

ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต  
โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต



บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)  
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)  
are the thesis authors' files submitted through the University Graduate School.

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต  
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี  
คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
ปีการศึกษา 2560  
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

TRANSESTERIFICATION OF GLYCEROL AND DIMETHYL CARBONATE  
USING SODIUM PHOSPHATE AS A SOLID CATALYST



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Engineering Program in Chemical Engineering  
Department of Chemical Engineering  
Faculty of Engineering  
Chulalongkorn University  
Academic Year 2017  
Copyright of Chulalongkorn University



แพรพรรณ ศรีสอ้าน : ปฏิกริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกริยาโซเดียมฟอสเฟต (TRANSESTERIFICATION OF GLYCEROL AND DIMETHYL CARBONATE USING SODIUM PHOSPHATE AS A SOLID CATALYST) อ.ที่ปริภษาวิทยานิพนธ์หลัก: ดร. เจดศักดิ์ ไชยคุนา, 63 หน้า.

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาปฏิกริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต โดยใช้ตัวเร่งปฏิกริยาโซเดียมฟอสเฟต โดยทำการทดลองในเครื่องปฏิกริยาแบบกะ ปริมาณตัวเร่งปฏิกริยาโซเดียมฟอสเฟตร้อยละ 1 3 และ 5 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอเนต 1:1 1:2 1:3 และ 1:4 อุณหภูมิในการทำปฏิกริยาที่ 60 70 75 และ 80 องศาเซลเซียส ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า ตัวเร่งปฏิกริยาโซเดียมฟอสเฟตมีความว่องไวในการทำปฏิกริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต การเพิ่มปริมาณของตัวเร่งปฏิกริยาที่ไม่เกินร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ส่งผลให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตมีค่าเพิ่มมากขึ้น การลดลงของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอเนต ส่งผลให้ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตเพิ่มมากขึ้น นอกจากนี้ยังช่วยลดการเกิดดีคาร์บอกซิเลชันของกลีเซอรอลคาร์บอเนตไปเป็นไกลซิโดลอีกด้วย ในส่วนของการเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกริยาส่งผลให้ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตเพิ่มสูงขึ้นและยังช่วยให้ปฏิกริยาเข้าสู่สมดุลเร็วมากยิ่งขึ้น

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ภาควิชา วิศวกรรมเคมี

สาขาวิชา วิศวกรรมเคมี

ปีการศึกษา 2560

ลายมือชื่อนิสิต .....

ลายมือชื่อ อ.ที่ปริภษาหลัก .....

# # 5770254621 : MAJOR CHEMICAL ENGINEERING

KEYWORDS: GLYCEROL CARBONATE, TRANESTERIFICATION OF GLYCEROL,  
PRODUCTION OF GLYCEROL CARBONATE

PAREPHAN SRISAARNT: TRANSESTERIFICATION OF GLYCEROL AND DIMETHYL  
CARBONATE USING SODIUM PHOSPHATE AS A SOLID CATALYST. ADVISOR:  
JIRDSAK TSCHEIKUNA, Ph.D., 63 pp.

This research is study on transesterification of glycerol and dimethyl carbonate using sodium phosphate as a solid catalyst. The experiments were conducted in a batch stirred tank reactor with amounts of catalyst of 1, 3 and 5 wt.% of glycerol, glycerol to dimethyl carbonate molar ratios of 1:1, 1:2, 1:3 and 1:4, temperatures of 60, 70, 75 and 80 degree Celsius. The experimental results demonstrated that sodium phosphate can be used effectively as a catalyst in transesterification reaction of glycerol and dimethyl carbonate. Increase amounts of catalyst no greater than 3 wt.% resulted in an increase glycerol carbonate yield. The decrease of glycerol to dimethyl carbonate molar ratios resulted in increase glycerol conversion and glycerol carbonate yield. In addition decarboxylation of glycerol carbonate to glycidol is reduced. An increase temperature resulted in increase glycerol conversion, glycerol carbonate yield and the reaction to reach equilibrium faster.

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY

Department: Chemical Engineering      Student's Signature .....

Field of Study: Chemical Engineering      Advisor's Signature .....

Academic Year: 2017

## กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณอาจารย์ ดร. เจ็ดศักดิ์ ไชยคุนา อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ให้ความรู้ คำปรึกษาอันเป็นประโยชน์ และความช่วยเหลือในการแก้ไขปัญหาดังกล่าว ระหว่างการทำวิจัย เพื่อให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อภิวัฒน์ สุทธิธารวัช ประธานกรรมการในการสอบวิทยานิพนธ์ ศาสตราจารย์ ดร.อาทิวรรณ โชติพิภุภุช และอาจารย์ ดร.นริศรา อินทรจันทร์ กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ที่ให้คำแนะนำและข้อเสนอแนะอันเป็นประโยชน์ในการเพิ่มเติมรายละเอียดวิทยานิพนธ์ให้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณอาจารย์ทุกท่าน ที่อบรมสั่งสอน ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ ตลอดจนให้คำแนะนำต่างๆอันเป็นประโยชน์ตลอดการทำวิจัยครั้งนี้

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา และครอบครัว ที่คอยให้กำลังใจ ให้ความช่วยเหลือ และให้การสนับสนุนที่ดีตลอดมา

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ .....	จ
กิตติกรรมประกาศ .....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญรูปภาพ .....	ญ
สารบัญตาราง.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ .....	1
1.1 ความสำคัญและความเป็นมา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ .....	5
1.3 ขอบเขตการวิจัย .....	5
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	5
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	6
2.1 กlycerol (glycerol).....	6
2.1.1 การนำ glycerol ไปใช้โดยตรง.....	7
2.1.2 การนำ glycerol ไปใช้ทางอ้อม.....	7
2.2 Glycerol carbonate (glycerol carbonate).....	8
2.2.1 การนำ glycerol carbonate ไปใช้โดยตรง .....	9
2.2.2 การนำ glycerol carbonate ไปใช้ทางอ้อม .....	10
2.3 ตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิต glycerol carbonate จากการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของ glycerol และ dimethyl carbonate .....	10
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของ glycerol และ dimethyl carbonate โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบส .....	11

2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา โซเดียมฟอสเฟต.....	15
2.6 การวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต .....	17
2.6.1 การวิเคราะห์โซเดียมฟอสเฟตด้วย Thermogravimetric analysis (TGA).....	17
2.6.2. การวิเคราะห์ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffraction) .....	18
2.6.3 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวของโซเดียมฟอสเฟตด้วย Brunauer-Emmett-Teller (BET) และวิเคราะห์ความเป็นเบสด้วยวิธีแฮมเมตต์ (Hemmett).....	20
บทที่ 3 การทดลองและการวิเคราะห์.....	21
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	21
3.2 วิธีการทดลอง .....	22
3.2.1 ขั้นตอนการทดลอง.....	23
3.2.2 วิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา.....	23
3.2.3 วิธีการเก็บตัวอย่าง .....	23
3.3 การวิเคราะห์ผลการทดลอง .....	24
3.3.1 การไตเตรตเพื่อหาปริมาณกลีเซอรอล.....	24
3.3.2 เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี.....	24
3.4 การคำนวณ.....	25
3.4.1 การคำนวณปริมาณร้อยละของกลีเซอรอลในสารตัวอย่าง .....	25
3.4.2 การคำนวณค่าความเข้มข้นของกลีเซอรอล .....	26
3.4.3 การคำนวณหาค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล.....	26
3.4.4 การคำนวณค่าแฟกเตอร์ตอบสนอง.....	27
3.4.5 การคำนวณหาปริมาณร้อยละผลิตภัณฑ์จากโครมาโทแกรม .....	27
3.4.6 การคำนวณค่าร้อยละการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์ (selectivity) .....	28
3.4.7 การคำนวณค่าร้อยละผลได้ (yield) .....	28



3.4.8 การคำนวณค่าความคลาดเคลื่อน .....	29
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปราย .....	30
4.1 ปฏิกริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต .....	30
4.2 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกริยาที่มีต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละ ผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนต .....	36
4.3 ผลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตที่ส่งผลต่อค่าร้อยละ การแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนต .....	40
4.4 ผลของอุณหภูมิในการทำปฏิกริยาที่มีต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละ ผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนต .....	42
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ .....	45
5.1 สรุปผลการทดลอง .....	45
5.2 ข้อเสนอแนะ .....	45
รายการอ้างอิง .....	46
ภาคผนวก ก ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกริยาโซเดียมฟอสเฟต .....	50
ภาคผนวก ข ผลของอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอเนต .....	53
ภาคผนวก ค ผลของอุณหภูมิในการทำปฏิกริยา .....	57
ภาคผนวก ง การวิเคราะห์ความคลาดเคลื่อน .....	61
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์ .....	63

## สารบัญรูปภาพ

รูปที่2.1	สูตรโครงสร้างของกลีเซอรอล [12].....	6
รูปที่2.2	ปฏิกิริยาต่างๆที่ได้จากการใช้กลีเซอรอลเป็นสารตั้งต้น [15] .....	8
รูปที่2.3	โครงสร้างของกลีเซอรอลคาร์บอนेट .....	9
รูปที่2.4	ผลการวิเคราะห์โซเดียมฟอสเฟตด้วยเครื่อง TGA .....	17
รูปที่2.5	ผลการวิเคราะห์ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของโซเดียมฟอสเฟตโดดีคาร์ไฮเดรต .....	18
รูปที่2.6	ผลการวิเคราะห์ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของโซเดียมฟอสเฟตที่ผ่านการอบไล่น้ำ....	19
รูปที่2.7	ผลการวิเคราะห์ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของโซเดียมฟอสเฟตที่ผ่านการอบไล่น้ำ....	19
รูปที่2.8	ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตที่ผ่านการอบแล้วนำมาเผา....	20
รูปที่3.1	ชุดอุปกรณ์ทดลองในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ .....	22
รูปที่3.2	โครมาโตแกรมของสารตัวอย่าง.....	25
รูปที่4.1	แสดงผลของสารตัวอย่างที่ได้จากการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอนेटแบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา .....	31
รูปที่4.2	แสดงโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างที่ได้จากการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันของ กลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอนेट แบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา.....	31
รูปที่4.3	แสดงผลของสารตัวอย่างเมื่อทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอนेट โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต .....	32
รูปที่4.4	โครมาโตแกรมของผลิตภัณฑ์ในสารตัวอย่าง.....	33
รูปที่4.5	ความสัมพันธ์ระหว่างค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลกับเวลา เมื่อปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไป.....	37
รูปที่4.6	ความสัมพันธ์ระหว่างค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนेटกับเวลา เมื่อปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไป .....	38
รูปที่4.7	แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลกับเวลา เมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไป.....	43

## สารบัญตาราง

ตารางที่ 2.1 สมบัติของกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส .....	6
ตารางที่ 2.2 คุณสมบัติของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต .....	9
ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง .....	21
ตารางที่ 3.2 สภาวะการทดลอง .....	23
ตารางที่ 3.3 สภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี .....	24
ตารางที่ 4.1 ผลการคำนวณค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต และค่าร้อยละผลได้ของ ไกลซีดอล เมื่อปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไป .....	38
ตารางที่ 4.2 ผลการคำนวณค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล .....	40
ตารางที่ 4.3 ผลการคำนวณค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต และค่าร้อยละผลได้ของ ไกลซีดอล เมื่ออัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนเนตเปลี่ยนแปลงไป .....	41
ตารางที่ 4.4 ผลการคำนวณค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต และค่าร้อยละผลได้ของ ไกลซีดอล เมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไป .....	44
ตาราง ก-1 แสดงผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของ กลีเซอรอล .....	50
ตาราง ก-2 แสดงผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของ กลีเซอรอล .....	51
ตาราง ก-3 แสดงผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตร้อยละ 5 โดยน้ำหนักของ กลีเซอรอล .....	52
ตาราง ข-1 แสดงผลของอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนเนต 1:1 .....	53
ตาราง ข-2 แสดงผลของอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนเนต 1:2 .....	54
ตาราง ข-3 แสดงผลของอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนเนต 1:3 .....	55
ตาราง ข-4 แสดงผลของอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนเนต 1:4 .....	56
ตาราง ค-1 แสดงผลของอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส .....	57
ตาราง ค-2 แสดงผลของอุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส .....	58

ตาราง ค-3 แสดงผลของอุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส..... 59

ตาราง ค-4 แสดงผลของอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส..... 60

ตาราง ง-1 ความคลาดเคลื่อนจากผลการทดลอง (experimental error)..... 61

ตาราง ง-2 ความคลาดเคลื่อนจากการวิเคราะห์ (analysis error)..... 62



# บทที่ 1

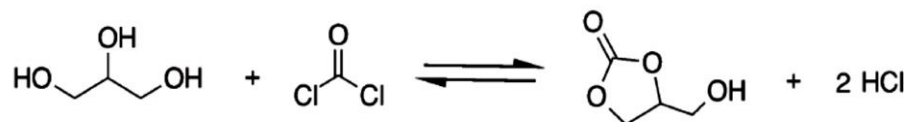
## บทนำ

### 1.1 ความสำคัญและความเป็นมา

กลีเซอรอลคาร์บอเนต (glycerol carbonate) มีคุณสมบัติเป็นของเหลวที่มีความหนืด ไม่ติดไฟ สามารถละลายน้ำได้ ไม่เป็นพิษ และย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (biodegradable) กลีเซอรอลคาร์บอเนตสามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้มากมาย เช่น ใช้เป็นสารเติมแต่งในอุตสาหกรรมพอลิเมอร์ อุตสาหกรรมพลาสติกและเรซิน ใช้เป็นสารหล่อลื่น ใช้เป็นตัวกลางในการผลิตสารเคมีชนิดอื่น และใช้เป็นอิเล็กทรอนิกส์ในลิเทียมแบตเตอรี่ เป็นต้น นอกจากนี้ยังสามารถใช้แทนเอทิลีนคาร์บอเนต (ethylene carbonate) และ โพรพิลีนคาร์บอเนต (propylene carbonate) ได้อีกด้วย [1, 2]

การผลิตกลีเซอรอลคาร์บอเนตนั้นสามารถผลิตได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างกลีเซอรอลซึ่งเป็นสารตั้งต้นหลักมาทำปฏิกิริยากับสารเคมีชนิดอื่น โดยกลีเซอรอลเป็นผลพลอยได้ที่มาจากกระบวนการผลิตไบโอดีเซล ในปัจจุบันปริมาณการใช้ไบโอดีเซลเพิ่มมากขึ้นอย่างรวดเร็ว ทำให้ต้องมีการผลิตไบโอดีเซลมากยิ่งขึ้น จากการผลิตไบโอดีเซลจะทำให้เกิดกลีเซอรอลร้อยละ 10 ถึง 20 ของปริมาณไบโอดีเซลทั้งหมด [3] ปัญหอย่างหนึ่งที่ตามมาคือปริมาณของกลีเซอรอลเพิ่มมากขึ้นอย่างรวดเร็วเกินไป ในขณะที่ตลาดที่รองรับการใช้งานของกลีเซอรอลมีเท่าเดิม ทำให้ปริมาณการเติบโตของกลีเซอรอลสวนทางกับราคาของกลีเซอรอลที่ลดลงอย่างต่อเนื่อง [4] ดังนั้นจึงต้องมีการคิดค้นและพัฒนาเพื่อแก้ปัญหาเกี่ยวกับกลีเซอรอลที่จะเพิ่มมากขึ้นในอนาคตให้เป็นผลิตภัณฑ์ที่มีคุณค่าและมูลค่ามากขึ้น จะเห็นได้ว่ากลีเซอรอลคาร์บอเนตเป็นทางเลือกหนึ่งที่จะช่วยเพิ่มมูลค่าให้กับกลีเซอรอลได้ เนื่องจากกลีเซอรอลคาร์บอเนตสามารถนำมาใช้งานได้หลากหลายด้าน และยังเป็นสารเคมีที่มีราคาแพง ซึ่งจะเป็นอีกทางเลือกหนึ่งที่สามารถช่วยเพิ่มมูลค่าให้กับกลีเซอรอลได้อีกด้วย วิธีการผลิตกลีเซอรอลคาร์บอเนตนั้นสามารถแบ่งออกได้เป็น 6 วิธี

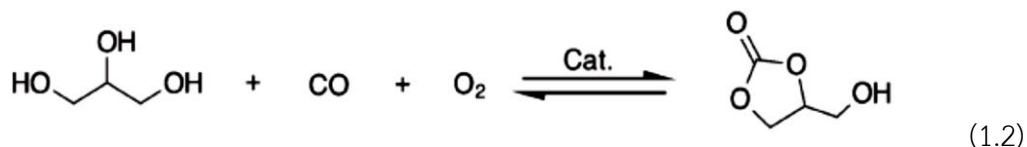
#### 1. การเตรียมกลีเซอรอลคาร์บอเนตจากกลีเซอรอลกับฟอสจีน (phosgene)



(1.1)

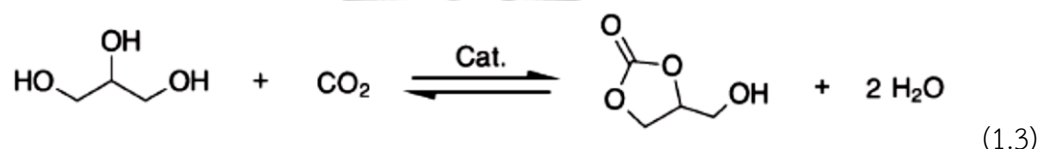
การทำปฏิกิริยาระหว่างกลีเซอรอลและฟอสจีนเป็นปฏิกิริยาที่สามารถทำได้ง่าย และให้ค่าผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตสูง แต่ข้อเสียของการใช้ฟอสจีนคือมีความเป็นพิษและไม่ปลอดภัยทั้งในระดับห้องปฏิบัติการและในระดับอุตสาหกรรม

## 2. การเตรียมกลีเซอรอลคาร์บอเนตจากกลีเซอรอลกับคาร์บอนมอนอกไซด์



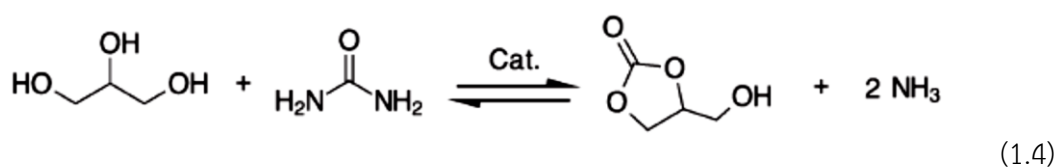
การทำปฏิกิริยาระหว่างกลีเซอรอลกับคาร์บอนมอนอกไซด์และออกซิเจน เป็นอีกวิธีหนึ่งที่ได้ค่าผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตที่สูง แต่มีข้อเสียคล้ายกับการทำปฏิกิริยาของกลีเซอรอลกับฟอสจีน คือ เป็นปฏิกิริยาที่มีความเป็นพิษ ไม่ปลอดภัยและเป็นการทำปฏิกิริยาแบบรุนแรง (supercritical)

## 3. การเตรียมกลีเซอรอลคาร์บอเนตจากกลีเซอรอลกับคาร์บอนไดออกไซด์



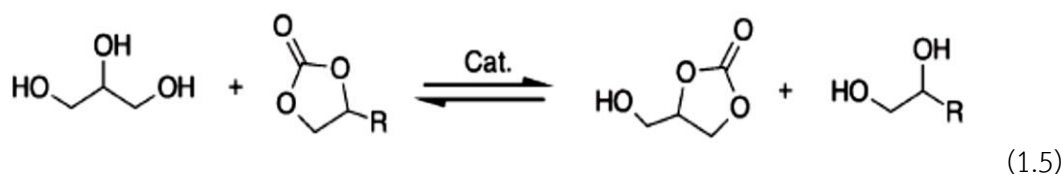
การทำปฏิกิริยาระหว่างกลีเซอรอลกับคาร์บอนไดออกไซด์จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นกลีเซอรอลคาร์บอเนตและน้ำ ข้อดีของวิธีนี้คือปลอดภัยต่อสิ่งแวดล้อม แต่ข้อเสียคือ มีค่าอุณหพลศาสตร์ที่จำกัด (thermodynamic limited) ส่งผลให้ค่าผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตค่อนข้างต่ำ และต้องทำภายใต้สภาวะรุนแรง[5, 6]

## 4. การเตรียมกลีเซอรอลคาร์บอเนตจากกลีเซอรอลกับยูเรีย



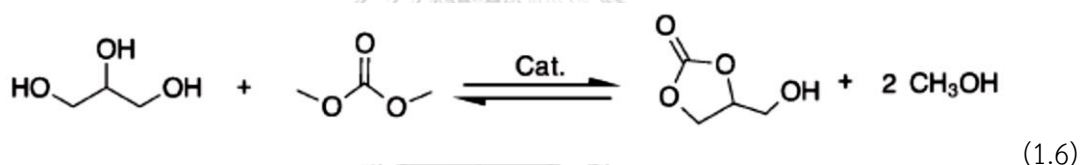
เป็นการทำปฏิกิริยา carbamoylation-carbonation ระหว่างกลีเซอรอลและยูเรีย ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นคือ กลีเซอรอลคาร์บอเนตและแอมโมเนีย โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรด (Lewis acid) ปฏิกิริยานี้มีข้อดี คือให้ค่าผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตที่สูง แต่ข้อเสียคือการทำปฏิกิริยาต้องทำในสภาวะสุญญากาศ และการแยกกลีเซอรอลคาร์บอเนตออกจากแอมโมเนียต้องทำในสถานะแก๊ส

### 5. การเตรียมกลีเซอรอลคาร์บอเนตจากกลีเซอรอลกับเอทิลีนคาร์บอเนต



ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน (transesterification) ของกลีเซอรอลกับเอทิลีนคาร์บอเนต ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์คือ กลีเซอรอลคาร์บอเนต และเอทิลีนไกลคอล ข้อดีของวิธีนี้คือให้ค่าผลได้ของ กลีเซอรอลคาร์บอเนตที่สูง แต่ข้อเสียคือการแยกผลิตภัณฑ์ระหว่างกลีเซอรอลคาร์บอเนตและเอทิลีนไกลคอล (ethylene glycol) จะทำได้ยาก เนื่องจากผลิตภัณฑ์ทั้ง 2 ชนิดมีจุดเดือดสูง นอกจากนี้เมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาพบว่า เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ค่าคงที่สมดุลทางเคมี (chemical equilibrium constant) มีค่าลดลง

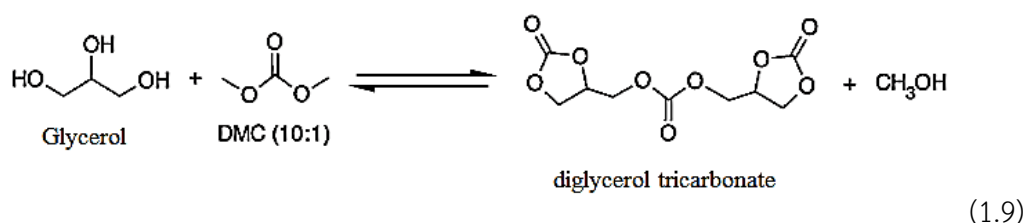
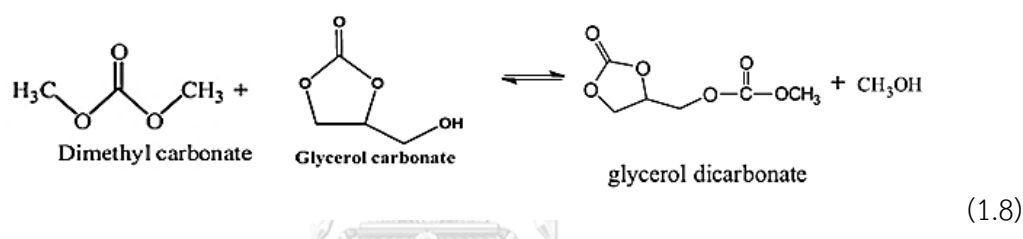
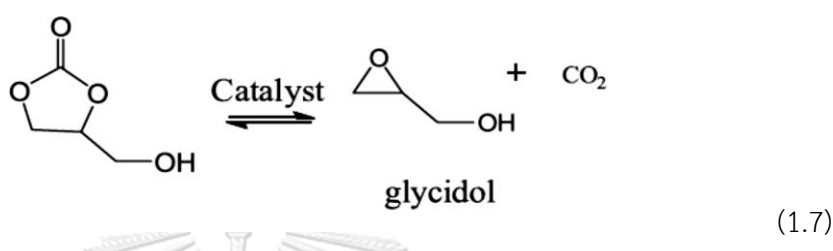
### 6. การเตรียมกลีเซอรอลคาร์บอเนตจากกลีเซอรอลกับไดเมทิลคาร์บอเนต



ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลกับไดเมทิลคาร์บอเนต ผลิตภัณฑ์และผลพลอยได้ที่เกิดขึ้นคือกลีเซอรอลคาร์บอเนตและเมทานอล ตามลำดับ โดยวิธีนี้พบว่าข้อดีคือเป็นปฏิกิริยาที่ไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม ได้ค่าผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตที่สูง การแยกผลิตภัณฑ์ออกจากกันสามารถทำได้ง่าย เมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา พบว่าเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นค่าคงที่สมดุลทางเคมีมีค่าเพิ่มขึ้น นอกจากนั้นเมทานอลที่เป็นผลพลอยได้สามารถนำกลับมาใช้ในกระบวนการผลิตไบโอดีเซลได้อีกด้วย แต่ข้อเสียของปฏิกิริยานี้คือ ไดเมทิลคาร์บอเนตซึ่งถูกใช้ป็นสารตั้งต้นนั้นมีราคาแพง [1, 7]

จากวิธีการผลิตกลีเซอรอลคาร์บอเนตทั้ง 6 วิธี จะเห็นได้ว่าประโยชน์ของการเตรียมกลีเซอรอลคาร์บอเนตจากกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตนั้นมีข้อดีมากกว่าวิธีอื่น จึงกล่าวได้ว่าการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตนั้นเป็นวิธีหนึ่งที่น่าสนใจในการนำมาผลิตกลีเซอรอลคาร์บอเนต จากผลการศึกษาปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ที่ผ่านมา พบว่าผลิตภัณฑ์ข้างเคียงหลักที่อาจจะเกิดขึ้นคือ ไกลซิโดล ซึ่งอาจเกิดได้ 2 ทาง คือเกิดจากการสลายตัว (decomposition) ของกลีเซอรอลคาร์บอเนต และเกิดจากปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน (dehydration) ของ

กลีเซอรอล (แสดงดังสมการที่ 1.7) นอกจากนี้ยังมีโอกาสที่จะเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงอื่นๆ เช่น เมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้นหรือเกิดการทำปฏิกิริยากันระหว่างกลีเซอรอลคาร์บอนเนตและไดเมทิลคาร์บอนเนตที่มากเกินไป ทำให้เกิดเป็นผลิตภัณฑ์ข้างเคียงคือ กลีเซอรอลไดคาร์บอนเนต (glycerol dicarbonate) และปริมาณของไดเมทิลคาร์บอนเนตที่เพิ่มมากขึ้นยังอาจทำให้เกิดไดกลีเซอรอลไตรคาร์บอนเนต (diglycerol tricarbonate) อีกด้วย (แสดงดังสมการที่ 1.8 และ 1.9) [6, 8]



## CHULALONGKORN UNIVERSITY

นอกจากการศึกษาวิธีการผลิตกลีเซอรอลคาร์บอนเนตแล้ว ตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) ที่ใช้ในกระบวนการผลิตก็เป็นสิ่งสำคัญ ตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภทใหญ่ๆคือ ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ (homogeneous catalyst) และตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์ (heterogeneous catalyst) ซึ่งข้อดีและข้อเสียของทั้ง 2 ประเภทจะแตกต่างกันไป โดยตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์มีข้อดีคือ ให้ค่าผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่สูง แต่ข้อเสียคือ ตัวเร่งปฏิกิริยาจะละลายเป็นเนื้อเดียวกับผลิตภัณฑ์ ทำให้การแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากผลิตภัณฑ์ทำได้ยาก ในส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์พบว่ามีข้อดีคือ การแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากผลิตภัณฑ์ทำได้ง่าย สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้หลายครั้ง จึงเหมาะกับการนำมาใช้ในอุตสาหกรรม อย่างไรก็ตามประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยายังขึ้นกับปัจจัยต่างๆอีกมาก เช่น การละลายของตัวเร่ง



ปฏิกิริยา ปริมาตรของรูปทรง พื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยา เป็นต้น จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบส โดยมีการเปรียบเทียบระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยาอัลคาไลน์แบบเอกพันธ์ (homogeneous alkaline catalyst) เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) หรือ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) กับตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ โดยพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์จะเกิดการกัดกร่อนน้อยกว่า ปลอดภัย ราคาถูกและดีต่อสิ่งแวดล้อมมากกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ [5] จากงานวิจัยของ Thinnakorn, K. [9] ได้นำตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต ( $\text{Na}_3\text{PO}_4$ ) ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ มาใช้ในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเพื่อผลิตไบโอดีเซล พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตสามารถทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันในการผลิตไบโอดีเซลได้ดี สามารถใช้ได้ที่อุณหภูมิต่ำ ละลายในผลิตภัณฑ์น้อย และพบว่าสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้หลายครั้ง จึงกล่าวได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตจึงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาตัวหนึ่งที่น่าสนใจในการนำมาทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเพื่อผลิตกลีเซอรอลคาร์บอเนต

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงสนใจการผลิตกลีเซอรอลคาร์บอเนตจากการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต

## 1.2 วัตถุประสงค์

- 1 เพื่อศึกษาการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต
- 2 เพื่อศึกษาตัวแปรที่ส่งผลกับค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนต

## 1.3 ขอบเขตการวิจัย

1. ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 1 3 และ 5 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล
2. ผลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตที่ 1:1 1:2 1:3 และ 1:4
3. ผลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 60 70 75 และ 80 องศาเซลเซียส

## 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

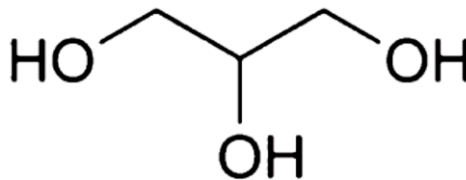
1. ได้สภาวะที่เหมาะสมของปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันในการผลิตกลีเซอรอลคาร์บอเนตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต
2. สามารถนำตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตไปใช้ในการผลิตกลีเซอรอลคาร์บอเนตได้ในระดับอุตสาหกรรม

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 กลีเซอรอล (glycerol)

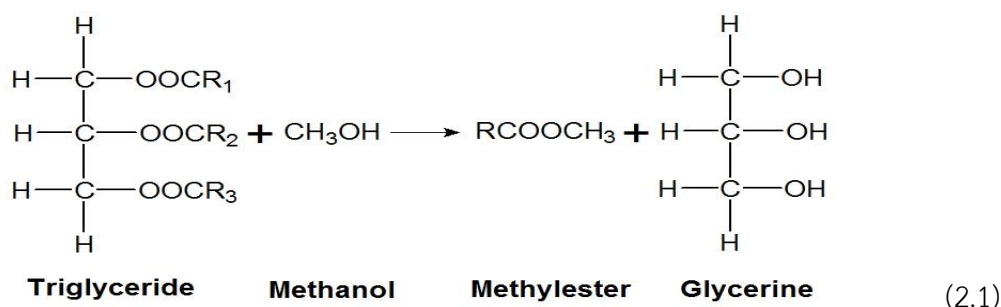
กลีเซอรอลหรือกลีเซอริน มีชื่อทางเคมี (IUPAC) ว่า 1,2,3 Propanetriol มีสูตรโมเลกุลคือ  $C_3H_8O_3$  เป็นสารประกอบอินทรีย์ประเภทแอลกอฮอล์ ซึ่งมีคาร์บอน 3 อะตอม ต่อกับหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) มีสูตรโครงสร้างโมเลกุลดังรูปที่ 2.1 [10] กลีเซอรอลเป็นสารไม่มีสี ไม่มีกลิ่น มีรสหวาน เป็นของเหลวที่มีความหนืด ละลายน้ำได้และไม่เป็นพิษ กลีเซอรอลเป็นผลพลอยได้ที่ได้จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชัน ของน้ำมันพืช ไขมันสัตว์หรือน้ำมันพืชใช้แล้วกับเมทานอล (methanol) หรือเอทานอล (ethanol) เพื่อผลิตเป็นไบโอดีเซล แสดงดังสมการที่ 2.1 [11]



รูปที่ 2.1 สูตรโครงสร้างของกลีเซอรอล [12]

ตารางที่ 2.1 สมบัติของกลีเซอรอลที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส [12]

มวลโมเลกุล	92.09382 g mol <sup>-1</sup>
ความหนาแน่น	1.261 g cm <sup>-3</sup>
ความหนืด	1.5 Pa.s
จุดหลอมเหลว	18.2 °C
จุดเดือด	290 °C
จุดวาบไฟ	160 °C (ในระบบปิด)



กลีเซอรอลเป็นสารที่มีคุณสมบัติทั้งทางกายภาพและทางเคมีที่สามารถนำไปใช้ในงานต่างๆ มากมาย การใช้งานของกลีเซอรอลสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภทใหญ่ๆ คือการนำกลีเซอรอลไปใช้โดยตรง และการนำกลีเซอรอลไปใช้ทางอ้อม

### 2.1.1 การนำกลีเซอรอลไปใช้โดยตรง

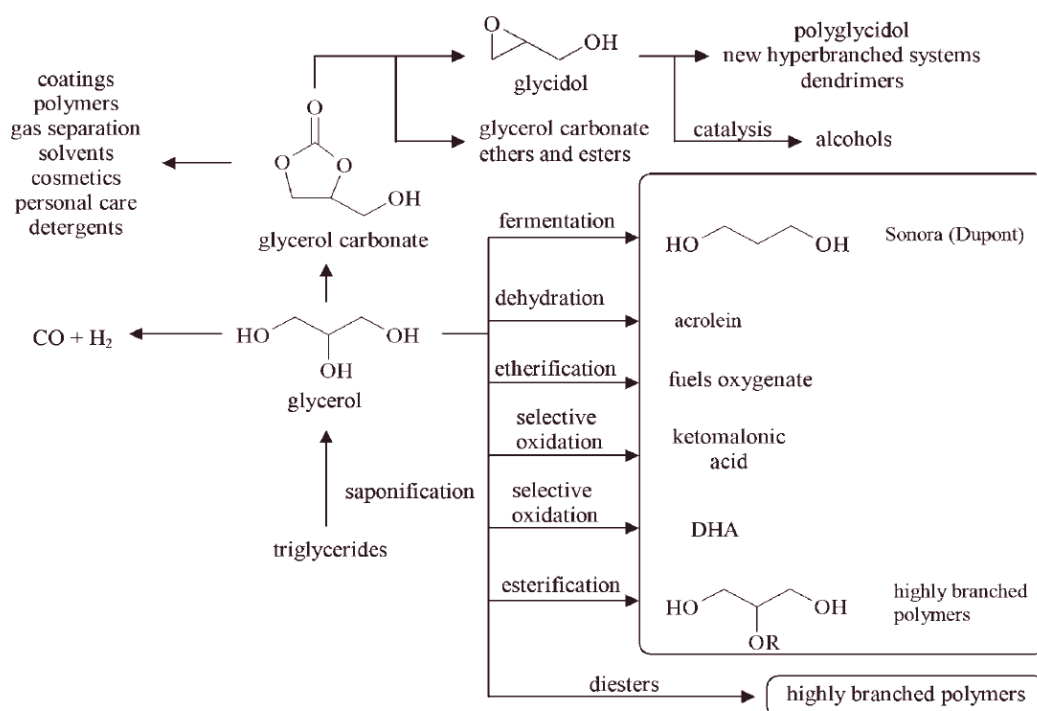
กลีเซอรอลถูกนำไปใช้งานอย่างกว้างขวาง เช่น ใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร ได้แก่ สารให้ความหวาน สุรา ไปจนถึงอาหารสัตว์ ใช้ในอุตสาหกรรมยา ได้แก่ ยาแก้ไอ ยาแก้แพ้ ยาปฏิชีวนะ เป็นต้น ใช้ในอุตสาหกรรมเครื่องสำอางและผลิตภัณฑ์บำรุงผิว เช่น สบู่ ยาสระผม ยาสีฟัน ครีมบำรุงผิว เป็นต้น นอกจากนี้ยังใช้ในอุตสาหกรรมการผลิตยาสูบอีกด้วย

### 2.1.2 การนำกลีเซอรอลไปใช้ทางอ้อม

คือการนำกลีเซอรอลไปใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตเป็นสารเคมีชนิดอื่น โดยทวีปยุโรปนำกลีเซอรอลมาใช้ผลิตเป็น อีพิคลอโรไฮดริน (epichlorohydrin) และ โพรพิลีนไกลคอล (propylene glycol) ประเทศจีน นำกลีเซอรอลมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตเป็น อีพิคลอโรไฮดริน ทวีปตะวันออกกลางนำกลีเซอรอลมาผลิตเป็น อัลคิเดเรซิน (alkyd resins) และในส่วนของประเทศไทยนำกลีเซอรอลมาผลิตเป็นอีพิคลอโรไฮดริน โดยหากแบ่งจำแนกตามอุตสาหกรรมพบว่า

- อุตสาหกรรมเครื่องสำอางเช่น กรดไกลโคลิก (glycolic acid) กรดไฮดรอกซีไพรูวิก (hydroxypyruvic acid) และไดไฮดรอกซีอะซิโตน (dihydroxyacetone)
- อุตสาหกรรมพอลิเมอร์เช่น อีพิคลอโรไฮดริน โพลีเอสเตอร์ (polyester) โพลียูรีเทน (polyurethane) และ อัลคิเดเรซิน
- อุตสาหกรรมสิ่งทอเช่น โมโนอะซิทิน (monoaceticin)
- อุตสาหกรรมพลาสติกเช่น ไดอะซิทิน (diaceticin) และ ไตรอะซิทิน (triaceticin)
- อุตสาหกรรมผงซักฟอกเช่น โพลีกลีเซอรอลเอสเทอร์ (polyglycerol ester)
- อุตสาหกรรมการผลิตระเบิดเช่น ไนโตรกลีเซอริน (nitroglycerin) [13-15]

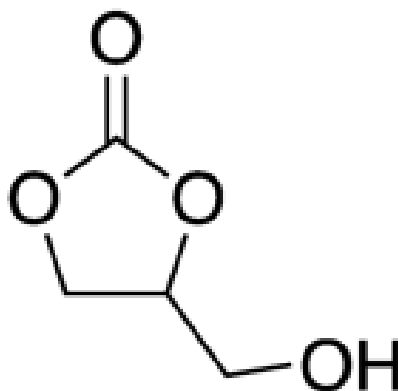
นอกจากนี้ยังมีการนำกลีเซอรอลมาใช้ในการวิจัยอีกมากมาย เช่น ใช้ผลิตเป็น โพลีกลีเซอรอล (polyglycerol) โมโนเอซิลกลีเซอรอล (monoacylglycerols) ไดเอซิลกลีเซอรอล (diacylglycerols) อะโครลีน (acrolein) ไฮโดรเจน (hydrogen) 1,3 โพรเพนไดออล (1,3 propandiol) Tert butylation เชื้อเพลิงไฮโดรคาร์บอน (hydrocarbon fuel) และกลีเซอรอลคาร์บอเนต เป็นต้น [15, 16]



รูปที่ 2.2 ปฏิกิริยาต่างๆที่ได้จากการใช้กลีเซอรอลเป็นสารตั้งต้น [15]

## 2.2 กลีเซอรอลคาร์บอเนต (glycerol carbonate)

กลีเซอรอลคาร์บอเนต มีชื่อทางเคมี (IUPAC) ว่า 4-hydroxymethyl-2-oxo-1,3-dioxolane มีส่วนที่เป็น active site 2 ส่วน คือ ส่วนที่เป็น 3 อะตอมคาร์บอนของวงไดออกโซเลน และส่วนที่ต่อออกมาของหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) ดังแสดงในรูปที่ 2.3 กลีเซอรอลคาร์บอเนต เป็นสารเคมีชนิดหนึ่งที่ได้จากการใช้กลีเซอรอลเป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยา เป็นของเหลวที่มีความหนืด ไม่ติดไฟ สามารถละลายน้ำได้ ไม่เป็นพิษ และย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (biodegradable)



รูปที่ 2.3 โครงสร้างของกลีเซอรอลคาร์บอเนต

ตารางที่ 2.2 คุณสมบัติของกลีเซอรอลคาร์บอเนต [7]

มวลโมเลกุล	118.09 g mol <sup>-1</sup>
ความหนาแน่น	1.4 g ml <sup>-1</sup>
จุดเดือด	353.9 °C
จุดหลอมเหลว	-69 °C
จุดวาบไฟ	190 °C
ความหนืด	85.4 cP

กลีเซอรอลคาร์บอเนตมีคุณสมบัติที่น่าสนใจ ซึ่งสามารถนำมาใช้งานได้ทั้งในทางตรงและทางอ้อม

### 2.2.1 การนำกลีเซอรอลคาร์บอเนตไปใช้โดยตรง

เช่น ใช้เป็นตัวทำละลายที่เป็นไบโอเบส (biobased) ใช้เป็นตัวทำละลายในการสังเคราะห์พอลิเมอร์อย่างโพลีเอสเทอร์ โพลีคาร์บอเนต (polycarbonate) โพลียูรีเทน และโพลีเอไมด์ (polyamide) ใช้เป็นตัวทำละลายในเรซินและพลาสติก เช่น เซลลูโลสอะซิเตส (cellulose acetate) ไนลอน (nylon) และ โพลีอะคริโลไนไตรล์ (polyacrylonitrile) ใช้เป็นอิล็กโทรไลต์ในการผลิตลิเทียมแบตเตอรี่ ใช้เป็นสารที่ทำให้คงรูป (curing agent) ในการผลิตซีเมนต์และคอนกรีต ใช้ในอุตสาหกรรมเครื่องสำอาง เช่น ยาทาเล็บ โดยจะช่วยให้เล็บไม่แตกหักและมีความชุ่มชื้น ใช้เป็นเมมเบรนของเหลว (liquid membrane) ในกระบวนการแยกแก๊ส (gas separation) เป็นต้น

## 2.2.2 การนำกลีเซอรอลคาร์บอเนตไปใช้ทางอ้อม

- ใช้ในการสังเคราะห์พอลิเมอร์ เช่น นีออนไอโซไซยาเนตโพลียูรีเทน (non-isocyanate polyurethane), กลีเซอรอลคาร์บอเนตไวนิลมอนอเมอร์ (glycerol carbonate vinyl monomers) และสารเติมแต่ง (coupling agents)

- ใช้เป็นสารลดแรงตึงผิวและน้ำมันหล่อลื่น เช่น Hyperbranched polyethers, โอลิโกไกลโคไซด์ (Oligoglycosides) โพลีกลีเซอรอล และกลีเซอรอลคาร์บอเนตเอสเทอร์ (glycerol carbonate ester) เป็นต้น

- ใช้เป็นตัวกลาง (intermediate) ในการผลิตไกลซิดอล ซึ่งสามารถนำไปใช้ในอุตสาหกรรมยาง พลาสติก เครื่องสำอางและยา

นอกจากนี้กลีเซอรอลคาร์บอเนตยังสามารถนำมาใช้แทนเอทิลีนคาร์บอเนต และโพรพิลีนคาร์บอเนตได้อีกด้วย [1, 7]

## 2.3 ตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตกลีเซอรอลคาร์บอเนตจากการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต

เมื่อทำการพิจารณาตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ชนิด คือตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ และตัวเร่งปฏิกิริยาแบบบิวิริพันธ์

### ก. ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ (homogeneous catalyst)

ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีสถานะเดียวกับสารที่ทำปฏิกิริยา โดยปกติตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์จะเกิดการละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสม ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ชนิด คือตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรด และตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบส

- ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ชนิดกรด ไม่เหมาะต่อการนำมาผลิตกลีเซอรอลคาร์บอเนตในกระบวนการทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน เนื่องจากให้ค่าผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตที่ต่ำมาก

- ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ชนิดเบส เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีการนำมาศึกษามากในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเพื่อผลิตกลีเซอรอลคาร์บอเนต เนื่องจากจะให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตที่สูงมาก และยังใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาน้อย แต่ข้อเสียของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดนี้คือ แยกออกจากผลิตภัณฑ์ได้ยาก ต้องใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสม และทำการกลั่นเพื่อแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากผลิตภัณฑ์ ซึ่งจะเป็นการเพิ่มค่าใช้จ่ายในกระบวนการผลิตกลีเซอรอลคาร์บอเนต [17]

#### ข. ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ (heterogeneous catalyst)

ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์หรือตัวเร่งปฏิกิริยาแบบของแข็ง (solid catalyst) โดยส่วนใหญ่ สารตั้งต้นและตัวทำปฏิกิริยาจะอยู่คนละวัฏภาคกัน ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ส่วนมากจะอยู่ในสถานะของแข็ง ซึ่งสารตั้งต้นจะอยู่ในวัฏภาคของเหลวหรือแก๊ส การเกิดปฏิกิริยาจะเกิดที่บริเวณผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสำคัญ ในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเพื่อสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนต สามารถแบ่งตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ออกเป็น 2 ชนิดใหญ่ๆคือ

- ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ชนิดกรด โดยส่วนมากการนำตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดนี้มาใช้ในการผลิตกลีเซอรอลคาร์บอนเนตโดยการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน จะเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเรซิน (ion exchange resin) ซึ่งจะสามารถแยกออกจากผลิตภัณฑ์ได้ง่าย แต่ให้ค่าผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตต่ำ จึงไม่นิยมนำมาใช้ในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเพื่อผลิตกลีเซอรอลคาร์บอนเนต

- ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ชนิดเบส สามารถแบ่งได้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเรซิน และตัวเร่งปฏิกิริยาอื่นๆ ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบสที่เป็นเรซินนี้ให้ค่าผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่ต่ำมากเช่นเดียวกับกับเรซินชนิดกรด จึงไม่เป็นที่สนใจที่จะนำมาใช้ในการผลิต ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาอื่นๆที่ไม่ใช่ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเรซิน เช่น แคลเซียมออกไซด์ (CaO) แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) เป็นต้นเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีการศึกษาอยู่มาก เนื่องจากสามารถแยกออกจากผลิตภัณฑ์ได้ง่าย ให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่สูง โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีการศึกษามากคือ แคลเซียมออกไซด์ (CaO) ซึ่งจะให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต และค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลที่สูงในการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่ำ นอกจากนี้ยังใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาน้อยอีกด้วย [18]

#### 2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไคเมทิลคาร์บอนเนตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบส

Bai และคณะ [19] ศึกษาการทำปฏิกิริยาระหว่างกลีเซอรอลและไคเมทิลคาร์บอนเนต โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมไฮดรอกไซด์/แกมมา-อะลูมินา ( $\text{NaOH}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) ซึ่งทำการทดลองในเครื่องปฏิกรณ์แบบถังกวน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 78 องศาเซลเซียส ใช้อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไคเมทิลคาร์บอนเนตที่ 1:2 เวลาในการทำปฏิกิริยาคือ 1 ชั่วโมง พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาจากร้อยละ 2 เป็นร้อยละ 4 ค่าร้อยละการเลือกเกิด (%selectivity) ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตไม่เปลี่ยนแปลง แต่ค่าร้อยละการแปลงผัน (%conversion) ของกลีเซอรอลมีค่าเปลี่ยนแปลงไปจากร้อยละ 93.7 เป็น 98 นอกจากนี้ยังพบว่าค่าร้อยละการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตจะขึ้นอยู่กับ

ความเป็นเบสของตัวเร่งปฏิกิริยา แต่หากตัวเร่งปฏิกิริยามีความเป็นเบสสูงมาก อาจส่งผลให้กลีเซอรอลซึ่งเป็นสารตั้งต้นเกิดปฏิกิริยาดีไฮเดรชันกลายเป็นไกลซีดีออลได้

Du และคณะ [5] ศึกษาการทำปฏิกิริยาระหว่างกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมคาร์บอเนต/แมกนีเซียมออกไซด์ ( $K_2CO_3/MgO$ ) ทำการทดลองในเครื่องปฏิกรณ์แบบถังกวน โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล เวลาในการทำปฏิกิริยาคือ 2 ชั่วโมง อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอเนตที่ 1:2.5 อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 80 องศาเซลเซียส พบว่าปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้นจะทำให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตมีค่าสูงขึ้น โดยที่ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 1 ของสารตั้งต้น จะให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตสูงถึงร้อยละ 99

Malyaadri และคณะ [20] ศึกษาสภาวะต่างๆในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของไดเมทิลคาร์บอเนตกับกลีเซอรอล โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียม/อะลูมิเนียม/เซอร์โคเนียม ( $Mg/Al/Zr$ ) ทำการทดลองในเครื่องปฏิกรณ์แบบถังกวน เวลาในการทำปฏิกิริยา 90 นาที โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเริ่มต้นคือร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล พบว่าเมื่อทำการทดลองที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาตั้งแต่ 50 ถึง 100 องศาเซลเซียส เบื้องต้นอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นจะทำให้ได้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตเพิ่มสูงขึ้นอย่างต่อเนื่องจนถึงอุณหภูมิที่ 75 องศาเซลเซียส ค่าผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตจะเริ่มคงที่ไปจนถึง 100 องศาเซลเซียส จากนั้นทำการศึกษาหาอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอเนตที่เหมาะสมพบว่าที่อัตราส่วน 1:1 ไปจนถึง 1:5 ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตมีค่าเพิ่มขึ้น แต่เมื่ออัตราส่วนของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอเนตลดลงเป็น 1:10 พบว่าค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตมีค่าลดลง เนื่องจากกลีเซอรอลคาร์บอเนตเกิดการเปลี่ยนแปลงไปเป็นไกลซีดีออล นอกจากนี้เมื่อพิจารณาอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อตัวเร่งปฏิกิริยาที่ 1:0.05 1:0.1 และ 1:0.2 พบว่าเมื่อปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล และค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตมีค่าเพิ่มขึ้น

Singh และคณะ [21] ทำการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลกับไดเมทิลคาร์บอเนต โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาซิงค์/แลนทานัมออกไซด์ (Zinc/Lanthanum mixed oxide) ทำการทดลองในเครื่องปฏิกรณ์แบบถังกวน อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอเนตที่ 1:4 อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 140 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อกลีเซอรอลที่ร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก ทำการหาเวลาในการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมที่ 0 ถึง 250 นาที พบว่าช่วงเวลาที่ 0 ถึง 60 นาที ปริมาณไกลซีดีออลซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาข้างเคียงมีเพียงเล็กน้อย แต่เมื่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลเข้าใกล้สมดุลที่เวลา 60 นาที ปริมาณไกลซีดีออลจะมีค่าเพิ่มมากขึ้น โดยการเกิดไกลซีดีออลนี้เกิดจากการแตกตัว



(decomposition) ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต เมื่อทำการศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมที่ 120 ถึง 140 องศาเซลเซียส พบว่าค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตไม่มีการเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิ ภายใต้สภาวะที่ศึกษา ต่อมาทำการศึกษาปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมที่ร้อยละ 0.25 0.5 และ 1 โดยน้ำหนัก พบว่า ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลเพิ่มขึ้น แต่ค่าร้อยละการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อย จากนั้นทำการศึกษาหาอัตราส่วนของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนเนตที่เหมาะสมที่ 1:2 1:4 และ 1:6 พบว่าเมื่ออัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนเนตลดลง ค่าร้อยละการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตมีค่าลดลงด้วย เนื่องจากเกิดการแตกตัวของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตไปเป็นปฏิกิริยาข้างเคียง

Simanjuntak และคณะ [22] ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันของกลีเซอรอลกับไดเมทิลคาร์บอนเนต โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียม-แลนทานัมออกไซด์ (magnesium-lanthanum mixed oxide) ทำการทดลองในเครื่องปฏิกรณ์แบบถังกวน เวลาในการทำปฏิกิริยา 60 นาที อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 85 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อกลีเซอรอลที่ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก พบว่าที่อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนเนต 1:1 ไปจนถึง 1:4 ค่าผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตมีค่าเพิ่มมากขึ้น แต่เมื่ออัตราส่วนลดลงเป็น 1:6 ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตมีค่าลดลงอย่างต่อเนื่องไปจนถึงอัตราส่วน 1:10 เนื่องจากเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงเพิ่มมากขึ้น ต่อมาทำการศึกษาหาอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมที่ 30 ถึง 85 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนเนตที่ 1:2 พบว่าไม่เกิดกลีเซอรอลคาร์บอนเนตเมื่อทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิห้อง แต่เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตมีค่าเพิ่มมากขึ้นด้วย โดยอุณหภูมิที่ 85 องศาเซลเซียสจะให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่สูงที่สุด ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่เข้าใกล้จุดเดือดของไดเมทิลคาร์บอนเนต ต่อมาทำการศึกษาปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสม ที่อัตราส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อกลีเซอรอลที่ร้อยละ 1 ถึง 20 โดยน้ำหนัก ใช้อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนเนตที่ 1:2 พบว่าเมื่อปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้น ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตมีค่าเพิ่มมากขึ้น ซึ่งที่ร้อยละ 20 โดยน้ำหนักจะให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตสูงที่สุด นอกจากนี้ยังทำการหาเวลาในการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมระหว่าง 30 ถึง 240 นาที พบว่าที่เวลา 30 ถึง 90 นาที ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ และหลังจาก 90 นาที ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตไม่ค่อยเปลี่ยนแปลง ซึ่งให้เห็นว่าปฏิกิริยาเข้าสู่สมดุลที่ 90 นาที

Algoufi และ Hameed [2] ศึกษาการทำปฏิกิริยาระหว่างกลีเซอรอลกับไดเมทิลคาร์บอนเนต โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเคซีโอไลท์ (K-zeolite) ที่ได้มาจากถ่านลอย ทำการทดลองในเครื่องปฏิกรณ์แบบถังกวน โดยมีสภาวะเริ่มต้นคือ ใช้อัตราส่วนของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนเนตที่ 1:4 ปริมาณตัวเร่ง

ปฏิกิริยาที่ร้อยละ 4 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล เวลาในการทำปฏิกิริยา คือ 90 นาที โดยทำการศึกษา ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมที่ 1 ถึง 6 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่าค่าร้อยละการแปลงผันของ กลีเซอรอลเพิ่มมากขึ้นเมื่อปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้น สาเหตุเกิดจากความเข้มข้นที่เพิ่มขึ้น ของ active basic site ของตัวเร่งปฏิกิริยาในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน ซึ่งหน้าที่ของ basic site คือการเอาโปรตอนตัวแรกของหมู่ไฮดรอกซิลในกลีเซอรอลออก หลังจากนั้นการทำ ปฏิกิริยาระหว่างโมเลกุลโดยหมู่คาร์บอนेटจะแทนที่หมู่ไฮดรอกซิลตัวที่ 2 แล้วเกิดเป็นกลีเซอรอล คาร์บอนेट เมื่อปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มเกินร้อยละ 4 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอลจะพบว่า ค่า ร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนेटลดลง เนื่องจากเกิดไกลซิโดลเพิ่มมากขึ้น ซึ่งการเพิ่มขึ้นของ ไกลซิโดลไม่ได้ขึ้นอยู่กับปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา แต่เกิดจากปฏิกิริยาดีคาร์บอกซิเลชัน (decarboxylation) ของกลีเซอรอลคาร์บอนेटบน basic active site ของตัวเร่งปฏิกิริยา ต่อมาทำ การหาอัตราส่วนของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนेटที่เหมาะสม พบว่าที่อัตราส่วนโดยโมลของ กลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนेटที่ 1:3 ได้ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลสูงสุดคือ 100 และ ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนेटที่สูงที่สุดคือ 96 นอกจากนี้ยังพบว่าปริมาณไกลซิโดลที่ อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนेटที่ 1:1 คือร้อยละ 12 กลับมีค่าลดลงเมื่อ ปริมาณของไดเมทิลคาร์บอนेटเพิ่มมากขึ้น แสดงถึงการใช้ไดเมทิลคาร์บอนेटที่มากเกินไปเพื่อเพิ่ม การทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันและลดอัตราการเกิดปฏิกิริยาดีคาร์บอนีเลชัน (decarbonylation) ของกลีเซอรอลคาร์บอนेट ต่อมาทำการศึกษาค่าอุณหภูมิที่ 60 ถึง 80 องศา เซลเซียส โดยพบว่าค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนेटที่สูงที่สุดอยู่ที่อุณหภูมิ 75 องศา เซลเซียส อย่างไรก็ตามเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นปฏิกิริยาดีคาร์บอนีเลชันของกลีเซอรอลคาร์บอนेटก็ เพิ่มขึ้นด้วย ซึ่งจะส่งผลให้อัตราการหลุดออกของโปรตอนของหมู่ไฮดรอกซิลในโมเลกุลของ กลีเซอรอลคาร์บอนेटบนตัวเร่งปฏิกิริยา basic active site มีเพิ่มมากขึ้น เกิดการเปิดวงกลีเซอรอล คาร์บอนेटแล้วฟอร์มเป็นไกลซิโดล นอกจากนี้ยังทำการศึกษาเวลาในการทำปฏิกิริยาที่ 30 ถึง 150 นาที พบว่าที่เวลา 30 นาที ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลคือ 50 เกิดการเปลี่ยนจาก กลีเซอรอลไปเป็นกลีเซอรอลคาร์บอนेट โดยไม่เกิดเป็นไกลซิโดล หลังจากนั้นค่าร้อยละผลได้ของ กลีเซอรอลคาร์บอนेटเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วจนถึงเวลา 90 นาที ซึ่งจะได้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอล คาร์บอนेटที่สูงที่สุด และหลังจาก 90 นาที พบว่ากลีเซอรอลคาร์บอนेटลดลงเนื่องจากเกิดการแตก ตัวไปเป็นไกลซิโดล

## ข้อสรุปจากงานวิจัยที่เกี่ยวกับการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไตรเมทิลคาร์บอเนตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบส

1. ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมในการนำมาทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไตรเมทิลคาร์บอเนตคือ ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ชนิดเบส เนื่องจากจะเห็นได้ว่าจากงานวิจัยที่ผ่านมาตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นเบสจะให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตที่สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรด และตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์สามารถทำการแยกออกจากผลิตภัณฑ์ได้ง่ายกว่าแบบเอกพันธุ์
2. ค่าอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตเกิดการเปลี่ยนแปลงซึ่งอาจเพิ่มขึ้นหรือลดลง โดยจะเกิดผลิตภัณฑ์ข้างเคียงอย่างไกลซิโดลเพิ่มมากขึ้น
3. ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้นจะทำให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตมีโอกาที่จะมีค่าเพิ่มขึ้นหรือลดลง เนื่องจากกลีเซอรอลคาร์บอเนตที่เป็นผลิตภัณฑ์อาจเกิดปฏิกิริยาดีคาร์บอกซิเลชันกับ basic active site ของตัวเร่งปฏิกิริยา เกิดเป็นไกลซิโดล
4. อัตราส่วนของกลีเซอรอลต่อไตรเมทิลคาร์บอเนตส่งผลให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตมีโอกาที่จะเพิ่มขึ้นและลดลง เนื่องจากอาจเกิดเป็นไดกลีเซอรอลไตรคาร์บอเนตหรือกลีเซอรอลไดคาร์บอเนต ซึ่งเป็นปฏิกิริยาข้างเคียง
5. เวลาในการทำปฏิกิริยา พบว่าในช่วงเวลาที่ 90 นาที จะได้ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตที่สูง หลังจาก 90 นาที พบว่าค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตมีแนวโน้มที่จะลดลง

## 2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต

Khritsayaporn Thinnakorn [23] ทำการศึกษาวิธีการผลิตไบโอดีเซลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต ในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันปาล์มโอเลอิน จากการศึกษาผลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ร้อยละ 0 ถึง 1 โดยน้ำหนักของน้ำมัน อุณหภูมิ 210 องศาเซลเซียส ความดัน 800 psi ความเร็วรอบ 600 รอบต่อนาที อัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อน้ำมันที่ 18:1 พบว่าเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาอย่างน้อยที่สุด (ร้อยละ 0.1) ปริมาณของแพดดีแอซิดเมทิลเอสเทอร์ (FAME) มีค่าเพิ่มมากขึ้นและอัตราการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้น โดยปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยามากที่สุด (ร้อยละ 1) สามารถเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ได้โดยใช้เวลาเพียง 30 นาที กล่าวได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตมีความสามารถในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันและโซเดียมฟอสเฟตยังช่วยลดค่าพลังงานกระตุ้น ทำให้ปฏิกิริยาเข้าสู่สมดุลได้เร็วขึ้น

Jiang และคณะ [24] ศึกษาการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา โซเดียมฟอสเฟตในเพื่อผลิตไบโอดีเซล ทำการหาอัตราส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อน้ำมันที่เหมาะสมที่ร้อยละ 2 ถึง 4 อัตราส่วนโดยโมลเมทานอลต่อน้ำมันที่ 6:1 อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 333 เคลวิน ความเร็ว 400 รอบต่อนาที พบว่าค่าร้อยละผลได้ของน้ำมันไบโอดีเซลเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น โดยให้ค่าร้อยละผลได้ของไบโอดีเซลสูงสุดที่ร้อยละ 96 ต่อมาทำการศึกษา hydrated และ anhydrous โซเดียมฟอสเฟต พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบ anhydrous ให้ค่าร้อยละผลได้ของไบโอดีเซลที่ 99.7 ซึ่งมากกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบ hydrated เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาแบบ hydrated จะเกิดปฏิกิริยาสะaponification) จากนั้นทำการหาความสามารถในการนำตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาใช้ใหม่ พบว่าสามารถนำตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาใช้ได้โดยปราศจากการปรับปรุงคุณภาพถึง 8 ครั้ง โดยที่ค่าร้อยละผลได้ของไบโอดีเซลไม่ลดลงและมีค่าสูงถึงร้อยละ 93 จากนั้นทำการเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตกับตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ พบว่าโซเดียมฟอสเฟตสามารถทำปฏิกิริยาได้รวดเร็ว โดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเพียง 20 นาที ได้ค่าร้อยละผลได้ของไบโอดีเซลมากถึง 94.9 และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาใกล้เคียงกับอุณหภูมิของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ กล่าวได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตมีความว่องไว (activity) สูง เทียบเท่ากับตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์

Filippis และคณะ [25] ศึกษาการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเพื่อผลิตไดเมทิลคาร์บอเนตจากอัลคิลีนคาร์บอเนต (alkylene carbonate) ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา basic salts โดยทำการเปรียบเทียบระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต โซเดียมคาร์บอเนต ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) และตัวเร่งปฏิกิริยา แทลเลียมอะซิเตด ( $\text{CH}_3\text{COOTl}$ ) พบว่าที่อุณหภูมิ 68 องศาเซลเซียส ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต มีค่า activity ที่สูงที่สุด ซึ่งโซเดียมคาร์บอเนต มีค่า activity เพียงครึ่งหนึ่งของโซเดียมฟอสเฟต ในขณะที่ตัวเร่งปฏิกิริยา แทลเลียมอะซิเตด จะให้ค่า activity ที่ต่ำที่สุด

ศุภกร ศิริมิตรตระกูล [26] ศึกษาการผลิตแพตตีแอซิดเอทิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มโอเลอิน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต โดยทำการศึกษาผลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ 1 ถึง 5 โดยมีมวลของน้ำมันพืช ความเร็ว 800 รอบต่อนาที อัตราส่วนระหว่างเอทานอลต่อน้ำมันพืชคือ 12:1 ความดัน 1000 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 200 องศาเซลเซียส พบว่าค่าร้อยละผลได้ที่สูงที่สุดเท่ากับร้อยละ 94.5 โดยปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาจะช่วยลดเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาจาก 120 นาที มาเป็น 50 นาที แต่การเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่สูงกว่าร้อยละ 4 โดยมีมวลของน้ำมันพืช จะไม่ส่งผลต่อปฏิกิริยาและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

## ข้อสรุปจากงานวิจัยที่เกี่ยวกับการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต

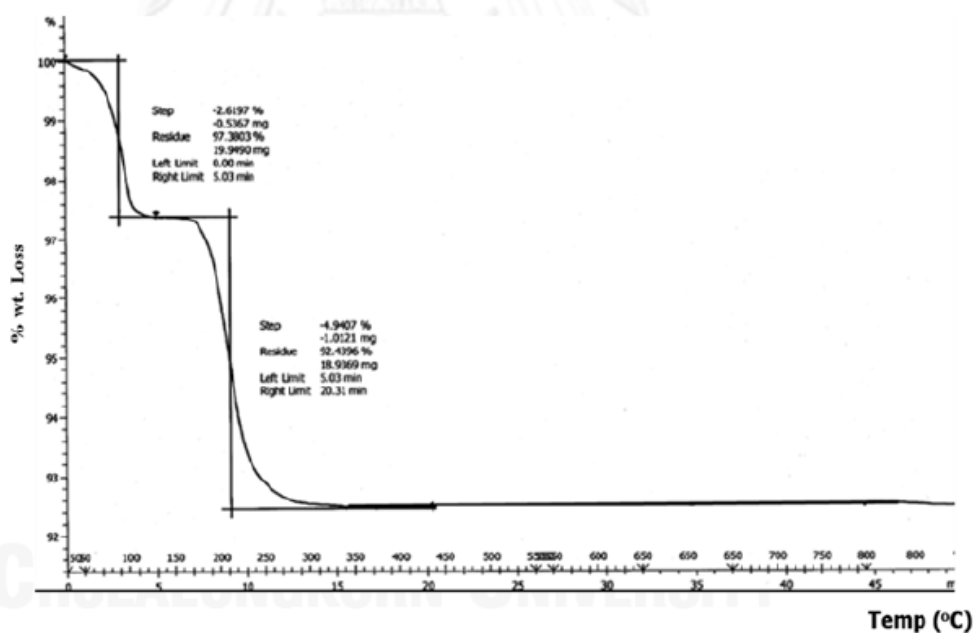
1. ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตมีความว่องไวสูงเทียบเท่ากับตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์
2. ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตมีความว่องไวที่ดีในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน

### 2.6 การวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต

จากการศึกษาที่ผ่านมาพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตเป็นสารประกอบโลหะอัลคาไลน์ชนิดหนึ่งที่น่ามาศึกษาการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันอยู่มาก โดยพบว่าโซเดียมฟอสเฟตที่อยู่ในรูปของ  $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  มีราคาถูกและเป็นที่ยอมรับ แต่จากการศึกษายังพบอีกว่า  $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  จะให้ค่าร้อยละผลได้ที่ต่ำ เนื่องจากมีโมเลกุลของน้ำมารบกวนการทำปฏิกิริยา นอกจากนี้จากงานวิจัยของกฤษยาพร [27] ยังพบว่าจะต้องใช้อุณหภูมิไม่ต่ำกว่า 500 องศาเซลเซียส ในการกำจัดน้ำและสิ่งเจือปนออกจากตัวเร่งปฏิกิริยา

#### 2.6.1 การวิเคราะห์โซเดียมฟอสเฟตด้วย Thermogravimetric analysis (TGA)

ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตที่ผ่านการอบไล่ไอน้ำที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมงจะถูกนำมาวิเคราะห์โดยเครื่อง TGA เพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเอาน้ำออกจากโมเลกุลของโซเดียมฟอสเฟต

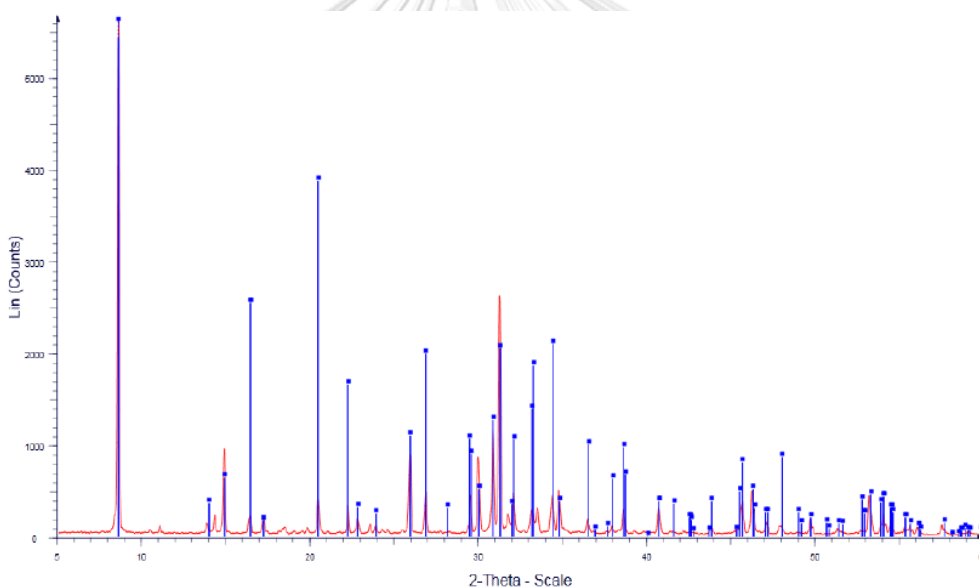


รูปที่ 2.4 ผลการวิเคราะห์โซเดียมฟอสเฟตด้วยเครื่อง TGA

จากรูปที่ 2.4. แสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตที่ผ่านการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA แสดงช่วงของอุณหภูมิในการสูญเสียน้ำหนัก 2 ช่วง คือ 60 ถึง 150 องศาเซลเซียส และ 150 ถึง 450 องศาเซลเซียส ในขณะที่เมื่ออุณหภูมิเพิ่มมากกว่า 450 องศาเซลเซียสแล้ว ไม่พบการสูญเสียน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต โดยน้ำหนักที่สูญเสียทั้งหมดคือร้อยละ 7.55 ซึ่งพบว่าเป็นการสูญเสียคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ [27]

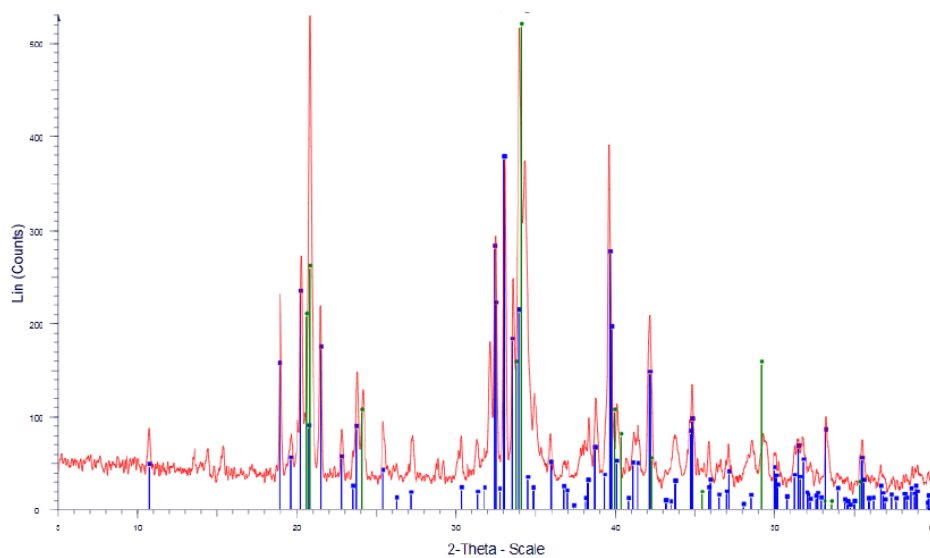
## 2.6.2. การวิเคราะห์ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffraction)

ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตโดดีคาร์ไฮเดรต ( $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ) ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตที่ผ่านการอบไล่ไอน้ำ และตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตที่ผ่านการอบแล้วนำมาเผาจะถูกนำมาวิเคราะห์ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ดังรูปที่ 2.5 ถึง 2.7 โดยรูปที่ 2.5 แสดงถึงโซเดียมฟอสเฟตโดดีคาร์ไฮเดรตที่มีโครงสร้างเป็นแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal) [27]



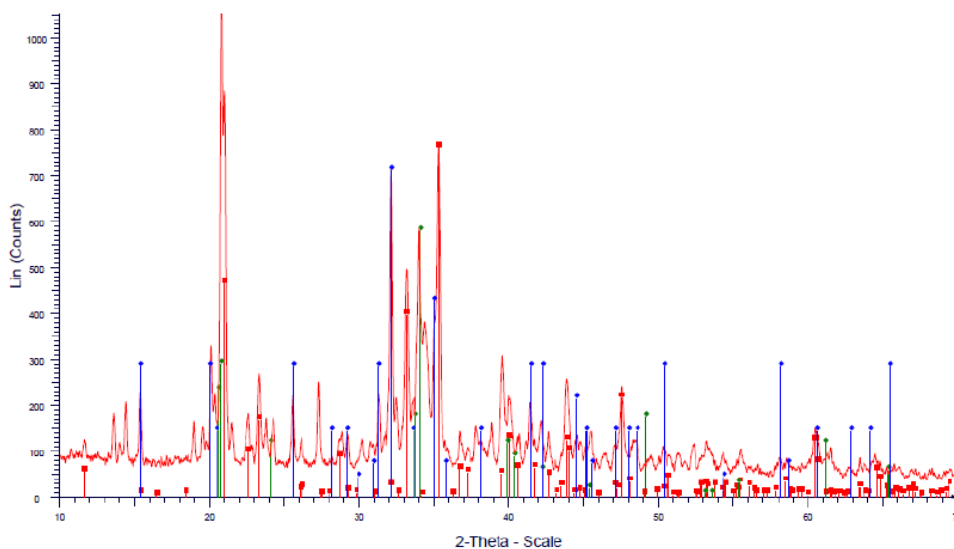
**รูปที่ 2.5** ผลการวิเคราะห์ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของโซเดียมฟอสเฟตโดดีคาร์ไฮเดรต (เส้นสีน้ำเงิน) เฮกซะโกนอล

จากรูปที่ 2.6 แสดงถึงผลของตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตที่ผ่านการอบไล่ไอน้ำที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง พบว่าจากตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตโดดีคาร์ไฮเดรตซึ่งมีโครงสร้างเป็นแบบเฮกซะโกนอลนั้น ได้เปลี่ยนแปลงไปเป็นโครงสร้างแบบโมโนคลินิก (monoclinic) และออร์โธโรมบิก (orthorhombic) [27]



**รูปที่2.6** ผลการวิเคราะห์ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของโซเดียมฟอสเฟตที่ผ่านการอบไอน้ำ (เส้นสีเขียว) ออร์โธโรมบิก (เส้นสีน้ำเงิน) โมโนคลินิก

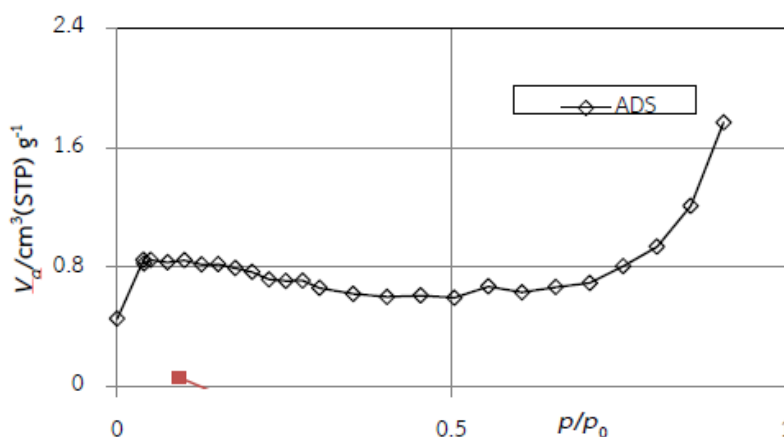
การวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตที่ผ่านการอบไอน้ำแล้วนำมาเผา พบว่าโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิกจะเปลี่ยนเป็นโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล (tetragonal) นอกจากนี้โครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิกจะเปลี่ยนเป็นเบตา-ออร์โธโรมบิก ( $\beta$ -orthorhombic) และ แกมมา-ออร์โธโรมบิก ( $\gamma$ -orthorhombic) แสดงดังรูปที่ 2.7 [27]



**รูปที่2.7** ผลการวิเคราะห์ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของโซเดียมฟอสเฟตที่ผ่านการอบไอน้ำแล้วนำมาเผา (เส้นสีแดง) เตตระโกนอล (เส้นสีน้ำเงิน) เบตา-ออร์โธโรมบิก และ (เส้นสีเขียว) แกมมา-ออร์โธโรมบิก

### 2.6.3 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวของโซเดียมฟอสเฟตด้วย Brunauer-Emmett-Teller (BET) และวิเคราะห์ความเป็นเบสด้วยวิธีแฮมเมตต์ (Hemmett)

ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตที่ผ่านการอบไอน้ำ และตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตที่ผ่านการอบแล้วนำมาเผาถูกนำมาวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวและวิเคราะห์ค่าความเป็นเบส ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตทั้งแบบที่ผ่านการอบและแบบที่ผ่านการอบแล้วนำมาเผาจะให้ค่าความแรงเป็นเบส (base strength) อยู่ในช่วง  $15 < H_- < 18.4$  ในส่วนของพื้นที่ผิวพบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตที่ผ่านการอบแล้วเผาจะให้ค่าพื้นที่ผิว 1.76 ตารางเมตร/กรัม และไม่มีรูพรุน ในขณะที่ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตที่ผ่านการอบไอน้ำมีพื้นที่ผิวน้อยมากจนไม่สามารถวัดค่าได้ แสดงดังรูปที่ 2.8 [27]



รูปที่ 2.8 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตที่ผ่านการอบแล้วนำมาเผา

งานวิจัยส่วนมากที่เกี่ยวข้องกับการผลิตกลีเซอรอลคาร์บอนेटจากการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอนेट จะทำการทดลองเพื่อหาค่าอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนेट ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เปลี่ยนแปลงไป และเวลาในการทำปฏิกิริยา โดยพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เลือกใช้คือตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ชนิดเบส จากงานวิจัยที่ผ่านมาจะเห็นว่ายังไม่เคยมีการนำตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตมาใช้ในการผลิตกลีเซอรอลคาร์บอนेट และเนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตมีความว่องไวในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน จึงทำให้โซเดียมฟอสเฟตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความน่าสนใจในการนำมาประยุกต์ใช้ในงานวิจัยนี้ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงศึกษาการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอนेटโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตเพื่อศึกษาสภาวะต่างๆที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา



### บทที่ 3

#### การทดลองและการวิเคราะห์

บทนี้แสดงถึงวิธีการทดสอบปัจจัยต่างๆที่ต้องการศึกษา ซึ่งแบ่งออกเป็นหัวข้อต่างๆได้ดังนี้ รายละเอียดของสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง วิธีการทดลอง การเก็บตัวอย่าง การวิเคราะห์ผลการทดลอง และการคำนวณที่เกี่ยวข้อง

#### 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

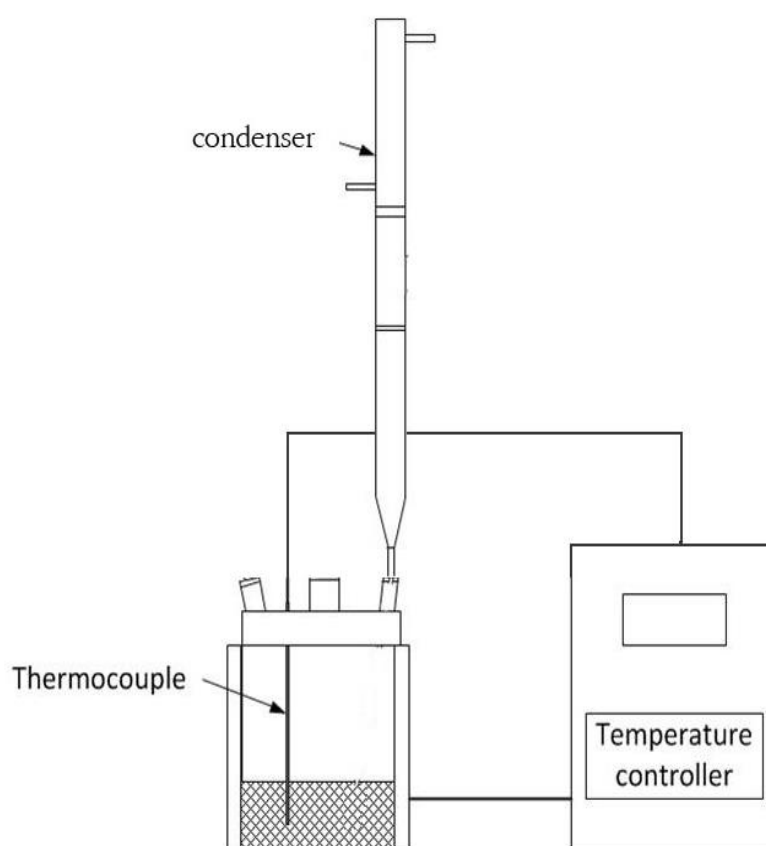
สารเคมีที่ใช้ในการทดลองเป็นเกรดวิเคราะห์ และเกรดอุตสาหกรรม แสดงดังตารางที่ 3.1 น้ำที่ใช้ในงานวิจัยทั้งหมดคือน้ำดีไอออไนซ์ (deionized water)

ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมี	ผู้ผลิต	เกรด/ความบริสุทธิ์
Glycerol	Patum Vegetable Oil	99.5%
Dimethyl carbonate	Sigma Aldrich	99.0%
Sodium periodate	Ajax Chemical	99.8%
Sodium hydroxide	Daejung	Analytical
Phenol red	Alpha chemika	Analytical
4-Hydroxymethyl-2-oxo-1,3-dioxolane	Sigma Aldrich	Analytical
Glycidol	Sigma Aldrich	96.0%
n-Butanol	Qrec	99.5%
Ethenediol	Ajax Finechem	Analytical
2-propanol	Ajax Finechem	commercial
Sodium phosphate catalyst	Ajax finechem	Commercial Catalyst

### 3.2 วิธีทดลอง

งานวิจัยนี้ใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบกะ (Batch Reactor) ทำการต่อกับคอลัมน์แบบกลั่น โดยวัดอุณหภูมิภายในด้วยเทอร์โมคัปเปิลและควบคุมอุณหภูมิด้วยตู้ควบคุมอุณหภูมิ (temperature controller) ดังแสดงในรูปที่ 3.1 จากนั้นเครื่องปฏิกรณ์จะตั้งบนเครื่องกวน (magnetic stirrer) ทำการกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็ก (magnetic bar) สารตั้งต้นที่ใช้คือกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอนेट โดยตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกบรรจุลงในตะกร้าภายในเครื่องปฏิกรณ์ อัตราส่วนโดยโมลของสารตั้งต้น ตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิและความดันตามสภาวะที่ต้องการศึกษา แสดงดังตารางที่ 3.2



รูปที่ 3.1 ชุดอุปกรณ์ทดลองในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ

### ตารางที่ 3.2 สภาวะการทดลอง

ตัวแปรที่ศึกษา	สภาวะในการทดลอง
ตัวเร่งปฏิกิริยา	โซเดียมฟอสเฟต
อุณหภูมิ	60 70 75 และ 80 องศาเซลเซียส
อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอเนต	1:1 1:2 1:3 และ 1:4
ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา	ร้อยละ 1 3 และ 5 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล
เวลาในการทำปฏิกิริยา	0-480 นาที

#### 3.2.1 ขั้นตอนการทดลอง

1. ชั่งกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตในอัตราส่วนตามสภาวะที่ต้องการศึกษา
2. นำกลีเซอรอลใส่ลงในเครื่องปฏิกรณ์
3. ชั่งน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยาตามสภาวะที่ศึกษาและบรรจุลงในตะกร้า
4. นำตะกร้าใส่ลงในเครื่องปฏิกรณ์
5. ประกอบเครื่องปฏิกรณ์เข้ากับคอลัมน์ให้เรียบร้อย
6. ให้ความร้อนเครื่องปฏิกรณ์จนถึงอุณหภูมิที่ต้องการ
7. ใส่ไดเมทิลคาร์บอเนตลงไปเครื่องปฏิกรณ์ จากนั้นเริ่มจับเวลาในการทำปฏิกิริยา
8. วิเคราะห์สารตัวอย่าง

#### 3.2.2 วิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้คือ โซเดียมฟอสเฟตไดไฮเดรต (Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>·12H<sub>2</sub>O) เตรียมโดยนำตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตมาอบไล่ไอน้ำที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตที่ผ่านการอบแล้วมาเข้าเตาเผา โดยเผาที่ 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 ชั่วโมง

#### 3.2.3 วิธีการเก็บตัวอย่าง

การเก็บตัวอย่างเริ่มต้นเก็บทุกๆ 30 นาที ตั้งแต่เวลาที่ 0 ถึง 120 นาที จากนั้นเก็บทุกๆ 60 นาที ตั้งแต่ 120 จนถึง 480 นาที โดยจะเก็บตัวอย่างครั้งละ 5 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปวิเคราะห์ผลด้วยเทคนิคต่างๆ

### 3.3 การวิเคราะห์ผลการทดลอง

งานวิจัยนี้จะใช้วิธีการวิเคราะห์ผลการทดลอง 2 วิธี คือการไตเตรตเพื่อหาค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล และเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (gas chromatography) เพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบและปริมาณของสาร

#### 3.3.1 การไตเตรตเพื่อหาปริมาณกลีเซอรอล

สารตัวอย่างที่เกิดขึ้นจะนำมาทำการไตเตรตเพื่อหาปริมาณกลีเซอรอลที่เปลี่ยนแปลงไปในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน โดยจะพิจารณาการหาปริมาณของกลีเซอรอลตาม BS 5711 part 3: 1979

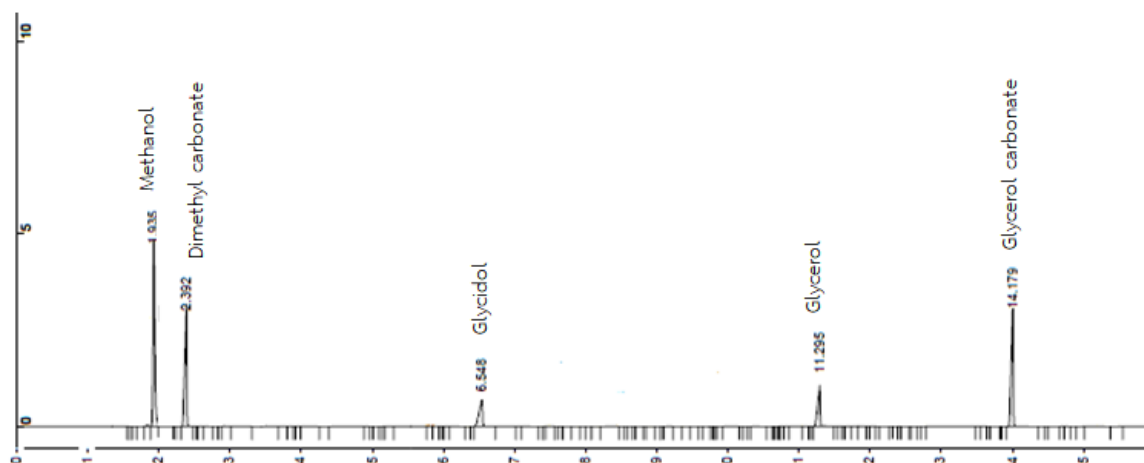
#### 3.3.2 เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

สารตัวอย่างที่เกิดขึ้นจะนำมาทำการหาองค์ประกอบของสารต่างๆ ทั้งสารตั้งต้นเช่น ไดเมทิลคาร์บอนेट ผลิตภัณฑ์หลักและผลิตภัณฑ์ข้างเคียงที่อาจเกิดขึ้น โดยสารตัวอย่างจะถูกนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี Varian รุ่น 3800 ซึ่งประกอบด้วยแคปิลลารีคอลัมน์ (Capillary column) ชนิดมีขั้ว เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.32 มิลลิเมตร ความยาว 30 เมตร และความหนาของชั้นฟิล์ม 0.25 ไมโครเมตร โดยสภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 3.3

**ตารางที่ 3.3** สภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

สภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี	
ตัวตรวจวัด (detector)	Flame Ionization Detector (FID)
ชนิดของคอลัมน์ (column)	แคปิลลารี (Capillary column)
แก๊สนำพา (carrier gas)	ฮีเลียม (Helium)
split ratio	50:1
อุณหภูมิที่ตรวจวัด (detector temperature)	270 องศาเซลเซียส
อุณหภูมิที่จุดฉีด (injector temperature)	230 องศาเซลเซียส
โปรแกรมในเตา (oven program)	10 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึง 100 องศาเซลเซียส 20 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึง 250 องศาเซลเซียส

เมื่อทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างที่เกิดขึ้นด้วยสภาวะข้างต้นแล้วจะทำให้โครมาโตแกรม (chromatogram) ของสารตัวอย่างดังแสดงในรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 โครมาโตแกรมของสารตัวอย่าง

### 3.4 การคำนวณ

#### 3.4.1 การคำนวณปริมาณร้อยละของกลีเซอรอลในสารตัวอย่าง

$$\text{ปริมาณกลีเซอรอล (\%)} = \frac{(V_{\text{sample}} - V_{\text{blank}})}{m_{\text{sample}}} \times \frac{(MW_{\text{glycerol}} \times \text{Conc. NaOH})}{1000} \times 100 \quad (3.1)$$

- โดย  $V_{\text{sample}}$  คือ ปริมาตรโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไตเตรต  
 $V_{\text{blank}}$  คือ ปริมาตรโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไตเตรตโดยไม่ใส่สารตัวอย่าง  
 $M_{\text{sample}}$  คือ น้ำหนักสารตัวอย่าง  
 $MW_{\text{glycerol}}$  คือ มวลโมเลกุลกลีเซอรอล  
 $\text{Conc. NaOH}$  คือ ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

ตัวอย่างการคำนวณหาร้อยละของกลีเซอรอลในสารตัวอย่าง

ปริมาตรโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไตเตรต = 12 มิลลิลิตร

ปริมาตรโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไตเตรตโดยไม่ใส่สารตัวอย่าง = 11 มิลลิลิตร

น้ำหนักสารตัวอย่าง = 1.0088 กรัม

มวลโมเลกุลกลีเซอรอล = 92.05 กรัมต่อกรัมโมล

-ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ = 0.125 โมลต่อลิตร

เมื่อนำค่าทั้งหมดแทนลงในสมการที่ 3.1 จะได้

$$1.14\% = \frac{(12-11)}{1.0088} \times \frac{(92.05 \times 0.125)}{1000} \times 100$$

### 3.4.2 การคำนวณค่าความเข้มข้นของกลีเซอรอล

$$\text{ความเข้มข้น (\%)} = \frac{\%G \times W \times 10}{V_s \times 92.09} \times 100 \quad (3.2)$$

โดย %G คือ ร้อยละโดยมวลของกลีเซอรอลในสารตัวอย่าง  
 W คือ น้ำหนักของสารตัวอย่าง (กรัม)  
 $V_s$  คือ ปริมาตรของสารตัวอย่าง (มิลลิลิตร)

ตัวอย่างการคำนวณ

- ค่าร้อยละโดยมวลของกลีเซอรอลในสารตัวอย่าง = 1.14
- น้ำหนักของสารตัวอย่าง = 1.0088 กรัม
- ปริมาตรสารตัวอย่าง = 0.8 มิลลิลิตร

เมื่อนำค่าทั้งหมดแทนลงในสมการ 3.2

$$\text{ความเข้มข้น (\%)} = \frac{1.14 \times 1.0088 \times 10}{0.8 \times 92.09} \times 100 = 0.156 \text{ โมลต่อลิตร}$$

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### 3.4.3 การคำนวณหาร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล

$$\text{การแปลงผันของกลีเซอรอล(\%)} = \frac{(C_{\text{กลีเซอรอลเริ่มต้น}} - C_{\text{กลีเซอรอลที่เหลือ}})}{C_{\text{กลีเซอรอลเริ่มต้น}}} \times 100 \quad (3.3)$$

โดย  $C_{\text{กลีเซอรอลเริ่มต้น}}$  คือ ความเข้มข้นของกลีเซอรอลในสารตัวอย่างตอนเริ่มต้น  
 $C_{\text{กลีเซอรอลที่เหลือ}}$  คือ ความเข้มข้นของกลีเซอรอลที่เหลืออยู่ในสารตัวอย่าง

ตัวอย่างการคำนวณหาร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลในสารตัวอย่าง

- ความเข้มข้นของกลีเซอรอลในสารตัวอย่างตอนเริ่มต้น = 1.881 โมลต่อลิตร
- ความเข้มข้นของกลีเซอรอลที่เหลืออยู่ในสารตัวอย่าง = 0.156 โมลต่อลิตร

เมื่อนำค่าทั้งหมดแทนลงในสมการที่ 3.3 จะได้

$$91.70\% = \frac{(1.881 - 0.156)}{1.881} \times 100$$

### 3.4.4 การคำนวณค่าแฟกเตอร์ตอบสนอง

ค่าแฟกเตอร์การตอบสนองเป็นค่าที่บ่งบอกถึงการวิเคราะห์เมื่อเปรียบเทียบกับสารมาตรฐาน

$$R.F. = \frac{A_{I.S.} \times m_{Product}}{A_{Product} \times m_{I.S.}} \quad (3.4)$$

โดย R.F. คือ แฟกเตอร์ตอบสนอง  
 $m_{Product}$  คือ มวลของผลิตภัณฑ์ในตัวอย่าง  
 $A_{Product}$  คือ พื้นที่ของผลิตภัณฑ์จากโครมาโทแกรม  
 $m_{I.S.}$  คือ มวลของสารมาตรฐานในตัวอย่าง  
 $A_{I.S.}$  คือ พื้นที่ของสารมาตรฐานจากโครมาโทแกรม

ตัวอย่างการคำนวณ

$$\begin{aligned} \text{พื้นที่ของสารมาตรฐาน} &= 1024302 \\ \text{พื้นที่ของกลีเซอรอลคาร์บอนेट} &= 4057476 \\ \text{น้ำหนักของสารมาตรฐาน} &= 0.084 \\ \text{น้ำหนักของผลิตภัณฑ์} &= 0.5022 \end{aligned}$$

เมื่อนำค่าทั้งหมดแทนลงในสมการ 3.4 จะได้

$$1.51 = \frac{1024302 \times 0.5022}{4057476 \times 0.084}$$

### 3.4.5 การคำนวณหาปริมาณร้อยละผลิตภัณฑ์จากโครมาโทแกรม

$$\text{ปริมาณผลิตภัณฑ์ (\%)} = \frac{A_{Product} \times R.F._{product} \times m_{I.S.}}{A_{I.S.} \times m_{total}} \times 100 \quad (3.5)$$

ตัวอย่างการคำนวณ

พื้นที่สารมาตรฐาน = 1110540

น้ำหนักของสารมาตรฐาน = 0.0842

น้ำหนักของสารตัวอย่าง = 0.5093

พื้นที่ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต = 4160077

แฟกเตอร์ตอบสนองของผลิตภัณฑ์ = 1.51

เมื่อแทนค่าต่างๆลงในสมการ 3.5 จะได้

$$93.52\% = \frac{1110540 \times 0.5093}{4160077 \times 0.0842 \times 1.51} \times 100$$

### 3.4.6 การคำนวณค่าร้อยละการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์ (selectivity)

$$\text{ค่าร้อยละการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์} = \frac{\text{โมลของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น}}{\text{โมลของกลีเซอรอลที่ใช้ไป}} \times 100 \quad (3.6)$$

ตัวอย่างการคำนวณ

โมลของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่เกิดขึ้น = 0.4762

โมลของกลีเซอรอลที่ใช้ไป = 0.5128

เมื่อแทนค่าลงในสมการ 3.6 จะได้

$$92.86\% = \frac{0.4762}{0.5128} \times 100$$

### 3.4.7 การคำนวณค่าร้อยละผลได้ (yield)

$$\text{ค่าร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์} = \text{ค่าการเลือกเกิด} \times \text{ค่าร้อยละการแปลงผัน} \quad (3.7)$$

ตัวอย่างการคำนวณ

ค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต = 0.9286

ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล = 91.70

แทนค่าลงในสมการ 3.7 จะได้

$$85.15\% = 0.9286 \times 91.70$$



### 3.4.8 การคำนวณค่าความคลาดเคลื่อน

การคำนวณค่าความคลาดเคลื่อนแบ่งออกเป็น 2 ประเภท คือความคลาดเคลื่อนจากการทดลองและความคลาดเคลื่อนจากการวิเคราะห์ โดยความคลาดเคลื่อนจากการทดลองได้จากการทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้งทุกๆสภาวะการทดลอง ในส่วนของความคลาดเคลื่อนจากการวิเคราะห์จะได้จากการนำสารตัวอย่างไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีซ้ำ 3 ครั้งเช่นกัน ผลที่ได้จะถูกนำมาคำนวณดังสมการ 3.14 3.15 และ 3.16 ตามลำดับ

$$\bar{X} = \frac{\sum x}{n} \quad (3.14)$$

$\bar{X}$  = ค่าเฉลี่ยของข้อมูล

$\sum x$  = ผลรวมของข้อมูลทุกค่า

$n$  = จำนวนข้อมูลทั้งหมด

$$\text{Max. error} = \text{max. value} - \text{Avg. value} \quad (3.15)$$

$$\text{Min. error} = \text{min. value} - \text{Avg. value} \quad (3.16)$$

Max. error = ค่าความคลาดเคลื่อนสูงสุด

Max. value = ค่าสูงสุด

Min. error = ค่าความคลาดเคลื่อนต่ำสุด

Min. value = ค่าต่ำสุด

Avg. value = ค่าเฉลี่ย

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและอภิปราย

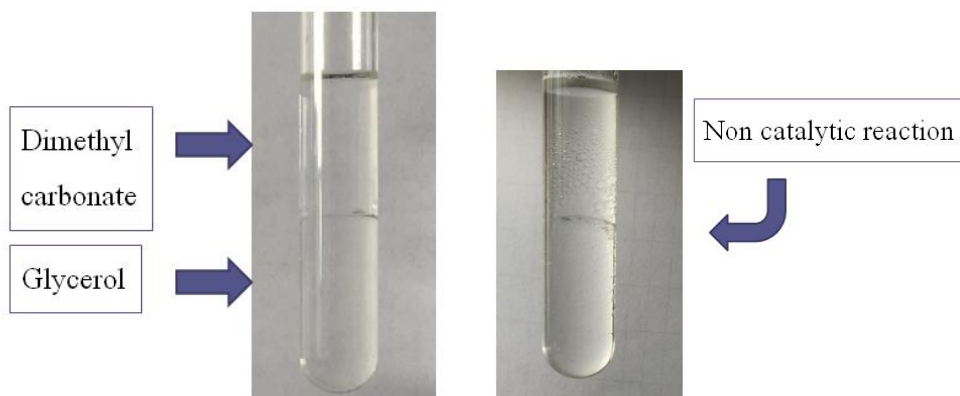
งานวิจัยนี้ศึกษาปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต เพื่อศึกษาตัวแปรที่ส่งผลกับค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล และค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนต ในงานวิจัยนี้จะทำการทดลองที่สภาวะอุณหภูมิที่ 60 70 75 และ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ร้อยละ 1 3 และ 5 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล และอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอเนตที่ 1:1 1:2 1:3 และ 1:4 เวลาในการทำปฏิกิริยาทั้งหมด 480 นาที ผลการทดลองทั้งหมดจะถูกนำมาวิเคราะห์โดยแบ่งออกเป็น 2 วิธี คือ การวิเคราะห์กลีเซอรอลซึ่งเป็นสารตั้งต้นด้วยวิธีการไตเตรต และการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

ผลการทดลองถูกนำเสนอและอภิปรายตามลำดับต่อไปนี้

- 4.1 ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต
- 4.2 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา
- 4.3 ผลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต
- 4.4 ผลของอุณหภูมิ

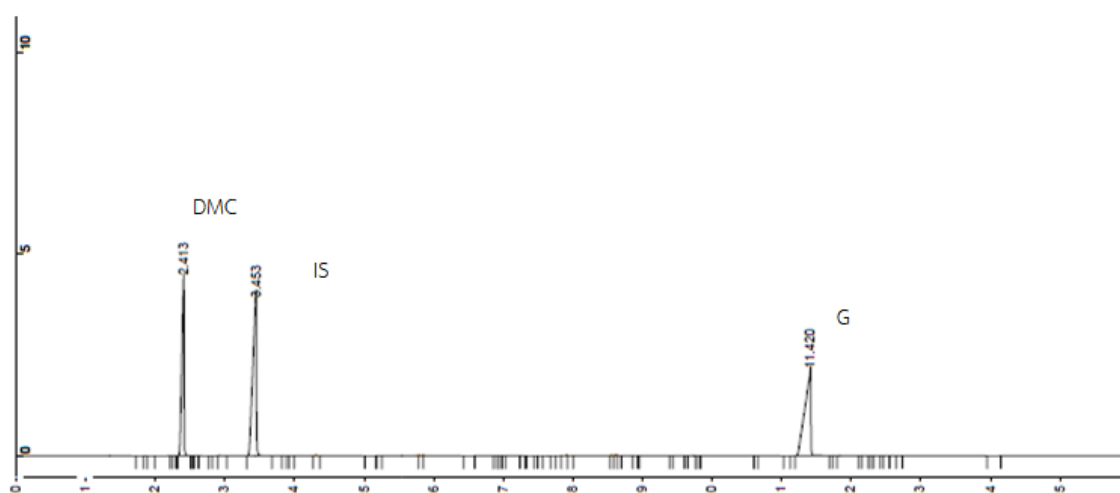
#### 4.1 ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต

การทดลองชุดแรกเป็นการทดลองเพื่อศึกษาการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต โดยทำการทดลองแบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตและใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 75 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอเนตที่ 1:1 เวลาในการทำปฏิกิริยาทั้งหมด 480 นาที สารตัวอย่างที่ได้จากการทำปฏิกิริยาจะถูกนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี



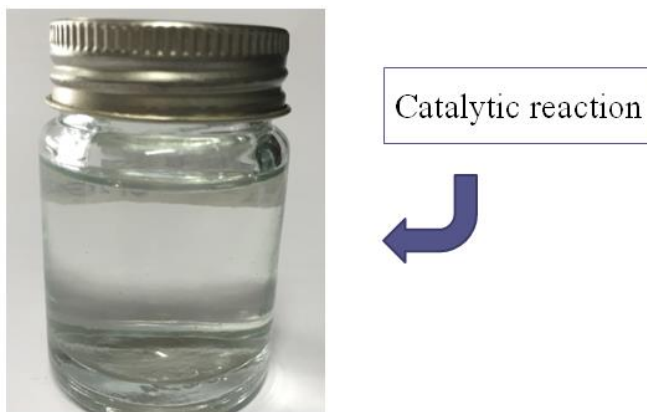
**รูปที่ 4.1** แสดงผลของสารตัวอย่างที่ได้จากการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตแบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

รูปที่ 4.1 แสดงผลของสารตัวอย่างที่ได้จากการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตแบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า สารตั้งต้นกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต ณ เวลาในการทำปฏิกิริยาเริ่มต้นจะแยกออกจากกันเป็น 2 วัฏภาค (phase) และถึงแม้จะทำปฏิกิริยาไปถึง 480 นาที สารตัวอย่างภายในเครื่องปฏิกรณ์ยังคงแยกออกจากกันเป็น 2 วัฏภาคดังเดิม



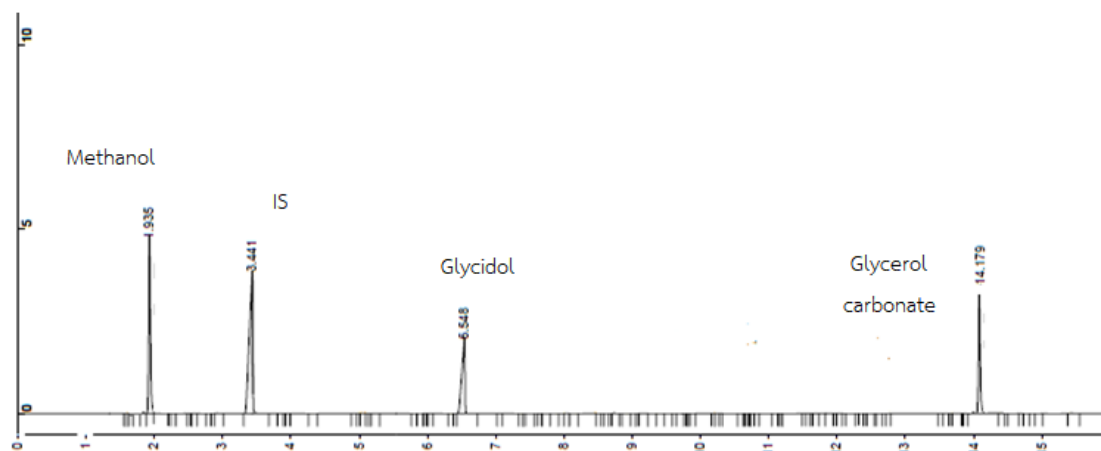
**รูปที่ 4.2** แสดงโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างที่ได้จากการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต แบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

รูปที่ 4.2 แสดงโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างที่ได้จากการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต แบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า กลีเซอรอลยังคงไม่เกิดปฏิกิริยาหรือกล่าวได้ว่าสารตั้งต้นไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงไปจากตอนเริ่มต้น ทำให้สารตัวอย่างยังคงสถานะเป็น 2 วัฏภาคดั้งเดิม



รูปที่ 4.3 แสดงผลของสารตัวอย่างเมื่อทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต

รูปที่ 4.3 แสดงผลของสารตัวอย่างเมื่อทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า เมื่อทดลองใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ณ เวลาในการทำปฏิกิริยาเริ่มต้น สารตั้งต้นจะแยกออกจากกันเป็น 2 วัฏภาค แต่เมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาไป 90 นาที สารที่อยู่ภายในเครื่องปฏิกรณ์จะเกิดการรวมตัวกันเป็น 1 วัฏภาค แสดงให้เห็นว่ามีการเกิดปฏิกิริยาขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับผลการทดลองที่ไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต กล่าวได้ว่าปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตเป็นปฏิกิริยาแบบต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา (catalytic reaction)



รูปที่ 4.4 โครมาโตแกรมของผลิตภัณฑ์ในสารตัวอย่าง

รูปที่ 4.4 แสดงโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ผลการวิเคราะห์แสดงให้เห็นว่าสารที่เกิดขึ้นคือ กลีเซอรอลคาร์บอเนต เมทานอลและไกลซิดอล โดยเมื่อนำผลที่ได้มาทำการคำนวณพบว่า ปริมาณของกลีเซอรอลคาร์บอเนตและเมทานอลเกิดขึ้นในปริมาณมากกว่าไกลซิดอล กล่าวได้ว่าผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นในปฏิกิริยาหลักคือ กลีเซอรอลคาร์บอเนตและเมทานอล ในขณะที่ผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากปฏิกิริยาข้างเคียงคือ ไกลซิดอล (สมการเคมีที่ 4.1 และ 4.2)



CHULALONGKORN UNIVERSITY



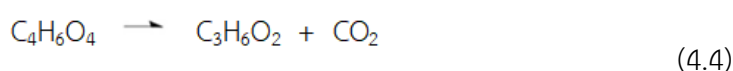
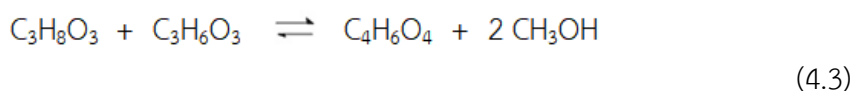
จากการทำปฏิกิริยาเริ่มต้นเนื่องจากปริมาณของกลีเซอรอลยังคงมีอยู่มาก การเกิดปฏิกิริยาย้อนกลับหรือการเกิดผลิตภัณฑ์ข้างเคียงเกิดขึ้นน้อย จึงส่งผลให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาเริ่มต้นเกิดได้อย่างรวดเร็ว โดยอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วนั้น แสดงให้เห็นถึงปฏิกิริยาที่ไปข้างหน้ามากขึ้น ดังนั้นจึงยังคงเห็นการเพิ่มขึ้นของปริมาณกลีเซอรอลคาร์บอเนตและเมทานอลอย่างชัดเจน แต่เมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 300 นาทีขึ้นไป พบว่าปริมาณความเข้มข้นของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง ในขณะที่ความเข้มข้นของสารตั้งต้นกลีเซอรอลกับได

เมทิลคาร์บอเนตยังคงไม่หมดไปเช่นกัน จึงมีความเป็นไปได้ว่าปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตเป็นปฏิกิริยาแบบผันกลับได้ (reversible reaction)

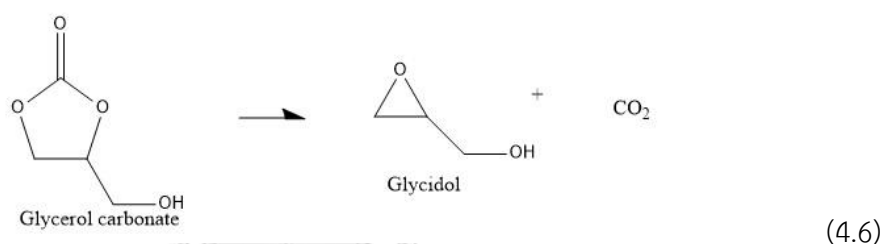
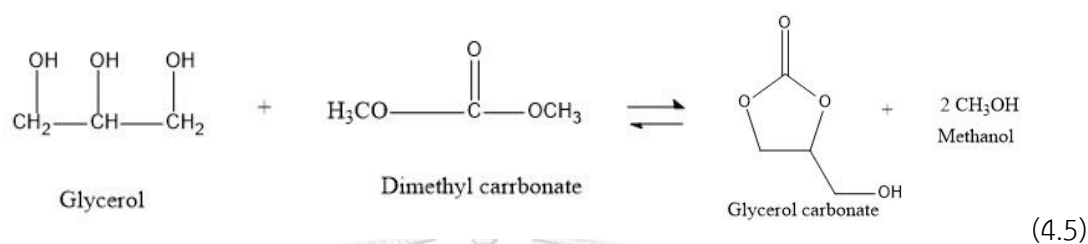
เนื่องจากพบว่าความเข้มข้นของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตไม่หมดไป จึงทำการทดลองเพื่อศึกษาการผันกลับของปฏิกิริยา โดยใช้กลีเซอรอลคาร์บอเนตและเมทานอลเป็นสารตั้งต้นตามอัตราส่วนของปริมาณสัมพันธ์ (stoichiometric ratio) คืออัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลคาร์บอเนตและเมทานอลที่ 1:2 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 75 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยาทั้งหมด 480 นาที ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้น ส่งผลให้ค่าความเข้มข้นของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตมีค่าเพิ่มสูงขึ้นเล็กน้อย และเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 300 นาทีขึ้นไป ความเข้มข้นของสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง

จากผลการทดลองอธิบายได้ว่าการทำปฏิกิริยาโดยใช้กลีเซอรอลคาร์บอเนตและเมทานอลเป็นสารตั้งต้นนั้น สามารถเกิดผลิตภัณฑ์เป็นกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตได้จริง และ ณ เวลาในการทำปฏิกิริยา 300 นาทีขึ้นไป ความเข้มข้นของสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง แสดงให้เห็นว่าปฏิกิริยาเข้าสู่สมดุล กล่าวได้ว่าปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตนั้นเป็นปฏิกิริยาแบบผันกลับได้

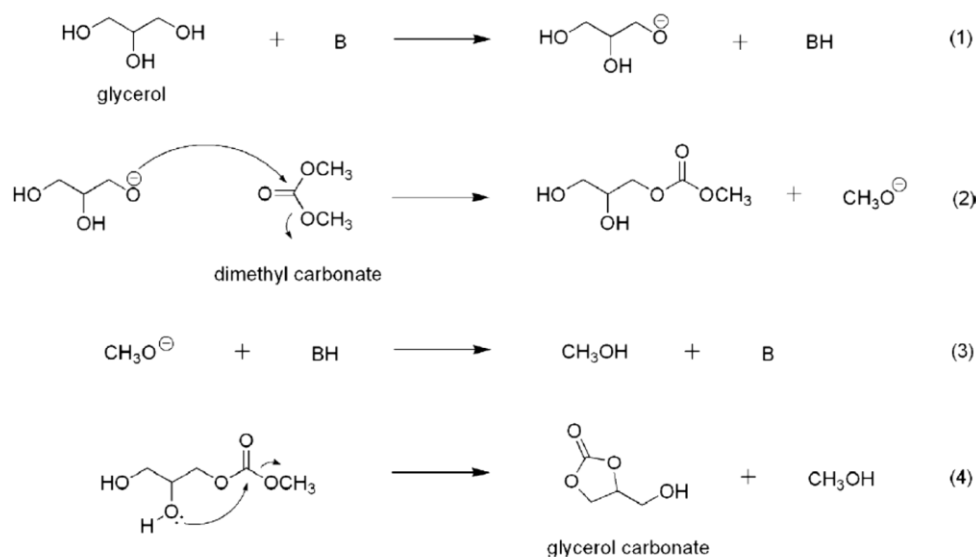
ดังนั้นสามารถอธิบายการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตได้โดยแบ่งเป็น 3 ส่วน คือการทำปฏิกิริยาไปข้างหน้าของกลีเซอรอล ( $C_3H_8O_3$ ) และไดเมทิลคาร์บอเนต ( $C_3H_6O_3$ ) ได้ผลิตภัณฑ์คือ กลีเซอรอลคาร์บอเนต ( $C_4H_6O_4$ ) และเมทานอล ( $CH_3OH$ ) ส่วนที่สองคือการเกิดปฏิกิริยาย้อนกลับของกลีเซอรอลคาร์บอเนตและเมทานอลไปเป็นกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต และส่วนที่สามคือการเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงจากกลีเซอรอลคาร์บอเนตไปเป็นไกลซิโดล ( $C_3H_6O_2$ ) โดยเมื่อคำนวณตามโมลอะตอมของกลีเซอรอลคาร์บอเนตและไกลซิโดลที่เกิดขึ้นแล้ว พบว่าสารที่คาดว่าจะเกิดขึ้นอีกชนิดหนึ่งคือ คาร์บอนไดออกไซด์ ( $CO_2$ ) (สมการเคมีที่ 4.3 และ 4.4)



ผลการวิเคราะห์สอดคล้องกับงานวิจัยของ Liu และคณะ และงานวิจัยของ Ochoa-Gómez และคณะ [1, 6] ซึ่งได้อธิบายเกี่ยวกับกลไกของการเกิดปฏิกิริยาดังนี้ กลไกการเกิดปฏิกิริยาสามารถแบ่งได้เป็น 2 ส่วน คือ ส่วนของปฏิกิริยาหลัก ซึ่งเป็นปฏิกิริยาแบบผันกลับได้ และส่วนของปฏิกิริยาข้างเคียง ซึ่งเป็นการเกิดปฏิกิริยาแบบผันกลับไม่ได้ (irreversible reaction) [21] แสดงดังสมการเคมี 4.5 และ 4.6



โดยงานวิจัยของ Liu และคณะ [6] พบว่าในส่วนของปฏิกิริยาหลักสามารถแบ่งออกได้เป็น 4 ขั้นตอน ขั้นแรกคือการทำปฏิกิริยาระหว่างกลีเซอรอลและตัวเร่งปฏิกิริยา โดยตัวเร่งปฏิกิริยาจะทำการดึงประจุบวกออกจากกลีเซอรอล ทำให้เกิดเป็นประจุลบของกลีเซอรอกไซด์ (glyceroxide anion) ขั้นที่สองคือ ประจุลบของกลีเซอรอกไซด์ทำปฏิกิริยากับไดเมทิลคาร์บอเนตเกิดเป็นสารมัธยันตร์ (intermediate) และประจุลบของ methoxide ขั้นที่สามคือขั้นตอนการเปลี่ยนแปลงจากประจุลบของ methoxide ไปเป็นเมทานอล และขั้นตอนสุดท้ายคือ การเปลี่ยนจากสารมัธยันตร์เป็นกลีเซอรอลคาร์บอเนต (สมการเคมีที่ 4.7)



(4.7)

โดยจากผลการวิเคราะห์ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า ไม่พบการเกิดสารมัธยันตร์ ประจุลบของกลีเซอรอกไซด์และประจุลบของ methoxide เนื่องจากเกิดการเปลี่ยนแปลงไปเป็นผลิตภัณฑ์อย่างรวดเร็ว ในขณะที่ปริมาณของไกลซิโดลซึ่งเป็นปฏิกิริยาข้างเคียงเกิดขึ้นน้อย ส่งผลให้ปริมาณของคาร์บอนไดออกไซด์เกิดขึ้นน้อยด้วยเช่นกัน จึงไม่สามารถวิเคราะห์ปริมาณของคาร์บอนไดออกไซด์ได้

ดังนั้นสรุปได้ว่าการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าปฏิกิริยานี้เป็นปฏิกิริยาแบบต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาและเป็นปฏิกิริยาแบบผันกลับได้

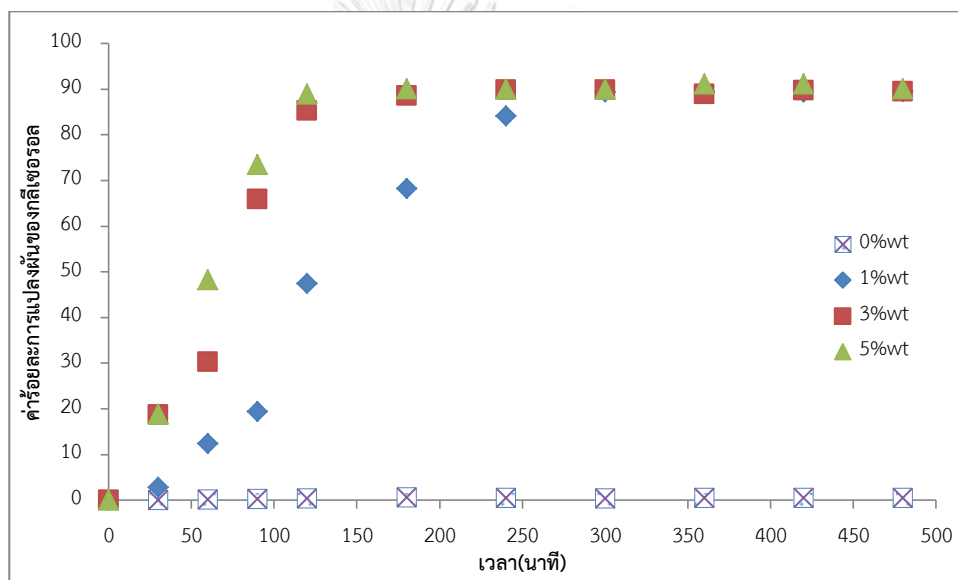
#### 4.2 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนต

การทดลองชุดนี้เป็นการทดลองเพื่อศึกษาผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตที่มีต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนต โดยทำการศึกษาปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตที่ร้อยละ 1 3 และ 5 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอลอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอเนตที่ 1:3 อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 75 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยาทั้งหมด 480 นาที

รูปที่ 4.5 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลกับเวลา เมื่อปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไป โดยจากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า ในการทดลองที่



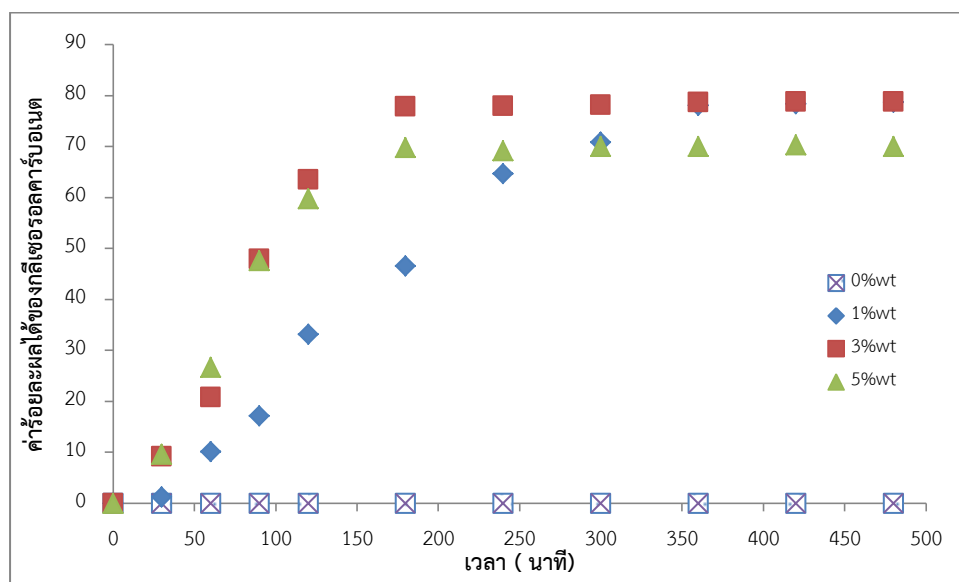
ไม่ได้ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ไม่พบการเปลี่ยนแปลงของปริมาณกลีเซอรอลในสารตั้งต้น แต่เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตพบว่า ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เพิ่มมากขึ้น ส่งผลให้ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลเพิ่มมากขึ้นด้วย และเมื่อพิจารณา ณ สภาวะสมดุล จะได้ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลสูงถึงร้อยละ 89 นอกจากนี้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้นยังส่งผลให้การเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันของกลีเซอรอลและไตรเมทิลคาร์บอเนตเกิดได้เร็วยิ่งขึ้นคือ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 300 นาที แต่เมื่อเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นร้อยละ 3 และ 5 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเพียง 180 นาที



รูปที่4.5 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลกับเวลา เมื่อปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไป

รูปที่ 4.6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตกับเวลา และตารางที่ 4.1 แสดงค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนต และค่าร้อยละผลได้ของไกลซีดีดอล เมื่อปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไป โดยผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า เมื่อปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นจากร้อยละ 1 เป็นร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ส่งผลให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตมีค่าเพิ่มมากขึ้น ในขณะที่เมื่อปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มเป็นร้อยละ 5 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตมีค่าลดลง และเกิดปฏิกิริยา

ข้างเคียงเป็นไกลซีตอลเพิ่มมากขึ้น โดยปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอลจะให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตสูงที่สุดคือ 79.18



**รูปที่ 4.6** ความสัมพันธ์ระหว่างค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตกับเวลา เมื่อปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไป

**ตารางที่ 4.1** ผลการคำนวณค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต และค่าร้อยละผลได้ของไกลซีตอล เมื่อปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไป

ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (ร้อยละโดยน้ำหนักของ กลีเซอรอล)	ค่าร้อยละผลได้ของ กลีเซอรอลคาร์บอนเนต	ค่าร้อยละ ผลได้ของ ไกลซีตอล
1	78.70	5.71
3	79.18	7.02
5	70.40	14.44

ดังนั้นสรุปได้ว่าปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้น ส่งผลต่อการแตกตัวของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตไปเป็นปฏิกิริยาข้างเคียงมากยิ่งขึ้น และปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เกินร้อยละ 3 ของกลีเซอรอลจะส่งผลให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตมีค่าลดลง

จากผลการทดลองที่ได้กล่าวมาข้างต้นสอดคล้องกับงานวิจัยของ Algoufi และ Hameed [2] ทำการศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนต โดยการทำให้ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของ กลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต บนตัวเร่งปฏิกิริยาเคซีโอไลท์ที่ได้มาจากถ้ำลอย ซึ่งได้ ทำการศึกษาปริมาณของเคซีโอไลท์ที่ร้อยละ 1 ถึง 6 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล พบว่า เมื่อเพิ่ม ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาจะส่งผลต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของ กลีเซอรอลคาร์บอเนต โดยเมื่อปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้น ค่าร้อยละการแปลงผันของ กลีเซอรอลมีค่าเพิ่มมากขึ้นด้วย ซึ่งแตกต่างจากค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนต คือ เมื่อ ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มเกินร้อยละ 4 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอลจะพบว่า ค่าร้อยละผลได้ของ กลีเซอรอลคาร์บอเนตมีค่าลดลง เกิดปริมาณไกลซิโดลเพิ่มมากขึ้น อธิบายได้ว่าการเพิ่มขึ้นของ ไกลซิโดลนั้นไม่ได้ขึ้นอยู่กับปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา แต่เกิดจากปฏิกิริยาดีคาร์บอกซิเลชัน ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตบน active basic site ของตัวเร่งปฏิกิริยา ในการทำให้ปฏิกิริยาทรานส์ เอสเทอร์ฟิเคชันมีค่าเพิ่มมากยิ่งขึ้น

นอกจากนี้ผลของการวิเคราะห์ค่าความเป็นเบสของตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาเค ซีโอไลท์มีค่าความเป็นเบสสูง ซึ่งอยู่ในช่วง  $15 < H_- < 18.4$  และถึงแม้ตัวเร่งปฏิกิริยาเคซีโอไลท์จะมี พื้นที่ผิวน้อย แต่ในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตนั้น ความแรงของเบสมีผลมากกว่าพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา จึงทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเคซีโอไลท์ยังคงเป็น ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิล คาร์บอเนต

จากงานวิจัยของ กฤษยาพร [27] ทำการศึกษาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันปาล์มโอเล อิน โดยใช้โซเดียมฟอสเฟตที่เคลือบฝังบนตัวรองรับอะลูมินา โดยจากการวิเคราะห์ค่าความเป็นเบส ของตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตที่ผ่านการเผาในอากาศแล้วพบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต มีค่าความเป็นเบสสูง ซึ่งอยู่ในช่วง  $15 < H_- < 18.4$  และถึงแม้จะมีค่าพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาน้อย แต่ยังคงมีประสิทธิภาพที่ดีในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันปาล์มโอเลอิน เนื่องจากค่าความเป็นเบสส่งผลต่อการทำปฏิกิริยามากกว่าพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา

ในงานวิจัยนี้ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตเหมือนกับงานวิจัยของ กฤษยาพร [27] จึง กล่าวได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตให้ค่าความเป็นเบสสูง  $15 < H_- < 18.4$  ซึ่งเทียบเท่าตัวเร่ง ปฏิกิริยาเคซีโอไลท์ในงานวิจัยของ Algoufi และ Hameed [2] ดังนั้นเมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียม ฟอสเฟตมาใช้ในการทำให้ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต ผล การทดลองจึงเกิดขึ้นในลักษณะเดียวกัน

จากผลการทดลองข้างต้นสรุปได้ว่าการทำให้ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอล และไดเมทิลคาร์บอเนต โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตนั้น ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีที่สุด

คือ ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ซึ่งให้ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลสูงถึง 89.00 และให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต 79.18

#### 4.3 ผลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอนเนตที่ส่งผลต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต

การทดลองชุดนี้เป็นการทดลองเพื่อศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอนเนตที่ส่งผลต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต โดยทำการศึกษาอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนเนตที่ 1:1 1:2 1:3 และ 1:4 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 75 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 480 นาที

ตารางที่ 4.2 แสดงผลการคำนวณค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล ณ สภาวะสมดุล เมื่ออัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนเนตเปลี่ยนแปลงไป ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า เมื่ออัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนเนตมีค่าลดลง จะส่งผลให้ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลมีค่าเพิ่มมากขึ้น โดยอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนเนตที่ 1:1 ให้ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลต่ำที่สุด คือ 74.52 ซึ่งแตกต่างจากอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนเนต 1:2 1:3 และ 1:4 ที่ให้ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลสูงกว่าร้อยละ 80 โดยค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลที่อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนเนต 1:4 จะให้ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลสูงถึง 91.99 ซึ่งเป็นค่าสูงที่สุด

ตารางที่ 4.2 ผลการคำนวณค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล

อัตราส่วนโดยโมลของ กลีเซอรอล:ไดเมทิล คาร์บอนเนต	ร้อยละการแปลงผัน ของกลีเซอรอล
1:1	74.52
1:2	82.49
1:3	89.84
1:4	91.99

ตารางที่ 4.3 แสดงผลการคำนวณค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตและค่าร้อยละผลได้ของไกลซีตอล เมื่ออัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อโดเมทิลคาร์บอนเนตเปลี่ยนแปลงไป โดยจากการทดลองแสดงให้เห็นว่า อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อโดเมทิลคาร์บอนเนตที่ 1:1 ให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตน้อยที่สุด ในขณะที่การคำนวณค่าร้อยละผลได้ของไกลซีตอลได้แสดงให้เห็นว่า ค่าร้อยละผลได้ของไกลซีตอลลดลงเมื่อปริมาณของโดเมทิลคาร์บอนเนตเพิ่มมากขึ้น กล่าวได้ว่า การเพิ่มปริมาณโดเมทิลคาร์บอนเนต ส่งผลให้เกิดการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลและโดเมทิลคาร์บอนเนตมากขึ้น และลดการเกิดปฏิกิริยาดีคาร์บอกซิเลชันของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตไปเป็นไกลซีตอล โดยอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อโดเมทิลคาร์บอนเนตที่ 1:4 จะให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตสูงที่สุด และได้ค่าร้อยละผลได้ของไกลซีตอลต่ำที่สุด คือ 84.98 และ 5.70 ตามลำดับ

**ตารางที่ 4.3** ผลการคำนวณค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต และค่าร้อยละผลได้ของไกลซีตอล เมื่ออัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อโดเมทิลคาร์บอนเนตเปลี่ยนแปลงไป

อัตราส่วนโดยโมลของ กลีเซอรอล:โดเมทิล คาร์บอนเนต	ค่าร้อยละผลได้ของ กลีเซอรอลคาร์บอนเนต	ค่าร้อยละผลได้ของ ไกลซีตอล
1:1	58.32	14.96
1:2	65.49	12.80
1:3	79.18	7.22
1:4	84.98	5.70

จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าการเพิ่มปริมาณโดเมทิลคาร์บอนเนตส่งผลทั้งการเกิดปฏิกิริยาหลักและปฏิกิริยาข้างเคียง คือเมื่อเพิ่มปริมาณของโดเมทิลคาร์บอนเนต ส่งผลให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้น ปฏิกิริยาเข้าสู่สมดุลได้เร็วยิ่งขึ้น ลดการเกิดปฏิกิริยาดีคาร์บอกซิเลชันของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตและเพิ่มการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน ทำให้ได้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตเพิ่มสูงขึ้นอีกด้วย

จากผลการทดลองที่ได้กล่าวมาข้างต้นสอดคล้องกับงานวิจัยของ Simanjantak และคณะ [22] ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของกลีเซอรอลกับโดเมทิลคาร์บอนเนต โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียม-แลนทานันมออกไซด์ ซึ่งได้ทำการหาอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อโดเมทิลคาร์บอนเนตที่ 1:1 1:2 1:3 1:4 1:6 และ 1:10 พบว่า เมื่ออัตราส่วนโดย

โมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนेटลดลงจาก 1:1 ถึง 1:4 ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนेटมีค่าสูงขึ้น โดยที่อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนेट 1:4 จะให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนेटสูงสุดคือ 83.1

นอกจากนี้ยังสอดคล้องกับงานวิจัยของ Algoufi และ Hameed [2] ทำการศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนेट โดยการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอนेट บนตัวเร่งปฏิกิริยาเคซีโอไลท์ที่ได้มาจากเถ้าลอย ซึ่งได้ทำการศึกษาอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนेटที่ 1:1 1:2 1:3 และ 1:4 พบว่าปริมาณของไกลซีดีดอลที่เกิดจากปฏิกิริยาข้างเคียงมีค่าลดลง เมื่อปริมาณของไดเมทิลคาร์บอนेटมีค่าเพิ่มมากขึ้น แสดงถึงการใช้ไดเมทิลคาร์บอนेटที่มากเกินไปเพื่อเพิ่มการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันและลดอัตราการเกิดปฏิกิริยาดีคาร์บอกซิเลชันของกลีเซอรอลคาร์บอนेट

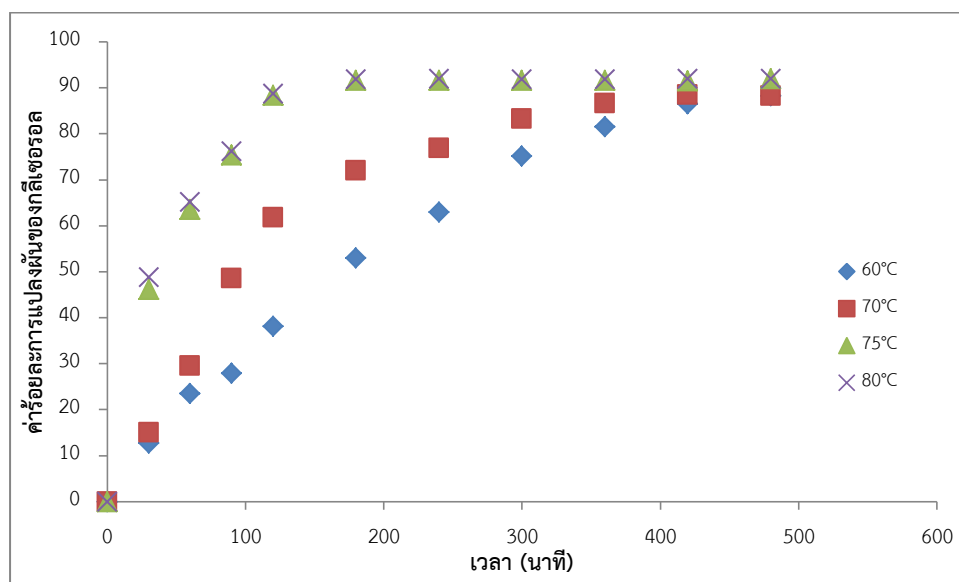
ดังนั้นจากผลการทดลองสรุปได้ว่าการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอนेट โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตนั้น อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนेटที่เหมาะสมคือ อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนेटที่ 1:4 ซึ่งให้ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล 91.99 และค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนेट 84.98

#### 4.4 ผลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนेट

การทดลองชุดนี้เป็นการทดลองเพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนेट โดยทำการศึกษาอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 60 70 75 และ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนेटที่ 1:4 เวลาในการทำปฏิกิริยาทั้งหมด 480 นาที

รูปที่ 4.7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลกับเวลา เมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไป ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า เมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้น ส่งผลให้ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลเพิ่มมากยิ่งขึ้นด้วย โดยจากการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิที่ 60 70 และ 75 องศาเซลเซียส ปฏิกิริยาเกิดเร็วขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ซึ่งแตกต่างจากการเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาจาก 75 ไปเป็น 80 องศาเซลเซียส คือ ณ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล และอัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไปจาก 75 องศาเซลเซียสน้อยมาก เมื่อพิจารณาค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล ณ สภาวะสมดุล

พบว่า ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียส เท่ากับ ที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส คือ ร้อยละ 91 ซึ่งเป็นค่าสูงที่สุด



**รูปที่ 4.7** แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลกับเวลา เมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไป

ตารางที่ 4.4 แสดงผลการคำนวณค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนेट และค่าร้อยละผลได้ของไกลซีตอล เมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไป โดยเมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเพิ่มสูงขึ้น ส่งผลให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนेटเพิ่มสูงขึ้นด้วย โดยที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนेटสูงสุดคือ 85.82

เมื่อพิจารณาการเกิดปฏิกิริยาข้างเคียง ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า เมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเพิ่มสูงขึ้น ส่งผลให้ปฏิกิริยาข้างเคียงเกิดเพิ่มมากยิ่งขึ้น โดยอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 60 องศาเซลเซียส มีค่าร้อยละผลได้ของไกลซีตอลเพียงร้อยละ 3.63 แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิไปจนถึง 80 องศาเซลเซียสพบว่า ค่าร้อยละผลได้ของไกลซีตอลเพิ่มสูงขึ้นเป็นร้อยละ 7.22

**ตารางที่ 4.4** ผลการคำนวณค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต และค่าร้อยละผลได้ของไกลซีตอล เมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไป

อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา (°C)	ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต	ค่าร้อยละผลได้ของไกลซีตอล
60	59.22	3.63
70	71.47	4.66
75	84.98	5.70
80	85.82	7.22

จากผลการทดลองจะเห็นได้ว่าการเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอนเนต ส่งผลให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตเพิ่มขึ้นและยังส่งผลให้เกิดปริมาณของไกลซีตอลซึ่งเป็นปฏิกิริยาข้างเคียงเพิ่มมากขึ้นด้วย โดยการเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงเกิดจากการแตกตัวของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตไปเป็นไกลซีตอล เมื่ออุณหภูมิในการทดลองเพิ่มสูงขึ้น ปริมาณของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่มีปริมาณมากขึ้นจึงเกิดการแตกตัวไปเป็นไกลซีตอลเพิ่มมากขึ้น

จากผลการทดลองที่ได้กล่าวมาข้างต้นสอดคล้องกับงานวิจัยของ Simanjantak และคณะ [22] ทำการศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนต จากกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอนเนต โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียม-แลนทานัมออกไซด์ โดยทำการศึกษาอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 30 50 70 และ 85 องศาเซลเซียส พบว่า ณ อุณหภูมิห้อง ไม่เกิดกลีเซอรอลคาร์บอนเนตขึ้น แต่เมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเพิ่มสูงขึ้นส่งผลให้ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตเพิ่มสูงขึ้นด้วย

จากงานวิจัยของ Algoufi และ Hameed [2] ทำการศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนต โดยการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอนเนต บนตัวเร่งปฏิกิริยาเคซีโอไลท์ที่ได้มาจากถ้ำลอย โดยทำการศึกษาอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ 60 ถึง 80 องศาเซลเซียส พบว่า เมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเพิ่มสูงกว่า 75 องศาเซลเซียส กลีเซอรอลคาร์บอนเนตเกิดการเปลี่ยนแปลงไปเป็นไกลซีตอลมากยิ่งขึ้น โดยการเพิ่มอุณหภูมิจะมีผลให้อัตราการหลุดออกของโปรตอนของหมู่ไฮดรอกซิล ในโมเลกุลของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตบน active basic site เพิ่มขึ้น ส่งผลให้เกิดการเปิดวงของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต และกลายเป็นไกลซีตอล

จากผลการทดลองข้างต้นสรุปได้ว่า อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมกับการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอนเนต โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต คือ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ซึ่งให้ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตสูงถึง 91.99 และ 85.82 ตามลำดับ



## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการทดลอง

การศึกษาปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต สามารถสรุปผลการวิจัยได้ดังนี้

1. ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความว่องไวในการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนต โดยช่วยทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้เร็วมากยิ่งขึ้น

2. ปริมาณร้อยละของตัวเร่งปฏิกิริยาส่งผลต่อการเกิดปฏิกิริยาหลักและปฏิกิริยาข้างเคียงคือ ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้นไม่เกินร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ส่งผลให้ปฏิกิริยาเข้าสู่สมดุลได้เร็วมากยิ่งขึ้น ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตและค่าร้อยละผลได้ของไกลซิโดล ซึ่งเป็นปฏิกิริยาข้างเคียงมีค่าเพิ่มขึ้น โดยการเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงไม่ได้ส่งผลกระทบต่อค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนต

3. การลดลงของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอเนต ส่งผลให้ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล และค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตเพิ่มสูงขึ้น ในขณะที่ค่าร้อยละผลได้ของไกลซิโดลมีค่าลดลง

4. การเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาส่งผลให้ปฏิกิริยาเกิดได้เร็วมากยิ่งขึ้น ค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตและค่าร้อยละผลได้ของไกลซิโดลมีค่าเพิ่มสูงขึ้น โดยการเพิ่มขึ้นของปฏิกิริยาข้างเคียงไม่ได้ส่งผลกระทบต่อค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนต

#### 5.2 ข้อเสนอแนะ

เนื่องจากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันของกลีเซอรอลและไดเมทิลคาร์บอเนตเป็นปฏิกิริยาแบบผันกลับได้ หากทำการทดลองกลั่นเอามาแทนอลซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์รองออก อาจส่งผลให้เกิดปฏิกิริยามาข้างหน้าได้มากยิ่งขึ้น และช่วยในการเพิ่มค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนตให้มากยิ่งขึ้นด้วย นอกจากนี้ไดเมทิลคาร์บอเนตซึ่งเป็นสารตั้งต้นมีราคาแพง หากนำปริมาณไดเมทิลคาร์บอเนตที่เหลือจากการทำปฏิกิริยามากลั่นแยกและนำกลับมาใช้ในครั้งต่อไปได้ จะเป็นการช่วยลดต้นทุนในการผลิตได้มากยิ่งขึ้น

## รายการอ้างอิง

- [1] Ochoa-Gómez, J.R., et al. Synthesis of glycerol carbonate from glycerol and dimethyl carbonate by transesterification: catalyst screening and reaction optimization. Applied Catalysis A: General 366(2) (2009): 315-324.
- [2] Algoufi, Y. and Hameed, B. Synthesis of glycerol carbonate by transesterification of glycerol with dimethyl carbonate over K-zeolite derived from coal fly ash. Fuel Processing Technology 126 (2014): 5-11.
- [3] Quispe, C.A., Coronado, C.J., and Carvalho Jr, J.A. Glycerol: Production, consumption, prices, characterization and new trends in combustion. Renewable and Sustainable Energy Reviews 27 (2013): 475-493.
- [4] Lertsonmetakul, W. Production of Glycerol Carbonate from Crude Glycerol Produced from Biodiesel Production. วิศวกรรมศาสตร์ Prince of Songkla University, 2553.
- [5] Du, M., Li, Q., Dong, W., Geng, T., and Jiang, Y. Synthesis of glycerol carbonate from glycerol and dimethyl carbonate catalyzed by  $K_2CO_3/MgO$ . Research on Chemical Intermediates 38(3-5) (2012): 1069-1077.
- [6] Liu, Z., et al. Synthesis of glycerol carbonate by transesterification of glycerol and dimethyl carbonate over  $KF/\gamma-Al_2O_3$  catalyst. Journal of the Brazilian Chemical Society 25(1) (2014): 152-160.
- [7] Sonnati, M.O., Amigoni, S., de Givenchy, E.P.T., Darmanin, T., Choulet, O., and Guittard, F. Glycerol carbonate as a versatile building block for tomorrow: synthesis, reactivity, properties and applications. Green Chemistry 15(2) (2013): 283-306.
- [8] Rokicki, G., Rakoczy, P., Parzuchowski, P., and Sobiecki, M. Hyperbranched aliphatic polyethers obtained from environmentally benign monomer: glycerol carbonate. Green Chemistry 7(7) (2005): 529-539.
- [9] Thinnakorn, K. and Tscheikuna, J. Transesterification of palm olein using sodium phosphate impregnated on an alumina support. Applied Catalysis A: General 484 (2014): 122-133.

- [10] สุรสมภพ, ส. ปฏิกิริยาไฮโดรดีออกซิจีเนชันของกลีเซอรอลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลโมลิบดีนัมและตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์โมลิบดีนัม. วิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2557.
- [11] เศรษฐ์โกคิน, พ., จันทรเมือง, พ., อัศวแสงรัตน์, พ., and เนรมิตตกพงศ์, ส. การดูดซับกรดไขมันอิสระในน้ำมันปาล์มดิบด้วยตัวดูดซับซิลิกาที่สังเคราะห์จากถ้ำลอยชานอ้อยที่สังเคราะห์จากถ้ำลอยชานอ้อย. วิศวกรรมลาดกระบัง 27 (2553): 43-48.
- [12] Pagliaro, M. and Rossi, M. Glycerol: properties and production. The future of glycerol (2010): 20-21.
- [13] Bagheri, S., Julkapli, N.M., and Yehye, W.A. Catalytic conversion of biodiesel derived raw glycerol to value added products. Renewable and Sustainable Energy Reviews 41 (2015): 113-127.
- [14] Saqib, M., Mumtaz, M.W., Mahmood, A., and Abdullah, M.I. Optimized biodiesel production and environmental assessment of produced biodiesel. Biotechnology and Bioprocess Engineering 17(3) (2012): 617-623.
- [15] Pagliaro, M., Ciriminna, R., Kimura, H., Rossi, M., and Della Pina, C. From glycerol to value-added products. Angewandte Chemie International Edition 46(24) (2007): 4434-4440.
- [16] Tan, H., Aziz, A.A., and Aroua, M. Glycerol production and its applications as a raw material: A review. Renewable and Sustainable Energy Reviews 27 (2013): 118-127.
- [17] Ochoa-Gómez, J.R., Gómez-Jiménez-Aberasturi, O., Ramírez-López, C., and Maestro-Madurga, B. Synthesis of glycerol 1, 2-carbonate by transesterification of glycerol with dimethyl carbonate using triethylamine as a facile separable homogeneous catalyst. Green Chemistry 14(12) (2012): 3368-3376.
- [18] Ochoa-Gómez, J.R., Gómez-Jiménez-Aberasturi, O., Ramírez-López, C., and Belsué, M. A brief review on industrial alternatives for the manufacturing of glycerol carbonate, a green chemical. Organic Process Research & Development 16(3) (2012): 389-399.
- [19] Bai, R., Wang, Y., Wang, S., Mei, F., Li, T., and Li, G. Synthesis of glycerol carbonate from glycerol and dimethyl carbonate catalyzed by NaOH/ $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Fuel Processing Technology 106 (2013): 209-214.

- [20] Malyaadri, M., Jagadeeswaraiah, K., Prasad, P.S., and Lingaiah, N. Synthesis of glycerol carbonate by transesterification of glycerol with dimethyl carbonate over Mg/Al/Zr catalysts. Applied Catalysis A: General 401(1) (2011): 153-157.
- [21] Singh, D., Reddy, B., Ganesh, A., and Mahajani, S. Zinc/Lanthanum mixed-oxide catalyst for the synthesis of glycerol carbonate by transesterification of glycerol. Industrial & Engineering Chemistry Research 53(49) (2014): 18786-18795.
- [22] Simanjuntak, F.S.H., Widyaya, V.T., Kim, C.S., Ahn, B.S., Kim, Y.J., and Lee, H. Synthesis of glycerol carbonate from glycerol and dimethyl carbonate using magnesium–lanthanum mixed oxide catalyst. Chemical Engineering Science 94 (2013): 265-270.
- [23] Thinnakorn, K. and Tscheikuna, J. Biodiesel production via transesterification of palm olein using sodium phosphate as a heterogeneous catalyst. Applied Catalysis A: General 476 (2014): 26-33.
- [24] Jiang, S., Zhang, F., and Pan, L. Sodium phosphate as a solid catalyst for biodiesel preparation. Brazilian Journal of Chemical Engineering 27(1) (2010): 137-144.
- [25] De Filippis, P., Borgianni, C., and Paolucci, M. Rapeseed oil transesterification catalyzed by sodium phosphates. Energy & fuels 19(6) (2005): 2225-2228.
- [26] ศิริมิตรตระกูล, ศ. การผลิตแพตตีแอซิดเอทิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มโอเลอินโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต. วิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์, 2557.
- [27] ทินกร, ก. ทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันของน้ำมันปาล์มโอเลอิน โดยใช้โซเดียมฟอสเฟตที่เคลือบฝังบนตัวรองรับอะลูมินา. วิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2556.



ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
**CHULALONGKORN UNIVERSITY**

**ภาคผนวก ก**  
**ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟต**

**ตาราง ก-1** แสดงผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ที่มีต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนेट โดยใช้ อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนेटที่ 1:3 อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 75 องศาเซลเซียส

เวลา (นาที)	ความเข้มข้นของ กลีเซอรอล (โมลต่อลิตร)	ค่าร้อยละการ แปลงผันของ กลีเซอรอล	ค่าร้อยละผลได้ของ กลีเซอรอล คาร์บอนेट
0	2.91	0.00	0.00
30	2.89	2.88	1.25
60	2.60	12.40	10.17
90	2.39	19.47	17.17
120	1.56	47.50	33.15
180	0.94	68.25	46.54
240	0.47	84.14	64.63
300	0.32	89.39	70.87
360	0.31	89.43	78.13
420	0.31	89.44	78.40
480	0.31	89.49	78.70

ตาราง ก-2 แสดงผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของ กลีเซอรอล ที่มีต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอล คาร์บอนेट โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนेटที่ 1:3 อุณหภูมิในการทำ ปฏิกิริยา 75 องศาเซลเซียส

เวลา (นาที)	ความเข้มข้นของ กลีเซอรอล (โมลต่อลิตร)	ค่าร้อยละการ แปลงผันของ กลีเซอรอล	ค่าร้อยละผลได้ของ กลีเซอรอล คาร์บอนेट
0	2.77	0.00	0.00
30	2.28	17.52	11.65
60	1.53	44.71	30.79
90	0.94	65.90	47.92
120	0.41	85.28	63.51
180	0.31	88.63	77.92
240	0.30	89.11	77.41
300	0.29	89.61	78.01
360	0.29	89.61	78.38
420	0.28	89.79	78.85
480	0.28	89.84	79.18

**ตาราง ก-3** แสดงผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตร้อยละ 5 โดยน้ำหนักของ กลีเซอรอล ที่มีต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอล คาร์บอนेट โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนेटที่ 1:3 อุณหภูมิในการทำ ปฏิกิริยา 75 องศาเซลเซียส

เวลา (นาทีก)	ความเข้มข้นของ กลีเซอรอล (โมลต่อลิตร)	ค่าร้อยละการ แปลงผันของ กลีเซอรอล	ค่าร้อยละผลได้ของ กลีเซอรอล คาร์บอนेट
0	2.84	0.00	7.36
30	2.43	14.54	26.68
60	1.47	48.29	47.66
90	0.75	73.49	59.73
120	0.32	88.89	69.85
180	0.29	89.91	69.14
240	0.28	90.03	70.01
300	0.28	90.03	70.05
360	0.28	90.11	70.33
420	0.28	90.09	70.34
480	0.28	90.12	7.36



## ภาคผนวก ข

## ผลของอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอเนต

ตาราง ข-1 แสดงผลของอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอเนต 1:1 ที่มีต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนต โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 75 องศาเซลเซียส

เวลา (นาที)	ความเข้มข้นของ กลีเซอรอล (โมลต่อลิตร)	ค่าร้อยละการ แปลงผันของ กลีเซอรอล	ค่าร้อยละผลได้ของ กลีเซอรอล คาร์บอเนต
0	5.35	0.00	0.00
30	5.01	6.31	1.89
60	4.53	15.24	5.43
90	3.84	28.11	14.95
120	2.99	44.12	23.32
180	2.30	56.95	37.63
240	2.06	61.56	45.26
300	1.93	63.91	47.35
360	1.41	73.68	47.58
420	1.36	74.64	48.13
480	1.36	74.64	48.06

ตาราง ข-2 แสดงผลของอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอเนต 1:2 ที่มีต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนต โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 75 องศาเซลเซียส

เวลา (นาที)	ความเข้มข้นของ กลีเซอรอล (โมลต่อลิตร)	ค่าร้อยละการ แปลงผันของ กลีเซอรอล	ค่าร้อยละผลได้ของ กลีเซอรอล คาร์บอเนต
0	3.94	0.00	0.00
30	3.47	12.07	7.83
60	3.28	16.76	11.20
90	2.70	31.55	23.01
120	1.72	56.40	40.75
180	0.84	78.68	62.74
240	0.69	82.36	65.57
300	0.69	82.42	65.39
360	0.69	82.52	64.95
420	0.69	82.43	65.38
480	0.69	82.49	65.49

**ตาราง ข-3** แสดงผลของอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอเนต 1:3 ที่มีต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนต โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 75 องศาเซลเซียส

เวลา (นาทีก)	ความเข้มข้นของ กลีเซอรอล (โมลต่อลิตร)	ค่าร้อยละการ แปลงผันของ กลีเซอรอล	ค่าร้อยละผลได้ของ กลีเซอรอล คาร์บอเนต
0	2.77	0.00	0.00
30	2.28	17.52	11.65
60	1.53	44.71	30.79
90	0.94	65.90	47.92
120	0.41	85.28	63.51
180	0.31	88.63	77.92
240	0.28	89.84	78.04
300	0.28	89.82	78.19
360	0.31	88.89	78.74
420	0.28	89.79	78.85
480	0.28	89.84	79.18

**ตาราง ข-4** แสดงผลของอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอเนต 1:4 ที่มีต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอลและค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอเนต โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 75 องศาเซลเซียส

เวลา (นาที)	ความเข้มข้นของ กลีเซอรอล (โมลต่อลิตร)	ค่าร้อยละการ แปลงผันของ กลีเซอรอล	ค่าร้อยละผลได้ของ กลีเซอรอล คาร์บอเนต
0	1.88	0.00	0.00
30	1.01	46.10	31.12
60	0.69	63.53	45.83
90	0.46	75.37	57.40
120	0.22	88.39	74.36
180	0.16	91.70	83.73
240	0.16	91.65	84.38
300	0.16	91.67	84.83
360	0.16	91.66	84.37
420	0.16	91.48	84.40
480	0.15	91.99	84.98

**ภาคผนวก ค**  
**ผลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา**

**ตาราง ค-1** แสดงผลของอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ที่มีต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล และค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนेट โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนेटที่ 1:4

เวลา (นาที)	ความเข้มข้นของ กลีเซอรอล (โมลต่อลิตร)	ค่าร้อยละการ แปลงผันของ กลีเซอรอล	ค่าร้อยละผลได้ของ กลีเซอรอล คาร์บอนेट
0	1.87	0.00	0.00
30	1.63	12.70	4.80
60	1.43	23.48	8.94
90	1.35	27.97	11.35
120	1.16	38.13	15.61
180	0.88	52.96	22.75
240	0.69	62.99	28.99
300	0.46	75.20	36.04
360	0.34	81.60	47.24
420	0.25	86.56	54.09
480	0.22	88.29	59.23

ตาราง ค-2 แสดงผลของอุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ที่มีต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล และค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนेट โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนेटที่ 1:4

เวลา (นาทีก)	ความเข้มข้นของ กลีเซอรอล (โมลต่อลิตร)	ค่าร้อยละการ แปลงผันของ กลีเซอรอล	ค่าร้อยละผลได้ของ กลีเซอรอล คาร์บอนेट
0	1.89	0.00	0.00
30	1.60	15.11	7.11
60	1.33	29.52	16.41
90	0.97	48.64	28.05
120	0.72	61.79	37.17
180	0.53	72.08	49.75
240	0.44	76.85	59.66
300	0.31	83.35	66.51
360	0.25	86.71	69.34
420	0.22	88.50	70.16
480	0.22	88.32	71.48

**ตาราง ค-3** แสดงผลของอุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส ที่มีต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล และค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนेट โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนेटที่ 1:4

เวลา (นาทีก)	ความเข้มข้นของ กลีเซอรอล (โมลต่อลิตร)	ค่าร้อยละการ แปลงผันของ กลีเซอรอล	ค่าร้อยละผลได้ของ กลีเซอรอล คาร์บอนेट
0	1.88	0.00	0.00
30	1.01	46.10	31.12
60	0.69	63.53	45.83
90	0.46	75.37	57.40
120	0.22	88.39	74.36
180	0.16	91.70	83.73
240	0.16	91.65	84.38
300	0.16	91.67	84.83
360	0.16	91.66	84.37
420	0.16	91.48	84.40
480	0.15	91.99	84.98

**ตาราง ค-4** แสดงผลของอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ที่มีต่อค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล และค่าร้อยละผลได้ของกลีเซอรอลคาร์บอนेट โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนेटที่ 1:4

เวลา (นาที)	ความเข้มข้นของ กลีเซอรอล (โมลต่อลิตร)	ค่าร้อยละการ แปลงผันของ กลีเซอรอล	ค่าร้อยละผลได้ของ กลีเซอรอล คาร์บอนेट
0	1.90	0.00	0.00
30	0.97	48.86	33.51
60	0.66	65.14	47.04
90	0.45	76.22	59.58
120	0.21	88.74	79.04
180	0.15	91.89	84.12
240	0.15	91.94	84.23
300	0.15	91.88	84.15
360	0.15	91.83	85.20
420	0.18	91.95	85.27
480	0.17	91.96	85.82



**ภาคผนวก ง**  
**การวิเคราะห์ความคลาดเคลื่อน**

การวิเคราะห์ผลการทดลองโดยทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง เพื่อหาค่าเฉลี่ยและค่าความคลาดเคลื่อนที่เกิดขึ้น ซึ่งแสดงผลการทดลองซ้ำของการศึกษาปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมฟอสเฟตที่ร้อยละ 3 โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อไดเมทิลคาร์บอนเนตที่ 1:3 อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 75 องศาเซลเซียส

**ตาราง ง-1** ความคลาดเคลื่อนจากผลการทดลอง (experimental error)

เวลา (นาที)	ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล				ค่าความคลาดเคลื่อน		
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย	MAX	MIN	%Error
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
30	18.69	19.14	18.21	18.68	0.46	0.47	0.94
60	30.26	28.36	30.62	29.75	0.87	1.39	2.26
90	65.90	65.50	65.26	65.55	0.34	0.29	0.64
120	85.28	85.50	84.71	85.16	0.34	0.46	0.80
180	88.63	88.84	88.72	88.73	0.11	0.10	0.21
240	89.84	88.74	88.20	88.93	0.91	0.72	1.63
300	89.82	88.05	88.98	88.95	0.87	0.90	1.77
360	88.89	89.15	89.01	89.02	0.14	0.13	0.26
420	89.79	88.30	89.24	89.11	0.68	0.81	1.49
480	89.48	89.43	89.33	89.41	0.07	0.09	0.15

ตาราง ง-2 ความคลาดเคลื่อนจากการวิเคราะห์ (analysis error)

เวลา (นาที)	ค่าร้อยละการแปลงผันของกลีเซอรอล				ค่าความคลาดเคลื่อน		
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย	MAX	MIN	%Error
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
30	13.65	14.31	14.79	14.25	0.54	0.56	1.10
60	30.79	32.03	31.24	31.35	0.68	0.56	1.24
90	67.22	65.20	69.20	67.21	1.99	2.01	4.00
120	85.51	86.49	88.23	86.74	1.49	0.26	1.74
180	85.92	86.94	85.55	86.14	0.80	0.59	1.39
240	87.91	87.24	86.09	87.08	0.83	0.99	1.82
300	88.01	88.54	86.46	87.67	0.87	1.21	2.08
360	88.38	88.12	88.20	88.23	0.15	0.11	0.26
420	88.85	88.00	88.95	88.60	0.35	0.60	0.95
480	89.18	89.11	89.02	89.10	0.08	0.09	0.17

## ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวแพพรพรรณ ศรีสีอ้าน เกิดเมื่อวันที่ 26 กันยายน พ.ศ. 2534 จังหวัด กรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาในระดับมัธยมศึกษาตอนต้นจากโรงเรียนมัธยมสาธิตวัดพระศรีมหาธาตุฯ ในปีการศึกษา 2549 สำเร็จการศึกษาในระดับมัธยมศึกษาตอนปลายจากโรงเรียนสุรศักดิ์มนตรี ในปีการศึกษา 2552 สำเร็จการศึกษาในหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ในปีการศึกษา 2556 และในปีการศึกษา 2557 ได้เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย จนสำเร็จการศึกษาในปีการศึกษา 2560





จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
**CHULALONGKORN UNIVERSITY**