

**STUDY OF PREPARATION OF FATTY ACID METHYL ESTERS
(FAMES) FROM VEGETABLE OIL BY TRANSESTERIFICATION
REACTION USING GAS CHROMATOGRAPHY**



**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENTS FOR
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
(APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)
FACULTY OF GRADUATE STUDIES
MAHIDOL UNIVERSITY
2009**

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

การศึกษาการเตรียมเอสเทอร์ของกรดไขมันจากน้ำมันพืชโดยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน โดยใช้เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

(STUDY OF PREPARATION OF FATTY ACID METHYL ESTERS (FAMES) FROM VEGETABLE OIL BY TRANSESTERIFICATION REACTION USING GAS CHROMATOGRAPHY)

วันวิสาข์ ชมศิริ 4936467 SCAIM

วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอินทรีย์ประยุกต์)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์: ทินกร เตียนสิงห์, Ph.D. (Environmental Science),
อติทยา ศิริภิญญานนท์, Ph.D. (Analytical Chemistry)

บทคัดย่อ

โดยทั่วไปไบโอดีเซลประกอบด้วยเอสเทอร์ของกรดไขมัน(เฟลม) ซึ่งปกติไบโอดีเซลได้มาจากทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันพืชกับเมทานอล โดยใช้กรดหรือเบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ปฏิกิริยานี้จะเปลี่ยนหมู่แอลกอฮอล์ของไตรกลีเซอไรด์กับเมทานอลเป็นโมโนอัลคิลเอสเทอร์ องค์ประกอบของกรดไขมันในน้ำมันพืชแต่ละชนิดจะส่งผลต่อคุณสมบัติและการผลิตของเอสเทอร์ของกรดไขมัน ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงศึกษาการเตรียมเฟลมจากน้ำมันพืชแต่ละชนิดสำหรับการผลิตไบโอดีเซล และศึกษาการวิเคราะห์เอสเทอร์ของกรดไขมันในการหาโปรไฟล์ของกรดไขมันในน้ำมันพืช

วิธีการที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมเฟลมมี 2 สภาวะประกอบด้วย วิธีหนึ่งขั้นตอนและสองขั้นตอน สภาวะที่เหมาะสมของการทำทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันหนึ่งขั้นตอนของน้ำมันพืชโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นเบส สามารถทำได้กับน้ำมันพืชที่มีกรดไขมันปริมาณต่ำ (ค่าความเป็นกรด<1) ซึ่งวิธีนี้ได้การเปลี่ยนแปลงอยู่ในช่วง 80.29-93.97 เปอร์เซ็นต์ วิธีสองขั้นตอนใช้สำหรับน้ำมันพืชที่มีกรดไขมันปริมาณสูง (ค่าความเป็นกรด>1) สภาวะที่เหมาะสมของการทำทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันสองขั้นตอนของวิธีกรด-เบส ได้การเปลี่ยนแปลงอยู่ในช่วง 74.12-96.62 เปอร์เซ็นต์ ผลผลิตกึ่งเอสเทอร์ของกรดไขมันสามารถติดตามโดยสภาวะที่เหมาะสมของแก๊สโครมาโทกราฟีที่มีเครื่องตรวจวัดเป็นเฟลมไอออไนเซชัน ประกอบด้วยการฉีดแบบแบ่งส่วนที่อัตราส่วน 40 ต่อ 1 คอลัมน์ดีบี-เวกซ์ ซีเลียมเป็นแก๊สตัวพา (0.5 มิลลิลิตรต่อนาที) อุณหภูมิคอลัมน์ (210 องศาเซลเซียส) อุณหภูมิของเครื่องฉีดและเครื่องตรวจวัด (250 องศาเซลเซียส) สภาวะที่ศึกษาให้ค่าการตรวจวัดค่าต่ำสุดของสารประกอบเอสเทอร์ของกรดไขมันอยู่ในระดับต่ำในช่วง 0.19-0.30 มิลลิกรัมต่อลิตร วิธีนี้สามารถใช้ในการวิเคราะห์องค์ประกอบของกรดไขมันในตัวอย่างน้ำมันพืชโดยใช้เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีที่มีเครื่องตรวจวัดแบบเฟลมไอออไนเซชัน เปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงที่คำนวณโดยแก๊สโครมาโทกราฟีและเทคนิคโปรตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ให้ผลไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์

90 หน้า

STUDY OF PREPARATION OF FATTY ACID METHYL ESTERS (FAMES) FROM VEGETABLE OIL BY TRANSESTERIFICATION REACTION USING GAS CHROMATOGRAPHY

WANVISA CHOMSIRI 4936467 SCAI/M

M.Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

THESIS ADVISORY COMMITTEE: TINNAKORN TIENSING, Ph.D. (ENVIRONMENTAL SCIENCE), ATITAYA SIRIPINYANOND, Ph.D. (ANALYTICAL CHEMISTRY)

ABSTRACT

In general, biodiesel is fatty acid methyl ester (FAME) which is usually obtained from transesterification of vegetable oil with methanol using acid or base catalyst. This reaction exchanges the alcohol group of triglyceride with methanol to create a mono alkyl ester. Fatty acid (FA) compositions of an individual vegetable oil affect on FAME properties and its production. This research studied preparation of FAMES from various vegetable oils for biodiesel production and determination of FAMES in order to explore the FA profiles in vegetable oils.

The optimum procedure for FAMES preparation was separated into two conditions including one-step and two-step methods. The optimum condition of one-step transesterification of vegetable oils using a base catalyst was performed under low free fatty acid (FFA) content in the vegetable oil (acid value < 1). This condition gave conversion in the range of 80.29-93.97%. The two-step method was introduced for vegetable oils with high FFA contents (acid value > 1). The two-step method of acid-base transesterification gave a high conversion within the range of 74.12-96.62%. The FAME product was investigated by the optimum GC-FID condition, which consists of using split injection (40:1), DB-wax column, He carrier gas (0.5 mL/min), column temperature (210 °C), injector temperature (250 °C) and detector temperature (250 °C). This condition gave a low detection limit level of FAME compounds, in the range of 0.19-0.30 mg/L. This method was applied to determine the FA composition in vegetable oil samples using GC-FID. The percentage conversion evaluated from GC and ¹H-NMR techniques showed no significant difference at 95% confidence interval.

KEY WORDS: BIODIESEL/FATTY ACID METHYL ESTERS/
TRANSESTERIFICATION/GAS CHROMATOGRAPHY

90 pp.