ณัฏฐิณี ศุภเมธานนท์ : การผลิตไบโอดีเซลด้วยปฏิกิริยาทรานสเอสเทอริฟิเคชันของน้ำมันเมล็ดสบู่ดำโดยใช้โพแทสเซียมบนตัวรองรับซีโอไลต์วายในรูปของโซเดียมและบน MCM-41 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (BIODIESEL PRODUCTION VIA TRANSESTERIFICATION OF JATROPHA SEED OIL USING POTASSIUM SUPPORTED ON NaY ZEOLITE AND MCM-41 AS CATALYSTS)
อาจารย์ที่ปรึกษา : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สัญชัย ประยูรโภคราช, 135 หน้า.

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นการพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาเบสวิวิธพันธุ์ที่ประกอบด้วยโพแทสเซียมบนตัวรองรับซีโอไลต์วายในรูปของโซเดียมและ MCM-41 สำหรับการผลิตไบโอดีเซลด้วยปฏิกิริยาทรานสเอสเทอริฟิเคชันของน้ำมันจากเมล็ดสบู่ดำที่ปลูกในจังหวัดนครราชสีมา

น้ำมันเมล็ดสบู่ดำสกัดโดยการแช่เมล็ดสบู่ดำบดละเอียดในเฮกเซนเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้องให้ผลได้ของน้ำมัน 29.74% โดยน้ำหนัก น้ำมันที่สกัดได้ถูกนำไปวิเคราะห์สมบัติทางเคมีและทางกายภาพ องค์ประกอบกรดไขมันไม่อิ่มตัวและกรดไขมันอิ่มตัวมีค่า 77.70% และ 22.30% ตามลำดับ กรดโอเลอิก (44.60%) และกรดลีโนเลอิก (32.20%) เป็นองค์ประกอบหลักของกรดไขมันไม่อิ่มตัว ส่วนกรดปาล์มิติก (15.20%) เป็นองค์ประกอบหลักของกรดไขมันอิ่มตัว สมบัติทางเคมีและทางกายภาพของน้ำมันชี้แนะว่าน้ำมันเมล็ดสบู่ดำสามารถนำไปใช้เป็นวัตถุดิบสำหรับการผลิตไบโอดีเซลด้วยปฏิกิริยาทรานสเอสเทอริฟิเคชันได้

โพแทสเซียมบนตัวรองรับซีโอไลต์วายในรูปของโซเดียม (xK/NaY) และบนตัวรองรับ MCM-41 (xK/MCM-41) เมื่อ x คือเปอร์เซ็นต์น้ำหนักของโพแทสเซียมมีค่า 4 8 หรือ 12 เตรียมโดยวิธีเอิบชุ่มด้วยสารละลายบัฟเฟอร์ CH_3COOK/CH_3COOH ตัวเร่งปฏิกิริยา 12K/NaY-1 และ 12K/NaY-2 ซึ่งมีโพแทสเซียม 12% โดยน้ำหนักอยู่บนตัวรองรับซีโอไลต์วายในรูปของโซเดียมเตรียมโดยวิธีเอิบชุ่มด้วย KNO_3 โดยตัวรองรับดังกล่าวสังเคราะห์จากซิลิกาจากแกลบข้าว ตัวเร่งปฏิกิริยาเหล่านี้ถูกนำไปวิเคราะห์ลักษณะด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) การดูดซับ-การคายไนโตรเจน และฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FTIR) ผลการศึกษาแสดงให้เห็นว่าโครงสร้างของ NaY ยังคงสภาพอยู่หลังการใส่โพแทสเซียมเข้าไป ในขณะที่การพังของโครงสร้าง MCM-41 เกิดขึ้นเมื่อใส่โพแทสเซียมเข้าไป 8 และ 12% โดยน้ำหนัก

ตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดถูกนำมาศึกษาความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาทรานสเอสเทอริฟิเคชันของน้ำมันเมล็ดสบู่ดำกับเมทานอล ผลกระทบของตัวแปรในปฏิกิริยาที่ศึกษาได้แก่ อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำมัน เวลาในการเกิดปฏิกิริยา และปริมาณโพแทสเซียมบนตัวรองรับ โดยติดตามการดำเนินไปของปฏิกิริยาด้วยโครมาโทกราฟีผิวบางและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากสภาวะปฏิกิริยาที่เหมาะสมที่สุดถูกนำไปวิเคราะห์ต่อด้วยโครมาโทกราฟีแก๊ส 12K/NaY ทำให้เกิดการแปลงผันอย่าง

สมบูรณ์ รองลงมาคือ 8K/NaY และ 4K/NaY ตามลำดับ 12K/NaY ให้ผลได้ไบโอดีเซลสูงสุดคือ 73.4% ภายในเวลาของปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง อุณหภูมิของปฏิกิริยา 65 °C และอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมัน 16:1 ได้มีการศึกษาการนำกลับมาใช้ใหม่ของ 12K/NaY และพบว่าไม่สามารถตัวเร่งปฏิกิริยาได้เนื่องจากมีการสูญเสียสปีชีส์ที่มีฤทธิ์ (สปีชีส์ K) ส่วน xK/MCM-41 12K/NaY-1 และ 12K/NaY-2 มีความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาที่ต่ำมากภายใต้สภาวะที่ศึกษา

สมบัติความเป็นเบสของตัวเร่งปฏิกิริยาถูกศึกษาด้วยการคายตามอุณหภูมิโปรแกรมของไพร์โรลและการแปลงของ 2-เมทิล-3-บิวไทน์-2-ออล ผลการศึกษาบ่งบอกว่าปริมาณตำแหน่งเบสของตัวเร่ง xK/NaY เพิ่มขึ้นตามลำดับดังนี้ 12K/NaY > 8K/NaY > 4K/NaY ซึ่งสอดรับกับผลการศึกษาการเร่งคือการแปลงผันเพิ่มขึ้นตามลำดับ เช่นเดียวกัน ส่วน xK/MCM-41 12K/NaY-1 และ 12K/NaY-2 มีปริมาณตำแหน่งเบสน้อยมากส่งผลให้มีความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาทรานสเอสเทอริฟิเคชันต่ำ

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

สาขาวิชาเคมี ลายมือชื่อนักศึกษา_____

ปีการศึกษา 2554 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา_____

NUTTINEE SUPAMATHANON : BIODIESEL PRODUCTION VIA TRANSESTERIFICATION OF JATROPHA SEED OIL USING POTASSIUM SUPPORTED ON NaY ZEOLITE AND MCM-41 AS CATALYSTS. THESIS ADVISOR : ASST. PROF. SANCHAI PRAYOONPOKARACH, Ph.D. 135 PP.

NaY ZEOLITE/ MCM-41/ JATROPHA SEED OIL/ BIODIESEL/ TRANSESTERIFICATION/ HETEROGENEOUS CATALYST

This research focuses on the development of base heterogeneous catalysts consisting of potassium supported on NaY zeolite and MCM-41 for biodiesel production via transesterification of Jatropha seed oil. The oil was obtained from the seeds of *Jatropha* curcas cultivated in Nakhon Ratchasima.

Extraction of the seed oil by soaking the ground seed in hexane for 3 h at room temperature provided 29.74 wt% oil yield. The extracted oil was analyzed for its chemical and physical properties. The unsaturated and saturated fatty acid components were 77.70% and 22.30%, respectively. Oleic acid (44.60%) and linoleic acid (32.20%) were the major components of the unsaturated fatty acid, while palmitic acid (15.20%) was the main component of the saturated fatty acid. Physicochemical properties of the oil suggested that it could be used as a feedstock for biodiesel production via transesterification.

Potassium supported on NaY (xK/NaY) and on MCM-41 (xK/MCM-41), where x is 4, 8 or 12 wt% of K loading, were prepared by impregnation method using buffer solution of CH_3COOK/CH_3COOH. Potassium supported on NaY with 12% of K loading (12K/NaY-1 and 12K/NaY-2) were also prepared by impregnation with solution of KNO_3. The catalyst supports were synthesized from rice husk silica. These catalysts were characterized by X-ray diffraction (XRD), nitrogen adsorption-

desorption and Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). The results indicated that the structure of NaY was preserved after K loading, whereas the collapse of MCM-41 structure was observed with 8 and 12 wt% of K loading.

All catalysts were studied for their catalytic activities in transesterification of Jatropha seed oil with methanol. The effect of the reaction variables including the ratio of methanol to oil, the reaction time and the amount of potassium loading on the support were investigated. The progress of the reaction was primarily monitored by thin layer chromatography and the products from the most suitable reaction condition were further analyzed by gas chromatography. The 12K/NaY provided a complete conversion, followed by the 8K/NaY and 4K/NaY, respectively. The 12K/NaY gave the optimum biodiesel yield of 73.4% under the reaction time of 3 h, the reaction temperature of 65 °C and methanol to oil molar ratio of 16:1. Reusability of 12K/NaY was investigated and it was found that the catalyst was partially deactivated because of the loss of active species (K species). The xK/MCM-41, 12K/NaY-1 and 12K/NaY-2 had very low catalytic activity under the studied condition.

The basic properties of the catalysts were studied by temperature programmed desorption of pyrrole and transformation of 2-methyl-3-butyn-2-ol. The results indicated that the amount of basic sites of xK/NaY catalysts increased in the following order: 12K/NaY> 8K/NaY> 4K/NaY. The results are in agreement with the catalytic studies as the conversion increased with the same order. The xK/MCM-41 and the catalyst prepared with KNO_3 had relatively low amount of the basic sites resulting in poor catalytic activity for transesterification.

School of Chemistry Student's Signature_____

Academic Year 2011 Advisor's Signature_____