



รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การผลิตเอทิลเอสเตอร์เชิงอุตสาหกรรมจากน้ำมันปาล์มดิบ

Commercial Production of Ethyl Ester from Crude Palm Oil

สถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน

คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

วิทยาเขตหาดใหญ่

ผู้วิจัย

รองศาสตราจารย์ ดร. ชาคกริต ทองอุไร

ดร. พิมพรรณ เกียรติชิมกุล

นางสาวรวมพร นิคม

นายทรงธรรม ไพธัถาวร

ได้รับทุนอุดหนุนวิจัยงบประมาณแผ่นดิน ประจำปี 2553

จากสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ



กิตติกรรมประกาศ (Acknowledgement)

งานวิจัยเรื่อง การผลิตเอทิลเอสเทอร์เชิงอุตสาหกรรมจากน้ำมันปาล์มดิบ (Commercial Production of Ethyl Ester from Crude Palm Oil) สำเร็จลุล่วงด้วยดีด้วยความร่วมมือจากหลายๆ ฝ่าย ทั้งนี้ขอขอบคุณ ทุนอุดหนุนวิจัยของสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ โรงงานต้นแบบไบโอดีเซล คณะวิศวกรรมศาสตร์มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่สถานวิจัยฯ ตลอดจนผู้เกี่ยวข้องในการทำวิจัยครั้งนี้ทุกๆ ท่านที่ช่วยเหลือให้ งานวิจัยสำเร็จสมบูรณ์ลงได้ด้วยดี

คณะผู้วิจัย

พฤษภาคม 2555



รายละเอียดเกี่ยวกับโครงการวิจัย

ส่วนที่ 1 รายละเอียดเกี่ยวกับแผนการวิจัย

ชื่อโครงการวิจัย (ภาษาไทย) การผลิตเอทิลเอสเตอ์เชิงอุตสาหกรรมจากน้ำมันปาล์มดิบ
(ภาษาอังกฤษ) Commercial Production of Ethyl Ester from Crude Palm Oil
ได้รับทุนอุดหนุนวิจัย ประจำปี 2553 จำนวนเงิน 876,000 บาท
ระยะทำเวลาทำวิจัย 1 ปี ตั้งแต่ 24 ตุลาคม 2552 – กันยายน 2553

ส่วนที่ 2 หน่วยงานและคณะผู้ดำเนินงานวิจัย

1. ผู้อำนวยการแผนงาน

รองศาสตราจารย์ ดร. ชاکริต ทองอุไร
ตำแหน่ง ผู้อำนวยการสถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและ
พืชน้ำมัน
คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
ต.คอหงส์ อ.หาดใหญ่ จ.สงขลา 90112
โทรศัพท์ 074-287450 โทรสาร 074-287185
E-mail chakrit.t@gmail.com
สัดส่วนการทำวิจัย 30 %

2. ผู้ร่วมงานวิจัย

ดร. พิมพรรณ เกียรติชิมกุล
ตำแหน่ง อาจารย์
คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ต.คอหงส์ อ.หาดใหญ่ จ.สงขลา
90112
โทรศัพท์ 074-287055-6 โทรสาร 074-287185
สัดส่วนการทำวิจัย 20 %

3. ผู้ร่วมงานวิจัย

นางสาวรวมพร นิคม
ตำแหน่ง นักศึกษาหลักสูตรดุษฎีบัณฑิต
คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ต.คอหงส์ อ.หาดใหญ่ จ.สงขลา
90112



โทรศัพท์ 074-287055-6 โทรสาร 074-287185

สัดส่วนการทำวิจัย 20 %

4. ผู้ร่วมงานวิจัย

นายทรงธรรม โพธิ์ถาวร

ตำแหน่ง นักศึกษาหลักสูตรดุษฎีบัณฑิต

คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ต.คอหงส์ อ.หาดใหญ่ จ.สงขลา
90112

โทรศัพท์ 074-287055-6 โทรสาร 074-287185

สัดส่วนการทำวิจัย 15 %

5. ผู้ร่วมงานวิจัย

นักศึกษาระดับบัณฑิตศึกษา

ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ต.คอหงส์ อ.
หาดใหญ่ จ.สงขลา 90112

โทรศัพท์ 074-287055-6 โทรสาร 074-287185

สัดส่วนการทำวิจัย 15 %

6. หน่วยงานหลัก : สถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพีชน้ำมัน
คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

7. หน่วยงานสนับสนุน : ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์



บทคัดย่อ

โครงการวิจัยนี้เป็นการศึกษาเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมของกระบวนการผลิตเอทิลเอสเทอร์เชิงอุตสาหกรรมจากน้ำมันปาล์มดิบ ในระดับโรงงานสาธิต (pilot plant) ขนาดกำลังการผลิต 500 ลิตร/วัน โดยดำเนินการด้วยระบบต่อเนื่องทุกขั้นตอน ตั้งแต่เอสเตอริฟิเคชัน ทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน การแยกคีนเอทานอล และกระบวนการล้างด้วยน้ำร่วมกับสารดูดซับ

น้ำมันปาล์มดิบที่ใช้ศึกษามีปริมาณกรดไขมันอิสระในช่วง 4.43-8.32% โดยน้ำหนัก เอทานอลที่ใช้เชิงการค้ามีความบริสุทธิ์ไม่ต่ำกว่า 99.9% โดยปริมาตร กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) 98wt% เกรดทางการค้า และโพแทสเซียมเมทอกไซด์ ($KOCH_3$) ความเข้มข้น 32 wt% ในเมทานอล เกรดทางการค้า ถึงปฏิกรณ์เอสเตอริฟิเคชันแบบกวนต่อเนื่อง (CSTR) ปริมาตร 87.4 ลิตร และถึงปฏิกรณ์ทรานส์เอสเตอริฟิเคชันแบบแยกกลีเซอรอลออกแบบต่อเนื่อง (continuous deglycerolization) ปริมาตร 16 ลิตร แยกคีนเอทานอลเกินพอด้วยอุปกรณ์การระเหยแบบแฟลช (flash evaporator) ขนาดถังแฟลชปริมาตร 250 ลิตร การล้างดำเนินการด้วยการดูดซับสปูด้วยเรซินซึ่งบรรจุในถังปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง (fixed bed) ปริมาตร 55 ลิตร 2 ถัง ถังน้ำล้าง 1 ถัง และถังกรองเกลือ 1 ถัง

การวิจัยพบว่าขั้นตอนการเอสเตอริฟิเคชันด้วยกรดซัลฟิวริกสามารถลดปริมาณยางเหนียว (gum) ไปด้วยพร้อมกัน โดยปริมาณฟอสฟอรัสลดจาก 11.24-21.70 mg/kg เหลือเพียง 1.01-1.46 mg/kg ซึ่งผ่านมาตรฐานค่าฟอสฟอรัสของกรมธุรกิจพลังงาน ซึ่งกำหนดค่าไว้ที่ไม่สูงกว่า 10.0 mg/kg สภาวะการเอสเตอริฟิเคชันแบบต่อเนื่องที่เวลากักเก็บ (retention time) 1 ชั่วโมง อุณหภูมิ 60 °C อัตราส่วนเชิงโมลของเอทานอลต่อกรดไขมันอิสระเป็น 30 : 1 และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 60 wt% ของกรดไขมันอิสระ สามารถลดกรดไขมันอิสระลงเหลือ 0.81 wt% ได้

การแก้ปัญหาการไม่แยกชั้นของเฟสกลีเซอรอล ซึ่งพบว่ามีมาจากการเกิดไมเซลล์ของกลีเซอรอลที่ล้อมรอบด้วยโมเลกุลสปู ดำเนินการแก้ไขโดยลดปริมาณน้ำในระบบด้วยการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมเมทอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและดำเนินการแยกกลีเซอรอลและสปูออกอย่างต่อเนื่องด้วยการใช้ถังปฏิกรณ์แบบแยกกลีเซอรอลแบบต่อเนื่อง (continuous deglycerolization) สภาวะทรานส์เอสเตอริฟิเคชันแบบต่อเนื่องใช้เวลากักเก็บ (retention time) 25 นาที อุณหภูมิ 66 °C อัตราส่วนเชิงโมลของเอทานอลต่อไตรกลีเซอไรด์ 5.7: 1 และสัดส่วนเชิงโมลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อไตรกลีเซอไรด์ 0.2: 1 จะได้ความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเทอร์สูงกว่า 98%



อย่างไรก็ตามค่าความเป็นกรดของเอทิลเอสเทอร์ที่ได้มีค่าประมาณ 0.6 mg KOH/g ซึ่งสูงกว่าค่ามาตรฐาน เนื่องจากค่าสมมูลของปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของน้ำและเอทิลเอสเทอร์ที่เกิดได้รวดเร็วในเอทานอล ค่าปริมาณสบู่ที่มีค่าสูงมากเกือบ 30,000 ppm ซึ่งเป็นอุปสรรคในการล้าง อีกทั้งค่าผลได้ที่มีค่าประมาณ 90% ยังเป็นปัญหาที่ต้องดำเนินการแก้ไขต่อไป

เมื่อทำการวิเคราะห์เชิงเศรษฐศาสตร์การผลิตเอทิลเอสเทอร์ โดยต้นทุนน้ำมันปาล์มดิบกิโลกรัมละ 26 บาท และเอทานอลกิโลกรัมละ 20 บาท ราคาการผลิตเอทิลเอสเทอร์จะมีค่า 34 บาท/ลิตร



Abstract

This research aimed to study the optimum conditions of commercial ethyl ester production from crude palm oil (CPO) in a pilot scale plant of 500 litre biodiesel/day capacity which including esterification, transesterification, ethanol recovery and resin co-washing processes, all of the units were carried out continuously.

In this study, CPO containing free fatty acid (FFA) of 4.43-8.32wt% and commercial grade of ethanol (99.9%V purity) were used as reactants, sulfuric acid (98wt%) and potassium methoxide (32 wt% in methanol) were used as esterified and transesterified catalysts, respectively. Continuous stirred tank reactor for esterification step was 87.4 litres in volume and continuous deglycerolization reactor of 16 litres was used in transesterification step. High pressure at 30 bars and temperature of 220°C were carried out with a flash tank of 250 litres. Washing equipment contain 2 tanks of resin adsorption, 1 tank of water washing and 1 tank of salt filter tank, all of them were 55 litres in volume.

It was found that the esterification step with sulfuric acid catalyst could decrease phosphorous content from 11.24-21.70 mg/kg of crude palm oil to 1.01-1.46 mg/kg of esterified palm oil, certainly met the Thai Nation Standard of Methyl Ester which is below 10.0 mg/kg biodiesel. Optimized continuous esterification step was carried out at 1 hour of retention time, 60°C, molar ratio of ethanol to FFA at 30: 1 and sulfuric catalyst of 60 wt% of FFA resulted in 0.81 wt% FFA of esterified palm oil.

It could be seen that the cause of no phase separation of glycerol in ethyl ester came from the micells formation in the existing of high soap content. This obstacle was solved by lowering water content in the system, potassium methoxide was used as a catalyst and glycerol pahse was continuous separated out by using the continuous deglycerolization reactor. The best condition of our trial was at 25 minute of retention time, 66°C, molar ratio of ethanol to triglyceride at 5.7: 1 and molar ratio of methoxide to triglyceride of 0.2: 1 resulted in higher than 98% of ethyl ester content in the produced biodiesel.



However, the obtained acid value of biodiesel was about 0.6 mg KOH/g higher than the standard value of 0.5 mg KOH/g which came from the fast reaction rate of hydrolysis reaction of water and ester in matrix of ethanol. The soap content in ester phase was very high of nearly 30,000 ppm resulted in a difficulty of washing step and higher loss of biodiesel yield. Also a lower yield of production (90%) which gave a higher production cost, anyhow these problems should be solved in the further studied.

According economical study of the ethyl ester production, cost of CPO and ethanol were 26 and 20 baht/kg, respectively. It yielded 34 baht/litre of ethyl ester.



สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ข
รายละเอียดเกี่ยวกับโครงการวิจัย	ค
บทคัดย่อภาษาไทย	จ
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ช
สารบัญตาราง	
สารบัญภาพ	
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความสำคัญและที่มา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	3
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	4
1.5 สถานที่ดำเนินการวิจัย	4
บทที่ 2 หลักการและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	
2.1 ไบโอดีเซล	5
2.2 น้ำมันปาล์มดิบ	6
2.3 เอทานอล	9
2.4 การเร่งปฏิกิริยาด้วยต่าง (alkaline catalysis)	10
2.5 ปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน (Transesterification)	14
2.6 ปฏิกิริยาเอสเตอริฟิเคชัน (Esterification)	17
2.7 ปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชัน (saponification)	18
2.8 การแยกคีนแอลกอฮอล์	19
2.9 การล้าง (washing)	21
บทที่ 3 อุปกรณ์และวิธีดำเนินการวิจัย	
3.1 วัตถุดิบและสารเคมี	27



หน้า

3.2 กิจกรรมที่ 1 วิเคราะห์คุณสมบัติพื้นฐานของน้ำมันปาล์มดิบ	27
3.3 กิจกรรมที่ 2 ศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อการผลิตเอทิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มดิบโดยใช้กระบวนการเอสเตอริฟิเคชันแบบแบทช์	28
3.4 กิจกรรมที่ 3 ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการผลิตเอทิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มดิบที่ผ่านกระบวนการเอสเตอริฟิเคชันที่สภาวะเหมาะสม	28
3.5 กิจกรรมที่ 4 ศึกษาการผลิตเอทิลเอสเทอร์แบบต่อเนื่องของกระบวนการเอสเตอริฟิเคชันและทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน	31
3.6 กิจกรรมที่ 5 การแยกคีนแอลกอฮอล์และการล้างไบโอดีเซล	36
3.7 กิจกรรมที่ 6 ศึกษาคุณสมบัติทางเชื้อเพลิงของเอทิลเอสเทอร์ที่ผลิตได้ตามมาตรฐานของกรมมาตรฐานพลังงาน	41
3.8 การวัดวิเคราะห์	41
บทที่ 4 ผลการวิจัย	
4.1 คุณสมบัติพื้นฐานของน้ำมันปาล์มดิบ	44
4.2 กระบวนการเอสเตอริฟิเคชันน้ำมันปาล์มดิบด้วยเอทานอล	44
4.3 กระบวนการทรานส์เอสเตอริฟิเคชันน้ำมันปาล์มดิบที่ผ่านกระบวนการเอสเตอริฟิเคชัน (Esterified Palm Oil, EPO) และน้ำมันปาล์มรีไฟน์	48
4.4 กระบวนการเอสเตอริฟิเคชันและทรานส์เอสเตอริฟิเคชันแบบต่อเนื่องขนาด 500 ลิตร/วัน	62
4.5 การปรับแต่งคุณภาพไบโอดีเซล	70
4.6 คุณสมบัติทางเชื้อเพลิงของเอทิลเอสเทอร์ที่ผลิตได้ตามมาตรฐานของกรมมาตรฐานพลังงาน	74
บทที่ 5 การวิเคราะห์เชิงเศรษฐศาสตร์	
5.1 ข้อมูลพื้นฐานในการวิเคราะห์	78
5.2 การวิเคราะห์ความเป็นไปได้ทางเศรษฐศาสตร์ของกระบวนการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มดิบ	81
บทที่ 6 สรุปผลการวิจัย	82



เอกสารอ้างอิง	84
ภาคผนวก	86
ภาคผนวก ก. การหาปริมาณกรดไขมันอิสระ (FFA, %)	87
ภาคผนวก ข. การหาปริมาณสบู่	90
ภาคผนวก ค. การวิเคราะห์ปริมาณกลีเซอไรด์ที่เหลือในไบโอดีเซลด้วยวิธีการกะประมาณ (อนุสิทธิบัตรเลขที่ 5060)	92
ภาคผนวก ง. มาตรฐานของไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน	95
ภาคผนวก จ. รายงานผลการวิเคราะห์/ทดสอบ	98
ภาคผนวก ฉ. ราคาอ้างอิงเอทานอลแปลงสภาพและไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน และการคำนวณราคาไบโอดีเซล (B100) ประกาศคณะกรรมการบริหารนโยบาย พลังงาน	113
ภาคผนวก ช. รูปถังปฏิกรณ์ขนาด 80 ลิตรและรูปถังปฏิกรณ์ขนาด 18 ลิตร	116
ภาคผนวก ซ. ผลงานการตีพิมพ์ระดับนานาชาติ	121
ภาคผนวก ฅ. อบรมการผลิตไบโอดีเซลขั้นพื้นฐานและขั้นสูง	129



สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
2.1 ระดับคลอเรสเตอรอลในน้ำมันดิบและไขมัน	8
2.2 องค์ประกอบสเตอรอลของน้ำมันปาล์มดิบ น้ำมันรีไฟน์และผลผลิต	8
2.3 คุณสมบัติตามธรรมชาติของน้ำมันปาล์มมาเลเซีย	8
2.4 คุณสมบัติที่ควรรู้ของแอลกอฮอล์	9
2.5 การกระจายตัวของแอลกอฮอล์ กลิเซอรอล เอสเตอร์ สบูโซเดียม ในเฟสเอสเตอร์และ กลีเซอรอล	20
3.1 สภาวะที่ใช้ในการทดลองที่ออกแบบโดยใช้วิธี Taguchi	34
3.2 orthogonal array	35
4.1 สมบัติพื้นฐานของน้ำมันปาล์มดิบที่วิเคราะห์เพิ่มเติม	44
4.2 เอสเตอริฟิเคชันของน้ำมันปาล์มดิบด้วยเอทานอล	45
4.3 สภาวะที่เลียนแบบสภาวะที่จุดสมดุลของกระบวนการเอสเตอริฟิเคชันของน้ำมันปาล์มดิบ ด้วยเอทานอล	46
4.4 ผลของการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส	47
4.5 คุณสมบัติน้ำมันปาล์ม EPO ที่ใช้ในการทดลอง	48
4.6 แสดงชนิดและปริมาณของสารที่ใช้ในการแยกเอทิลเอสเตอร์ออกจากกลีเซอรอล	52
4.7 ค่ากรดไขมันอิสระที่ได้จากการทำปฏิกิริยาเอสเตอริฟิเคชันแบบต่อเนื่อง	63
4.8 Response characteristics	64
4.9 Response table	65
4.10 Energy efficiency	67
4.11 แสดงสภาวะในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันใน CD reactor	67
4.12 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา สบู เอทิลเอสเตอร์ และค่ากรดในเฟสเอสเตอร์	68
4.13 แสดงปริมาณเอทานอลเริ่มต้นและหลังออกจากชุดระเหยแอลกอฮอล์แบบต่อเนื่อง	72
4.14 การลดค่าสบูในไบโอดีเซล (เอทิลเอสเตอร์)	74
4.15 ผลการวิเคราะห์ตามมาตรฐานข้อกำหนดลักษณะและคุณภาพ และประเภทเมทิล เอสเตอร์ของกรดไขมัน พ.ศ. 2552 ของกรมธุรกิจพลังงาน	74
5.1 แสดงการประเมินราคาต้นทุนคงที่	78



ตาราง	หน้า
5.2 ปริมาณและราคาการใช้จ่ายต่อวัน	79
5.3 แสดงต้นทุนการบำรุงรักษา	79
5.4 ค่าใช้จ่ายตลอดวัฏจักรชีวิต 10 ปี	80
5.5 แสดงรายรับโครงการต่อปี	80
5.6 แสดงต้นทุนตลอดอายุโครงการของการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มดิบ	81



สารบัญภาพ

รูป	หน้า
2.1 โมเดลตัวอย่างของโมเลกุลไบโอดีเซล	6
2.2 ปฏิกริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันของไตรกลีเซอไรด์และแอลกอฮอล์	14
2.3 ปฏิกริยาสะพอนิฟิเคชันของไตรกลีเซอไรด์	18
2.4 กลไก 2 ขั้นตอนของปฏิกริยาสะพอนิฟิเคชันของเอสเตอ์	19
2.5 ระบบการล้างไบโอดีเซลในอุตสาหกรรม	22
2.6 ระบบทำแห้งหลังการล้างด้วยน้ำด้วยการใช้เกลือเป็นสารดูดซับน้ำในไบโอดีเซล	24
3.1 แสดงส่วนประกอบของชุดผลิตเอทิลเอสเตอ์แบบ CD process	29
3.2 ชุดผลิตเอทิลเอสเตอ์แบบ CD process	30
3.3 Schematic diagram ของ กระบวนการเอสเตอริฟิเคชันและทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน ขนาด 500 ลิตรต่อวัน	32
3.4 แสดงถึงปฏิกรณ์เอสเตอริฟิเคชันและทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน ขนาด 500 ลิตร/วัน	33
3.5 แผนผังการทำงานของชุดระเหยแอลกอฮอล์โดยใช้ระบบ flash evaporation	36
3.6 ชุดระเหยแอลกอฮอล์โดยใช้ระบบ flash evaporation	37
3.7 ลักษณะของละอองเมื่อผ่านหัวฉีด	38
3.8 แผนผังกระบวนการทำงานของชุดกระบวนการล้างด้วยน้ำร่วมกับสารดูดซับระบบต่อเนื่อง	39
3.9 ชุดกระบวนการล้างไบโอดีเซลโดยกระบวนการล้างด้วยน้ำร่วมกับสารดูดซับระบบต่อเนื่อง	39
3.10 รายละเอียดของถังเรซิน ถังล้างและถังเกลือ	40
3.11 ลักษณะของ Confocal laser scanning microscope ที่ใช้ในการวิเคราะห์	41
4.1 ปริมาณกรดไขมันอิสระที่ลดลงตามเวลาของปฏิกริยาเอสเตอริฟิเคชัน	45
4.2 การไฮโดรไลซิสของน้ำมันปาล์มดิบที่อุณหภูมิต่างกัน	47
4.3 แสดงผลของสัดส่วนเชิงโมเลกุลต่อ CPO ที่มีผลต่อความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเตอ์ เมื่อใช้ปริมาณ KOH 1-3%	49
4.4 แสดงผลของเวลาในการทำปฏิกริยาที่มีต่อความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเตอ์	50
4.5 แสดงผลของอุณหภูมิในการทำปฏิกริยาที่มีต่อความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเตอ์	51
4.6 แสดงลักษณะการกระจายตัวของกลีเซอรอลและ a) เมทิลเอสเตอร์ b) เอทิลเอสเตอ์ หลัง ปฏิกริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน ที่กำลังขยาย 200 เท่า	54



รูป	หน้า
4.7 ปริมาณสบู่ที่เวลาต่างๆ ในปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันโดยใช้เมทานอล และ เอทานอลเป็นแอลกอฮอล์	55
4.8 G/S ratio ที่เกิดขึ้นเมื่อใช้แอลกอฮอล์ผสมระหว่างเมทานอลต่อเอทานอลที่สัดส่วนเชิงโมล ต่างๆ ในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน	56
4.9 ผลของชนิดตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อปริมาณสบู่ในระบบผลิตเอทิลเอสเตอ์	57
4.10 ผลของชนิดตัวเร่งปฏิกิริยาต่อผลได้ของเอทิลเอสเตอ์	58
4.11 ผลของปริมาณน้ำต่อปริมาณสบู่ในระบบผลิตเอทิลเอสเตอ์	58
4.12 ผลของสัดส่วนเชิงโมลของน้ำมัน:เอทานอลต่อความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเตอ์ ที่เวลาใน การทำปฏิกิริยาต่างๆ	60
4.13 ผลของสัดส่วนเชิงโมลของน้ำมัน:เอทานอลต่อปริมาณสบู่ในเอทิลเอสเตอ์ ที่เวลาในการ ทำปฏิกิริยาต่างๆ	60
4.14 ผลของปริมาณ KOCH_3 ต่อความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเตอ์ ที่เวลาในการทำปฏิกิริยา ต่างๆ	61
4.15 ปริมาณสบู่ในเอทิลเอสเตอ์ที่เวลาทำปฏิกิริยาต่างๆ	62
4.16 เปลี่ยนอุณหภูมิของถังปฏิกรณ์ของการทดลองแบบต่อเนื่อง	62
4.17 กรดไขมันอิสระที่ลดลง	64
4.18 The response graph	65
4.19 Predicted purity for the transesterification of palm oil in series of CSTRs at molar ratio 6:1	66
4.20 Outlet temperature profiles	68
4.21 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาในเฟสเอสเตอ์ที่เวลาเก็บกักต่างๆ กัน	69
4.22 ปริมาณสบู่ในเฟสเอสเตอ์ที่เวลาเก็บกักต่างๆ กัน	69
4.23 ปริมาณเอทิลเอสเตอ์ในเฟสเอสเตอ์ที่เวลาเก็บกักต่างๆ กัน	70
4.24 ปริมาณกรดในเฟสเอสเตอ์ที่เวลาเก็บกักต่างๆ กัน	70
4.25 เปอร์เซนต์การแยกคีนเอทานอลจากไบโอดีเซล	71
4.26 เปอร์เซนต์การแยกคีนเอทานอลจากกลีเซอรอล	72



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

จากวิกฤตการณ์ด้านน้ำมันเชื้อเพลิงของโลกที่มีราคาสูงขึ้นอย่างมาก ทำให้หลายประเทศทั่วโลก ค้นหาพลังงานทดแทนเชื้อเพลิงจากปิโตรเลียม เช่น การผลิตเอทานอลในประเทศบราซิลเพื่อพึ่งตนเองทำให้ปัจจุบันประเทศบราซิลนำเข้าน้ำมันเพียงร้อยละ 20 โดยประเทศบราซิลสามารถผลิตเอทานอลในปี พ.ศ. 2542-2543 จำนวน 13,000 ล้านลิตรต่อปี (สุริยา อยชานันท์, 2545) นอกจากการผลิตเอทานอลแล้วไบโอดีเซลก็เป็นทางเลือกหนึ่งที่หลายประเทศได้ทดลองเพื่อนำมาทดแทนน้ำมันจากปิโตรเลียม ซึ่งในปัจจุบันมีการตั้งโรงงานผลิตไบโอดีเซลในกลุ่มประเทศยุโรปเพื่อทดแทนน้ำมันดีเซล โดยมีโรงงานที่ได้ไปรับรองในประเทศฝรั่งเศสที่มีกำลังผลิต 230,000 ตันต่อปี และโรงงานในอิตาลีซึ่งมีกำลังการผลิต 120,000 ตันต่อปี สำหรับโรงงานที่ยังไม่มีใบรับรองแต่สามารถผลิตไบโอดีเซลได้เช่นกันได้แก่โรงงานในประเทศเยอรมนี ออสเตรเลีย ประเทศแถบสแกนดิเนเวีย เบลเยียม เนเธอร์แลนด์ และประเทศนอกกลุ่มยุโรป โดยจากผลการสำรวจล่าสุดพบว่ากำลังการผลิตประเทศดังกล่าวรวมกันมีปริมาณถึง 1.3 ล้านตันต่อปี (ศิริพร คำนคร, 2544)

สำหรับประเทศไทยเป็นประเทศหนึ่งที่ต้องพึ่งพาการนำเข้พลังงานจากต่างประเทศ ประเทศไทยต้องนำเข้าน้ำมันดิบและน้ำมันสำเร็จรูปจากต่างประเทศ โดยในปี พ.ศ. 2546 มีปริมาณนำเข้าน้ำมันดิบ 283.20 ล้านบาร์เรล คิดเป็นมูลค่าการนำเข้าน้ำมันดิบ 3,461,654 ล้านบาท (สำนักงานนโยบายและวางแผนพลังงาน, 2548) การผลิตไบโอดีเซลเป็นพลังงานทดแทนเพื่อใช้ในประเทศเป็นทางหนึ่งที่ช่วยความมั่นคงด้านพลังงานให้กับประเทศ รักษาเงินตราต่างประเทศในการนำเข้พลังงาน และลดปัญหาด้านสิ่งแวดล้อม ซึ่งประเทศไทยมีพืชน้ำมันที่สามารถนำมาผลิตให้เป็นพลังงานเชื้อเพลิงที่สำคัญ คือ ปาล์มน้ำมัน เนื่องจากเป็นพืชที่ให้ผลผลิตน้ำมันต่อพื้นที่ปลูกสูงกว่าพืชน้ำมันชนิดอื่น และเป็นพืชที่เจริญเติบโตได้ดีในประเทศไทย ดังนั้นจึงมีความเป็นไปได้ในการนำน้ำมันปาล์มมาใช้ในการผลิตไบโอดีเซลเพื่อใช้เป็นพลังงานทดแทน

การผลิตไบโอดีเซลเชิงอุตสาหกรรมของประเทศไทยและต่างประเทศในขณะนี้ ใช้เมทานอลเป็นแอลกอฮอล์ในการทำปฏิกิริยาเนื่องจากมีราคาถูกและมีปริมาณมาก เนื่องจากได้จากการสังเคราะห์จากผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียม อย่างไรก็ตามเมทานอลที่ใช้ในประเทศเกือบทั้งหมดต้องนำเข้จากต่างประเทศ และราคาก็ผันผวนตามราคาตลาดโลก ดังเช่นช่วงปลายปี 2549 ถึงต้นปี 2550 ราคาเมทานอลมีราคาสูงขึ้นจาก



ราคาปกติประมาณ 70% และโดยที่เอทานอลเป็นแอลกอฮอล์ที่สามารถผลิตได้ในประเทศไทย จากผลิตผลทางการเกษตร เช่น อ้อย และมันสำปะหลัง ดังนั้นในอนาคตหากราคาปิโตรเลียมมีราคาผันผวนอย่างมาก อาจทำให้ราคาเมทานอลสูงตามไปด้วย และหากเทคโนโลยีการผลิตเอทานอลในประเทศไทยได้ถูกพัฒนาได้ดี เช่น ประเทศบราซิล เอทานอลในอนาคตอาจมีราคาถูกกว่าเมทานอลได้ ดังนั้นเอทิลเอสเทอร์ จึงเป็นไบโอดีเซลที่เป็นทางเลือกในอนาคตได้ดี

ถึงแม้ว่าการวิจัยการผลิตเอทิลเอสเทอร์ในประเทศไทยจะมีการศึกษาไว้บ้าง เช่นที่ สวทช. จิตรลดา สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย สถาบันวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ และสถาบันการศึกษาอื่น ๆ แต่ก็ยังเป็นการศึกษาความเป็นไปได้ในเบื้องต้นเท่านั้น การทดลองยังใช้อุปกรณ์ขนาดเล็กราคาสูง และค่าใช้จ่ายในการดำเนินการ (Operating Cost) ยังสูงมากที่ไม่สะท้อนความเป็นไปได้ในการผลิตเชิงอุตสาหกรรม โดยที่กระบวนการผลิตเอทิลเอสเทอร์อาจจะแตกต่างไปจากเมทิลเอสเทอร์โดยสิ้นเชิง เพราะคุณสมบัติเชิงกายภาพ เช่น ค่าสภาพการละลาย (solubility) ของเมทานอล เมทิลเอสเทอร์ ในกลีเซอรอล จะแตกต่างกับ เอทานอล เอทิลเอสเทอร์ ในกลีเซอรอล ซึ่งส่งผลให้ไม่เกิดการแยกชั้น (phase separation) ทำให้ความเร็วในการเกิดปฏิกิริยาต่างกัน และต้องใช้เทคนิคการผลิตที่ต่างกัน ในการที่จะได้ค่าที่เหมาะสมในการผลิต

ดังนั้นโครงการวิจัยนี้ จะทำการศึกษารวมวิธีการผลิตเชิงอุตสาหกรรมของเอทิลเอสเทอร์ เพื่อให้สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานเชิงอุตสาหกรรม ซึ่งอาจจะมีความเป็นไปได้เชิงเศรษฐศาสตร์ในอนาคตอันใกล้

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

โครงการวิจัยนี้เป็นการศึกษาเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมของกระบวนการผลิตเอทิลเอสเทอร์เชิงอุตสาหกรรมจากน้ำมันปาล์มดิบ ในระดับโรงงานสาธิต (pilot plant) เพื่อให้ได้องค์ความรู้ และแนวทางที่สามารถนำไปขยายผล/ต่อยอดในเชิงอุตสาหกรรมได้อย่างทันที โดยมีความคุ้มค่าทางเศรษฐศาสตร์มากที่สุด

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

1.3.1 ใช้น้ำมันปาล์มดิบเป็นวัตถุดิบในการผลิตเอทิลเอสเทอร์

1.3.2 ศึกษาการทำทรานส์เอสเตอริฟิเคชันพื้นฐานระดับห้องปฏิบัติการขนาด 100-500 มล. โดยมีปัจจัยหลัก 4 ปัจจัย คือ อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา, ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา (NaOH, KOH และ NaOCH_3), สัดส่วนปริมาณแอลกอฮอล์ และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา รวมทั้งการทำปฏิกิริยา 2 ครั้ง (2 stage reaction)

1.3.3 พัฒนาระบบการผลิตในระดับสาธิต ในแบบแบทช์หรือต่อเนื่อง (ตัดสินใจเลือกจากความเหมาะสมเมื่อได้ข้อมูลพื้นฐานแล้ว) ขนาดการผลิตประมาณ 500 ลิตร/วัน

1.3.4 กระบวนการผลิตประกอบด้วย

- กระบวนการ pre-treatment น้ำมันปาล์มดิบ (ขจัดยางเหนียว(gum), ลดกรด และขจัดน้ำ)
- กระบวนการทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน
- กระบวนการแยกกลีเซอรอล
 - การแยกด้วยกรรมวิธี settling
 - การใช้ co-solvent ต่าง ๆ เช่น ดีเซล หรือน้ำ ช่วยในการแยกชั้น(phase separation)
- กระบวนการแยกคีนเอทานอล
- กระบวนการปรับแต่งคุณสมบัติไบโอดีเซล (แยกสารปนเปื้อน, ขจัดน้ำ ฯ)
 - การใช้น้ำล้าง
 - การใช้ Solid Adsorption



1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 สามารถนำเอทิลเอสเทอร์มาใช้ทดแทนน้ำมันดีเซลในเชิงอุตสาหกรรมได้ในอนาคต และเป็น การพึ่งพาตนเองของประเทศไทย 100%

1.4.2 สามารถนำผลงานวิจัยไปเผยแพร่ในวารสารระดับชาติได้

1.4.3 จดสิทธิบัตรได้

1.4.4 เป็นประโยชน์ในด้าน การค้า เกษตรกรรม พลังงาน และอุตสาหกรรมที่เกี่ยวข้องตลอดจน หน่วยงานรัฐบาลในการกำหนดนโยบายพัฒนาด้านการพลังงานทดแทน

1.5 สถานที่ดำเนินการวิจัย

สถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน คณะวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

บทที่ 2

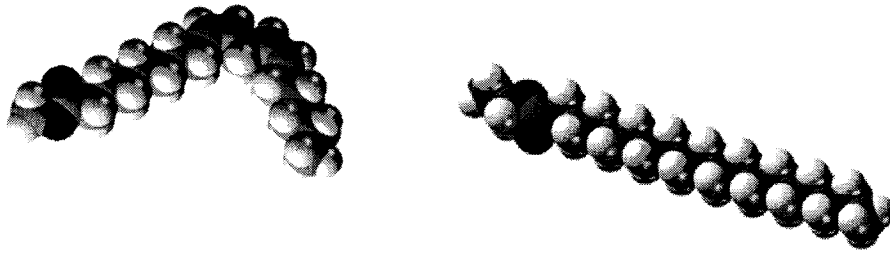
หลักการและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1 ไบโอดีเซล

ไบโอดีเซลหมายถึง เชื้อเพลิงชนิดหนึ่งที่ประกอบด้วยโมโนแอลคิลเอสเทอร์ (mono-alkyl esters) ของกรดไขมันโซ่ยาว โดยการนำเอาน้ำมันจากพืชหรือสัตว์ซึ่งเป็นสารประกอบอินทรีย์ประเภทไตรกลีเซอไรด์ มาผ่านกระบวนการทางเคมีที่เรียกว่าทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน (transesterification) โดยทำปฏิกิริยากับ แอลกอฮอล์โซ่ตรง (straight chain alcohol) เช่น เมทานอลหรือเอทานอล จะได้ผลผลิตเป็นเอสเทอร์ของ กรดไขมันโซ่ยาว (ester) และผลิตภัณฑ์พลอยได้กลีเซอรอล (glycerol) ซึ่งเราจะเรียกชนิดของไบโอดีเซล แบบเอสเทอร์นี้ตามชนิดของแอลกอฮอล์ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา เช่น เมทิลเอสเทอร์หรือเอทิลเอสเทอร์ ไบโอดีเซลชนิดเอสเทอร์นี้มีคุณสมบัติที่เหมือนกับน้ำมันดีเซลมากที่สุด ไบโอดีเซลสามารถย่อยสลายทาง ชีวภาพ (biodegradable) ได้อย่างสมบูรณ์ ไม่เป็นสารก่อมะเร็ง (non-carcinogenic) ไม่เป็นสาร เปลี่ยนแปลงพันธุกรรม (non-mutagenic) ไม่เป็นสารก่อภูมิแพ้ (non-allergenic) และมีพิษต่อ daphnia น้อยกว่าเกลือแกง

ไบโอดีเซลสามารถใช้กับเครื่องยนต์ทุกชนิดโดยไม่ต้องปรับแต่งเครื่องยนต์ และสามารถผสมกับ น้ำมันดีเซลได้ทุกสัดส่วนโดยเป็นตัวช่วยหล่อลื่นและปรับปรุงไอเสีย ไบโอดีเซลให้พลังงานเกือบเท่ากับ น้ำมันดีเซลเนื่องจากประสิทธิภาพในการเผาไหม้และสภาพหล่อลื่น (lubricity) ที่สูง โดยมีข้อดีในการช่วยลด ควันดำที่ท่อไอเสียซึ่งอนุภาคคาร์บอนส่วนใหญ่ถูกเผาไหม้เกือบอย่างบริบูรณ์ เนื่องจากไบโอดีเซล มีออกซิเจนเป็นส่วนประกอบในโครงสร้างโมเลกุล

โมเลกุลของไบโอดีเซลจะประกอบด้วย คาร์บอน ไฮโดรเจน และออกซิเจน ดังภาพโมเดล 2.1 กรดไขมันลิโนลิกเป็นกรดไขมันไม่อิ่มตัวมีพันธะคู่ 2 ตำแหน่ง จึงมีรูปทรงของโมเลกุลโค้งงอ ส่วนกรด ไขมันสเตียริกเป็นกรดไขมันอิ่มตัวรูปทรงของโมเลกุลจึงแสดงในแนวตรง คาร์บอนเผาไหม้กับออกซิเจนเกิด คาร์บอนไดออกไซด์หรือคาร์บอนมอนอกไซด์เมื่อปฏิกิริยาการเผาไหม้เกิดไม่บริบูรณ์ (สาเหตุหนึ่งมาจาก สมดุลในการเผาไหม้) ไฮโดรเจนเผาไหม้กับออกซิเจนให้น้ำ การเผาไหม้ธาตุทั้งสองเป็นปฏิกิริยาคายความร้อน (exothermic) และให้พลังงานออกมา ส่วนอะตอมออกซิเจนนั้นช่วยในการเผาไหม้แต่ไม่ให้พลังงาน



โมเดลของเมทิลลิโนเลอเอต

โมเดลของเอทิลสเตียเรต

ภาพ 2.1 โมเดลตัวอย่างของโมเลกุลไบโอดีเซล

ปริมาณของออกซิเจนโดยน้ำหนักในไบโอดีเซลนั้น จะขึ้นอยู่กับชนิดของไตรกลีเซอไรด์ที่ใช้ทำปฏิกิริยาหรือชนิดของน้ำมันหรือไขมันที่ใช้เป็นวัตถุดิบหรือสารตั้งต้นหรือสารป้อน (feedstock) แต่โดยเฉลี่ยค่าออกซิเจนโดยน้ำหนักจะอยู่ที่ประมาณ 11% ดังนั้น มวลที่สามารถเผาไหม้ได้ในไบโอดีเซลก็จะน้อยกว่ามวลที่สามารถเผาไหม้ได้ของปิโตรเลียมดีเซล ประมาณ 11% เช่นกัน อย่างไรก็ตามการหาปริมาณความร้อนที่ได้จากการเผาไหม้มีฐานมาจากหน่วยมวล แต่ในการซื้อขายน้ำมันเชื้อเพลิงดีเซลนั้น นิยมซื้อ/ขายกันในหน่วยปริมาตร เช่น ลิตร ดังนั้นเมื่อความหนาแน่นหรือความถ่วงจำเพาะของไบโอดีเซลซึ่งมีค่าประมาณ 0.86-0.87 กิโลกรัมต่อลิตรและสูงกว่าความหนาแน่นของปิโตรเลียมดีเซลที่มีค่าประมาณ 0.82 กิโลกรัมต่อลิตร จึงส่งผลให้ 1 ลิตรของไบโอดีเซล (ในเชิงทฤษฎี) จะให้ค่าความร้อนที่น้อยกว่าดีเซลเพียงประมาณ 6% เท่านั้น

2.2 น้ำมันปาล์มดิบ

ปาล์มน้ำมัน (*Elaeis guineensis*) มีบทบาทสำคัญมากสำหรับการผลิตไบโอดีเซลในเอเชียได้หลายส่วนของผลปาล์มสามารถใช้ประโยชน์เพื่อการผลิตน้ำมันสำหรับการบริโภคของมนุษย์และใช้ประโยชน์ในเชิงอุตสาหกรรม เปลือกผล (mesocarp) ของปาล์มน้ำมันจะให้น้ำมันปาล์ม ซึ่งจำแนกเป็นกรดไขมันอิ่มตัวไซยาวปานกลาง (กรดปาล์มิติก) และกรดไขมันไม่อิ่มตัวพันธะเดี่ยว (monounsaturated) (กรดโอเลอิก) ในสัดส่วนที่สูงมาก น้ำมันปาล์มมีสีแดงส้มจากแคโรทีนอยด์ซึ่งเป็นส่วนประกอบส่วนน้อยสามารถนำไปใช้ได้ ในอุตสาหกรรมที่หลากหลาย (เช่น สารเติมแต่งอาหาร) และเมื่อเปลี่ยนน้ำมันปาล์มให้เป็นเอสเทอร์แล้วสามารถการแยกคืนกลับ (recovery) ส่วนประกอบส่วนน้อยเหล่านี้ก็จะง่ายขึ้น โดยทั่วไปน้ำมันปาล์มสามารถแยกออกเป็น 2 ส่วน คือปาล์มสเตียรีนซึ่งเป็นส่วนของแข็งและปาล์มโอเลอีน



ในส่วนเหลว น้ำมันปาล์มและปาล์มสเตียรีนได้รับความสนใจในการใช้เป็นสารป้อนสำหรับการผลิตไบโอดีเซลเป็นอย่างมาก

จุดเด่นของน้ำมันปาล์ม ก็คือ ปาล์มน้ำมันให้ผลผลิต/พื้นที่/ปี สูงอย่างเห็นได้ชัดเจนและมีราคาปานกลางในตลาดโลก เมื่อเปรียบเทียบกับน้ำมันพืชสำหรับกรบบริโภคนิตอื่น ๆ การจะทำให้เชื้อเพลิงไบโอดีเซลสามารถแข่งขันในเชิงเศรษฐศาสตร์กับน้ำมันปิโตรเลียมดีเซลโดยไม่มีมาตรการการสนับสนุนด้านภาษีนั้น ค่าใช้จ่ายในการผลิตไบโอดีเซลต้องมีราคาต่ำ ซึ่งจะเกิดขึ้นได้ยากกับน้ำมันพืชชนิดอื่น ๆ ดังนั้นน้ำมันพืชบริโภคที่มีราคาสูงอาจจะต้องใช้ประโยชน์เป็นอาหารเท่านั้น นอกจากนี้ปาล์มน้ำมันเป็นพืชที่มีค่าใช้จ่ายในการดูแลสวนต่ำ ดังนั้นการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มจึงสมเหตุสมผลในเชิงเศรษฐศาสตร์แม้ว่าจะมีปริมาณกรดไขมันอิ่มตัวอยู่มากก็ตาม ส่วนประกอบกรดไขมันอิ่มตัวทำให้ไบโอดีเซลมีจุดจุดตันไส้กรองที่อุณหภูมิต่ำ (cold filter plugging point) โดยมีค่าประมาณ 11°C และมีจุดขุ่น (cloud point) ที่ 13°C ส่งผลให้ไม่สามารถใช้เมทิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์ม ในฤดูหนาวของประเทศที่มีภูมิอากาศในเขตอบอุ่น (temperate climate) ได้ ยิ่งไปกว่านั้นปริมาณกรดไขมันอิสระที่มีอยู่มากในน้ำมันปาล์มดิบ

เมื่อใช้เป็นสารป้อนในการเข้าทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันที่ใช้ต่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะดำเนินการไม่ได้ ดังนั้นจึงจำเป็นต้องมีขั้นตอนกำจัดกรดไขมันอิสระด้วยการทำสะเทิน (neutralization) หรือการทำปฏิกิริยาเอสเตอริฟิเคชัน (esterification) ที่ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาก่อน

ในน้ำมันปาล์มดิบนั้นองค์ประกอบของกรดไขมันจะเป็นสารประกอบอิ่มตัวและสารประกอบไม่อิ่มตัวในสัดส่วนเท่า ๆ กันคือ 50% ส่งผลให้มีค่าไอโอดีนประมาณ 53 และมีเสถียรภาพต่อการเกิดออกซิเดชันสูงเมื่อเทียบกับน้ำมันพืชอื่น ๆ

ส่วนประกอบส่วนน้อย เช่น แคโรทีนอยด์ โทโคเฟอรอล สเตอรอล ฟอสฟาไทด์ ไตรเตอเพนิก และแอลกอฮอล์อะลิฟาติก มีรวมกันน้อยกว่า 1% ในน้ำมันปาล์มดิบ อย่างไรก็ตามก็มีบทบาทอย่างสูงในด้านเสถียรภาพออกซิเดชัน และการทำบริสุทธิ์ รวมทั้งการเพิ่มคุณค่าทางโภชนาการของน้ำมันอีกด้วย

แคโรทีนอยด์ ที่อยู่ในระดับ 500 ถึง 700 ppm อยู่ในรูปของ α และ β แคโรทีน ซึ่งเป็น precursor ของวิตามิน A แคโรทีนอยด์ จะถูกทำลายด้วยความร้อนในระหว่างการกำจัดกลิ่น แคโรทีนอยด์จะช่วยลดการเกิดออกซิเดชันโดยจะช่วยทำปฏิกิริยาออกซิเดชันก่อนไตรกลีเซอไรด์

น้ำมันปาล์มดิบยังประกอบด้วย โทโคเฟอรอลและโทโคไตรอินอล (tocotrienols) ในระดับ 600-1,000 ppm ทั้งคู่เป็นสารแอนติออกซิแดนซ์และป้องกันการเกิดออกซิเดชันของน้ำมันปาล์มเช่นกัน

การรวมกันของแคโรทีนอยด์ โทโคเฟอรอล โทโคไตรอินอล และกรดไขมันอิ่มตัวในสัดส่วนครึ่งหนึ่งของน้ำมันทั้งหมด ทำให้น้ำมันปาล์มจัดอยู่ในประเภทมีเสถียรภาพเชิงออกซิเดชันสูงกว่าน้ำมันพืชอื่น ๆ

เมื่อพิจารณาปริมาณสเตอรอล จะพบว่าน้ำมันปาล์มมีคลอเรสเตอรอลน้อยกว่าน้ำมันพืชส่วนใหญ่
ตั้งข้อมูลในตารางต่อไปนี้

ตาราง 2.1 ระดับคลอเรสเตอรอลในน้ำมันดิบและไขมัน

Oil Type	Average (ppm)	Range (ppm)
Coconut oil	14	5-24
Cocoa butter	59	n.a.
Palm kernel oil	17	9-40
Palm oil	18	13-19
Sunflower oil	17	8-44
Soybean oil	28	20-35
Rapeseed oil	49	25-80
Maize oil	50	18-95

ตาราง 2.2 องค์ประกอบสเตอรอลของน้ำมันปาล์มดิบ น้ำมันรีไฟน์และผลผลิต

Sample	Cholesterol	Campesterol	Stigmasterol	Sitosterol	Unknown
Crude palm oil	7-13	90-151	44-66	218-370	2-18
Degummed, bleached	5-10	49-116	22-51	113-286	Trace-8
RBD	1-5	15-16	8-30	45-167	Trace
Crude palm olein	6-8	57-104	30-51	149-253	24-28
Degummed, bleached	3-4	36-43	21-25	99-123	Trace-5
RBD	2	26-30	12-23	68-114	-

ตาราง 2.3 คุณสมบัติตามธรรมชาติของน้ำมันปาล์มมาเลเซีย

Chemical Characteristics	Mean	Range
Saponification value (mg KOH/g oil)	195.7	190-1-201.7
Unsaponifiable matter (%)	0.51	0.15-0.99
Iodine value (Wijs)	52.9	50.6-55.1
Slip melting point ($^{\circ}$ C)	34.2	30.8-37.6



สเตอรอลที่มีอยู่ในน้ำมันพืชเป็นสาเหตุในการเกิดตะกอนของแข็งในระหว่างกระบวนการทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน ซึ่งทำให้ต้องกรองออกก่อนนำจำหน่าย ปัญหาสเตอรอลกลูโคไซด์ที่เกิดขึ้นนั้น ยังอยู่ในระหว่างการทำวิจัยเพื่อหาทางออกที่ดีที่สุดอยู่ในขณะนี้

2.3 เอทานอล

ปฏิกิริยาเอทานอลิซิส (ethanolysis) มักจะถูกพิจารณาอยู่เสมอๆ ในฐานะที่เป็นทางเลือกที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม ซึ่งก่อให้เกิดการผลิตเชื้อเพลิงไบโอดีเซลจากธรรมชาติจริงๆ ทั้งหมด ถ้าแอลกอฮอล์นั้นได้มาจากการหมักเศษเหลือทิ้งจากการเก็บเกี่ยว (เอทานอลชีวภาพ) ซึ่งตรงกันข้ามกับเมทานอลที่ส่วนใหญ่ผลิตมาจากแก๊สสังเคราะห์ที่ได้มาจากวัตถุดิบตั้งต้นฟอสซิล ข้อได้เปรียบของเอทานอลที่เหนือกว่าเมทานอลก็คือ ความเป็นพิษ (toxicity) โดยเปรียบเทียบแล้วมีความเป็นพิษต่ำกว่ามากหรือจะพูดได้ว่าไม่เป็นพิษเลย ดังนั้นการผลิตไบโอดีเซลด้วยเอทานอลจึงปลอดภัยกว่าสำหรับพนักงานที่ทำการผลิตหน้างาน และจากข้อมูลที่ว่าอะตอมคาร์บอนที่เพิ่มขึ้นในโมเลกุลเอทิลเอสเตอ์จะมีปริมาณความร้อนและค่าซีเทนของเชื้อเพลิงที่สูงเพิ่มขึ้นอีกเล็กน้อยด้วย แต่ในอีกด้านหนึ่งของข้อด้อยนั้น ปฏิกิริยาเอทานอลิซิส จำต้องใช้พลังงานมากกว่าปฏิกิริยาเมทานอลิซิส เมื่อต้องใช้อุณหภูมิการทำปฏิกิริยาประมาณ 75 องศาเซลเซียส (ใกล้จุดเดือดของเอทานอล) เพื่อให้ได้อัตราการเปลี่ยนเป็นเอสเตอ์ที่น่าพอใจ นอกเหนือจากนี้ ปัญหาที่เกี่ยวข้องกับการแยกเฟสเอสเตอ์และกลีเซอรอลหลังการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน จะแยกออกจากกันได้ง่ายกว่ามาก และเอทิลเอสเตอ์ละลายในกลีเซอรอลได้มากกว่าเมทิลเอสเตอ์

ปริมาณน้ำที่มีอยู่เพียงเล็กน้อยในสารผสมที่ทำปฏิกิริยา จะมีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลิซิสที่สูงกว่าปฏิกิริยาเมทานอลิซิส Fillieres และคณะ (1995) รายงานว่า การทรานส์เอสเตอริฟิเคชันของน้ำมันเรพซีดกับเอทานอล 95% (ที่เหลือคือน้ำ) มีร้อยละการเปลี่ยน (conversion) เพียง 30% เท่านั้น ซึ่งเปรียบเทียบกับร้อยละการเปลี่ยน 94-95% ภายใต้สภาวะที่ปราศจากน้ำ และต้นทุนของการผลิตเอทานอลบริสุทธิ์ (absolute ethanol) ยังสูงกว่าการผลิตเมทานอลอยู่มาก ทำให้เชื้อเพลิงไบโอดีเซลที่ผลิตด้วยเอทานอลยังไม่สามารถแข่งขันในเชิงเศรษฐศาสตร์ได้กับเมทิลเอสเตอ์

ตาราง 2.4 คุณสมบัติที่ควรรู้ของแอลกอฮอล์

คุณสมบัติ	เมทานอล	เอทานอล
สูตรเคมี	CH ₄ O	C ₂ H ₆ O
มวลโมเลกุล (กรัม/โมล)	32.04	46.07
ลักษณะ	ของเหลวไม่มีสี	ของเหลวไม่มีสี



คุณสมบัติ	เมทานอล	เอทานอล
ความหนาแน่น (กรัม/มิลลิลิตร)	0.7918	0.789
จุดเดือด (°C)	65	78
pK _a	15.5	15.9
ความหนืด (Pa.s)	5.9x10 ⁻⁴	1.2x10 ⁻³
ไดโพลโมเมนต์ (D)	1.69	1.69
จุดวาบไฟ (°C)	11-12	13-14
ความดันไอ (kPa: at 20 °C)	13.02	5.95

2.4 การเร่งปฏิกิริยาด้วยต่าง (alkaline catalysis)

การเร่งปฏิกิริยาด้วยต่างเป็นประเภทของปฏิกิริยาโดยทั่วไปที่ใช้กันมากที่สุดสำหรับการผลิตไบโอดีเซล ข้อดีของปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันที่เร่งปฏิกิริยาโดยใช้ด่างที่เหนือกว่าการใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาคือ ให้อัตราการเปลี่ยนที่สูงภายใต้สภาวะที่ไม่รุนแรง ใช้เวลาทำปฏิกิริยาที่สั้นกว่า อาจประมาณได้ว่าภายใต้สภาวะอุณหภูมิและความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เท่ากัน ปฏิกิริยาเมทาโนไลซิส (methanolysis) ที่มีด่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอาจเกิดขึ้นได้เร็วกว่ากรดในปริมาณตัวเร่ง ปฏิกิริยาที่สมมูลกันได้ถึงประมาณ 4,000 เท่า นอกจากนี้ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นด่างมีสภาพกัดกร่อน (corrosiveness) ต่อเครื่องมืออุตสาหกรรมน้อยกว่า ดังนั้นจึงสามารถใช้ถังปฏิกรณ์ที่เป็นเหล็กคาร์บอนซึ่งมีราคาถูกกว่า สุดท้ายปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน ที่มีด่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะใช้ปริมาณแอลกอฮอล์ที่น้อยกว่าปฏิกิริยาแอลกอฮอล์ไลซิส (alcoholysis) ที่มีกรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเช่นกัน ดังนั้น จึงสามารถลดขนาดของถังปฏิกรณ์ลงได้

Zhang และคณะ (2003) ประเมินไว้ว่าสำหรับโรงงานที่ผลิตไบโอดีเซลกำลังการผลิต 8,000 ตันต่อปี โดยใช้วัตถุดิบเป็นน้ำมันพืชใหม่สด (fresh vegetable oil) การลงทุนโดยใช้ด่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีมูลค่าการลงทุนถาวรเบื้องต้น เพียงครึ่งหนึ่งของการลงทุนถาวรในการผลิตด้วยการเร่งปฏิกิริยาที่ใช้กรด แต่หากใช้วัตถุดิบที่เป็นน้ำมันทอดใช้แล้ว (waste cooking oil) ซึ่งมีราคาถูกกว่าน้ำมันพืชใหม่สด 3 เท่า ต้นทุนการผลิตโดยใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกกว่า แต่อย่างไรก็ตามการวิเคราะห์ความไวเชิงเศรษฐศาสตร์นี้แปรตามราคาวัตถุดิบ ราคาไบโอดีเซล และขนาดของกำลังการผลิตอย่างมาก

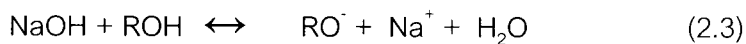
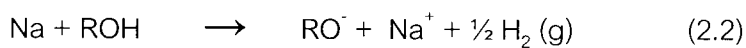
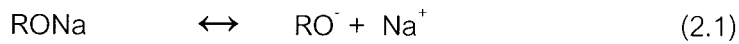
ข้อด้อยที่สำคัญของการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นด่างคือ ความว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยาด่างต่อกรดไขมันอิสระที่มีอยู่ในสารป้อนสูง นั่นหมายความว่า ปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันที่มีด่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะเหมาะสมกับ น้ำมันพืชที่มีกรดไขมันอิสระอยู่ต่ำ (น้ำมันที่มีคุณภาพสูง) เท่านั้น ซึ่งราคาน้ำมันก็



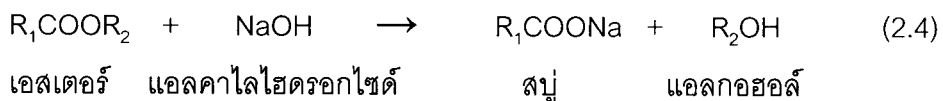
จะสูงตามคุณภาพไปด้วย การใช้สารป้อนที่มีราคาถูก เช่น น้ำมันทอดใช้แล้ว ไขมันในน้ำเสียซึ่งมีปริมาณกรดไขมันอิสระสูง หากจะใช้กระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยต่าง จำเป็นที่จะต้องผ่านขั้นตอนการปรับสภาพการลดกรดไขมันอิสระ หรือ ใช้กระบวนการเอสเตอริฟิเคชันมาก่อน ทำให้มีค่าใช้จ่ายสูงขึ้น

2.4.1 การเร่งปฏิกิริยาด้วยต่างแบบเอกพันธ์ (Homogeneous alkaline catalysis)

ในปัจจุบัน โรงงานผลิตไบโอดีเซลเชิงพาณิชย์เกือบทั้งหมดมีการผลิตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นต่างแบบเอกพันธ์ ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา (species) ที่สำคัญคือ แอลคอกไซด์แอนไอออน (alkoxide anion: RO⁻) ซึ่งจะก่อเกิดจากวิธีการใดวิธีการหนึ่งของกระบวนการข้างล่างนี้



เป็นเวลานานมาแล้วที่การผลิตตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันจะใช้ชนิดของแอลคอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งได้มาจากปฏิกิริยาแอลคาลิแอลกอฮอล์ (alkali alcoholate) ปฏิกิริยาที่ (2.1) หรือโลหะแอลคาลิลิวทรี (2.2) โดยมีการโต้แย้งกันว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไฮดรอกไซด์ (alkali hydroxide) (2.3) อาจเร่งปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชันซึ่งเป็นปฏิกิริยาที่ไม่สามารถผันกลับได้ จากทั้งสารเข้าทำปฏิกิริยาไตรกลีเซอไรด์และผลผลิตเอสเตอไรด์ได้ ดังสมการการผลิตสบู่โดยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเอสเตอไรด์

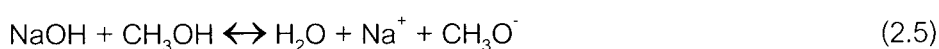


ในขณะที่เกลือแอลกอฮอล์ (RONa) และโลหะแอลคาลิ ที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถให้ร้อยละการเปลี่ยนที่สูงอย่างชัดเจน แต่ก็มีราคาสูงและมีความเสี่ยงต่อความปลอดภัยสูงตามไปด้วย จึงทำให้มีความน่าสนใจน้อยลงสำหรับการผลิตไบโอดีเซลในเชิงพาณิชย์ แต่จากผลการสำรวจเบื้องต้นของ Wright และคณะ (1944) ทำให้ Mittelbach นำมาแสดงให้เห็นว่าแอลคาลิไฮดรอกไซด์ อาจเป็นทางเลือกที่สามารถใช้งานได้ เพราะมีราคาถูกกว่าและใช้งานได้ง่ายกว่า Caldin และ Long (1954) เสนอไว้ว่าเมื่อใช้



โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) หรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ (หรือโซดาไฟ, NaOH) ละลายในแอลกอฮอล์ จะเกิดเป็นสารละลายที่ประกอบด้วยไฮดรอกไซด์ไอออนและแอลกอฮอล์ไอออน ในสภาวะที่สมดุลกัน ตามสมการ (2.3) โดยสรุปว่าความเข้มข้นของแอลกอฮอล์ไอออนที่เกิดขึ้นนั้น จะแปรตามความเข้มข้นของ ตัวเร่งปฏิกิริยา ค่า pK_a ตามแอลกอฮอล์ที่ใช้ และปริมาณของน้ำที่มีอยู่ ดังตัวอย่างของสารละลาย 0.1 โมลาร์ของโซเดียมไฮดรอกไซด์ในเอทานอลความบริสุทธิ์ 99% ปริมาณ 96% ของเบสทั้งหมดจะอยู่ในรูปของ เอทอกไซด์ไอออน (ethoxide ion) และจะเป็นเช่นเดียวกันสำหรับในเมทานอลบริสุทธิ์ ดังนั้น การไฮโดรไลซิส โดยใช้ต่างเป็นสารเข้าทำปฏิกิริยาและเกิดเป็นสบู่จะเป็นปฏิกิริยาส่วนน้อยที่เกิดในแอลกอฮอล์ที่ปราศจาก น้ำ แต่ Tarasov และคณะ (1986) อ้างโดย Ruwwe (2008) รายงานว่าค่าคงตัวสมดุลของปฏิกิริยานี้ มีค่าเพียง 5.5×10^{-2} ซึ่งหมายถึงจะมีการแตกตัวเพียงเล็กน้อยเท่านั้น

สมการเคมีในการละลายของโซเดียมไฮดรอกไซด์ในเมทานอล คือ

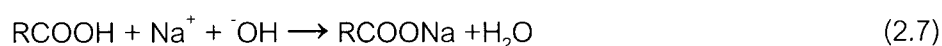


และสมดุลที่เกิดขึ้นระหว่าง CH_3O^- และ OH^- คือ



ในสาขาเคมีอินทรีย์ เมทอกไซด์ไอออนเป็นคู่เบสของเมทานอล ผู้ผลิตเมทอกไซด์จะออกมาได้แย้งว่า เป็นการไม่ถูกต้องที่จะบอกว่าเมทอกไซด์ได้มาจากการผสมของเมทานอลกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ เพราะเชื่อว่า มีปริมาณเมทอกไซด์เพียงเล็กน้อยเท่านั้นที่เกิดขึ้นจากการผสมอย่างง่าย ๆ นี้

เมทอกไซด์ได้รับการยอมรับว่าเป็นเบสที่แรงมากและว่องไวในการทำปฏิกิริยากับน้ำ โดยเมทอกไซด์ คือตัวเร่งปฏิกิริยาที่แท้จริงมีโซเดียมไฮดรอกไซด์ (อย่างที่มีการเข้าใจกันอย่างผิด ๆ) โดยน้ำที่มีอยู่ในระบบจะช่วย เร่งปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชันให้เกิดเร็วขึ้นและจากประสบการณ์ของผู้เขียนได้พบว่า เพียงนาทีแรกของการทำ ปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันที่ใช้แอลกอฮอล์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จะเหลือเบสที่สามารถใช้เป็นตัวเร่ง ปฏิกิริยาต่อได้เพียงครั้งเดียว เพราะปฏิกิริยากรด/เบสเกิดขึ้นได้เร็วมาก

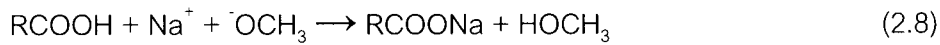


ปฏิกิริยานี้ผันกลับไม่ได้ดังนั้นเบสจะลดหายไปจากระบบไปอย่างรวดเร็ว

เช่นเดียวกับในกรณีที่ใช้สารละลายเมทอกไซด์ในเมทานอล (30-32% เมทอกไซด์) จำนวนน้ำเพียง เล็กน้อยที่อยู่ในระบบจะทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสกับเอสเตอ์ (ที่เป็นผลผลิต) หรือกลีเซอไรด์ (ที่เป็นสาร



ตั้งต้น) เกิดเป็นกรดไขมันอิสระและเข้าสู่ปฏิกิริยากรด/เบสเช่นกัน และในกรณีนี้เมทอกไซด์จะถูกเปลี่ยนไปเป็นแอลกอฮอล์



โซเดียมเมทอกไซด์ในเมทานอลเป็นพิษต่อมนุษย์โดยทำลายระบบประสาท หากสัมผัสโดยตรงต้องล้างด้วยน้ำโดยเร็วและต้องสังเกตอาการด้วยตนเอง โดยต้องไปพบแพทย์เมื่อมีอาการผิดปกติเพียงเล็กน้อย

การใช้โพแทสเซียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยามีข้อดีต่อสิ่งแวดล้อมในการบำบัดตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งหากใช้กรดฟอสฟอริกในการทำให้เป็นกลางในกลีเซอรอลดิบหรือน้ำมันล้าง เราจะได้โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ซึ่งสามารถใช้เป็นปุ๋ยได้ ดังนั้นจึงเป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับผลผลิตพลอยได้ของการเกิดปฏิกิริยา ในขณะที่เกลือโซเดียมที่เกิดขึ้นนั้นนับว่าเป็นของเสียที่ต้องบำบัดต่อไป อย่างไรก็ตาม ข้อได้เปรียบของ NaOH ที่ดีกว่า KOH ในมุมมองของตัวเร่งปฏิกิริยาก็คือ ปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยามีแนวโน้มที่จะเสร็จบริบูรณ์ได้เร็วกว่าและโซเดียมไฮดรอกไซด์มีราคาถูกกว่า

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์หรือโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในตัวทำละลายแอลกอฮอล์ควรต้องเตรียมแบบใหม่สด เพราะความชื้นในอากาศจะเพิ่มปริมาณน้ำในสารละลายแอลกอฮอล์ และทำให้การแตกตัวเป็นเมทอกไซด์ลดลงได้

ความเข้มข้นที่เหมาะสมสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ต่างแบบเอกพันธ์ จะแปรตามปริมาณกรดไขมันอิสระที่มีอยู่ในน้ำมัน ในกรณีที่มีกรดไขมันอิสระต่ำมาก เช่น < 0.2% อาจใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไฮดรอกไซด์เพียง 0.3-0.4% ก็เพียงพอ แต่ในกรณีที่กรดไขมันอิสระมีค่าสูงนั้น จำเป็นต้องชดเชยด้วยการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาให้มากขึ้น เพื่อให้เพียงพอต่อปฏิกิริยาการทำสะเทินระหว่างกรดไขมันอิสระกับเบส แล้วยังคงมีปริมาณเหลืออยู่อีกจำนวนมากพอที่จะเร่งปฏิกิริยาต่อไป แต่การเพิ่มตัวเร่งปฏิกิริยาที่มากขึ้นนั้นจะส่งผลถึงปริมาณของสบู่ที่จะเกิดขึ้นสูงตามไปด้วย โดยมีผลให้มีปริมาณเอสเตอริฟิเคชันหรือกลีเซอไรด์ในเฟสกลีเซอรอลมากขึ้นเกิดการสูญเสียผลได้ (yield loss) เนื่องจากสบู่จำนวนมากที่เกิดขึ้นจะกระจายไปอยู่ในเฟสกลีเซอรอลมากกว่า (แม้จะคิดจากฐานปริมาณกลีเซอรอลที่เกิดในปริมาณน้ำหนักร้อยกว่าเอสเตอริฟิเคชันแล้ว) ดังนั้น จึงต้องมีสมการสำหรับการคำนวณปริมาณที่เหมาะสมของตัวเร่งปฏิกิริยาแอลคาไลน์ ที่จำเป็นต้องใช้สำหรับปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันของวัตถุดิบตั้งต้นประเภทหลากหลายคุณภาพ (multiple feedstock)

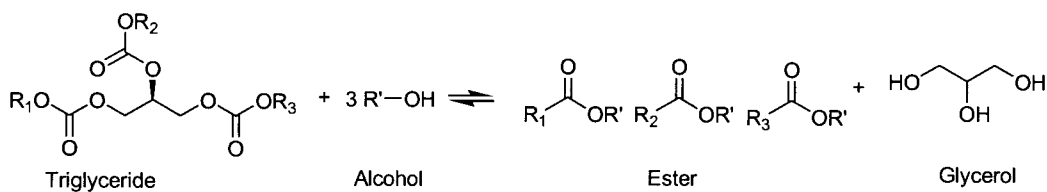
การทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน 2 ครั้งหรือมากกว่า จะใช้ในอุตสาหกรรมอย่างแพร่หลาย หลังจากการทำปฏิกิริยาครั้งแรก กลีเซอรอลจะถูกแยกออกไปซึ่งคาดหมายว่าน้ำและตัวเร่งปฏิกิริยาส่วนหนึ่ง

รวมถึงสบู่และแอลกอฮอล์จะถูกแยกออกไปด้วย หลังจากนั้นจึงมีการเติมแอลกอฮอล์และตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มเข้ามาใหม่อีกครั้ง ซึ่งปริมาณการใช้แอลกอฮอล์แต่ละครั้งยังไม่ชัดเจนว่าสัดส่วนใดที่เหมาะสม รวมทั้งความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาในแอลกอฮอล์ซึ่งทั้ง 2 ครั้งซึ่งไม่จำเป็นต้องเท่ากัน

การผลิตเมทอกไซด์เป็นกระบวนการที่อันตรายเพราะต้องใช้ความร้อนและเกิดไฮโดรเจน รวมถึงเมทอกไซด์ที่เป็นพิษ ดังนั้นจึงต้องสร้างสภาพการผลิตที่ปลอดภัยให้มากขึ้น

2.5 ปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน (Transesterification)

ทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน ซึ่งมักจะถูกเรียกว่าแอลกอฮอล์ไลซิส (Alcoholysis) เป็นปฏิกิริยาของน้ำมันหรือไขมันกับแอลกอฮอล์ เพื่อทำให้เกิดเป็นเอสเตอ์และกลีเซอรอล หรือเอสเตอ์และเอสเตอ์ (กรณีเกิดเอสเตอ์และได-, โมโนกลีเซอไรด์ซึ่งเป็นเอสเตอ์ชนิดหนึ่ง) ปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน มักจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อเร่งอัตราการเกิดปฏิกิริยาและให้ได้ผลได้ (yield) ของปฏิกิริยาสูง เนื่องจากทรานส์เอสเตอริฟิเคชันเป็นปฏิกิริยาที่ผันกลับได้ (reversible) จึงต้องใช้แอลกอฮอล์ที่มากเกินไป เพื่อให้สมดุลเลื่อนไปทางด้านของผลิตภัณฑ์ไบโอดีเซลให้มากที่สุด ปฏิกิริยานี้แสดงไว้ดังภาพ 2.2



ภาพ 2.2 ปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันของไตรกลีเซอไรด์และแอลกอฮอล์

แอลกอฮอล์ที่ใช้จะเป็นแอลกอฮอล์ปฐมภูมิหรือทุติยภูมิสายโซ่ตรงที่มีหมู่ OH เพียงหมู่เดียว มีอะตอมคาร์บอน 1-8 อะตอม และที่นิยมใช้กันก็คือ เมทานอล เอทานอล โพรพานอล บิวทานอล และเอมีลแอลกอฮอล์ (amyl alcohol) แต่ที่ใช้กันมากที่สุด คือเมทานอลและเอทานอล โดยเฉพาะเมทานอล เนื่องจากมีราคาถูกและมีข้อได้เปรียบเชิงฟิสิกส์และเชิงเคมีในตัวของมันเอง จากการเป็นแอลกอฮอล์ที่มีขั้วและมีใช้สั้นที่สุด ทำให้มันสามารถเกิดปฏิกิริยากับไตรกลีเซอไรด์ได้อย่างรวดเร็วและละลายตัวเร่งปฏิกิริยาแอลคาไลน์ได้ง่าย โดยตามสัดส่วนปริมาณสัมพันธ์ (stoichiometry) ของการเกิดปฏิกิริยาเคมีนั้นจำเป็นต้องใช้แอลกอฮอล์ต่อไตรกลีเซอไรด์ในสัดส่วน 3:1 โมล (ดังสมการภาพ 2.2) แต่ในทางปฏิบัติจำเป็นต้องใช้ในแอลกอฮอล์ในสัดส่วนที่สูงกว่านี้ เพื่อเลื่อนสมดุลให้ก่อเกิดเป็นเอสเตอ์ที่มากขึ้น ปฏิกิริยานี้สามารถใช้ตัวเร่ง



ปฏิกิริยาที่เป็นกรด แอลคาไลน์(ต่าง) หรือเอนไซม์ได้ โดยแอลคาไลน์ที่ใช้ก็เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ สารประกอบคาร์บอเนต สารประกอบออกไซด์และแอลคอกไซด์ (alkoxides) ของ โซเดียมและโพแทสเซียม เช่นโซเดียมเมทอกไซด์ (sodium methoxide) โซเดียมเอทอกไซด์ (sodium ethoxide) เป็นต้น ส่วนกรดที่มักใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาก็คือ กรดซัลฟิวริกหรือกรดกำมะถัน (sulfuric acid) กรดซัลโฟนิค (sulfonic acid) และกรดเกลือ (hydrochloric acid) ส่วนไลเปส (lipase) ก็เช่นNovozym 435 ซึ่งมีจุดเด่นในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชีวภาพ ปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันที่ใช้แอลคาไลน์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เกิดขึ้นเร็วกว่าใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและมักใช้กันในเชิงอุตสาหกรรม

สำหรับปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันที่ใช้แอลคาไลน์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ต้องใช้ไตรกลีเซอไรด์ และแอลกอฮอล์ที่ปราศจากน้ำหรือมีน้ำน้อยที่สุด เพราะน้ำจะช่วยในการเกิดปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชัน (saponification) ปฏิกิริยานี้ทำให้เกิดสบู่ สบู่ที่เกิดขึ้นจะทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยามีปริมาณน้อยลง ผลได้ (yield) ของเอสเตอริต่ำลง การแยกเอสเตอริและกลีเซอรอลจะยากขึ้น รวมไปถึงการทำบริสุทธิ์ไบโอดีเซลด้วยการล้างด้วยน้ำ ซึ่งจะล้างได้ยากขึ้น สารป้อน (feedstock) ไตรกลีเซอไรด์ที่มีกรดไขมันอิสระปะปนอยู่ในปริมาณเล็กน้อย จะเป็นสารป้อน ที่ดีสำหรับปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันที่ใช้แอลคาไลน์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยหากสารป้อนไตรกลีเซอไรด์มีน้ำและกรดไขมันอิสระอยู่สูงมาก ควรเลือกใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแทน หรือต้องทำสารป้อนให้บริสุทธิ์ขึ้นด้วยการกลั่นลำดับส่วน หรือผ่านปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชันเพื่อเปลี่ยนกรดไขมันอิสระเป็นสบู่ก่อนแล้วแยกสบู่ออกไป หลังจากนั้นจึงทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันโดยใช้แอลคาไลน์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันของไตรกลีเซอไรด์แล้ว ผลผลิตที่ได้จะเป็นสารผสมที่ประกอบด้วยเอสเตอริ กลีเซอรอล แอลกอฮอล์ ตัวเร่งปฏิกิริยา น้ำ สบู่และ ไตร- ได- และโมโนกลีเซอไรด์ที่ทำปฏิกิริยาไม่หมด การทำไบโอดีเซลให้บริสุทธิ์นั้นไม่ใช่สิ่งที่ทำได้โดยง่าย ในเชิงกายภาพ เพราะมีสิ่งปนเปื้อน (impurity) หลายชนิดในไบโอดีเซล เช่น ไตร-, ได- และโมโนกลีเซอไรด์ มีสมบัติเชิงกายภาพใกล้เคียงกับเอสเตอริ สารปนเปื้อนบางชนิด เช่นโมโนกลีเซอไรด์เป็นสาเหตุให้เกิดความขุ่น (turbidity) ซึ่งจะเกิดผลึกขึ้นในสารผสมของเอสเตอริ ปัญหาเช่นนี้พบได้ชัดเจนโดยเฉพาะอย่างยิ่งการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันของไขมันสัตว์ เช่น จากไขมันวัว เป็นต้น

2.5.1 ปัจจัยที่มีผลต่อปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน

2.5.1.1 ความชื้น (Moisture) และกรดไขมันอิสระ (Free fatty acid)

วัตถุดิบเริ่มต้นใช้ไตรกลีเซอไรด์ในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันที่ใช้ต่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จะต้องมีปริมาณกรดไขมันอิสระต่ำกว่า 1% หากปริมาณกรดไขมันอิสระมากกว่า 1% จำเป็นต้องกำจัดกรด



ไขมันอิสระออกโดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ทำปฏิกิริยาให้เป็นกลางหรือเปลี่ยนกรดไขมันอิสระให้เป็นเอสเทอร์เสียก่อน เพราะถ้าไม่กำจัดกรดไขมันอิสระออกจะทำให้เกิดสบู่ขึ้นซึ่งมีผลดังนี้

- มีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นและลดประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา
- เพิ่มค่าความหนืดและเกิดเจล
- การแยกกลีเซอรินยากมากขึ้น

2.5.1.2 สัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อแอลกอฮอล์ (molar ratio)

ปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันจะเป็นไปตามปริมาณสัมพันธโดยใช้แอลกอฮอล์ 3 โมล ทำปฏิกิริยากับไตรกลีเซอไรด์ 1 โมล เพื่อให้เกิดผลได้ คือ เอสเตอริฟิเคชัน 3 โมล และกลีเซอริน 1 โมล อัตราเร็วของการเกิดปฏิกิริยาแปรตามความเข้มข้นของสารเข้าทำปฏิกิริยา แต่การใช้แอลกอฮอล์มากเกินไป ทำให้ต้องมีค่าใช้จ่ายในการแยกคืนแอลกอฮอล์กับมาใช้ใหม่มากขึ้น และอุปกรณ์มีขนาดใหญ่มากขึ้น ดังนั้นจึงจำเป็นต้องหาอัตราส่วนที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยานี้

2.5.1.3 ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst)

ตัวเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน ประกอบด้วย

- ตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทต่าง เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ โซเดียมเมทอกไซด์ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์
- ตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทกรด เช่น กรดซัลฟิวริก กรดฟอสฟอริก และกรดไฮโดรคลอริก
- ตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทเอนไซม์ เช่น เอนไซม์ไลเปส

ตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทต่างในปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันจะเกิดเร็วกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทกรด แต่น้ำมันมีปริมาณกรดไขมันอิสระและปริมาณน้ำที่สูงตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทกรดจะเหมาะสมกว่า (Ma และ Hanna, 1999)

การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมกับชนิดวัตถุดิบมีความสำคัญ เพราะมีข้อจำกัดของตัวเร่งปฏิกิริยาเอง เช่น โซเดียมเมทอกไซด์ ไม่เหมาะที่จะใช้กับระบบที่มีปริมาณน้ำสูง และโซเดียมเมทอกไซด์มีราคาสูง ต้องนำเข้าจากต่างประเทศ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ทำให้เฟสกลีเซอรอลเป็นของเหลวเหมาะในการดำเนินการในระบบแบทช์ แต่มีค่าใช้จ่ายสูงกว่าโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2 เท่า สำหรับโซเดียมไฮดรอกไซด์ สามารถผลิตได้ในประเทศจึงมีราคาถูก แต่เฟสกลีเซอรอลเป็นของแข็งเมื่ออุณหภูมิต่ำจึงเหมาะกับระบบการผลิตแบบต่อเนื่อง

2.5.1.4 เวลาในการทำปฏิกิริยา (Reaction time)

อัตราการเปลี่ยน (conversion) จะแปรกับเวลาทำปฏิกิริยา แต่การเพิ่มขึ้นของการเปลี่ยนจะลดลงตามเวลาเช่นกัน ดังนั้นการหาระยะเวลาที่เหมาะสมจึงมีความสำคัญในเชิงเศรษฐศาสตร์มาก

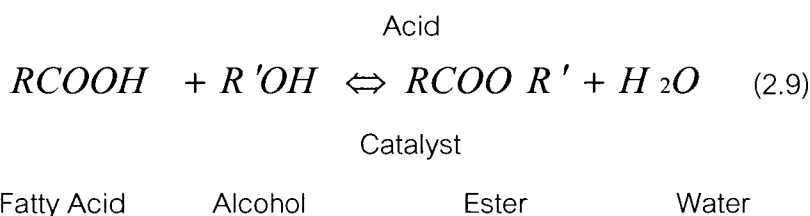


2.5.1.5 อุณหภูมิการเกิดปฏิกิริยา (Reaction temperature)

ปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันใช้อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาแตกต่างกันขึ้นอยู่กับชนิดน้ำมันที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา และแอลกอฮอล์ที่เข้าทำปฏิกิริยา ปฏิกิริยาโดยทั่วไปจะเกิดเร็วขึ้นตามอุณหภูมิที่สูงขึ้น หากดำเนินการที่ความดันบรรยากาศมักใช้ที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดเดือดของแอลกอฮอล์บริสุทธิ์เล็กน้อย และถ้าต้องการใช้อุณหภูมิที่สูงกว่านี้ จะกระทำในภาชนะทนความดันสูงในระบบปิด เพราะแอลกอฮอล์จะกลายเป็นไอ หรือต้องติดตั้งระบบควบแน่นไอแอลกอฮอล์เพื่อป้องกันการสูญเสียแอลกอฮอล์ออกนอกระบบ

2.6 ปฏิกิริยาเอสเตอริฟิเคชัน (Esterification)

เอสเตอริฟิเคชัน เป็นปฏิกิริยาของกรดไขมันกับแอลกอฮอล์โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาให้กลายเป็นเอสเตอร์ มีสมการทั่วไปดังนี้



โดยทั่วไปจะใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเอสเตอริฟิเคชันเป็นปฏิกิริยาผันกลับได้ ดังนั้นต้องมีการดึงน้ำออกเพื่อให้ปฏิกิริยาดำเนินไปทางด้านขวามือเพื่อเพิ่มผลได้ (yield) ของเอสเตอร์ ปฏิกิริยาเอสเตอริฟิเคชันสามารถประยุกต์มาใช้ในการรวมวิธีลดกรดไขมันอิสระในน้ำมันปาล์มดิบให้เป็นเอสเตอร์ได้เป็นอย่างดี

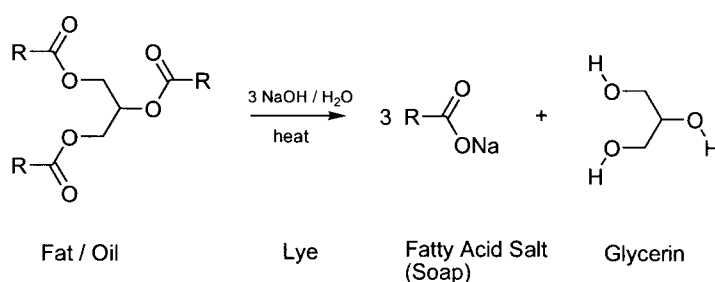
โครงสร้างทางเคมีของแอลกอฮอล์ กรดไขมัน และตัวเร่งปฏิกิริยากรด ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเอสเตอริฟิเคชัน ต่างก็มีผลต่ออัตราของปฏิกิริยาทั้งสิ้น แอลกอฮอล์แบบปฐมภูมิ เช่นเมทานอลและเอทานอล สามารถทำปฏิกิริยาได้อย่างรวดเร็ว เพราะมันมีขนาดค่อนข้างเล็กและไม่มีโซ่คาร์บอนด้านข้าง (side chain) ที่จะกีดขวางการเกิดปฏิกิริยา ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้มักเป็นกรดสามัญทั่วไป คือกรดเกลือและกรดซัลฟิวริกเพราะเป็นกรดแก่ เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยา ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดจะถูกทำให้เป็นกลาง (neutralize) เพื่อแยกออกจากผลผลิต นักเคมีชาวเยอรมันในระหว่างสงครามโลกครั้งที่สอง ได้พัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยากรดที่เป็นของแข็งหรือเรซินแลกเปลี่ยนประจุ (ion exchange resin) สำหรับใช้ในการผลิตเอสเตอร์ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นของแข็งเหล่านี้จะใช้งานได้ดีกับเอสเตอร์ที่ไวต่อกรดเท่านั้น และมันจะถูกแยกออกจากผลผลิตโดยการกรอง

ในระดับอุตสาหกรรม มีการผลิตสารเอสเตอร์เหล่านี้ด้วยกระบวนการแบบแบทช์หรือแบบต่อเนื่อง กระบวนการแบบแบทช์จะประกอบด้วยถึงปฏิกิริยาเดี่ยว ซึ่งเติมสารเข้าทำปฏิกิริยา (reactants) ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดและแอลกอฮอล์เข้าไปเมื่อเริ่มทำปฏิกิริยา เมื่อปฏิกิริยาดำเนินไปน้ำที่เกิดขึ้นจะถูกแยก

นอกจากระบบ กระบวนการแบบเบทซ์มักต้องการถังปฏิกรณ์ขนาดใหญ่ที่สามารถบรรจุสารเข้าทำปฏิกิริยาทั้งหมดไว้ได้ กระบวนการแบบต่อเนื่องสำหรับผลิตเอสเทอร์ได้รับการจดสิทธิบัตรในปี 1921 และใช้กันอย่างกว้างขวางในการผลิตเอสเทอร์ปริมาณมากๆ กระบวนการนี้ได้ป้อนกระแสของสารเข้าทำปฏิกิริยาทั้งหมดเข้าไปในถังปฏิกรณ์อย่างต่อเนื่อง ขณะเดียวกันก็ดึงผลผลิตออกมาด้วย เอสเทอร์ฟิเคชันแบบต่อเนื่องมีข้อดีคือสามารถผลิตผลผลิตจำนวนมากด้วยเวลาอันสั้น

2.7 ปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชัน (saponification)

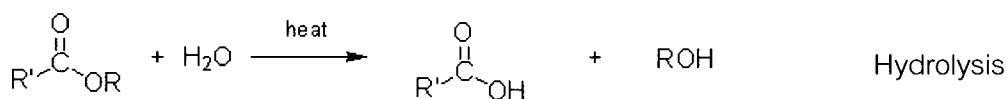
กระบวนการสะพอนิฟิเคชันเป็นกระบวนการผลิตสบู่ซึ่งตามปกติใช้ไขมันและด่าง ในเชิงเทคนิคแล้ว สะพอนิฟิเคชันคือการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของไตรกลีเซอไรด์ (ซึ่งจัดเป็นเอสเทอร์ของกรดไขมัน) ด้วยเบส (ปกติใช้โซดาไฟ) เกิดเป็นเกลือคาร์บอกซิเลตและกลีเซอรอล ดังภาพ 2.3

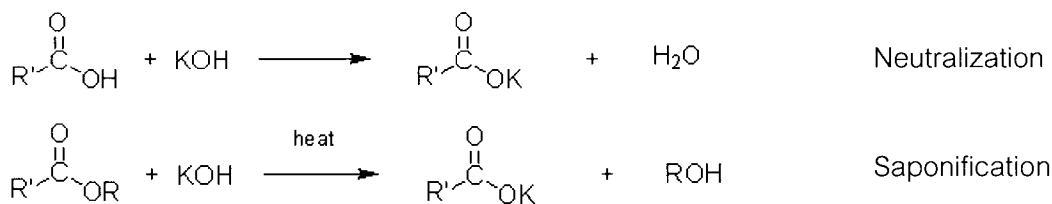


ภาพ 2.3 ปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชันของไตรกลีเซอไรด์

ค่าสะพอนิฟิเคชัน (saponification value) คือปริมาณของเบสที่จำเป็นต้องใช้ในการทำปฏิกิริยาเกิดเป็นสบู่ของตัวอย่างไขมัน ซึ่งสามารถใช้ระบุจำนวนโมลของกรดไขมันต่อน้ำหนักน้ำมันได้

ปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชันเป็นปฏิกิริยารวมของปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเอสเทอร์และปฏิกิริยาสะเทินกรด-เบส ซึ่งเป็นปฏิกิริยาผันกลับไม่ได้ ดังภาพ 2.4





ภาพ 2.4 กลไก 2 ขั้นตอนของปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชันของเอสเตอ์

ปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชันเป็นปฏิกิริยาข้างเคียงที่สำคัญมาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งในการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแอลคาไลน์เอกพันธ์ เพราะตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกใช้หมดไปด้วยการถูกเปลี่ยนไปเป็นสบู่ ส่งผลให้ร้อยละการเปลี่ยน (% conversion) ต่ำ และสบู่จะขัดขวางการทำปฏิกิริยาและการแยกชั้นของกลีเซอรอลจากเฟสไบโอดีเซลอีกด้วย

ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเอสเตอ์ในสภาวะเป็นกรด เป็นปฏิกิริยาผันกลับของปฏิกิริยาเอสเตอ์ฟิเคชัน ดังนั้นจึงเป็นการยากที่จะเปลี่ยนกรดไขมันอิสระให้เป็นเอสเตอ์โดยมีร้อยละการเปลี่ยนที่สูงมาก ๆ

2.8 การแยกคีนแอลกอฮอล์

การแยกคีนแอลกอฮอล์ในการผลิตไบโอดีเซลเป็นเรื่องที่สำคัญมาก เพราะจัดเป็นต้นทุนวัตถุดิบที่มีราคาสูง โดยในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอ์ฟิเคชันที่ใช้แอลคาไลน์เป็นตัวเร่ง ปฏิกิริยาจะใช้แอลกอฮอล์เกินพอประมาณ 100% ซึ่งแอลกอฮอล์ที่เหลือจากการทำปฏิกิริยานี้ ถ้าเป็นเมทานอลจะกระจายตัวอยู่ในเฟสไบโอดีเซลประมาณ 40% และเฟสกลีเซอรอลประมาณ 60%

การแยกแอลกอฮอล์ออกจากไบโอดีเซลและกลีเซอรอลอาจทำได้หลายกรรมวิธี เช่น การระเหยแบบแฟลช (flash evaporation) การกลั่น และการล้างด้วยน้ำ โดยสารผสมเมทานอล/ไบโอดีเซล และเมทานอล/กลีเซอรอล จะไม่เป็นสารผสมอุดมคติ โดยมีปฏิสัมพันธ์ระหว่างโมเลกุลกันอยู่ ดังนั้นการแยกเมทานอลให้เหลืออยู่น้อยมาก ๆ จึงเป็นเรื่องที่ยาก

กระบวนการล้างไบโอดีเซลด้วยน้ำ แล้วทำการแยกเมทานอลออกจากน้ำอีกครั้งเป็นกรรมวิธีที่มีราคาสูง เพราะมีน้ำผสมอยู่เป็นสัดส่วนที่สูงมาก ส่วนการกลั่นแยกเมทานอลออกจากไบโอดีเซลนั้นทำได้ไม่ยาก แต่หากลั่นลำดับส่วนเป็นอุปกรณ์ที่ซับซ้อนทั้งการควบคุมและดำเนินการ ดังนั้นจึงมีค่าดำเนินการที่สูง ในระหว่างทางเลือกเหล่านี้ การระเหยแบบแฟลชจะเป็นทางออกที่ดีกว่า โดยการแยกเมทานอลให้เหลืออยู่ในไบโอดีเซลในจำนวนที่น้อยมากนั้น ต้องใช้กระบวนการระเหยหลายขั้นตอน ซึ่งรวมทั้งการระเหยภายใต้สุญญากาศด้วย ดังนั้นการตัดสินใจกำหนดอุปกรณ์ในกระบวนการแยกคีนทั้งหมดจะพิจารณาจาก 1) ปริมาณเมทานอลที่มากเกินพอในไบโอดีเซล 2) ค่าเมทานอลที่จะกำหนดให้คงเหลือ



ในไบโอดีเซล 3) สาธารณูปโภคด้านความร้อนที่มีอยู่ (การให้ความร้อนและการทำให้เย็น) 4) วัสดุที่ใช้สร้างอุปกรณ์

เมทานอลที่แยกคืนได้ในการระเหยนี้ มักจะมีน้ำผสมอยู่เกินมาตรฐานที่จะนำไปใช้ใหม่ในกระบวนการผลิต จึงต้องทำให้บริสุทธิ์มากขึ้นด้วยการกลั่นหรือการดูดซับด้วย Molecular sieve ซึ่งพิจารณาทางเลือกเหล่านี้จะดูจากปริมาณน้ำที่มีอยู่ในเมทานอลรวมทั้งขนาด กำลังการผลิตด้วย

Zhou และ Boocock (2006) ศึกษาการกระจายตัวของแอลกอฮอล์ กลีเซอรอล เอสเตอร์ สบูโซเดียม ในปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันของน้ำมันถั่วเหลืองด้วยการจำลองแบบ พบว่าเมื่อผสมเอสเตอร์ กลีเซอรอล และแอลกอฮอล์เข้าด้วยกันด้วยการเขย่าอย่างรุนแรงแล้วปล่อยให้แยกชั้น จะไม่พบเอสเตอร์ในเฟสกลีเซอรอล เพราะไม่มี ได-, โมโนกลีเซอไรด์ซึ่งเป็นสารอิมัลซิฟายเออร์อยู่ในระบบ เหมือนกระบวนการผลิตไบโอดีเซลจริง และเมื่อจำลองแบบด้วยการเพิ่มตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมเมทอกไซด์เข้าไป การกระจายตัวในเฟสทั้งสองแสดงได้ในตารางต่อไปนี้

ตาราง 2.5 การกระจายตัวของแอลกอฮอล์ กลีเซอรอล เอสเตอร์ สบูโซเดียม ในเฟสเอสเตอร์และกลีเซอรอล

	Methanolysis mixture		Ethanolysis mixture	
	Ester-rich phase	Glycerol-rich phase	Ester-rich phase	Glycerol-rich phase
Glycerol	2.3%	97.7%	19.3%	80.7%
Alcohol	42.0%	58.0%	75.4%	24.6%
Ester	99.0%	1.0%	99.0%	1.0%
NaOR	5.8%	94.2%	10.1%	89.9%

เทคโนโลยีที่ใช้ในการแยกคืนแอลกอฮอล์นั้นมีหลากหลายวิธีการ แล้วแต่กระบวนการและการออกแบบอุปกรณ์ เช่นเมื่อใช้ NaOH เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ถึงเก็บกลีเซอรอลดิบจะถูกอุ่นให้มีอุณหภูมิในช่วง 55-60 °C เพื่อป้องกันการแข็งตัวของกลีเซอรอล และกลีเซอรอลจะถูกปรับให้มี pH ประมาณ 6 ก่อนผ่านเข้าเครื่องระเหย ซึ่งด้านบนอาจออกแบบให้มีคอลัมน์ซึ่งบรรจุวัสดุบรรจุชนิดพิเศษไว้ ไอที่ระเหยออกจากเฟสกลีเซอรอลจะผ่านคอลัมน์นี้ก่อนที่จะผ่านเข้าไปยัง เครื่องควบแน่น และส่วนหนึ่งของเมทานอลที่ควบแน่นได้จะถูกป้อนกลับเป็นรีฟลักซ์กลับมาที่ คอลัมน์อีกครั้ง ซึ่งเป็นการผสมผสานการกลั่นลำดับส่วนเข้ากับเครื่องทำระเหย โดยเมทานอลส่วนที่เหลือจากการป้อนกลับเป็นรีฟลักซ์ จะถูกทำให้เย็นแล้วนำเข้าถังเก็บเพื่อนำไปใช้ต่อไป

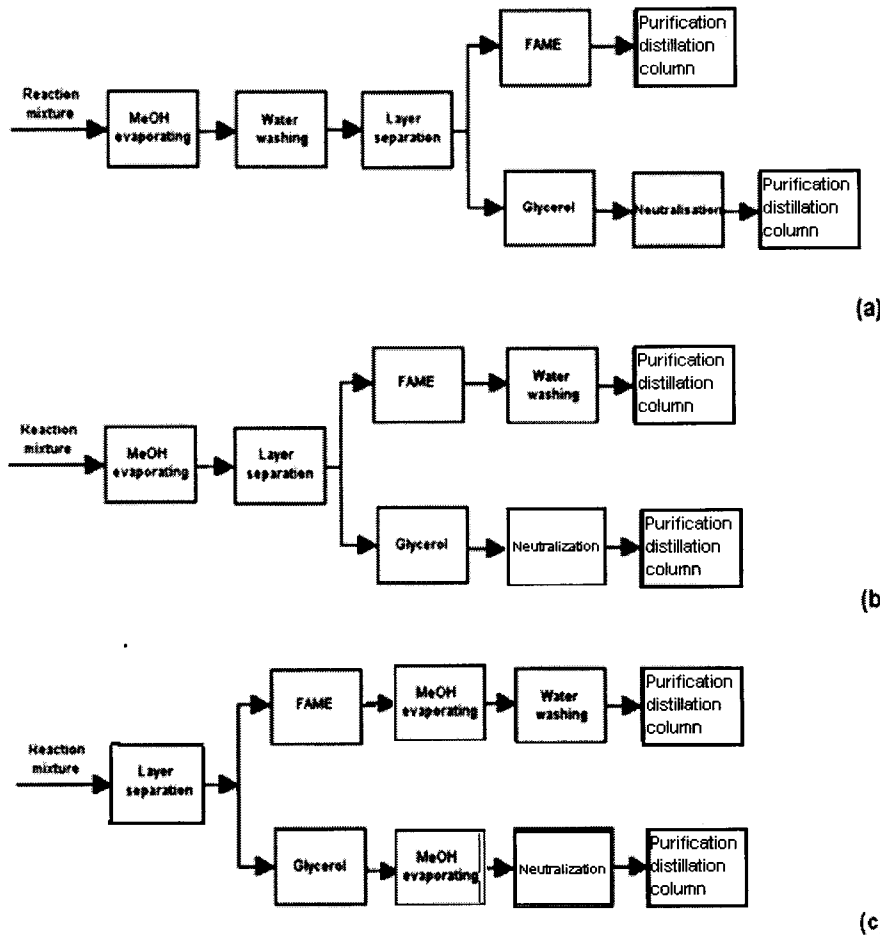


2.9 การล้าง (washing)

การล้างเป็นขั้นตอนที่สำคัญมากประการหนึ่ง เพราะเป็นขั้นตอนขจัดสิ่งปนเปื้อนที่ไม่ต้องการที่มีอยู่ในผลผลิตไบโอดีเซล หลังทำปฏิกิริยาแล้วให้เหลือน้อยที่สุด สิ่งปนเปื้อนเหล่านี้ได้แก่ สบู่ แอลกอฮอล์ กลีเซอรอลอิสระ และตัวเร่งปฏิกิริยาหากยังหลงเหลืออยู่ ขั้นตอนการล้างนี้เป็นขั้นตอนสำคัญเพราะการสูญเสียผลได้ (yield) จะเกิดขึ้นในขั้นตอนนี้มาก

ขั้นตอนการล้างจะเกิดขึ้นหลังขั้นตอนการแยกคีนแอลกอฮอล์ด้วยการระเหยออกหลายครั้งหรือในบางเทคโนโลยี อาจล้างก่อนการแยกคีนแอลกอฮอล์ โดยนำน้ำล้างและเฟสกลีเซอรอลไประเหยแยกคีนแอลกอฮอล์ในขั้นตอนเดียว แต่แอลกอฮอล์ที่แยกคีนได้จะมีปริมาณน้ำอยู่สูง ซึ่งเป็นภาระในการกลั่นแยกแอลกอฮอล์ให้บริสุทธิ์ต่อไป ในอุตสาหกรรมอาจมีขั้นตอนการล้างที่ต่างกัน ดังแสดงในภาพ 2.5 คือ

- แยกคีนแอลกอฮอล์, ล้างรวมทั้งเฟสเอสเทอร์และกลีเซอรอล, แยกชั้นของเฟสเอสเทอร์และกลีเซอรอลออกจากกัน แล้วตามด้วยการทำบริสุทธิ์แต่ละเฟส
- แยกคีนแอลกอฮอล์, แยกเฟสเอสเทอร์และกลีเซอรอลออกจากกัน แล้วจึงล้างเฉพาะเฟสเอสเทอร์ ส่วนเฟสกลีเซอรอลนำไปทำการสะเทินแล้วทำให้บริสุทธิ์ต่อไป
- แยกเฟสเอสเทอร์ออกจากกลีเซอรอลหลังทำปฏิกิริยาทันที แยกคีนแอลกอฮอล์ในแต่ละเฟส แล้วจึงล้างเฉพาะเฟสเอสเทอร์ ส่วนเฟสกลีเซอรอลนำไปทำการสะเทินแล้วทำให้บริสุทธิ์ต่อไป



ภาพ 2.5 ระบบการล้างไบโอดีเซลในอุตสาหกรรม

ในการผลิตเชิงอุตสาหกรรมมักทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันมากกว่า 1 ครั้ง ส่วนใหญ่จะใช้ 2 ครั้ง และบางเทคโนโลยีใช้ถึง 3 ครั้ง สัดส่วนการเติมแอลกอฮอล์และตัวเร่งปฏิกิริยาในแต่ละสแตจจะแตกต่างกันไปตาม แต่ละเทคโนโลยี แต่ในบทความวิชาการมักนำเสนอโดยการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน 2 ครั้ง โดยแบ่งแอลกอฮอล์ใช้ในสแตจแรก 70% และในสแตจที่สอง 30% ซึ่งยังไม่สามารถสรุปได้ว่าเป็นการผลิตที่มีประสิทธิภาพมากที่สุด

ในอุตสาหกรรมนั้น การแยกเฟสเอสเทอร์และเฟสกลีเซอรอลมักใช้อุปกรณ์เครื่องเหวี่ยงแยก ในการแยกแต่ละสแตจอาจมีการเติมน้ำลงไปด้วยเล็กน้อย เทคนิคเหล่านี้ไม่ได้ทำการเผยแพร่ในวงกว้าง ดังนั้นการล้างไบโอดีเซลจะเกิดหลังการแยกเฟสแล้วเป็นส่วนใหญ่ การล้างแบบรวมทั้งสองเฟสเกือบไม่มีการดำเนินการแล้วในปัจจุบัน ในเรื่องการล้างไบโอดีเซลนี้มีงานวิจัยออกมาไม่มากนัก เนื่องจากเป็นกรรมวิธีที่รู้จักกันดีแล้ว และเนื่องจากการล้างด้วยน้ำจะมีน้ำเสียที่ต้องบำบัด จึงมีเทคโนโลยีการล้างแบบแห้งโดยใช้



สารดูดซับทั้งสบู่ แอลกอฮอล์ กลีเซอรอล และตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหลือขึ้นมาเป็นทางเลือกในการใช้งานด้วยการล้างแบบแห้งนี้นิยมใช้ในอุตสาหกรรมเช่นกัน

2.9.1 การล้างด้วยน้ำ

การล้างด้วยน้ำเป็นกระบวนการที่ดำเนินการในอุตสาหกรรม โดยต่อท่อน้ำและท่อไพออดีเซลเข้า static mixer และใช้เครื่องเหวี่ยงแยกมาแยกไพออดีเซลออกจากน้ำ ดังนั้นจึงใช้น้ำล้างในจำนวนที่น้อยกว่าการล้างปกติ น้ำที่ใช้ล้างอาจเป็นน้ำอุ่นอุณหภูมิ 50-60 องศาเซลเซียส ซึ่งช่วยล้างสบู่ออกจากไพออดีเซลได้ดีขึ้น การล้างด้วยเครื่องเหวี่ยงจะรวดเร็ว ใช้น้ำน้อย และสูญเสียผลได้ไพออดีเซลไปกับน้ำเสียน้อยกว่าการล้างน้ำจะล้างกันประมาณ 2 ครั้ง ปริมาณน้ำที่ใช้ล้างรวมทั้งหมดประมาณ 20% ของปริมาณไพออดีเซลที่ผลิตได้

ในการล้างแบบปกตินั้น ต้องใช้เทคนิคพิเศษคือในการกวนน้ำเข้ากับเฟสไพออดีเซลนั้นจะต้องไม่กวนอย่างรุนแรง เพราะปริมาณสบู่จำนวนมากที่อยู่ในไพออดีเซลจะสร้างไมเซลล์ระหว่างน้ำกับไพออดีเซลเกิดเป็นอิมัลชัน ซึ่งการสลายอิมัลชันอาจใช้การอุ่นไพออดีเซลให้ร้อนอีกครั้งแล้วอิมัลชันจะค่อยๆ สลายตัวไปเองอย่างช้า ๆ

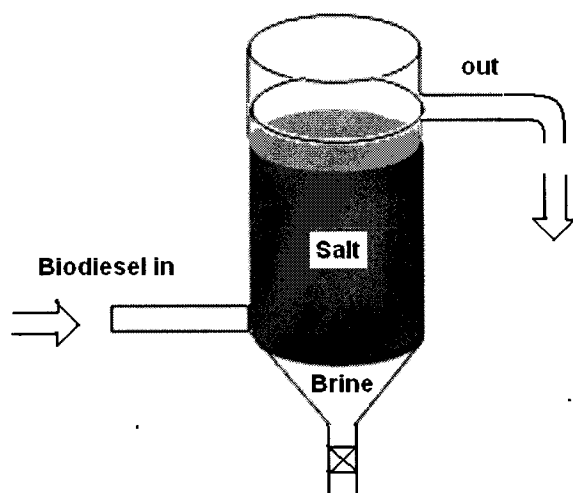
การล้างในการผลิตแบบแบทช์ ซาคริตและคณะ 2545 ได้ใช้เทคนิคการล้างหลายครั้งด้วยการพ่นน้ำอุ่นให้เป็นละอองตกผ่านจากด้านบน ของไพออดีเซลที่ถ่ายเอากลีเซอรอลออกแล้ว ซึ่งในระหว่างที่หยดน้ำตกผ่านชั้นไพออดีเซลก็จะละลายเอาสบู่ออกมาด้วย น้ำจะมารวมตัวอยู่ที่ด้านล่าง และเมื่อออกแบบถึงให้ เป็นก้นกรวย เราจะสามารถถ่ายน้ำล้างออกมาได้ หลังจากรอให้เฟสของชั้นน้ำแยกตัวจากเฟสไพออดีเซล ในช่วงเวลาประมาณ 15 นาที ทำการล้างด้วยน้ำประมาณ 5 ครั้ง น้ำที่ใช้ล้างแต่ละครั้งประมาณ 20% โดยปริมาตรของไพออดีเซลในถัง และในครั้งที่ 3, 4 และ 5 สามารถเปิดเครื่องกวนเพื่อให้ น้ำได้สัมผัสกับไพออดีเซลอย่างทั่วถึง เพราะปริมาณสบู่ส่วนใหญ่ออกไปกับน้ำล้างใน 2 ครั้งแรกไปมากแล้ว และสบู่ที่เหลือ น้อยจะไม่สร้างอิมัลชันขึ้น

เทคนิคการล้างอีกวิธีที่ใช้กันมาก คือการกวนด้วยฟองอากาศเบา ๆ ด้วยการเปิดปั๊มอากาศไว้ ตลอดคืน โดยใช้น้ำล้างในปริมาตรเดียวกันกับปริมาตรไพออดีเซล แล้วจึงถ่ายน้ำล้างออกในอีกวันหนึ่ง วิธีการนี้ก็นิยมใช้กันมากในการผลิตขนาดเล็ก ๆ

หลังจากล้างน้ำแล้วก็ป็นขั้นตอนการทำแห้ง ซึ่งควรทิ้งไว้ให้น้ำแยกชั้นไปอยู่ด้านล่างก่อนให้มากที่สุด การทำให้แห้งทั่วไปทำด้วยการให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 120°C เป็นเวลานานมากกว่า 2 ชั่วโมง ซึ่งหากสามารถดำเนินการขจัดน้ำออกภายใต้สุญญากาศได้ก็จะทำให้ลดเวลาการดำเนินการลงได้มาก

ในความเข้าใจของบุคคลทั่วไปจะเข้าใจว่าน้ำจะกลายเป็นไอที่อุณหภูมิ 100°C ซึ่งจะเป็นจริงในสถานะน้ำบริสุทธิ์เท่านั้น แต่ในกรณีสารผสมหรือสารละลาย การกลายเป็นไอของน้ำจะยากขึ้นมากและยากมากในกรณีที่มีปริมาณน้ำเหลือน้อยมากๆ โดยเฉพาะอย่างยิ่งหากต้องการแยกน้ำออกจากสารประกอบประเภทมีสภาพขั้วจะยากมาก ดังนั้นไบโอดีเซลซึ่งมีสภาพขั้วที่สูงกว่าปิโตรเลียมดีเซลจึงขจัดน้ำออกได้ยากกว่า

สถานวิจัย ฯ ได้พัฒนาระบบทำแห้งหลังการล้างด้วยน้ำด้วยการใช้เกลือเป็นสารดูดซับน้ำในไบโอดีเซล ดังภาพ 2.6



ภาพ 2.6 ระบบทำแห้งหลังการล้างด้วยน้ำด้วยการใช้เกลือเป็นสารดูดซับน้ำในไบโอดีเซล

เกลือทะเลราคาถูกบรรจุในถังพลาสติกกันกรวย ติดท่อใส่วาล์วด้านบน มีท่อป้อนไบโอดีเซลเข้าด้านข้างทางล่าง และมีท่อไบโอดีเซลออกด้านบน ป้อนไบโอดีเซลให้ไหลเข้าถังในอัตราที่ประมาณให้อยู่ในถังเกลือ 10 นาที ไบโอดีเซลจะไหลล้นออกด้านบนเอง น้ำในไบโอดีเซลจะถูกเกลือดูดซับไว้และสะสมเป็นน้ำเกลืออยู่ด้านล่างเพราะหนักกว่า ถ่ายน้ำเกลือออกเป็นครั้งคราว พร้อมเติมเกลือเพิ่มเมื่อเกลือพร่องลง ปริมาณน้ำในไบโอดีเซลจะลดลงเหลือประมาณ 1,000 ppm ซึ่งเกินมาตรฐานเล็กน้อยซึ่งสามารถนำไปใช้งานได้ และหากต้องการให้ได้มาตรฐานคือ ต่ำกว่า 500 ppm สามารถนำไปผ่านถังเรซินมีคุณสมบัติดูดซับน้ำได้ดีต่อไป แต่เรซินนี้มีราคาสูงมาก วิธีการนี้ช่วยลดค่าใช้จ่ายในด้านพลังงานของการระเหยน้ำออกด้วยความร้อน และประหยัดกว่าการดูดซับด้วยเรซินที่พิเศษเฉพาะในการดูดซับน้ำเพียงอย่างเดียว



2.9.2 การล้างแบบแห้ง (Dry Washing)

การล้างแบบแห้งใช้หลักการการดูดซับ (adsorption) ซึ่งในอุตสาหกรรมนิยมใช้แมกนีเซียมซิลิเกต (magnesium silicate) ซึ่งใช้ในชื่อทางการค้าว่าแมกนีซอล (Magnesol) การใช้สารดูดซับมีข้อดีในการดำเนินการที่เร็วและไม่มีปัญหาในการบำบัดน้ำเสียโดยสามารถลดปริมาณสิ่งปนเปื้อนให้เหลือน้อยกว่า 500 ppm ได้ โดยไม่ต้องมีกระบวนการทำแห้งด้วย นอกจากนั้นแมกนีซอลที่ผ่านการใช้งานแล้วสามารถผสมเป็นอาหารสัตว์หรือใช้เป็นเชื้อเพลิงได้

ต่อมา เรซินที่ใช้เป็นสารดูดซับได้ถูกพัฒนาขึ้น แต่ก็มีความไม่ชัดเจนในการประชาสัมพันธ์เพราะพบว่าประสิทธิภาพในการใช้จริงจะต่ำกว่าค่า specification ที่ประกาศไว้ โดยมีประชาสัมพันธ์การใช้งานว่า 1 กิโลกรัมของเรซินจะใช้งานได้กับไบโอดีเซล ประมาณ 1,000 ลิตร

โชคดี มณีรัตน์ 2552 สถานวิจัยและพัฒนา ศึกษาการประยุกต์ใช้ดินฟอกในกระบวนการล้างไบโอดีเซล ชนิด FAME โดยทำการระเหยเมทานอลออกจากไบโอดีเซลก่อน แล้วปล่อยให้สูญตกจนเป็นเวลา 1 วัน พบว่าสามารถลดปริมาณสบู่ในชั้นตอนนี้ได้ 87% การดูดซับสบู่ในไบโอดีเซลด้วยดินฟอกอุตสาหกรรมกระทำในช่วงปริมาณสบู่ 1,000-8,000 ppm ใช้สัดส่วนดินฟอกต่อน้ำหนักไบโอดีเซล 0.25-3.0% อุณหภูมิในการดูดซับจากศึกษาตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึง 120°C พบว่าความสามารถในการดูดซับสบู่ของดินฟอกมีค่าสูงสุดที่ 0.39 กรัมสบู่/กรัมดินฟอก ความสิ้นเปลืองของดินฟอกอยู่ที่ประมาณ 5.5 กิโลกรัม/1,000 ลิตรไบโอดีเซล และมีการสูญเสียไบโอดีเซลไปกับดินฟอกในค่าประมาณน้ำหนักของดินฟอกที่ใช้ และการประยุกต์ใช้ในระบบเบตนิ่งไม่เหมาะสมเพราะอนุภาคดินฟอกมีขนาดเล็กเกินไป

2.9.3 การล้างแบบผสมผสาน

ชาคริตและคณะ 2554 ศึกษากระบวนการล้างไบโอดีเซลโดยกระบวนการล้างด้วยน้ำร่วมกับสารดูดซับระบบ ต่อเนื่อง โดยได้รับทุนวิจัยสนับสนุนจากสำนักงานคณะกรรมการอุดมศึกษา พบว่าเรซินชนิดแลกเปลี่ยนประจุบวกที่ใช้ในเครื่องกรองน้ำ มีความเหมาะสมกว่าการใช้แมกนีซอลและดินฟอก เนื่องจากสามารถฟื้นฟูสภาพและนำกลับมาใช้ใหม่ได้ เมื่อใช้เรซินดูดซับสบู่และกลีเซอรอลในระบบเบตนิ่ง (fixed bed) ถึงดูดซับควรมีอัตราความสูงต่อเส้นผ่านศูนย์กลางในช่วง 1.1-1.3:1 ระบบการล้างประกอบด้วยคอลัมน์เรซิน 2 คอลัมน์ ถึงล้างน้ำ 1 คอลัมน์ และถึงเกลือ 1 คอลัมน์ ไบโอดีเซลหลังการระเหยแอลกอฮอล์ซึ่งเป็นสารป้อนเข้าระบบล้างมีค่าเฉลี่ยของ สบู่ประมาณ 5,000 ppm และพบว่าสามารถลดสบู่ลงได้ 95% ความสามารถในการดูดซับสบู่ของเรซินเท่ากับ 0.28 g Soap/g Resin เรซินสามารถฟื้นฟูสภาพการใช้งานได้ 5 ครั้ง ใช้ปริมาณน้ำล้าง 6.0% โดยปริมาตรของไบโอดีเซล และเมื่อเติมกรดซิตริกในอัตราส่วน 10 กรัมต่อไบโอดีเซล 100 ลิตรลงในน้ำล้าง จะลดปริมาณน้ำล้างเหลือเพียง 3.0% คุณภาพไบโอดีเซล



เช่น กากถ่าน ถ้ำซัลเฟต สิ่งปนเปื้อนทั้งหมด ค่าความเป็นกรด ปริมาณโลหะกลุ่ม 1 และโลหะกลุ่ม 2 มีค่าผ่านเกณฑ์มาตรฐานทั้งหมด

น้ำล้างมีค่า บีโอดีและซีโอดีเท่ากับ 5,800 และ 215,000 ppm ตามลำดับ สามารถบำบัดน้ำเสียด้วยการระเหย น้ำออก โดยการใช้เชื้อเพลิงราคาถูก เช่น ผลผลิตพลอยได้ก๊าสโซลที่ได้จากกระบวนการผลิตไบโอดีเซล หลังระเหยน้ำหมดจะได้ของแข็งที่เป็นเกลือ นำของแข็งไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD พบว่าเป็นส่วนประกอบของเกลือ NaCl , KCl , MgO และ $\text{NaK}_3(\text{SO}_4)_2$

ราคาค่าใช้จ่ายในการทำความสะอาดไบโอดีเซลนั้น พบว่าประมาณ 94% เป็นราคาของเรซิน และเมื่อประเมินราคาค่าใช้จ่ายในการบำบัดทั้งหมด พบว่ากรรมวิธีนี้มีราคาการล้างเท่ากับ 0.53 สตางค์/ลิตรไบโอดีเซล ซึ่งเป็นค่าที่ยอมรับได้



บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 วัตถุดิบและสารเคมี

3.1.1 น้ำมันปาล์มดิบ (Crude Palm Oil, CPO) ซื้อมาจากโรงงานสกัดน้ำมันปาล์มดิบ ของชุมนุมสหกรณ์ชาวสวนปาล์มน้ำมันกระบี่ อำเภออ่าวลึก จังหวัดกระบี่ และจากบริษัท นิว ไบโอดีเซล จำกัด อำเภอท่าฉาง จังหวัดสุราษฎร์ธานี (FFA = 4.43-8.32%)

3.1.2 น้ำมันปาล์มรีไฟน์ (Refined Palm Oil, RBD PO) จากสถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน

3.1.3 น้ำมันปาล์มดิบที่ผ่านกระบวนการเอสเตอริฟิเคชัน (Esterified Palm Oil, EPO) จากกิจกรรมที่ 2

3.1.4 เอทานอล 99.9% (Denatured with Bitrex 10 ppm) ซื้อมาจากผู้ขายภายในประเทศ

3.1.5 โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) 95% เกรดทางการค้า (ประเทศเกาหลี)

3.1.6 กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) 98% เกรดทางการค้า (ประเทศไทย)

3.1.7 โซเดียมเมทอกไซด์ ($NaOCH_3$) ความเข้มข้น 30 wt.% solution in methanol, Evonik Industries, เยอรมันจำหน่ายโดย บริษัท Jebesen & Jessen Chemicals (T) Ltd. (ประเทศไทย)

3.1.8 โพแทสเซียมเมทอกไซด์ ($KOCH_3$) ความเข้มข้น 32 wt.% solution in methanol, Evonik Industries, Evonik Industries, เยอรมัน จำหน่ายโดย บริษัท Jebesen & Jessen Chemicals (T) Ltd. (ประเทศไทย)

3.1.9 เมทานอล เกรดทางการค้า 99.8 wt.% จากบริษัท P-General Co., Ltd. (ประเทศไทย)

3.1.10 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เกรดทางการค้า 98 wt.% จากบริษัท AGC Chemicals Co., Ltd. (ประเทศไทย)

3.1.11 โพแทสเซียมเอทอกไซด์ (KOC_2H_5) ความเข้มข้น 30 wt.% ในเอทานอล เกรดทางการค้า จากบริษัท S.M. Chemicals (ประเทศไทย)

3.2 กิจกรรมที่ 1 วิเคราะห์คุณสมบัติพื้นฐานของน้ำมันปาล์มดิบ

3.2.1 อุปกรณ์ในการดำเนินการ

- อุปกรณ์เครื่องแก้วพื้นฐาน



3.2.2 วิธีดำเนินการวิจัย

- วิเคราะห์กรดไขมันอิสระตามกรรมวิธี AOAC method Ca 5a-40
- วิเคราะห์ปริมาณน้ำตามกรรมวิธี EN ISO 12937
- วิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัสตามกรรมวิธี ASTM D 4961

3.3 กิจกรรมที่ 2 ศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อการผลิตเอทิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มดิบโดยใช้กระบวนการเอสเตอร์ฟิเคชันแบบแบทช์

3.3.1 อุปกรณ์ในการดำเนินการ

- อุปกรณ์เครื่องแก้วพื้นฐาน
- Screw cap Bottle ขนาด 500, 1,000 ml
- Hot Plate Stirrer
- อ่างควบคุมอุณหภูมิ (water bath)

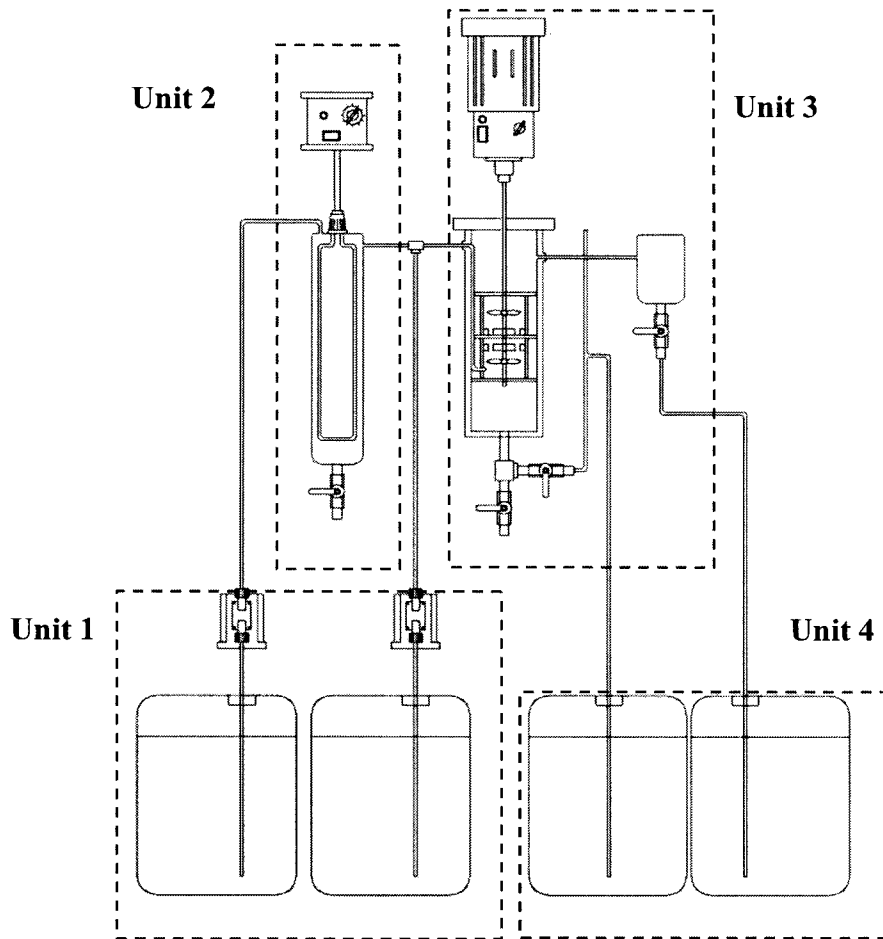
3.3.2 วิธีดำเนินการวิจัย

- ให้ความร้อนแก่น้ำมันปาล์มดิบจนมีอุณหภูมิที่ต้องการในขวด screw cap ซึ่งวางไว้ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ เติมน้ำที่อุณหภูมิห้องละลายตัวเร่งปฏิกิริยากรดซัลฟิวริกในปริมาณที่กำหนดไว้ปิดฝาขวด screw cap เปิดเครื่องกวนแม่เหล็ก ทำการทดลองตามเวลาที่กำหนด นำผลผลิตมาล้างด้วยน้ำหลายครั้ง ระบายน้ำออกแล้ววิเคราะห์ค่ากรดไขมันอิสระ

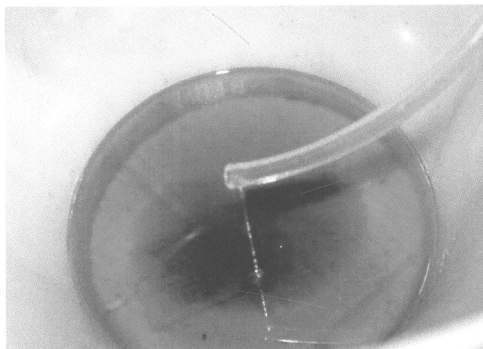
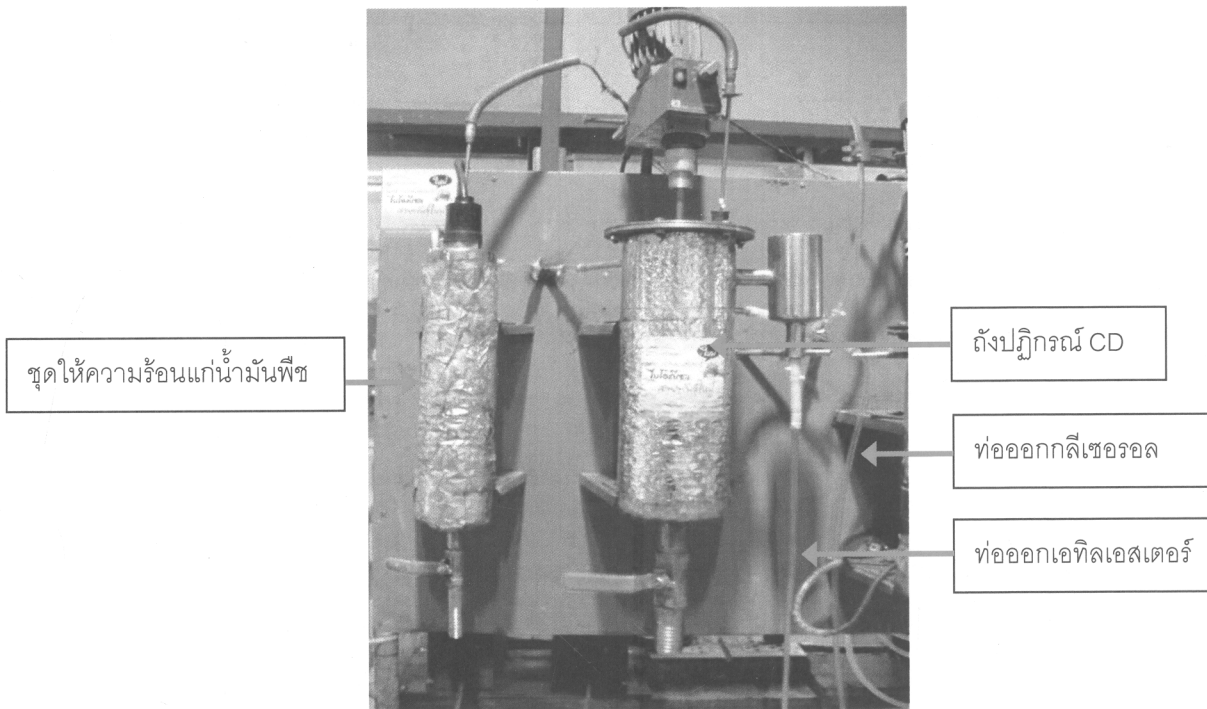
3.4 กิจกรรมที่ 3 ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการผลิตเอทิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มดิบที่ผ่านกระบวนการเอสเตอร์ฟิเคชันที่สภาวะเหมาะสม (ตามกิจกรรมที่ 2) โดยใช้กระบวนการทรานส์เอสเตอร์ฟิเคชัน

3.4.1 อุปกรณ์ในการดำเนินการ

ชุดผลิตเอทิลเอสเทอร์แบบ CD (continuous deglycerolization) process ประกอบด้วยหน่วยย่อยต่างๆ ดังแสดงในภาพ 3.1 และ 3.2



ภาพ 3.1 แสดงส่วนประกอบของชุดผลิตเอทิลเอสเทอร์แบบ CD process



เอทิลเอสเตอ์



กลีเซอรอล

ภาพ 3.2 ชุดผลิตเอทิลเอสเตอ์แบบ CD process

Unit 1 หน่วยเก็บและป้อนวัตถุดิบและสารเคมี

Unit 2 ชุดให้ความร้อนแก่น้ำมันพืช

Unit 3 ถังปฏิกรณ์ทรงสูงซึ่งถูกออกแบบให้เสมือนมีหน่วยสมดุล 2 หน่วย ภายในแบ่งออกเป็นโซนกวนผสม (mixing zone) และโซนสงบ (calming zone) เพื่อให้เกิดการแยกออกของกลีเซอรอล ซึ่งจะไหลสู่ด้านล่างของถังปฏิกรณ์จากคุณสมบัติความหนาแน่นที่สูงกว่า การไหลออกของเอทิลเอสเตอ์และกลีเซอรอลออกแบบให้ใช้หลักการของดุลความดันของของไหล

Unit 4 หน่วยเก็บผลผลิตได้แก่ เอทิลเอสเตอ์และกลีเซอรอล



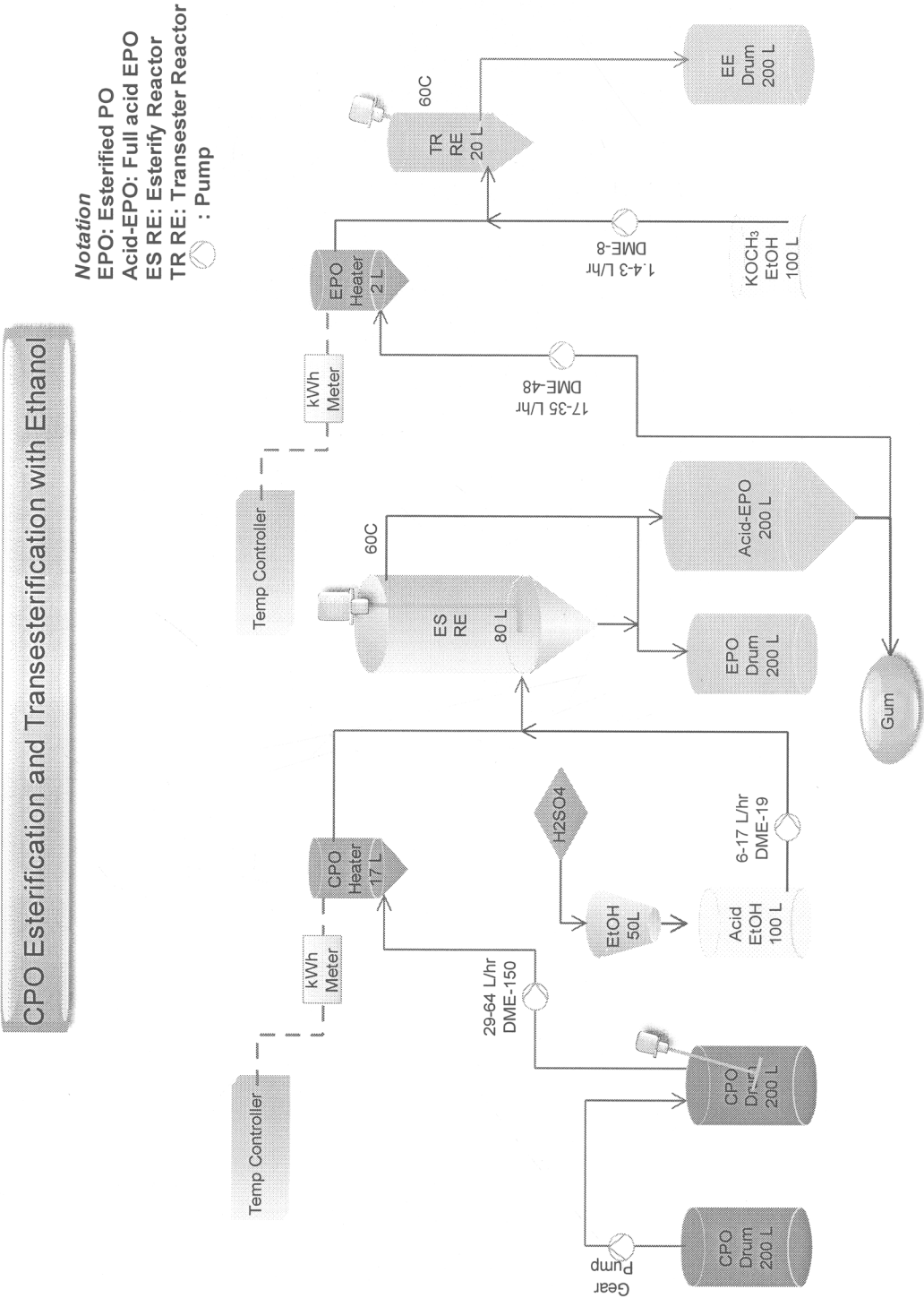
3.4.2 วิธีดำเนินการวิจัย

การทำงานของชุดผลิตเอทิลเอสเทอร์แบบ CD process เริ่มจากป้อนน้ำมันปาล์มดิบ โดยใช้ปั๊มส่งเข้าสู่ชุดให้ความร้อน น้ำมันร้อนจะถูกผสมกับสารเคมีได้แก่สารละลาย $KOCH_3$ ในเอทานอล ในสัดส่วนต่างๆ ที่ต้องการศึกษา แล้วจึงป้อนเข้าสู่ถังปฏิกรณ์เพื่อทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน เมื่อครบกำหนดเวลาที่ต้องการ กลีเซอรอลจะถูกแยกออกมาสู่ถังเก็บกลีเซอรอล และเอทิลเอสเทอร์จะไหลล้นออกจากถังปฏิกรณ์เข้าสู่ถังเก็บเอทิลเอสเทอร์ ตามหลักการของดุลความดันของของไหล เอทิลเอสเทอร์ที่ได้จากชุดผลิตนี้จะต้องเข้าสู่กระบวนการแยกคืนเอทานอล และทำความสะอาดก่อนนำไปวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ และสมบัติทางเชื้อเพลิงอื่นๆ

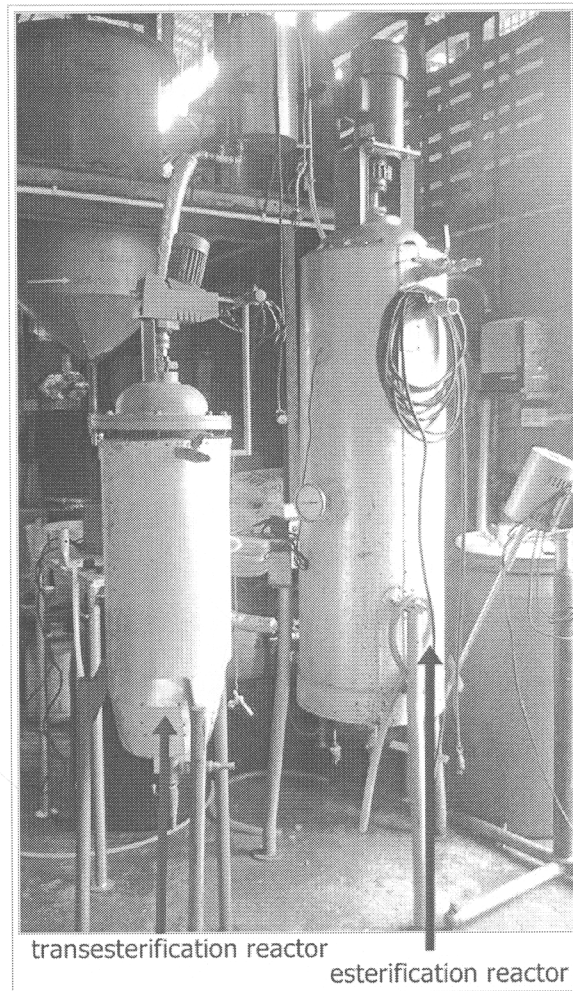
3.5 กิจกรรมที่ 4 ศึกษาการผลิตเอทิลเอสเทอร์แบบต่อเนื่องของกระบวนการเอสเตอริฟิเคชันและทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน

3.5.1 อุปกรณ์ดำเนินการ

ภาพ 3.3 แสดงการจัดวางเครื่องมือสำหรับกระบวนการเอสเตอริฟิเคชันและทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน แบบต่อเนื่อง



ภาพ 3.3 Schematic diagram ของ กระบวนการเอสเตอร์ฟิเคชันและทรานส์เอสเตอร์ฟิเคชัน ขนาด 500 ลิตรต่อวัน



ภาพ 3.4 แสดงถังปฏิกรณ์เอสเตอริฟิเคชันและทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน ขนาด 500 ลิตร/วัน

รายละเอียดอุปกรณ์มีดังต่อไปนี้

- ถังกวนต่อเนื่อง (continuous stirred-tank reactor: CSTR) สำหรับกระบวนการเอสเตอริฟิเคชันแบบต่อเนื่อง (รายละเอียดแสดงในภาคผนวก) วัสดุเป็นเหล็กกล้าไร้สนิม ขนาด 87.4 ลิตร ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 310 มม. ความสูง 1200 มม. พร้อม baffle และใบพัด 3 ชั้น มีมอเตอร์กวนที่สามารถปรับรอบด้วย inverter ได้ (การกวนใช้ความเร็ว 700 รอบต่อนาที) มีมาตรวัดอุณหภูมิที่ระดับกลางถังด้วย

- ถังกวนต่อเนื่อง สำหรับกระบวนการทรานส์เอสเตอริฟิเคชันแบบต่อเนื่อง (รายละเอียดแสดงในภาคผนวก) วัสดุเป็นเหล็กกล้า ขนาด 16 ลิตร ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 200 มม. ความสูง 600 มม. พร้อม baffle และใบพัด 3 ชั้น มีมอเตอร์กวนที่สามารถปรับรอบได้ (การกวนใช้ความเร็ว 500 รอบต่อนาที)



- ถังอุ่นร้อนสำหรับน้ำมันปาล์มดิบ (CPO Heater Tank) วัสดุเป็นเหล็กกล้าไร้สนิม ขนาด 17 ลิตร ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 300 มม. ความสูง 400 มม. ใช้สำหรับอุ่นร้อนน้ำมันปาล์มดิบ
- ถังอุ่นร้อน สำหรับน้ำมันปาล์มเอสเตอริไฟด์ (EPO Heater Tank) วัสดุเป็นเหล็กกล้า ขนาด 2 ลิตรขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 120 มม. ความสูง 300 มม. ใช้สำหรับอุ่นร้อน EPO ก่อนเข้าสู่กระบวนการทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน
- ปัมเติมสารเคมีแบบดิจิตอล ได้แก่ DME-150, 150 L/hr Max. (ใช้น้ำมันปาล์มดิบเข้าสู่ถังอุ่นร้อนสำหรับน้ำมันปาล์มดิบ) DME-48, 48 L/hr Max. (ใช้ปัมน้ำมันปาล์มเอสเตอริไฟด์ เข้าสู่ถังอุ่นร้อนสำหรับน้ำมันปาล์มเอสเตอริไฟด์) DME-19, 19 L/hr Max. (ใช้ปัมเอทานอลผสมกรดเข้าสู่ถังปฏิกรณ์เอสเตอริ) DME-8, 8 L/hr Max. (ใช้โพแทสเซียมเมทอกไซด์ เข้าสู่ถังปฏิกรณ์ทรานส์เอสเตอริ)
- เกียร์ปัม ใช้สำหรับปัมน้ำมันปาล์มดิบจากถังน้ำมัน 200 ลิตร ไปยังถังป้อนน้ำมันปาล์มดิบ
- ถังป้อนน้ำมันปาล์มดิบ ขนาด 200 ลิตร วัสดุเป็นพอลิเอทิลีน
- ถังผสมกรดและเอทานอล และถังผสมโพแทสเซียมเมทอกไซด์กับเอทานอล ขนาด 100 ลิตร วัสดุเป็นพอลิเอทิลีน
- ถังรับน้ำมันปาล์มเอสเตอริไฟด์ เป็นถังก้นกรวย ขนาด 200 ลิตร วัสดุเป็นพอลิเอทิลีน
- ถังรับเอทิลเอสเตอริ ขนาด 100 ลิตร วัสดุเป็นพอลิเอทิลีน
- Watt Hour Meter, Type PL 10053 ใช้สำหรับวัด kWh ของ Heater ในถังอุ่นร้อน
- เทอร์โมมิเตอร์ ชนิดหลอดแก้วบรรจุปรอท ใช้วัดอุณหภูมิของกระแสออกจากถังปฏิกรณ์

3.5.2 วิธีดำเนินการวิจัย

กระบวนการเอสเตอริฟิเคชันแบบต่อเนื่องขนาด 500 ลิตร/วัน

การทดลองสำหรับกระบวนการเอสเตอริฟิเคชันแบบต่อเนื่อง ได้ออกแบบโดยใช้วิธีของ Taguchi โดยกำหนดตัวแปร (factor) 3 ตัว คือ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (Cat) อัตราส่วนของเอทานอลต่อกรดไขมันอิสระ (MR) และเวลาเก็บกัก (RT) ทำการทดลองเป็น 2 ระดับ (level) สรุปไว้ในตารางข้างล่างนี้

ตาราง 3.1 สภาวะที่ใช้ในการทดลองที่ออกแบบโดยใช้วิธี Taguchi

Factors	Descriptions	Level 1	Level 2
Cat	: % H ₂ SO ₄ by wt of FFA	30	60
MR	: Molar ratio of ethanol: FFA	20	30
RT	: Retention time in hour	0.5	1



จากตัวแปรและระดับที่เลือกใช้ ก็จะได้ orthogonal array ดังตารางข้างล่าง

ตาราง 3.2 orthogonal array

Run No.	Factors		
	Cat	MR	RT
1	30	20	0.5
2	30	30	1
3	60	20	1
4	60	30	0.5

ขั้นตอนในการทดลองกระบวนการเอสเตอริฟิเคชัน มีดังนี้

1. จัดเครื่องมือและอุปกรณ์ตามแผนผังการทำงาน (ภาพ 3.3)
2. คำนวณปริมาณน้ำมันปาล์มดิบ เอทานอลและกรดซัลฟิวริกที่ต้องใช้ตาม orthogonal array
3. เตรียมของผสมระหว่างเอทานอลและกรดซัลฟิวริก โดยกวนผสมกันในถังผสม
4. บิมน้ำมันปาล์มดิบจนเต็มถึงอุณหภูมิร้อนสำหรับน้ำมันปาล์มดิบแล้วจึงหยุดบิ
5. เริ่มให้ความร้อนแก่น้ำมันปาล์มดิบใน Heater tank จนมีอุณหภูมิ ประมาณ 75°C
6. เริ่มบิมน้ำมันปาล์มดิบและสารละลายกรดในเอทานอลพร้อมกัน น้ำมันปาล์มดิบจะไหลผ่านถึงอุณหภูมิร้อน เข้าสู่ถังปฏิกรณ์ ส่วนเอทานอลผสมกรด จะไหลเข้าสู่ถังปฏิกรณ์โดยตรง ตามอัตราการไหลที่คำนวณไว้
7. เปิดมอเตอร์กวนเมื่อของผสมในถังปฏิกรณ์ ได้ปริมาตรประมาณ หนึ่งในสามของถัง
8. บันทึกอุณหภูมิที่ถังปฏิกรณ์ที่ช่วงเวลาต่างๆ
9. เก็บตัวอย่างของผสมที่ไหลออกจากถังปฏิกรณ์ ตามช่วงเวลาที่กำหนด เพื่อนำไปวิเคราะห์ปริมาณกรดไขมันอิสระ
10. เมื่อทดลองจนครบตามเวลาที่กำหนด หยุดบิมน้ำมันปาล์มดิบและเอทานอลผสมกรด หยุดให้ความร้อนแก่น้ำมันปาล์มดิบ และบันทึกพลังงานที่ใช้ในหน่วย kWh จาก Watt Hour Meter

ขั้นตอนในการทดลองกระบวนการทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน มีดังนี้

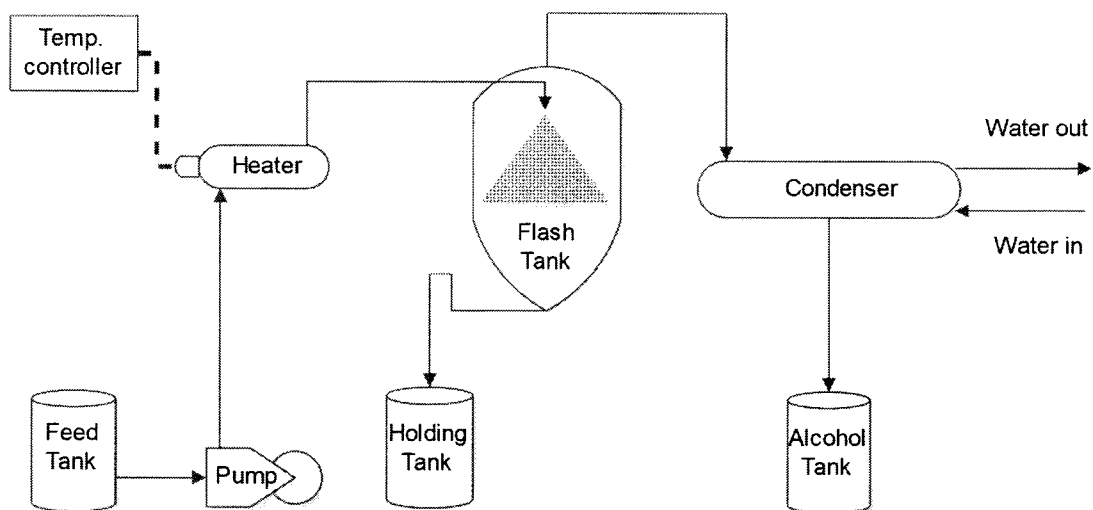
1. จัดเครื่องมือและอุปกรณ์ตามแผนผังการทำงาน (ภาพ 3.3)
2. คำนวณปริมาณน้ำมันปาล์มเอสเตอริไฟด์ เอทานอลและโพแทสเซียมเมทอกไซด์ที่ต้องใช้ตามเวลากักเก็บ (retention time)
3. เตรียมของผสมระหว่างเอทานอลและโพแทสเซียมเมทอกไซด์โดยกวนผสมกันในถังผสม

4. ป้อนน้ำมันปาล์มเอสเตอริไฟด์ จนเต็มถึงอุณหภูมิร้อนสำหรับน้ำมันปาล์มเอสเตอริไฟด์แล้วจึงหยุด
ปั๊ม
5. เริ่มให้ความร้อนแก่น้ำมันปาล์มเอสเตอริไฟด์ในถังอุ่นร้อนจนมีอุณหภูมิ ประมาณ 70°C
6. เริ่มปัมน้ำมันปาล์มเอสเตอริไฟด์ และสารละลายโพแทสเซียมเมทอกไซด์ในเอทานอลพร้อมกัน
7. เปิดมอเตอร์กววนเนื้อของผสมในถังปฏิกรณ์ ได้ปริมาตรประมาณ หนึ่งในสามของถัง
8. บันทึกอุณหภูมิของๆ เหลวที่ไหลออกจากถังปฏิกรณ์ที่ช่วงเวลาต่างๆ
9. เก็บตัวอย่างของผสมที่ไหลออกจากถังปฏิกรณ์ ตามช่วงเวลาที่กำหนด เพื่อนำไปวิเคราะห์ ปริมาณ ต่างที่เหลือ สบู่ กรดไขมันอิสระ และเอทิลเอสเตอริไฟด์
10. เมื่อทดลองจนครบตามเวลาที่กำหนด หยุดปัมน้ำมันปาล์มเอสเตอริไฟด์ และเอทานอลผสม โพแทสเซียมเมทอกไซด์ หยุดให้ความร้อนแก่น้ำมันปาล์มเอสเตอริไฟด์ และบันทึกพลังงานที่ใช้ในหน่วย kWh จาก Watt Hour Meter

3.6 กิจกรรมที่ 5 การแยกคีนแอลกอฮอล์และการล้างไบโอดีเซล

3.6.1 การระเหยแอลกอฮอล์โดยใช้ระบบ flash evaporation

3.6.1.1 อุปกรณ์ในการดำเนินการ

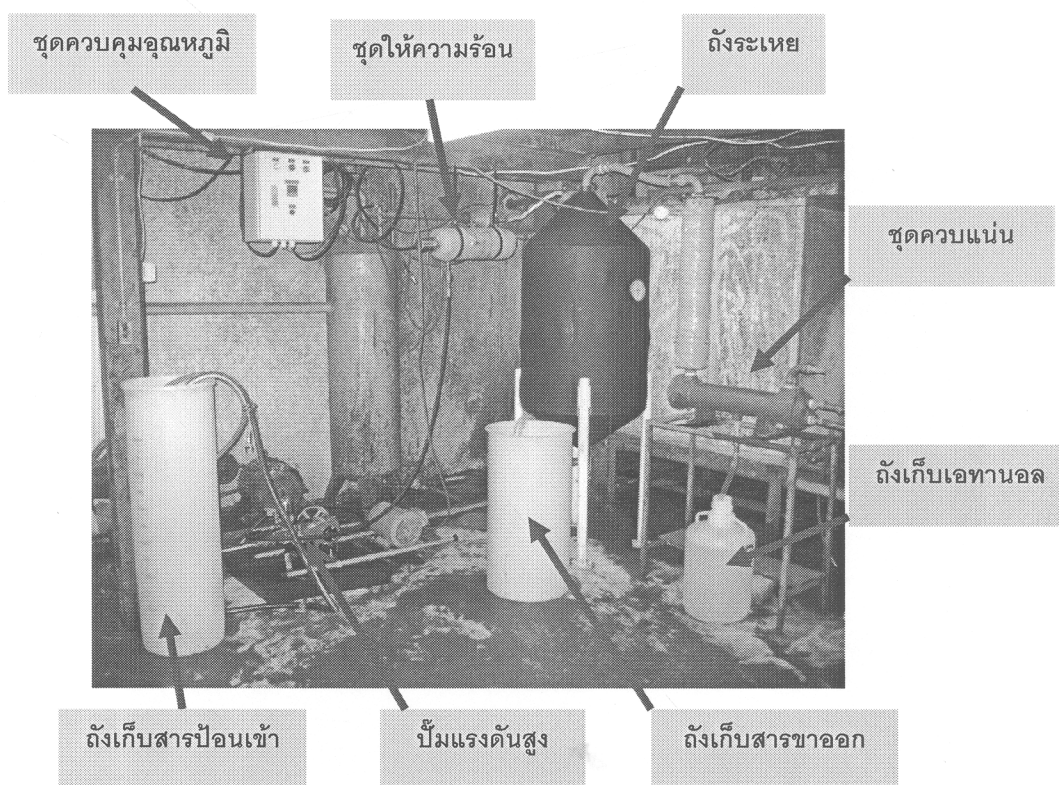


ภาพ 3.5 แผนผังการทำงานของชุดระเหยแอลกอฮอล์โดยใช้ระบบ flash evaporation

รายละเอียดอุปกรณ์มีดังต่อไปนี้

- ถังเก็บสารป้อนเข้าขนาด 80 ลิตร ทำด้วยวัสดุพอลิเอทิลีน

- ปั๊มแรงดันสูง และมอเตอร์ขนาด 2 แรงม้า (HP) ปั๊มแรงดันสูงสามารถทำความดันได้สูงสุด 35 บาร์ และมีอัตราการไหลในช่วง 10-15 ลิตรต่อนาที
- ชุดให้ความร้อนพร้อมตู้ควบคุม ทำด้วยท่อเหล็กที่มีความหนา 10 มิลลิเมตร มีฮีตเตอร์ขนาด 6000 วัตต์ (W) อยู่ภายในใช้ไฟฟ้าแบบ 3 เฟส และติดตั้งมาตรวัดความดัน
- ถังระเหย ทำด้วยเหล็กมีขนาด 300 ลิตร ติดตั้งหัวพ่น (nozzle) มาตรวัดอุณหภูมิและมาตรวัดความดัน ซึ่งหัวพ่นสามารถถอดเปลี่ยนได้เพื่อให้ได้ขนาดของละอองที่ต้องการ สำหรับการทดลองระเหยเอทานอลใช้หัวพ่นที่มีช่องเปิด 0.4 มิลลิเมตร และให้ละอองฝอยมีขนาด 65 ไมครอน
- ชุดควบแน่นประกอบด้วยเครื่องควบแน่น (คอนเดนเซอร์) ทำด้วยวัสดุเหล็ก มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 12 เซนติเมตร ยาว 60 เซนติเมตร ส่วนท่อควบแน่นทำด้วยทองแดง หนา 1.2 มิลลิเมตร มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 6 มิลลิเมตร จำนวน 36 ท่อ ความยาวท่อควบแน่นเท่ากับ 120 เซนติเมตร คิดเป็นพื้นที่ผิวเท่ากับ 0.81 ตารางเมตร



ภาพ 3.6 ชุดระเหยแอลกอฮอล์โดยใช้ระบบ flash evaporation

3.6.1.2 วิธีดำเนินการวิจัย

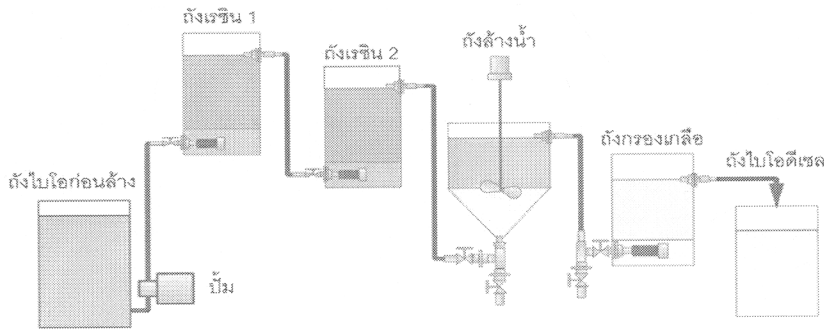
ทำการทดลองโดยใช้ไบโอดีเซลหลังทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน(ไบโอดีเซลดิบ) หรือ ก्लीเซอรอลที่แยกได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน(กลีเซอรอลดิบ) โดยที่ไบโอดีเซลดิบและ ก्लीเซอรอลดิบมีปริมาณเอทานอลผสมอยู่เท่ากับ 34.00% และ 16.22% โดยน้ำหนัก ตามลำดับ นำไบโอดีเซลดิบและกลีเซอรอลดิบไประเหยเอทานอลเพื่อนำกลับมาใช้ใหม่ในชุดระเหยแอลกอฮอล์ แบบต่อเนื่องโดยใช้ระบบ flash evaporation รายละเอียดดังภาพ 3.5 และ 3.6 ซึ่งสารป้อนเข้าจะถูกอัดให้มีความดันสูงด้วยปั๊มแรงดันสูง ก่อนที่จะผ่านเข้าสู่ชุดให้ความร้อนขนาด 6000 วัตต์ (W) และผ่านหัวฉีด เพื่อพ่นเป็นละอองให้เอทานอลระเหยกลายเป็นไอในถังระเหย (flash tank) ไอของเอทานอลจะไหลเข้าไปควบแน่นที่ชุดควบแน่นเป็นของเหลว แล้วไหลเข้าสู่ถังเก็บเอทานอล ในขณะเดียวกันสารป้อนเข้าที่ผ่านการระเหย เอทานอลแล้วจะไหลลงมาด้านล่างของถังระเหย จนถึงระดับไหลล้น ก็จะไหลออกจากถังระเหยผ่านทางท่อที่ยกสูง เข้าสู่ถังเก็บสารขาออก สำหรับการทดลองนี้ได้ทดลองที่ความดัน 30 บาร์ และปรับเปลี่ยนอุณหภูมิที่ชุดให้ความร้อนเป็น 120, 140, 160, 180, 200 และ 220 องศาเซลเซียส ตามลำดับ โดยทำการเก็บข้อมูลปริมาณเอทานอลที่ควบแน่นออกมา และวัดเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของเอทานอลที่ได้จากการควบแน่น



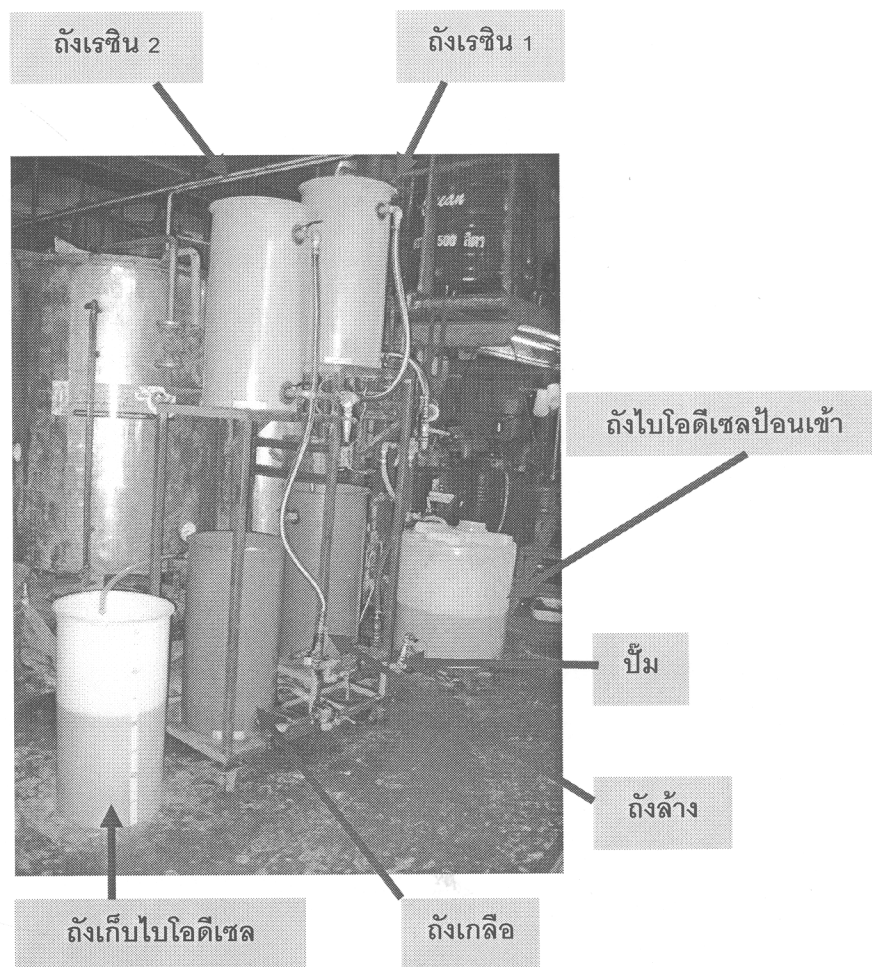
ภาพ 3.7 ลักษณะของละอองเมื่อผ่านหัวฉีด

3.6.2 กระบวนการล้างไบโอดีเซลโดยกระบวนการล้างด้วยน้ำร่วมกับสารดูดซับระบบต่อเนื่อง

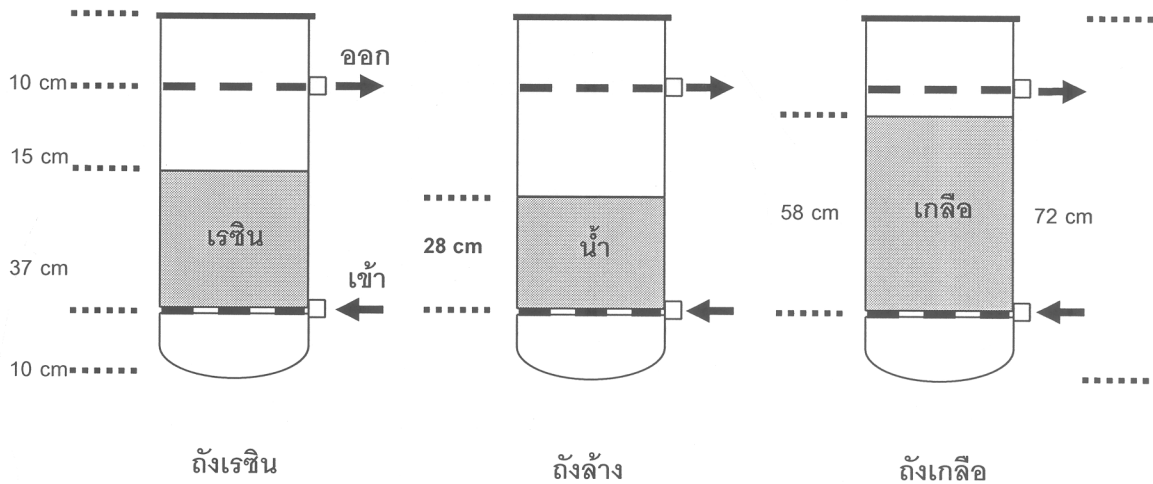
3.6.2.1 อุปกรณ์ในการดำเนินการ



ภาพ 3.8 แผนผังกระบวนการทำงานของชุดกระบวนการล้างด้วยน้ำร่วมกับสารดูดซับระบบต่อเนื่อง



ภาพ 3.9 ชุดกระบวนการล้างไบโอดีเซลโดยกระบวนการล้างด้วยน้ำร่วมกับสารดูดซับระบบต่อเนื่อง



ภาพ 3.10 รายละเอียดของถังเรซิน ถังล้างและถังเกลือ

3.6.2.2 วิธีดำเนินการวิจัย

ทำการทดลองโดยใช้ไบโอดีเซลที่ผ่านการแยกคีนเอทานอลจากการระเหยแอลกอฮอล์โดยใช้ระบบ flash evaporation และป้อนไบโอดีเซลเข้าสู่ชุดกระบวนการล้างด้วยน้ำร่วมกับสารดูดซับด้วยอัตราการไหล 50 ลิตรต่อชั่วโมง ซึ่งชาคริตและคณะ (2554) ได้ออกแบบไว้ประกอบอุปกรณ์ต่างๆ ดังนี้

- ถังเรซิน เพื่อดูดซับสบู่ จำนวน 2 ถังทำด้วยวัสดุพอลิเมอร์ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 37 เซนติเมตร สูง 72 เซนติเมตร และบรรจุเรซินปริมาณ 30 กิโลกรัม ในถัง ซึ่งต้องการอัตราส่วนของความกว้างต่อความสูงของเบด เท่ากับ 1:1 (ความสูงของเรซินในถังประมาณ 37 เซนติเมตร) แสดงดังภาพ 3.10

- ถังล้าง เพื่อชะล้างสบู่ที่เหลือ จำนวน 1 ถังทำด้วยวัสดุพอลิเมอร์ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 37 เซนติเมตร สูง 72 เซนติเมตร และบรรจุน้ำปริมาณ 30 ลิตร ในถัง (ความสูงของน้ำในถังเท่ากับ 28 เซนติเมตร) แสดงดังภาพ 3.10

- ถังเกลือ เพื่อดูดซับน้ำ จำนวน 1 ถังทำด้วยวัสดุพอลิเมอร์ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 37 เซนติเมตร สูง 72 เซนติเมตร บรรจุเกลือเม็ดปริมาณ 50 กิโลกรัม (ความสูงของเกลือในถังเท่ากับ 58 เซนติเมตร) แสดงดังภาพ 3.10

หลังจากนั้นสุ่มเก็บตัวอย่างไบโอดีเซลที่ผ่านการล้าง หาปริมาณสบู่ที่จุดต่างๆ และวิเคราะห์หาประสิทธิภาพการทำงานของชุดกระบวนการล้างไบโอดีเซลโดยกระบวนการล้างด้วยน้ำร่วมกับสารดูดซับระบบต่อเนื่อง

3.7 **กิจกรรมที่ 6** ศึกษาคุณสมบัติทางเชื้อเพลิงของเอทิลเอสเทอร์ที่ผลิตได้ตามมาตรฐานของกรมมาตรฐานพลังงาน

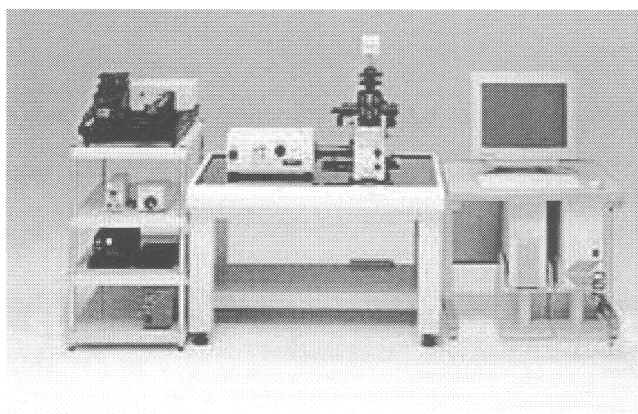
ส่งไบโอดีเซลที่ผลิตได้ตรวจวิเคราะห์คุณสมบัติทางเชื้อเพลิงของไบโอดีเซลตามมาตรฐานของกรมธุรกิจพลังงาน ที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ และที่ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ และหน่วยเครื่องมือกลาง คณะวิทยาศาสตร์

3.8 การวัดวิเคราะห์

3.8.1 การหาปริมาณกรดไขมันอิสระ

ล้างตัวอย่างน้ำมันด้วยน้ำอุ่นเพื่อกำจัดสิ่งปนเปื้อนต่างๆ เช่นกรดซัลฟิวริก ยางเหนียว และเอทานอล เป็นต้น จนน้ำล้างมีพีเอชเป็นกลาง แล้วระเหยน้ำที่อยู่ในน้ำมันออกให้หมด จึงจะนำไปไตเตรตหาปริมาณกรดไขมันอิสระ ตามวิธี AOCS method Ca 5a-40

3.8.2 วิเคราะห์ลักษณะการกระจายตัวของกลีเซอรอลและเอสเทอร์ด้วย confocal laser scanning microscope (CLSM)



ภาพ 3.11 ลักษณะของ Confocal laser scanning microscope ที่ใช้ในการวิเคราะห์

3.8.3 วิเคราะห์ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาและสบู่ตามมาตรฐาน AOCS Cc17-79

3.8.4 วิเคราะห์ปริมาณกลีเซอรอลมาตรฐาน BS 5711

3.8.5 วิเคราะห์ปริมาณกลีเซอไรด์ทั้งหมด และปริมาณเอสเทอร์ ตามอนุสิทธิบัตรเลขที่ 5060

3.8.6 การวิเคราะห์ข้อมูล (Data analysis) ตามกรรมวิธีของ Taguchi สำหรับกระบวนการเอสเตอริฟิเคชัน

ค่ากรดไขมันอิสระ จะนำมาวิเคราะห์ตามแนววิธี level average analysis ของ Taguchi โดย



ใช้หลักการ smaller-the-better (Peace, 1993).

การวิเคราะห์กระทำตามลำดับดังนี้

1. หาค่าเฉลี่ยของแต่ละการทดลอง โดยใช้ข้อมูลที่เวลา 3 และ 4 เท่าของเวลาก็กเก็บมาเฉลี่ย เพราะที่เวลาดังกล่าว ระบบเข้าสู่สภาวะสมดุลแล้ว (พิจารณาจากค่ากรดไขมันอิสระที่คงที่แล้ว) ค่าเฉลี่ยที่ได้เรียกว่า a mean response characteristic (y)
2. คำนวณ mean response characteristic สำหรับแต่ละตัวแปรและระดับ
3. คำนวณ overall experiment average (T); $T = \sum y_i/n$, เมื่อ y และ n คือ mean response characteristic และ จำนวนข้อมูลที่ใช้คำนวณ ตามลำดับ
4. สร้าง ตารางและกราฟ response โดยใช้ mean response characteristic ที่คำนวณได้
5. หาผลกระทบจากตัวแปรแต่ละตัว จากค่า Delta = Max Response - Min Response
6. เรียงลำดับนัยสำคัญของแต่ละตัวแปร โดยพิจารณาจากค่า Delta หากมีค่ามาก ก็แสดงว่าส่งผลต่อการลดกรดไขมันอิสระได้มาก จึงมีนัยสำคัญในลำดับต้น และพิจารณาเรียงลงมาตามลำดับ หาก Delta ของตัวแปรถัดไปมีค่าน้อยกว่าครึ่งหนึ่งของตัวแปรก่อนหน้านี้ ให้ถือว่าไม่มีนัยสำคัญ สามารถตัดทิ้งได้
7. เลือกระดับเป้าหมาย (target levels) ของแต่ละตัวแปรที่มีนัยสำคัญ เพื่อใช้ทดลองในการทดลองที่ 5 คือ confirmation run
8. ตรวจสอบปฏิสัมพันธ์ (interactions) ระหว่างตัวแปรแต่ละตัว โดยการพลอตกราฟค่ากรดไขมันอิสระที่ได้มากที่สุดและน้อยสุด ของตัวแปรแต่ละคู่ในกราฟเดียวกัน แล้วพิจารณาว่า กราฟตัดกันหรือไม่ ถ้ากราฟไม่ตัดกัน แสดงว่าไม่มีปฏิสัมพันธ์ระหว่าง 2 ตัวแปรนั้นๆ แต่ถ้ากราฟตัดกัน ก็แสดงว่ามีปฏิสัมพันธ์ระหว่างกัน (หากตัดกันเป็นมุมฉาก จะมีปฏิสัมพันธ์กันอย่างมาก)
9. คำนวณค่า predicted FFA โดยใช้สมการ prediction equation (μ); เมื่อ $\mu = T - (Catx-T) + (Ampx-T) + (MRx-T) + \dots$ เมื่อ x เป็นระดับที่ให้ค่ากรดไขมันอิสระต่ำที่สุด และ Cat, Amp, MR,... คือตัวแปรที่มีนัยสำคัญ
10. ทำการทดลอง confirmation run โดยใช้ระดับเป้าหมายที่เลือกไว้ เพื่อตรวจสอบค่ากรดไขมันอิสระที่จะได้ ว่ามีค่าใกล้เคียงกับที่คำนวณได้จากสมการ prediction equation หรือไม่

3.8.7 การหาประสิทธิภาพเชิงพลังงาน

จากพลังงานที่ใช้ไป ซึ่งวัดได้จาก Watt hour meter ในหน่วย kWh มาเปรียบเทียบกับพลังงาน



ที่ต้องใช้ตามทฤษฎี โดยกำหนด

$$\text{ประสิทธิภาพเชิงพลังงาน (\%)} = \frac{\text{พลังงานตามทฤษฎี}}{\text{พลังงานที่ใช้ไป}} \times 100$$



บทที่ 4 ผลการวิจัย

4.1 คุณสมบัติพื้นฐานของน้ำมันปาล์มดิบ

ตาราง 4.1 สมบัติพื้นฐานของน้ำมันปาล์มดิบที่วิเคราะห์เพิ่มเติม

น้ำมันปาล์มดิบ	หน่วย	ปริมาณ
กรดไขมันอิสระ	% w/w	5.06
ปริมาณน้ำ	% w/w	0.26
ปริมาณฟอสฟอรัส	mg/kg	11.24

จากผลการวิเคราะห์พบว่าปริมาณฟอสฟอรัสซึ่งเป็นตัวแทนของปริมาณกำมะถันมีค่าต่ำ โดยสูงกว่าค่ามาตรฐานของไบโอดีเซล (เมทิลเอสเทอร์) ของกรมธุรกิจพลังงาน ซึ่งกำหนดไว้ไม่เกิน 10 mg/kg เพียงเล็กน้อย กระบวนการขจัดกำมะถันในอุตสาหกรรมผลิตน้ำมันพืชส่วนใหญ่จะใช้กรดฟอสฟอริก (10%) ผสมและกวนกับน้ำมัน ในอุณหภูมิ 80-90 °C ปล่อยให้ร้อนกัน ถ่ายออกแล้วล้างด้วยน้ำ หรือ ใช้ดินฟอกขจัดสีและขจัดกำมะถันในคราวเดียวกัน ดังนั้นในขั้นตอนการทำปฏิกิริยาเอสเตอร์ฟิเคชัน มีการใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งสามารถเกิดการขจัดกำมะถันไปพร้อมกับกระบวนการเอสเตอร์ฟิเคชันได้ ดังนั้นจึงทดลองขจัดกำมะถันในขั้นตอนเดียวกับเอสเตอร์ฟิเคชัน เพื่อลดขั้นตอนในการดำเนินการ ซึ่งเป็นการลดค่าใช้จ่ายในการผลิตด้วย

4.2 กระบวนการเอสเตอร์ฟิเคชันน้ำมันปาล์มดิบด้วยเอทานอล

กระบวนการเอสเตอร์ฟิเคชัน เป็นการทำปฏิกิริยาระหว่างกรดไขมันอิสระในน้ำมันปาล์มดิบและแอลกอฮอล์โดยใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา แอลกอฮอล์ที่ใช้ในการทดลองนี้คือเอทานอล ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้คือ กรดซัลฟิวริก

ผลการทดลองเอสเตอร์ฟิเคชันได้ผลดังตาราง 4.2 ข้างล่างนี้

ตาราง 4.2 ผลการเอสเตอริฟิเคชันของน้ำมันปาล์มดิบด้วยเอทานอล

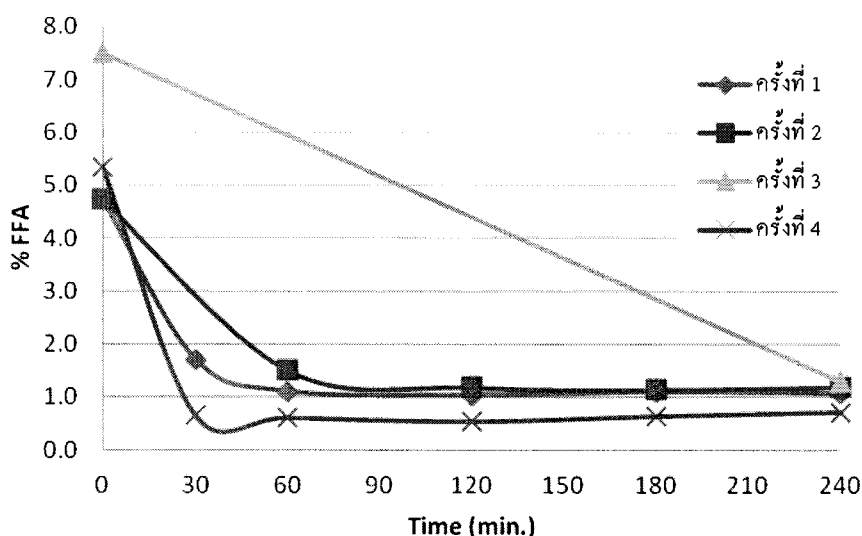
เวลา (นาท)	ปริมาณกรดไขมันอิสระ (%)			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4
0	4.73	4.73	7.5	5.35
30	1.72	-	-	0.66
60	1.11	1.51	-	0.61
120	1.04	1.19	-	0.54
180	1.10	1.15	-	0.64
240	1.07	1.20	1.3	0.72

หมายเหตุ

- การทดลอง# 1 และ #2 ใช้ น้ำมันปาล์มดิบ 226.87 กรัม เอทานอล 73.13 กรัม (32.23%w/w CPO) กรดซัลฟิวริก 0.24% w/w CPO อุณหภูมิ 80 °C

- การทดลอง# 3 ใช้ น้ำมันปาล์มดิบ 400 กรัม เอทานอล 128.37 กรัม (32.09%w/w CPO) กรดซัลฟิวริก 1% w/w CPO อุณหภูมิ 70 °C

- การทดลอง# 4 ใช้ น้ำมันปาล์มดิบ 500 กรัม เอทานอล 136.72 กรัม (27.34%w/w CPO) กรดซัลฟิวริก 3.28% w/w CPO อุณหภูมิ 60 °C



ภาพ 4.1 ปริมาณกรดไขมันอิสระที่ลดลงตามเวลาของปฏิกิริยาเอสเตอริฟิเคชัน



จากผลการทดลองครั้งที่ 1-3 พบว่า สำหรับน้ำมันปาล์มดิบปกติที่มีกรดไขมันอิสระไม่เกิน 5% นั้น เมื่อใช้อุณหภูมิทำปฏิกิริยาที่ 80 °C สามารถลดกรดไขมันอิสระให้เหลือ ประมาณ 1% ได้ภายในเวลา 2 ชั่วโมง แต่เมื่อใช้เวลาทำปฏิกิริยานานขึ้น กรดไขมันอิสระจะเพิ่มขึ้น แม้จะเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 1% ก็ยังไม่สามารถลดกรดไขมันอิสระให้เหลือต่ำกว่า 1.0% ได้ ผลการทดลองนี้ได้ข้อสมมติฐาน 2 ประเด็น คือ

- เอทานอลระเหยออกไปจากขวด screw cap ทำให้เกิดปฏิกิริยาผันกลับของเอสเตอริฟิเคชัน
- ปฏิกิริยาเอสเตอริฟิเคชัน จะให้น้ำเป็นผลผลิต 1 โมลในทุกๆ 1 โมลของ FFA ที่ลดลงไป น้ำอาจเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้กับทั้งเอสเตอริฟิเคชันที่เกิดขึ้น และไตร, ได และโมโนกลีเซอไรด์จำนวนมากเกิดเป็นกรดไขมันอิสระเพิ่มขึ้น

สมมติฐานที่ตั้งขึ้น นำไปสู่การทดลองครั้งที่ 4 ที่ใช้ปริมาณกรดซัลฟิวริกเพิ่มขึ้น ซึ่งไม่เพียงเพิ่มการเร่งปฏิกิริยา แต่กรดซัลฟิวริกยังละลายน้ำได้ดี ซึ่งจะช่วยลดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้อีกด้วย โดยใช้อุณหภูมิทำปฏิกิริยาเพียง 60°C

ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า ในเวลาเพียง 120 นาที ค่า FFA จะลงมาต่ำที่สุดได้ แต่เมื่อทำปฏิกิริยานานออกไป ค่า FFA จะมีค่าสูงขึ้น

การทดลองเพื่อหาอิทธิพลจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของไตรกลีเซอไรด์และเอทิลเอสเตอริฟิเคชัน จึงดำเนินการโดยใช้การเติมน้ำจำนวนที่มากเกินจริง (เพื่อให้เห็นอิทธิพลชัดเจนขึ้น) และไม่มีเอทานอล โดยแปรค่าอุณหภูมิที่ต่างๆ กันโดยใช้สภาวะที่เลียนแบบสภาวะที่จุดสมดุลของกระบวนการเอสเตอริฟิเคชันของน้ำมันปาล์มดิบด้วยเอทานอล ดังนี้ คือ

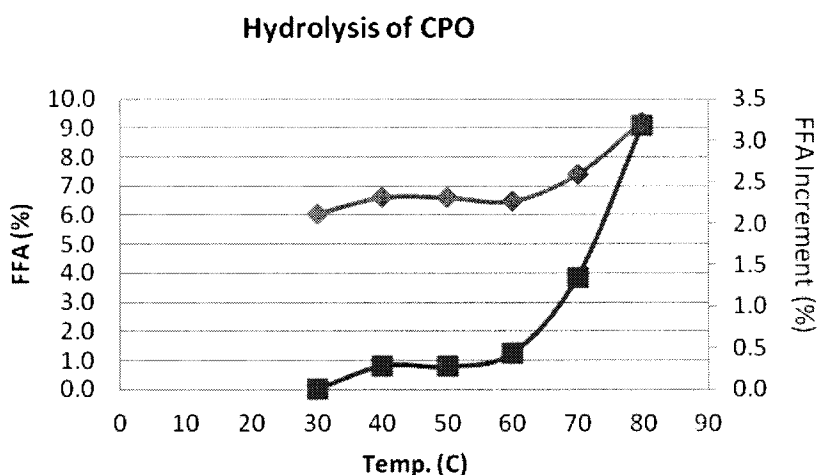
ตาราง 4.3 สภาวะที่เลียนแบบสภาวะที่จุดสมดุลของกระบวนการเอสเตอริฟิเคชันของน้ำมันปาล์มดิบด้วยเอทานอล

	น้ำหนัก (g)	โมล
ไตรกลีเซอไรด์	93.95	0.111
ปริมาณกรดไขมันอิสระ	6.05	0.022
ปริมาณน้ำ	1.61	0.090
กรดซัลฟิวริก (98%)	3.70	0.038
เวลาทำปฏิกิริยา 30 นาที		



ตาราง 4.4 ผลของการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส

Temp. (°C)	Average FFA (wt%)	FFA Increment (wt%)
30	6.05	0
40	6.61	0.28
50	6.60	0.27
60	6.49	0.44
70	7.40	1.35
80	9.22	3.17



ภาพ 4.2 การไฮโดรไลซิสของน้ำมันปาล์มดิบที่อุณหภูมิต่างกัน

จากการทดลองพบว่าในสภาวะที่ทำเอสเตอริฟิเคชันนั้น กรดไขมันอิสระจากการไฮโดรไลซิสของน้ำและกลีเซอไรด์ในสภาพกรดจะเกิดขึ้นได้ดี และเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วมากตามอุณหภูมิที่สูงขึ้น โดยเฉพาะเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 60 °C ดังนั้นหากต้องการทำเอสเตอริฟิเคชัน โดยให้เหลือกรดไขมันอิสระให้ต่ำที่สุดควรทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่ำด้วย และอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สามารถเกิดปฏิกิริยาเอสเตอริฟิเคชันได้ดี และไม่เร่งการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสให้เกิดสูงเกินไป คือ 60 °C



ดังนั้นจึงสรุปได้ว่ากระบวนการเอสเตอริฟิเคชันของน้ำมันปาล์มดิบด้วยเอทานอล ควรใช้เอทานอลประมาณ 32% โดยน้ำหนักของน้ำมันปาล์มดิบ ใช้ตัวกรดซัลฟิวริก 0.24-3.3 % โดยน้ำหนักของน้ำมันปาล์มดิบ หรือเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนของ FFA อุณหภูมิ 60 °C เวลาต่ำกว่า 2 ชั่วโมง

4.3 กระบวนการทรานส์เอสเตอริฟิเคชันน้ำมันปาล์มดิบที่ผ่านกระบวนการเอสเตอริฟิเคชัน (Esterified Palm Oil, EPO) และน้ำมันปาล์มรีไฟน์

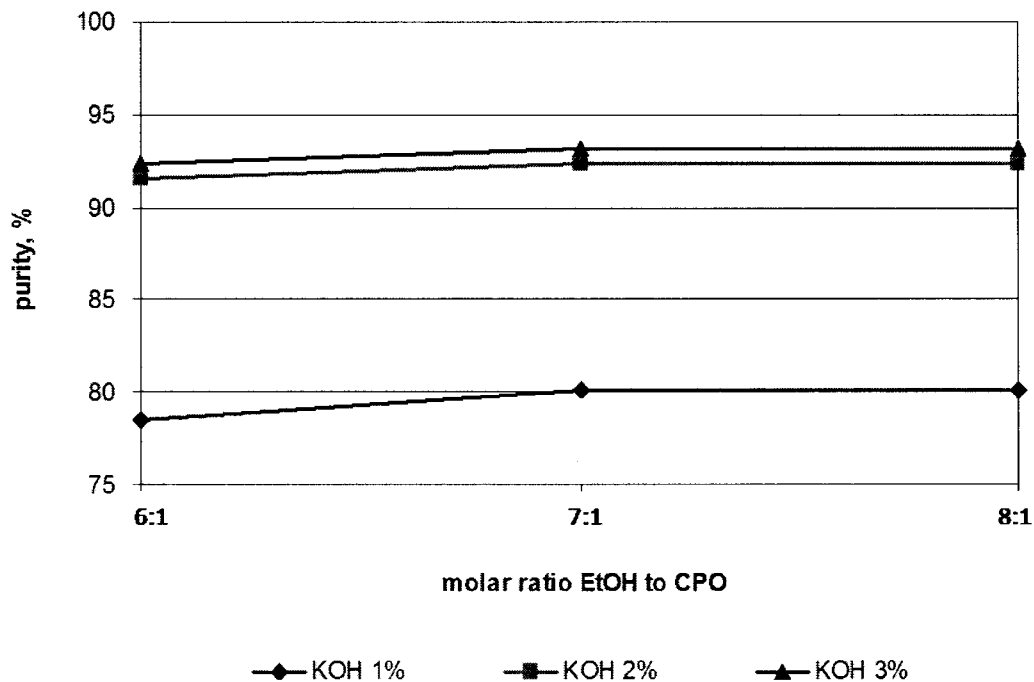
4.3.1 ศึกษาปัจจัยอิทธิพลพื้นฐานที่มีต่อการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันของเอทิลเอสเตอริฟิเคชันของ EPO ที่ใช้ในการทดลอง แสดงดังตาราง 4.5

ตาราง 4.5 คุณสมบัติน้ำมันปาล์ม EPO ที่ใช้ในการทดลอง

EPO Properties	Results (%wt.)
Free fatty acid (FFA)	1.32
Ethanol residue	20.50
Water content	0.32

4.3.1.1 ผลของสัดส่วนเชิงโมลของเอทานอลต่อ EPO

เนื่องจากใน EPO เริ่มต้นมีเอทานอลเหลืออยู่ 20.50% หรือคิดเป็นสัดส่วนเชิงโมลของแอลกอฮอล์ต่อน้ำมันปาล์มดิบ (Crude Palm oil, CPO) เริ่มต้นประมาณ 4:1 ดังนั้นเมื่อนำ EPO ทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันจึงต้องเพิ่มปริมาณเอทานอลเพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดได้ดีขึ้น จากการทดลองพบว่า เมื่อเพิ่มสัดส่วนเชิงโมลของเอทานอลจนทำให้สัดส่วนเชิงโมลของเอทานอลต่อ CPO มีค่าเป็น 6:1 - 8:1 จะทำให้ความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเตอริฟิเคชันสูงขึ้น ในทุกๆ ปริมาณ KOH ที่ศึกษา ดังแสดงในภาพ 4.2 แต่เมื่อใช้ปริมาณเอทานอลสูงเกินไปจะสูญเสียเอทิลเอสเตอริฟิเคชันในกระบวนการแยกเฟสมากขึ้นด้วย ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองของ J.M. Encinar et al. (2007) ที่กล่าวว่าเอทานอลจะขัดขวางการแยกเฟสระหว่างเอสเตอริฟิเคชันและกลีเซอรอลเนื่องจากเอทานอลที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาจะทำให้สภาพความมีขุ่นและความหนาแน่นของกลีเซอรอลลดลงและใกล้เคียงกับเอทิลเอสเตอริฟิเคชันมากขึ้น ดังนั้นสัดส่วนเชิงโมลของเอทานอลต่อ CPO ที่เหมาะสมในการทดลองนี้อยู่ในช่วง 6:1 – 7:1



ภาพ 4.3 แสดงผลของสัดส่วนเชิงโมลเอทานอลต่อ CPO ที่มีผลต่อความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเทอร์ เมื่อใช้ปริมาณ KOH 1-3% (สภาวะการทดลอง: อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เวลา 15 นาที)

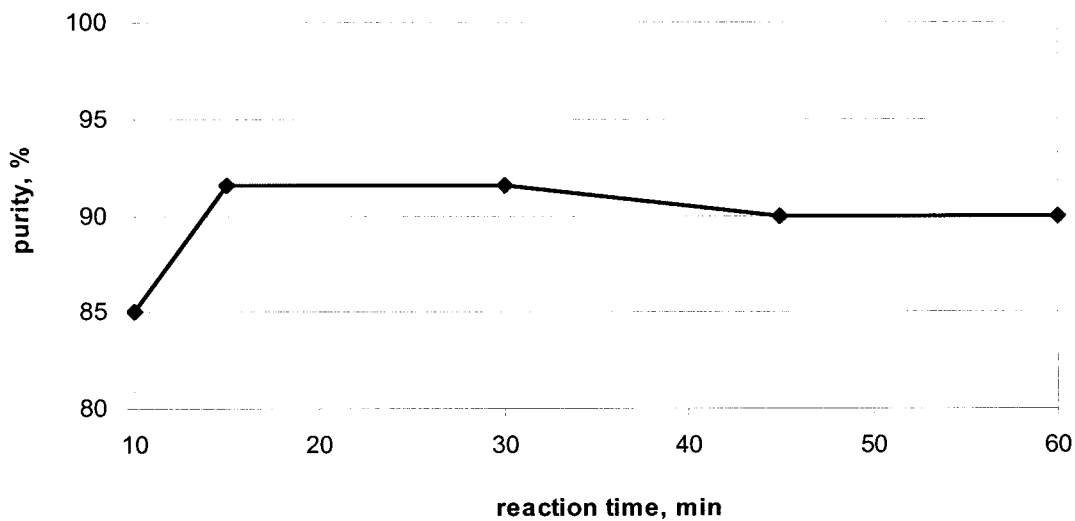
4.3.1.2 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการทดลองได้แก่ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (Potassium hydroxide, KOH) โดยพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณ KOH ขึ้นในช่วง 1.0-2.0% จะส่งผลให้ความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเทอร์เพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ แต่เมื่อเพิ่มปริมาณ KOH เป็น 3.0% พบว่าความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเทอร์จะเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย ดังแสดงในภาพ 4.3 นอกจากนั้น เมื่อใช้ KOH 3% จะทำให้เกิดสบูในระบบสูงมาก การแยกเฟสเอทิลเอสเทอร์กับกลีเซอรอลเกิดขึ้นยาก ทำให้ผลได้ของเอทิลเอสเทอร์ต่ำ ดังนั้นปริมาณ KOH ที่เหมาะสมในการทดลองนี้ คือ 2%

4.3.1.3 ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยา

ทำการศึกษาเวลาในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันในช่วง 10-60 นาที พบว่าในช่วง 10-15 นาที ปฏิกิริยาจะเกิดอย่างรวดเร็ว โดยที่เวลา 15 -30 นาที จะมีค่าความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเทอร์สูงสุดเท่ากับ 91.58 % และที่เวลาในการทำปฏิกิริยามากกว่า 30 นาที ความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเทอร์จะลดต่ำลงเล็กน้อย เนื่องจากผลของปฏิกิริยาย้อนกลับ ดังนั้นเวลาในการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมสำหรับการทดลองนี้

คือ 15 นาที โดยผลเวลาในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันที่มีต่อความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเตอ์ แสดงดังภาพ 4.4

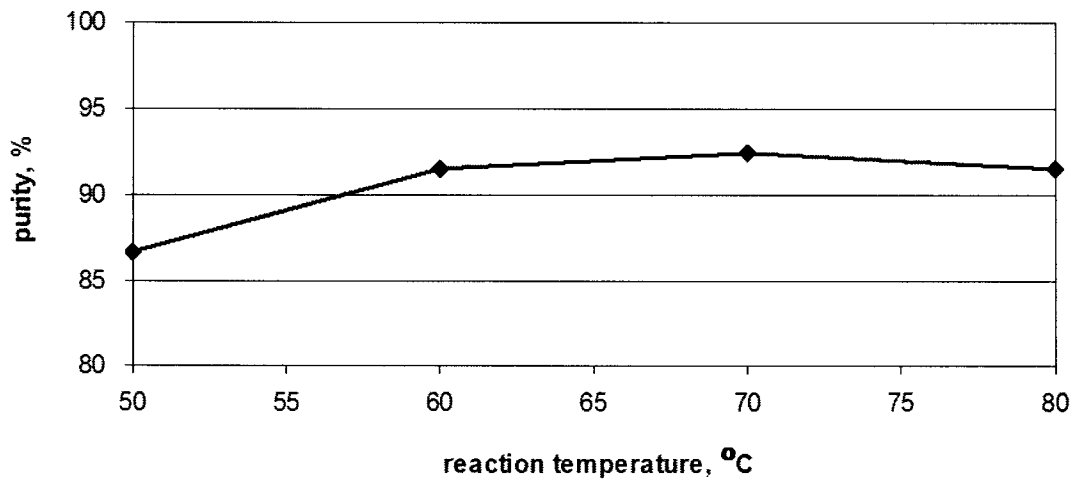


ภาพ 4.4 แสดงผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเตอ์

(สภาวะการทดลอง: KOH 2% อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส สัดส่วนเชิงโมลเอทานอลต่อ CPO 2 : 1)

4.3.1.4 ผลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา

โดยทั่วไปแล้วอุณหภูมิที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันจะเป็นอุณหภูมิที่ใกล้เคียงกับจุดเดือดแอลกอฮอล์ (M. Canakci et al., 1999) จากการทดลองพบว่าอุณหภูมิในช่วง 60-80 องศาเซลเซียส จะให้ค่าความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเตอ์ใกล้เคียงกัน นอกจากนั้นการใช้อุณหภูมิที่สูงเกินกว่าจุดเดือดเอทานอล (78 องศาเซลเซียส) ยังส่งผลให้เกิดการระเหยออกของเอทานอลซึ่งทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้ไม่สมบูรณ์เช่นกัน และอุณหภูมิที่สูงเกินจุดเดือดแอลกอฮอล์จะส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชันระหว่างกลีเซอไรด์กับ KOH ซึ่งจะขัดขวางการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน (L. Lin et. al, 2009) รวมถึงขัดขวางการแยกเฟสของเอทิลเอสเตอ์และกลีเซอรอลได้ ดังนั้นอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมในการทดลองควรอยู่ในช่วง 60-70 องศาเซลเซียส โดยผลอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันที่มีต่อความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเตอ์แสดงดังภาพ 4.5



ภาพ 4.5 แสดงผลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเตอ์ (สภาวะการทดลอง: KOH 2% เวลา 15 นาที สัดส่วนเชิงโมลเอทานอล ต่อ EPO 6: 1)

4.3.2 ศึกษากระบวนการแยกเฟสเอทิลเอสเตอ์

จากการศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อการผลิตเอทิลเอสเตอ์ จาก EPO พบว่าในทุกสภาวะการทดลองเอทิลเอสเตอ์และกลีเซอรอลจะไม่สามารถแยกเฟสออกจากกันด้วยแรงโน้มถ่วง เนื่องจากปริมาณสบู่ที่เกิดขึ้นในระบบค่อนข้างสูง เมื่อเทียบกับกรณีการใช้เมทานอลเป็นแอลกอฮอล์ ดังนั้นจึงต้องทำการศึกษากระบวนการแยกเฟสเอทิลเอสเตอ์ออกจากกลีเซอรอล โดยการเติมสารอื่นเพื่อเพิ่มสลายสภาพความเป็นขั้วเดียวกัน เช่น น้ำ และกลีเซอรอลชนิดต่างๆ น้ำมันดีเซล และสารที่สามารถดูดซับกลีเซอรอล ได้แก่ Aluminium silicate และ Resin PD206 โดยพบว่า กลีเซอรอลบริสุทธิ์ และน้ำสามารถช่วยแยกเอทิลเอสเตอ์ออกจาก กลีเซอรอลได้สูงสุดและใกล้เคียงกัน โดยได้ปริมาณเอทิลเอสเตอ์ประมาณ 80% ซึ่งสูงกว่าการใช้กลีเซอรอลที่ผ่านการแยกเฟสสารอินทรีย์เล็กน้อย (73.51%) แต่เมื่อพิจารณาถึงความเหมาะสมในส่วนของของเสียที่จะเกิดขึ้น คุณภาพของกลีเซอรอลหลังจากแยกเอทิลเอสเตอ์ และต้นทุนในการแยกเฟสแล้วพบว่า การใช้กลีเซอรอลที่ผ่านการแยกเฟสสารอินทรีย์มีความเหมาะสมมากที่สุด โดยผลของชนิดและปริมาณสารที่ช่วยในการแยกเฟสที่มีต่อปริมาณเอทิลเอสเตอ์ที่แยกได้ แสดงดังตาราง 4.6



ตาราง 4.6 แสดงชนิดและปริมาณของสารที่ใช้ในการแยกเอทิลเอสเทอร์ออกจากกลีเซอรอล

Reagent	Amount of reagent,%	EE,%
Pure glycerol, 95%	10	79.79
Glycerol after separated organic phase, 75%	10	73.51
Crude glycerol, 45%	30	36.38
Water	10	80.06
Diesel	100	70.03
Aluminium silicate	30	33.31
Resin PD206	50	-

4.3.3 การผลิตเอทิลเอสเทอร์ด้วยการทำปฏิกิริยา 2 ครั้ง

โดยทั่วไปแล้วปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันเป็นปฏิกิริยาผันกลับได้ ส่งผลให้การทำให้เอทิลเอสเทอร์มีความบริสุทธิ์สูงด้วยการทำปฏิกิริยาเพียงครั้งเดียวจึงเป็นเรื่องยาก ดังนั้นจึงได้ทำการศึกษาระบวนการปรับปรุงคุณภาพของเอทิลเอสเทอร์ โดยใช้การทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน 2 ครั้ง เพื่อแยกกลีเซอรอลบางส่วนออกในการทำปฏิกิริยาครั้งแรก ก่อนนำไปทำปฏิกิริยาครั้งที่ 2 เพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยาย้อนกลับ ซึ่งในเบื้องต้นได้ทำการศึกษาลักษณะการทำปฏิกิริยาครั้งที่ 1 ที่ สัดส่วนเชิงโมลเอทานอลต่อ CPO รวมเป็น 6:1 ปริมาณ KOH 2% อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยา 15 นาที แยกกลีเซอรอลครั้งที่ 1 ออกโดยการเติมกลีเซอรอลบริสุทธิ์ 10 % จากนั้นนำเอทิลเอสเทอร์ที่ได้ไปทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันครั้งที่ 2 ที่ สัดส่วนเชิงโมลเอทานอลต่อ CPO รวม 7:1 ปริมาณ KOH 0.5% อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยา 15 นาที แยกกลีเซอรอลครั้งที่ 2 ออก โดยการเติมกลีเซอรอลบริสุทธิ์ 10 % พบว่าได้เอทิลเอสเทอร์ที่มีความบริสุทธิ์สูงขึ้นเป็น 97.31% แต่ผลได้ของเอทิลเอสเทอร์จะลดลงเหลือเพียง 62.50% ซึ่งถือว่าค่อนข้างต่ำ เนื่องจากในการทำปฏิกิริยาครั้งที่ 2 เอทิลเอสเทอร์บางส่วนจะทำปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชันกับ KOH เกิดเป็นสบู่ได้

4.3.4 กระบวนการทรานส์เอสเตอริฟิเคชันน้ำมันปาล์มรีไฟน์ด้วยเอทานอล

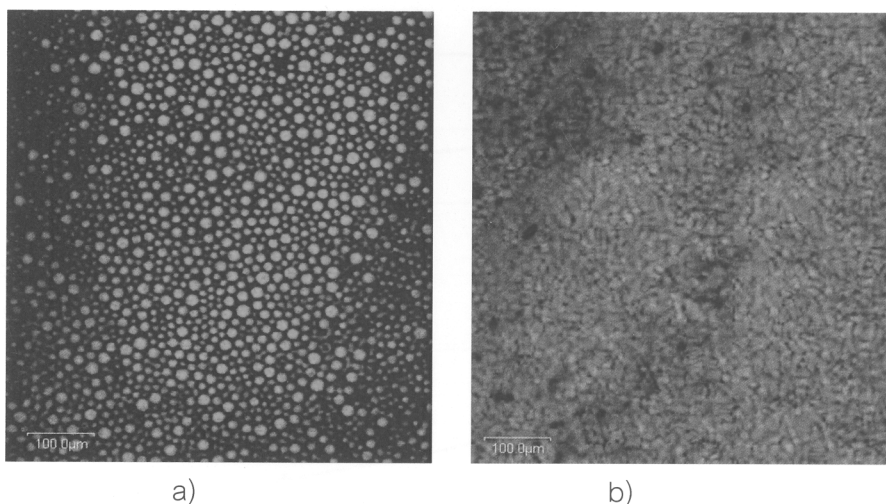
จากผลการทดลองหาสภาวะการผลิตไบโอดีเซลด้วยปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันโดยใช้ EPO พบว่าผลลัพธ์ที่ได้ยังไม่ เป็นที่น่าพอใจนัก ทั้งในเรื่องวิธีการแยกเฟสซึ่งยุ่งยาก และผลได้ของเอทิลเอสเทอร์ที่



ค่อนข้างต่ำ จึงควรแสวงหาสาเหตุที่แท้จริงของการไม่แยกเฟสของกลีเซอรอลและเอทิลเอสเตอร์ ดังนั้นจึงมีการปรับวิธีทดลอง โดยจะใช้น้ำมันปาล์มรีไฟน์ (Refined Palm Oil, RPO) เป็นวัตถุดิบเบื้องต้นก่อนเพื่อประหยัดเวลาในขั้นตอนเตรียม EPO จากนั้นทำการศึกษาหาสาเหตุเชิงลึกของการไม่แยกเฟสเมื่อใช้เอทานอลในการทำปฏิกิริยา โดยจะเปรียบเทียบความแตกต่างกับกรณีที่ใช้เมทานอล ซึ่งเป้าหมายที่ตั้งไว้คือ ควรรู้สาเหตุของการไม่แยกเฟสระหว่างเอทิลเอสเตอร์และกลีเซอรอลที่แท้จริง พร้อมทั้งสามารถหาแนวทางแก้ไขปัญหานั้นๆ เพื่อให้การผลิตมีผลได้ของเอทิลเอสเตอร์ที่สูงและสามารถแข่งขันกับอุตสาหกรรมผลิตเมทิลเอสเตอร์ที่มีอยู่ในปัจจุบันได้ ซึ่งผลการทดลองที่ได้นี้ จะนำไปประยุกต์ใช้กับวัตถุดิบ EPO ต่อไป

4.3.4.1 ศึกษาความแตกต่างระหว่างการใช้เมทานอลและเอทานอลในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอร์ฟิเคชัน

ลักษณะการกระจายตัวของอนุภาคกลีเซอรอลหลังปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอร์ฟิเคชันจากความแตกต่างระหว่างการใช้เมทานอลและเอทานอลในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอร์ฟิเคชันซึ่งพบว่า การใช้แอลกอฮอล์เป็นเมทานอล จะทำให้เกิดการแยกเฟสของกลีเซอรอลและเมทิลเอสเตอร์ แต่ในกรณีที่ใช้แอลกอฮอล์เป็นเอทานอล จะไม่เกิดการแยกเฟสขึ้น จึงทำให้เกิดแนวความคิดการตรวจสอบลักษณะสภาพที่เกิดขึ้นจริงของการคงอยู่ของเฟสเอสเตอร์และเฟสกลีเซอรอลหลังจากเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอร์ฟิเคชันจากการใช้แอลกอฮอล์ที่ต่างชนิดกัน โดยประยุกต์ใช้ confocal laser scanning microscope (CLSM) เนื่องจาก CLSM มีข้อดีคือ สามารถเลือกโฟกัสจุดที่สนใจได้แม่นยำ จึงสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีความหนาได้ (สามารถเลือกโฟกัสในช่วงความหนาที่ต้องการ) โดยไม่จำเป็นต้องมีการเตรียมตัวอย่างให้เป็นฟิล์มบางๆ หรือปิดแผ่นกระจก ทำให้ได้ลักษณะรูปร่างของตัวอย่างที่ถูกต้อง ซึ่งเมื่อนำมาประยุกต์ใช้ในการตรวจสอบลักษณะสภาพการกระจายตัวของเอสเตอร์ทั้ง 2 ชนิดกับกลีเซอรอลที่เกิดขึ้นหลังจากปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอร์ฟิเคชันพบว่า ภาพจากกล้อง confocal สามารถเห็นถึงความแตกต่างได้ชัดเจน โดยกรณีของการใช้เมทานอลในการทำปฏิกิริยา อนุภาคกลีเซอรอลจะแยกตัว ออกจากเมทิลเอสเตอร์ได้ชัดเจน แต่กรณีของการใช้เอทานอลในการทำปฏิกิริยา อนุภาคกลีเซอรอลจะไม่แยกออกจากเอทิลเอสเตอร์ ดังแสดงในภาพ 4.6 ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการก่อเกิดอิมัลชันที่มีความเสถียรของเฟสกลีเซอรอลที่ชัดเจนในการแยกเฟสออกจากเอทิลเอสเตอร์นั่นเอง

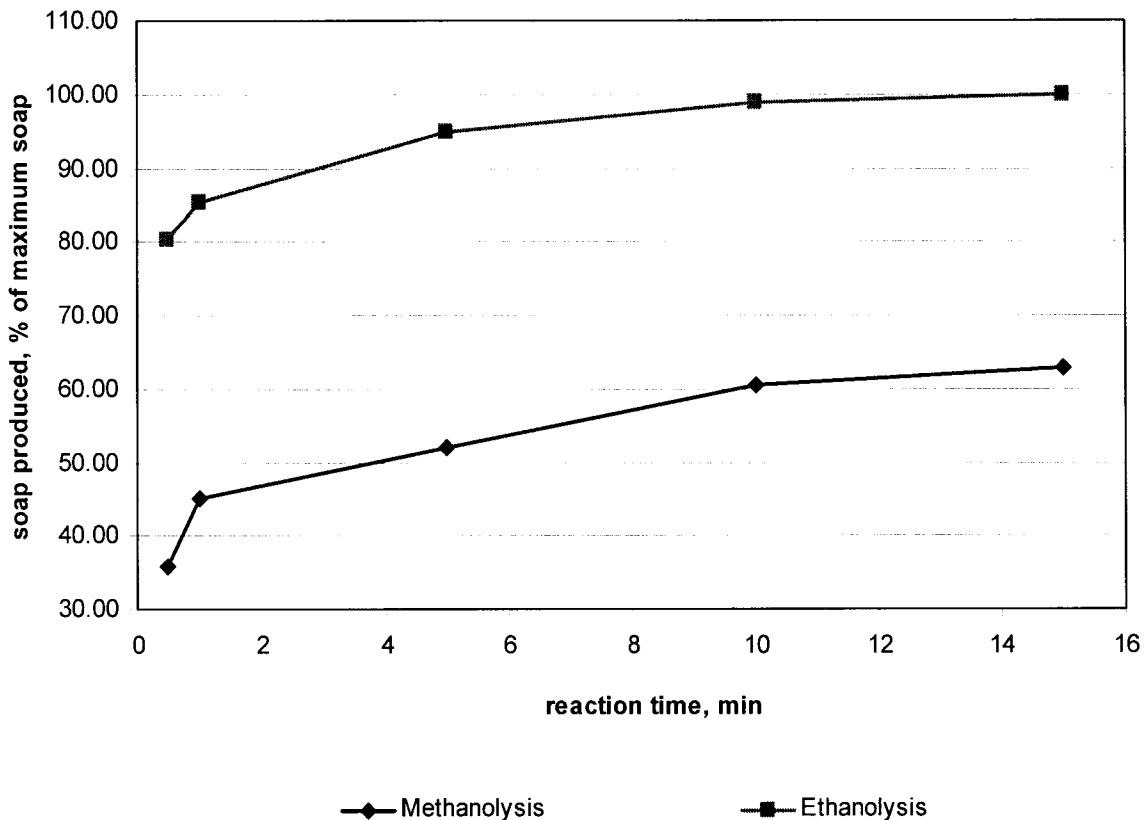


ภาพ 4.6 แสดงลักษณะการกระจายตัวของกลีเซอรอลและ a) เมทิลเอสเตอร์ b) เอทิลเอสเตอร์ หลังปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอร์ิฟิเคชัน ที่กำลังขยาย 200 เท่า (สภาวะ: สัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อแอลกอฮอล์ 1:6 ปริมาณ KOH 1%wt เวลาทำปฏิกิริยา 30 นาที และ อุณหภูมิ 60 °C)

4.3.4.2 ปริมาณสบู่ที่เกิดขึ้นระหว่างปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอร์ิฟิเคชัน

ในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอร์ิฟิเคชันโดยทั่วไปจะมีการเกิดสบู่จากปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชันซึ่งเป็นปฏิกิริยาข้างเคียงค่อนข้างสูงและเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว โดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่อใช้เอทานอลเป็นแอลกอฮอล์จะมีอัตราการเกิดปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชันสูงมาก โดยในช่วงเวลาที่แรกของการทำปฏิกิริยาพบว่า สบู่เกิดสูงถึง 80% ของปริมาณสบู่ที่สามารถเกิดขึ้นได้ในระบบ และเพิ่มสูงขึ้นถึงเกือบ 100% ของปริมาณสบู่ที่สามารถเกิดขึ้นได้ในระบบเมื่อเวลาผ่านไป 10 นาที โดยการเปรียบเทียบปริมาณสบู่ที่เกิดขึ้นในระบบเมื่อใช้เมทานอล และเอทานอลเป็นแอลกอฮอล์แสดงดังภาพ 4.7

ปริมาณสบู่ที่เกิดขึ้นนอกจากจะขัดขวางการแยกเฟสระหว่างเอทิลเอสเตอร์กับกลีเซอรอลแล้ว ยังขัดขวางการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอร์ิฟิเคชัน รวมถึงยังสามารถบ่งบอกได้ว่าระบบมีการสูญเสียตัวเร่งปฏิกิริยาไปกับปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชันอีกด้วย



ภาพ 4.7 ปริมาณสบู่ที่เวลาต่างๆ ในปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันโดยใช้เมทานอล และเอทานอลเป็นแอลกอฮอล์

(สภาวะ: สัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อแอลกอฮอล์ 1:6 ปริมาณ KOH 1%wt

เวลาทำปฏิกิริยา 30 นาที และ อุณหภูมิ 60 °C)

4.3.4.3 ศึกษาเหตุและแนวทางแก้ไขปัญหาในกระบวนการผลิตเอทิลเอสเตอ์

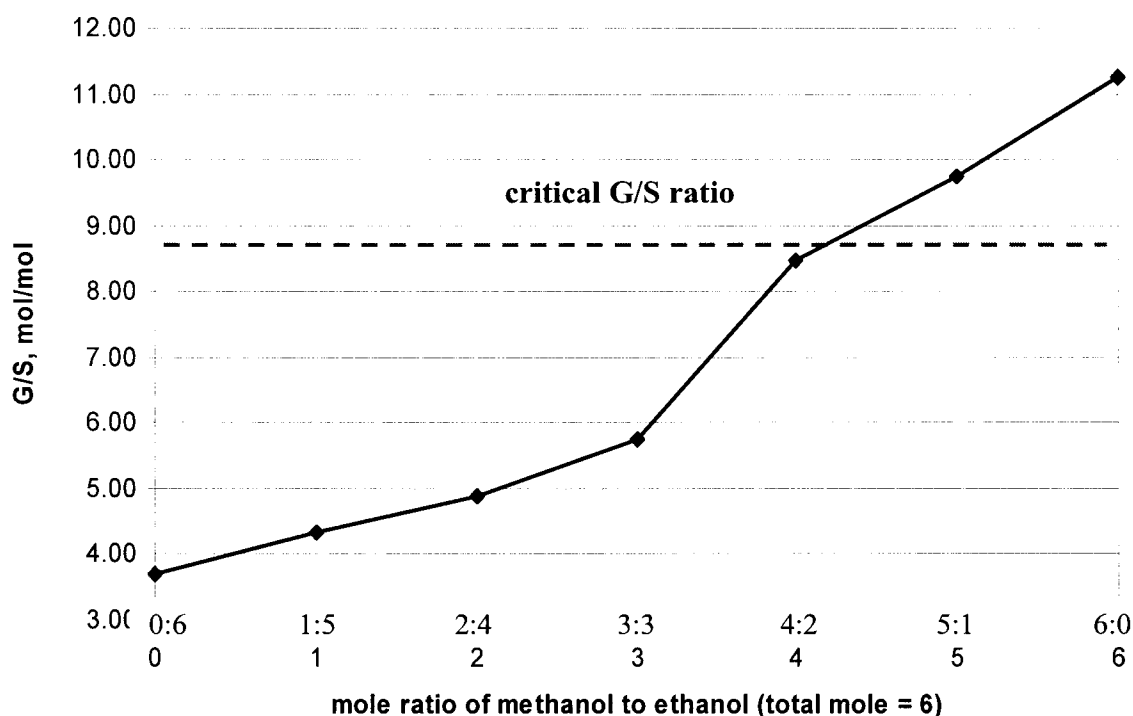
ค่าสัดส่วนกลีเซอรอลต่อสบู่ (Glycerol/Soap ratio, G/S ratio)

จากการศึกษาความแตกต่างระหว่างการใช้เมทานอล และเอทานอลในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน ทำให้เกิดสมมติฐานการเกิดอิมัลชันที่เสถียรในกรณีการผลิตเอทิลเอสเตอ์อาจมาจากสัดส่วนของ G/S โดยมีแนวคิดที่ว่าจะต้องมีค่าความเข้มข้นวิกฤติค่าหนึ่งในการเกิดอิมัลชัน และเมื่อสบู่เป็น emulsifier ที่ดีนั้น การแยกเฟสของกลีเซอรอลนั้นอาจขึ้นอยู่กับสัดส่วนของ กลีเซอรอลต่อสบู่ ซึ่งจะเป็นค่าที่กำหนดการแยกเฟสนั้นเอง

ดังนั้นจึงทดลองใช้แอลกอฮอล์ผสมระหว่างเมทานอลและเอทานอลในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน และวัดค่าปริมาณกลีเซอรอลและสบู่ที่เกิดขึ้นในเวลาต่าง ๆ และสังเกตการแยกเฟส



และพบว่ากลีเซอรอลและเอสเตอร์จะสามารถแยกออกจากกันได้ค่อนข้างสมบูรณ์ เมื่อมีค่าสัดส่วน G/S มากกว่า 8.5 ซึ่งจุดนี้ถือเป็นค่าวิกฤต โดยหากค่าสัดส่วน G/S ต่ำกว่าค่าวิกฤตจะทำให้มีผลิตภัณฑ์ยังคงความเสถียรอยู่ ส่งผลให้กลีเซอรอลและเอสเตอร์แยกเฟสออกจากกันได้ยาก ดังนั้นสมมติฐานของสัดส่วน G/S นี้มีความเป็นไปได้สูง สำหรับผลการทดลองเพื่อหาค่าสัดส่วน G/S วิกฤตแสดงดังภาพ 4.8



ภาพที่ 4.8 G/S ratio ที่เกิดขึ้นเมื่อใช้แอลกอฮอล์ผสมระหว่างเมทานอลต่อเอทานอลที่สัดส่วนเชิงโมลต่างๆ

ในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอร์ฟิเคชัน

(สภาวะ: สัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อแอลกอฮอล์ 1:6 ปริมาณ KOH 1%wt

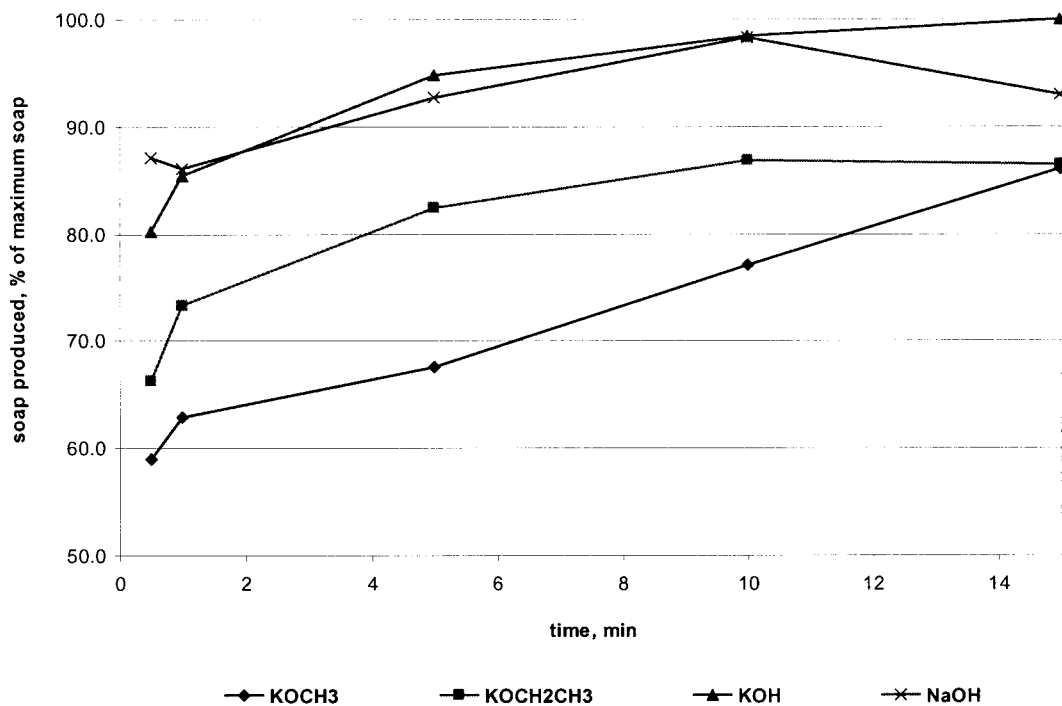
เวลาทำปฏิกิริยา 5 นาที และ อุณหภูมิ 60 °C)

ผลของตัวเร่งปฏิกิริยา

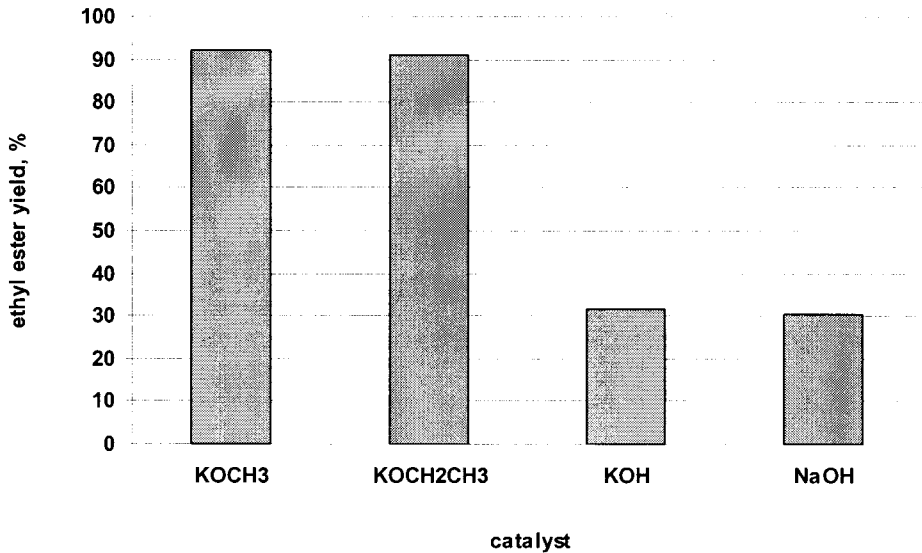
ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างๆ ส่งผลต่อปริมาณสบู่ที่เกิดขึ้นในระบบการผลิตเอทิลเอสเตอร์ที่ต่างกัน โดยปริมาณสบู่ที่เกิดขึ้นในระบบการผลิตเอทิลเอสเตอร์เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา KOCH_3 , KOCH_2CH_3 , KOH และ NaOH ปริมาณ 1% ที่อุณหภูมิ 60 °C และเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที แสดงดังภาพ 4.9 ซึ่งปริมาณสบู่ที่แตกต่างกันนี้จะนำไปสู่ค่า G/S ratio ที่แตกต่างกัน โดยพบว่าเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา KOCH_3 , KOCH_2CH_3 , KOH และ NaOH ค่า G/S ratio ที่ได้เท่ากับ 10.23, 9.78, 3.68 และ 4.39 ตามลำดับ ดังนั้นเมื่อใช้ KOCH_3 และ KOCH_2CH_3 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะพบว่า กลีเซอรอลและเอทิลเอสเตอร์สามารถแยก

เฟสออกจากกันได้โดยอาศัยเพียงแรงโน้มถ่วงเท่านั้น ซึ่งส่งผลให้ผลได้ของเอทิลเอสเทอร์สูงขึ้นมากกว่า 90% โดยมีค่าสูงใกล้เคียงกับกรณีของเมทิลเอสเทอร์ (95%) ดังแสดงในภาพ 4.10

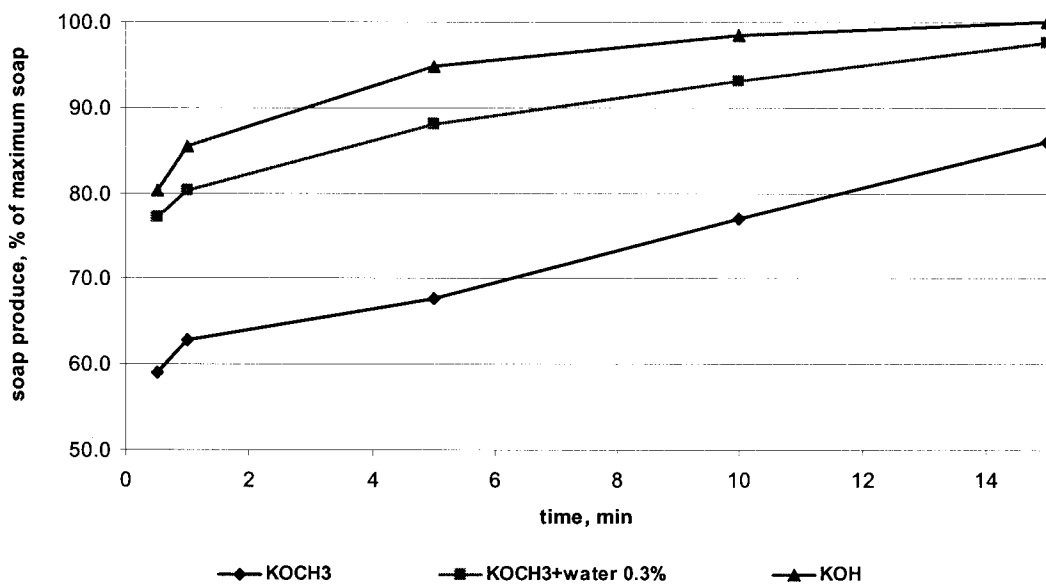
สาเหตุสำคัญที่ทำให้เกิดสบู่มากเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาในกลุ่ม hydroxide (KOH และ NaOH) คือการแตกตัวในแอลกอฮอล์เกิดเป็นน้ำ ซึ่งสภาวะที่มีน้ำ จะทำให้ปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชันเกิดได้ดี ซึ่งเมื่อทำการทดสอบโดยเติมน้ำลงในตัวเร่งปฏิกิริยาในกลุ่ม alkoxide คือ KOCH_3 ปริมาณ 0.3% (เท่ากับปริมาณน้ำที่เกิดขึ้นจากการแตกตัวของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด hydroxide คือ KOH) พบว่าอัตราการเกิดสบู่สูงขึ้นอย่างชัดเจน ดังแสดงในภาพ 4.10 ตลอดจนไม่เกิดการแยกเฟสระหว่างเอทิลเอสเทอร์และกลีเซอรอล



ภาพ 4.9 ผลของชนิดตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อปริมาณสบู่ในระบบผลิตเอทิลเอสเทอร์ (สภาวะ: สัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อเอทานอล 1:6 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1%wt เวลาทำปฏิกิริยา 30 นาที และ อุณหภูมิ 60 °C)



ภาพ 4.10 ผลของชนิดตัวเร่งปฏิกิริยาต่อผลได้ของเอทิลเอสเทอร์
(สภาวะ: สัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อเอทานอล 1:6 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1%wt
เวลาทำปฏิกิริยา 30 นาที และ อุณหภูมิ 60 °C)



ภาพ 4.11 ผลของปริมาณน้ำต่อปริมาณสบู่ในระบบผลิตเอทิลเอสเทอร์
(สภาวะ: สัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อเอทานอล 1:6 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1%wt
เวลาทำปฏิกิริยา 30 นาที และ อุณหภูมิ 60 °C)

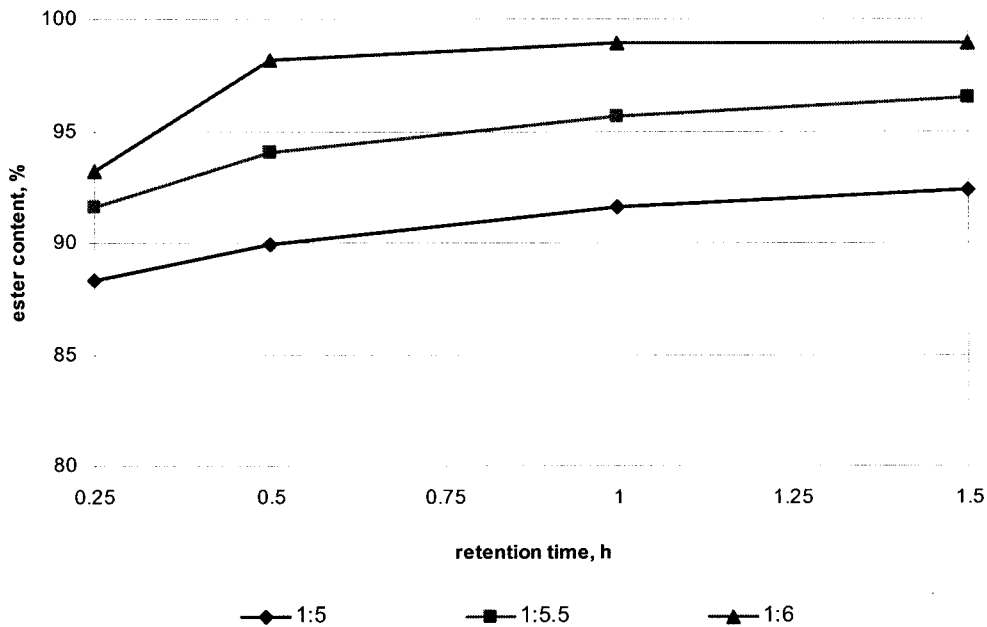
อย่างไรก็ตามถึงแม้ว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาในกลุ่ม alkoxide จะทำให้เกิดการแยกชั้นระหว่างเอทิลเอสเทอร์และกลีเซอรอล แต่ความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเทอร์ที่ได้ยังไม่ผ่านเกณฑ์มาตรฐานของกรมธุรกิจพลังงานที่กำหนดไว้ คือต้องมีความบริสุทธิ์ของเอสเทอร์ มากกว่า 96.5% เนื่องจากปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันที่ใช้ในการผลิตเอทิลเอสเทอร์นี้ เป็นปฏิกิริยาที่ผันกลับได้ ดังนั้นเมื่อเกิดปฏิกิริยาและมีผลผลิตเกิดขึ้น จะทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาช้าลง อีกทั้งแนวคิดการแยกเฟสของสัดส่วน G/S ซึ่งคาดว่าในระยะเวลาเริ่มแรกอัตราการเกิดกลีเซอรอลจากปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันจะสูงกว่าอัตราการเกิดสบู่ ค่าสัดส่วน G/S จะสูงและแยกเฟสได้โดยง่าย แต่เมื่อเวลาผ่านไปอัตราการเกิดกลีเซอรอลจะลดลง ในขณะที่อัตราการเกิดสบู่จะสูงขึ้น ทำให้ค่าสัดส่วน G/S ลดลงซึ่งส่งผลให้การแยกเฟสเกิดได้ไม่ดี การแยกเอาเฟสกลีเซอรอลออกไปจะเป็นการลดการสะสมของกลีเซอรอลและสบู่ของระบบในภาพรวม ลดการกีดขวางของอิมัลชัน ซึ่งสามารถรักษาอัตราการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันให้อยู่ในระดับสูง ส่งผลให้ไบโอดีเซลที่ได้มีความบริสุทธิ์มากพอที่จะผ่านเกณฑ์มาตรฐานได้

4.3.5 ศึกษาและพัฒนากระบวนการผลิตเอทิลเอสเทอร์คุณภาพสูงด้วยระบบ CD process

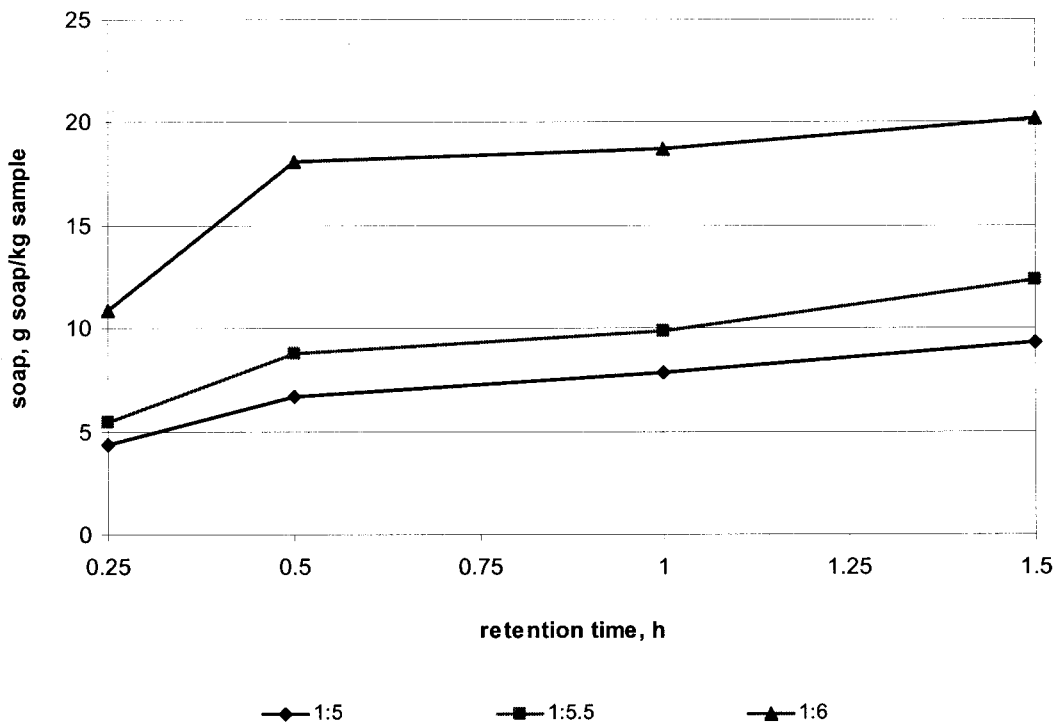
ปัจจัยที่ส่งผลต่อกระบวนการผลิตเอทิลเอสเทอร์ด้วยระบบ CD process ได้ถูกศึกษาดังนี้

4.3.5.1 สัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อเอทานอลที่เวลาในการทำปฏิกิริยาต่างๆ

จากการศึกษาผลของสัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อเอทานอลในช่วง 1:5 – 1:6 โดยใช้ KOCH_3 1% เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 60°C พบว่า ความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเทอร์จะเพิ่มขึ้นเมื่อสัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อเอทานอลเพิ่มขึ้น โดยที่สัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อเอทานอลเท่ากับ 1:6 และเวลาในการทำปฏิกิริยาตั้งแต่ 0.5 ชั่วโมงขึ้นไป ความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเทอร์ที่ได้จะมากกว่า 97% ที่สัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อเอทานอลเท่ากับ 1:5.5 ความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเทอร์จะมากกว่า 96.5% เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 1.5 ชั่วโมง และที่สัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อเอทานอลเท่ากับ 1:5 ความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเทอร์มีค่าสูงสุดที่ 92% ที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 1.5 ชั่วโมง ดังแสดงในภาพ 4.12 แต่อย่างไรก็ตามการใช้เอทานอลในปริมาณมากจะมีผลต่อความสามารถในการละลาย (solubility) ของสบู่ในเฟสของเอทิลเอสเทอร์ด้วย โดยพบว่าที่สัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อเอทานอลเท่ากับ 1:6 จะปริมาณสบู่ในเอทิลเอสเทอร์สูงด้วยเช่นกัน โดยที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 0.5 ชั่วโมง ปริมาณสบู่สูงถึง 18 g soap/kg sample ดังแสดงในภาพ 4.13 โดยปริมาณสบู่จะส่งผลให้ต้องใช้ น้ำในกระบวนการล้างทำความสะอาดเอทิลเอสเทอร์มากขึ้น รวมถึงสูญเสียเอทิลเอสเทอร์ไปกับการล้างค่อนข้างสูง ดังนั้นสัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อเอทานอลที่น่าสนใจศึกษาต่อคือ 1:5.5



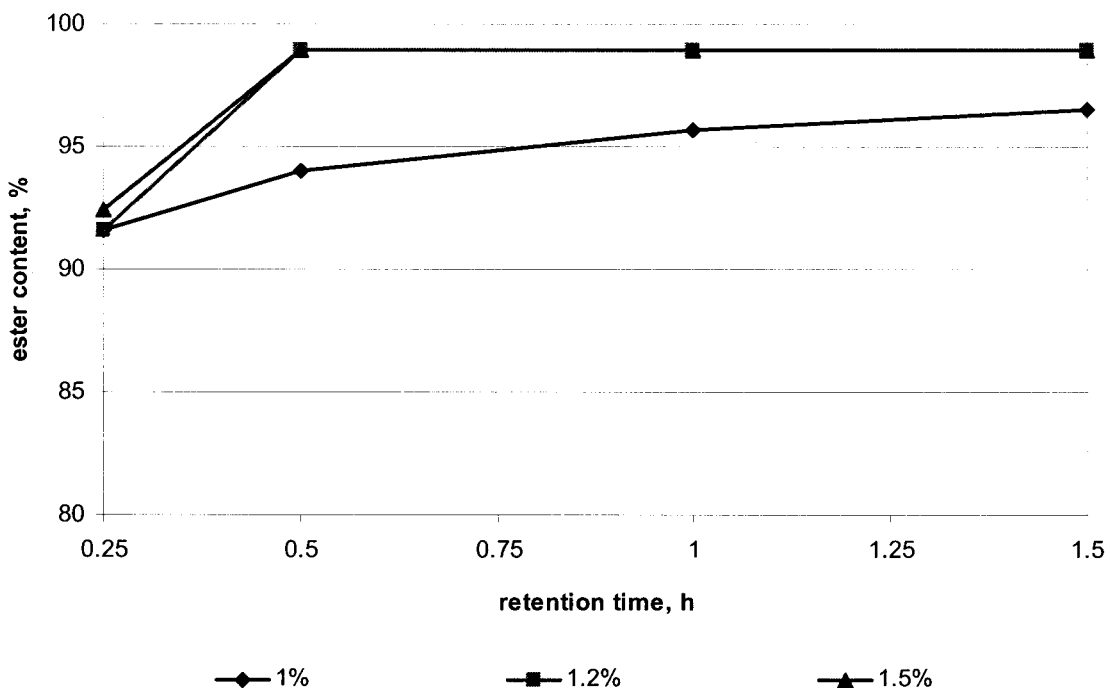
ภาพ 4.12 ผลของสัดส่วนเชิงโมลของน้ำมัน:เอทานอลต่อความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเทอร์ ที่เวลาในการทำปฏิกิริยาต่างๆ (สภาวะ: ปริมาณ KOCH_3 1%wt และ อุณหภูมิ 60 °C)



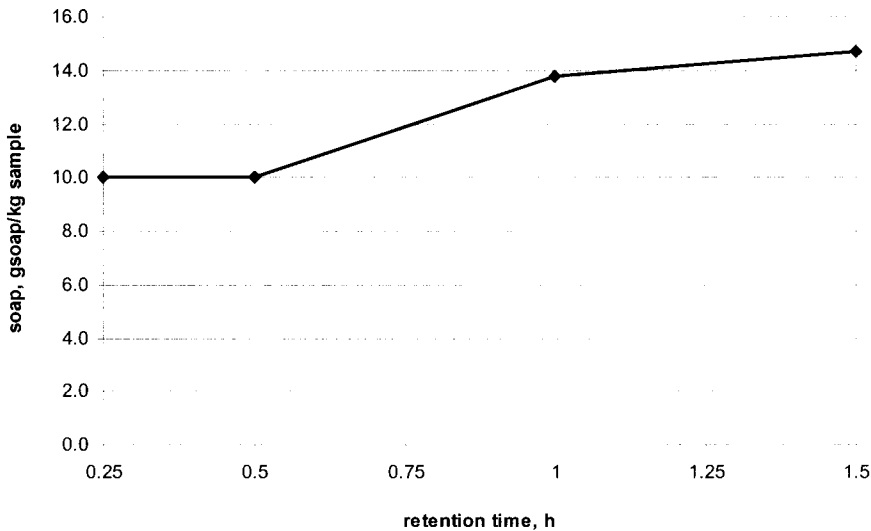
ภาพ 4.13 ผลของสัดส่วนเชิงโมลของน้ำมัน:เอทานอลต่อปริมาณสบู่ในเอทิลเอสเทอร์ ที่เวลาในการทำปฏิกิริยาต่างๆ (สภาวะ: ปริมาณ KOCH_3 1%wt และ อุณหภูมิ 60 °C)

4.3.5.2 ผลของปริมาณ KOH ที่เวลาในการทำปฏิกิริยาต่างๆ

ทำศึกษาผลของปริมาณ KOH ในช่วง 1-1.5% เมื่อใช้สัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อเอทานอล 1:5.5 และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 60°C พบว่าการเพิ่มปริมาณ KOH เป็น 1.2% จะช่วยให้ความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเทอร์มีค่าสูงประมาณ 98% ที่เวลาในการทำปฏิกิริยาดังแต่ 0.5 ชั่วโมงเป็นต้นไป ซึ่งใกล้เคียงกับการใช้ KOH ที่ 1.5% ดังแสดงในภาพ 4.14 นอกจากนั้นพบว่าปริมาณสบู่ในเฟสเอทิลเอสเทอร์ที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 0.5 ชั่วโมง มีค่าประมาณ 10 g soap/kg sample ซึ่งไม่สูงมากนัก โดยปริมาณสบู่ในเอทิลเอสเทอร์ที่เวลาการทำปฏิกิริยาต่างๆ ในสภาวะการผลิตสัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อเอทานอล 1:5.5 อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 60°C และปริมาณ KOH เป็น 1.2% แสดงดังภาพ 4.15



ภาพ 4.14 ผลของปริมาณ KOH ต่อความบริสุทธิ์ของเอทิลเอสเทอร์ ที่เวลาในการทำปฏิกิริยาต่างๆ (สภาวะ: สัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อเอทานอล 1:5.5 และ อุณหภูมิ 60°C)



ภาพ 4.15 ปริมาณสบู่ในเอทิลเอสเตอร์ที่เวลาทำปฏิกิริยาต่างๆ (สภาวะ: สัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อเอทานอล 1:5.5 และ อุณหภูมิ 60 °C)

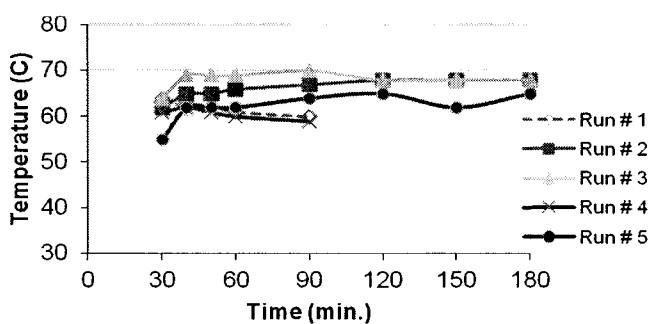
ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่าสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตเอทิลเอสเตอร์ได้แก่ สัดส่วนเชิงโมลของน้ำมันต่อเอทานอล 1: 5.5 ปริมาณ KOCH₃ 1.2% เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที และอุณหภูมิ 60 °C ซึ่งเอทิลเอสเตอร์ที่ได้จะมาความบริสุทธิ์ และผลได้ เท่ากับ 98.0% และ 93.1% ตามลำดับ

4.4 กระบวนการเอสเตอริฟิเคชันและทรานส์เอสเตอริฟิเคชันแบบต่อเนื่องขนาด 500 ลิตร/วัน

4.4.1 ผลการทดลองการเอสเตอริฟิเคชันน้ำมันปาล์มดิบด้วยเอทานอล

อุณหภูมิของการทดลองแบบต่อเนื่องด้วยวิธีการของ Taguchi ในช่วงอุณหภูมิ 60-70°C แสดงไว้ใน

ภาพ 4.16



ภาพ 4.16 อุณหภูมิของถังปฏิกรณ์ของการทดลองแบบต่อเนื่อง



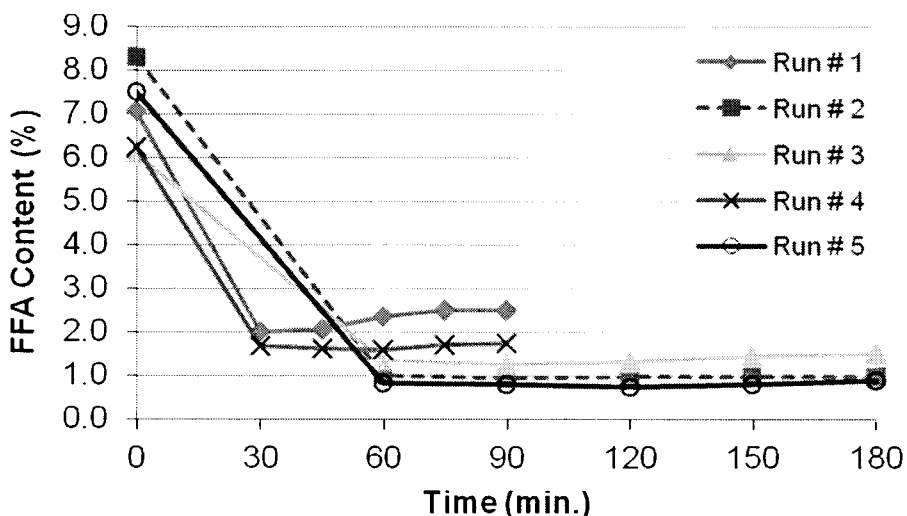
หมายเหตุ Run # 5 คือ confirmation run

การลดลงของกรดไขมันอิสระซึ่งเป็นผลจากการทำปฏิกิริยาเอสเตอริฟิเคชัน แสดงดังตาราง 4.7 (บางชุดการทดลองทำการทดลองเพียง 90 นาที เนื่องจาก retention time ต่ำ)
ตาราง 4.7 ค่ากรดไขมันอิสระที่ได้จากการทำปฏิกิริยาเอสเตอริฟิเคชันแบบต่อเนื่อง

Time (min)	Average FFA (%)				
	Run # 1	Run # 2	Run # 3	Run # 4	Run # 5
0	7.07	8.32	6.11	6.24	7.50
30	2.01			1.69	
45	2.07			1.63	
60	2.37	1.00	1.36	1.60	0.85
75	2.51			1.72	
90	2.52	0.95	1.27	1.74	0.81
120		0.99	1.33		0.74
150		0.99	1.47		0.80
180		0.98	1.53		0.88
Average					0.81
Cal FFA					0.90



ภาพ 4.17 แสดงค่า FFA ที่เข้าสู่สถานะสมดุลเมื่อเวลาผ่านไปประมาณ 2 เท่าของ retention time (2 RT)



ภาพ 4.17 กรดไขมันอิสระที่ลดลง

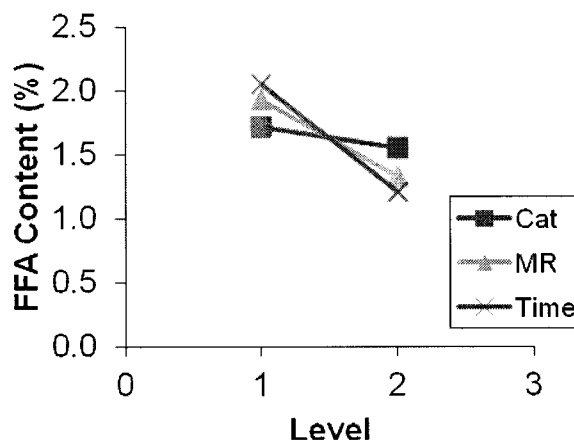
ตาราง 4.8 แสดง response characteristics ของการทดลองแบบ Taguchi และตาราง 4.9 แสดง response table ภาพ 4.18 แสดง response graph

ตาราง 4.8 Response characteristics

Run No.	Factors			Response		
	Cat	MR	Time	y1	y2	Characteristic (y)
1	1	1	1	2.37	2.52	2.44
2	1	2	2	0.99	0.98	0.99
3	2	1	2	1.33	1.53	1.43
4	2	2	1	1.60	1.74	1.67
T						1.63

ตาราง 4.9 Response table

Level	Cat	MR	Time
1	1.72	1.94	2.06
2	1.55	1.33	1.21
Delta	0.17	0.61	0.85
Order		2	1
Select	Cat 2	MR 2	Time 2
μ	= T+(MR2-T)+(Time2-T)		
μ	= 0.90		

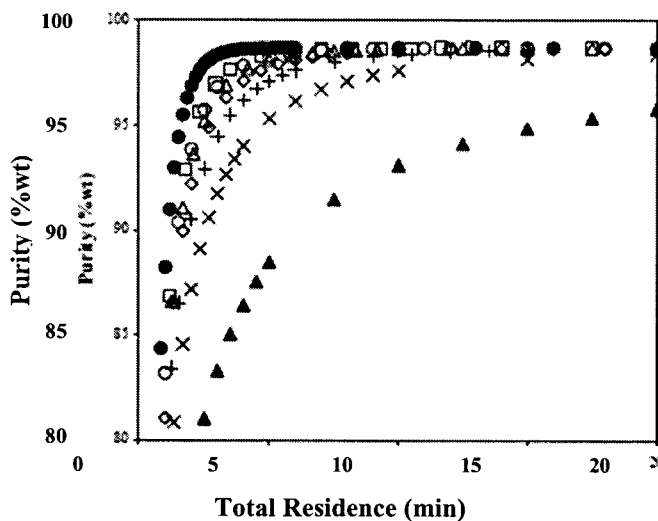


ภาพ 4.18 The response graph

ผลของการเอสเตอริฟิเคชันน้ำมันปาล์มดิบที่มีค่ากรดไขมันอิสระเริ่มต้นแตกต่างกันด้วยเอทานอล ซึ่งดำเนินการที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 3 RT โดยมี response characteristics แสดงค่ากรดไขมันอิสระเฉลี่ยที่ 1.63 wt%. หลังจากวิเคราะห์ตาราง response table (ตาราง 4.9) แสดงให้เห็นว่ามีเพียง 2 ตัวแปรที่มีนัยสำคัญ เรียงตามลำดับจากมากไปน้อย ดังนี้คือ เวลาพักเก็บ และอัตราส่วนโดยโมลของเอทานอลต่อกรดไขมันอิสระ ส่วนปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (กรดซัลฟิวริก) มีค่า delta น้อยกว่าครึ่งหนึ่งของตัวถัดไป ไม่จำเป็นต้องนำมาคำนวณ predicted FFA ซึ่งสอดคล้องกับกราฟ response ในภาพที่ 4.18 กรดไขมันอิสระที่คำนวณได้จากสมการ predicted FFA คือ 0.90 wt% ใกล้เคียงกับ 0.81 wt% ที่ได้จากการยืนยันการทดลอง

ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่า สภาวะที่เหมาะสมของกระบวนการเอสเตอริฟิเคชันแบบต่อเนื่องของน้ำมันปาล์มดิบกับเอทานอล คือ เวลาพักเก็บ 1 ชั่วโมง อัตราส่วนโดยโมลของเอทานอลต่อกรดไขมันอิสระเป็น 30:1 และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 60 wt% ของกรดไขมันอิสระ ซึ่งสามารถลดกรดไขมันอิสระจาก 7.50 ลงเหลือ 0.81 wt%. โดยปริมาณฟอสฟอรัสในน้ำมันปาล์มดิบลดลงจากค่า 21.70 mg/kg เหลือในน้ำมันเอสเตอริฟายด์เท่ากับ 1.01 mg/kg

อย่างไรก็ตาม ปริมาณกรดไขมันอิสระที่เหลืออยู่สุดท้ายไม่อาจต่ำกว่า 0.5 wt% ซึ่งเป็นเป้าหมายที่คาดหวัง ผู้วิจัยได้ลองทดสอบกระบวนการเอสเตอริฟิเคชันแบบแบทช์ ด้วยถังปฏิกรณ์เดียวกันนี้ และด้วยสภาวะเช่นเดียวกับที่ใช้ในแบบต่อเนื่อง พบว่า กรดไขมันอิสระสามารถลดลงเหลือ 0.5 wt% ได้ เหตุผลที่เป็นเช่นนี้ สามารถอธิบายได้จากการศึกษาของ Leevijit et al. (2006) จาก Transesterification of palm oil in series of continuous stirred tank reactors. Leevijit et al. (2006) ทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันของน้ำมันปาล์มรีไฟน์ด้วยเมทานอลในถังกวนต่อเนื่อง 6 stages ถึงจะได้ผลลัพธ์เช่นเดียวกับถังปฏิกรณ์แบบแบทช์หรือแบบ plug flow ที่เป็นเช่นนี้เพราะถังกวนต่อเนื่อง stage เดียว ไม่สามารถทำให้เกิดการผสมที่เป็นเนื้อเดียวกันอย่างแท้จริง (nonideal mixing performance) อย่างที่แบบแบทช์หรือแบบ plug flow ทำได้ ซึ่งอาจเนื่องมาจากการไหลข้าม (short cut flow) หรือการเกิดจุดอับ (stagnant zone) ดังนั้น ถังกวนต่อเนื่องจึงต้องใช้ถึง 6 stages ถึงจะมีประสิทธิภาพในการผสมดีเท่ากับแบบแบทช์หรือแบบ plug flow



ภาพ 4.19 Predicted purity for the transesterification of palm oil in series of CSTRs at molar ratio 6:1, temperature 60°C, NaOH concentration 1 wt % of oil; (▲) 1-CSTR; (×) 2-CSTRs; (+) 3-CSTRs; (◊) 4-CSTRs; (△) 5-CSTRs; (o) 6-CSTRs; (□) 7-CSTRs; (●) PFR.

(Leevijit et al., 2006)



สำหรับถึงกวนต่อเนื่องที่ใช้ในกระบวนการเอสเตอริฟิเคชันนี้ ประกอบด้วย 3 stages แม้ว่าเรโนลด์นัมเบอร์ของการผสม ($N_{Re} = 20,249$) จะมีค่าอยู่ในระดับ turbulence ก็ตาม แต่การผสมของเหลวหนืดที่อุณหภูมิ 60°C ให้เป็นเนื้อเดียวกันอย่างแท้จริง อาจทำไม่ได้ หากต้องการให้การผสมดียิ่งขึ้น อาจต้องใช้ stages ที่มากขึ้นกว่านี้ซึ่งจะส่งผลให้กระบวนการเอสเตอริฟิเคชันในระบบนี้ สามารถลดกรดไขมันอิสระลงเหลือ $0.5 \text{ wt}\%$ ได้ ซึ่งเป็นประเด็นที่ต้องศึกษาต่อไป

ประสิทธิภาพเชิงพลังงานของกระบวนการเอสเตอริฟิเคชันด้วยถึงกวนต่อเนื่องอยู่ที่ 72-78% ถือว่าอยู่ในเกณฑ์ที่ดี

ตาราง 4.10 Energy efficiency

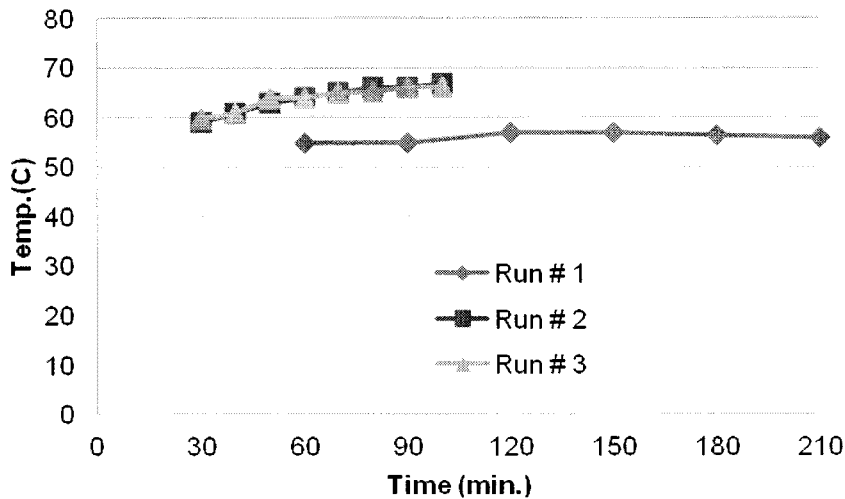
	Energy (Wh/kg CPO)				
	Run # 1	Run # 2	Run # 3	Run # 4	Run # 5
CSTR	28.24	41.28	34.92	29.44	33.94
Theory	21.67	31.31	25.72	22.56	27.05
Efficiency	76.74%	75.86%	73.67%	76.62%	79.70%

4.4.2 กระบวนการทรานส์เอสเตอริฟิเคชันแบบต่อเนื่องขนาด 500 ลิตร/วัน

การทดลองกระบวนการทรานส์เอสเตอริฟิเคชันแบบต่อเนื่องมี 3 การทดลอง กระทำด้วยสภาวะต่างกัน แสดงไว้ในตาราง 4.11 ข้างล่างนี้

ตาราง 4.11 แสดงสภาวะในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันใน CD reactor

สภาวะในการทดลอง	Unit	การทดลอง		
		Run # 1	Run # 2	Run # 3
อัตราป้อน EPO	L/hr	12.86	35.62	35.34
ปริมาณกรดไขมันอิสระ	%	1.18	0.65	0.53
อัตราส่วน Ethanol: TG	โมล	5.7	7.73	5.66
อัตราส่วน KOCH_3 :TG	โมล	0.2	0.2	0.2
อุณหภูมิปฏิกิริยา	($^{\circ}\text{C}$)	56	67	66
เวลาเก็บกัก	(Min.)	60	25	25

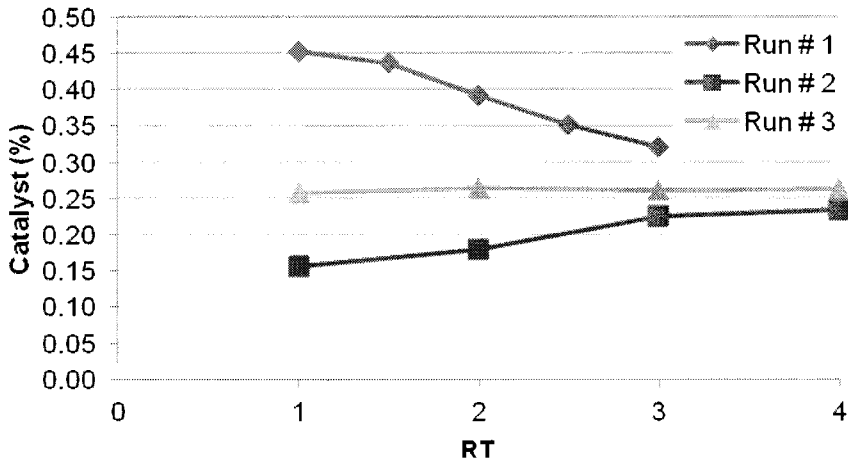


ภาพ 4.20 Outlet temperature profiles

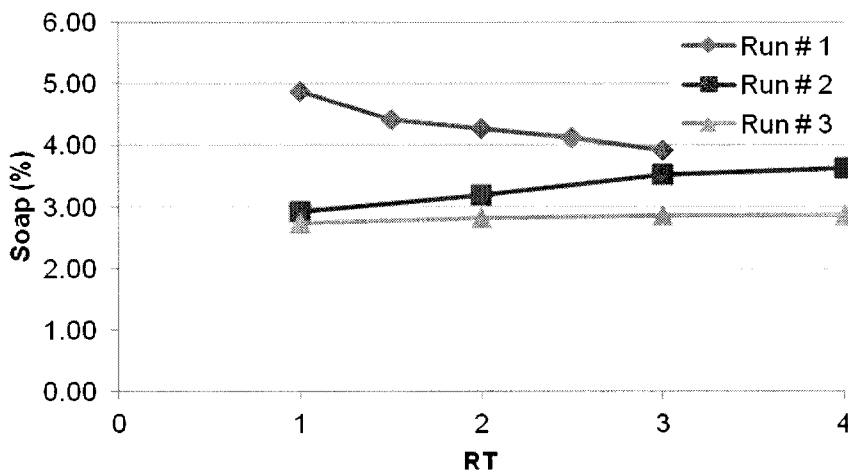
ตาราง 4.12 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา สบู่ เอทิลเอสเทอร์ และค่ากรดในเฟสเอสเทอร์

Time (RT)	Catalyst (%)			Soap (%)			Ester (%)			AV (mgKOH/g)		
	Run #	Run #	Run #	Run #	Run #	Run #	Run #	Run #	Run #	Run #	Run #	Run #
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
1	0.45	0.16	0.26	4.88	2.92	2.74	97.31	94.85	96.49	0.57	0.71	0.68
1.5	0.44			4.42			98.95			0.72		
2	0.39	0.18	0.26	4.27	3.20	2.81	98.95	98.95	98.95	0.55	0.75	0.62
2.5	0.35			4.13			98.95			0.73		
3	0.32	0.23	0.26	3.92	3.52	2.87	98.95	98.95	98.95	0.60	0.65	0.64
4		0.24	0.26		3.62	2.87		98.95	98.54		0.70	0.57

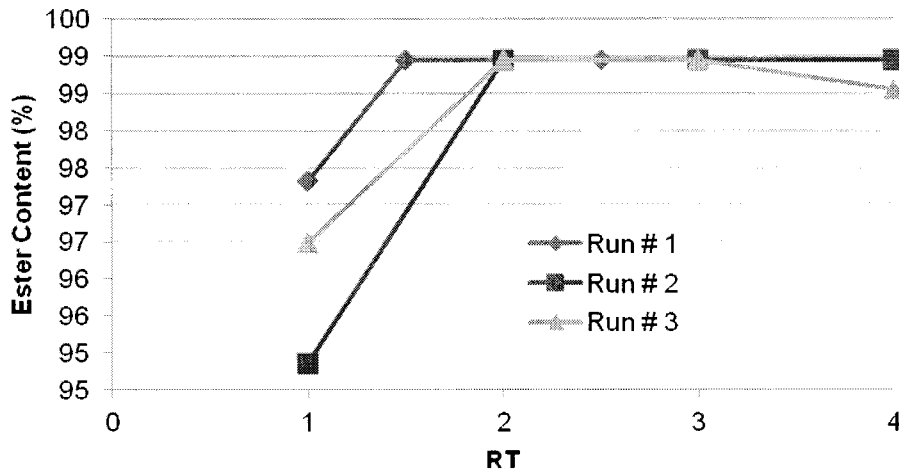
ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยายังเหลืออยู่ในเฟสเอสเทอร์ที่ไม่แตกต่างกันมากนัก ระหว่าง การทดลองที่ 1 ซึ่งใช้เวลาเก็บกัก 60 นาทีและอุณหภูมิการทำปฏิกิริยาต่ำ (56 °C) และการทดลองที่ 2 ซึ่งใช้สัดส่วนเอทานอลสูง (7.0) เวลาเก็บกัก 25 นาที ค่ากรดไขมันอิสระเริ่มต้นต่ำ และการทดลองที่ 3 ซึ่งใช้สัดส่วนเอทานอลต่ำ (5.66) โดยปริมาณสบู่ในการทดลองที่ 3 จะต่ำลง ซึ่งมาจากการมีเอทานอลที่น้อยกว่า ส่วนค่าปริมาณเอทิลเอสเทอร์และค่าความเป็นกรดในทั้ง 3 การทดลองไม่แตกต่างกัน



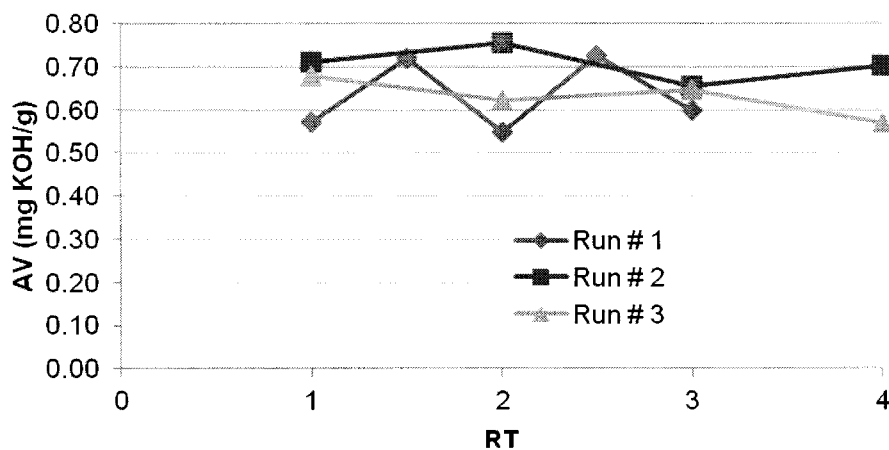
ภาพ 4.21 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาในเฟสเอสเตอร์ที่เวลาเก็บกักต่างๆ กัน



ภาพ 4.22 ปริมาณสบู่ในเฟสเอสเตอร์ที่เวลาเก็บกักต่างๆ กัน



ภาพ 4.23 ปริมาณเอทิลเอสเทอร์ในเฟสเอสเทอร์ที่เวลาเก็บกักต่างๆ กัน



ภาพ 4.24 ปริมาณกรดในเฟสเอสเทอร์ที่เวลาเก็บกักต่างๆ กัน

การดำเนินการที่ 3 มีค่าผลได้ (yield) ประมาณ 90.4%

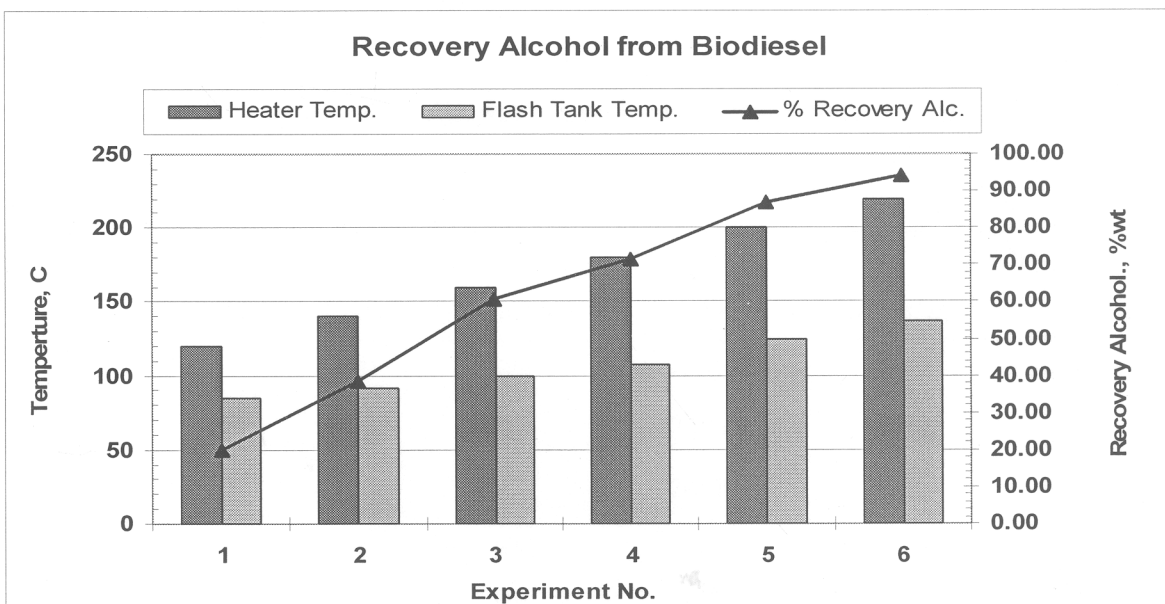
4.5 การปรับแต่งคุณภาพไบโอดีเซล

4.5.1 การแยกคีนแอลกอฮอล์ด้วยการระเหยแบบแฟลช

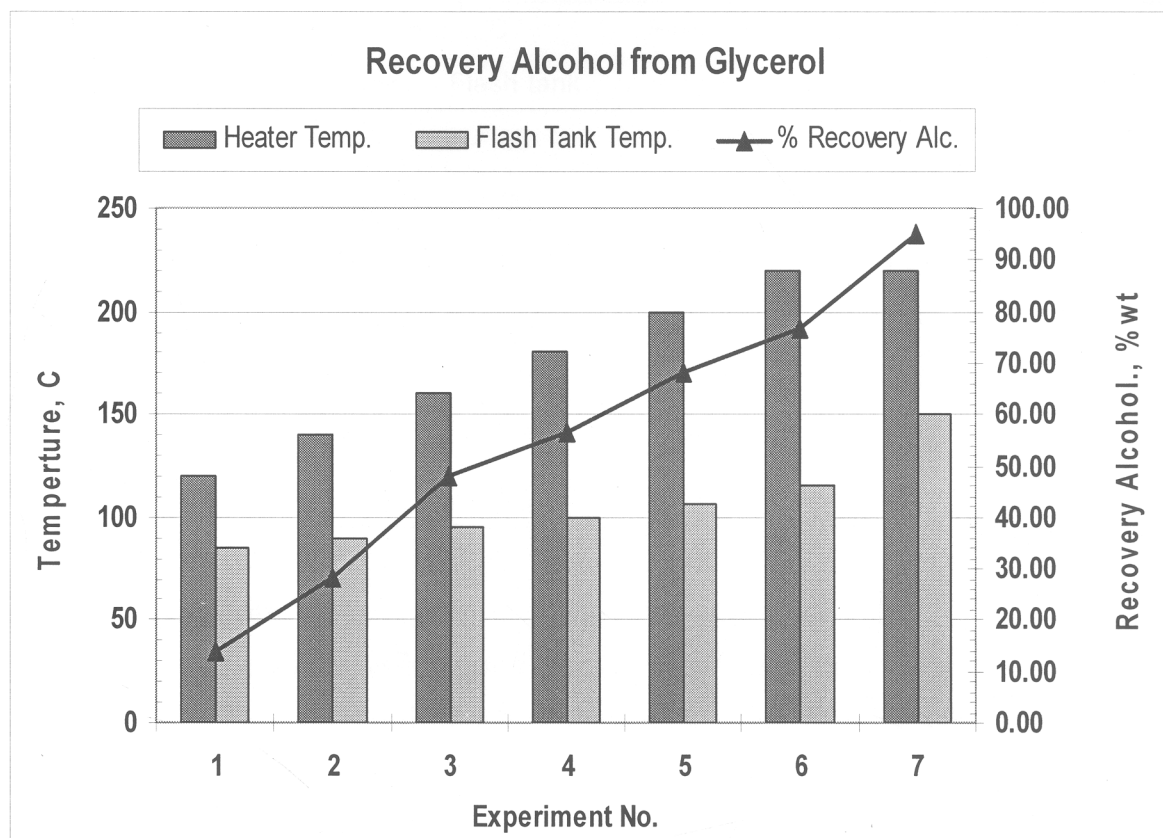
จากการทดลองโดยใช้ไบโอดีเซลหลังทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันหรือกลีเซอรอลที่แยกได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันเข้าระเหยเอทานอลในชุดระเหยแอลกอฮอล์แบบต่อเนื่อง โดยใช้ระบบ flash evaporation ที่ความดัน 30 บาร์ ด้วยปั๊มแรงดันสูง และปรับเปลี่ยนอุณหภูมิที่ชุดให้ความร้อนเท่ากับ 120, 140, 160, 180, 200 และ 220 องศาเซลเซียส ตามลำดับ โดยที่ไบโอดีเซลและกลีเซอรอลมีปริมาณ

เอทานอลเริ่มต้นเท่ากับ 34.00% และ 16.22% โดยน้ำหนักตามลำดับ และอัตราการป้อนเข้าสู่ชุดระเหย แอลกอฮอล์แบบต่อเนื่องเมื่อใช้ไบโอดีเซลและกลีเซอรอล ประมาณ 25 ลิตรต่อชั่วโมง ซึ่งจะเห็นได้ว่าเมื่อเพิ่ม อุณหภูมิของชุดให้ความร้อนจะทำให้ได้เปอร์เซ็นต์การแยกคืนเอทานอลสูงขึ้นทั้งในไบโอดีเซลและกลีเซอรอล แสดงดังภาพ 4.25 และภาพ 4.26 โดยที่อุณหภูมิ 220 องศาเซลเซียส (การทดลองครั้งที่ 6) ไบโอดีเซลและ กลีเซอรอลจะให้เปอร์เซ็นต์การแยกคืนเอทานอลสูงสุดเท่ากับ 94.08% และ 76.47% ตามลำดับ และมี เอทานอลคงเหลืออยู่ใน ไบโอดีเซลและกลีเซอรอลหลังจากระเหยแล้ว เท่ากับ 0.96% และ 8.00% ตามลำดับ แสดงดังตาราง 4.13

สาเหตุที่เปอร์เซ็นต์การแยกคืนเอทานอลในกลีเซอรอลที่มีค่าน้อยกว่าในไบโอดีเซล เนื่องจาก ปริมาณเอทานอลเริ่มต้นที่มีมากกว่าเท่ากับ 2.09 เท่า ทำให้ต้องใช้พลังงานในการระเหยเอทานอลที่มากกว่า ซึ่งชุดให้ความร้อนขนาด 6000 วัตต์ ไม่สามารถแยกคืนเอทานอลของกลีเซอรอลให้มีประสิทธิภาพสูงภายใน 1 ครั้ง ดังนั้นจึงได้ทำการทดลองในส่วนของกลีเซอรอล ด้วยการนำกลีเซอรอลที่ผ่านการระเหยเอทานอลคืนใน ครั้งแรก วนกลับมาะเหยซ้ำอีกครั้ง ที่อุณหภูมิ 220 องศาเซลเซียส (การทดลองครั้งที่ 7) โดยที่มีปริมาณ เอทานอลเริ่มต้นเท่ากับ 8.00% ซึ่งจะให้เปอร์เซ็นต์การแยกคืนเอทานอลเท่ากับ 95.00% และมีเอทานอล คงเหลืออยู่ในกลีเซอรอลหลังจากระเหยแล้ว เท่ากับ 0.40% ซึ่งทำให้เปอร์เซ็นต์การแยกคืนเอทานอลรวม ของกลีเซอรอลเท่ากับ 98.82%



ภาพ 4.25 เปอร์เซนต์การแยกคืนเอทานอลจากไบโอดีเซล



ภาพ 4.26 เปรอ์เซ็นต์การแยกคืนเอทานอลจากกลีเซอรอล

ตาราง 4.13 แสดงปริมาณเอทานอลเริ่มต้นและหลังออกจากชุดระเหยแอลกอฮอล์แบบต่อเนื่อง

Biodiesel Experiment No.	Temp., C		Flow rate L/hr	%EtOH	
	Heater	Flash tank		ini, wt/wt	fin, wt/wt
1	120	85	24.00	16.22	12.98
2	140	92	24.00	16.22	9.98
3	160	100	24.00	16.22	6.35
4	180	108	21.43	16.22	4.66
5	200	125	21.82	16.22	2.12
6	220	137	20.00	16.22	0.96



Glycerol Experiment No.	Temp., C		Flow rate L/hr	%EtOH	
	Heater	Flash tank		ini, wt/wt	fin, wt/wt
1	120	85	23.08	34.00	29.20
2	140	90	23.53	34.00	24.40
3	160	95	23.08	34.00	17.61
4	180	100	21.05	34.00	14.80
5	200	106	21.05	34.00	10.80
6	220	115	18.18	34.00	8.00
7	220	150	20.00	8.00	0.40

4.5.2 การล้างไบโอดีเซล

การทดลองใช้ไบโอดีเซล (เอทิลเอสเตอร์) ที่ผ่านการแยกคีนเอทานอลจากการระเหยแอลกอฮอล์โดยใช้ระบบ flash evaporation และป้อนไบโอดีเซลเข้าสู่ชุดกระบวนการล้างด้วยน้ำร่วมกับสารดูดซับด้วยอัตราการไหล 40 ลิตรต่อชั่วโมง โดยที่มีค่าสบูเริ่มต้นที่ 29,529 ppm พบว่า ค่าสบูเมื่อผ่านอุปกรณ์ต่างๆ คือ ถึงเรซิน 1 ถึงเรซิน 2 และถึงล้าง เท่ากับ 26,160 24,218 และ 9,994 ppm ตามลำดับ หรือคิดเป็นเปอร์เซ็นต์การลดลงของค่าสบูเท่ากับ 10.02 6.68 และ 48.93% ตามลำดับ ซึ่งการลดลงของปริมาณสบูรวมมีค่าเท่ากับ 65.62% เนื่องจากค่าสบูเริ่มต้นในไบโอดีเซลที่มีค่าสูงมาก จึงทำให้ประสิทธิภาพการทำงานของชุดกระบวนการล้างด้วยน้ำร่วมกับสารดูดซับมีค่าต่ำ เมื่อเปรียบเทียบกับไบโอดีเซล (เมทิลเอสเตอร์) ที่ค่าสบูเริ่มต้นประมาณ 5,000 ppm และยังมีค่าการลดลงของปริมาณสบูรวมเท่ากับ 95% (ชาคริตและคณะ, 2554)

ดังนั้นจึงต้องทำการการลดค่าสบูเริ่มต้นในไบโอดีเซล (เอทิลเอสเตอร์) ให้มีค่าลดลงก่อนเข้าสู่ชุดกระบวนการล้างด้วยน้ำร่วมกับสารดูดซับ ซึ่งจากการทดลองนำไบโอดีเซล (เอทิลเอสเตอร์) ที่มีค่าสบูเริ่มต้นเท่ากับ 24,125 ppm นำมาเติมกลีเซอรอลที่ผ่านการระเหยเอทานอลแล้วและกลีเซอรอลบริสุทธิ์ เพื่อที่จะให้กลีเซอรอลที่เติมลงไปดูดซับสบูและกลีเซอรอลที่แขวนลอยอยู่ในไบโอดีเซล โดยที่กวนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 15 นาที แล้วปล่อยให้แยกชั้น ปรากฏว่าไบโอดีเซล (เอทิลเอสเตอร์) มีค่าสบูลดลงเท่ากับ 86.56 และ 95.87% เมื่อใช้กลีเซอรอลที่ผ่านการระเหยเอทานอลแล้วและกลีเซอรอลบริสุทธิ์ตามลำดับ แต่อย่างไรก็ตามหลังจากการแยกแล้วก็มีการสูญเสียไบโอดีเซล (เอทิลเอสเตอร์) ไปกับกลีเซอรอล โดยคิดเป็น 30.85 และ 15.21% เมื่อใช้กลีเซอรอลที่ผ่านการระเหยเอทานอลแล้วและกลีเซอรอลบริสุทธิ์ ตามลำดับ แสดงดังตาราง 4.14

ตาราง 4.14 การลดค่าสบู่ในไบโอดีเซล (เอทิลเอสเตอร์)

ครั้งที่ 1	น้ำหนัก, g	ค่าสบู่, ppm
ไบโอดีเซล (เอทิลเอสเตอร์)	100.00	24,125
กลีเซอรอลที่ผ่านการระเหยเอทานอลแล้ว	23.67	23,284
น้ำหนักรวม	123.67	
หลังจากการแยก		
ไบโอดีเซล (เอทิลเอสเตอร์)	69.15	3,240
กลีเซอรอลที่ผ่านการระเหยเอทานอลแล้ว	51.23	146,117
น้ำหนักรวม	120.38	
ครั้งที่ 2	น้ำหนัก, g	ค่าสบู่, ppm
ไบโอดีเซล (เอทิลเอสเตอร์)	100.00	24,125
กลีเซอรอลบริสุทธิ์	12.56	0
น้ำหนักรวม	112.56	
หลังจากการแยก		
ไบโอดีเซล (เอทิลเอสเตอร์)	84.79	996
กลีเซอรอลบริสุทธิ์	23.46	90,674
น้ำหนักรวม	108.25	

4.6 คุณสมบัติทางเชื้อเพลิงของเอทิลเอสเตอร์ที่ผลิตได้ตามมาตรฐานของกรมมาตรฐานพลังงาน

ตาราง 4.15 ผลการวิเคราะห์ตามมาตรฐานข้อกำหนดลักษณะและคุณภาพ และประเภทเมทิลเอสเตอร์ของกรดไขมัน พ.ศ. 2552 ของกรมธุรกิจพลังงาน

รายการ	ข้อกำหนด	ค่าวิเคราะห์	ผ่าน/ตก	อัตราสูง/ต่ำตามมาตรฐาน	วิธีทดสอบ ^{1/}
1	เอทิลเอสเตอร์ร้อยละโดยน้ำหนัก (Methyl Ester, % Wt.)	99.65	ผ่าน	ไม่ต่ำกว่า 96.5	EN 14103
2	ความหนาแน่น ณ อุณหภูมิ 15 °C, กิโลกรัม/ลูกบาศก์เมตร (Density at 15 °C, kg/m ³)	882.2	ผ่าน	ไม่ต่ำกว่าและ ไม่สูงกว่า 860 และ 900	ASTM D 1298
3	ความหนืด ณ อุณหภูมิ 40 °C เซนติสโตกส์ (Viscosity at 40 °C, cSt)	4.60	ผ่าน	ไม่ต่ำกว่าและ ไม่สูงกว่า 3.5 และ 5.0	ASTM D 445

รายการ	ข้อกำหนด	ค่า วิเคราะห์	ผ่าน/ ตก	อัตราสูง/ต่ำ ตามมาตรฐาน	วิธี ทดสอบ ^{1/}
4	จุดวาบไฟองศาเซลเซียส (Flash Point, °C)	167	ผ่าน	ไม่ต่ำกว่า	120 ASTM D 93
5	กำมะถันร้อยละโดยน้ำหนัก (Sulphur, %Wt)	0.000097	ผ่าน	ไม่สูงกว่า	0.0010 ASTM D 2622
6	กากถ่านร้อยละโดยน้ำหนัก (ร้อยละ 10 ของกากที่เหลือจากการกลั่น) (Carbon Residue, on 10% distillation residue,%Wt.)	0.23	ผ่าน	ไม่สูงกว่า	0.30 ASTM D 4530
7	จำนวนซีเทน (Cetane Number)	na	-	ไม่ต่ำกว่า	51 ASTM D 613
8	เถ้าซัลเฟตร้อยละโดยน้ำหนัก (Sulfated Ash,%Wt)	<0.005	ผ่าน	ไม่สูงกว่า	0.02 ASTM D 874
9	น้ำร้อยละโดยน้ำหนัก (Water,%Wt)	0.123	ไม่ผ่าน	ไม่สูงกว่า	0.050 EN ISO 12937
10	สิ่งปนเปื้อนทั้งหมดร้อยละโดยน้ำหนัก (Total Contaminate,%Wt)	0.0020	ผ่าน	ไม่สูงกว่า	0.0024 EN 12662
11	การกัดกร่อนแผ่นทองแดง (Copper Strip Corrosion)	1a	ผ่าน	ไม่สูงกว่า	หมายเลข 1 ASTM D 130
12	เสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ณ อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส ชั่วโมง (Oxidation Stability at 110 °C, hours)	0.06	ไม่ผ่าน	ไม่ต่ำกว่า	10 EN 14112
13	ค่าความเป็นกรด มิลลิลิตร โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์/กรัม (Acid Value, mg KOH/g)	0.56	ไม่ผ่าน	ไม่สูงกว่า	0.50 (0.80) ASTM D 664
14	ค่าไอโอดีน กรัมไอโอดีน/100 กรัม (Iodine Value, g Iodine/100 g)	51.31	ผ่าน	ไม่สูงกว่า	120 EN 14111
15	กรดลิโนเลนิกเมทิลเอสเทอร์ ร้อยละ โดยน้ำหนัก (Linolenic Acid Methyl Ester,%Wt)	0.06	ผ่าน	ไม่สูงกว่า	12.0 EN 14103
16	เอทานอล ร้อยละโดยน้ำหนัก (Ethanol,%Wt)	<0.01	ผ่าน	ไม่สูงกว่า	0.20 EN 14110
17	โมโนกลีเซอไรด์ร้อยละโดยน้ำหนัก (Monoglyceride,%Wt)	0.56	ผ่าน	ไม่สูงกว่า	0.80 EN 14105



รายการ	ข้อกำหนด	ค่า วิเคราะห์	ผ่าน/ ตก	อัตราสูง/ต่ำ ตามมาตรฐาน	วิธี ทดสอบ ^{1/}
18	ไดกลีเซอไรด์ร้อยละโดยน้ำหนัก (Diglyceride,%Wt)	0.18	ผ่าน	ไม่สูงกว่า 0.20	EN 14105
19	ไตรกลีเซอไรด์ร้อยละโดยน้ำหนัก (Triglyceride,%Wt)	0.00	ผ่าน	ไม่สูงกว่า 0.20	EN 14105
20	กลีเซอรินอิสระร้อยละโดยน้ำหนัก (Free glycerin,%Wt)	0.00	ผ่าน	ไม่สูงกว่า 0.02	EN 14105 (ASTM D 6584)
21	กลีเซอรินทั้งหมดร้อยละโดยน้ำหนัก (Total glycerin,%Wt)	0.17	ผ่าน	ไม่สูงกว่า 0.25	EN 14105 (ASTM D 6584)
22	โลหะกลุ่ม 1 (โซเดียมและโพแทสเซียม) มิลลิกรัม/กิโลกรัม (Group I metals (Na+K)mg/kg)	na	-	ไม่สูงกว่า 5.0	EN 14108 และ EN 14109
	โลหะกลุ่ม 2 (แคลเซียมและแมกนีเซียม) มิลลิกรัม/กิโลกรัม (Group II metals (Ca+Mg) mg/kg)			ไม่สูงกว่า 5.0	prEN 14538
23	ฟอสฟอรัสร้อยละโดยน้ำหนัก (Phosphorus, %Wt)	0.0008	ผ่าน	ไม่สูงกว่า 0.0010	ASTM D 4951
24*	สารเติมแต่ง (ถ้ามี) (Additive)	-	-	ให้เป็นไปตามที่ได้รับความเห็นชอบจากอธิบดี กรมธุรกิจพลังงาน	
25*	สี (Colour)	-	-	ม่วง	ตรวจพินิจ ด้วยสายตา

หมายเหตุ - 1/ วิธีทดสอบอาจใช้วิธีอื่นที่เทียบเท่าก็ได้ แต่ในกรณีที่มีข้อโต้แย้งให้ใช้วิธีที่กำหนด
ในรายละเอียดแนบท้ายนี้

จะเห็นได้ว่าคุณสมบัติทางเชื้อเพลิงของเอทิลเอสเทอร์ที่ผลิตได้สามารถผ่านมาตรฐานของกรมธุรกิจพลังงานได้ 18 รายการ จากที่ส่งวิเคราะห์ 21 รายการ ยกเว้นปริมาณน้ำ ค่าความเป็นกรดและเสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ซึ่งมีรายละเอียด ดังนี้

ปริมาณน้ำมีค่าที่วิเคราะห์ได้เท่ากับ 0.123% ซึ่งโดยทั่วไปแล้วไบโอดีเซลจะสามารถดูดความชื้นจากอากาศทำให้มีปริมาณน้ำสะสมอยู่ภายในและจะมีค่าอยู่ในช่วง 0.1-0.15% ดังนั้นจึงสามารถแก้ไขได้โดยใช้สารดูดความชื้นจากไบโอดีเซล ซึ่งจากการเติมสารดูดความชื้น Purolite PD206 ลงไป 3%



โดยน้ำหนักของไบโอดีเซลและกวนเป็นเวลา 30 นาที ซึ่งทำให้ปริมาณน้ำมีค่าเท่ากับ 0.027% และผ่านเกณฑ์มาตรฐานของกรมธุรกิจพลังงาน

ค่าความเป็นกรดซึ่งจะอยู่ในช่วง 0.55-0.75 mgKOH/g ซึ่งสามารถแก้ไขได้โดยเติมด่างลงไปสะเทินกรดไขมันอิสระที่เหลืออยู่ในเอทิลเอสเตอร์ ในขั้นตอนหลังจากแยกกลีเซอรอลออกจากเอสเตอร์ ซึ่งจะทำให้เกิดการสะเทินได้ดี เนื่องจากไม่มีกลีเซอรอลขัดขวางการเข้าทำปฏิกิริยาของด่าง สำหรับความเข้มข้นของด่างที่ใช้ในกรณีค่าความเป็นกรดอยู่ในช่วง 0.55-0.75 mgKOH/g ใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ เท่ากับ 0.1% โดยน้ำหนักเอสเตอร์ ละลายในเอทานอล (ปริมาณเอทานอล เท่ากับ 3% โดยน้ำหนักเอสเตอร์ กวนประมาณ 15 นาที จากนั้นจึงนำเอสเตอร์ที่ผ่านการกำจัดกรดไขมันอิสระเข้าสู่การแยกคีนแอลกอฮอล์ การล้างและการกำจัดน้ำ ก็จะได้เอทิลเอสเตอร์ที่มีค่าความเป็นกรดที่ต่ำกว่า 0.50 mgKOH/g ซึ่งผ่านมาตรฐานของกรมธุรกิจพลังงาน

ค่าเสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน จะมีค่าต่ำกว่าเกณฑ์มาตรฐานของกรมธุรกิจพลังงานมาก แต่สามารถแก้ไขได้โดยเติมสารเคมีเพื่อเพิ่มค่าเสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ซึ่งได้เติม สาร Kerobit ลงไปในไบโอดีเซลที่ผ่านการล้างแล้วจำนวน 1,000 ppm จึงทำให้ค่าเสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันมีค่าเท่ากับ 23.4 ชั่วโมง ซึ่งผ่านเกณฑ์มาตรฐานของกรมธุรกิจพลังงาน



บทที่ 5 การวิเคราะห์เชิงเศรษฐศาสตร์

การวิเคราะห์เชิงเศรษฐศาสตร์ได้กระทำแบบง่าย ๆ ในบทนี้ โดยมีเป้าหมายเพื่อให้เห็นภาพเชิงเศรษฐศาสตร์ในเบื้องต้น และยังไม่ใช้ผลสรุปสุดท้าย

5.1 ข้อมูลพื้นฐานในการวิเคราะห์

ต้นทุนคงที่ได้จัดแสดงไว้ในตาราง 5.1 ซึ่งไม่ได้ใส่ราคาโรงเรือนไว้ เพียงแต่ประมาณราคาเครื่องมืออุปกรณ์การผลิตอย่างง่ายไว้เท่านั้น การจัดสร้างอุปกรณ์เพื่อผลิตจริงอาจมีราคาสูงกว่านี้ เพราะต้องเพิ่มราคาการเดินท่อ วาล์ว ระบบไฟฟ้า และระบบควบคุมเข้าไปด้วย ซึ่งต้นทุนคงที่นี้จัดว่าเป็นสัดส่วนที่น้อยเมื่อเปรียบเทียบกับการผลิตในระยะเวลา 10 ปี

ตาราง 5.1 แสดงการประเมินราคาต้นทุนคงที่

ต้นทุนคงที่	
ชุดผลิตไบโอดีเซล	ราคา(บาท)
โรงเรือน	0
(1) ชุดผลิตไบโอดีเซล	400,000
(2) ชุดระเหยแอลกอฮอล์	100,000
(3) ชุดล้างไบโอดีเซล	50,000
(4) ชุดเครื่องแก้วเพื่อการวิเคราะห์	30,000

ปริมาณและราคาวัตถุดิบรวมทั้งค่าใช้จ่ายสำคัญต่อวัน ได้แสดงไว้ในตาราง 5.2



ตาราง 5.2 ปริมาณและราคาการใช้จ่ายต่อวัน

การผลิตไบโอดีเซล	ปริมาณต่อวัน	ราคาต่อหน่วย(บาท)
(1)CPO (kg)	601	26.4
(2) EtOH (kg)	108	20.44
(3) Sulfuric Acid (kg)	20.36	30.41
(4) KOCH ₃ (kg)	31	90.95
(4) น้ำ (kg)	30	0.02
(5) ไฟฟ้า (kWh)	454.89	3.0
(6) เรซิน (150 L/kg resin)	4	100
(7) แรงงาน (คน)	2	200

ต้นทุนการบำรุงรักษาแสดงดังตาราง 5.3

ตาราง 5.3 แสดงต้นทุนการบำรุงรักษา

ต้นทุนในการบำรุงรักษา 5% ของมูลค่าเริ่มต้น		
ชุดผลิตไบโอดีเซล	มูลค่าเริ่มต้น(บาท)	ค่าซ่อมบำรุง(บาท)
โรงเรือน	0	0
(1) ชุดผลิตไบโอดีเซล	400,000	20,000
(2) ชุดระเหยแอลกอฮอล์	100,000	5,000
(3) ชุดล้างไบโอดีเซล	50,000	2,500
(4) ชุดเครื่องแก้วสำหรับวิเคราะห์	30,000	1,500
		29,000



ค่าใช้จ่ายตลอดวัฏจักรชีวิต 10 ปีแสดงดังตาราง 5.4

ตาราง 5.4 ค่าใช้จ่ายตลอดวัฏจักรชีวิต 10 ปี

ค่าใช้จ่ายตลอดวัฏจักรชีวิต	
ต้นทุนคงที่	580,000.00
ค่าดำเนินการ	53,234,210.09
ค่าซ่อมบำรุง	240,064.22
	54,054,274.31
ค่าซาก	30,323.81
LCC(บาท)	54,023,950.49

ซึ่งจะทำให้ต้นทุนการผลิตเอทิลเอสเทอร์เท่ากับ 30.84 บาท/ลิตร

หากให้ราคาไบโอดีเซลที่ขายได้มีราคาเฉลี่ยในระยะเวลา 10 ปี เท่ากับ 36.5 บาท/ลิตร รายรับของโครงการ แสดงได้ดังตาราง 5.5

ตาราง 5.5 แสดงรายรับโครงการต่อปี

	รายรับจากโครงการ		
	ปริมาณ	ราคาต่อหน่วย	รวม(บาท)
(1) ไบโอดีเซล	175,000	36.5	6,387,500
(2) ก्लीเซอรอล	31,600	5	158,000
		รวม	6,545,500



5.2 การวิเคราะห์ความเป็นไปได้ทางเศรษฐศาสตร์ของกระบวนการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มดิบ

สถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนฯ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ได้ทำการวิเคราะห์ต้นทุนการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มดิบ โดยมีกำลังผลิต 500 ลิตรต่อวัน ซึ่งจะได้ต้นทุนตลอดอายุโครงการซึ่งแสดงเป็นมูลค่าปัจจุบัน แสดงดังตาราง 5.6

ตารางที่ 5.6 แสดงต้นทุนตลอดอายุโครงการของการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันปาล์มดิบ

ต้นทุน	กำลังการผลิต (500 ลิตรต่อวัน)
กำลังการผลิตต่อปี (ลิตร)	175,000.00
ต้นทุนคงที่	580,000.00
ต้นทุนการดำเนินการ	53,234,210.09
ต้นทุนการซ่อมบำรุง	240,064.22
รวมต้นทุนตลอดอายุโครงการ 10 ปี	54,054,274.31
มูลค่าซาก	30,323.81
รวมต้นทุนเมื่อสิ้นสุดโครงการ	54,023,950.49
ต้นทุนต่อหน่วย (บาท)	30.84

ซึ่งจะให้ระยะเวลาคืนทุน 6.31 ปี

หมายเหตุ

ระยะเวลาคืนทุน = เงินลงทุน/กระแสเงินสดสุทธิต่อปี

กระแสเงินสดสุทธิต่อปี = กระแสเงินสดที่ได้รับต่อปี - กระแสเงินสดที่จ่ายต่อปี



บทที่ 6 สรุปผลการวิจัย

จากผลการวิจัยที่ดำเนินการมาแล้ว มีข้อสรุปที่สำคัญดังนี้

1. ขั้นตอนการลดยางเหนียวสามารถดำเนินการได้ในขั้นตอนเอสเตอริฟิเคชัน โดยกรดซัลฟิวริกมีอิทธิพลในการเปลี่ยนสภาพของสารประกอบฟอสฟาไทด์ เช่นเดียวกับกรดฟอสฟอริก
2. ขั้นตอนการเอสเตอริฟิเคชันสามารถดำเนินการลดค่ากรดไขมันอิสระในน้ำมันปาล์มดิบ จากค่าที่สูงถึง 8%wt ให้ลดลงเหลือประมาณ 0.5%wt ได้ โดยการใช้ถังปฏิกรณ์แบบแบทช์ แต่หากใช้ถังปฏิกรณ์แบบต่อเนื่อง ที่มีจำนวนสเตจประมาณ 3 สเตจ จะลดค่ากรดไขมันอิสระให้เหลือเพียงประมาณ 1.0%wt เท่านั้น
3. การเกิดปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชันที่รวดเร็วสูงมากในเอทานอล เป็นสาเหตุให้เกิดไมเซลล์ของกลีเซอรอลแขวนลอย และไม่เกิดการแยกเฟสของกลีเซอรอล ปริมาณน้ำที่มีอยู่ในระบบเป็นสารเข้าทำปฏิกิริยาที่สำคัญในการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเอสเตอริฟิเคชันและเกิดกรดไขมันอิสระขึ้นใหม่ เป็นผลให้เกิดปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชันได้อย่างรวดเร็ว ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ควรใช้ในการผลิตเอทิลเอสเตอริฟิเคชันจะต้องเป็นประเภทแอลคอกไซด์ (alkoxide)
4. ถังปฏิกรณ์ที่ใช้ในปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันของเอทิลเอสเตอริฟิเคชัน ควรเป็นแบบถังปฏิกรณ์แยกกลีเซอรอลออกแบบต่อเนื่อง เพราะการแยกกลีเซอรอลออกเป็นการแยกสบู่ออกไปพร้อมๆ กัน ทำให้ปริมาณสบู่เหลือน้อยจนไม่สามารถสร้างเป็นไมเซลล์ขนาดใหญ่ได้
5. ในการใช้เอทานอลทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน ด้วย ถังปฏิกรณ์ CD สามารถใช้สัดส่วนเชิงโมลของเอทานอลต่อกลีเซอไรด์เพียงประมาณ 5.5 : 1 ได้ สามารถผลิตเอทิลเอสเตอริฟิเคชันที่มีความบริสุทธิ์สูงกว่า 96.5% ด้วยการทำปฏิกิริยา 25 นาที
6. เอทิลเอสเตอริฟิเคชันที่ผลิตได้ ยังมีปัญหาเรื่องค่าความเป็นกรดที่สูงกว่ามาตรฐาน และมีปริมาณสบู่ในเฟสเอสเตอริฟิเคชันสูงมากซึ่งเป็นอุปสรรคในการล้าง ซึ่งจะต้องศึกษาหากรรมวิธีแก้ปัญหานี้อย่างเหมาะสมต่อไป
7. ต้นทุนการผลิตเอทิลเอสเตอริฟิเคชันมีราคาประมาณ 34.5 บาท/ลิตร เมื่อราคาน้ำมันปาล์มดิบเท่ากับ 26 บาท/กิโลกรัม หรือประมาณ 8.5 บาทสูงกว่าราคาน้ำมันปาล์มดิบ ซึ่งต้นทุนการผลิตที่สูงกว่ามาจากผลได้ที่ต่ำกว่า (90%) และราคาเอทานอลและตัวเร่งปฏิกิริยาที่สูงกว่า
8. ได้นำความรู้จากการวิจัยเปิดจัดอบรมการผลิตไบโอดีเซลขั้นพื้นฐานและขั้นสูงแก่ผู้ประกอบการ พนักงานบริษัทวิสาหกิจชุมชน นักศึกษา และบุคคลทั่วไปที่สนใจ ซึ่งเนื้อหาหลักสูตรขั้นพื้นฐานของอบรมประกอบด้วย 1. ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับไบโอดีเซล 2. การทดสอบวัตถุดิบน้ำมัน 3. การตีพิมพ์



ลดกรด น้ำมันปาล์มดิบ 4. กระบวนการผลิตไบโอดีเซล และในส่วนของเนื้อหาของหลักสูตรขั้นสูง ประกอบด้วย การผลิตไบโอดีเซลด้วยระบบต่อเนื่อง 3 ระบบ คือ 1.แบบกระบวนการดั้งเดิม 2. ใช้ Ultrasonic และ 3.CD Process อีกทั้งอบรมการแยกเฟสกลีเซอรอลและแยกคีนเมทอล รวมถึงการตรวจสอบคุณภาพไบโอดีเซล นอกจากการอบรมทางทฤษฎีและปฏิบัติแล้ว ยังได้นำผู้เข้าอบรมเยี่ยมชมดูงาน ณ โรงงานต้นแบบไบโอดีเซลและศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์อีกด้วย ซึ่งการอบรมได้จัดขึ้นในวันที่ 14-15 พฤษภาคม 2555 ณ ชั้น 6 ห้องสาขาความเป็นเลิศด้านวิศวกรรมเคมี(DOE) ติ๊กวิจัยวิศวกรรมประยุกต์สิรินธร คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์



เอกสารอ้างอิง

- 1) สุริยา อยชานันท์, 2545 ศักยภาพปาล์มน้ำมันกับการผลิตเชื้อเพลิงชีวภาพ, จดหมายข่าวปาล์ม น้ำมัน มี.ค.-พ.ค. 3(1) หน้า 10-12
- 2) ศิริพร ค่านคร. 2544. ไบโอดีเซล พลังงานเพื่อทางเลือกของชาติ, วิศวกรรมสาร ปีที่ 54 เล่มที่ 06 มิถุนายน. 110-116
- 3) สำนักงานนโยบายและวางแผนพลังงาน. 2548. Petroleum Database (ออนไลน์). สืบค้นจาก : <http://www.eppo.go.th>
- 4) ชาคกริต ทองอุไร ธเนศ วิทยสุวรรณ และรวมพร นิคม, 2555. เอกสารประกอบการอบรมเชิงปฏิบัติการ เทคโนโลยีไบโอดีเซล ฉบับปฏิบัติการจริง สถานีวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจาก น้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
- 5) R. Fillieres, B. Benjelloun-Mlayah and M. Delmas. Ethanolysis of rapeseed oil: quantitation of ethyl esters, mono-, di-, and triglycerides and glycerol by high-performance size-exclusion chromatography. (RSC Publishing) [Internet]. [cited 2012 Feb 18]. Available from: <http://pubs.rsc.org/en/Content/Database/AWB5711H00251>
- 6) Y. Zhang, M. A. Dubé, D.D. McLean, and M. Kates. Biodiesel production from waste cooking oil: 2. Economic assessment and sensitivity analysis 10.1016/S0960-8524(03)00150-0: Bioresource Technology | ScienceDirect.com [Internet]. [cited 2012 Feb 18]. Available from: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960852403001500>
- 7) H.J.Wright, J.B. Segur, H.V. Clark, S.K. Coburn, E.E. Langdon and R.N. Dupuis. A report on ester interchange | DeepDyve [Internet]. [cited 2012 Feb 18]. Available from: <http://www.deepdyve.com/lp/springer-journals/a-report-on-ester-interchange-OnBmRHV1RD>
- 8) E. F. Caldin and G. Long. The equilibrium between ethoxide and hydroxide ions in ethanol and in ethanol–water mixtures - Journal of the Chemical Society (Resumed) (RSC Publishing) [Internet]. [cited 2012 Feb 18]. Available from: <http://pubs.rsc.org/en/Content/ArticleLanding/1954/JR/JR9540003737>



- 9) M. Ruwwe. Metal alkoxide as catalysts for the biodiesel production. Chemistry today. 2008 Feb; 26 n 1:26–8.
- 10) F. Ma, and M.A. Hanna. 1999. Biodiesel production: a review, Bioresource Technology. 70: 1-15.
- 11) W. Zhou and D.G.B. Boocock. Phase Distributions of Alcohol, Glycerol, and Catalyst in the Transesterification of Soybean Oil. JAOCS, Vol. 83, no. 12 (2006)
- 12) ชาคริต ทองอุไร สันหิรัชัย กลิ่นพิบูล จรรย์ บุญกาญจน์ และ พิมพรรณ เกียรติชิมกุล 2545 Biodiesel production from palm oil. Songklanakarin J Sci Technol. 23(Suppl.1)(Oil Palm): 643–841.
- 13) โชคดี มณีรัตน์ 2552 การประยุกต์ใช้ดินฟอกในกระบวนการล้างไบโอดีเซล วิทยานิพนธ์ วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
- 14) ชาคริต ทองอุไร ทรงธรรม ไพธิถาวร ธเนศ ้วยสุวรรณ และจุฬาลักษณ์ โรจนานุกุล 2554 รายงานวิจัยกระบวนการล้างไบโอดีเซลโดยกระบวนการล้างด้วยน้ำร่วมกับสารดูดซับระบบต่อเนื่อง. สำนักงานคณะกรรมการอุดมศึกษา.



ภาคผนวก



ภาคผนวก ก.
การหาปริมาณกรดไขมันอิสระ (FFA, %)

ภาคผนวก ก. การหาปริมาณกรดไขมันอิสระ (FFA, %)

เป็นการวิเคราะห์ปริมาณกรดไขมันอิสระที่มีอยู่ในน้ำมันทำได้โดยการไทเทรต

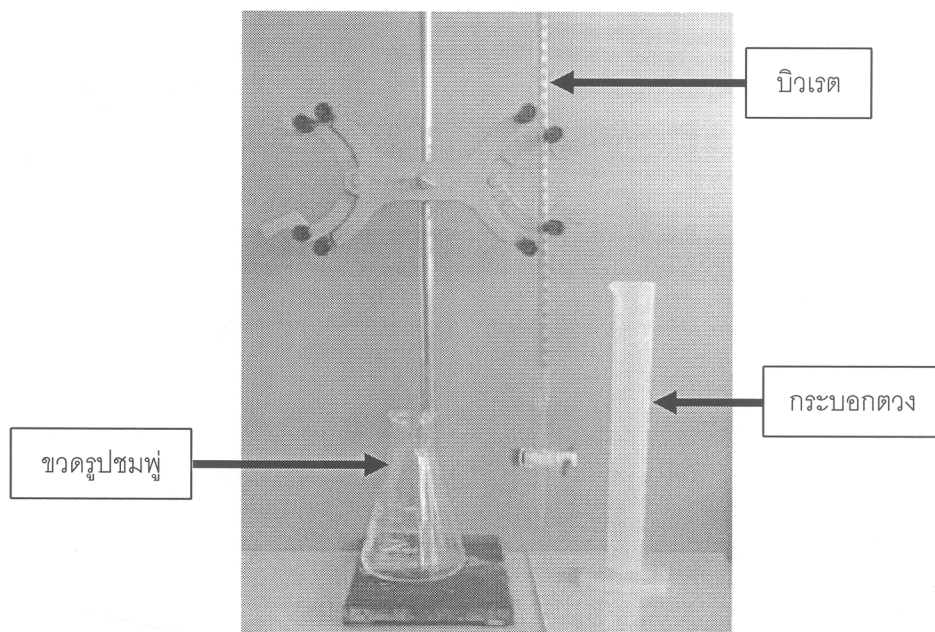
1. อุปกรณ์และสารเคมี

1. ขวดรูปชมพู่ ขนาด 250 มิลลิลิตร
2. กระจกบอক্তวง ขนาด 50 มิลลิลิตร
3. บิวเรต ขนาด 50 มิลลิลิตร
4. แอลกอฮอล์ 95 % (สามารถใช้เมทานอลได้)
5. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 0.100 นอร์มัล
 - เตรียมโดยชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 4 กรัมละลายในน้ำกลั่นปรับปริมาตร

ให้ได้ 1 ลิตร ในขวดวัดปริมาตร และเก็บสารละลายต่างในขวดแก้ว

6. ฟีนอล์ฟทาลีนเข้มข้น 1% โดยน้ำหนัก(ละลายในเมทานอล)
7. สารละลายแอลกอฮอล์ (ปรับสภาพให้เป็นกลาง)
 - โดยเติมฟีนอล์ฟทาลีน 5 หยด ลงในเมทานอล จำนวน 200 มิลลิลิตร
 - หยดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.100 นอร์มัล ทีละหยดพร้อมทั้งเขย่าจน

ได้สีชมพูถาวร



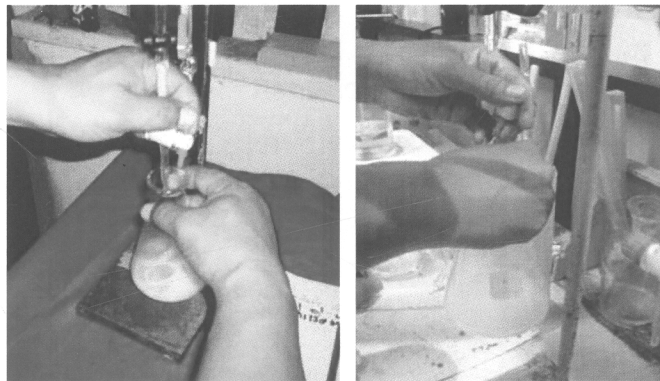
ภาพประกอบที่ ก.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการไทเทรตกรดไขมันอิสระ

2. วิธีวิเคราะห์

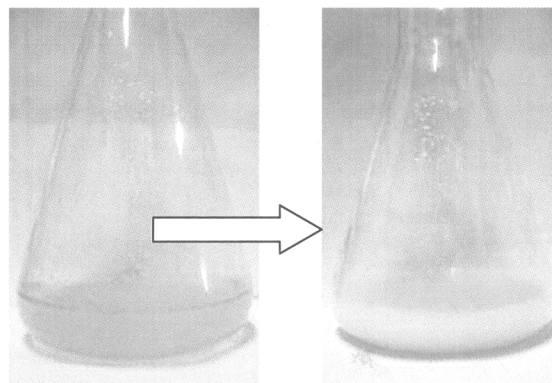
1. ชั่งตัวอย่างน้ำมันให้ได้น้ำหนักแน่นอน 1-10 กรัม ทศนิยมอย่างน้อย 2 ตำแหน่งในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร
2. เติมสารละลายแอลกอฮอล์ที่มีสภาพเป็นกลาง จำนวน 50 มิลลิลิตร และเติมฟีนอล์ฟทาไลน์ 5 หยด ลงในตัวอย่าง เขย่าอย่างแรงให้ ตัวอย่างน้ำมันละลายในสารละลายแอลกอฮอล์
3. ไทเทรตสารละลายตัวอย่างด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.100 N จนกระทั่งได้ สีชมพูถาวร

คำนวณปริมาณกรดไขมันอิสระจากสูตร

$$FFA(\%) = \frac{\text{ปริมาตร } NaOH(ml) \times 0.1 \times 25.6}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง}(g)}$$



ภาพประกอบที่ ก. 2 การไทเทรตหากรดไขมันอิสระ



ภาพประกอบที่ ก. 3 การเปลี่ยนสีของน้ำมันหลังการไทเทรต



ภาคผนวก ข.
การหาปริมาณสบู่



ภาคผนวก ข. การหาปริมาณสบู่

การวิเคราะห์หาปริมาณสบู่มีวัตถุประสงค์เพื่อตรวจสอบสิ่งปนเปื้อนที่หลงเหลืออยู่ในไบโอดีเซล ซึ่งมีวิธีการวิเคราะห์ดังนี้

วิธีวิเคราะห์

1. ชั่งตัวอย่างไบโอดีเซลประมาณ 10 – 20 กรัม ในขวดรูปชมพู่
2. ตวงแอสिटอน (ความบริสุทธิ์ 98 %) จำนวน 100 มิลลิลิตร แล้วเทลงในขวดรูปชมพู่ที่มีตัวอย่างอยู่ เขย่าขวดให้สารตัวอย่างละลายเข้าเป็นเนื้อเดียวกันกับแอสिटอน
3. เติมสารละลายโบรมิโนฟีนอลบลู จำนวน 1 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่ สารละลายจะเปลี่ยนสีเป็นสีน้ำเงิน
4. ไทเทรตสารตัวอย่างด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น 0.1 โมลาร์ โดยค่อยๆ เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกจากบิวเรตลงในขวดรูปชมพู่ พร้อมกับเขย่า จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีจากน้ำเงินเป็นเหลือง จึงหยุดการไทเทรต
5. บันทึกปริมาตรของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ไป
6. คำนวณหาปริมาณสบู่ จากสมการ

$$\text{soap(ppm)} = \frac{\text{ปริมาตรกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ (ml)} \times 0.1 \times 320.56 \times 1000}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง (g)}}$$

การเตรียมสารเคมี

1. สารละลายโบรมิโนฟีนอลบลู
 - ชั่งโบรมิโนฟีนอลบลู จำนวน 0.4 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 100 กรัม
 - เก็บสารละลายในขวดสีชา เพื่อป้องกันการเสื่อมสภาพ
2. สารละลายกรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น 0.1 โมลาร์ จำนวน 1 ลิตร
 - ชั่งสารละลายกรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น 35 % โดยน้ำหนัก จำนวน 10.44 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 1 ลิตร
 - เก็บสารละลายในขวดแก้ว



ภาคผนวก ค.
การวิเคราะห์ปริมาณกลีเซอไรด์ที่เหลือในไบโอดีเซลด้วยวิธีการกะประมาณ
(อนุสิทธิบัตรเลขที่ 5060)

ภาคผนวก ค. การวิเคราะห์ปริมาณกลีเซอไรด์ที่เหลือในไบโอดีเซลด้วยวิธีการกะประมาณ (อนุสิทธิบัตรเลขที่ 5060)

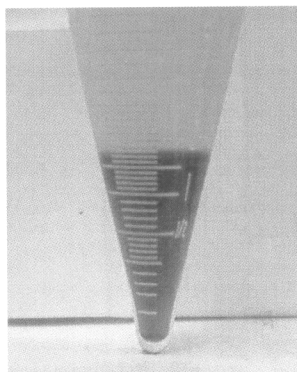
เป็นการตรวจสอบคุณภาพโดยการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันซ้ำอีกครั้งของไบโอดีเซลในไมโครเวฟ โดยอาศัยหลักการที่ว่าหากในไบโอดีเซลยังมี โมโน- ได- และไตร-กลีเซอไรด์เหลืออยู่ เมื่อทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันกับเมทานอลและโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ในสัดส่วนที่เหมาะสม ย่อมเกิดกลีเซอรินขึ้นอีก ซึ่งปริมาณกลีเซอรินที่เกิดขึ้นนี้จะบ่งบอกถึงคุณภาพของไบโอดีเซลได้

อุปกรณ์ และสารเคมีที่ใช้

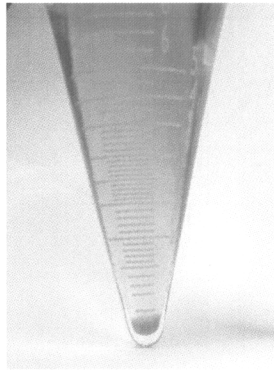
1. หลอดรูปกรวย ซึ่งมีสเกลละเอียด 0.01 mL
2. เต้าไมโครเวฟ
3. สารละลายเมทานอล-KOH
 - ละลาย KOH 3 กรัม ในเมทานอล 100 กรัม ใส่ขวดแก้วปิดฝาให้สนิท

วิธีวิเคราะห์

1. ชั่งไบโอดีเซลใส่หลอดรูปกรวย 20 กรัม หรือประมาณ 24 mL
2. เติมสารละลายเมทานอล-KOH 3 กรัม หรือประมาณ 4 mL เขย่าให้เข้ากัน
3. นำเข้าทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันในไมโครเวฟ โดยใช้ความร้อนต่ำที่สุด (90 วัตต์) เวลาประมาณ 1.5 นาที
4. ดูระดับเฟสกลีเซอรินที่เกิดขึ้นโดยการตั้งไว้ให้แยกชั้น หากมีกลีเซอรินเกิดขึ้นมากกว่า 0.05 mL (ขีดล่างสุดของหลอด) หมายถึงไบโอดีเซลมีความบริสุทธิ์ต่ำ



ภาพประกอบที่ ค.1 ลักษณะไบโอดีเซลที่มีความบริสุทธิ์ต่ำเมื่อวิเคราะห์ด้วยวิธีการกะประมาณ



ภาพประกอบที่ ค.2 ลักษณะไบโอดีเซลที่มีความบริสุทธิ์สูงเมื่อวิเคราะห์ด้วยวิธีการกะประมาณ



ภาคผนวก ง.
มาตรฐานของไบโอดีเซล
ประเภทเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน

รายละเอียดแบบท้ายประกาศกรมธุรกิจพลังงาน
 เรื่อง กำหนดลักษณะและคุณภาพของไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเตอร์ของกรดไขมัน

พ.ศ. ๒๕๕๒

รายการ	ข้อกำหนด		ขีดราสูงต่ำ		วิธีทดสอบ ¹⁾
			ไม่ต่ำกว่า	ไม่สูงกว่า	
1	เมทิลเอสเตอร์ (Methyl Ester,	ร้อยละโดยน้ำหนัก % wt.)	ไม่ต่ำกว่า	96.5	EN 14103
2	ความหนาแน่น ณ อุณหภูมิ 15 °ซ (Density at 15 °C,	กิโลกรัม/ลูกบาศก์เมตร kg/m ³)	ไม่ต่ำกว่า และ ไม่สูงกว่า	860 900	ASTM D 1298
3	ความหนืด ณ อุณหภูมิ 40 °ซ (Viscosity at 40 °C,	เซนติสโตกส์ cSt)	ไม่ต่ำกว่า และ ไม่สูงกว่า	3.5 5.0	ASTM D 445
4	จุดวาบไฟ (Flash Point,	องศาเซลเซียส °C)	ไม่ต่ำกว่า	120	ASTM D 93
5	กำมะถัน (Sulphur,	ร้อยละโดยน้ำหนัก %wt.)	ไม่สูงกว่า	0.0010	ASTM D 2622
6	กากถ่าน (ร้อยละ 10 ของกากที่เหลือจากการกลั่น) (Carbon Residue , on 10 % distillation residue, %wt)	ร้อยละโดยน้ำหนัก	ไม่สูงกว่า	0.30	ASTM D 4530
7	จำนวนซีเทน (Cetane Number)		ไม่ต่ำกว่า	51	ASTM D 613
8	เถ้าซัลเฟต (Sulphated Ash,	ร้อยละโดยน้ำหนัก %wt.)	ไม่สูงกว่า	0.02	ASTM D 874
9	น้ำ (Water,	ร้อยละโดยน้ำหนัก wt.)	ไม่สูงกว่า	0.050	EN ISO 12937
10	สิ่งปนเปื้อนทั้งหมด (Total Contaminate,	ร้อยละโดยน้ำหนัก %wt.)	ไม่สูงกว่า	0.0024	EN 12662
11	การกัดกร่อนแผ่นทองแดง (Copper Strip Corrosion)		ไม่สูงกว่า	หมายเลข 1	ASTM D 130
12	เสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ณ อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส (Oxidation Stability at 110 °C,	ชั่วโมง hr)	ไม่ต่ำกว่า	10	EN 14112

(ต่อ-2-)

-2-

รายการ	ข้อกำหนด	อัตราสูงสุด	วิธีทดสอบ ^{1/}
13	ค่าความเป็นกรด (Acid Value , มิลลิลิตรกรัมไปดัดเทียมไฮดรอกไซด์/กรัม mg KOH/g)	ไม่สูงกว่า 0.50	ASTM D 664
14	ค่าไอโอดีน (Iodine Value , กรัมไอโอดีน/ 100 กรัม g Iodine / 100 g)	ไม่สูงกว่า 120	EN 14111
15	กรดลิโนเลนิกเมทิลเอสเทอร์ (Linolenic Acid Methyl Ester , ร้อยละโดยน้ำหนัก %wt.)	ไม่สูงกว่า 12.0	EN 14103
16	เมทานอล (Methanol, ร้อยละโดยน้ำหนัก %wt.)	ไม่สูงกว่า 0.20	EN 14110
17	โมโนกลีเซอไรด์ (Monoglyceride ร้อยละโดยน้ำหนัก %wt.)	ไม่สูงกว่า 0.80	EN 14105
18	ไดกลีเซอไรด์ (Diglyceride , ร้อยละโดยน้ำหนัก %wt.)	ไม่สูงกว่า 0.20	EN 14105
19	ไตรกลีเซอไรด์ (Triglyceride , ร้อยละโดยน้ำหนัก %wt.)	ไม่สูงกว่า 0.20	EN 14105
20	กลีเซอรินอิสระ (Free glycerin , ร้อยละโดยน้ำหนัก %wt.)	ไม่สูงกว่า 0.02	EN 14105
21	กลีเซอรินทั้งหมด (Total glycerin, ร้อยละโดยน้ำหนัก %wt.)	ไม่สูงกว่า 0.25	EN 14105
22	โลหะกลุ่ม 1 (โซเดียมและโพแทสเซียม) (Group I metals (Na+K), มิลลิลิตรกรัม/กิโลกรัม mg/kg)	ไม่สูงกว่า 5.0	EN 14108 และ EN 14109
	โลหะกลุ่ม 2 (แคลเซียมและแมกนีเซียม) (Group II metals (Ca+Mg), มิลลิลิตรกรัม/กิโลกรัม mg/kg)	ไม่สูงกว่า 5.0	pr EN 14538
23	ฟอสฟอรัส (Phosphorus, ร้อยละโดยน้ำหนัก %wt.)	ไม่สูงกว่า 0.0010	ASTM D 4951
24	สารเติมแต่ง (ถ้ามี) (Additive)	ให้เป็นไปตามที่ได้รับความเห็นชอบจากอธิบดี กรมธุรกิจพลังงาน	

หมายเหตุ 1/ วิธีทดสอบอาจใช้วิธีอื่นที่เทียบเท่าก็ได้ แต่ในกรณีที่มีข้อโต้แย้งให้ใช้วิธีที่กำหนดในรายละเอียดแนบท้ายนี้



ภาคผนวก จ.
รายงานผลการวิเคราะห์/ทดสอบ



ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
 ชั้น 1 อาคารบริหารวิชาการรวม มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ อำเภอหาดใหญ่ จังหวัดสงขลา 90110
 Scientific Equipment Center, Prince of Songkla University
 Central Academic Administrator Bld. Hat-Yai Campus, Songkhla 90110 Tel.0 7428 6904-7 Fax.0 7421 2813

F-RES-003T ฉบับที่ 6 บังคับใช้ 20/10/53

เลขที่ 0534/55 หน้า 1/1

รายงานผลการทดสอบ

ชื่อและที่อยู่ลูกค้า: สถาบันวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจมน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน
 คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

เลขที่ใบขอใช้บริการฯ: 0396/55

วันที่รับตัวอย่าง: 2 กุมภาพันธ์ 2555

วันที่ขอใช้บริการฯ: 2 กุมภาพันธ์ 2555

ผู้ทดสอบ: นางสาวสาธิตา มะดี

วันที่ทำการทดสอบ: 10-11 กุมภาพันธ์ 2555

วิธีการทดสอบ: อ้างอิง WI-RES- GC-001 และ REF-RES-BSEN 14103:2003

เครื่องมือทดสอบ: Gas Chromatograph. 6850, Hewlett Packard, USA

เทคนิคการทดสอบ: Gas Chromatography with Flame Ionization Detector (GC-FID)

สภาวะการทดสอบ: Inlet temp: 290°C, split mode @ 50:1 split ratio Detector temperature: 300°C
 Carrier gas flow (He): 1 ml/min, constant flow H₂ flow: 30 ml/min
 Oven temp: 210°C, hold 12 min Air flow: 300 ml/min
 Ramp rate: 20°C /min Make up flow (N₂): 25 ml/min
 Final temp: 250°C, hold 8 min
 Column: Select Biodiesel for Fame, 30 m. length, 320 µm I.D., 0.25 µm film thickness

รายละเอียดตัวอย่าง: น้ำมันไบโอดีเซล จำนวน: 1 ตัวอย่าง

ผลการทดสอบ:

ที่	ตัวอย่าง	% Ester(%RSD)	% Linolenic acid methyl ester (%RSD)
1	180 EE	99.65 (0.02)	0.06 (2.67)
เกณฑ์มาตรฐาน		> 96.5	≤ 12

อ้างอิงข้อมูลดิบที่โฟลเดอร์ 0396-55

%RSD = %Relative Standard Deviation

(นางรุสนี กุณวิจิตร)

หัวหน้าฝ่ายบริการเครื่องมือวิจัยทางวิทยาศาสตร์

๑๕ กุมภาพันธ์ 2555



ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ชั้น 1 อาคารบริหารวิชาการรวม มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ อำเภอหาดใหญ่ จังหวัดสงขลา 90110

Scientific Equipment Center, Prince of Songkla University

Central Academic Administrator Bld. Hat-Yai Campus, Songkhla 90110 Tel.0 7428 6904-7 Fax.0 7421 2813

F-RES-003T ฉบับที่ 6 บังคับใช้ 20/10/53

เลขที่ 1784/55 หน้า 1/1

รายงานผลการทดสอบ

ชื่อและที่อยู่ลูกค้า: นายทรงธรรม โพธิ์ถาวร
สถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน คณะวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

เลขที่ใบขอใช้บริการฯ: 1875/55 (อ้างอิงบันทึกงานบริการศึกษาวิธีการทดสอบเลขที่ 046/55 ลงวันที่ 1 มิถุนายน 2555)

วันที่รับตัวอย่าง: 1 มิถุนายน 2555

วันที่ขอใช้บริการฯ: 12 มิถุนายน 2555

ผู้ทดสอบ: นางสาวพิมพ์พิมล เพ็ญจรัส

วันที่ทำการทดสอบ: 7-8 มิถุนายน 2555

วิธีการทดสอบ: Refer to WI-RES-GC-001 and REF-RES-BSEN 14103:2003

เครื่องมือทดสอบ: Gas Chromatograph, 6890, Hewlett Packard, USA

เทคนิคการทดสอบ: Gas Chromatography with Flame Ionization Detector

สภาวะการทดสอบ: Gas Chromatograph

Inlet temperature: 290 °C, Carrier flow (He) 1.0 ml/min, Split ratio 50:1

Detector temperature: 300 °C

Oven initial temperature: 210 °C hold for 12 minutes

Hydrogen flow: 30 ml/min

Ramp to 250 °C at 20 °C/minute, hold for 8 minutes

Air flow: 300 ml/min

Column: Varian CP9080, 30 m., film thickness 0.25µm, ID. 0.32 mm

Makeup flow: 25 ml/min

รายละเอียดตัวอย่าง: ไบโอดีเซล

จำนวน: 2 ตัวอย่าง

ผลการทดสอบ:

ชื่อตัวอย่าง	% Ester content (%RSD)	% Linolenic acid methyl ester content (%RSD)
ไบโอดีเซล 3	99.1 (0.02)	0.1 (0.2)
ไบโอดีเซล 4	96.8 (0.01)	0.1 (0.1)
เกณฑ์มาตรฐาน	ไม่ต่ำกว่า 96.5 %	ไม่สูงกว่า 12 %

อ้างอิงข้อมูลคิปปที่โฟลเดอร์ 1875-55, %RSD คือ % Relative standard deviation

(นายเวียงชัย จงศรีรัตนกุล)

ผู้ช่วยหัวหน้าฝ่ายบริการเครื่องมือวิจัยทางวิทยาศาสตร์

๒๒ มิถุนายน ๒๕๕๕

หมายเหตุ รายงานผลการทดสอบนี้มีผลเฉพาะกับตัวอย่างที่นำมาทดสอบเท่านั้น และรายงานผลการทดสอบนี้ต้องไม่ถูกทำสำเนาเพื่อบางส่วน
ยกเว้นทำทั้งฉบับ โดยไม่ได้รับความยินยอมเป็นลายลักษณ์อักษรจากทางศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์



ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ชั้น 1 อาคารบริหารวิชาการรวม มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ อำเภอหาดใหญ่ จังหวัดสงขลา 90110

Scientific Equipment Center, Prince of Songkla University

Central Academic Administrator Bld. Hat-Yai Campus, Songkhla 90110 Tel.0 7428 6904-7 Fax.0 7421 2813

F-RES-003T ฉบับที่ 6 บังคับใช้ 20/10/53

เลขที่ 1734/55 หน้า 1/1

รายงานผลการทดสอบ

ชื่อและที่อยู่ลูกค้า: สถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน
คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

เลขที่ใบขอใช้บริการฯ: 1768/55

วันที่รับตัวอย่าง: 1 มิถุนายน 2555

วันที่ขอใช้บริการฯ: 1 มิถุนายน 2555

ผู้ทดสอบ: นางสาวโสภาลักษณ์ อุปถัมภ์

วันที่ทำการทดสอบ: 6 มิถุนายน 2555

วิธีการทดสอบ: อ้างอิง WI-RES-Hydrometer-001, REF-RES-ASTM D1298-99^{B2},
REF-RES-ASTM D 1252-04 และ S/W-RES-Hydrometer-001

เครื่องมือทดสอบ: Hydrometer

เทคนิคการทดสอบ: -

สภาวะการทดสอบ: - Objective : Density ASTM D1298

รายละเอียดตัวอย่าง: น้ำมัน ไบโอดีเซล จำนวน: 1 ตัวอย่าง

ผลการทดสอบ:

ที่	ตัวอย่าง	ความหนาแน่น ณ 15 °C (kg/m ³)	SD	เกณฑ์มาตรฐาน (kg/m ³)
1	ไบโอดีเซล	882.2	0.1	860 – 900

* SD = Standard Deviation

(นายเวียงชัย จงศิริรัตนกุล)

ผู้ช่วยหัวหน้าฝ่ายบริการเครื่องมือวิจัยทางวิทยาศาสตร์

12 มิถุนายน 2555

หมายเหตุ รายงานผลการทดสอบนี้มีผลเฉพาะกับตัวอย่างที่นำมาทดสอบเท่านั้น และรายงานผลการทดสอบนี้ต้องไม่ถูกทำสำเนาเพื่อขงบางส่วน
ยกเว้นทำทั้งฉบับ โดยไม่ได้รับความยินยอมเป็นลายลักษณ์อักษรจากทางศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์

ภาควิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ผู้ปณ.2 คอหงส์ อ.หาดใหญ่ จ.สงขลา 90112 โทร 074-287055 โทรสาร 074-558833

ผู้ขอรับบริการ : สถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน
คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

วันที่รับตัวอย่าง : 24 พฤษภาคม พ.ศ.2555

ชื่อตัวอย่าง	รายการวิเคราะห์	ผลการวิเคราะห์
1. น้ำมันไบโอดีเซล	ความหนืด (Viscosity, ASTM 445)	4.60 cSt
	จุดวาบไฟ (Flash point, ASTM D93)	167°C
	การกัดกร่อนแผ่นทองแดง (ASTM-D130)	No. 1a



(นายธนกร เกียรติขวัญบุตร)

ผู้วิเคราะห์



(รองศาสตราจารย์ ดร.สุภวรรณ ภูริระวณิชย์กุล)

รองหัวหน้าภาควิชาวิศวกรรมเคมีฝ่ายบัณฑิตศึกษาและบริการวิชาการ
ปฏิบัติราชการแทนหัวหน้าภาควิชาวิศวกรรมเคมี



ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ชั้น 1 อาคารบริหารวิชาการรวม มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ อำเภอหาดใหญ่ จังหวัดสงขลา 90110

Scientific Equipment Center, Prince of Songkla University

Central Academic Administrator Bld. Hat-Yai Campus, Songkhla 90110 Tel.0 7428 6904-7 Fax.0 7421 2813

F-RES-003/T ฉบับที่ 6 บังคับใช้ 20/10/53

เลขที่ 1790/55 หน้า 1 / 1

รายงานผลการทดสอบ

ชื่อและที่อยู่ลูกค้า : สถานีวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน
คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

เลขที่ใบขอใช้บริการฯ : 1765/55

วันที่รับตัวอย่าง : 1 มิถุนายน 2555

วันที่ขอใช้บริการฯ : 1 มิถุนายน 2555

ผู้ทดสอบ : นายศักดิ์ชัยคดี สังข์แก้ว

วันที่ทำการทดสอบ : 12 มิถุนายน 2555

วิธีการทดสอบ : อ้างอิง REF-RES-ASTM D 4530-03

เครื่องมือทดสอบ : High Temperature Furnace

เทคนิคการทดสอบ : Gravimetric method

สภาวะการทดสอบ : เตาที่อุณหภูมิ 500 ± 2 °C เป็นเวลา 15 นาที

รายละเอียดตัวอย่าง : น้ำมันไบโอดีเซล จำนวน : 2 ตัวอย่าง

ผลการทดสอบ :

ที่	ชื่อตัวอย่าง	Carbon residue (% wt.)	(%RSD)	เกณฑ์มาตรฐาน (% wt.)
1	ไบโอดีเซล	0.29	7.36	0.30
2	ไบโอดีเซล4	0.23	5.57	

%RSD = % Relative standard deviation
Limit of Method = 0.1 – 30 %wt

(นายเวียงชัย จงศรีรัตนกุล)

ผู้ช่วยหัวหน้าฝ่ายบริการเครื่องมือวิจัยทางวิทยาศาสตร์

14 มิถุนายน 2555

หมายเหตุ รายงานผลการทดสอบนี้มีผลเฉพาะกับตัวอย่างที่นำมาทดสอบเท่านั้น และรายงานผลการทดสอบนี้ต้องไม่ถูกทำสำเนาเพื่อขงบางส่วน
ยกเว้นทำทั้งฉบับ โดยไม่ได้รับความยินยอมเป็นลายลักษณ์อักษรจากทางศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์



ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ชั้น 1 อาคารบริหารวิชาการรวม มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ อำเภอหาดใหญ่ จังหวัดสงขลา 90110

Scientific Equipment Center, Prince of Songkla University

Central Academic Administrator Bld. Hat-Yai Campus, Songkhla 90110 Tel.0 7428 6904-7 Fax.0 7421 2813

F-RES-003T ฉบับที่ 6 บังคับใช้ 20/10/53

เลขที่ 1837/55 หน้า 1/1

รายงานผลการทดสอบ

ชื่อและที่อยู่ลูกค้า : สถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน
คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

เลขที่ใบขอใช้บริการฯ : 1766/55

วันที่รับตัวอย่าง : 1 มิถุนายน 2555

วันที่ขอใช้บริการฯ : 1 มิถุนายน 2555

ผู้ทดสอบ : นายศักดิ์ชัยคดี สังข์แก้ว

วันที่ทำการทดสอบ : 11-15 มิถุนายน 2555

วิธีการทดสอบ : อ้างอิง REF-ASTM D 874-07

เครื่องมือทดสอบ : High Temperature Furnace

เทคนิคการทดสอบ : Gravimetric method

สภาวะการทดสอบ : เเผาที่อุณหภูมิ 775 ± 25 °C

รายละเอียดตัวอย่าง : น้ำมัน ไบโอดีเซล จำนวน : 1 ตัวอย่าง

ผลการทดสอบ :

ลำดับที่	ชื่อตัวอย่าง	Sulfate Ash, mass % (%RSD)
1	ไบโอดีเซล	< 0.005

เกณฑ์มาตรฐาน 0.02%

%RSD = % Relative standard deviation

Limit of the method 0.005 mass %

(นายเวียงชัย จงศรีรัตนกุล)

ผู้ช่วยหัวหน้าฝ่ายบริการเครื่องมือวิจัยทางวิทยาศาสตร์

19 มิถุนายน 2555

หมายเหตุ รายงานผลการทดสอบนี้มีผลเฉพาะกับตัวอย่างที่นำมาทดสอบเท่านั้น และรายงานผลการทดสอบนี้ต้องไม่ถูกทำสำเนาเพียงบางส่วน
ยกเว้นทำทั้งฉบับ โดยไม่ได้รับความยินยอมเป็นลายลักษณ์อักษรจากทางศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์



ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
 ชั้น 1 อาคารบริหารวิชาการรวม มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ อำเภอหาดใหญ่ จังหวัดสงขลา 90110
 Scientific Equipment Center, Prince of Songkla University
 Central Academic Administrator Bld. Hat-Yai Campus, Songkhla 90110 Tel.0 7428 6904-7 Fax.0 7421 2813



F-RES-003T ฉบับที่ 6 บังคับใช้ 20/10/53

เลขที่ 1825/55 หน้า 1/1

รายงานผลการทดสอบ

ชื่อและที่อยู่ลูกค้า : สถาบันวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน
 คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

เลขที่ใบขอใช้บริการฯ : 1769/55

วันที่รับตัวอย่าง : 1 มิถุนายน 2555

วันที่ขอใช้บริการฯ : 1 มิถุนายน 2555

ผู้ทดสอบ : นางสาวชริภรณห์ ทองบุญ

วันที่ทำการทดสอบ : 8 มิถุนายน 2555

วิธีการทดสอบ : อ้างอิง WI-RES-831KFC-001 and REF-RES-ISO 12937:2000-001

เครื่องมือทดสอบ : Karl Fischer Coulometer, 831 KFC, Metrohm, Switzerland

เทคนิคการทดสอบ : Karl Fischer Coulometric Titration

สถานะการทดสอบ : -

รายละเอียดตัวอย่าง : น้ำมันไบโอดีเซล จำนวน : 2 ตัวอย่าง

ผลการทดสอบ :

ที่	ชื่อตัวอย่าง	ปริมาณน้ำ (% w/w)	%RSD
1.	ไบโอดีเซล	0.123	1.66
2.	ไบโอดีเซล PD	0.027	7.98

- ข้อมูลดิบถูกจัดเก็บในโฟลเดอร์ 1769-55
- % RSD = % Relative standard deviation

(นายเวียงชัย จงศรีรัตนกุล)

ผู้ช่วยหัวหน้าฝ่ายบริการเครื่องมือวิจัยทางวิทยาศาสตร์

18 มิถุนายน 2555

หมายเหตุ รายงานผลการทดสอบนี้มีผลเฉพาะกับตัวอย่างที่นำมาทดสอบเท่านั้น และรายงานผลการทดสอบนี้ไม่ต้องนำมาพิจารณาเพียงบางส่วน ยกเว้นทำทั้งฉบับ โดยไม่ได้รับความยินยอมเป็นลายลักษณ์อักษรจากทางศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์



ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ชั้น 1 อาคารบริหารวิชาการรวม มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ อำเภอหาดใหญ่ จังหวัดสงขลา 90110

Scientific Equipment Center, Prince of Songkla University

Central Academic Administrator Bld. Hat-Yai Campus, Songkhla 90110 Tel.0 7428 6904-7 Fax.0 7421 2813

F-RES-0031/T ฉบับที่ 5 บังคับใช้ 29/05/52

เลขที่ 1859/55 หน้า 1/1

รายงานผลการทดสอบ

ชื่อและที่อยู่ลูกค้า : สถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน
คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

เลขที่ใบขอใช้บริการฯ : 1773/55

วันที่รับตัวอย่าง : 1 มิถุนายน 2555

วันที่ขอใช้บริการฯ : 1 มิถุนายน 2555

ผู้ทดสอบ : นางสาวฉนิชนันท์ นันทากุล

วันที่ทำการทดสอบ : 15 มิถุนายน 2555

วิธีการทดสอบ : อ้างอิง REF-RES-ASTM D 5452

เครื่องมือทดสอบ : -

เทคนิคการทดสอบ : Gravimetric method

สภาวะการทดสอบ : กรองด้วย 0.8 μm filter membrane และอบที่อุณหภูมิ 90 ± 5 °C เป็นเวลา 30 นาที

รายละเอียดตัวอย่าง : น้ำมันไบโอดีเซล จำนวน : 1 ตัวอย่าง

ผลการทดสอบ :

ที่	ชื่อตัวอย่าง	สิ่งปนเปื้อนทั้งหมด (% wt.)	(%RSD)	เกณฑ์มาตรฐาน (% wt.)
1	ไบโอดีเซล	0.0020	2.07	≤ 0.0024

* % RSD = Relative Standard Deviation

(นายเวียงชัย จงศรีรัตนกุล)

ผู้ช่วยหัวหน้าฝ่ายบริการเครื่องมือวิจัยทางวิทยาศาสตร์

18 มิถุนายน 2555

หมายเหตุ รายงานผลการทดสอบนี้มีผลเฉพาะกับตัวอย่างที่นำมาทดสอบเท่านั้น และรายงานผลการทดสอบนี้คือไม่ถูกทำสำเนาเพียงบางส่วน
ออกวันทำทั้งฉบับ โดยไม่ได้รับความยินยอมเป็นลายลักษณ์อักษรจากทางศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์



ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ชั้น 1 อาคารบริหารวิชาการรวม มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ อำเภอหาดใหญ่ จังหวัดสงขลา 90110

Scientific Equipment Center, Prince of Songkla University

Central Academic Administrator Bld. Hat-Yai Campus, Songkhla 90110 Tel.0 7428 6904-7 Fax.0 7421 2813

F-RES-003T ฉบับที่ 6 บังคับใช้ 20/10/53

เลขที่ 1855/55 หน้า 1/1

รายงานผลการทดสอบ

ชื่อและที่อยู่ลูกค้า : สถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน
คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

เลขที่ใบขอใช้บริการฯ : 1770/55

วันที่รับตัวอย่าง : 1 มิถุนายน 2555

วันที่ขอใช้บริการฯ : 1 มิถุนายน 2555

ผู้ทดสอบ : นางสาวชวีราภรณ์ ทองบุญ

วันที่ทำการทดสอบ : 11-16 มิถุนายน 2555

วิธีการทดสอบ : อ้างอิง WI-RES-EC Meter-001 และ REF-RES-EN 14112:2003-001

เครื่องมือทดสอบ : EC Meter, EC-450L, Istek inc., Korea

เทคนิคการทดสอบ : Oxidation Stability (Accelerated Oxidation Test)

สภาวะการทดสอบ : อุณหภูมิ 110 °C

รายละเอียดตัวอย่าง : น้ำมันไบโอดีเซล จำนวน : 2 ตัวอย่าง

ผลการทดสอบ :

ที่	ชื่อตัวอย่าง	ค่าเสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (ชั่วโมง)
1.	ไบโอดีเซล	3:23 นาที
2.	ไบโอดีเซล Kerobit	23:24 ชั่วโมง

- ข้อมูลดิบถูกจัดเก็บในโฟลเดอร์ 1770-55

(นายเวียงชัย จงศรีรัตนกุล)

ผู้ช่วยหัวหน้าฝ่ายบริการเครื่องมือวิจัยทางวิทยาศาสตร์

๙ มิถุนายน 2555

หมายเหตุ รายงานผลการทดสอบนี้มีผลเฉพาะกับตัวอย่างที่นำมาทดสอบเท่านั้น และรายงานผลการทดสอบนี้ต้อง ไม่ถูกทำสำเนาเพียงบางส่วน
ยกเว้นทำทั้งฉบับ โดยไม่ได้รับความยินยอมเป็นลายลักษณ์อักษรจากทางศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์



ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ชั้น 1 อาคารบริหารวิชาการรวม มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ อำเภอหาดใหญ่ จังหวัดสงขลา 90110

Scientific Equipment Center, Prince of Songkla University

Central Academic Administrator Bld. Hat-Yai Campus, Songkhla 90110 Tel.0 7428 6904-7 Fax.0 7421 2813

F-RES-003T ฉบับที่ 6 บังคับใช้ 20/10/53

เลขที่ 0461:53 หน้า 1/1

รายงานผลการทดสอบ

ชื่อและที่อยู่ลูกค้า: สถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

เลขที่ใบขอใช้บริการฯ: 0397/55

วันที่รับตัวอย่าง: 2 กุมภาพันธ์ 2555

วันที่ขอใช้บริการฯ: 2 กุมภาพันธ์ 2555

ผู้ทดสอบ: นางสาวทรงสุดา พรหมทอง

วันที่ทำการทดสอบ: 6 กุมภาพันธ์ 2555

วิธีการทดสอบ: อ้างอิง WI-RES-Titrate-001 และ REF-RES-ASTM D664-09-001

เครื่องมือทดสอบ: Potentiometric Autotitrator, 794 Basic Titrimo, Metrohm, Switzerland

เทคนิคการทดสอบ: Potentiometric Titration

สถานะการทดสอบ: -

รายละเอียดตัวอย่าง: น้ำมันไบโอดีเซล จำนวน: 1 ตัวอย่าง

ผลการทดสอบ:

ลำดับที่	ชื่อตัวอย่าง	ค่าความเป็นกรด (mg KOH/g)	%RSD	เกณฑ์มาตรฐาน (mg KOH/g)
1	180 EE	0.56	1.29	≤ 0.50

(นางรุสนี กูวจิตร)

หัวหน้าฝ่ายบริการเครื่องมือวิจัยทางวิทยาศาสตร์

๒ กุมภาพันธ์ 2555



ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ชั้น 1 อาคารบริหารวิชาการรวม มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ อำเภอหาดใหญ่ จังหวัดสงขลา 90110

Scientific Equipment Center, Prince of Songkla University

Central Academic Administrator Bld. Hat-Yai Campus, Songkhla 90110 Tel.0 7428 6904-7 Fax.0 7421 2813

F-RES-003T ฉบับที่ 6 บังคับใช้ 20/10/53

เลขที่ 1690/55 หน้า 1/1

รายงานผลการทดสอบ

ชื่อและที่อยู่ลูกค้า: สถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน
คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

เลขที่ใบขอใช้บริการฯ: 1772/55

วันที่รับตัวอย่าง: 1 มิถุนายน 2555

วันที่ขอใช้บริการฯ: 1 มิถุนายน 2555

ผู้ทดสอบ: นางสาวทรงสุดา พรหมทอง

วันที่ทำการทดสอบ: 5 มิถุนายน 2555

วิธีการทดสอบ: อ่างอิง WI-RES-Wet lab-001

เครื่องมือทดสอบ: -

เทคนิคการทดสอบ: Wijs Method

สถานะการทดสอบ: -

รายละเอียดตัวอย่าง: น้ำมัน ไบโอดีเซล จำนวน: 1 ตัวอย่าง

ผลการทดสอบ:

ลำดับที่	ชื่อตัวอย่าง	ค่าไอโอดีน (กรัมไอโอดีนต่อน้ำหนักตัวอย่าง 100 กรัม)	%RSD	เกณฑ์มาตรฐาน
1	ไบโอดีเซล	51.31	0.58	≤ 120

(นางรุสนี กุลวิจิตร)

หัวหน้าฝ่ายบริการเครื่องมือวิจัยทางวิทยาศาสตร์

5 มิถุนายน 2555

หมายเหตุ รายงานผลการทดสอบนี้มีผลเฉพาะกับตัวอย่างที่นำมาทดสอบเท่านั้น และรายงานผลการทดสอบนี้ต้องไม่ถูกทำสำเนาเพียงบางส่วน
ยกเว้นทำหังฉบับ โดยไม่ได้รับความยินยอมเป็นลายลักษณ์อักษรจากทางศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์



ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ชั้น 1 อาคารบริหารวิชาการรวม มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ อำเภอหาดใหญ่ จังหวัดสงขลา 90110

Scientific Equipment Center, Prince of Songkla University

Central Academic Administrator Bld. Hat-Yai Campus, Songkhla 90110 Tel.0 7428 6904-7 Fax.0 7421 2813

F-RES-003T ฉบับที่ 6 บังคับใช้ 20/10/53

เลขที่ 1827/55 หน้า 1/1

รายงานผลการทดสอบ

ชื่อและที่อยู่ลูกค้า : สถานีวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน

คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

เลขที่ใบขอใช้บริการฯ : 1767/55

วันที่รับตัวอย่าง : 1 มิถุนายน 2555

วันที่ขอใช้บริการฯ : 1 มิถุนายน 2555

ผู้ทดสอบ : นายศักดิ์ชัยปดี สังข์แก้ว

วันที่ทำการทดสอบ : 13 มิถุนายน 2555

วิธีการทดสอบ : อ้างอิง WI-RES- GC-001 และ REF-RES-BSEN 14110:2003

เครื่องมือทดสอบ : Gas Chromatograph, 6850A, Hewlette Packard, USA

เทคนิคการทดสอบ : Gas Chromatography

สภาวะการทดสอบ : Gas Chromatograph

Inlet temperature: 150 °C @ split ratio 50:1

Detector temperature: 150 °C

He carrier flow: 1 ml/ minutes

Hydrogen flow: 30.0 mL/ minutes

Oven isothermal temperature: 50 °C @ 9 minutes

Air flow: 300.0 mL/ minutes

Column: HP-Innowax, 30 m., film thickness 0.25 µm, ID. 0.32 mm.

Makeup flow: 25.0 mL/ minutes

รายละเอียดตัวอย่าง : น้ำมันไบโอดีเซล

จำนวน : 1 ตัวอย่าง

ผลการทดสอบ :

ชื่อตัวอย่าง	เอทานอล (%), %RSD	เกณฑ์มาตรฐาน
ไบโอดีเซล 3	น้อยกว่า Limit of method	ไม่สูงกว่า 0.20%

ไฟล์ข้อมูลอ้างอิงไฟล์เดอร์ 1767-55, Limit of method = 0.01 %

อ้างอิงวิธีทดสอบจาก REF-RES-BSEN 14110:2003 วิธีทดสอบเมทานอล

เกณฑ์มาตรฐาน เป็นเกณฑ์เมทานอลตกค้างในไบโอดีเซล

(นายเวียงชัย จงศิริตนกุล)

ผู้ช่วยหัวหน้าฝ่ายบริการเครื่องมือวิจัยทางวิทยาศาสตร์

/8 มิถุนายน 2555

หมายเหตุ รายงานผลการทดสอบนี้มีผลเฉพาะกับตัวอย่างที่นำมาทดสอบเท่านั้น และรายงานผลการทดสอบนี้ต้องไม่ถูกทำสำเนาเพียงบางส่วน
 ยกเว้นทำทั้งฉบับ โดยไม่ได้รับความยินยอมเป็นลายลักษณ์อักษรจากทางศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์



ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
 ชั้น 1 อาคารบริหารวิชาการรวม มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ อำเภอหาดใหญ่ จังหวัดสงขลา 90110
 Scientific Equipment Center, Prince of Songkla University
 Central Academic Administrator Bld. Hat-Yai Campus, Songkhla 90110 Tel.0 7428 6904-7 Fax.0 7421 2813

F-RES-003T ฉบับที่ 6 บังคับใช้ 20/10/53

เลขที่ 1975/55 หน้า 1/1

รายงานผลการทดสอบ

ชื่อและที่อยู่ลูกค้า: นายทรงธรรม โพธิ์ถาวร
 สถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน คณะวิศวกรรมศาสตร์
 มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

เลขที่ใบขอใช้บริการฯ: 1931/55

วันที่รับตัวอย่าง: 14 มิถุนายน 2555

วันที่ขอใช้บริการฯ: 14 มิถุนายน 2555

ผู้ทดสอบ: นางสาวพิมพ์พิมพ์ เพ็ญจำรัส

วันที่ทำการทดสอบ: 14-15 และ 21-22 มิถุนายน 2555

วิธีการทดสอบ: Refer to WI-RES-GC-001 and REF-RES-BSEN 14105:2003

เครื่องมือทดสอบ: Gas Chromatograph, HP 6890, Hewlett Packard, USA (GC-Lampang)

เทคนิคการทดสอบ: Gas Chromatography with Flame Ionization Detector

สภาวะการทดสอบ: Gas Chromatograph

Inlet temperature: Oven track, Carrier flow (He) 3.0 ml/min, Cool on column inlet Detector temperature: 380°C

Oven initial temperature: 50°C, hold 1 minute Hydrogen flow: 40 ml/min

Ramp to : 180 ° C , at 15°C / minute Air flow: 450 ml/min

Ramp to : 230 ° C , at 7 ° C / minute Makeup flow: 40 ml/min

Ramp to : 370 ° C , at 10 ° C / minute, hold 5 minutes

Column: Varian CP9076, Select Biodiesel for Glycerides, length 10 m., 320 µm I.D, 0.1 µm film thickness
 plus Retention gap, length 2 m., 530 µm I.D

รายละเอียดตัวอย่าง: ไบโอดีเซล จำนวน: 2 ตัวอย่าง

ผลการทดสอบ:

ตัวอย่าง	%Content (%RSD)				
	Free glycerol	Monoglyceride	Diglyceride	Triglyceride	Total glycerol
Biodiesel 3	0.00 (-)	0.56 (0.54)	0.18 (2.41)	0.00 (-)	0.17 (0.13)
Biodiesel 4	0.00 (-)	0.61 (1.22)	0.58 (2.72)	0.47 (4.00)	0.29 (1.11)

เกณฑ์มาตรฐาน ≤ 0.02 ≤ 0.80 ≤ 0.20 ≤ 0.20 ≤ 0.25

อ้างอิงข้อมูลคิพีไฟล์เตอร์ 1931-55, %RSD คือ % Relative standard deviation

(นางรุสนี ฤทธิจิตร)

หัวหน้าฝ่ายบริการเครื่องมือวิจัยทางวิทยาศาสตร์

28 มิถุนายน 2555

หมายเหตุ รายงานผลการทดสอบนี้มีผลเฉพาะกับตัวอย่างที่นำมาทดสอบเท่านั้น และรายงานผลการทดสอบนี้ต้องไม่ถูกทำสำเนาเพียงบางส่วน
 ยกเว้นทำหังฉบับ โดยไม่ได้รับความยินยอมเป็นลายลักษณ์อักษรจากทางศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์



หน่วยเครื่องมือกลาง คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่

ตู้ ปณ.3 ดอหงส์ อ.หาดใหญ่ จ.สงขลา 90112.

โทรศัพท์ (074) 288058-9 โทรสาร (074) 558850

<http://ced.sci.psu.ac.th>

หน้า 1 / 1

รายงานผลวิเคราะห์/ทดสอบ


หมายเลขรายงานผล	:	0980/55
ชื่อผู้ส่งตัวอย่าง	:	สถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน
ที่อยู่	:	คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่
ผู้วิเคราะห์/ทดสอบ	:	นางสาวณัชชาดา หมวกทอง
ประเภทตัวอย่าง	:	น้ำมันไบโอดีเซล จำนวน 1 ตัวอย่าง
ชื่อตัวอย่าง	:	น้ำมันไบโอดีเซล
รายละเอียดตัวอย่าง	:	ของเหลวใส สีน้ำตาล บรรจุในขวดแก้ว
เลขที่ใบส่งตัวอย่าง	:	551195
รหัสปฏิบัติการ	:	55-4831
วันที่รับตัวอย่าง	:	1 มิถุนายน 2555
วันที่วิเคราะห์/ทดสอบ	:	1 มิถุนายน 2555 - 8 มิถุนายน 2555


LOD

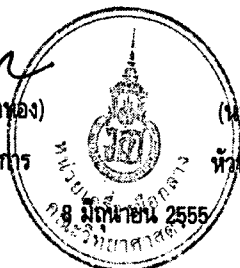
รายการวิเคราะห์	วิธีทดสอบ	หน่วย	ปริมาณ
S	Photometric Method	% wt	0.000097
P	Photometric Method	% wt	0.0015
Na	ICP-OES	mg/kg	0.024
K	ICP-OES	mg/kg	ไม่พบ
Ca	ICP-OES	mg/kg	32.999
Mg	ICP-OES	mg/kg	2.434

0.01 ppm

หมายเหตุ - รับรองผลเฉพาะกับตัวอย่างที่นำมาทดสอบเท่านั้น
- รายงานผลการวิเคราะห์/ทดสอบ ต้องไม่ถูกทำสำเนาเฉพาะเพียงบางส่วน ยกเว้นทำทั้งหมด โดยไม่ได้รับความยินยอมเป็นลายลักษณ์อักษรจากหน่วยเครื่องมือกลาง


 (นางสาวณัชชาดา หมวกทอง)
 นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการ


 (นางสาวนุชตี มุหะหมัด)
 หัวหน้าหน่วยเครื่องมือกลาง


 8 มิถุนายน 2555



ภาคผนวก จ.
ราคาอ้างอิงเอทานอลแปลงสภาพและไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเตอ์
ของกรดไขมันและการคำนวณราคาไบโอดีเซล (B100)
ประกาศคณะกรรมการบริหารนโยบายพลังงาน



ประกาศคณะกรรมการบริหารนโยบายพลังงาน

ฉบับที่ 71 พ.ศ. 2555

เรื่อง ราคาอ้างอิงเอทานอลแปลงสภาพและไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน

คณะกรรมการบริหารนโยบายพลังงาน เมื่อวันที่ 5 กุมภาพันธ์ 2550 ได้มีมติเห็นชอบหลักเกณฑ์การกำหนดราคาเอทานอลและไบโอดีเซล เพื่อใช้เป็นเกณฑ์ในการคำนวณราคา ณ โรงกลั่นของน้ำมันแก๊สโซฮอล์ น้ำมันดีเซลหมุนเร็วและน้ำมันดีเซลหมุนเร็วบี 5 เพื่อกำหนดอัตราเงินส่งเข้ากองทุนน้ำมันเชื้อเพลิง

อาศัยอำนาจตามความในข้อ 4 และข้อ 5 แห่งคำสั่งนายกรัฐมนตรีที่ 4/2547 เรื่อง กำหนดมาตรการเพื่อแก้ไขและป้องกันภาวะการขาดแคลนน้ำมันเชื้อเพลิง ลงวันที่ 23 ธันวาคม พ.ศ. 2547 ซึ่งออกตามความในมาตรา 3 แห่งพระราชกำหนดแก้ไขและป้องกันภาวะการขาดแคลนน้ำมันเชื้อเพลิง พ.ศ. 2516 คณะกรรมการบริหารนโยบายพลังงาน ประกาศราคาอ้างอิงเอทานอลแปลงสภาพและไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน ดังต่อไปนี้

ข้อ 1 ราคาเอทานอลแปลงสภาพเดือนพฤษภาคม 2555 ลิตรละ 20.44 บาท

ข้อ 2 ราคาไบโอดีเซลประเภทเมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน ตั้งแต่วันที่ 21 พฤษภาคม 2555 จนถึงวันที่ 27 พฤษภาคม 2555 ลิตรละ 36.06 บาท

ประกาศ ณ วันที่ 21 พฤษภาคม พ.ศ. 2555

นายสุเทพ เหลี่ยมศิริเจริญ

(นายสุเทพ เหลี่ยมศิริเจริญ)

ผู้อำนวยการสำนักงานนโยบายและแผนพลังงาน



สำนักงานนโยบายและแผนพลังงาน (สนพ.)
การคำนวณราคาไบโอดีเซล (B100) เพื่อใช้ในการอ้างอิง วันที่ 21 - 27 พฤษภาคม 55

$$\text{ราคาไบโอดีเซล } B100 = \frac{(B100_{CPO} \times Q_{CPO}) + (B100_{RBD} \times Q_{RBD}) + (B100_{ST} \times Q_{ST})}{Q_{Total}}$$

$$= 36.06 \text{ บาท/ลิตร}$$

ราคาไบโอดีเซลที่ผลิตจากน้ำมันปาล์มดิบ (CPO)

$$B100_{CPO} = 0.94CPO + 0.1MtOH + 3.82$$

$$= 35.90$$

ราคาไบโอดีเซลที่ผลิตจากสเตียรีน

$$B100_{st} = 0.86ST + 0.09MtOH + 2.69$$

$$= 32.01$$

ราคาไบโอดีเซลที่ผลิตจากน้ำมันปาล์มกึ่งบริสุทธิ์ (RBD)

$$B100_{RBD} = 0.93RBD + 0.1MtOH + 2.69$$

$$= 37.23$$

ปริมาณการผลิตไบโอดีเซลจาก CPO	=	425,204	ลิตร/วัน
ปริมาณการผลิตไบโอดีเซลจากสเตียรีน	=	405,983	ลิตร/วัน
ปริมาณการผลิตไบโอดีเซลจาก RBD PO	=	1,463,969	ลิตร/วัน
ปริมาณการผลิตไบโอดีเซลรวม	=	2,295,156	ลิตร/วัน
ราคา CPO	=	32.452	บาท/กิโลกรัม
ราคา สเตียรีน	=	32.452	บาท/กิโลกรัม
ราคา RBD PO	=	35.452	บาท/กิโลกรัม

ราคาเมทานอล วันที่ 14 -18 พฤษภาคม 2555

เฉลี่ย 15.71 บาท/กก.

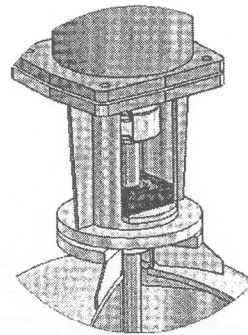
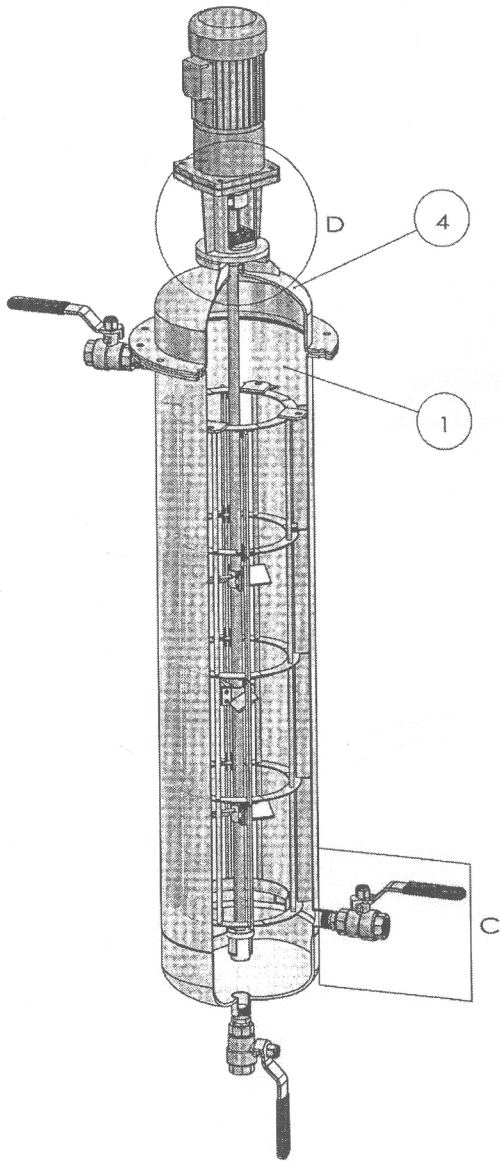
สำนักนโยบายและแผนพลังงาน



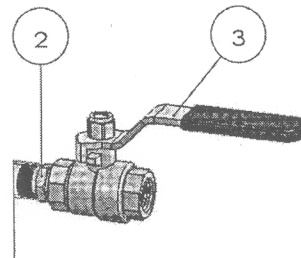
ภาคผนวก ซ.
รูปถังปฏิกรณ์ขนาด 80 ลิตร
และรูปถังปฏิกรณ์ขนาด 18 ลิตร



ITEM NO.	PART NUMBER	DESCRIPTION	Section-A/QTY.
1	P03030354	Shell	1
2	S01030354	Nipple DN25	3
3	S02030354	Ball Valve 1"	3
4	A01030354	Power Shaft Set	1



DETAIL D
SCALE 1 : 6



DETAIL C
SCALE 1 : 6

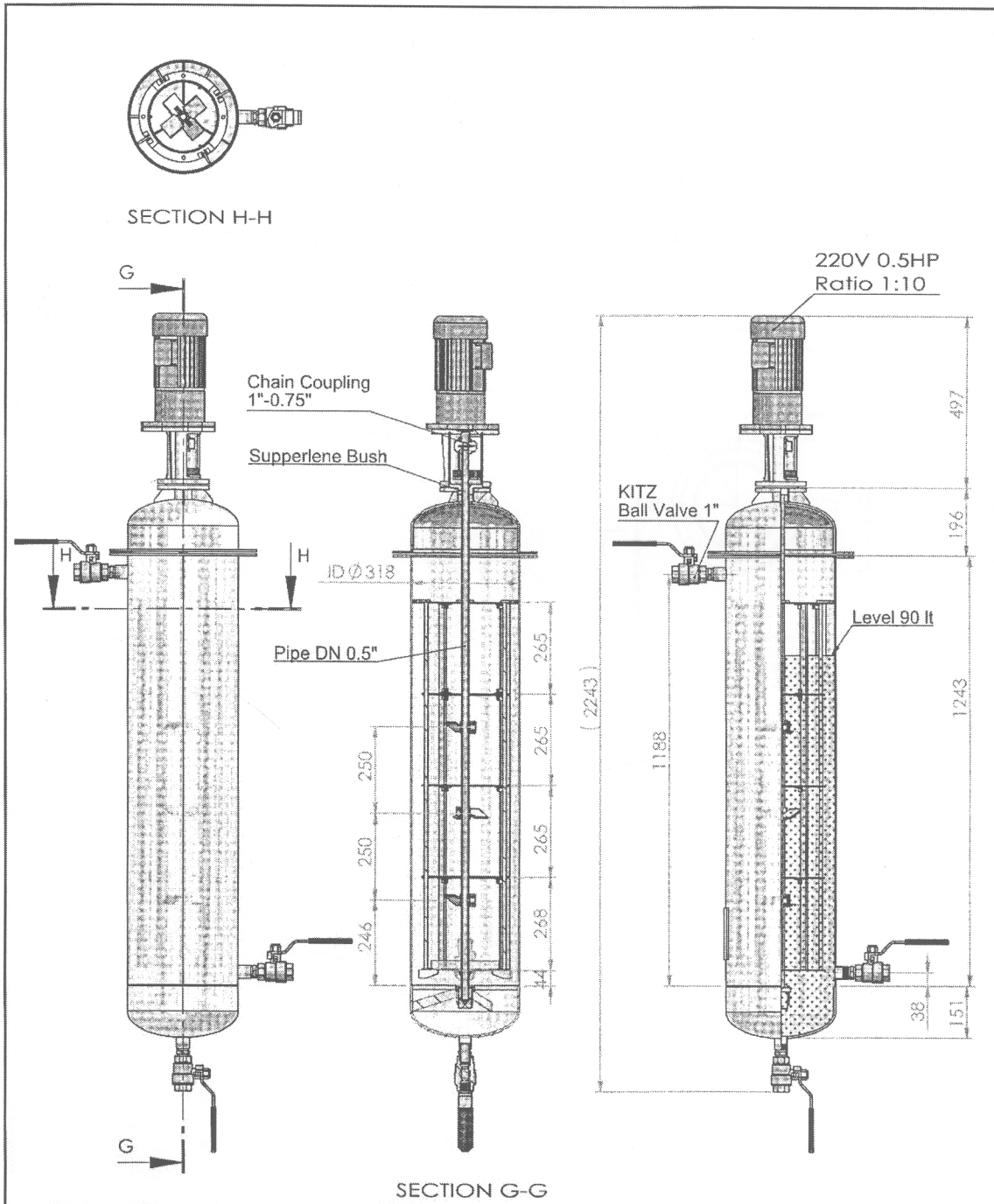
UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:
DIMENSIONS ARE IN MILLIMETERS
SURFACE FINISH:
TOLERANCES:
LINEAR:
ANGULAR:


FINISH:



Specialized R&D Center for Alternative Energy
from Palm Oil and Oil Crops

NAME	SIGNATURE	DATE	TITLE:
DRAWN			Reactor 80 Lt per Hr
CHKD			
APPVD			
MFG			
G.A.			
MATERIAL:			DWG NO.
SUS304			A4
WEIGHT: 84.90			REVISION
SCALE: 1:12			SHEET 1 OF 2

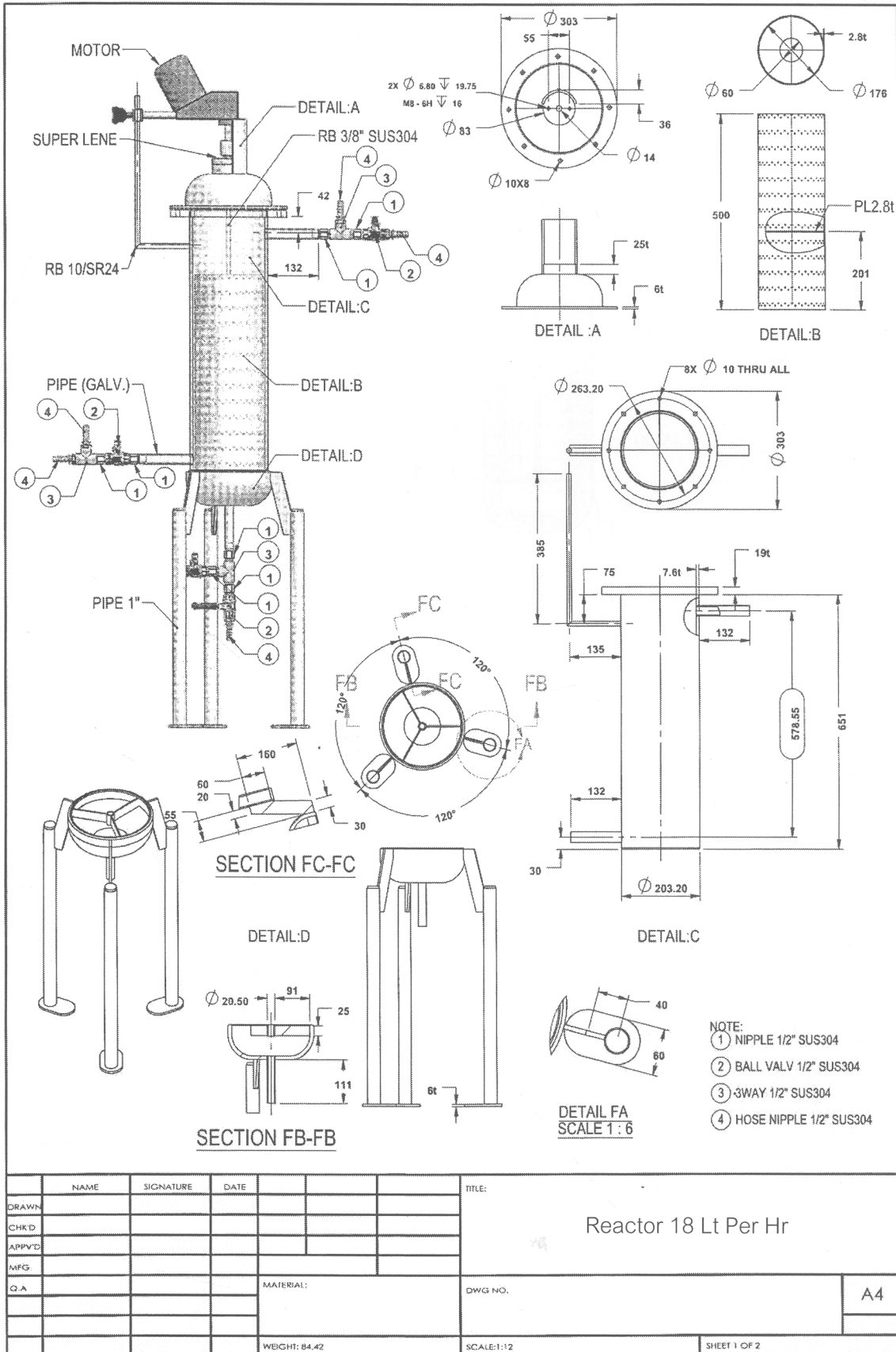


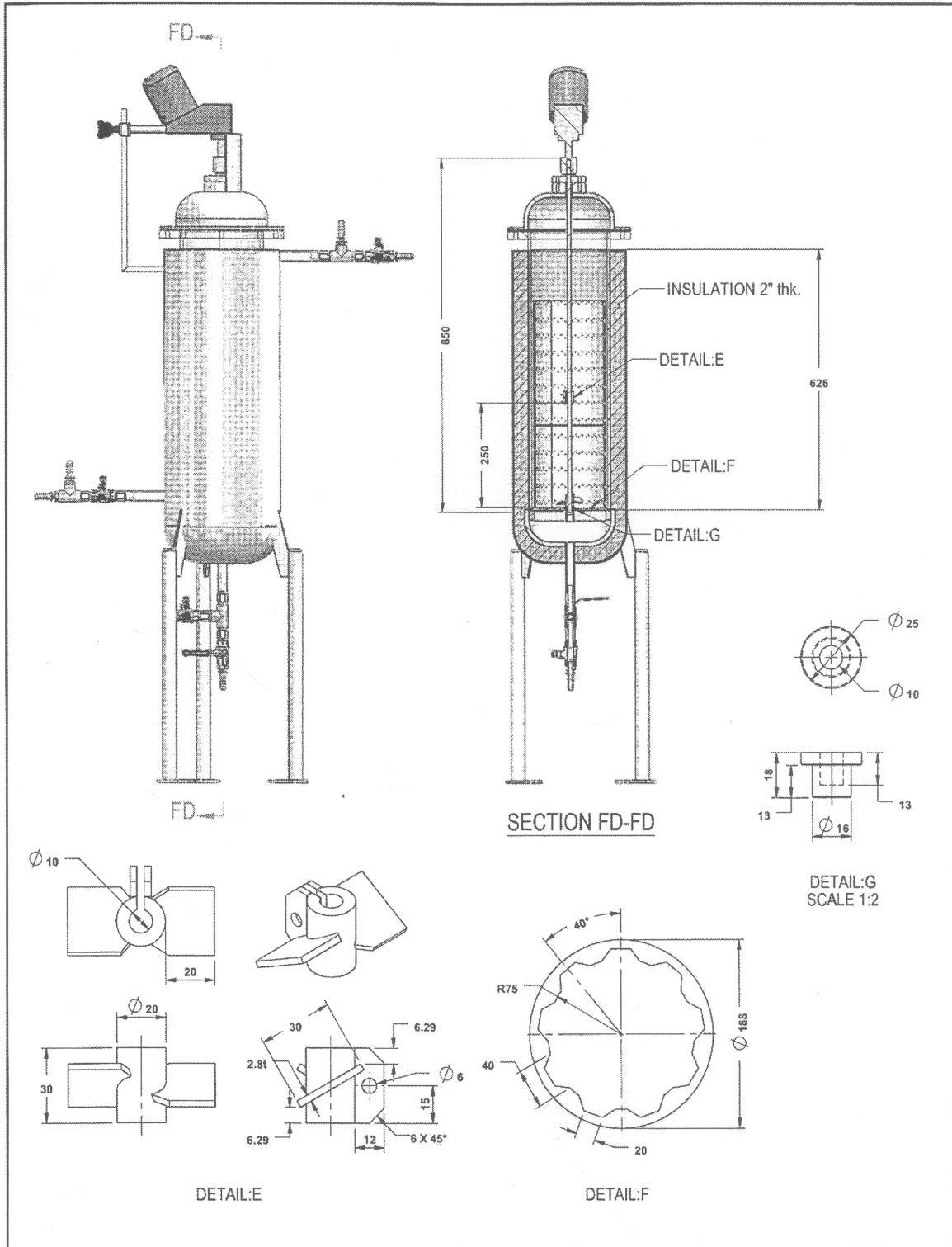
UNLESS OTHERWISE SPECIFIED: DIMENSIONS ARE IN MILLIMETERS		FINISH:		 Specialized R&D Center for Alternative Energy from Palm Oil and Oil Crops
SURFACE FINISH:				
TOLERANCES:				TITLE: Reactor 80 Lt per Hr
LINEAR:				
ANGULAR:				
NAME	SIGNATURE	DATE		
DRAWN				
CHK'D				
APP'VD				
MFG				
G.A				
MATERIAL:			DWG NO.	
SUS304			A4	
WEIGHT: 84.90			REVISION	
SCALE: 1:15				
SHEET 2 OF 2				

แผนงานวิจัย : การผลิตเอทิลเอสเทอร์เชิงอุตสาหกรรมจากน้ำมันปาล์มดิบ

Commercial Production of Ethyl Ester from Crude Palm Oil

สถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์





	NAME	SIGNATURE	DATE		TITLE:	
DRAWN					Reactor 18 Lt Per Hr	
CHKD						
APPVD						
MFG						
Q.A				MATERIAL:	DWG NO.	A4
				WEIGHT: 84.42	SCALE: 1:1/2	SHEET 2 OF 2

แผนงานวิจัย : การผลิตเอทิลเอสเทอร์เชิงอุตสาหกรรมจากน้ำมันปาล์มดิบ

Commercial Production of Ethyl Ester from Crude Palm Oil

สถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์



ภาคผนวก ซ.
ผลงานการตีพิมพ์ระดับนานาชาติ



Characterization of Glycerol-Ester Emulsions from Transesterification with Different Alcohols Using the CLSM Technique

Ruamporn Nikhom*†, Suratsawadee Kungsanant*, Sukritthira Ratanawilai*
 Pornpot Nuthong**, Chakrit Tongurai*

*Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering, Prince of Songkla University, Songkhla, 90112, Thailand
 **Equipment Center, Prince of Songkla University, Hat Yai, Songkhla 90112, Thailand

† Ruamporn Nikhom; Address: Tel: +66 7428 7185, Fax: +66 7428 7185, e-mail: ooy_evolution@yahoo.com

Received:04.07.2011 Accepted:09.08.2011

Abstract- Confocal laser scanning microscopy (CLSM) was applied in order to observe the apparent characteristics of glycerol-ester emulsions in transesterification with methanol, ethanol, and mixtures of methanol/ethanol in the present study. The CLSM operated with an XY mode using a laser combiner, which featured a red helium-neon (543 nm) and Nile blue A that was used as dye. The confocal images show significant differences involved in the distribution of glycerol in ester obtained from different alcohol systems. In the case of methanolysis, drops of glycerol clearly separated from fatty acid methyl ester (FAME), which made phase separation easier between glycerol and FAME. In ethanolysis, an unclear formation of glycerol drops in fatty acid ethyl ester (FAEE) was visualized. When the amount of ethanol in mixtures of methanol/ethanol increased, the shape of glycerol drops became unstable. This resulted in a flock of glycerol being dispersed in ester, which made phase separation difficult. The confocal images strongly support the notion that alcohol type is a crucial factor in the formation of glycerol drops in ester, which can affect phase separation between glycerol and ester in biodiesel production.

Keywords- CLSM, FAME, FAEE, Glycerol, Emulsions.

1. Introduction

Due to a shortage of global petroleum resources since 2005, the production of biodiesel has significantly increased. Biodiesel can be produced through transesterification of renewable resources, such as vegetable oils or animal fats that use alkaline, acid, or enzymes as catalyzes. Generally, the base-catalyzed transesterification of vegetable oil is the most widely used method for biodiesel production [1,2]. Today, fatty acid methyl esters (FAME) are the only types of biodiesel that are sold commercially. In order to produce FAME, vegetable/animal oil must be mixed with methanol and base-catalyst using a methanolysis reaction. The utilized methanol is a chemical derivative, and in some regions methanol is imported for FAME production. For example, in 2009 Thailand imported methanol 95.6 kton for FAME production [3]. From an economic perspective, ethanol is attractive as an alternative alcohol for

biodiesel production particularly in agricultural countries because ethanol can be produced from agricultural resources [4] such as sugars and starches. However, a limitation of using biodiesel from ethanol, the fatty acid ethyl esters (FAEE), as a commercial biodiesel is the formation of undesirable emulsions in the product after ethanolysis, which have been observed by various research groups [5-9].

Theoretically, both methanol and ethanol are immiscible with triglycerides in transesterification at ambient temperatures. Thus, to enhance mass transfer in reaction, the mechanical stirrer must be applied. Emulsions are usually formed in this step. During methanolysis, these emulsions are quickly and easily separated into a lower glycerol-rich layer and an upper methyl ester-rich layer. However, in ethanolysis, this emulsion is much more stable leading to difficulty in phase separation and purification of the FAEE product



International Journal Of Renewable Energy Research, IJRER
R.Nikhom, S.Kungsanant, S.Ratanawilai, P.Nuthong, C.Tongurai, Vol.1, No.4, pp.245-251, 2011

[9]. Although literature has compared methanolysis and ethanolysis emulsions [5,6,8,9], their appearance characteristics are infrequently reported.

In this study, the confocal laser scanning microscopy (CLSM) technique is selected to observe FAME and FAEE emulsion characteristics. Normally, the CLSM is a high resolution fluorescence microscopy and becomes a very powerful tool that more effective than conventional microscopy. The CLSM contains special properties that make it more effective than a conventional one due to its point illumination and detection nature. In the CLSM, the point detection is usually achieved through the incorporation of a pinhole in front of the photo detector. Point illumination is achieved with a laser as a light source. The microscope is very effective at rejecting out-of-focus light with the confocal pinhole. The light from the focusing position is able to pass through the pinhole, while most of the light from the non-focusing position is blocked by the pinhole. As a result, the out-of-focus parts appear dark in color in the image making it possible to optically slice a thick tissue or drop of liquid sample without a glass cover. Light from a part other than the focusing position overlap with ordinary optical microscopes, and the overall image tends to be vague [10].

CLSM is widely used for structural analysis of microorganisms [11-14] and food material (e.g. yam, wheat dough, and bread) [15-17]. In membrane technology, CLSM is utilized to visualize the fouling materials [18,19]. This technique has been applied during observations of the emulsion characteristics of lipids or proteins in the food industry [20], oil-water-modified starch granules emulsions [21], stabilization of foams and emulsions of surface active particles and proteins mixture [22], microstructure of oil-in-water emulsions containing crayfish protein as emulsifier [23] and mineral-oil-water emulsion in the petroleum industry [24]. However, characteristics of emulsions from transesterification have been rarely examined in research.

According to the aforementioned performance of CLSM, this technique is shown to be a highly efficient tool for observing characteristics of emulsions from transesterification. Therefore, the

present study focuses on utilizing the CLSM technique in order to observe different physical distributions between glycerol and ester obtained from methanolysis and ethanolysis and to examine the roles of methanol and ethanol on the formation of glycerol-ester emulsions that occur during biodiesel production.

2. Experimental

2.1. Chemicals

The chemicals, methanol (99.5 % wt), ethanol (99.5 % wt), and potassium hydroxide (KOH, 95.0% wt) were purchased from LabChem (Pittsburgh PA. USA) and were financially supported by Specialized R&D Center for Alternative Energy from Palm Oil and Oil Crops, Prince of Songkla University, Thailand. The analytical grade Nile blue A was also purchased from LabChem (Pittsburgh PA. USA).

2.2. Sample preparation

Samples were prepared from methanolysis and ethanolysis of refined palm oil containing 1% wt free fatty acid and alcohol (i.e. methanol, ethanol or methanol/ethanol mixture). The KOH was utilized as a catalyst. Normal transesterification conditions, the molar ratio of alcohol to oil of 6:1, KOH of 1 %wt, the reaction time of 30 minutes, and the temperature of 70 °C, were used for observe characterization of product mixtures with different alcohol. After the reaction, 10 mL portions of sample were kept in vials immediately and stained with Nile blue A (5 µg of dye per 1 mL of sample) to allow visualization of both glycerol and ester. In addition, the small amount of by products were neglected.

2.3. Confocal laser scanning microscopy (CLSM)

The stained samples were analyzed using a CLSM (FV300, Olympus) with a XY mode to find bright plane images. Images were taken using a 10X objective with additional zoom of 2 in 1 micrometer axial step and a laser combiner featuring a red helium-neon (543 nm). Each sample was dropped on a cover slip without covering it in order to prevent the reformation of the drop shape. To avoid glycerol-ester phase separation during analysis, it was required that the samples be shaken well to ensure homogeneity.

International Journal Of Renewable Energy Research, IJER
R.Nikhom, S.Kungsanant, S.Ratanawilai, P.Nuthong, C.Tongurai, Vol.1, No.4, pp.245-251, 2011

The objective lens was located below the samples, covered with immersion oil, and allowed to approach the bottom of the glass slide.

Sample element was scanned point by point with a focused laser beam during the CLSM analysis. The reflected, or emitted, fluorescence light from the sample was detected by two photomultipliers, and out-of-focus information from the image was removed with an adjustable pinhole setting. The output data was transferred to a computer, and a confocal image was generated on a computer monitor.

3. Results and Discussions

3.1. Identification of glycerol and ester using CLSM

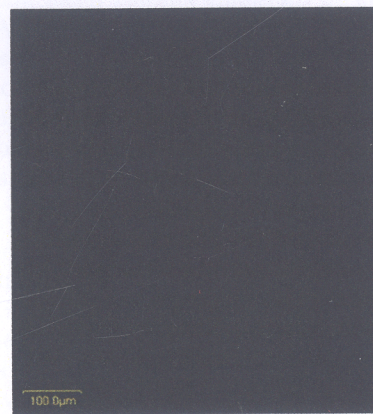
In order to characterize emulsions using the CLSM technique, all of the components had to be verified. All samples are measured at room temperature. Fig. 1 shows the confocal images of pure glycerol (95 %wt glycerol), FAME (97.5 %wt ester), and FAEE (96.5 %wt ester), respectively. Pure glycerol was visualized as a red color (Fig. 1a), and the esters FAME and FAEE were visualized as a darker color (Fig. 1b and 1c). The mass ratio of glycerol to FAME was 9:1 in the mixture of glycerol-ester.



(a)



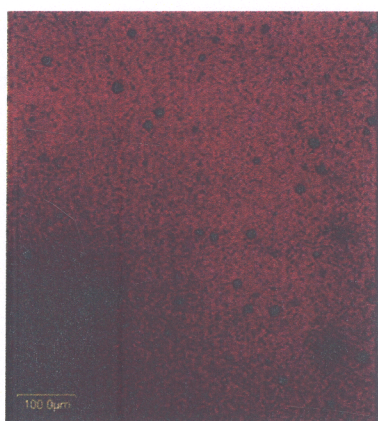
(b)



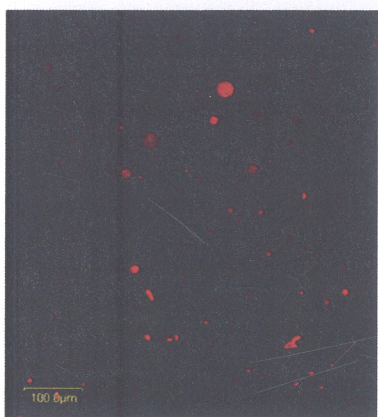
(c)

Fig. 1. Confocal images of a) 95 %wt of glycerol b) 97.5 %wt of FAME c) 96.5 %wt of FAEE

The confocal image was visualized as dark circular domains in the red area (Fig. 2a). On the other hand, the red circular domains in the dark area were visualized when the mass ratio of glycerol to FAME was 1:9 (Fig. 2b). It can be identified that the glycerol and esters, FAME and FAEE, were visualized as red and dark colors, respectively.



(a)



(b)

Fig. 2. Confocal images of mass ratio of glycerol to FAME at a) 9:1 b) 1:9

3.2. Effect of alcohol types on glycerol and ester distribution

Many studies report that the type of alcohol used in transesterification can have an effect on phase separation between glycerol and ester [5-9]. Two main types of alcohols, methanol and ethanol, are used in the transesterification reaction. During methanolysis, the emulsions are formed during the mechanical stirring step. After the reaction is complete, the emulsions are quickly and easily separated, leading to the formation of a lower glycerol-rich layer and an upper FAME-rich layer. During ethanolysis, however, the generated emulsions are much more stable leading to a complicated separation of glycerol from FAEE. The causes of this occurrence have been rarely examined in research.

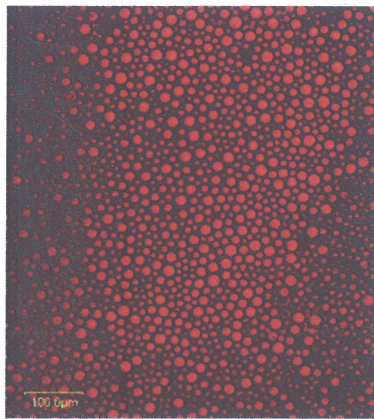
To elucidate this phenomenon, the products after methanolysis and ethanolysis were characterized by CLSM. The confocal images are shown in Fig. 3. The captured images clearly demonstrate the difference of glycerol-ester distribution in the product from methanolysis and ethanolysis. It can be seen in Fig. 3a that glycerol formed as spherical drops and plainly separated from FAME. Fig. 3b also illustrates that unclear formations of glycerol drops occurred and dispersed during the entire FAEE phase. This colloidal solution is strongly stable, which may cause drawbacks on subsequent FAEE purification processes.

Fig. 3 indicates that ethanol could be an important factor causing emulsions of glycerol in the FAEE product. To support this hypothesis, various mixtures of methanol/ethanol with molar ratios of ethanol to methanol at 1:5, 2:4, and 3:3 were used to observe the physical distribution of glycerol in ester. The total molar ratio of alcohol to oil was controlled at 6:1.

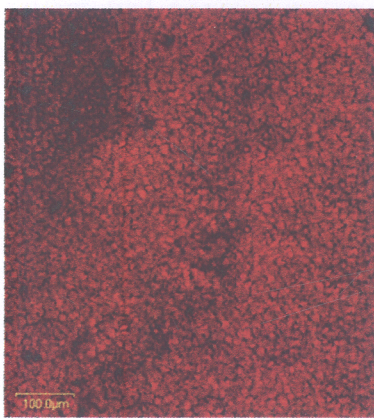
The confocal images show the effect of the molar ratio of ethanol to methanol on glycerol and ester distributions as illustrated in Fig. 4. It should be noticed that as the ethanol content increased, the flocculation of glycerol in ester also gradually promoted. Fig. 4a shows that at the molar ratio of 1:5, glycerol is generated as sharp spherical drops that are distributed in ester, and then the glycerol drops separate from the ester by gravity in a few minutes. This phenomenon is similar to the effects of methanolysis using pure methanol (Fig. 3a). However, when the molar ratio of ethanol to methanol increased from 1:5 to 3:3, the glycerol gradually formed a smaller drop size, stayed closer, and formed a flock of glycerol dispersed in ester (Fig. 4a-4c). The gravitational force rarely affected these fine droplets of glycerol. Finally, a very stable glycerol-ester emulsion was observed. The characteristics of the glycerol-ester emulsion with a high ethanol content are similar to the characteristics of the stable emulsions observed in ethanolysis using pure ethanol (Fig. 3b). Experimental results confirm that ethanol is an important factor affecting the drop size of generated glycerol resulting in suspension of glycerol in ester. This result supports findings from a study by Issariyakul et al. [6], which reports that glycerol-ester emulsions frequently occur when ethanol is used in transesterification. Besides, no

International Journal Of Renewable Energy Research, IJER
R.Nikhom, S.Kungsanant, S.Ratanawilai, P.Nuthong, C.Tongurai, Vol.1, No.4, pp.245-251, 2011

emulsification problem occurred with the use of methanol or small amounts of ethanol in mixtures of methanol/ethanol.

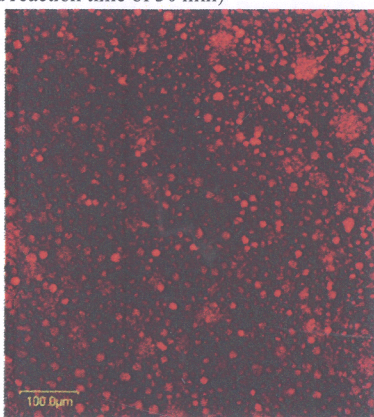


(a)

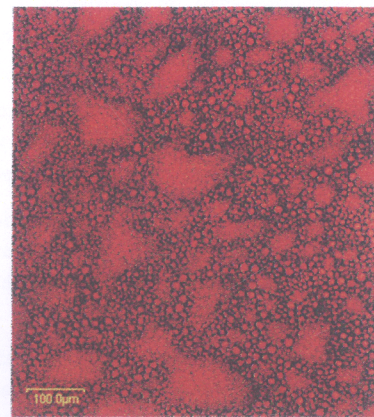


(b)

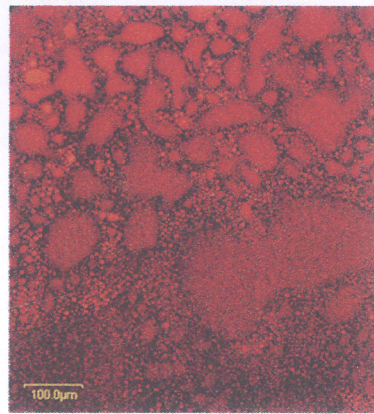
Fig. 3. Confocal images of glycerol-ester distribution after a) methanolysis b) ethanolysis (reaction conditions: molar ratio of alcohol to oil 6:1, KOH 1 %wt, reaction temperature of 70°C, and reaction time of 30 min)



(a)



(b)



(c)

Fig. 4. Confocal images showing the effect of molar ratio of ethanol to methanol on glycerol and ester distribution a) 1:5 b) 2:4 c) 3:3 (reaction conditions: molar ratio of alcohol to oil 6:1, KOH 1%, reaction temperature of 70 °C, and reaction time of 30 min)

The glycerol-ester separation process in the conventional methanolysis is generally based on the fact that by-product glycerol and esters are sparingly soluble due to significant differences in their polarities and densities [25]. However, retained alcohol in the product mixture could have an affect on these properties. In ethanolysis, it might be possible that the remaining ethanol in the product decreases differences of polarity and density between glycerol and FAEE ester because its polarity is lower than methanol. Therefore, low amounts of glycerol could be isolated from the FAEE products. It is obvious from confocal images that glycerol tends to form fine droplets and suspend in FAEE ester causing the stable glycerol-ester emulsion. CLSM images clarify



International Journal Of Renewable Energy Research, IJRRER
R.Nikhom, S.Kungsanant, S.Ratanawilai, P.Nuthong, C.Tongurai, Vol.1. No.4. pp.245-251, 2011

different characteristics of glycerol in ester obtained from utilization of different alcohols in transesterification. This could serve as supportive evidence for solving the problem of emulsion in FAEE. However, other amphiphilic compounds, such as soap, mono-glyceride, and di-glyceride, are also commonly used as emulsifiers for promoting a stable glycerol-ester emulsion in FAEE [1,9,26], which is a research area that should be examined further.

4. Conclusion

CLSM appears to be an effective technique for characterizing the glycerol-ester emulsions obtained from the transesterification reaction. The Confocal images clearly show the different distribution characteristics of glycerol in ester, FAME and FAEE. With FAME, drops of glycerol were sharp and easily separated from FAME resulting in complete phase separation. On the other hand, an unclear formation of glycerol drops in FAEE was visualized, and finally, a very stable glycerol-ester emulsion was observed. This strongly supports the notion that different types of alcohol in transesterification affect phase separation between glycerol and ester.

Acknowledgements

The authors of the present study gratefully acknowledge the Thailand Research Fund through the Royal Golden Jubilee Ph.D. Program (Grant no. PHD/0161/2550) for its financial support. Acknowledgement is also extended to the Graduate School at Prince of Songkla University for partial funding of this study. The presented technical contents are supported by the Scientific Equipment Center and the Specialized R&D Center for Alternative Energy from Palm Oil and Oil Crops, Prince of Songkla University, Hat Yai, Thailand.

References

- [1] M. Černoch, M. Hajek, F. Skopal, "Ethanolysis of rapeseed oil – Distribution of ethyl esters, glycerides and glycerol between ester and glycerol phases", *Bioresour Technology*, 2010, Vol. 101, pp. 2071–2075.
- [2] L.C. Meher, D.V. Sagar, S.N. Naik, "Technical aspects of biodiesel production by transesterification-a review", *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 2006, Vol. 10, pp. 248–268.
- [3] Thailand energy statistics, Department of alternative energy development and efficiency, Ministry of energy, Thailand, 2009.
- [4] H. Joshi, B.R. Moser, J. Toler, T. Walker, "Preparation and fuel properties of mixtures of soybean oil methyl and ethyl esters", *Biomass and Bioenergy*, 2010, Vol 34, pp. 14-20.
- [5] J.M. Enciner, J.F. González, A.R. Reñares, "Ethanolysis of used frying oil. Biodiesel preparation and characterization", *Fuel Processing Technology*, 2007, Vol. 88., pp. 513–522.
- [6] T. Issariyakul, M.G. Kulkarni, A.K. Dalai, N.N. Bakhshi, "Production of biodiesel from waste fryer grease using mixed methanol/ethanol system", *Fuel Processing Technology*, 2007, Vol. 88, pp. 429-43.
- [7] S.M.P. Meneghetti, M.R. Meneghetti, C.R. Wolf, E.C. Silva, G.E.S. Lima, M.A. Coimbra, J.I. Soletti, S.H.V. Carvalho, "Ethanolysis of Castor and Cottonseed Oil: A Systematic Study Using Classical Catalysts", *JAOCS*, 2006, Vol. 83, No. 9, pp. 819–822.
- [8] K. Suppalakpanya, S. Ratanawilai, C. Tongurai, "Production of ethyl ester from esterified crude palm oil by microwave with dry washing by bleaching earth", *Applied Energy*, 2010, Vol. 87, pp. 2356–2359.
- [9] W. Zhou, S.K. Konar, D.G.B. Boocock, "Ethyl esters from the single-phase base-catalyzed ethanolysis of vegetable oils", *JAOCS*, 2003, Vol. 80, No. 4, pp. 367–371.
- [10] J.B. Pawley. *Handbook of biological confocal microscopy*, 3rd ed. Berlin, Springer. 2006, pp. 59-62.
- [11] S.S. Adav, D. Lee, K. Show, J. Tay, "Aerobic granular sludge: Recent advances", *Biotechnology Advance*, 2008, Vol. 26, pp. 411-423.
- [12] D.J. Jung, A. Ahmad, M. Follo, B. Spitzmüller, W. Hannig, M. Hannig, C. Hannig, "Visualization of initial bacterial colonization on dentine and enamel in situ", *Journal of Microbiology Methods*, 2010, Vol. 81, pp. 166–174.
- [13] A. Sole, J. Mas, I. Esteve, "A new method based on image analysis for determining cyanobacterial biomass by CLSM in stratified benthic sediments", *Ultramicroscopy*, 2007, Vol. 107, pp. 669–673.
- [14] K. Takuo, N. Shinya, M. Kohji, "Intracellular analysis of *Saccharomyces cerevisiae* using CLSM after ultrasonic

แผนงานวิจัย : การผลิตเอทิลเอสเทอร์เชิงอุตสาหกรรมจากน้ำมันปาล์มดิบ

Commercial Production of Ethyl Ester from Crude Palm Oil

สถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์



International Journal Of Renewable Energy Research, IJRER

R.Nikhom, S.Kungsanant, S.Ratanawilai, P.Nuthong, C.Tongurai, Vol.1, No.4, pp.245-251, 2011

treatments”, *Nanomedicine: Nanotechnology Biology and Medicine*, 2005, Vol. 1, pp. 159–163.

- [15] E.J. Lynch, F.D. Bello, E.M. Sheehan, K.D. Cashman, E.K. Arendt, “Fundamental studies on the reduction of salt on dough and bread characteristics”, *Food Research International*, 2009, Vol. 42, pp. 885–891.
- [16] M.B. Dürrenberger, S. Handschin, B.C. Petit, F. Escher, “Visualization of food structure by confocal laser scanning microscopy (CLSM)”, *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie*, 2001, Vol. 34, pp. 11-17.
- [17] R. Lutz , A. Aserin , Y. Portnoy , M. Gottlieb , N. Garti, “On the confocal images and the rheology of whey protein isolated and modified pectins associated complex”, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 2009, Vol. 69, pp. 43–50.
- [18] Y.C. Juang, D.J. Lee, J.Y. Lai, “Fouling layer on hollow-fibre membrane in aerobic granule membrane bioreactor”, *Journal of the Chinese Institute of Chemical Engineers*, 2008, Vol. 39, pp. 657–661.
- [19] F.Y. Sun, X.M. Wang, X.Y. Li, “Visualisation and characterisation of biopolymer clusters in a submerged membrane bioreactor”, *Journal of Membrane Science*, 2008, Vol. 325, No. 2, pp.691–697.
- [20] V. Martinet, C. Valentini, J. Casalinho, C. Schorsch, S. Vaslin, J.L. Courthaudon, “Composition of interfacial layers in complex food emulsions before and after aeration: effect of egg to milk protein ratio”, *Journal of Dairy Science*, 2005, Vol. 88, No. 1, pp. 30–39.
- [21] A. Yusoff, B.S. Murray “Modified starch granules as particle-stabilizers of oil-in-water emulsions”, *Food Hydrocolloids*, 2011, Vol. 25, No. 1, pp. 42–55.
- [22] B.S. Murray, K. Durga, A. Yusoff, S.D. Stoyanov, “Stabilization of foams and emulsions by mixtures of surface active food-grade particles and proteins”, *Food Hydrocolloids*, 2011, Vol. 25, No.4, pp. 627-638.
- [23] A. Romero, F. Cordobés, M.C. Puppo, A. Guerrero, C. Bengoechea, “Rheology and droplet size distribution of emulsions stabilized by crayfish flour”, *Food Hydrocolloids*, 2008, Vol. 22, No. 6, pp. 1033–1043.
- [24] R.J. Mikula, V.A. Munoz, “Characterization of emulsions and suspensions in the petroleum industry using cryo-SEM and CLSM”, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2000, Vol. 174, pp. 23–36.
- [25] J.V. Gerpen, B. Shanks, R. Pruszko, D. Clements, G. Knothe, *Biodiesel production technology*. National Midwest Research Institute, Renewable Energy Laboratory, 1st ed., 2004, pp. 30-34.
- [26] M. Černoch, M. Hajek, F. Skopal, “Study of effects of some reaction conditions on ethanolsis of rapeseed oil with dispergation”, *Bioresour Technology*, 2010, Vol. 101, pp. 1213–1219.



ภาคผนวก ฉ.
อบรมการผลิตไบโอดีเซลขั้นพื้นฐานและขั้นสูง



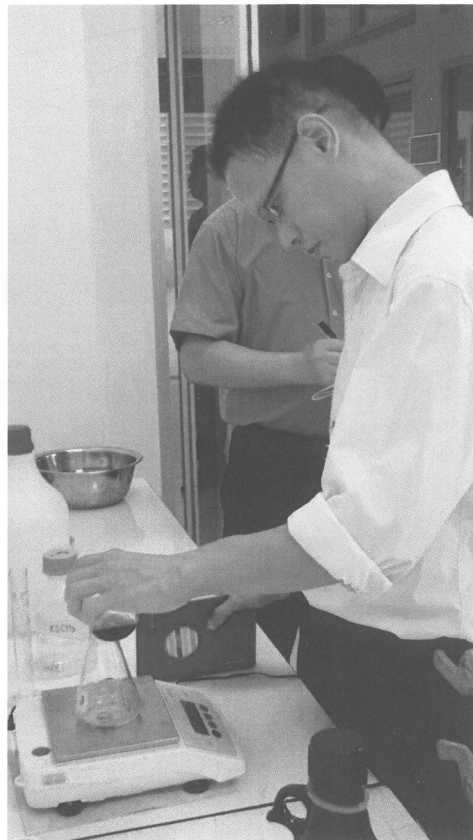
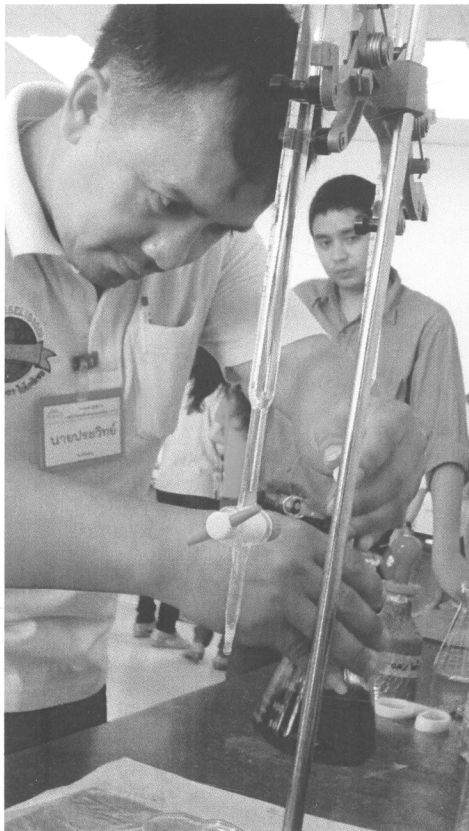
แผนงานวิจัย : การผลิตเอทิลเอสเตอร์เชิงอุตสาหกรรมจากน้ำมันปาล์มดิบ

Commercial Production of Ethyl Ester from Crude Palm Oil

สถานวิจัยและพัฒนาพลังงานทดแทนจากน้ำมันปาล์มและพืชน้ำมัน คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์



อบรมและปฏิบัติการจริง





ดูงาน ณ โรงงานต้นแบบไบโอดีเซล และศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์

