. การหารูปแบบสมการทำนายความสัมพันธ์	12
5. การหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการผลิตเอซิลเอสเทอร์	12
ผลการทดลองและวิจารณ์ผล	13

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
สรุปผลการทดลอง	28
1. การศึกษาการผลิตเอซิลเอสเตอร์จากน้ำมันปาล์มดิบด้วยเครื่องปฏิกรณ์ท่อผสมแบบหมุนวนโดยใช้ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน	28
2. คุณภาพไบโอดีเซลที่ได้จากกระบวนการผลิตเอซิลเอสเตอร์จากน้ำมันปาล์มดิบชนิดกรดไขมันอิสระสูงแบบสองขั้นตอนด้วยท่อผสมสถิตแบบหมุนวน	29
3. ความคุ้มค่าทางเศรษฐศาสตร์ในการผลิตเอซิลเอสเตอร์จากน้ำมันปาล์มดิบชนิดกรดไขมันอิสระสูงแบบสองขั้นตอนด้วยท่อผสมสถิตแบบหมุนวน	30
เอกสารอ้างอิง	31
ข้อคิดเห็นและข้อเสนอแนะสำหรับการวิจัยต่อไป	33
ภาคผนวก	34
ก บทความวิจัยที่นำเสนอที่ประชุมวิชาการ (Proceeding)	35
ข ข้อคิดเห็น/ข้อเสนอแนะในส่วนที่ไม่สามารถดำเนินการวิจัยได้ตามวัตถุประสงค์	45

รายการตาราง

ตารางที่	ชื่อตาราง	หน้า
1	แสดงผลการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นสารละลายด้วยเอทานอลของ วัตถุดิบต่าง ๆ ในการผลิตไบโอดีเซล	4
2	เงื่อนไขการทดลองในการผลิตเอธิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์ม ด้วยเครื่อง ปฏิกรณ์แบบใบกวน ขนาดบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 0.5 ลิตร	10
3	เงื่อนไขการทดลองในการผลิตเอธิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มด้วยเครื่อง ปฏิกรณ์ท่อผสมสถิตแบบหมุนวนขนาดนำร่อง บรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร	11
4	แสดงเงื่อนไขการทดลองในการผลิตเอธิลเอสเทอร์ด้วยชุดทดลองแบบใบ กวน ขนาดบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 0.5 ลิตร	13
5	แสดงคุณลักษณะและองค์ประกอบของน้ำมันลดกรดตามเงื่อนไข เอ ทานอล 66 %โดยปริมาตร กรดซัลฟิวริก 7 %โดยปริมาตร เวลาทำ ปฏิกิริยา 20 นาที และอุณหภูมิตลอดการทำปฏิกิริยา 75 °C โดยชุด ปฏิกรณ์ท่อผสมสถิตแบบหมุนวนขนาดนำร่อง ถึงบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร	18
6	แสดงรหัสตัวแปรอิสระที่ใช้ในการศึกษาการผลิตเอธิลเอสเทอร์ด้วยชุด ปฏิกรณ์ท่อผสมสถิตแบบหมุนวนขนาดนำร่องบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร	20
7	แสดงเงื่อนไขการทดลองในการศึกษาการผลิตเอธิลเอสเทอร์ด้วยชุด ปฏิกรณ์ท่อผสมสถิตแบบหมุนวน ขนาดนำร่องบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร	20
8	แสดงผลการทดลองของการผลิตเอธิลเอสเทอร์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ท่อผสม สถิตแบบหมุนวนขนาดนำร่องบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร	22
9	แสดงค่าสัมประสิทธิ์กับค่าทางสถิติของสมการ 1-5	26
10	แสดงผลผลิตของการผลิตเอธิลเอสเทอร์ด้วยชุดปฏิกรณ์ท่อผสมแบบสถิต	27
11	คุณสมบัติและองค์ประกอบของไบโอดีเซล	29

รายการภาพประกอบ

ภาพที่	ชื่อภาพ	หน้า
1	แสดงแผนภาพของชุดขนาดบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 0.5 ลิตร	8
2	แบบชุดทดลองผลิตเอธิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มชนิดกรดไขมันอิสระสูงด้วย ท่อผสมสเถิตแบบหมุนวน	8
3	แสดงตัวอย่างลักษณะน้ำมันที่ได้จากเงื่อนไขการทดลอง1-6 และเงื่อนไขการ ทดลองที่ 10 ที่ไม่มีการแยกชั้นของกลีเซอรอลและเอธิลเอสเทอร์เหมือนกัน ทั้งหมด	14
4	แสดงผลการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ในตัวอย่างน้ำมันของเงื่อนไขการ ทดลอง เอทานอล 20 %โดยปริมาตร และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ +10 g/liter of oil	14
5	แสดงผลการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ในตัวอย่างน้ำมันของเงื่อนไขการ ทดลอง เอทานอล 20 %โดยปริมาตร และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ +12 g/liter of oil	15
6	แสดงผลการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ในตัวอย่างน้ำมันของเงื่อนไขการ ทดลอง เอทานอล 20 %โดยปริมาตร และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ +14 g/liter of oil	15
7	แสดงผลการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ในตัวอย่างน้ำมันของเงื่อนไขการ ทดลอง เอทานอล 23 %โดยปริมาตร และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ +12 g/liter of oil	16
8	แสดงผลการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ในตัวอย่างน้ำมันของเงื่อนไขการ ทดลอง เอทานอล 23 %โดยปริมาตร และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ +14 g/liter of oil	16
9	แสดงการเปลี่ยนแปลงของเอธิลเอสเทอร์ของน้ำมันปาล์มดิบ ต่อเวลาในการทำ ปฏิกิริยาด้วยเครื่องปฏิกรณ์ท่อผสมสเถิตแบบหมุนวน ขนาดนาร่องบรรจุน้ำมัน เริ่มต้น 100 ลิตร	19
10	แสดงเปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ของน้ำมันปาล์ม ที่ผ่านการผลิตเอธิลเอสเทอร์จาก การทำปฏิกิริยาด้วยเอทานอลและโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ปริมาณต่างกันใช้ เวลาในการทำปฏิกิริยา 15 นาที	23

รายการภาพประกอบ(ต่อ)

ภาพที่	ชื่อภาพ	หน้า
11	แสดงค่าเปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ของน้ำมันปาล์ม ที่ผ่านการผลิตเอซิลเอสเทอร์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาด้วยเอทานอลและโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ปริมาณต่างกัน ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 50 นาที	24
12	แสดงค่าเปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ของน้ำมันปาล์ม ที่ผ่านการผลิตเอซิลเอสเทอร์ ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาด้วยเอทานอลและโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ปริมาณต่างกัน ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 60 นาที	24
13	แสดงค่าเปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ของน้ำมันปาล์ม ที่ผ่านการผลิตเอซิลเอสเทอร์ ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาด้วยเอทานอลและโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ปริมาณต่างกัน ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 70 นาที	25
14	แสดงค่าเปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ของน้ำมันปาล์ม ที่ผ่านการผลิตเอซิลเอสเทอร์ ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาด้วยเอทานอลและโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ปริมาณต่างกัน ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 120 นาที	25
15	แสดงการเปรียบเทียบปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่สามารถแปลงเอสเทอร์ได้ 99 wt.% ที่ระยะเวลาการทำปฏิกิริยาต่าง ๆ ของการศึกษาการผลิตเอซิลเอสเทอร์ด้วยชุดปฏิกิริยาที่ออกแบบสมมติแบบหมุนวน ขนาดนำร่องที่มีถังบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร	27

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนในการให้เงินทุนวิจัยโดยมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
รหัสโครงการ ENG570123b

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษากระบวนการผลิตเอซิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มด้วยเครื่องปฏิกรณ์ท่อผสมสติดแบบหมุนวน โดยใช้ปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ริฟิเคชัน และใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากการทดลองด้วยเงื่อนไขที่กำหนดตัวแปรในการทำปฏิกิริยา คือ ปริมาณเอทานอล ปริมาณโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา โดยควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ 75°C ตลอดการทำปฏิกิริยา ทดลองในถังปฏิกรณ์แบบใบกวนเพื่อศึกษาเงื่อนไขขอบเขตของการทำปฏิกิริยาในการผลิตเอซิลเอสเทอร์ และใช้ชุดทดลองแบบท่อผสมสติดแบบหมุนวน เพื่อศึกษาการผลิตเอซิลเอสเทอร์ด้วยท่อผสมสติดแบบหมุนวน

การศึกษาทดลองนี้เลือกใช้เอทานอลเกรดการค้าความบริสุทธิ์ 99.9% เป็นตัวทำละลายในปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ริฟิเคชัน พบว่าการใช้ชุดทดลองแบบใบกวนผสมสารทั้งหมด 500 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์ขนาด 1,000 มิลลิลิตร โดยใช้ hotplate ให้ความร้อน ภายใต้เงื่อนไขเอทานอล 20% โดยปริมาตร โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ +12 กรัมต่อลิตรน้ำมัน ความเร็วรอบกวน 900 รอบต่อนาที และระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 100 นาที ให้ค่าความบริสุทธิ์ของเอซิลเอสเทอร์สูงสุดเท่ากับ 97.456% เมื่อวิเคราะห์ด้วยวิธี TLC/FID และพบว่าการใช้ชุดทดลองขนาดนำร่อง โดยผสมสารทั้งสามชนิดด้วยปั๊มสารเคมีไหลหมุนวน สารผสมไหลผ่านท่อผสมสติด 2 ชุด ชุดละ 7 ท่อ ขนาดความยาวแต่ละท่อ 1 เมตร ด้วยอัตราการไหล 500 ลิตรต่อชั่วโมง สามารถให้ค่าความบริสุทธิ์ของเอซิลเอสเทอร์สูงที่สุดเท่ากับ 99.577% เมื่อวิเคราะห์ด้วยวิธี TLC/FID ภายใต้เงื่อนไขเอทานอล 20% โดยปริมาตร โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ +16 กรัมต่อลิตรน้ำมัน ภายในระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 50 นาที

Abstract

This research is study of the ethyl ester production from crude palm oil in static mixer by circulation process, using ethanol as the reactant and potassium hydroxide as a catalyst. The variables in the reaction are amount of ethanol, amount of potassium hydroxide and reaction time. The reaction temperature was controlled at 75 °C throughout the reaction. The experiments were carried out both in CSTR and in static mixing pipes circulation to determine the reaction conditions of ethyl ester production.

The 99.9% commercial grade ethanol is used in this research. The 500 ml of reactants were mixed in 1,000 ml beaker and heated by a hotplate. Under the conditions of using the 20 Vol.% ethanol and the KOH +12 g KOH/Liter of oil, reacted within 100 minutes and the 900 rpm of stirring speed, triglyceride can be converted to ester up to 97.456wt. %, analyzed by TLC / FID. It was found that using pilot-scale batch circulation process through 2 sets of static mixing pipe (7 pipes per set and 1 meter in length of each) with the flow rate of 500 l/h, triglyceride can be converted to ester up to 99.577 wt. % under the conditions of 20 Vol.% ethanol, KOH +16 g KOH/Liter of oil within 50 minutes.

บทนำ

หลายปีที่ผ่านมาได้มีการพยายามพัฒนาเชื้อเพลิงสะอาด ไบโอดีเซลเป็นเชื้อเพลิงที่ได้รับความนิยมเป็นพลังงานทางเลือกและพลังงานทดแทนที่สำคัญ จากปัญหาสิ่งแวดล้อมทำให้การพัฒนาแหล่งพลังงานทางเลือกเพื่อทดแทนเชื้อเพลิงฟอสซิลได้รับความนิยมมากขึ้น [1] [2] เนื่องจากมลพิษทางอากาศเป็นหนึ่งในปัญหาสิ่งแวดล้อมที่สำคัญปัญหาหนึ่งของโลก ไบโอดีเซลมีคุณสมบัติใกล้เคียงน้ำมันดีเซลจากฟอสซิล และเป็นพลังงานที่ยั่งยืน [3] [4] โดยทั่วไปไบโอดีเซลจะมีข้อดีมากกว่าน้ำมันดีเซลปิโตรเลียม และย่อยสลายได้ดีกว่า ไม่มีกำมะถัน มีความเป็นพิษต่ำ จุดวาบไฟสูง และลดการปล่อยไอเสียที่ทำให้เป็นพิษเป็นภัยต่อสิ่งแวดล้อม [5] [6] ประโยชน์หลักของการใช้ไบโอดีเซลเป็นเชื้อเพลิงในเครื่องยนต์คือ จะลดการพึ่งพาน้ำมันเชื้อเพลิงจากฟอสซิลและลดมลพิษทางอากาศ ไบโอดีเซลสามารถผลิตได้จากแหล่งชีวภาพทดแทน เช่น น้ำมันพืช ไขมันสัตว์ และอื่น ๆ และโดยทั่วไปการผลิตไบโอดีเซลจะใช้กระบวนการผลิตแบบกะด้วยถังกวนผสม ซึ่งมีข้อดีหลายประการ เมื่อเปรียบเทียบกับกระบวนการแบบหมุนวนโดยใช้ท่อผสมสถิต วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัยนี้คือใช้ท่อผสมสถิต (static mixer) เพื่อเร่งปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันของกระบวนการผลิตเอธิลเอสเตอร์จากน้ำมันปาล์มด้วยระบบหมุนวน ท่อผสมประกอบด้วยท่อ (pipe) และไส้ท่อ (element) ซึ่งไส้ท่อเป็นอุปกรณ์ที่ไม่มีการเคลื่อนที่ จะอยู่ในท่อ เมื่อมีของเหลวไหลผ่านไส้ท่อจะทำให้เกิดการผสมข้อดีของท่อผสมนี้เมื่อเปรียบเทียบกับกระบวนการผสมด้วยถังกวนคือ ใช้พื้นที่ติดตั้งน้อยกว่าเพราะมีขนาดเล็ก ใช้พลังงานในการทำงานน้อยกว่า ใช้เวลาในการผสมน้อยกว่า และสะดวกในการบำรุงรักษา ปัจจุบันแนวโน้มในการผลิตไบโอดีเซลเป็นส่วนใหญ่ขึ้นอยู่กับการเลือกใช้แอลกอฮอล์จากพลังงานหมุนเวียน ซึ่งการใช้เอทานอลในการสังเคราะห์ไบโอดีเซลเป็นที่น่าสนใจเพราะเอทานอลเป็นแอลกอฮอล์ที่ผลิตจากทรัพยากรธรรมชาติ [7] โครงการวิจัยนี้ได้ศึกษาถึงกระบวนการผลิตเอธิลเอสเตอร์จากน้ำมันปาล์ม โดยใช้เอทานอล งานวิจัยโดยส่วนใหญ่จะใช้เมทานอล เพราะเมทานอลทำปฏิกิริยาได้เร็วกว่าและมีราคาถูกกว่า แต่ประเทศไทยสามารถผลิตเอทานอลจากวัตถุดิบทางการเกษตรที่เพาะปลูกภายในประเทศได้ ตามรายงานสถานการณ์ราคาเอทานอลของประเทศไทย ไตรมาส 1/2558 (ธนาคารแห่งประเทศไทย, 2558)[8] ระบุว่าปริมาณการผลิตเอทานอลประมาณ 3.4 ล้านลิตร/วัน และมีแนวโน้มว่ากำลังการผลิตจะสูงขึ้นเรื่อยๆ ดังนั้นการนำเอทานอลมาใช้ในกระบวนการผลิตไบโอดีเซลน่าจะเป็นทางเลือกหนึ่งเพื่อผลิตไบโอดีเซลโดยใช้เอทานอลที่สามารถผลิตได้ภายในประเทศ ทั้งนี้การผลิตเอทานอลจากกากน้ำตาล อ้อย และมันสำปะหลัง มีสัดส่วนร้อยละ 50.6 : 14.2 : 35.2 ตามลำดับ และสำหรับปริมาณการสำรองเอทานอลของไทยในเดือนกุมภาพันธ์ 2558 มีปริมาณ 80.7 ล้านลิตร ลดลงจากช่วงเดียวกัน ของปีก่อนร้อยละ 16.9

สรุปจากที่ได้กล่าวมา ที่มาของปัญหาในการวิจัยมี 2 ประเด็นหลัก คือ

1. ต้องการพัฒนาระบบการผลิตเอซิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์ม โดยใช้ท่อผสม (static mixer) แทนการใช้ใบกวน และหาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตเพื่อเป็นข้อมูลรองรับกระบวนการลดกรดไขมันอิสระจากน้ำมันปาล์มชนิดกรดไขมันอิสระสูงของโครงการย่อยที่ 1 ซึ่งสามารถต่อยอดไปสู่กระบวนการผลิตไบโอดีเซลน้ำมันปาล์มชนิดกรดไขมันอิสระสูงในระดับชุมชนได้
2. การใช้เอทานอลแทนการใช้เมทานอลในการทำปฏิกิริยากับน้ำมันปาล์มของปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน ซึ่งเอทานอลเป็นแอลกอฮอล์ที่สามารถผลิตได้จากวัตถุดิบทางการเกษตรที่เพาะปลูกภายในประเทศมีเหลือเพียงพอจนสามารถส่งออกได้ สามารถสร้างสมดุลและมั่นคงของพลังงานภายในประเทศ และจะช่วยพัฒนาประเทศไปสู่การพึ่งพาตนเองในด้านพลังงานได้มากยิ่งขึ้น

วัตถุประสงค์

1. เพื่อออกแบบและสร้างระบบผลิตเอซิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มชนิดกรดไขมันอิสระต่ำด้วยเครื่องปฏิกรณ์ท่อผสมแบบหมุนวน
2. เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมของเครื่องปฏิกรณ์ท่อผสมแบบต่อเนื่อง โดยมีการแปรค่าตัวแปรอิสระคือ ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเบส ปริมาณของเอทานอล และเวลาในการทำปฏิกิริยา
3. เพื่อทดสอบคุณภาพไบโอดีเซลที่ผลิตได้ โดยจะต้องมีคุณภาพสูงกว่ามาตรฐานไบโอดีเซลชุมชน และใกล้เคียงหรือเทียบเท่ามาตรฐานไบโอดีเซลเชิงพาณิชย์

การตรวจเอกสาร

การนำเอาน้ำมันพืชและไขมันสัตว์มาใช้ทดแทนน้ำมันดีเซลนั้นได้มีการทำงานวิจัยกันอย่างกว้างขวาง ทั้งในประเทศและต่างประเทศทำให้มีข้อมูลพื้นฐานเพียงพอสำหรับการทำวิจัยในเรื่องนี้ โดยได้แบ่งเอกสารที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยนี้ออกเป็น 4 ส่วนหลักๆ คือ การทำปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันด้วยตัวเร่งประเภทเบส การผลิตเอซิลเอสเทอร์ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเบส การผลิตไบโอดีเซลด้วยท่อผสม และการหาสภาวะที่เหมาะสมของกระบวนการผลิต

การทำปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันด้วยตัวเร่งประเภทเบส เป็นปฏิกิริยาโดยทั่วไปที่ใช้ในการผลิตไบโอดีเซล มีทีมวิจัยที่ศึกษาเกี่ยวกับการผลิตไบโอดีเซลด้วยปฏิกิริยาดังกล่าวหลายทีมวิจัย เช่น Wright et al. [9] รายงานว่าการผลิตไบโอดีเซลด้วยปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันด้วย

ตัวเร่งเบส ไตรกลีเซอไรด์ที่ใช้ต้องมีค่าความเป็นกรด (acid value) น้อยกว่า 2 mg KOH/g แต่ถ้าค่าความเป็นกรดมากกว่า 2 mg KOH/g จะต้องเพิ่มปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อให้กรดไขมันอิสระเป็นกลางก่อน (neutralize) และสารตั้งต้นทั้งหมดต้องปราศจากน้ำ ถ้ามีน้ำจะทำให้เกิดปฏิกิริยาสปอนนิฟิเคชัน (saponification) ซึ่งเป็นปฏิกิริยาทำให้เกิดสบู่ และเป็นสาเหตุหนึ่งที่ทำให้ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาลดลง อีกทั้งยังส่งผลถึงการแยกวัฏภาคของผลิตภัณฑ์ระหว่างเมธิลเอสเตอร์กับกลีเซอรอลอีกด้วย Cvengros และ Povazanec [10] ได้ศึกษาการผลิตเมธิลเอสเตอร์จากน้ำมัน rapeseed โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และได้สรุปว่าน้ำมันที่ทำปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์เคชัน ไม่ควรมีค่าความเป็นกรดสูงกว่า 2 mg KOH/g และปริมาณน้ำต้องไม่เกิน 0.1% โดยน้ำหนัก ถ้ามีค่าความเป็นกรดเกินกว่า 2 mg KOH/g อาจแก้ไขได้ด้วยการเพิ่มปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา แต่จะทำให้สูญเสียปริมาณของเมธิลเอสเตอร์ในชั้นของกลีเซอรอลสูงขึ้น ซึ่งอาจทำให้เกิดเจลในชั้นของเมธิลเอสเตอร์ เป็นปฏิกิริยาระหว่างกรดไขมันอิสระกับเบสเกิดเป็นสบู่ ซึ่งเป็นสารอิมัลซิฟายเออร์ เมื่อน้ำมันมีค่ากรดไขมันอิสระสูงจะทำให้กลีเซอรอลละลายในชั้นเมธิลเอสเทอร์มากขึ้น ส่งผลให้การแยกกลีเซอรอลด้วยแรงโน้มถ่วง ทำได้ยากขึ้น ซึ่ง Cvengros และ Povazanec [10] ได้กำจัดสบู่ของเกลือโซเดียมโดยการใส่กรดฟอสฟอริก สลายสบู่ให้เป็นกรดไขมัน และ Saka และ Kusdiana [11] ได้ศึกษาผลของปริมาณน้ำและกรดไขมันอิสระในน้ำมันพืชที่มีผลต่อปริมาณของเมธิลเอสเตอร์ที่ได้จากปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน ในสภาวะเมทานอลเหนือวิกฤต เปรียบเทียบกับการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทกรด คือ กรดซัลฟิวริก และตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทเบส คือ โซเดียม-ไฮดรอกไซด์ พบว่าปริมาณน้ำและกรดไขมันอิสระที่สูงขึ้นมีผลต่อปริมาณของเมธิลเอสเตอร์ที่ได้จากกระบวนการตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทกรดและเบส แต่ไม่มีผลต่อกระบวนการเมทานอลภาวะเหนือวิกฤต โดยปริมาณน้ำจะมีผลต่อตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทกรดมากกว่าเบส เนื่องจากจะทำให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของน้ำมันพืชมากขึ้น ส่วนปริมาณกรดไขมันอิสระจะมีผลต่อตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทเบสมากกว่า เนื่องจากกรดไขมันอิสระจะทำปฏิกิริยากับเบสทำให้เกิดปฏิกิริยาสปอนนิฟิเคชัน จากงานวิจัยในหัวข้อนี้ประเด็นที่สำคัญคือน้ำมันที่จะนำมาผลิตไบโอดีเซลจะต้องมีค่ากรดไขมันอิสระน้อยกว่า 1 %โดยน้ำหนัก ถ้าน้ำมันยังมีค่ากรดไขมันอิสระมากขึ้นจะทำให้ได้ปริมาณเมธิลเอสเตอร์น้อยลง แต่ในงานวิจัยนี้ได้ใช้น้ำมันปาล์มดิบชนิดที่บวมซึ่งมีค่ากรดไขมันอิสระอยู่ในช่วง 8-12% โดยน้ำหนัก ดังนั้นจะต้องหาวิธีในการลดกรดไขมันอิสระก่อนที่จะนำมาผลิตไบโอดีเซล

การผลิตเอธิลเอสเตอร์ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเบส งานวิจัยโดยส่วนใหญ่จะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเบสคือโซเดียมไฮดรอกไซด์ และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ข้อจำกัดของการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเบสคือ ปริมาณกรดไขมันอิสระและปริมาณน้ำ อัตราการเกิดเอธิลเอสเตอร์ขึ้นอยู่กับตัวแปรอิสระคือ อัตราส่วนโดยโมลของเอทานอลต่อน้ำมัน ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเบส ประเภทของตัวเร่ง

ปฏิกิริยาเบส อุณหภูมิปฏิกิริยา และความรุนแรงในการผสม ซึ่งได้แสดงสถานะที่เหมาะสมของการผลิตเอซิลเอสเทอร์จากน้ำมันชนิดต่างๆ ตามตารางที่ 1

ตารางที่ 1 แสดงผลการศึกษาค่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นสารละลายด้วยเอทานอลของวัตถุดิบต่าง ๆ ในการผลิตไบโอดีเซล(Stamenkovic et al. [12])

Feedstock	Type, volume of reactor (cm ³)/type of agitator, agitation intensity (rpm)	molar ratio	Catalyst/loading	Temperature	Optimal reaction conditions		
		of ethanol:oil (mol/mol)			(wt.%)	Reaction conditions	Conversion (%)
Soybean oil	Flask, 500/mechanical, 600	6:1 and 12:1	NaOH and KOH/0.3 and 1.0	30 and 70	70°C; 12:1; 0.3% NaOH	97.2	60
Soybean oil	Batch reactor, 250/ultrasound (indirect sonication) 4870 W/m ² , 40 kHz	1.8:1 - 10.2:1	NaOH/0.14-0.56	29	10.2:1; 0.35	91.8	30
Soybean oil	Erlenmeyer flask, 25/shaker, 450	10:01	NaOCH ₃ , NaOCH ₂ CH ₃ /0.3 and 0.6	65	0.6% NaOCH ₂ CH ₃ , 25°C; 7.5:1;	97	30
Rapeseed oil	Batch reactor, 2000/disc stirrer, 10,000-20,000	6:1-7.5:1	KOH/0.89-1.33	25-65	1.33%; 10000 min ⁻¹	98.9	90
Castor oil	Flask, 250/magnetic, 600	12:1-20:1	NaOCH ₂ CH ₃ /0.5-1.5	30-80	30°C; 16:1; 1.0%	93.1	30
Castor oil	Flask, 250/magnetic, 400	6:1-39:1	NaOH and NaOCH ₂ CH ₃ /0.5-1.5	30-80	30°C; 16:1; 1.0%NaOCH ₂ CH ₃ ;	99	30
Castor oil	1000/mechanical, 400	9.65:1-12.35:1	KOH/1.33-2.17	30	11:1; 1.75%	80	90
Castor oil	Mechanical shaker						
Cottonseed oil	Flask, 500/mechanical	4:1-9:1d	KOH/1	78	9:1; 2% water	75	30
Sunflower oil	Flask, 250/mechanical, 600	6:1-12:1	NaOH/0.75-1.25	25-75	50°C; 12:1; 0.75%	98.5	5
Sunflower oil	Erlenmeyer flask	6:1	KOH/0.5-2.0	Ambient and 50	50°C; 1.0%	98.7	240
Soybean oil	Erlenmeyer flask	6:1	KOH/0.5-2.0	Ambient and 50	50°C; 1.0%	100	240

จากตารางที่ 1 นักวิจัยส่วนใหญ่สรุปผลไปในทิศทางเดียวกันว่า อัตราส่วนโดยโมลของเอทานอลต่อน้ำมัน และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา มีนัยสำคัญต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาของ

เอซิลเอสเทอร์ โดยสามารถสังเกตเบื้องต้นหลังจากทำปฏิกิริยาเสร็จสิ้น คือ อัตราส่วนโดยโมลของเอทานอลต่อน้ำมันต่ำและปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาต่ำ เช่นกัน สารผสมจะไม่แยกชั้นเป็นไบโอดีเซล ดังนั้นนักวิจัยเชื่อว่า การเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของเอทานอลต่อน้ำมัน จะทำให้ปริมาณของเอซิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้นด้วย ในทางกลับกัน ถ้าอัตราส่วนโดยโมลของเอทานอลต่อน้ำมันสูงกว่า 12:1 กลีเซอรอลจะไปแขวนลอยอยู่ในเอสเทอร์ทำให้ยากต่อการแยกกลีเซอรอลออกจากสารผสม

งานวิจัยที่ศึกษาการใช้ท่อผสม (static mixer) ในการผลิตไบโอดีเซล ส่วนมากจะใช้ในกระบวนการผสมน้ำมันกับสารเคมีก่อนเข้าเครื่องปฏิกรณ์ (pre-mixing process) การวิจัยที่ใช้เพียงท่อผสมอย่างเดียวมีจำนวนน้อยมาก เช่น Thompson และ He [13] ศึกษาความเป็นไปได้ในกระบวนการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันคาโนลา (canola oil) ด้วยท่อผสมแบบหมุนวน พบว่า เงื่อนไขที่ทำให้ค่ากลีเซอรไรด์ต่ำสุด คือ อุณหภูมิ 60°C และ 1.5 wt.% of NaOH (25 wt.% solution in MeOH) ที่เวลาทำปฏิกิริยา 30 นาที เป็นสภาวะที่เหมาะสมและ Alamsyah et al. [14] ได้เปรียบเทียบท่อผสมกับการกวนผสมของการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มด้วยปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน พบว่า ท่อผสมสามารถผลิตเมซิลเอสเทอร์ได้ 96.5 wt.% ได้เร็วกว่าการกวนผสม ที่เงื่อนไข อุณหภูมิ 65°C อัตราส่วนโดยโมล 1:10.5 (TG:MeOH) และ 1 wt.% of KOH ที่เวลาทำปฏิกิริยา 5 นาที

มีงานวิจัยที่ศึกษาการหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการผลิตไบโอดีเซลด้วยวิธีการออกแบบการทดลองแบบต่างๆ เพื่อต้องการผลของตัวแปรอิสระต่อการผลิตไบโอดีเซล เช่น Crabbe et al. [15] ได้ศึกษาตัวแปรอิสระ 3 ตัวแปร ที่มีผลต่อปริมาณของเมซิลเอสเทอร์ที่ได้จากการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มดิบ ด้วยปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน คือ อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลกับน้ำมันปาล์ม ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา จากการศึกษาพบว่า ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม คือ อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลกับน้ำมันเท่ากับ 40:1 ใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา 5% โดยปริมาตร และทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 95°C เป็นเวลา 9 ชั่วโมง ได้เมซิลเอสเทอร์ที่มีความบริสุทธิ์เท่ากับ 97% Ghadge และ Raheman [16] ได้ศึกษาการหาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตไบโอดีเซลแบบสองขั้นตอนจากน้ำมัน mahua โดยใช้วิธีพื้นผิวผลตอบสนอง (response surface methodology, RSM) ขั้นตอนแรกได้หาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการลดกรดไขมันอิสระให้มีค่าน้อยกว่า 1% โดยน้ำหนัก มีตัวแปรอิสระคือ เมทานอล กรดซัลฟิวริก และเวลาในการทำปฏิกิริยา พบว่าสภาวะที่เหมาะสมคือ เมทานอล 32% โดยปริมาตร กรดซัลฟิวริก 1.24% โดยน้ำหนักต่อปริมาตร และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 1.26 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60°C และนำไปผลิตไบโอดีเซลต่อด้วยปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมที่สุดคือ เมทานอล 25% โดยปริมาตร โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 0.7% โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ได้ไบโอดีเซลที่มีความบริสุทธิ์ 98% Tiwari et al. [17] ได้ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในกระบวนการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันสบู่ดำ

โดยใช้วิธี RSM ขั้นตอนแรกได้หาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการลดกรดไขมันอิสระให้มีค่าน้อยกว่า 1% โดยน้ำหนัก มีตัวแปรอิสระคือ เมทานอล กรดซัลฟิวริก และเวลาในการทำปฏิกิริยา พบว่าสภาวะที่เหมาะสมที่สุดคือ เมทานอล 28% โดยปริมาตร กรดซัลฟิวริก 1.43% โดยปริมาตร และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 88 นาที ที่อุณหภูมิ 60°C และนำไปผลิตไบโอดีเซลต่อยด้วยปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ริฟิเคชัน ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมที่สุด คือ เมทานอล 16% โดยปริมาตร โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 3.5+ ค่าความเป็นกรด โดยน้ำหนักต่อปริมาตร และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 24 นาที ได้ไบโอดีเซลที่มีความบริสุทธิ์มากกว่า 99% จากงานวิจัยในหัวข้อนี้ทำให้ทราบถึงวิธีการออกแบบการทดลองเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในกระบวนการผลิตด้วยวิธีพื้นผิวผลตอบสนอง (response surface methodology, RSM) ซึ่งในงานวิจัยนี้จะนำวิธีการดังกล่าวมาออกแบบการทดลอง เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในกระบวนการผลิต

จากการสืบค้นฐานข้อมูลต่างๆ จะเห็นว่ายังไม่มีผู้วิจัยเกี่ยวกับการผลิตเอซิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มโดยการใช้ท่อผสมแบบสถิต(static mixer) เนื่องจากเป็นการเปลี่ยนวัตถุดิบและการทำปฏิกิริยาการผลิตเอซิลเอสเทอร์ จากแบบถังกวนเป็นแบบท่อผสม ซึ่งท่อผสมมีข้อดีว่าการผสมได้ถึงกวนคือ ใช้พื้นที่ติดตั้งน้อยกว่าเพราะมีขนาดเล็ก ใช้พลังงานในการทำงานน้อยกว่า ใช้เวลาในการผสมน้อยกว่า และสะดวกในการบำรุงรักษา (Leng et al.[18])

วิธีการทดลอง

งานวิจัยนี้เป็นการพัฒนากระบวนการผลิตเอซิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มด้วยเครื่องปฏิกรณ์ท่อผสมสถิตแบบหมุนวน โดยใช้ปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ริฟิเคชัน และใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งเลือกใช้เอทานอลเกรดการค้าความบริสุทธิ์ 99.9% ในการศึกษาทดลองนี้ โดยกำหนดให้ตัวแปรของการทดลองคือ ปริมาณของเอทานอล ปริมาณโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา ควบคุมอุณหภูมิตลอดการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 75°C ทำการทดลองในชุดทดลองที่ใช้ในการศึกษาหาเงื่อนไขที่เหมาะสมของการผลิตเอซิลเอสเทอร์ 2 ชุดทดลองด้วยกันคือ ชุดทดลองแบบในกวน และชุดทดลองแบบท่อผสมสถิตแบบหมุนวน

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการดำเนินงาน

วัสดุ

1. วัตถุดิบและสารเคมีในการผลิตเอซิลเอสเทอร์

1.1. น้ำมันปาล์มดิบชนิดที่บรวมน (กรดไขมันอิสระต่ำกว่า 5 gKOH/Liter of oil)

- 1.2. เอทานอลเกรดการค้ำความบริสุทธิ์ 99.9%
- 1.3. โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เกรดการค้ำ (KOH)

2. สารเคมีในการวิเคราะห์หาองค์ประกอบน้ำมัน ด้วยเทคนิค thin layer chromatography/flame ionization detection (TLC/FID)

- 2.1. ไอโซโพรพานอล
- 2.2. ฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์
- 2.3. เฮกเซน
- 2.4. กรดฟอร์มิก
- 2.5. เบนซีน
- 2.6. ไดเอทิล อีเทอร์

อุปกรณ์

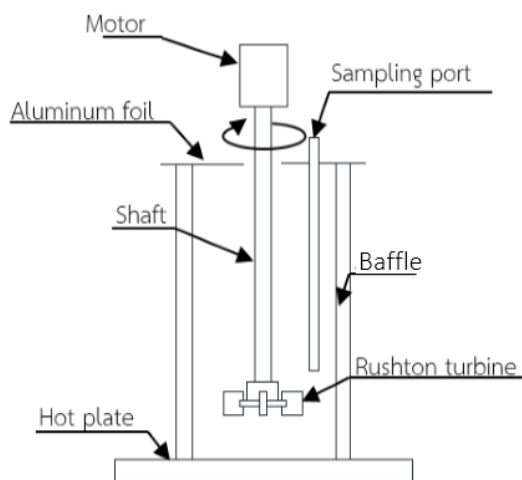
1. ชุดเครื่องปฏิบัติการทดลองการผลิตเอธิลเอสเตอร์

เนื่องจากการศึกษาทดลองนี้จะใช้ชุดทดลอง 2 ชุด ในการศึกษาหาเงื่อนไขที่เหมาะสมของการผลิตเอธิลเอสเตอร์คือ ชุดทดลองแบบใบกวนขนาดบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 0.5 ลิตร และชุดทดลองแบบท่อผสมสติดแบบหมุนวน ขนาดบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร

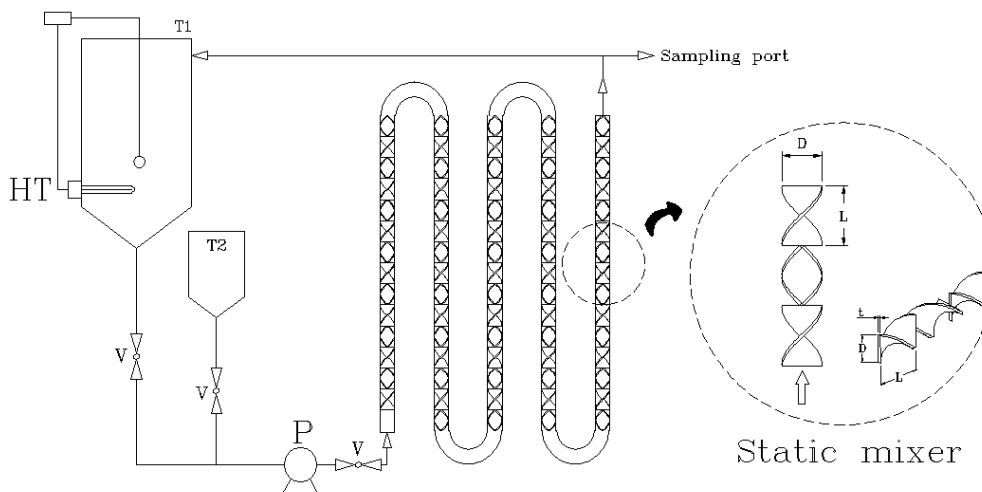
ชุดทดลองแบบใบกวนขนาดบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 0.5 ลิตร ดังแสดงในรูปที่ 1 ถูกใช้ในการศึกษาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการใช้เอทานอลเกรดการค้ำความบริสุทธิ์ 99.9% และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เกรดการค้ำเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในการผลิตเอธิลเอสเตอร์ ซึ่งชุดทดลองนี้ประกอบด้วยปิกเกอร์ขนาด 1000 มิลลิลิตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 100 มิลลิเมตร ความสูง 140 มิลลิเมตร และมีครีบริดดิทหะแยงภายในปิกเกอร์ 4 ครีบริดดิทหะแยง กว้าง 10 มิลลิเมตร มีใบกวนแบบ 6-blade disk turbine (Rushton turbine) ที่ใช้ในการผสมน้ำมันและทำปฏิกิริยาทางเคมี มีเส้นผ่านศูนย์กลางใบกวน 70 มิลลิเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางจานใบกวน 47 มิลลิเมตร ความกว้างของใบกวน 14 มิลลิเมตร ความยาวของใบกวน 17 มิลลิเมตร และความสูงของใบกวนจากก้นปิกเกอร์ 25 มิลลิเมตร มีความรุนแรงในการกวนผสม (N_{Re}) ประมาณ 5,356 มี hotplate เพื่อให้ความร้อนตลอดการทำปฏิกิริยา

ชุดทดลองท่อผสมสติดแบบหมุนวนขนาดบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร แสดงในรูปที่ 2 เป็นชุดทดลองขนาดนำร่องที่ใช้ในขั้นตอนของการศึกษาการทำปฏิกิริยาในการผลิตเอธิลเอสเตอร์ด้วยเอทานอลเกรดการค้ำความบริสุทธิ์ 99.9% และใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เกรดการค้ำเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งประกอบด้วย ถังน้ำมันปาล์มดิบ ถังเอทานอล ท่อผสมแบบสติด ขนาดเส้นผ่าน

ศูนย์กลางท่อ 10 มิลลิเมตร ยาว 1 เมตร มีไส้ท่อผสมเพื่อช่วยเร่งปฏิกิริยาเป็นแผ่นสแตนเลส กว้าง 10 มิลลิเมตร ยาว 15 มิลลิเมตร บิด 180° แผ่นสแตนเลสแต่ละชั้นต่อเชื่อมจุดกันด้วยมุม 90° ตลอดความยาวท่อ จำนวน 14 ท่อผสม โดยแบ่งเป็น 2 กลุ่มท่อชุดใหญ่ มีท่อผสมจำนวน 7 ท่อผสมต่อกลุ่มท่อชุดใหญ่ และมีฉนวนหุ้มท่อผสมแบบสลับแต่ละกลุ่มเพื่อควบคุมความร้อนสูญเสียระหว่างทำปฏิกิริยา โดยผสมสารด้วยปั๊มสารเคมีแบบหมุนวน ซึ่งสารผสมจะไหลผ่านท่อผสมแบบสลับขนาดความยาว 1 เมตร จำนวน 14 ท่อผสม ด้วยอัตราการไหล 500 ลิตรต่อชั่วโมง มีความรุนแรงในการกวนผสม (N_{Re}) 5,101



รูปที่ 1 แสดงแผนภาพของชุดขนาดบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 0.5 ลิตร



รูปที่ 2 แบบชุดทดลองผลิตเอทิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มชนิดกรดไขมันอิสระสูงด้วยท่อผสมสลับแบบหมุนวน (L: ความยาวของแผ่นสแตนเลส D: ความกว้างของแผ่นสแตนเลส และ t: ความหนาของแผ่นสแตนเลส T1: ถังน้ำมันปาล์ม T2: ถังสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์+เอทานอล) P: ปั๊มสารเคมีแบบหมุนวน HT: ฮีตเตอร์ V: วาล์ว และ TC: ชุด ควบคุมอุณหภูมิอัตโนมัติ)

2. ชุดอุปกรณ์การล้างน้ำมัน

ชุดอุปกรณ์การล้างน้ำมันประกอบด้วย กรวยแยกขนาด 500 มิลลิลิตร ปีมลุม ปีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร และ hot plate stirrer

3. ชุดอุปกรณ์การวิเคราะห์ห้องค์ประกอบน้ำมัน

การวิเคราะห์ห้องค์ประกอบน้ำมันใช้เครื่อง Itronscan MK6, chromarod trpe S-II quartz rod (Mitshubishi Kagaku Iatron Inc., Japan) และเครื่อง rod dryer TK-8

วิธีการดำเนินงาน

เนื่องจากงานวิจัยนี้เป็นการศึกษากระบวนการผลิตเอธิลเอสเทอร์โดยใช้เอทานอลเกรดการค้ำความบริสุทธิ์ 99.9% ทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

1. การศึกษากระบวนการผลิตเอธิลเอสเทอร์ด้วยชุดปฏิกรณ์แบบใบกวน

ซึ่งในขั้นตอนการศึกษานี้ใช้น้ำมันที่ผ่านกระบวนการลดกรดไขมันอิสระให้ต่ำกว่า 2 mgKOH/g เป็นน้ำมันเริ่มต้น ทำปฏิกิริยากับเอทานอลเกรดการค้ำความบริสุทธิ์ 99.9% และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เกรดการค้ำ ในเบื้องต้นศึกษาหาเงื่อนไขขอบเขตการทดลองของการทำปฏิกิริยาด้วยใบกวนแบบ six-blade turbine ซึ่งทำปฏิกิริยาในปีกเกอร์ขนาด 1000 มิลลิลิตร เก็บตัวอย่างที่เวลาการทำปฏิกิริยาทุก ๆ 10 นาที ตลอด 70 นาที ที่เงื่อนไขการทดลองต่าง ๆ และเมื่อได้เงื่อนไขการทดลองที่สามารถผลิตเอธิลเอสเทอร์ได้ จึงออกแบบเงื่อนไขการทดลองโดยกำหนดตัวแปรที่มีผลต่อกระบวนการ คือ ปริมาณของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ และปริมาณเอทานอล ได้ 12 เงื่อนไขการทดลอง แสดงดังตารางที่ 2 โดยใช้ชุดทดลองขนาดบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 0.5 ลิตร ดังแสดงในรูปที่ 1 เริ่มจากการเทน้ำมันปาล์มดิบ 0.5 ลิตร ลงในปีกเกอร์ และในขณะเดียวกันก็เปิด hotplate เพื่อให้ความร้อนและเปิดมอเตอร์ที่ 900 รอบต่อนาที ใช้เทอร์โมมิเตอร์ควบคุมอุณหภูมิตลอดการทำปฏิกิริยาคงที่ 75 °C เมื่อน้ำมันอุณหภูมิประมาณ 75 °C เทเอทานอลที่ผสมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ตามปริมาณของเงื่อนไขที่ออกแบบบวกกับค่ากรดไขมันอิสระของน้ำมันเริ่มต้นลงไปผสมในปีกเกอร์ตามปริมาณที่ออกแบบ และเริ่มจับเวลาทันทีที่เริ่มเติมสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ลงไป ทำการเก็บตัวอย่างทุก ๆ 10 นาที ตลอด 150 นาที ครั้งละ 6 มิลลิลิตร โดยในการเก็บตัวอย่างจะเก็บในขณะที่ชุดทดลองยังคงทำงานอยู่ และทุกครั้งของการเก็บตัวอย่างต้องนำตัวอย่างไปแช่ในน้ำเย็นทันที และวางตัวอย่างทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง 20 นาที จะเกิดการแยกชั้นของกลีเซอรอลและน้ำมันไปโอดีเซล

โดยจะได้น้ำมันไบโอดีเซลอยู่ด้านบนแยกชั้นเป็นสีที่ต่างกันชัดเจน แล้วแยกส่วนที่เป็นกลีเซอรอลออก จากนั้นนำน้ำมันไบโอดีเซลไปล้างด้วยน้ำร้อน และวิเคราะห์ค่าความบริสุทธิ์ด้วย TLC/FID

ตารางที่ 2 เงื่อนไขการทดลองในการผลิตเอซิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์ม ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบใบกวน ขนาดบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 0.5 ลิตร

Run	Ethanol, <i>E</i> (vol.%)	Potassium hydroxide, <i>K</i> (g /L of oil)
1	14	10
2	14	12
3	14	14
4	17	10
5	17	12
6	17	14
7	20	10
8	20	12
9	20	14
10	23	10
11	23	12
12	23	14

2. การศึกษากระบวนการผลิตเอซิลเอสเทอร์ด้วยชุดปฏิกรณ์ท่อผสมสถิตแบบ

หมุนวน

ในขั้นตอนการศึกษานี้ใช้น้ำมันที่ผ่านกระบวนการลดกรดไขมันอิสระให้ต่ำกว่า 2 mgKOH/g เป็นน้ำมันเริ่มต้น ทำปฏิกิริยากับเอทานอลเกรดการค้าความบริสุทธิ์ และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เกรดการค้า ในเบื้องต้นมีการศึกษาหาเงื่อนไขขอบเขตการทดลอง แล้วนำขอบเขตเงื่อนไขการทดลองดังกล่าวมาศึกษาโดยใช้ Response Surface Methodology (RSM) และใช้แผนการทดลองแบบ Central Composite Design โดยศึกษาตัวแปรที่ระดับต่าง ๆ 5 ระดับ ตัวแปร 2 ตัวแปร จะมีทั้งหมด 12 การทดลอง แสดงดังตารางที่ 3 โดยใช้ชุดทดลองท่อผสมสถิตแบบหมุนวน ขนาดนาร่อง ดังแสดงในรูปที่ 4 เริ่มจากเทน้ำมันปาล์ม 25 ลิตร ลงในถังน้ำมันปาล์ม ในขณะที่เดียวกันก็เปิดปั๊มหมุนวนน้ำมันปาล์มดิบที่อัตราการไหล 500 ลิตรต่อชั่วโมง และเปิดฮีตเตอร์ ขนาด 2,000 W

และใช้อุปกรณ์ตัดต่อฮีทเตอร์ควบคุมอุณหภูมิภายในถังผสมแบบหมุนวนหรือถังน้ำมันปาล์มตลอดการทำปฏิกิริยาที่ 75 °C และเติมเอทานอลที่ละลายกับโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ตามปริมาณที่ออกแบบบวกกับค่ากรดไขมันอิสระของน้ำมันเริ่มต้นลงในถังสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ และเปิดวาล์วป้อนสารละลายด้วยอัตราการไหล 495 ลิตรต่อชั่วโมง โดยเริ่มจับเวลาการทำปฏิกิริยาทันทีที่เติมสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ สังเกตดูเมื่อปริมาณของสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในถังสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ถูกป้อนเข้าระบบหมุนวนหมดแล้ว จึงปิดวาล์วป้อนสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ โดยเก็บตัวอย่างเป็นช่วงเวลา 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110 และ 120 นาที และในการเก็บตัวอย่างทุกครั้งต้องนำตัวอย่างไปแช่ในน้ำเย็นโดยทันที จากนั้นทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องแล้วถ่ายกลีเซอรอลซึ่งอยู่ด้านล่างทิ้ง แล้วนำไปโอดีเซลซึ่งอยู่ด้านบนมาล้างด้วยน้ำร้อนจนสะอาด นำไปวิเคราะห์หาองค์ประกอบน้ำมันได้ด้วยเทคนิควิธี TLC/FID และสามารถนำไปทดสอบความบริสุทธิ์ของเอสเทอร์ด้วยเครื่องมือทดสอบ Fourier Transform NMR Spectrometer 500 MHz, Model: Unity Inova, Varian, Germany หรือ NMR

ตารางที่ 3 เงื่อนไขการทดลองในการผลิตเอซิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มด้วยเครื่องปฏิกรณ์ท่อผสมสถิติแบบหมุนวนขนาดนำร่อง บรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร

Run	Ethanol, <i>E</i> (vol.%)	Potassium hydroxide, <i>K</i> (g /L of oil)
1	9	12
2	28	6
3	20	12
4	20	12
5	20	20
6	31	12
7	28	18
8	20	12
9	12	6
10	20	12
11	12	18
12	20	4

3. การวิเคราะห์หาค่าองค์ประกอบในน้ำมันด้วยเทคนิค thin layer chromatography – flame ionization detection

1. อุณหภูมิที่ลดความหนืดเพื่อเตรียมวิเคราะห์หาค่าองค์ประกอบ
2. เตรียมสาร TLC 1 ที่ประกอบด้วย เฮกเซน ไดเอทิลอีเทอร์ และกรดฟอร์มิก ตามอัตราส่วน 50:20:0.3 โดยปริมาตร และเตรียมสาร TLC 2 ที่ประกอบด้วย เฮกเซน และเบนซีน ตามอัตราส่วน 1:1 โดยปริมาตร
3. เตรียมน้ำมันตัวอย่าง โดยเตรียมเฮกเซน 0.75 มิลลิลิตร ลงในหลอด lite touch แล้วหยดน้ำมันตัวอย่าง 1 หยดลงในเฮกเซนเขย่าให้เข้ากัน
4. หยดน้ำตัวอย่างที่เตรียมไว้ลงบน Chromarod และนำ Chromarod ไปแช่ในสาร TLC 1 รอจนสารเคลื่อนที่ได้ 80 มิลลิเมตร แล้วนำไปแช่ในสาร TLC 2 รอจนสารเคลื่อนที่ได้ 100 มิลลิเมตร
5. นำ Chromarod ที่แช่สาร TLC 1 และสาร TLC 2 แล้วไปอบด้วยเครื่อง rod dryer TK-8 ที่อุณหภูมิ 105 °C ประมาณ 10 นาที
6. นำ Chromarod ไปวิเคราะห์องค์ประกอบด้วยเครื่อง Itronscan MK6 ซึ่งวิธีการนี้เป็นการแยกสารแต่ละชนิดด้วยอัตราการเคลื่อนที่ที่ไม่เท่ากัน และหาตำแหน่งของไขมันที่แยกออกจากกันด้วยวิธี flam ionization detection โดยใช้อากาศที่อัตราการไหล 2.5 ลิตรต่อนาที และใช้ไฮโดรเจนที่อัตราการไหล 165 ลิตรต่อนาที

4. การหารูปแบบสมการทำนายความสัมพันธ์

การศึกษาเงื่อนไขการทดลองด้วยวิธี response surface methodology, RSM ในการหาเงื่อนไขที่เหมาะสมและสมการความสัมพันธ์ของตัวแปรอิสระกับตัวแปรตามโดยใช้ Multiple Regression ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% และพิจารณาสมการตัดพจน์ที่ไม่มีนัยสำคัญออก ซึ่งสังเกตได้จากค่า P -value ถ้า P -value มีค่ามากกว่า 0.05 แสดงว่าพจน์ดังกล่าวไม่มีนัยสำคัญต่อ response ส่วนค่า P -value ที่น้อยกว่า 0.05 มีนัยสำคัญต่อสมการทำนายความสัมพันธ์ รูปแบบสมการที่ได้สามารถนำไปสร้างกราฟพื้นผิวตอบสนอง (response surface) และกราฟ contour ของเงื่อนไขการทดลองในช่วงการแปรค่าตัวแปรอิสระและผลตอบสนองได้

5. การหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการผลิตเอซิลเอสเทอร์

การหาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตเอซิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มสามารถหาได้จากการแก้สมการทำนายความสัมพันธ์ซึ่งสามารถทำนายค่าของตัวแปรอิสระทั้ง 2 ได้ คือปริมาณเอทานอลและปริมาณโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ โดยแก้สมการด้วย excel solver ซึ่งอยู่ภายใน

ขอบเขตเงื่อนไขที่กำหนด แล้วจึงทำการทดลองจริงซ้ำเพื่อยืนยันเงื่อนไขการทำปฏิกิริยาที่ได้จากการ
 แก๊สสมการการทำนาย

ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

การศึกษาหาขอบเขตเงื่อนไขการทดลองของการผลิตเอธิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์ม
 ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบใบกวน ได้ 12 การทดลองดังแสดงในตารางที่ 4 ซึ่งทำการทดลองด้วยชุด
 ทดลองแบบใบกวนในปิกเกอร์ ขนาดบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 0.5 ลิตร เก็บตัวอย่างที่เวลา 10, 20, 30, 40,
 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130, 140 และ 150 นาที พบว่าในเงื่อนไขการทดลองที่ 1-6
 และเงื่อนไขการทดลองที่ 10 ไม่มีการแยกชั้นระหว่างกลีเซอรอลและเอธิลเอสเทอร์ดังแสดงในรูปที่ 3
 และสำหรับเงื่อนไขที่ 7-9 และเงื่อนไขที่ 11, 12 เป็นเงื่อนไขที่ทำให้เกิดการแยกชั้นของกลีเซอรอล
 และเอธิลเอสเทอร์ในบางช่วงเวลา ตัวอย่างน้ำมันที่มีการแยกชั้นสามารถนำมาผ่านกระบวนการล้าง
 และทำการวิเคราะห์ด้วยวิธี TLC/FID เพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบของน้ำมันได้ดังแสดงในรูปที่ 4-8

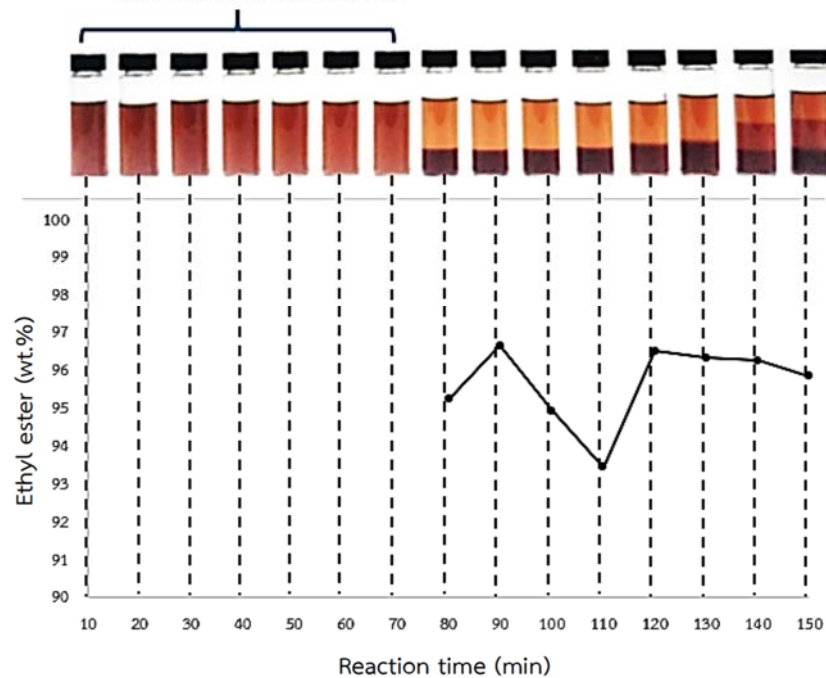
ตารางที่ 4 แสดงเงื่อนไขการทดลองในการผลิตเอธิลเอสเทอร์ด้วยชุดทดลองแบบใบกวน ขนาดบรรจุ
 น้ำมันเริ่มต้น 0.5 ลิตร

Test no.	Ethanol (vol. %)	KOH (g/Liter of oil)
1	14	10
2	14	12
3	14	14
4	17	10
5	17	12
6	17	14
7	20	10
8	20	12
9	20	14
10	23	10
11	23	12
12	23	14



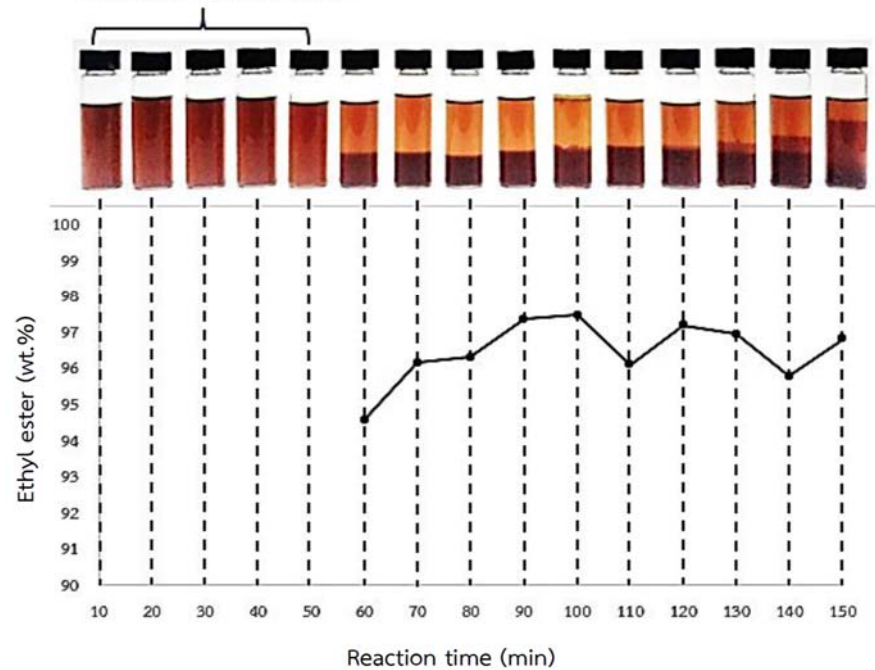
รูปที่ 3 แสดงตัวอย่างลักษณะน้ำมันที่ได้จากเงื่อนไขการทดลอง 1-6 และเงื่อนไขการทดลองที่ 10 ที่ไม่มีการแยกชั้นของกลีเซอรอลและเอซิลเอสเทอร์เหมือนกันทั้งหมด

ตัวอย่างน้ำมันที่ไม่มีการแยกชั้นระหว่างกลีเซอรอลและเอซิลเอสเทอร์
จึงไม่มีผลการวิเคราะห์องค์ประกอบ



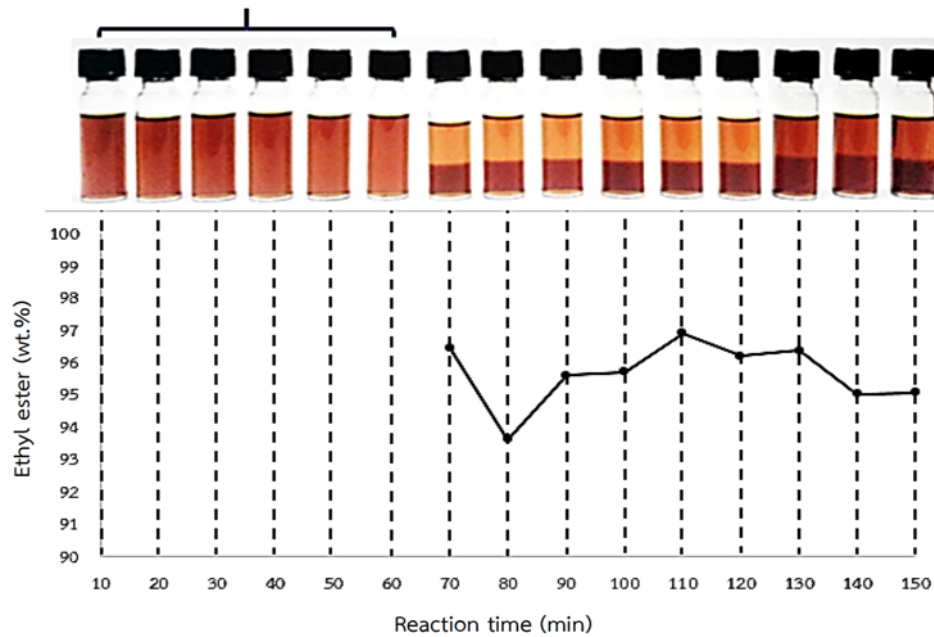
รูปที่ 4 แสดงผลการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์เอสเตอร์ในตัวอย่างน้ำมันของเงื่อนไขการทดลอง เอทานอล 20 % โดยปริมาตร และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ +10 g/liter of oil

ตัวอย่างน้ำมันที่ไม่มีการแยกชั้นระหว่างกลีเซอรอลและเอทิลเอสเทอร์
จึงไม่มีผลการวิเคราะห์หองค์ประกอบ

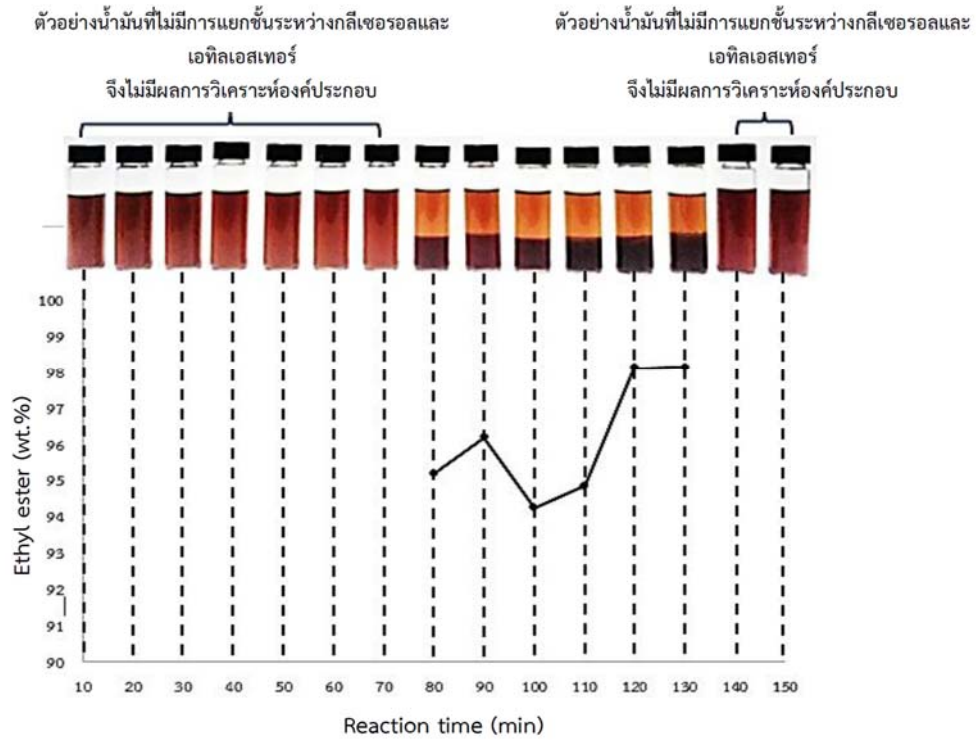


รูปที่ 5 แสดงผลการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ในตัวอย่างน้ำมันของเงื่อนไขการทดลอง
เอทานอล 20 %โดยปริมาตร และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ +12 g/liter of oil

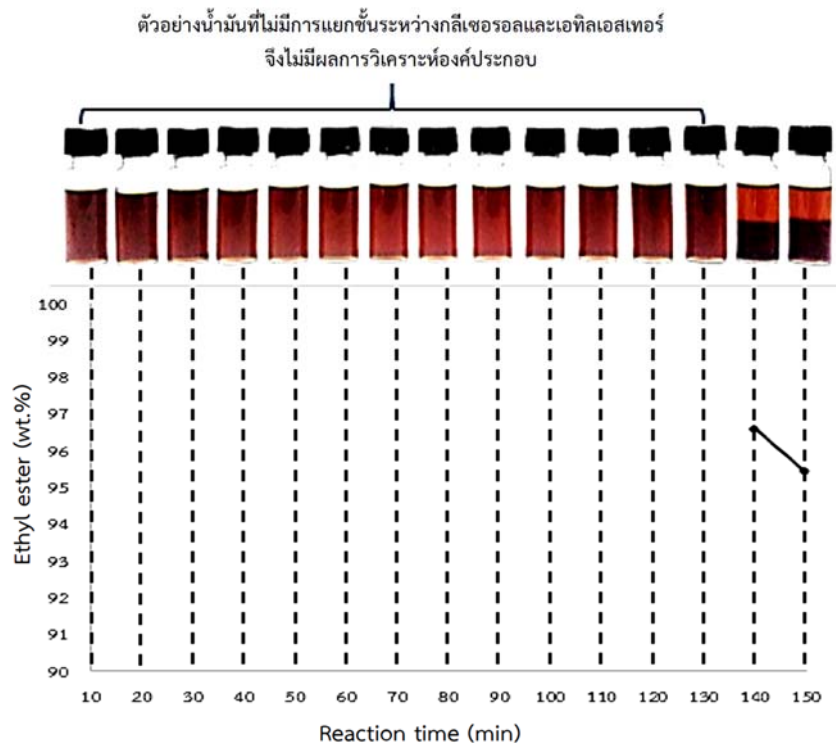
ตัวอย่างน้ำมันที่ไม่มีการแยกชั้นระหว่างกลีเซอรอลและเอทิลเอสเทอร์
จึงไม่มีผลการวิเคราะห์หองค์ประกอบ



รูปที่ 6 แสดงผลการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ในตัวอย่างน้ำมันของเงื่อนไขการทดลอง
เอทานอล 20 %โดยปริมาตร และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ +14 g/liter of oil



รูปที่ 7 แสดงผลการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ในตัวอย่างน้ำมันของเงื่อนไขการทดลองเอทานอล 23 %โดยปริมาตร และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ +12 g/liter of oil



รูปที่ 8 แสดงผลการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ในตัวอย่างน้ำมันของเงื่อนไขการทดลองเอทานอล 23 %โดยปริมาตร และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ +14 g/liter of oil

ผลการทดลองการผลิตเอซิลเอสเทอร์ด้วยชุดทดลองแบบใบกวน ขนาดบรรจุน้ำมัน เริ่มต้น 0.5 ลิตร ได้ตัวอย่างน้ำมันทั้งแยกชั้นและไม่แยกชั้นระหว่างเอซิลเอสเทอร์และกลีเซอรอล เนื่องจากการเกิดอิมัลชันที่มีความเสถียรจนเกิดการขัดขวางการแยกชั้น และผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของน้ำมันตัวอย่างที่ได้จากการทดลองทั้ง 12 เงื่อนไข สามารถสรุปสถานะที่เหมาะสมของการผลิตเอซิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มดิบด้วยชุดทดลองแบบใบกวน คือที่เงื่อนไข เอทานอล 23 %โดยปริมาตร และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ +12 g/liter of oil ที่เวลาทำปฏิกิริยา 130 นาที โดยควบคุมอุณหภูมิตลอดการทำปฏิกิริยาคงที่ 75 °C ความเร็วการกวนผสม 900 รอบต่อนาที เป็นสถานะที่ให้ค่าความบริสุทธิ์ของเอซิลเอสเทอร์ 98.114 %โดยน้ำหนัก สูงที่สุดเมื่อวิเคราะห์ด้วยวิธี TLC/FID แสดงในรูปที่ 7 แต่เมื่อพิจารณาความสามารถในการแยกชั้นระหว่างเอซิลเอสเทอร์และกลีเซอรอล เงื่อนไขที่เหมาะสมและให้ช่วงระยะเวลาการทำปฏิกิริยาที่ไม่เกิดอิมัลชันที่มีความเสถียรจนเกิดการขัดขวางการแยกชั้นคือเงื่อนไขเอทานอล 20 %โดยปริมาตร และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ +12 g/liter of oil โดยเริ่มแยกชั้นตั้งแต่ 60-150 นาที ที่อุณหภูมิควบคุมคงที่ตลอดการทำปฏิกิริยา 75 °C ความเร็วการกวนผสม 900 รอบต่อนาที ให้ค่าความบริสุทธิ์ของเอซิลเอสเทอร์ 97.456% ที่เวลา 100 นาที เมื่อวิเคราะห์ด้วยวิธี TLC/FID แสดงในรูปที่ 5 ซึ่งให้ค่าความบริสุทธิ์ของเอซิลเอสเทอร์สูงกว่าเงื่อนไขอื่น ๆ ภายในระยะเวลาทำปฏิกิริยาที่เท่ากัน จึงสรุปได้ว่าเงื่อนไขนี้เป็นเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดในการผลิตเอซิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มดิบด้วยชุดทดลองแบบใบกวน ขนาดบรรจุ น้ำมันเริ่มต้น 0.5 ลิตร

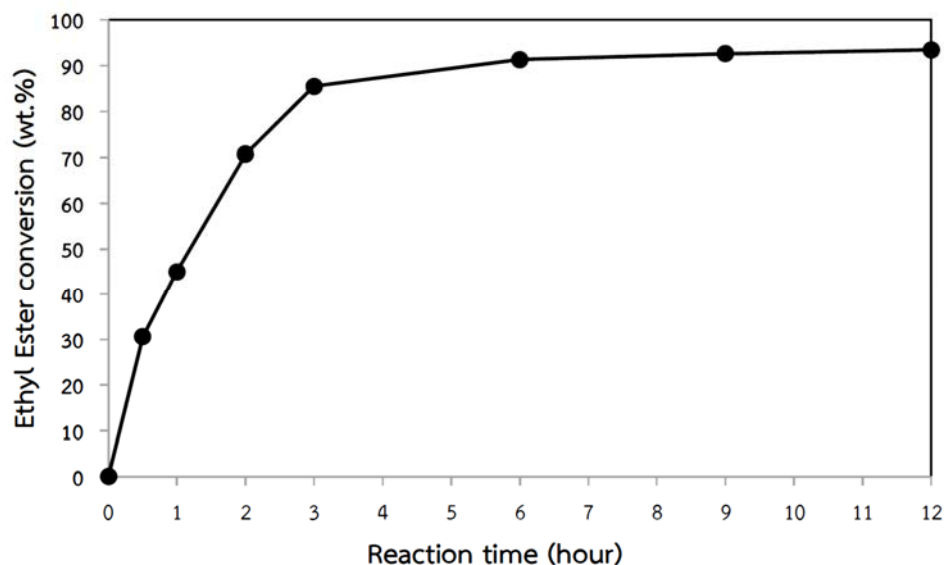
จากการศึกษาการผลิตเอซิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มดิบด้วยท่อผสมสถิติแบบหมุนวน เมื่อการเตรียมน้ำมันปาล์มดิบด้วยชุดปฏิกรณ์ท่อผสมสถิติแบบหมุนวนขนาดนำร่อง ถึงบรรจุน้ำมัน เริ่มต้น 100 ลิตร โดยกระบวนการลดกรดไขมันอิสระจากที่ศึกษาภายใต้เงื่อนไข เอทานอล 66 %โดยปริมาตร กรดซัลฟิวริก 7 %โดยปริมาตร เวลาทำปฏิกิริยา 20 นาที และอุณหภูมิตลอดการทำปฏิกิริยา 75 °C เมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบคุณลักษณะของน้ำมันลดกรดดังกล่าว ได้ดังแสดงในตารางที่ 5 และเมื่อทำปฏิกิริยาเลยต่อไปที่ 30 นาที พบว่ามีค่าความบริสุทธิ์ของเอสเทอร์สูงถึง 30.58 % โดยน้ำหนัก จึงศึกษาการผลิตเอซิลเอสเทอร์ด้วยปฏิกิริยาเอสเทอร์ิฟิเคชันในขั้นตอนเดียวด้วยชุดปฏิกรณ์ท่อผสมสถิติแบบหมุนวนขนาดนำร่อง ถึงบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร ซึ่งใช้เงื่อนไขการทดลองเดียวคือ เอทานอล 66 %โดยปริมาตร กรดซัลฟิวริก 7 %โดยปริมาตร เก็บตัวอย่างที่เวลาการทำปฏิกิริยา 0.5, 1, 2, 3, 6, 9 และ 12 ชั่วโมง และวัดความบริสุทธิ์ของเอซิลเอสเทอร์ด้วยเครื่องมือทดสอบ NMR ผลการทดสอบดังแสดงในรูปที่ 9 จะเห็นได้ว่าระยะเวลาของการทำปฏิกิริยามีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอไรด์ในน้ำมันเป็นเอสเทอร์ ซึ่งในการทดลองนี้เป็นการแปลงองค์ประกอบ

ของน้ำมันปาล์มดิบหีบรวม ซึ่งส่วนใหญ่เป็นไตรกลีเซอไรด์ พบว่าเมื่อระยะเวลาการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นค่าความบริสุทธิ์ของเอซิลเอสเทอร์ก็สูงขึ้นตามไปด้วย โดยมีการแปลงของเอสเทอร์อย่างรวดเร็วในช่วงระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 30-180 นาที แต่หลังจากผ่านไป 180 นาที หรือ 3 ชั่วโมง จนถึงเวลา 6 ชั่วโมง การแปลงของเอสเทอร์จะเพิ่มขึ้นเล็กน้อย และเริ่มคงที่หลังจาก 6-12 ชั่วโมง โดยสามารถผลิตเอซิลเอสเทอร์ได้ความบริสุทธิ์สูงสุด 93.46 % โดยน้ำหนัก ที่เวลา 12 ชั่วโมง แต่ค่าดังกล่าวก็ยังไม่ผ่านค่าความบริสุทธิ์ของเอสเทอร์ 96.5 % โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นค่าตามมาตรฐานลักษณะและคุณภาพของไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน พ.ศ. 2556 จึงศึกษาทดลองการใช้ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันในการเปลี่ยนแปลงเป็นเอสเทอร์ ในขั้นตอนที่สอง ต่อจากกระบวนการเอสเทอร์ฟิเคชัน

ตารางที่ 5 แสดงคุณลักษณะและองค์ประกอบของน้ำมันลดกรดตามเงื่อนไข เอทานอล 66 % โดยปริมาตร กรดซัลฟิวริก 7 % โดยปริมาตร เวลาทำปฏิกิริยา 20 นาที และอุณหภูมิตลอดการทำปฏิกิริยา 75 °C โดยชุดปฏิกรณ์ท่อผสมสถิตแบบหมุนวนขนาดนาร่อง ถึงบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร

Physical properties and compositions:

Density at 75°C (kg.L ⁻¹)	0.896
Viscosity at 75°C (cSt)	6.29
Free fatty acid (wt.%)	0.823
Triglyceride (wt.%)	75.264
Diglyceride (wt.%)	5.935
Monoglyceride (wt.%)	1.022
Ester (wt.%)	16.956
Acid value (mgKOH.g ⁻¹)	2.3047 (crude biodiesel)



รูปที่ 9 แสดงการเปลี่ยนแปลงของเอทิลเอสเทอร์ของน้ำมันปาล์มดิบ ต่อเวลาในการทำปฏิกิริยาด้วยเครื่องปฏิกรณ์ท่อผสมสติดแบบหมุนวน ขนาดนําร่องบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร

การศึกษาค้นคว้าหาเงื่อนไขขอบเขตการทดลองการผลิตเอทิลเอสเทอร์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ท่อผสมสติดแบบหมุนวนขนาดบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร พบว่าน้ำมันที่ได้หลังจากทำปฏิกิริยาของทุกเงื่อนไขที่ทดลองด้วยเครื่องปฏิกรณ์ท่อผสมสติดแบบหมุนวนไม่มีการแยกชั้นระหว่างเอทิลเอสเทอร์และกลีเซอรอล ในขณะที่ใช้เงื่อนไขเดียวกันกับชุดการทดลองอื่น ๆ ทั้งแบบแท่งแม่เหล็กกวนผสมในปิกเกอร์ ชุดทดลองใบพัดกวนผสมความเร็วรอบ 900 รอบต่อนาที และการผสมโดยใช้คลื่นด้วยอัลตราโซนิคในชุดทดลองขนาด 50 มิลลิลิตร มีการแยกชั้นของเอทิลเอสเทอร์และกลีเซอรอล โดยคาดว่า มีสาเหตุเนื่องจากความรุนแรงของการกวนผสมที่ส่งผลให้กลีเซอรอลรวมอยู่ในชั้นของเอทิลเอสเทอร์ส่งผลให้ไม่เกิดการแยกชั้น แต่ถึงจะไม่แยกชั้นกลีเซอรอลและเอทิลเอสเทอร์เอทิลเอสเทอร์ที่ได้มีผลผลิตสูง จึงได้มีการศึกษาขอบเขตเงื่อนไขการทดลองโดยใช้ Response Surface Methodology (RSM) และใช้แผนการทดลองแบบ Central Composite Design โดยในการทดลองจะทำการศึกษาตัวแปรที่ระดับต่าง ๆ 5 ระดับ ซึ่งศึกษาตัวแปร 2 ตัวแปร รหัสตัวแปรอิสระที่ใช้ในการศึกษานี้แสดงดังในตารางที่ 6 มีทั้งหมด 9 เงื่อนไข 12 การทดลอง ดังแสดงในตารางที่ 7

ตารางที่ 6 แสดงรหัสตัวแปรอิสระที่ใช้ในการศึกษาการผลิตเอซิลเอสเทอร์ด้วยชุดปฏิกรณ์ท่อผสม สก๊ิดแบบหมุนวนขนาดนำร่องบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร

Independent variable	Coded level				
	-1.414	-1	0	+1	+1.414
E: Ethanol concentration (vol. %)	9	12	20	28	31
K: Potassium Hydroxide (mg KOH/Liter of oil)	4	6	12	18	20

ตารางที่ 7 แสดงเงื่อนไขการทดลองในการศึกษาการผลิตเอซิลเอสเทอร์ด้วยชุดปฏิกรณ์ท่อผสม สก๊ิดแบบหมุนวน ขนาดนำร่องบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร

Test no.	Ethanol (vol. %)	Potassium Hydroxide (g/Liter of oil)
1	9	12
2	28	6
3	20	12
4	20	12
5	20	20
6	31	12
7	28	18
8	20	12
9	12	6
10	20	12
11	12	18
12	20	4

เมื่อได้เงื่อนไขการทดลองสามารถนำมาทดลองและวิเคราะห์สรุปผลการทดลองของการผลิตเอซิลเอสเทอร์ด้วยเอทานอลเกรดการค้าความบริสุทธิ์ 99.9% เมื่อเก็บตัวอย่าง ที่เวลา 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110 และ 120 นาที ทั้งหมด 12 การทดลอง ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 8 สามารถนำมาวิเคราะห์หาเงื่อนไขที่เหมาะสมและมีความแม่นยำได้ด้วย Multiple Regression โดยกำหนดค่าความสามารถในการแปลงเป็นเอสเทอร์เป็น Response ซึ่งจาก

การวิเคราะห์ผลการทดลองทั้ง 12 การทดลอง ได้สมการความสัมพันธ์ที่เหมาะสม เมื่อพิจารณาค่า R^2 พบว่าเข้าใกล้ 1 (มีค่ามากกว่า 0.8), R^2 for Prediction มากกว่า 0.65 และค่า $R^2_{adjusted}$ มีค่ามากกว่า $R^2_{for Prediction}$ ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% ที่ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 15, 50, 60, 70 และ 120 นาที ได้สมการความสัมพันธ์แสดงดังในสมการที่ 1, 2, 3, 4 และ 5 ตามลำดับ ค่าสัมประสิทธิ์และค่าทางสถิติของสมการแสดงดังในตารางที่ 9 และกราฟ Response Surfaces แสดงดังในรูปที่ 10, 11, 12, 13 และ 14 ตามลำดับ ซึ่งสามารถเปรียบเทียบปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่สามารถแปลงเอสเทอร์ได้ 99 wt.% ที่ระยะเวลาการทำปฏิกิริยาต่าง ๆ ของกรณีการศึกษาการผลิตเอซิลเอสเทอร์ด้วยชุดปฏิกรณ์ท่อผสมสติดแบบหมุนวนขนาดนำร่องที่มีถังบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร ได้ดังรูปที่ 15 เมื่อพิจารณาปริมาณการใช้สารเคมีและระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา พบว่าเวลาทำปฏิกิริยา 50 นาที เป็นเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุด ซึ่งให้ Response เป็น 99.945 % โดยน้ำหนัก เนื่องจากค่าความเชื่อมั่นจากการทำนายของสมการที่ให้ค่าใกล้เคียง 1 ที่สุด ซึ่งให้ค่า R^2 เท่ากับ 0.971, $R^2_{adjusted}$ เท่ากับ 0.943 และ ให้ค่า $R^2_{for Prediction}$ เท่ากับ 0.667 ได้เงื่อนไขการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมในการผลิตเอซิลเอสเทอร์ คือเอทานอล 20 % โดยปริมาตร และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ +16 g/Liter of oil และเมื่อทำการทดลองตามเงื่อนไข เอทานอลเท่ากับ 20 % โดยปริมาตร โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ +16 g/Liter of oil แล้วเก็บตัวอย่างน้ำมันที่เวลาทำปฏิกิริยาที่ 50 นาที ได้ค่าความบริสุทธิ์ของเอซิลเอสเทอร์ 99.577 % โดยน้ำหนัก ซึ่งใกล้เคียงกับค่าการวิเคราะห์ด้วย Multiple Regression และแสดงผลผลิตของการผลิตเอซิลเอสเทอร์ด้วยชุดปฏิกรณ์ท่อผสมแบบสติดเมื่อกำหนดน้ำมันปาล์มดิบเท่ากับ 100% ดังในตารางที่ 10

อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาค่า $R^2_{for Prediction}$ ที่ได้เท่ากับ 0.667 ของเงื่อนไขดังกล่าว ถือว่ามีระดับความแม่นยำของสมการที่ต่ำ เมื่อเทียบกับสมการความสัมพันธ์ที่เวลาการทำปฏิกิริยาอื่น ดังจะเห็นได้ว่า เงื่อนไขที่ช่วงเวลาการทำปฏิกิริยา 15, 60 และ 70 นาที ให้ค่า $R^2_{for Prediction}$ เท่ากับ 0.833, 0.893 และ 0.981 ตามลำดับ ซึ่งถือว่าสมการมีความแม่นยำสูง แต่ผลของการทดลองซ้ำจากสมการความสัมพันธ์ที่ได้ พบว่าสมการความสัมพันธ์ที่ 2 ให้ผลใกล้เคียงกับค่า Response จากการทำนายที่สุด จึงสรุปเลือกเงื่อนไขดังกล่าวเป็นเงื่อนไขที่ดีที่สุดในการผลิตเอซิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มดิบด้วยชุดปฏิกรณ์ท่อผสมสติดแบบหมุนวน ขนาดนำร่อง

ตารางที่ 8 แสดงผลการทดลองของการผลิตเอทีเอสเทอร์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ต่อผสมสลับแบบหมุนวนขนาดนํารองบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร

Test no.	Etha nol (vol. of	KOH (g/L	Ester 5min (wt.%	Ester 10min (wt.%	Ester 15min (wt.%	Ester 20min (wt.%	Ester 25min (wt.%	Ester 30min (wt.%	Ester 40min (wt.%	Ester 50min (wt.%	Ester 60min (wt.%	Ester 70min (wt.%	Ester 80min (wt.%	Ester 90min (wt.%	Ester 100min (wt.%	Ester 110min (wt.%	Ester 120min (wt.%
1	9	12	91.12	90.730	94.513	85.440	88.753	92.887	95.092	94.887	92.880	89.886	96.49	96.33	94.885	96.578	96.159
2	28	6	97.91	98.303	96.908	98.751	96.386	98.877	97.590	97.276	98.138	98.997	99.19	98.78	97.359	98.714	98.445
3	20	12	99.30	99.537	99.339	99.162	99.059	98.916	99.003	99.236	99.112	98.682	99.35	98.87	99.145	99.180	98.812
4	20	12	99.53	99.340	99.126	99.022	99.352	99.373	99.007	99.412	99.362	99.318	99.19	99.12	99.391	99.303	99.148
5	20	20	98.89	98.898	98.838	98.945	98.959	99.171	98.768	98.775	98.774	99.080	99.16	98.70	98.852	98.763	98.845
6	31	12	98.96	98.982	99.538	99.638	99.241	99.134	98.539	98.804	99.110	98.483	97.92	98.93	98.470	98.515	97.977
7	28	18	97.90	97.840	98.687	98.533	99.245	98.988	99.547	96.977	99.086	98.026	99.06	99.34	99.600	99.398	99.266
8	20	12	99.56	99.452	99.623	99.009	98.994	99.051	98.934	99.269	99.270	99.068	98.91	98.99	99.136	99.247	99.250
9	12	6	98.52	98.308	95.888	96.545	95.396	95.491	97.150	92.882	91.002	89.075	95.76	92.42	91.775	91.129	90.518
10	20	12	99.16	98.830	99.173	99.266	98.923	99.030	99.541	99.428	99.266	99.381	99.09	99.21	99.233	99.470	99.272
11	12	18	97.50	98.978	98.561	98.590	98.331	98.418	98.313	98.966	98.525	97.246	98.25	97.97	97.989	97.183	97.384
12	20	4	96.23	97.501	98.041	96.818	95.527	96.330	96.807	97.400	94.437	94.708	95.25	97.09	98.708	98.088	95.011

(ทุกการทดลองกำหนดปริมาณน้ำมันเริ่มต้นที่ 25 ลิตร และอุณหภูมิตลอดการทำปฏิกิริยา 75 °C)

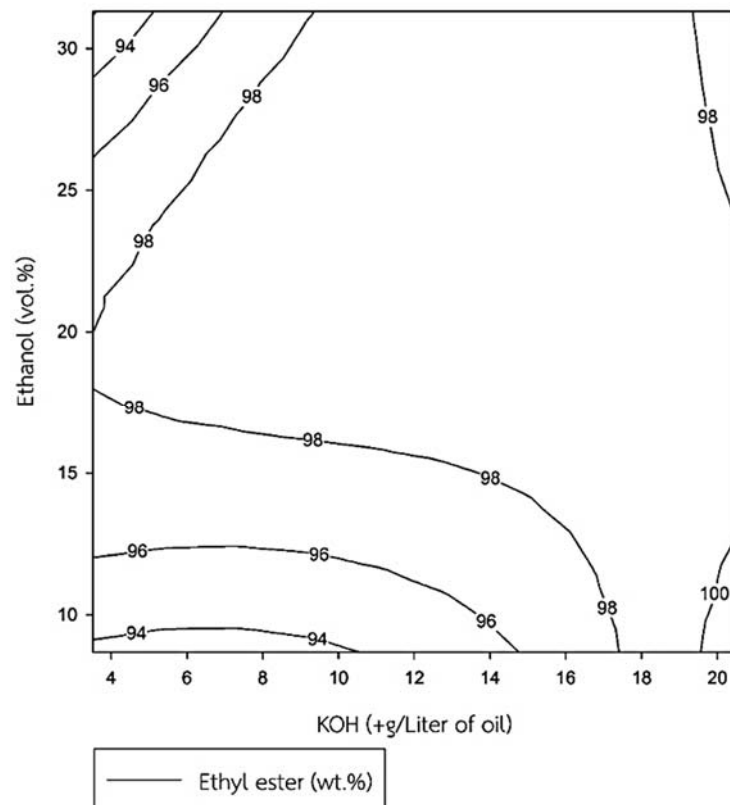
$$\text{Ester}_{15\text{min}} = \beta_0 + \beta_1 E + \beta_2 K + \beta_3 E^2 + \beta_4 K^2 + \beta_5 E^2 K + \beta_6 EK^2 \quad (1)$$

$$\text{Ester}_{50\text{min}} = \beta_0 + \beta_1 E + \beta_2 E^2 + \beta_3 K^2 + \beta_4 EK^2 + \beta_5 K^3 \quad (2)$$

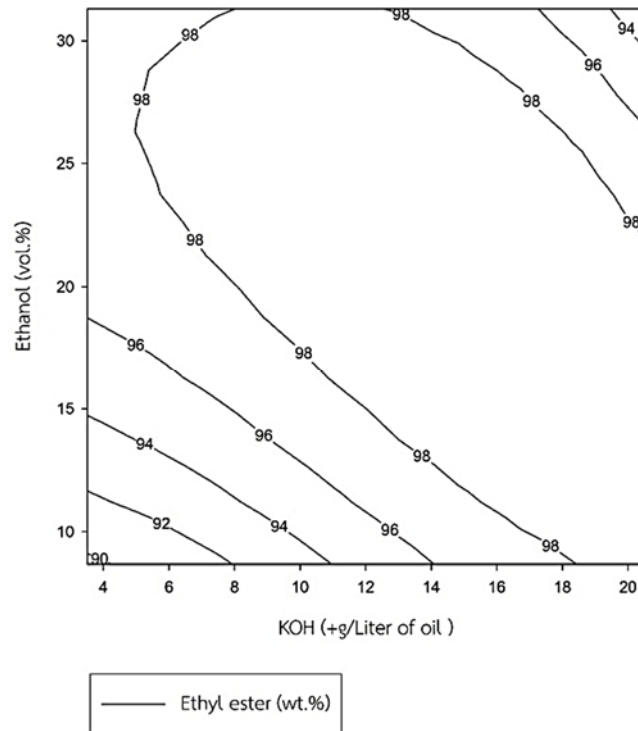
$$\text{Ester}_{60\text{min}} = \beta_0 + \beta_1 E + \beta_2 K + \beta_3 E^2 + \beta_4 EK + \beta_5 E^2 K + \beta_6 EK^2 \quad (3)$$

$$\text{Ester}_{70\text{min}} = \beta_0 + \beta_1 E + \beta_2 K + \beta_3 E^2 + \beta_4 EK + \beta_5 E^2 K \quad (4)$$

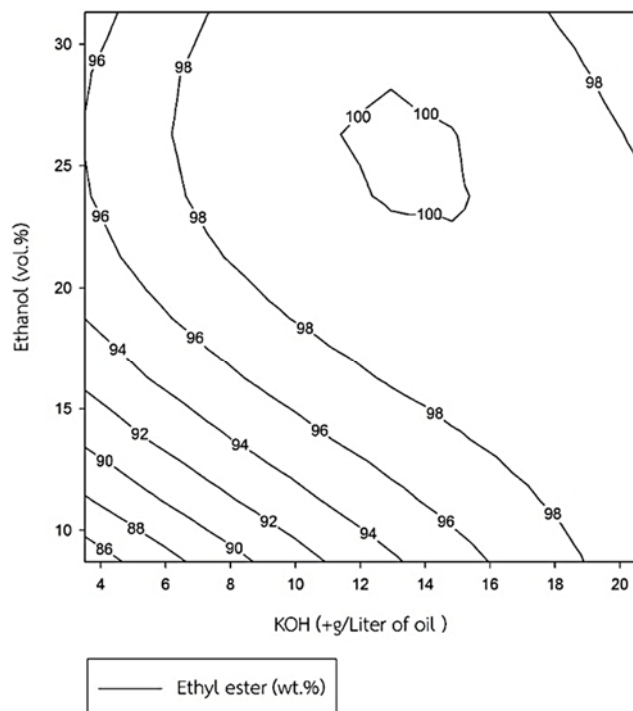
$$\text{Ester}_{120\text{min}} = \beta_0 + \beta_1 E + \beta_2 K + \beta_3 E^2 + \beta_4 EK + \beta_5 K^2 + \beta_6 EK^2 \quad (5)$$



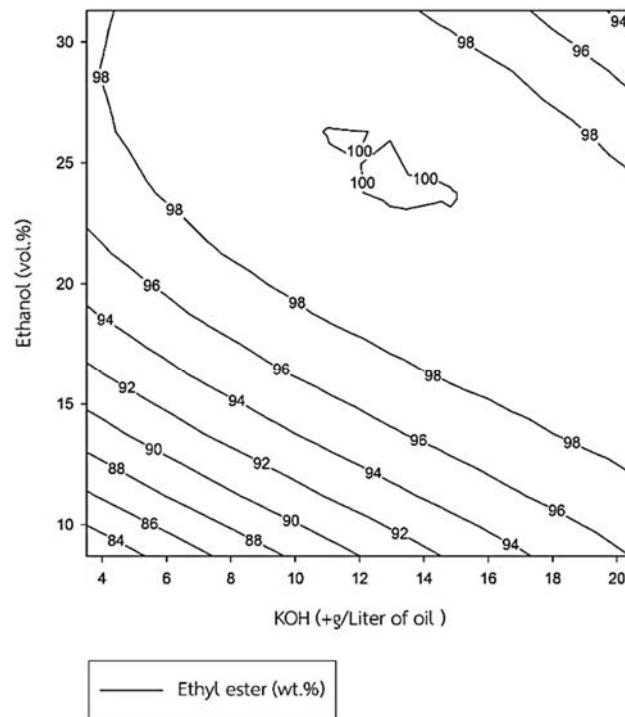
รูปที่ 10 แสดงเปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ของน้ำมันปาล์ม ที่ผ่านการผลิตเอธิลเอสเทอร์จากการทำปฏิกิริยาด้วยเอทานอลและโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ปริมาณต่างกันใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 15 นาที



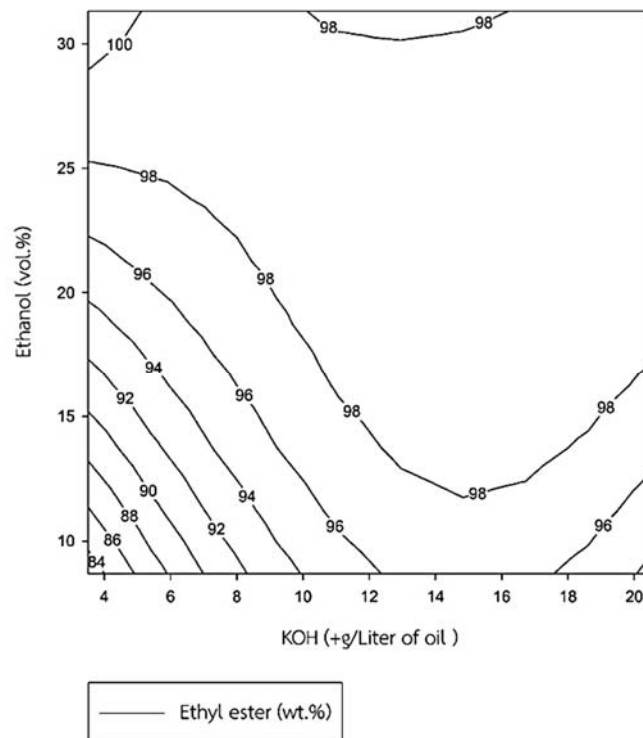
รูปที่ 11 แสดงเปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ของน้ำมันปาล์มที่ผ่านการผลิตเอซิลเอสเทอร์ จากการทำปฏิกิริยาด้วยเอทานอลและโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ปริมาณต่างกัน ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 50 นาที



รูปที่ 12 แสดงเปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ของน้ำมันปาล์มที่ผ่านการผลิตเอซิลเอสเทอร์ จากการทำปฏิกิริยาด้วยเอทานอลและโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ปริมาณต่างกัน ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 60 นาที



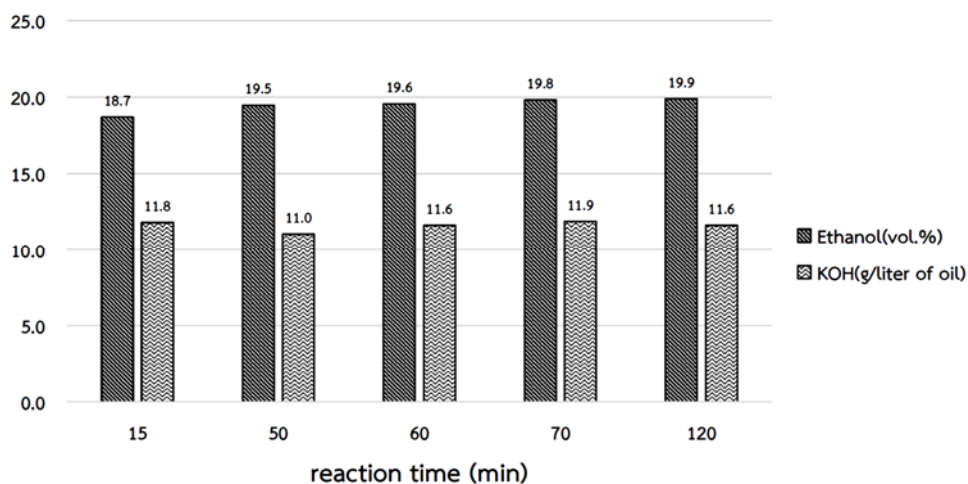
รูปที่ 13 แสดงเปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ของน้ำมันปาล์มที่ผ่านการผลิตเอซิลเอสเทอร์ จากการทำปฏิกิริยาด้วยเอทานอลและโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ปริมาณต่างกัน ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 70 นาที



รูปที่ 14 แสดงเปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ของน้ำมันปาล์มที่ผ่านการผลิตเอซิลเอสเทอร์ จากการทำปฏิกิริยาด้วยเอทานอลและโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ปริมาณต่างกัน ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 120 นาที

ตารางที่ 9 แสดงค่าสัมประสิทธิ์กับค่าทางสถิติของสมการ 1-5

Coefficient	Value					p-Value				
	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)
β_0	84.61	79.53	65.34	61.74	56.26	0.000000002	0.000000014	0.0000017	0.000000002	0.0000322
β_1	1.632	1.288	2.143	2.242	2.097	0.0000239	0.000299	0.000495	0.0000002	0.000252
β_2	-0.704	-0.02333	1.549	1.231	4.748	0.00614	0.00127	0.000658	0.000002	0.000855
β_3	-0.05069	0.07694	-0.04211	-0.03733	-0.01836	0.0000647	0.000510	0.00144	0.000001	0.00281
β_4	0.07921	-0.00143	-0.05504	-0.01331	-0.182	0.000768	0.00239	0.05330	0.04544	0.00252
β_5	0.00266	-0.00206	0.00152	-0.00143	-0.160	0.000387	0.00439	0.03570	0.000161	0.00207
β_6	-0.00465	-	-0.00167	-	0.00628	0.000303	-	0.000120	-	0.00534
R^2	0.987	0.943	0.996	0.996	0.980	-	-	-	-	-
R^2_{adjusted}	0.971	0.896	0.990	0.992	0.956	-	-	-	-	-
R^2_{for}	0.833	0.667	0.893	0.981	0.648	-	-	-	-	-



รูปที่ 15 แสดงการเปรียบเทียบปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่สามารถแปลงเอสเตอร์ได้ 99 wt.% ที่ระยะเวลาการทำปฏิกิริยาต่าง ๆ ของการศึกษาการผลิตเอธิลเอสเตอร์ด้วยชุดปฏิกรณ์ท่อผสมสเถิตแบบหมุนวน ขนาดนำร่องที่มีถังบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร

ตารางที่ 10 แสดงผลผลิตของการผลิตเอธิลเอสเตอร์ด้วยชุดปฏิกรณ์ท่อผสมแบบสเถิต

กระบวนการ	Yield (vol.%)
ขั้นตอนที่ 1 กระบวนการเอสเตอร์ฟิเคชัน สำหรับการลดกรดไขมันอิสระ	
Esterified oil	117
(ไม่ได้ล้าง, 117 vol.% เทียบน้ำมันปาล์มดิบ 100 vol.%)	
ขั้นตอนที่ 2 กระบวนการทรานส์เอสเตอร์ฟิเคชัน สำหรับการผลิตเอธิลเอสเตอร์	
Crude biodiesel	136.33
(ไม่ได้ล้าง, 116.5 vol.% เทียบ esterified oi 100 vol.%)	
กระบวนการล้างเอธิลเอสเตอร์	
Biodiesel	76.05
(ล้างแล้ว, 55.79 vol.% เทียบ crude biodiesel 100 vol.%)	

หมายเหตุ: ผลผลิตเทียบกับ 100 vol.% ของน้ำมันปาล์มดิบที่บรวม

สรุปผลการทดลอง

1. การศึกษาการผลิตเอซิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มดิบด้วยเครื่องปฏิกรณ์ท่อผสมแบบหมุนวน โดยใช้ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน

พบว่าสามารถผลิตเอซิลเอสเทอร์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ท่อผสมสถิตแบบหมุนวน ที่มีความบริสุทธิ์ 99.577 % โดยน้ำหนัก โดยการวิเคราะห์หึ่งค์ประกอบน้ำมันด้วยเทคนิค thin layer chromatography/flame ionization detection (TLC/FID) เมื่อทำปฏิกิริยากับเอทานอลเกรดการค้าความบริสุทธิ์ 99.9% ปริมาณ 20% โดยปริมาตร โฟแทสเซียมไฮดรอกไซด์ +16 g/Liter of oil ที่เวลาทำปฏิกิริยา 50 นาที โดยที่ควบคุมอุณหภูมิตลอดการทำปฏิกิริยาที่ 75 °C และผสมด้วยปั๊มหมุนวนอัตราการไหล 500 ลิตรต่อชั่วโมง เมื่อพิจารณาลักษณะทางกายภาพของน้ำมันที่ผ่านกระบวนการผลิตเอซิลเอสเทอร์ด้วยท่อผสมสถิตแบบหมุนวน น้ำมันที่ได้หลังจากทำปฏิกิริยาไม่มีการแยกชั้นระหว่างเอซิลเอสเทอร์และกลีเซอรอล โดยคาดว่ามีความสาเหตุเนื่องจากความรุนแรงของการกวนผสมทำให้กลีเซอรอลรวมอยู่ในชั้นของเอซิลเอสเทอร์ เป็นปฏิกิริยาระหว่างกรดไขมันกับสบูซึ่งเป็นสารอิมัลซิฟายเออร์ ส่งผลให้การแยกกลีเซอรอลด้วยแรงโน้มถ่วงโลกทำได้ยาก แต่ถึงแม้จะไม่มีการแยกชั้นระหว่างกลีเซอรอลและเอซิลเอสเทอร์ในการทำปฏิกิริยาด้วยชุดปฏิกรณ์ท่อผสมสถิตแบบหมุนวน ขนาดนาร่องบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร เอซิลเอสเทอร์ที่ได้ก็มีผลผลิตสูงถึง 76.05% ของน้ำมันปาล์มดิบ ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับการผลิตเอซิลเอสเทอร์ด้วยชุดปฏิกรณ์แบบใบกวนที่มีความบริสุทธิ์ 97.456% โดยน้ำหนัก โดยใช้เอทานอลเกรดการค้าความบริสุทธิ์ 99.9% ปริมาณ 20% โดยปริมาตร โฟแทสเซียมไฮดรอกไซด์ +12 g/Liter of oil ที่เวลาทำปฏิกิริยา 100 นาที โดยที่ควบคุมอุณหภูมิตลอดการทำปฏิกิริยาที่ 75 °C และผสมด้วยความเร็วรอบใบกวน 900 รอบต่อนาที ดังจะเห็นได้ว่าการผลิตเอซิลเอสเทอร์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ท่อผสมสถิตแบบหมุนวนใช้ปริมาณเอทานอล 20% โดยปริมาตร เท่ากัน ใช้โฟแทสเซียมไฮดรอกไซด์มากกว่า +4 g/Liter of oil และใช้ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาน้อยกว่าถึง 50 นาที

สรุปได้ว่าเอทานอลเกรดการค้าความบริสุทธิ์ 99.9% สามารถผลิตเอซิลเอสเทอร์ด้วยชุดปฏิกรณ์ท่อผสมสถิตแบบหมุนวน ขนาดนาร่องบรรจุน้ำมันเริ่มต้น 100 ลิตร ที่มีความบริสุทธิ์ผ่านมาตรฐาน 95.6 % โดยน้ำหนัก แม้จะไม่เกิดการแยกชั้นของกลีเซอรอลและเอซิลเอสเทอร์

2. คุณภาพไบโอดีเซลที่ได้จากกระบวนการผลิตเอซิลเอสเตอร์จากน้ำมันปาล์มดิบชนิดกรดไขมันอิสระสูงแบบสองขั้นตอนด้วยท่อผสมสติดแบบหมุนวน

ตารางที่ 11 คุณสมบัติและองค์ประกอบของไบโอดีเซล

ข้อกำหนดคุณสมบัติและองค์ประกอบ	มาตรฐานไบโอดีเซลชุมชน		มาตรฐานไบโอดีเซลเชิงพาณิชย์		ผลการศึกษา		
	อัตราสูง ต่ำ	มาตรฐาน	อัตราสูง ต่ำ	มาตรฐาน	หมายเหตุ	หมายเหตุ	
ความหนาแน่น ณ อุณหภูมิ 15°C (kg/m ³)	860-900	ASTM D 1298	860-900	ASTM D 1298	888.66	-	
ความหนืด ณ อุณหภูมิ 40 °C (cSt)	1.9-8.0	ASTM D 445	3.5-5.0	ASTM D 445	4.89	-	
จุดวาบไฟ (°C)	≥120	ASTM D 93	≥120	ASTM D 93	166	-	
กำมะถัน (%wt.)	≤0.0015	ASTM D 2622	≤0.0010	ASTM D 2622	0.0014	-	
จำนวนซีเทน	≥47	ASTM D 613	-	-	-	-	
เถ้าซัลเฟต (%wt.)	≤0.02	ASTM D 874	≤0.02	ASTM D 874	≤0.005	-	
น้ำและตะกอน (%vol.)	≤0.2	ASTM D 2709	≤0.050	EN ISO 12937	≤0.050	-	
การกัดกร่อนแผ่นทองแดง	≤No.3	ASTM D 130	≤ No.1	ASTM D 130	No.1a	-	
ค่าความเป็นกรด (mg KOH/g)	≤0.80	ASTM D 664	≤0.50	ASTM D 664	0.3680	-	
กลีเซอรินอิสระ (%wt.)	≤0.02	ASTM D 6584	≤0.02	EN 14105	0.0032	-	
กลีเซอรินทั้งหมด (%wt.)	≤1.5	ASTM D 6584	≤0.25	EN 14105	0.16	-	
สี	ม่วง ^{2/}	ตรวจพินิจด้วย สายตา	-	-	น้ำตาล ส้ม	-	
เอสเทอร์ (%wt.)	-	-	≥96.5	EN 14103	97.21 99.577	GC 6890 TLC/FID	
กากถ่าน (%wt.)	-	-	≤0.30	ASTM D 4530	-	-	
สิ่งปนเปื้อนทั้งหมด (%wt.)	-	-	≤0.0024	EN 12662	-	-	
Oxidation Stability at 110 °C (hr)	-	-	≥10	EN 14112	-	-	
ค่าไอโอดีน (g Iodine / 100 g)	-	-	≤120	EN 14111	47.0	-	
กรดลิโนเลนิก	-	-	≤12.0	EN 14103	ไม่พบ	-	
แอลกอฮอล์ (%wt.)	-	-	≤0.20	EN 14110	≤0.01	-	
โมนอกลิเซอไรด์ (%wt.)	-	-	≤0.80	EN 14105	0.46	-	
ไดกลีเซอไรด์ (%wt.)	-	-	≤0.20	EN 14105	0.22	-	
ไตรกลีเซอไรด์ (%wt.)	-	-	≤0.20	EN 14105	0.09	-	
Group I metals (Na+K) (mg/kg)	-	-	≤5.0	EN 14108, EN 14109	-	-	
Phosphorus (%wt.)	-	-	≤0.0010	ASTM D 4951	-	-	
สารเติมแต่ง (ถ้ามี)	ให้เป็นไปตามที่ได้รับความเห็นชอบจากอธิบดีกรมธุรกิจพลังงาน						

หมายเหตุ: มาตรฐานการวิเคราะห์บางรายการอาจใช้มาตรฐานต่างชนิดกันกับมาตรฐานที่กำหนด

น้ำมันไบโอดีเซลที่ได้จากกระบวนการศึกษานี้ เมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบต่าง ๆ ของน้ำมันด้วยเทคนิค TLC/FID พบว่าให้ค่าความบริสุทธิ์เอสเทอร์สูงถึง 99.577 % โดยน้ำหนัก และได้วิเคราะห์คุณสมบัติและองค์ประกอบอื่น ๆ ของไบโอดีเซล ซึ่งมีคุณภาพสูงกว่าคุณสมบัติสำคัญของมาตรฐานไบโอดีเซลชุมชน และใกล้เคียงหรือเทียบเท่าคุณสมบัติสำคัญของมาตรฐานไบโอดีเซลเชิงพาณิชย์ ดังแสดงในตารางที่ 11 โดยกระบวนการผลิตไบโอดีเซลด้วยเครื่องปฏิกรณ์ท่อผสมสติดแบบหมุนวนในการศึกษานี้สามารถผลิตไบโอดีเซลได้ครั้งละ 65 ลิตร

จากตารางคุณสมบัติและองค์ประกอบของไบโอดีเซลที่ผลิตได้เปรียบเทียบกับคุณสมบัติสำคัญของมาตรฐานไบโอดีเซลชุมชน และมาตรฐานไบโอดีเซลเชิงพาณิชย์ พบว่าไบโอดีเซลที่ได้จากผลการศึกษามีคุณสมบัติและองค์ประกอบสำคัญผ่านและสูงกว่ามาตรฐานไบโอดีเซลชุมชน และเมื่อเทียบกับมาตรฐานไบโอดีเซลเชิงพาณิชย์ พบว่ามีคุณสมบัติและองค์ประกอบสำคัญผ่านมาตรฐานไบโอดีเซลเชิงพาณิชย์

3. ความคุ้มค่าทางเศรษฐศาสตร์ในการผลิตเอธิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มดิบชนิดกรดไขมันอิสระสูงแบบสองขั้นตอนด้วยท่อผสมสติดแบบหมุนวน

ต้นทุนการผลิตไบโอดีเซลแบ่งพิจารณาเป็นสองส่วน คือ จากค่าวัตถุดิบในการผลิต และค่าไฟฟ้าที่ใช้ในกระบวนการ คำนวณได้ค่าไบโอดีเซลต่อลิตรเท่ากับ 74.71 บาท เป็นค่าไฟฟ้า 0.27% และค่าวัตถุดิบสารเคมี 99.73% โดยแบ่งเป็นค่าน้ำมันปาล์มดิบ 54.08% ค่าเอทานอล 35.32% ค่ากรดซัลฟิวริก 7.22% และค่าโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์อีก 3.38% ซึ่งต้นทุนการผลิตส่วนใหญ่ตกอยู่ที่ค่าวัตถุดิบสารเคมี ซึ่งน้ำมันปาล์มดิบมีต้นทุนสูงสุดในกระบวนการ

อย่างไรก็ตามต้นทุนการผลิตไบโอดีเซลในการศึกษานี้ยังคงมีมูลค่าสูงกว่าไบโอดีเซลที่ผลิตโดยการใช้เมทานอล และน้ำมันดีเซลจากปิโตรเลียม

เอกสารอ้างอิง

- [1] Shah S, Sharma S, Gupta MN. “Biodiesel preparation by lipase-catalyzed transesterification of Jatropha oil,” *Energy Fuels*, 2004, Vol. 18, p. 154-9.
- [2] Ramadhas AS, Wuraleedharan C, JayaraJ S. “Performance and emission evaluation of a diesel engine fueled with methyl esters of rubber seed oil,” *Renew Energy*, 2005, Vol. 30, p. 1789-800.
- [3] Luque R, Herrero-Davila L, Campelo JM, Clark JH, Hidalgo JM, Luna D, et al. “Biofuels: a technological perspective,” *Energy Environ Sci*, 2008 Vol. 1(5), p. 542-54.
- [4] Luque R, Lovett JC, Datta B, Clancy J, Campelo JM, Romero AA. “Biodiesel as feasible petrol fuel replacement,” a multidisciplinary overview. *Energy Environ Sci*, 2010, Vol. 11, p. 1706-21.
- [5] Zhang, L., Xian, M., He, Y., Li, L., Yang, J., Yu, S., Xu, X. “A Bronsted acidic ionic liquid as an efficient and environmentally benign catalyst for biodiesel synthesis from free fatty acids and alcohols,” *Bioresour. Technol*, 2009, Vol. 100, p. 4368-4373.
- [6] Semwal, S., Arora, A.K., Badoni, R.P., Tuli, D.K. “Biodiesel production using heterogeneous catalyst,” *Bioresour. Technol*, 2010, Vol. 102, p. 2151-2161.
- [7] Encinar JM, Gonzalezb JF, Rodriguez JJ, Tejedor A. “Biodiesel fiels from vegetable oils,” transesterification of *Cynara cardunculus* L. oils with ethanol. *Energy Fuels*, 2002 Vol. 16, p. 443-50.
- [8] ธนาคารแห่งประเทศไทย. 2558. รายงานสถานการณ์ราคาเอทานอลของไทย มกราคม 2558 . สืบค้นจาก :https://www.bot.or.th/Thai/MonetaryPolicy/NorthEastern/Doclib_CommodityMonthly/EthanolMonthly--01-58.pdf (เข้าถึงเมื่อ 14 กันยายน 2558).
- [9] Wright, H.J., Segur, J.B., Clark, H.V., Coburn, S.K., Langdon, E.E. and DuPuis, R.N. 1944. A report on reter interchange. *Oil and Soap*. 21, pp. 145-148.
- [10] Cvenegros, J. and Povazanec, F. 1995. Production and Treatment of Rapeseed Oil Methyl Esters as Alternative fuels for diesel Engines. *Biosource Technology*. 55. pp. 145-152.

- [11] Saka, S. and Kusdiana, D. 2001. Biodiesel Fuel from Rapeseed Oil as Prepared in Supercritical Methanol. *Fuel*. 80. pp. 225-231.
- [12] Stamenković, O.S., Velic'ković, A.V. and Veljković, V.B. (2011) The production of biodiesel from vegetable oils by ethanolsis: Current state and perspectives. *Fuel*. 90. pp. 3141– 3155.
- [13] Thompson, J.C. and He, B.B. (2007). Biodiesel production using static mixers, *Trans. ASABE*, vol.50(1), pp. 161-165.
- [14] Alamsyah, R., Tambunan, A.H., Purwanto, Y.A. and Kusdiana, D. (2010). Comparison of static- mixer and blade agitator reactor in biodiesel production, *Agricultural Engineering International: CIGR Journal*, vol.12(1), March 2010, pp.99-106.
- [15] Crabbe, E., Nalasco-Hipolito, C., Kobayashi, G., Sonomoto, K. and Ishizaki, A. 2001. Biodiesel production from crude palm oil and evaluation of butanol extraction and fuel properties. *Process Biochemistry*. 37. 1. pp. 65-71.
- [16] Ghadge, S.V. and Raheman, H. 2006. Process optimization for biodiesel production from mahua (*Madhuca indica*) oil using response surface methodology. *Bioresource Technology*. 97. pp. 379-384.
- [17] Tiwari, A.K, Kumar, Akhilesh. and Raheman, H. 2007. Biodiesel production from jatropha oil (*Jatropha curcas*) with high free fatty acids: An optimized process. *Biomass and Bioenergy*. 31, pp. 569-575.
- [18] Leng, D.E., Katti, S.S. and Atiemo-Obeng, V. 2008. Industrial Mixing Technology, pp. 615 –707. In J.J. Albright, L.F. (ed). *Albright's chemical engineering handbook*. CRC Press / Taylor and Francis Group. New York.
- [19] กรมธุรกิจพลังงาน “กำหนดลักษณะและคุณภาพของไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน พ.ศ. 2556,” ราชกิจจานุเบกษา, 2556 เล่มที่ 130, หน้า 15-17

ข้อคิดเห็นและข้อเสนอแนะสำหรับการวิจัยต่อไป

การศึกษาการผลิตเอซิลเอสเตอร์จากน้ำมันปาล์มด้วยเครื่องปฏิกรณ์ท่อผสมสติดแบบหมุนวน เงื่อนไขตัวแปรในการทำปฏิกิริยาเป็นปัจจัยสำคัญ ซึ่งน้ำมันต่างชนิด หรือชนิดเดียวกัน แต่ต่างที่มากก็ใช้เงื่อนไขการทดลองที่ต่างกัน โดยค่ากรดไขมันเริ่มต้นและชนิดของกรดไขมันและองค์ประกอบในน้ำมันเป็นปัจจัยสำคัญต่อตัวแปรการทำปฏิกิริยา ซึ่งประกอบด้วย ชนิดตัวทำละลาย ปริมาณตัวทำละลาย ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิการทำปฏิกิริยา ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา และความรุนแรงในการทำปฏิกิริยา โดยอีกปัจจัยหนึ่งที่สำคัญสำหรับการศึกษาวิจัยพลังงานทดแทนคือ เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

บทความวิจัยที่นำเสนอที่ประชุมวิชาการ (Proceeding)

Acid value reduction process in mixed crude palm oil by using low-grade ethanol

Naruemon Intarat^{1, a}, Krit Somnuk¹, Thanansak Theppaya¹ and Gumpon Prateepchaikul¹

¹Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, Prince of Songkla University, Hat Yai, Songkhla, Thailand, 90112

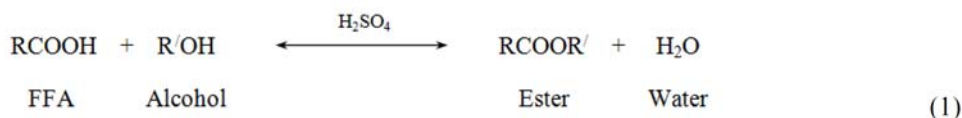
^akniisnd@gmail.com : Corresponding Author

Keywords: ethanol; esterification; six-blade disk turbine; free fatty acid; mixed crude palm oil.

Abstract. In Thailand, the ethanol production was produced from factory fermentation of many food crops such as sugar cane, molasses, and cassava. Thus, this alcohol is not required to be imported from abroad. Moreover, the advantages of ethanol over methanol are less toxic, and the fatty acid ethyl ester (FAEE) has higher heat content, cetane number and lower cloud point, pour point than the fatty acid methyl esters (FAME). In this study, the 95% commercial ethanol (as a low-grade ethanol) was used to reduce the acid value in the mixed crude palm oil (MCPO). The Response surface methodology (RSM), a 5-level 2-factor central composite design (CCD), was employed to optimize the ethanol, and sulfuric acid. The results showed that the 95% ethanol can reduce the acid value from 34.5 mgKOH/g to less than 2 mgKOH/g. Therefore, the esterified oil can be used to produce biodiesel by base-catalyzed transesterification when the optimal condition: 81.3 vol.% ethanol, 10 vol.% sulfuric acid, and 75°C reaction temperature are used. Moreover, the acid value in MCPO was sharply reduced to less than 7.477 mgKOH/g at 5 min, and to less than 1.621 mgKOH/g after 30 min of reaction time when the model of optimal condition was verified.

Introduction

In Thailand, Crude palm oil (CPO) and mixed crude palm oil (MCPO) were used as a raw material to produce biodiesel. However, the free fatty acid (FFA) content in both CPO and MCPO are a major problem to produce biodiesel. Because the FFA in oils will be reacted with the base to produce soap (saponification process) when the base-catalyzed transesterification is employed [1,2]. Consequently, the FFA should not exceed 1 wt.% or an acid value (AV) less than 2 mgKOH/g when use as the raw material. The FFA can be converted to esters by direct esterification with H₂SO₄ as acid-catalyst. This reaction is shown in Eq. (1). [3]



where R and R' denote any hydrocarbon chains. Mostly, the biodiesel production from high FFA in oils can be produced by a two-stage process. First process is the acid-catalyzed esterification for reducing FFA, followed by a process of base-catalyzed to produce the high yield biodiesel [4,5]. Furthermore, methanol usually uses in both esterification and transesterification reactions. For instance, Somnuk et al. [5] studied the two-stage continuous process of methyl ester from high free fatty acid (FFA) mixed crude palm oil (MCPO) was performed by using static mixer coupled with high-intensity of ultrasound. The results showed that the esterification was employed with the 18 vol.% of methanol, 2.7 vol.% of sulfuric acid, and 20 L.hr⁻¹ of MCPO flow rate at 60°C, for reducing the acid value from 28 mgKOH.g⁻¹ to less than 2 mgKOH.g⁻¹. The 96.52 wt.% ester was

achieved when the transesterification was carried out under the 18 vol.% of methanol, 8 gKOH.L⁻¹ of oil, 30°C of temperature, and 20 L.hr⁻¹ of esterified oil flow rate. Charoenchaitrakool and Thienmethangkoon [6] studied the optimum conditions in biodiesel production from waste frying oil using two-step process. The optimal conditions were determined with the aid of the Box-Behnken design of experiment. In the first step, the conditions were methanol to oil molar ratio of 6:1:1, 0.68 wt.% of H₂SO₄, and 60 min of reaction time at 51°C. For the second step, the 90.56 wt.% methyl ester was achieved with the 1 wt.% KOH, methanol to oil molar ratio of 9.1:1, and reaction time of 60 min at 55°C in the second step. However, the methanol is the poisonous chemical reactant in the biodiesel synthetic processes and this toxic alcohol was extensively used to research and to produce the commercial biodiesel production. Because methanol has several advantage over ethanol to use in the biodiesel process such as higher conversion, faster reaction, and lower cost [7]. However, the non-toxic alcohol is the ethanol (EtOH) which was produced by factory fermentation of food crops. It will be used as alternative alcohol for replacement the methanol. The advantages of ethanol over methanol are less toxic than methanol and can be derived from renewable resources. The advantages of fatty acid ethyl ester (FAEE) on fatty acid methyl esters (FAME) are : higher heat content, higher cetane number, lower cloud point and lower pour point. This is due to the extra carbon contained in ethanol [7].

Currently, few researchers have studied the direct esterification process to produce biodiesel by using ethanol instead of methanol. Farag et al. [8] studied the factors affecting esterification of high percentage of FFA in mixed oil. The conditions used in the study were : 6:1 alcohol to oil molar ratio, 2.5 wt.% H₂SO₄, 300 rpm, 0-180 min reaction time at 60°C. Results showed that using higher molar mass of alcohol results in decreasing of FFA conversion. Therefore, the methanol was used as the best type of alcohol in esterification, however, blending of methanol and ethanol can improve the FFA conversion as well. Pisarello et al. [9] studied the biodiesel production from the refined sunflower oil, coconut oil and concentrated FFA by direct acid-catalyst esterification. All experiment was carried out while stirring with a magnetic stirrer. In preliminary experiment, the 0.2 vol.% H₂SO₄ was carried out to reduce the acidity of oils at 60°C and 70°C reaction temperature when the anhydrous ethanol and methanol, and 96% ethanol were used. They found that the reaction conditions were 18% initial acidity in oil, 15 molar ratio alcohol to FFA, 0.2 vol.% H₂SO₄ at 60°C or 70°C. Clearly, methanol reacts faster than anhydrous ethanol for the esterification reaction at 60°C. When reaction temperature was increased to 70°C, the anhydrous ethanol reacts more rapidly than 96% ethanol. Moreover, the 96% low-grade ethanol cannot reduce the acidity in oil to less than 5 g OA/100g S.

Consequently, the above reviews induce the objective of this work to determine the feasibility of using low-grade ethanol of acid value reduction process in mixed crude palm oil (MCPO). The RSM, a 5-level 2-factor central composite design (CCD), is employed to optimize two parameters (95% ethanol, and sulfuric acid). The main goal is to determine the response surface model and optimal condition of the relationship between the acid value of the esterified oil and two factors.

Materials and methods

Materials. Mixed crude palm oil (MCPO) having acid value of 34.5 mgKOH/g, was used as raw material in the acid-catalyzed esterification process to reduce the acid value in oils. All chemicals used in this experiments, the 99% sulfuric acid (H₂SO₄) and the 95% ethanol (EtOH), are of commercial grade. Analytical grade potassium hydroxides (KOH), isopropyl alcohol (IPA) and phenolphthalein (pH indicator) are used to determine the acid value in the esterified oil. The thin layer chromatograph with flame ionization detection (TLC/FID) (IATROSCAN MK-65; Mishubishi Kagaku Latron Inc.; Tokyo, Japan) was used to analyze the conversions of fatty acid ethyl esters (FAEE), triglyceride (TG), diglyceride (DG), monoglyceride (MG), and free fatty acid (FFA) in oils. The physical properties and compositions of MCPO and esterified oil were shown in Table 1.

Table 1. Physical properties and compositions of MCPO and esterified oil.

Property	MCPO	Esterified oil (at 30 min)
Mean molecular weight (g/mol)	772.1 [4]	-
Density at 75°C (kg/L)	0.873	0.865
Free fatty acid (wt.%)	15.233	0.358
Tri-glyceride (wt.%)	82.116	78.197
Di-glyceride (wt.%)	2.348	9.189
Mono-glyceride (wt.%)	0.244	0.717
Ester (wt.%)	0.059	11.539
Acid value (mgKOH/g)	34.5	1.621

Methods. Fig. 1 is the schematic diagram of acid value reduction process using the stirred tank reactor and 6-blade disk turbine (rushton turbine) to mix the oil and chemical reactants. The physical dimensions of stirred tank reactor were 140 mm stirred tank diameter (Dt), 130 mm height of liquid (H), and 11.7 mm width of baffle (J). The dimensions of 6-blade disk turbine were 70 mm stirred blade diameter (Da), 47 mm stirred disk diameter (Dd), 14 mm width of the stirred blade (W), 17 mm length stirred blade (L), and 45 mm height of the blade from the bottom of tank (C).

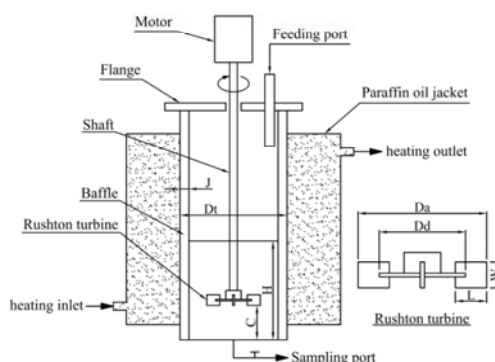


Fig. 1, Schematic diagram of the experiment setup.

Procedures

The MCPO was heated to 75°C to decrease the viscosity of oils. Heating of the oils and chemical reactants in reactor was achieved by circulating hot paraffin oil through the jacket around the reactor for controlling the 75°C of reaction temperature. However, the temperature level must not exceed 78.37°C boiling point of ethanol. Subsequently, the 1000 mL of heated MCPO was slowly poured into the reactor at the feeding port. At the same time, the motor was immediately turned on and the 900 rpm of speed was fixed. Next, the required ethanol was fed into the reactor base on the experimental design matrix. After 5 min of mixing of MCPO with ethanol, the sulfuric acids were very slowly poured into the reactor and suddenly started the timer. Subsequently, the experimental samples were collected at the reaction time of 5, 10, 15, 20, 30 and 40 min. Each sample was quickly cooled with 0°C water to stop reaction, and was washed eliminated the residual ethanol, sulfuric acid, and water by water washing. Acid value can be calculated using Eq. (2) [10], and compositions of the MCPO and the esterified oil were analyzed using the thin layer chromatography/flame ionization detection technique (TLC/FID).

$$\text{Acid value} = \frac{(\text{mL of titrant}) \times (N \text{ of titrant}) \times 56.1}{\text{weight of sample in grams}} \quad (2)$$

Results and Discussions

Experimental results. Five-coded levels of independent variables (ethanol and sulfuric acid) were as -1.414, -1, 0, +1, and +1.414 for varying independent variables, as shown in Table 2. In the experiment design, the twelve tests were employed in analyzing the conditions to reduce the acid value in MCPO. Table 3 shows the matrix of experimental design, and the results of tests.

Table 2, Coding of independent variables

Independent variable	Coded level				
	-1.414	-1	0	+1	+1.414
<i>E</i> : Ethanol (vol.%)	24.6	35	60	85	95.3
<i>S</i> : Sulfuric acid (vol.%)	7.2	8	10	12	12.8

Table 3, Experimental design matrix and results at the 30 min of reaction time

Run	Ethanol, <i>E</i> (vol.%)	Sulfuric acid, <i>S</i> (vol.%)	Acid value, <i>AV</i> (mgKOH/g)
1	95.3	10.0	4.575
2	85.0	8.0	4.325
3	60.0	7.2	6.350
4	35.0	12.0	8.900
5	24.6	10.0	16.000
6	60.0	12.8	4.350
7	60.0	10.0	8.150
8	60.0	10.0	8.000
9	85.0	12.0	3.675
10	60.0	10.0	8.150
11	35.0	8.0	7.725
12	60.0	10.0	8.400

(900 rpm of stirrer, 75°C of reaction temperature, were fixed in all experiments)

Response surface models of results. Response surface model (RSM) was analyzed from data in Table 4 using a multiple regression model to fit a second-order polynomial equation. It was found that the relationship between the acid value and two independent variables was obtained in the form of a squared and interaction model. The models of the two responses are expressed in Eq. (3) to reduce the acid value in MCPO.

$$AV = \beta_0 + \beta_1 E + \beta_2 S + \beta_3 ES + \beta_4 S^2 + \beta_5 SE^2 + \beta_6 ES^2 \quad (3)$$

where *AV* is acid value, *E* is ethanol, *S* is sulfuric acid, and β is coefficient value.

Table 4, Coefficient values of response surface model.

Coefficient	β_0	β_1	β_2	β_3	β_4	β_5	β_6
Value	-43.06	0.825	10.40	-0.198	-0.463	0.000195	0.00841
<i>p</i> -value	0.01214	0.00620	0.00594	0.00299	0.00947	0.0000725	0.00594

($R^2 = 0.990$, $R^2_{\text{adjusted}} = 0.978$, and $R^2_{\text{prediction}} = 0.746$)

Response surface plot. Fig. 2 shows the relationship between the sulfuric acid and ethanol on the acid value of the esterified oil at the reaction time of 30 min. To investigate the optimum conditions, the excel solver in *Microsoft Excel add-in tool* was used to solve these conditions (Eq.

3) at the reaction times of 30 min. From results of solving, the optimal condition was the 81.3 vol.% ethanol, 10 vol.% sulfuric acid, and 75°C reaction temperature. To verify the predicted model, the acid value was to determine at 0, 5, 10, 15, 20, 30, and 40 min of reaction time with the optimal condition: 81.3 vol.% ethanol, 10 vol.% sulfuric acid, and 75°C reaction temperature. The results showed that acid value was sharply reduced from 34.5 mgKOH/g to less than 7.477 mgKOH/g at 5 min, and to less than 1.621 mgKOH/g after 30 min of reaction time as shown in Fig. 3.

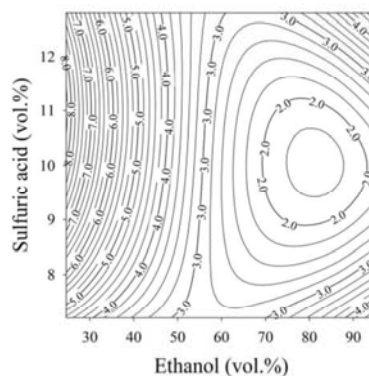


Fig. 2 Contour plot of sulfuric acid and ethanol on the acid value of the esterified oil at the reaction time of 30 min.

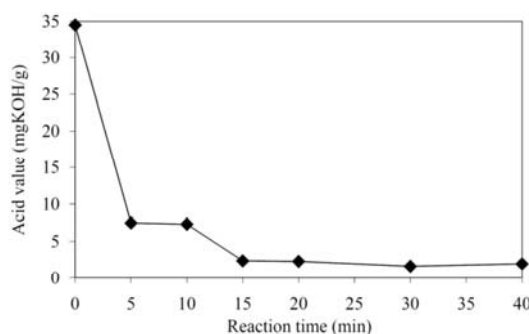


Fig. 3 Acid value in esterified oil with the optimal condition: 81.3 vol.% ethanol, 10 vol.% sulfuric acid, and 75°C reaction temperature.

Conclusions

The results showed that the 95% low-grade of ethanol can be used to reduce the acid value of 34.5 mgKOH/g MCPO to less than 2 mgKOH/g when the optimal condition: 81.3 vol.% ethanol, 10 vol.% sulfuric acid, and 75°C reaction temperature was used. In Thailand, the ethanol production was produced from many food crops such as sugar cane, molasses, and cassava. Therefore, it is renewable and can be produced within the country. Moreover, the advantages of ethanol over methanol is less toxic, and the fatty acid ethyl ester (FAEE) has higher heat content, cetane number and lower cloud point, pour point than the fatty acid methyl esters (FAME).

Acknowledgements

This work was supported by Prince of Songkla University for providing research funds.

References

- [1] Veljkovic' VB, Avramovic' JM and Stamenkovic' OS: *Renew Sustain Energy Rev.*, Vol. 16, (2012), p.1193–209.
- [2] Somnuk, K., Niseng, S. and Prateepchaikul, G. : *Energy Conversion and Management.*, Vol. 80, (2014), p. 374-381.
- [3] Atadashi, Aroua, Aziz and Sulaiman: *Renewable and Sustainable Energy Reviews.*,Vol. 16, (2012), p. 3275– 3285.
- [4] Somnuk, K., Smithmaitrie, P. and Prateepchaikul, G. : *Energy Conversion and Management.*, Vol. 68,(2013), p. 193-199.
- [5] Somnuk, K., Smithmaitrie, P. and Prateepchaikul, G. : *Energy Conversion and Management.*, Vol. 75, (2013), p. 302-310.
- [6] Charoenchaitrakool M and Thienmethangkoon J. : *Fuel Process Technol.*, Vol. 92, (2011), p. 112–8.
- [7] Li, Xu, Du, Li and Liu : *Renewable and Sustainable Energy Reviews.*, Vol. 25, (2013), p. 742–748.
- [8] Farag, El-Maghraby and Taha: *Fuel Processing Technology.*, Vol. 92, (2011), p. 507–510.
- [9] Pisarello, Costa, Mendow, and Querini: *Fuel Processing Technology.*, Vol. 91, (2010), p. 1005–1014.
- [10] AOCS: *Official test method Cd 3a-63 for acid value*, American Oil Chemists Society Champaign, III, (1998).



การผลิตไบโอดีเซลด้วยปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันจากน้ำมันปาล์มดิบที่บวมชนิดกรดไขมันอิสระสูง ด้วยเอทานอล

Biodiesel Production by Esterification from High Free Fatty Acid Mixed Crude Palm Oil
with Ethanol

นฤมล อินทร์ณี¹, กฤช สมณี², ฐานันดรศักดิ์ เทพญา³ และกำพล ประทีปชัยกูร⁴

ภาควิชาวิศวกรรมเครื่องกล คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

¹Email : kniisnd@gmail.com, ²Email : krits@psu.ac.th, ³Email : than@me.psu.ac.th, ⁴mail : gumpon.p@psu.ac.th

บทคัดย่อ

การศึกษาการผลิตเอทิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มดิบที่บวมชนิดกรดไขมันอิสระสูง โดยการทำให้ปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันกับเอทานอลเกรดการค้า โดยใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในท่อผสมแบบสถิตหมุนวนขนาด 100 ลิตร น้ำมันปาล์มดิบ 100 ลิตร ทำปฏิกิริยากับเอทานอล 66 ลิตร และเร่งปฏิกิริยาด้วยกรดซัลฟิวริก 7 ลิตร โดยทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส ในท่อผสมแบบสถิตหมุนวน ด้วยอัตราการไหล 500 ลิตรต่อชั่วโมง ได้เอทิลเอสเทอร์ความบริสุทธิ์สูงสุดร้อยละ 93.46 โดยน้ำหนัก ถูกสังเคราะห์ขึ้นมาเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยา 12 ชั่วโมง

คำสำคัญ: เอทิลเอสเทอร์ เอสเทอร์ริฟิเคชัน เอทานอล ระบบหมุนวนขนาดนำร่อง

Abstract

In this study, the high free fatty acid mixed crude palm oil (MCPO) was used as the raw material for 100 liters pilot-scale of ethyl ester production by using circulation through static mixer. Two reactants: anhydrous ethanol and sulfuric acid were used to produce biodiesel from MCPO by esterification reaction. The condition: 100 liter of MCPO, 66 vol.% of anhydrous ethanol, 7 vol.% of sulfuric acid, 75°C reaction temperature, were investigated to study the ethyl ester conversion. The mixtures (MCPO, ethanol, and sulfuric acid) were circulated by the chemical circulating pump. In the pilot-scale of circulation process, the 500 L/hr flow rate of mixtures were circulated through the 2-bundle tube of static mixer reactors, which consist of 7-tube bundle, 1 m. in length each. The maximum purity of ethyl ester was 93.46% by weight at 12 hour of reaction time.

Keywords: ethyl ester, esterification, ethanol, circulation, pilot-scale

1. บทนำ

ในทศวรรษที่ผ่านมาได้มีความพยายามที่จะพัฒนาเชื้อเพลิงสะอาดในหลายประเทศ ซึ่งไบโอดีเซลได้รับความสนใจเป็นพลังงานทางเลือกและพลังงานทดแทนเนื่องจากปริมาณการสำรองปิโตรเลียมที่ลดลง การเพิ่มขึ้นของราคาน้ำมันและปัญหาสิ่งแวดล้อม ทำให้การพัฒนาแหล่งพลังงานทางเลือกเพื่อทดแทนเชื้อเพลิงฟอสซิลได้รับความสนใจมากขึ้นเนื่องจาก

ปริมาณทรัพยากรที่จำกัดของพลังงานเชื้อเพลิงฟอสซิลและความกังวลด้านสิ่งแวดล้อม มลพิษทางอากาศเป็นปัญหาสิ่งแวดล้อมที่สำคัญปัญหาหนึ่งของโลก ไบโอดีเซลเป็นหนึ่งในแหล่งที่มาของพลังงานทดแทนที่สำคัญและใกล้เคียงน้ำมันดีเซล ทำให้ไบโอดีเซลมีบทบาทสำคัญในการผลิตพลังงานที่ยั่งยืนมากขึ้น [1] [2] [3] [4] ประโยชน์หลักของการใช้ไบโอดีเซลเป็นเชื้อเพลิงของเครื่องยนต์จะลดการพึ่งพาน้ำมันเชื้อเพลิงจากฟอสซิลและลดมลพิษทางอากาศ ไบโอดีเซลสามารถผลิตได้จากทรัพยากรจากแหล่งชีวภาพทดแทน เช่น น้ำมันพืชไขมันสัตว์และอื่น ๆ โดยทั่วไปไบโอดีเซลมีข้อดีมากกว่าน้ำมันดีเซลจากฟอสซิล คือย่อยสลายได้ดีกว่า ไม่มีกำมะถัน มีความเป็นพิษต่ำ จุดวาบไฟสูง และลดการปล่อยไอเสียที่ทำให้เป็นพิษเป็นภัยต่อสิ่งแวดล้อม [5] [6] ปัจจุบันแนวโน้มในการผลิตไบโอดีเซลส่วนใหญ่ขึ้นอยู่กับทางเลือกใช้แอลกอฮอล์จากพลังงานหมุนเวียน ซึ่งการใช้เอทานอลในการสังเคราะห์ไบโอดีเซลเป็นที่น่าสนใจเพราะเอทานอลเป็นแอลกอฮอล์ที่ผลิตได้จากวัตถุดิบที่สามารถเพาะปลูกขึ้นมาได้ [7] ดังนั้นในงานวิจัยนี้ศึกษาการผลิตไบโอดีเซลโดยใช้ น้ำมันปาล์มดิบที่บวม (mixed crude palm oil, MCPO) ซึ่งมีกรดไขมันอิสระร้อยละ 15.233 โดยน้ำหนัก ซึ่งกรดไขมันอิสระเป็นอุปสรรคที่สำคัญสำหรับการผลิตไบโอดีเซลโดยใช้ปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ริฟิเคชัน

ในการศึกษานี้ใช้ปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันทำปฏิกิริยาในการผลิตเอทิลเอสเทอร์ ซึ่งวัตถุประสงค์ของงานนี้คือการศึกษากระบวนการผลิตเอทิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มดิบที่บวมชนิดกรดไขมันอิสระสูง ด้วยเครื่องผลิตไบโอดีเซลท่อผสมสถิตแบบหมุนวนขนาด 100 ลิตร เนื่องจากความสามารถในการทำปฏิกิริยาที่เร็วกว่าแบบใบกวนทั่วไป และเป็นขนาดนำร่องในการศึกษาการผลิตไบโอดีเซล โดยใช้ปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันด้วยตัวเร่งปฏิกิริยากรด

2. วัตถุประสงค์ และวิธีการดำเนินงาน

2.1 วัตถุประสงค์

ในงานวิจัยนี้ใช้น้ำมันปาล์มดิบที่บวมเป็นวัตถุดิบในกระบวนการผลิตเอทิลเอสเทอร์ด้วยปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชัน มีค่าความเป็นกรดเริ่มต้นประมาณ 34.5 mg KOH/g หรือมีปริมาณกรดไขมันอิสระคือ 15.233 wt.% ใช้เอทานอลเกรดเชิงการค้า (99.9 vol.% anhydrous ethanol) และใช้กรดซัลฟิวริก 98% เป็นตัวเร่งปฏิกิริยากรด

2.2 อุปกรณ์

ใช้ชุดเครื่องปฏิกรณ์ที่ประกอบด้วยถังน้ำมันปาล์มดิบ, ถังเอทานอล, ถังกรดซัลฟิวริก, ท่อผสมสถิต ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางท่อ 10 มิลลิเมตร



ยาว 1 เมตร มีไส้ทอเป็นแผ่นสแตนเลส กว้าง 10 มิลลิเมตร ยาว 15 มิลลิเมตร บิดทำมุม 180 องศา และแต่ละชั้นแผ่นสแตนเลสต่อเชื่อมจุดกัน ด้วยมุม 90 องศา ตลอดความยาวท่อ จำนวน 14 ท่อผสม โดยแบ่งเป็น 2 ชุดท่อ ชุดละ 7 ท่อ และมีฉนวนหุ้มท่อผสมแบบสติกแต่ละชุดเพื่อควบคุม ความร้อนสูญเสียระหว่างทำปฏิกิริยา ดังแสดงตามแผนภาพในรูปที่ 1 โดย การศึกษานี้ได้มีส่วนผสมของปฏิกิริยา คือ น้ำมันปาล์มดิบ 100 ลิตรต่อครั้ง เอทานอล 66 ลิตร และกรดซัลฟิวริก 7 ลิตร ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส โดยผสมสารทั้ง 3 ชนิด ด้วยบีมสารเคมีแบบหมุนวน สารผสมจะไหลผ่านท่อผสมแบบสติกขนาดความยาว 1 เมตร จำนวน 14 ท่อ ผสมด้วยอัตราการไหล 500 ลิตรต่อชั่วโมง โดยภายในท่อประกอบด้วยไส้ ท่อผสมเพื่อช่วยเร่งปฏิกิริยา

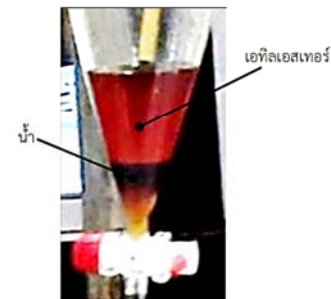


รูปที่ 1 เครื่องผลิตเอทิลเอสเตอร์จากน้ำมันปาล์มดิบชนิดกรดไขมันอิสระสูงด้วยท่อผสม แบบสติกหมุนวนขนาด 100 ลิตร (1: ถังน้ำมันปาล์มดิบ ขนาด 180 ลิตร, 2: ถังเอทานอล ขนาด 70 ลิตร, 3: ถังกรดซัลฟิวริก ขนาด 20 ลิตร, 4: ท่อผสมแบบสติกจำนวน 2 ชุดท่อ, 5: บีมสารเคมีแบบหมุนวน และ 6: ถังเก็บไอโอดีเซล)

2.3 วิธีการดำเนินการ

ถึงหมายเลข 1 ทำหน้าที่ 3 อย่าง คือ เก็บน้ำมันปาล์มดิบ เป็นถังทำ ปฏิกิริยาขณะสารเคมีและน้ำมันปาล์มดิบผสมกัน และใช้เป็นถังแยกเอทิล เอสเตอร์กับน้ำหลังจากทำปฏิกิริยาเสร็จแล้ว โดยการทดลองนี้เริ่มต้นด้วย เติมน้ำมันปาล์มดิบ 100 ลิตร ลงในถังน้ำมันปาล์มดิบ ในขณะที่เดียวกันก็ เปิดบีมหมุนวนน้ำมันปาล์มดิบที่อัตราการไหล 500 ลิตรต่อชั่วโมง ควบคุม อุณหภูมิภายในถังผสมแบบหมุนวน หรือ ถังน้ำมันปาล์มดิบ ไว้ที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส ด้วยชุดควบคุมอุณหภูมิอัตโนมัติ และเติมเอทานอล 66 ลิตร (66 vol.%) ลงในถังเอทานอล และเปิดวาล์วป้อนเอทานอลให้มีอัตรา การไหล 495 ลิตรต่อชั่วโมง เมื่อปริมาณของเอทานอลในถังเอทานอลถูก ป้อนเข้าสู่ระบบหมุนวนหมดแล้ว จึงเติมกรดซัลฟิวริก 7 ลิตร (7 vol.%) ไปในถังกรดซัลฟิวริก และเริ่มจับเวลาการทำปฏิกิริยาตั้งแต่เริ่มเติมกรด

ซัลฟิวริก ในการทำปฏิกิริยามีเวลาเป็นตัวแปรของการทดลอง ซึ่งจะ กำหนดระยะเวลาของการทำปฏิกิริยา คือ 0.5, 1, 2, 3, 6, 9 และ 12 ชั่วโมง เพื่อเก็บตัวอย่างการทดลอง หลังการเก็บตัวอย่างทุกครั้งหยุดการ เกิดปฏิกิริยาด้วยการนำไปแช่ในน้ำเย็นโดยทันที หลังจากนั้นตั้งน้ำมัน ตัวอย่างไว้ที่อุณหภูมิห้องให้เกิดการแยกชั้นของผลิตภัณฑ์ เห็นการแบ่งชั้น ที่ชัดเจนของน้ำมันและของเสีย ดังแสดงในรูปที่ 2 จากนั้นถ่ายน้ำของเสีย ซึ่งอยู่ด้านล่าง น้ำมันตัวอย่างที่ถ่ายของเสียออกแล้วมาล้างด้วยน้ำร้อน จนสะอาด และนำไปทดสอบความบริสุทธิ์ของเอสเตอร์ด้วยเครื่องมือ ทดสอบ Fourier Transform NMR Spectrometer 500 MHz, Model: Unity Inova, Varian, Germany (NMR)



รูปที่ 2 แสดงการแยกชั้นของเอทิลเอสเตอร์ (ด้านบน) จากน้ำมันปาล์มดิบ และน้ำ (ด้านล่าง)

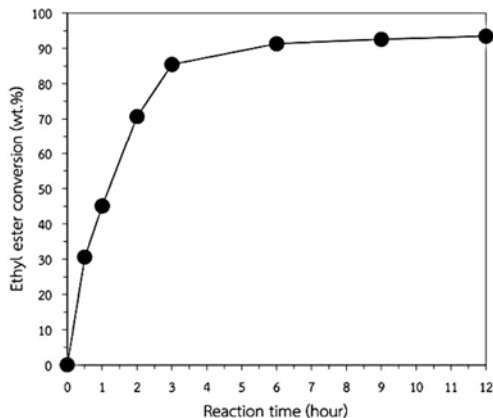
3. ผลการทดลอง

ผลการทำปฏิกิริยาเอสเตอร์ริฟิเคชันของน้ำมันปาล์มดิบที่บวมชนิด กรดไขมันอิสระสูงกับเอทานอลด้วยเครื่องปฏิกรณ์ท่อผสมสติกแบบหมุนวน และมีการทดสอบความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเตอร์ด้วยเครื่องมือ ทดสอบ NMR ดังแสดงในรูปที่ 3 จะเห็นได้ว่าระยะเวลาของการทำ ปฏิกิริยามีผลต่อการเปลี่ยนแปลงกลีเซอไรด์ในน้ำมันเป็นเอสเตอร์ ซึ่งในการทดลองนี้เป็นการแปลงองค์ประกอบของน้ำมันปาล์มดิบที่บวม ซึ่งส่วนใหญ่เป็นไตรกลีเซอไรด์ ดังแสดงในตารางที่ 1 เมื่อระยะเวลาเพิ่มขึ้น ก็ให้ค่าความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเตอร์ที่สูงขึ้นตามไปด้วย ซึ่งจะมีการ เปลี่ยนของเอสเตอร์อย่างรวดเร็วในช่วงระยะเวลาการทำปฏิกิริยาที่ 30- 180 นาที แต่หลังจากผ่านไป 180 นาที หรือ 3 ชั่วโมง จนถึงเวลา 6 ชั่วโมงการแปลงของเอสเตอร์จะเพิ่มขึ้นเล็กน้อย และเริ่มคงที่หลังจากผ่าน เวลาในการทำปฏิกิริยาที่เวลา 6-12 ชั่วโมง ซึ่งผลการศึกษาแสดงให้เห็นว่า เอทานอล (anhydrous ethanol) มีศักยภาพในการผลิตเอทิลเอสเตอร์ที่มีความ บริสุทธิ์สูง ถึงแม้ว่าน้ำมันปาล์มดิบที่บวมที่ใช้ในงานวิจัยมีกรดไขมัน อิสระสูงประมาณ 15% โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นอุปสรรคสำคัญสำหรับการ ผลิตไบโอดีเซล โดยสามารถผลิตเอทิลเอสเตอร์ได้ความบริสุทธิ์มากที่สุดคือ 93.46 wt.% ที่เวลา 12 ชั่วโมง

4. การอภิปรายผล

ในการทดสอบวิเคราะห์ค่าความบริสุทธิ์ของเอสเตอร์ พบว่าน้ำมัน ปาล์มดิบถูกเปลี่ยนเป็นเอทิลเอสเตอร์ได้ตั้งแต่ที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที จนได้ความบริสุทธิ์ของเอสเตอร์มากที่สุดคือร้อยละ 93.46 โดย น้ำหนัก ที่เวลา 12 ชั่วโมง แต่ค่าดังกล่าวก็ยังไม่ผ่านค่าความบริสุทธิ์ของ เอสเตอร์ 96.5% โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นค่ามาตรฐานลักษณะและ

คุณภาพ ของไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน พ.ศ. 2556[8] โดยสาเหตุหนึ่งเกิดจากน้ำที่เกิดขึ้นระหว่างกระบวนการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน น้ำระหว่างกระบวนการที่สูงขึ้นจะทำให้ลดความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของกรด และความเข้มข้นของเอทานอลที่กำลังทำปฏิกิริยา น้ำจึงเป็นอุปสรรคสำคัญในการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันในขั้นตอนเดียว (single-step esterification) ทำให้เกิดการขัดขวางการทำปฏิกิริยา ดังจะเห็นได้จากรูปที่ 3 พบว่าการเปลี่ยนแปลงของเอสเทอร์นั้น มีอัตราการการเพิ่มขึ้นที่ช้าลงเมื่อเวลาผ่านไปจนถึงเวลาที่ 12 ชั่วโมง ก็ยังไม่สามารถทำให้กลีเซอรอลที่เหลือเปลี่ยนแปลงเป็นเอสเทอร์ได้จนสามารถผ่านมาตรฐานความบริสุทธิ์ 96.5% โดยน้ำหนัก



รูปที่ 3 การสังเคราะห์ของเอทิลเอสเทอร์ของน้ำมันปาล์มดิบ ในการทำปฏิกิริยาที่ต่างกัน ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ที่ผสมแบบสถิตหมุนวนขนาด 100 ลิตร

ตารางที่ 1 แสดงองค์ประกอบของน้ำมันปาล์มดิบที่รวม

Property	MCPO	Biodiesel @ 12 hour
Density at 75°C (kg/L)	0.910	0.896
Viscosity at 75°C (cSt)	13.72	6.29
Free fatty acid (wt.%)	15.233	0.823
Triglyceride (wt.%)	82.116	1.113
Diglyceride (wt.%)	2.348	2.411
Monoglyceride (wt.%)	0.244	2.866
Ester (wt.%)	0.059	93.460
Acid value (mgKOH/g)	34.5	1.630

5. สรุป

จากการศึกษาการผลิตเอทิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มดิบชนิดกรดไขมันอิสระสูงโดยใช้ปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันด้วยเครื่องปฏิกรณ์ที่ผสมสถิตแบบหมุนวน ขนาด 100 ลิตร สามารถให้ค่าความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเทอร์ที่สูงได้ โดยใช้เครื่องมือ NMR ในการทดสอบวิเคราะห์ค่าความบริสุทธิ์ของเอสเทอร์ พบว่าน้ำมันปาล์มดิบถูกเปลี่ยนเป็นเอทิลเอสเทอร์ได้ตั้งแต่ที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที จนได้ค่าความบริสุทธิ์ของเอสเทอร์มากที่สุดคือร้อยละ 93.46 โดยน้ำหนัก ที่เวลา 12 ชั่วโมง แต่ค่าดังกล่าวก็ยังไม่ผ่านค่าความบริสุทธิ์ของเอสเทอร์ 96.5% โดยน้ำหนัก จึงควรใช้ปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันในการเปลี่ยนแปลงเป็นกลีเซอรอลที่เหลือเป็นเอสเทอร์ ในขั้นตอนที่สอง ต่อจากกระบวนการเอสเทอร์ฟิเคชัน ซึ่ง

จากการศึกษาสามารถสรุปได้ว่าการผลิตเอทิลเอสเทอร์ให้มีความบริสุทธิ์สูงจากน้ำมันปาล์มดิบกรดไขมันอิสระสูงไม่สามารถทำได้ด้วยปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันเพียงขั้นตอนเดียว แต่จำเป็นต้องใช้ปฏิกิริยาสองขั้นตอนสำหรับการผลิตเอทิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มดิบที่มีค่ากรดไขมันอิสระสูงคือปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน และปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนในการให้เงินทุนวิจัยโดยมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ รหัสโครงการ ENG570123b และ ENG570123a

เอกสารอ้างอิง

- [1] Shah S, Sharma S, Gupta MN. "Biodiesel preparation by lipase-catalyzed transesterification of Jatropha oil," Energy Fuels, 2004, Vol. 18, p. 154-9.
- [2] Ramadhas AS, Wuraleedharan C, JayaraJ S. "Performance and emission evaluation of a diesel engine fueled with methyl esters of rubber seed oil," Renew Energy, 2005, Vol. 30, p. 1789-800.
- [3] Luque R, Herrero-Davila L, Campelo JM, Clark JH, Hidalgo JM, Luna D, et al. "Biofuels: a technological perspective," Energy Environ Sci, 2008 Vol. 1(5), p. 542-54.
- [4] Luque R, Lovett JC, Datta B, Clancy J, Campelo JM, Romero AA. "Biodiesel as feasible petrol fuel replacement," a multidisciplinary overview. Energy Environ Sci, 2010, Vol. 11, p. 1706-21.
- [5] Zhang, L., Xian, M., He, Y., Li, L., Yang, J., Yu, S., Xu, X. "A Bronsted acidic ionic liquid as an efficient and environmentally benign catalyst for biodiesel synthesis from free fatty acids and alcohols," Bioresour. Technol, 2009, Vol. 100, p. 4368-4373.
- [6] Semwal, S., Arora, A.K., Badoni, R.P., Tuli, D.K. "Biodiesel production using heterogeneous catalyst," Bioresour. Technol, 2010, Vol. 102, p. 2151-2161.
- [7] Encinar JM, Gonzalezb JF, Rodriguez JJ, Tejedor A. "Biodiesel fuels from vegetable oils," transesterification of Cynara cardunculus L. oils with ethanol. Energy Fuels, 2002 Vol. 16, p. 443-50.
- [8] กรมธุรกิจพลังงาน "กำหนดลักษณะและคุณภาพของไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน พ.ศ. 2556," ราชกิจจานุเบกษา, 2556 เล่มที่ 130, หน้า 15-17.



เกี่ยวกับผู้เขียน

นฤมล อินทร์ตัน
บัณฑิตวิทยาลัย
สาขาวิชาวิศวกรรมเครื่องกล
คณะวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
สาขางานวิจัย ไบโอดีเซล

ภาคผนวก ข

ข้อคิดเห็น/ข้อเสนอแนะในส่วนที่ไม่สามารถดำเนินการวิจัยได้ตามวัตถุประสงค์

การผลิตเอซิลเอสเทอร์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ที่ออกแบบสมมติแบบหมุนวนเกิดปัญหาในส่วนของการแยกชั้นของเอซิลเอสเทอร์และกลีเซอรอลด้วยแรงโน้มถ่วงโลก ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์จากกระบวนการผลิตน้อยกว่าการผลิตเมทิลเอสเทอร์ เนื่องจากความรุนแรงในการผสมของชุดปฏิกรณ์ทำให้เกิดอิมัลชันที่เสถียรขัดขวางการแยกชั้น

แต่ในกระบวนการล้าง น้ำร้อนในกระบวนการสามารถทำให้เห็นการแยกชั้นของเอซิลเอสเทอร์และกลีเซอรอล เนื่องจากกลีเซอรอลซึ่งเป็นสารตั้งต้นในการผลิตสบู่จึงมีคุณสมบัติในการละลายน้ำได้ จนผสมอยู่ในรูปของน้ำซึ่งมีมวลโมเลกุลหนักกว่าน้ำมันจึงตกแยกชั้นลงมาด้านล่าง