

마이크로웨이브를 이용한 폐식용유로부터 FAME의 제조 : RSM에 의한 공정변수 최적화

홍인권[†]

단국대학교 화학공학과
(2020년 2월 7일 접수, 2020년 2월 24일 심사, 2020년 3월 2일 채택)

Microwave Mediated Production of FAME from Waste Cooking Oil : Optimization of Process Parameters by RSM

In Kwon Hong[†]

Department of Chemical Engineering, Dankook University, Gyeonggi 16890, Korea
(Received January 7, 2020; Revised January 24, 2020; Accepted March 2, 2020)

초 록

본 연구에서는 마이크로웨이브를 이용한 폐유원료 바이오디젤 제조공정의 최적화 과정을 반응표면분석법을 이용해 진행하였다. 공정 변수로는 폐식용유의 산가, 마이크로웨이브 조사시간, 마이크로웨이브 조사온도, 알코올/유지 몰비 등을 선택하였고, 반응치로는 FAME 함량(96.5% 이상) 및 동점도(1.9~5.5 cSt)를 설정하였다. 기초실험을 통해 계량인자 변수범위를 마이크로웨이브 조사시간(4~6 min), 마이크로웨이브 조사세기(400~600 W), 알코올/유지 몰비(7~9)로 정하고, 반응표면분석법을 이용한 최적화 결과 바이오디젤 제조공정의 최적조건은 산가(2.0, 3.0 mg KOH/g) 별로 마이크로웨이브 조사시간(5.0, 5.1 min), 마이크로웨이브 조사세기(481.3, 525.5 W), 메탄올/유지 몰비(7.9, 8.4)로 나타났고, 이 조건에서 FAME 함량(97.49, 96.34%)과 동점도(4.01, 4.12 cSt)로 예측되었다. 실제 실험을 통해 확인한 결과는 FAME 함량(97.82, 96.42%)과 동점도(4.07, 4.16 cSt)로 측정되었고, 이의 평균 오차율은 각각 0.22, 0.98%로 나타났다.

Abstract

In this study, the optimization of the biodiesel production process from waste oil using microwave with response surface methodology (RSM) was conducted. The microwave irradiation time and power in addition to the alcohol/oil mole ratio were chosen as process parameters. Also the fatty acid methyl ester (FAME) content (over 96.5%) and kinematic viscosity (1.9~5.5 cSt) were selected as response values. From basic experiments, the range of quantitative factors were set as following; 4~6 min, 400~600 W, and 7~9 for the microwave irradiation time and power, and alcohol/oil molar ratio, respectively. The optimum conditions for the methanolysis were 5.0~5.1 min, 481.3~525.5 W, 7.9~8.4, and 2.0 or 3.0 mg KOH/g for the microwave irradiation time and power, methanol/oil molar ratio, and each acid value, respectively. The FAME content and kinematic viscosity were predicted as 97.49~96.34% and 4.01~4.12 cSt, respectively, under the condition above. Under the optimum experimental conditions, the results showed that the FAME content and kinematic viscosity of 97.82~96.42% and 4.07~4.16 cSt, respectively were measured and the mean error rates were 0.22% and 0.98%, respectively.

Keywords: Response surface methodology, Biodiesel, Methanolysis, FAME, Kinematic viscosity

1. 서 론

바이오디젤은 지방산 메틸에스터 함량이 높고, 동점도가 낮을수록 유해물질 배출을 적게 배출하고 연료를 더 부드럽게 한다. 생성된 바이오디젤은 국제 기준에 못 미치게 되면 디젤의 성능을 저하시키고

사용의 제한을 받게 된다. 따라서 본 연구에서는 석유 소비 시 발생하는 환경오염과 정제된 유지의 높은 가격과 같은 위의 문제점들을 보완하기 위하여 폐식용유를 이용한 바이오디젤의 제조에 반응표면분석법을 적용한 실험을 진행하였다. 반응표면분석법이란 프로세스 매개 변수의 영향을 받아 모델링 및 문제 해결에 사용되는 수학적 통계 방법을 말하며 이는 수율 및 전환율의 최적화, 비용의 최소화에 가장 적합한 방법으로 알려져 있다. 따라서 최소한의 실험으로 최적값을 얻을 수 있다는 장점이 있다[1-4].

바이오디젤 제조공정의 열원으로는 급속 체적 가열, 높은 반응속도, 짧은 반응시간, 고른 분포의 반응 등의 장점들을 가지고 있는 마이크

[†] Corresponding Author: Dankook University,
Department of Chemical Engineering, Gyeonggi 16890, Korea
Tel: +82-31-8005-3544 e-mail: khong@dankook.ac.kr

로웨이브 반응시스템을 이용하였다[5-7]. 마이크로웨이브란 극초단파로써, 일반적으로 주파수가 300~30,000 MHz이며, 파장의 범위가 1 mm~1 m 사이의 전파들을 모두 가리키는 용어이다. 이 짧은 파장으로 인한 마이크로웨이브는 빛과 유사한 성질을 갖고 있으며 살균력이 있다는 장점이 있다. 마이크로파 조사는 급속 체적 가열, 높은 반응속도, 매우 짧은 반응시간의 특성을 가지고 있어 작은 입자의 고 온도 생산 및 높은 선택성을 필요로 하는 생산 공정에 적합하다는 평가를 받고 있다[8]. 또한 위와 같은 장점 때문에 마이크로웨이브 조사는 바이오디젤과 같이 유기물 합성의 열원으로써 적합해 여러 유기물 및 무기물 합성 실험에 이용되고 있다[9].

따라서 본 연구에서는 마이크로웨이브를 이용한 바이오디젤 제조 공정에서의 변수로 마이크로웨이브 조사시간, 마이크로웨이브 조사세기, 알코올/유지 몰비를 독립변수로 설정하였고, 지방산 메틸에스터 함량 및 동점도를 반응치로 설정하여 실험을 진행하였다. 또한 산가가 다른 여러 폐식용유를 이용하여 알코올 종류와 독립변수에 따른 최적 조건 및 특성을 분석 및 비교하고, 반응표면분석법 적용에 대한 바이오디젤 제조공정의 합당성을 제시하고자 하였다.

2. 실험방법

2.1. 재료

전이에스테르화 반응에 사용된 알코올은 메탄올 1급 시약을 사용하였고, 염기성 촉매로는 수산화칼륨(KOH)을 사용하였다. 시료 중 지방산 메틸에스터 함량 분석에 이용된 표준시약으로는 methyl heptadecanoate (Tokyo chemical industry Co., Ltd, Japan)를 사용하였다. 폐식용유는 식물성 오일인 대두유(soybean oil) 원료로 산가 2.0과 3.0 mg KOH/g의 폐식용유를 사용하였다. 폐식용유의 종류에 따른 바이오디젤의 제조특성을 알아보기 위해 폐식용유의 산가분석을 수행하였다. 산가(acid value)란 유지에 함유된 유리지방산의 양을 나타내는 수치로써, 유지 1 g 중 함유된 유리지방산을 중화하는데 필요한 수산화칼륨의 mg수를 말하는데, 이는 식용유의 품질을 나타내는 척도로 많이 사용된다. 산가가 높을수록 유지의 분자구조가 끊어져 바이오디젤 생성에 순도 및 수율을 낮춰 매우 높은 산가를 가지는 유지는 품질기준에 못 미칠 확률이 존재한다. 본 실험에서 사용된 폐식용유의 산가는 KSM ISO 6618을 이용하여 측정하였다. 이소프로판올과 톨루엔을 1 : 1의 부피비로 혼합한 용액과 유지 20 g, 1% 페놀프탈레인 5 mL를 혼합한 후, 0.1 N 수산화칼륨 용액으로 적정하고 아래 식으로부터 산가를 측정하였다.

$$\text{Acid value} = \frac{5.61 \times V \times F}{S} \quad (1)$$

여기서 V 는 0.1 N 수산화칼륨 적정량(mL), F 는 농도계수, S 는 유지의 질량이다.

2.2. 마이크로웨이브를 이용한 바이오디젤 제조

본 연구에서는 마이크로웨이브 조사장치(MARS-2, 1000 W, 2450 MHz, SINEO Microwave Chemistry Technology, China)를 사용하여 바이오디젤을 제조하였다. 유지의 1.2 wt.%의 알칼리촉매를 알코올에 용해시킨 뒤, 100 g의 폐식용유와 반응시켰다. 마이크로웨이브 조사 세기는 300~700 W 범위이고, 이때 제한온도는 각 알코올의 끓는점 이하로 설정하였다. 또한 반응성 향상을 위하여 400 rpm으로 교반하

여 3~7 min 동안 바이오디젤의 제조하였다. 반응이 완결된 후 수세과정을 통해 글리세롤 층 및 불순물 등을 분리시켰고, 더 완벽한 정제를 위해 hot plate를 이용해 적절한 온도로 열을 가해줘 수분과 불순물 등을 제거하였다. 이후 기체크로마토그래피 분석을 위해 원심분리기로 2,000 rpm으로 10 min간 전처리한 뒤 분석을 진행하였다.

2.3. 바이오디젤의 물성분석

지방산 메틸에스터 함량 분석에 사용된 기체크로마토그래피(ACME 6100, Young-Lin, Korea)의 컬럼은 HP-Innowax column (L = 30 m, ID = 250, thickness = 0.25 μ m)이다. 이동상 기체로는 고순도 질소(99.999%)를 3 mL/min의 속도로 흘려보냈다. 시료주입량은 1 μ L (10 : 1 split mode)이고, 온도는 초기 140 $^{\circ}$ C에서 1 min간 유지 후, 5 $^{\circ}$ C/min의 속도로 245 $^{\circ}$ C까지 승온 시켜 5 min 동안 분석을 수행하였다. 표준 물질로는 methyl heptadecanoate를 사용하였다. 분석결과를 이용한 지방산 메틸에스터 함량은 다음의 식을 이용하여 계산하였다[10].

$$\text{FAAE contents} = \frac{\sum A - A_{EI}}{A_{EI}} \times \frac{C_{EI} V_{EI}}{m} \times 100 \quad (2)$$

또한 바이오디젤의 동점도는 Ubbelohde 점도계(Cannon 1C F484)를 사용하여 40 $^{\circ}$ C에서 측정하였다. 이때 centi poise (cP)에서 centi stokes (cSt)로 변환하는 conversion factor는 0.32871이다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 반응표면분석법을 이용한 FAME 함량의 최적화

Table 1과 같은 반응표면분석법의 실험 계획법으로 실시한 20개의 실험 결과값의 경향성을 기반으로 마이크로웨이브 조사시간, 마이크로웨이브 조사세기, 메탄올/유지 몰비의 세 독립변수에서의 지방산 메틸에스터(fatty acid methyl ester, FAME) 함량 반응치에 대한 회귀방정식을 유도할 수 있으며, 이는 최적화 도구를 사용하기 위한 필수적인 단계이다. 본 실험에서는 반응표면분석법 중 중심합성계획모델의 회귀방정식 모델로 사용되는 식을 사용하였으며, 이 식에 모델링 후 각 산가 별 FAME 함량에 대한 회귀방정식을 유도하였다. 각각의 산가에 대한 회귀방정식은 2.0과 3.0 mg KOH/g의 산가 순으로 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$\begin{aligned} \text{FAME}_{2.0} = & 25.3 + 11.57x_1 + 0.1408x_2 + 2.34x_3 - 1.158x_1^2 \\ & - 0.000146x_2^2 - 0.147x_3^2 \end{aligned} \quad (3)$$

$$\begin{aligned} \text{FAME}_{3.0} = & 4.20 + 17.96x_1 + 0.1430x_2 + 2.08x_3 - 1.773x_1^2 - 0.000137x_2^2 \\ & - 0.097x_3^2 + 0.00095x_1x_2 - 0.04x_1x_3 - 0.00048x_2x_3 \end{aligned} \quad (4)$$

여기서 x_1 는 마이크로웨이브 조사시간, x_2 는 마이크로웨이브 조사세기, x_3 는 메탄올/유지 몰비를 나타낸다.

Figure 1은 산가 2.0 mg KOH/g의 폐식용유를 중심합성계획모델에 적용해 설정된 변수에 따라 제조한 바이오디젤의 FAME 함량을 3차원 그래프와 등고선도로 나타낸 그림이다. 등고선도는 3차원 그래프에서 볼 수 없는 영역을 더욱 입체감 있게 분석할 수 있고, 이 장점을 이용해 3차원 관측에 대한 변수 각각의 효과를 살펴볼 수 있다. 각 변수에 따른 제조된 바이오디젤의 FAME 함량은 기초실험 결과와 마찬

Table 1. Basic Experiment Setup of Methanolysis Using Response Surface Methodology

| | C1 | C2 | C3 | C4 | C5 | C6 | C7 |
|----|----------|---------|------------|-------|------------------------|-------------------------|---------------------|
| | Std. No. | Run No. | Point type | Block | Irradiation time [min] | MeOH/oil mole ratio [-] | Microwave power [W] |
| 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 4 | 7 | 400 |
| 2 | 16 | 2 | 0 | 1 | 5 | 8 | 500 |
| 3 | 15 | 3 | 0 | 1 | 5 | 8 | 500 |
| 4 | 7 | 4 | 1 | 1 | 4 | 9 | 600 |
| 5 | 6 | 5 | 1 | 1 | 6 | 7 | 600 |
| 6 | 18 | 6 | 0 | 1 | 5 | 8 | 500 |
| 7 | 5 | 7 | 1 | 1 | 4 | 7 | 600 |
| 8 | 17 | 8 | 0 | 1 | 5 | 8 | 500 |
| 9 | 8 | 9 | 1 | 1 | 6 | 9 | 600 |
| 10 | 19 | 10 | 0 | 1 | 5 | 8 | 500 |
| 11 | 3 | 11 | 1 | 1 | 4 | 9 | 400 |
| 12 | 14 | 12 | -1 | 1 | 5 | 8 | 668.1793 |
| 13 | 10 | 13 | -1 | 1 | 6.681793 | 8 | 500 |
| 14 | 4 | 14 | 1 | 1 | 6 | 9 | 400 |
| 15 | 2 | 15 | 1 | 1 | 6 | 7 | 400 |
| 16 | 12 | 16 | -1 | 1 | 5 | 9.681793 | 500 |
| 17 | 11 | 17 | -1 | 1 | 5 | 6.318207 | 500 |
| 18 | 13 | 18 | -1 | 1 | 5 | 8 | 331.8207 |
| 19 | 9 | 19 | -1 | 1 | 3.318207 | 8 | 500 |
| 20 | 20 | 20 | 0 | 1 | 5 | 8 | 500 |

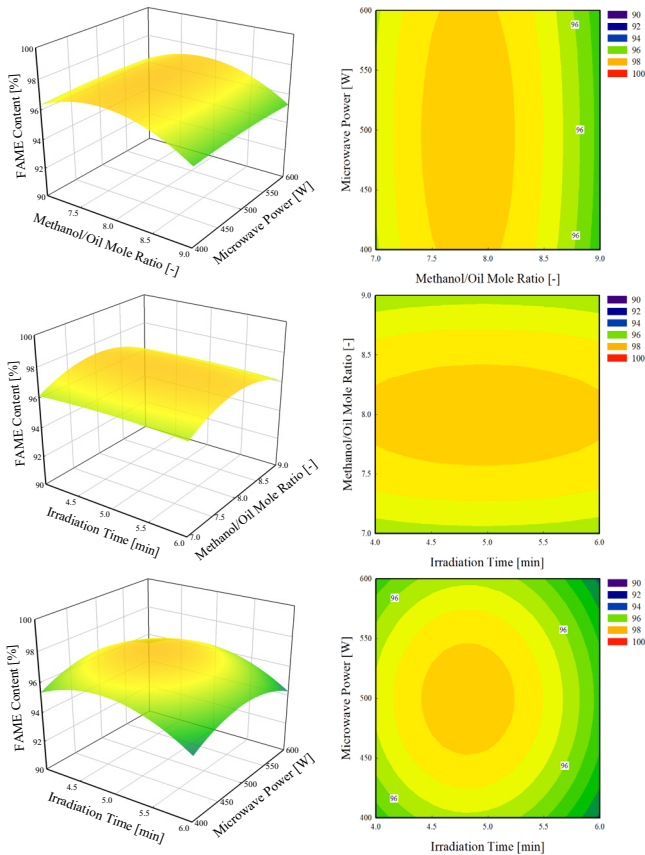


Figure 1. 3D surface and contour graph of FAME content according to various variables using waste cooking oil with 2.0 mg KOH/g of acid value.

가지로 마이크로웨이브 조사시간 및 마이크로웨이브 조사세기와 메탄올/유지 몰비가 증가함에 따라 FAME 함량이 증가하다 감소하는 경향을 나타내었다. 또한 회귀방정식 통해 확인할 수 있는 주효과도인 마이크로웨이브 조사시간, 마이크로웨이브 조사세기, 메탄올/유지 몰비가 범위 내에서 반응치에 미치는 정도를 수치화하면 (마이크로웨이브 조사시간) : (마이크로웨이브 조사세기) : (메탄올/유지 몰비) = 1 : 0.012 : 0.202의 비율로 나타난다. 이는 마이크로웨이브 조사시간이 1 min 증가하면 FAME 함량은 11.57%가 증가하고, 마이크로웨이브 조사세기가 100 W 증가하면 14.08% 증가하며, 메탄올/유지 몰비가 1 증가하면 FAME 함량은 2.34% 증가한다는 것을 의미한다. 또한 독립변수의 제곱에 따른 교호효과 (마이크로웨이브 조사시간)² : (마이크로웨이브 조사세기)² : (메탄올/유지 몰비)² = 1 : 0.000126 : 0.127이다. 주효과와 교호효과를 동시에 고려할 경우 마이크로웨이브 조사시간이 1 min 증가하면 FAME 함량은 10.41%가 증가하고, 마이크로웨이브 조사세기가 100 W 증가하면 12.62% 증가하며, 메탄올/유지 몰비가 1 증가하면 FAME 함량은 2.19% 증가함을 알 수 있었다.

Figure 2는 산가 3.0 mg KOH/g의 폐식용유로 제조한 바이오디젤의 FAME 함량을 3차원 그래프와 등고선도로 나타낸 그림이다. 각 변수에 따른 제조된 바이오디젤의 FAME 함량은 위 산가 2.0, 2.5 mg KOH/g에서의 결과와 같이 마이크로웨이브 조사시간 및 마이크로웨이브 조사세기와 메탄올/유지 몰비가 증가함에 따라 FAME 함량이 증가하다 감소하는 경향을 나타내었다. 또한 회귀방정식 통해 확인할 수 있는 주효과도와 교호효과도를 동시에 고려할 경우 마이크로웨이브 조사시간이 1 min 증가하면 FAME 함량은 13.265%가 증가하고, 마이크로웨이브 조사세기가 100 W 증가하면 13.021% 증가하며, 메탄올/유지 몰비가 1 증가하면 FAME 함량은 1.54% 증가함을 알 수 있었다. 주효과도 및 교호효과도의 합당성을 분석하기 위해 적합성 결여(lack of conformity)의 정확도, 즉 오차율에 대한 확률의 척도를 나

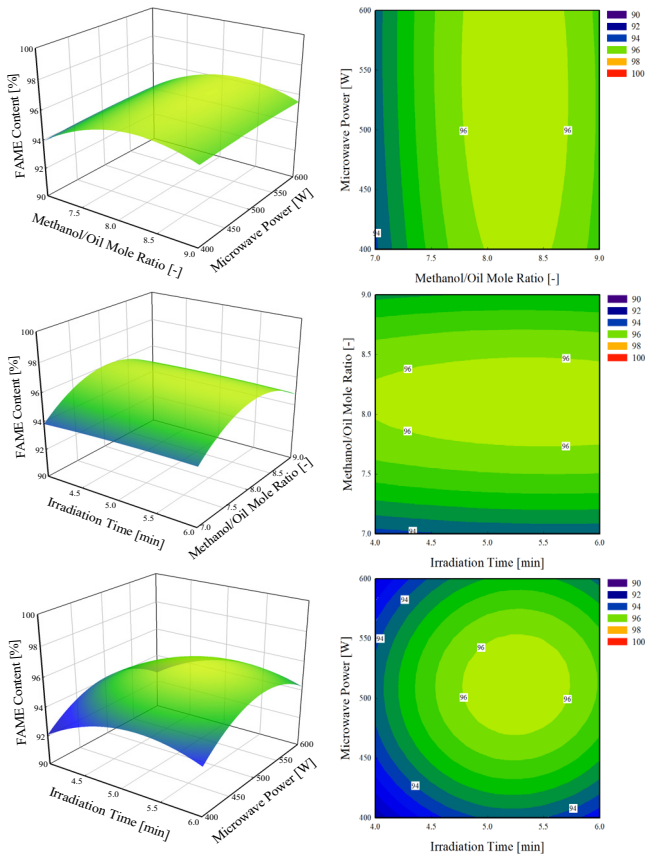


Figure 2. 3D surface and contour graph of FAME content according to various variables using waste cooking oil with 3.0 mg KOH/g of acid value.

타내는 유의확률(*p*-value)을 분석해야 한다. 일반적으로 유의확률이 유의수준보다 작게 나타나면 수리통계학적으로 실제로 실험값을 통해 분석한 이론값을 채택할 타당한 근거를 나타낸다. 세 조건의 산가에서 제조된 바이오디젤의 FAME 함량의 경우, 적합성 결여 및 순수 오차의 유의확률이 유의수준인 0.05보다 낮은 값인 0.001 이하인 값을 나타내어 충분히 경향성이 나타났으며, 실제값과 이론적인 값의 오차가 적어 반응표면분석법을 통해 도출한 회귀방정식의 모델링이 적합하였다.

3.2. 반응표면분석법을 이용한 동점도의 최적화

반응표면분석법의 실험 계획법으로 실시한 20개의 실험 결과값을 바탕으로 마이크로웨이브 조사시간, 마이크로웨이브 조사세기, 메탄올/유지 몰비의 세 독립변수의 동점도에 대한 영향을 회귀방정식으로 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$KV_{2.0} = 7.052 - 0.492x_1 - 0.00606x_2 - 0.089x_3 + 0.04927x_1^2 + 0.000006x_2^2 + 0.0056x_3^2 - 0.000001x_1x_2 - 0.00001x_1x_3 \quad (5)$$

$$KV_{3.0} = 8.210 - 0.820x_1 - 0.00646x_2 - 0.070x_3 + 0.08070x_1^2 + 0.000006x_2^2 + 0.0029x_3^2 - 0.000039x_1x_2 + 0.0019x_1x_3 + 0.000022x_2x_3 \quad (6)$$

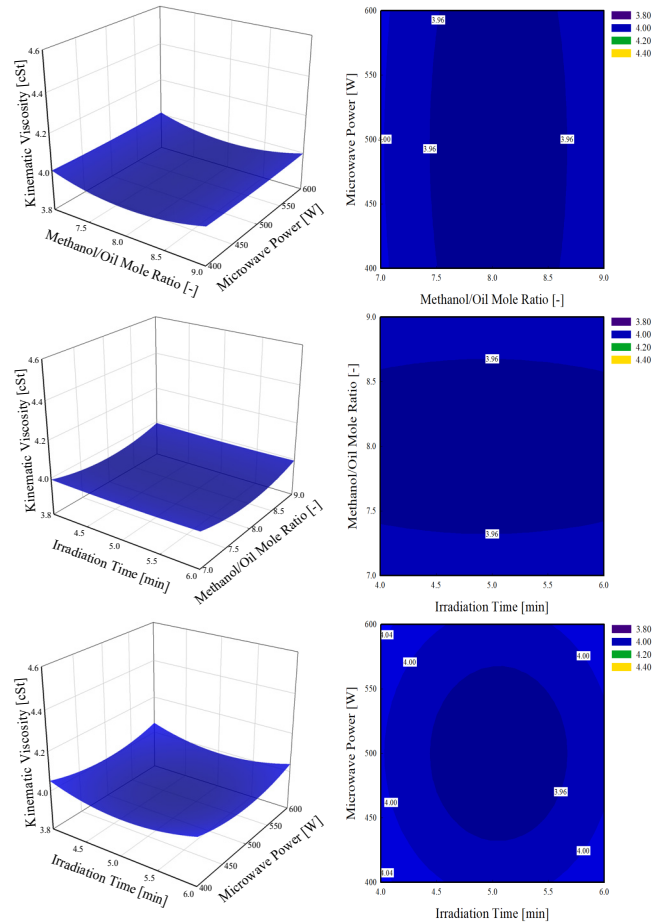


Figure 3. 3D surface and contour graph of kinematic viscosity according to various variables using waste cooking oil with 2.0 mg KOH/g of acid value.

Figure 3은 산가 2.0 mg KOH/g의 폐식용유 원료 바이오디젤의 동점도를 3차원 그래프와 등고선도로 나타낸 그림이다. 이러한 3차원 그림은 FAME 함량과 마찬가지로 관측에 대한 변수의 주효과도, 교호효과도, 적합성 결여 등을 종합하여 회귀방정식을 분석 및 평가할 수 있다. 각 변수에 따른 제조된 바이오디젤의 동점도는 마이크로웨이브 조사시간 및 조사세기와 메탄올/유지 몰비가 증가함에 따라 감소하다가 증가하는 경향을 나타내었으며, FAME 함량에 비해 그 변화량이 작았다. 회귀방정식 통해 확인할 수 있는 주효과도인 마이크로웨이브 조사시간, 마이크로웨이브 조사세기, 메탄올/유지 몰비가 동점도에 영향은 1 : 0.0123 : 0.1809로 나타났다. 또한 독립변수의 제곱에 따른 교호효과도 (마이크로웨이브 조사시간)² : (마이크로웨이브 조사세기)² : (메탄올/유지 몰비)² = 1 : 0.0001218 : 0.1137이고, 각 두 독립변수의 곱을 나타내는 교호효과도는 (조사시간 × 조사세기) : (조사시간 × 메탄올/유지 몰비) : (조사세기 × 메탄올/유지 몰비) = 1 : 10 : 0이었다. 따라서 주효과와 교호효과를 동시에 고려할 경우 조사시간이 1 min 증가하면 동점도는 0.44328 cSt가 변하고, 조사세기가 100 W 증가하면 -0.5465 cSt, 메탄올/유지 몰비가 1 증가하면 동점도는 -0.08539 cSt 변함을 알 수 있었다.

Figure 4는 폐식용유의 산가 3.0 mg KOH/g일 때 제조된 바이오디젤의 동점도를 3차원 그래프와 등고선도로 나타낸 그림이다. 각 변수에 따라 제조된 바이오디젤의 동점도는 다른 산가의 바이오디젤과 동

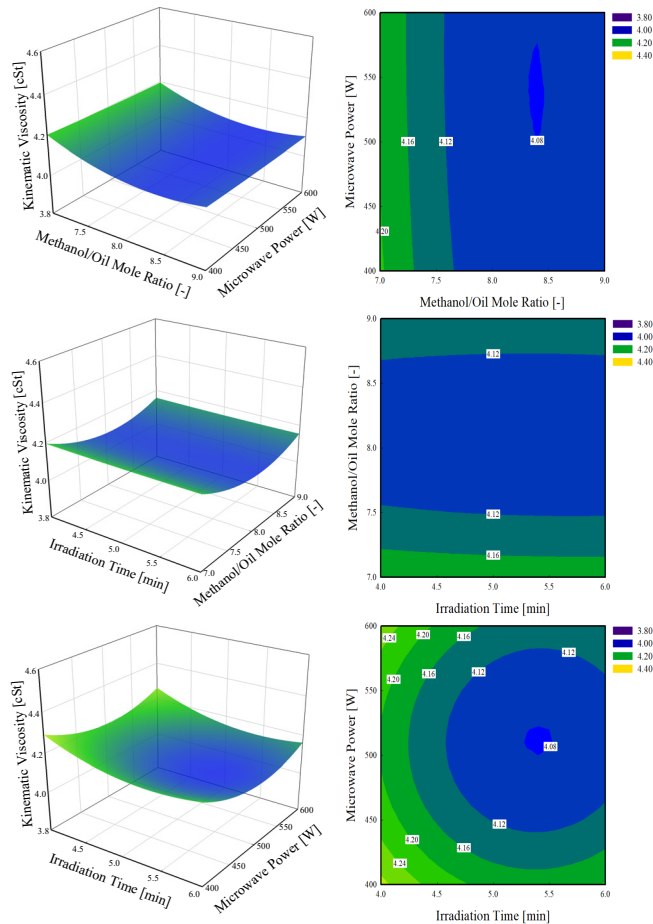


Figure 4. 3D surface and contour graph of kinematic viscosity according to various variables using waste cooking oil with 3.0 mg KOH/g of acid value.

일하였다. 회귀방정식 통해 확인할 수 있는 주효과도와 교호효과도를 동시에 고려할 경우 마이크로웨이브 조사시간이 1 min 증가하면 동점도는 -0.7436 cSt가 변하고, 마이크로웨이브 조사세기가 100 W 증가하면 -0.5879 cSt 변하며, 메탄올/유지 물비가 1 증가하면 동점도는 -0.6345 cSt 변함을 알 수 있었다. 이때 주효과도 및 교호효과도의 합당성 분석을 위한 유의확률은 세 가지 산가의 식용유원료 바이오디젤의 동점도 모두 유의수준인 0.05보다 낮은 값인 0.01 이하인 값을 나타내었다. 이는 FAME 함량에 비해 큰 유의확률이지만 이는, 동점도의 절대값이 낮아 수치변화가 상대적으로 더 크기 때문이라 사료된다. 경향성의 신뢰성도 타당한 근거를 갖기 때문에 반응표면분석법을 통해 도출한 회귀방정식의 모델링이 적합하였다고 사료된다.

3.3. 종합만족도 평가

실험 결과 값을 이용하여 중심합성계획모델에 의한 최적값을 얻으려면 반응 최적화 도구, 즉 목표 값을 설정하면 회귀방정식을 연립해 목표 값에 도달하게 만들어주는 도구를 이용해야 한다. 이는 변수의 범위의 중간 값을 대입한 후에, 두 회귀방정식을 연립해서 얻은 후 시행오차법(trial and error method)을 이용해 목표 값에 수렴하게 만들어주는 도구이며, 이를 사용함으로써 더 정확한 계산이 이루어진다. 위 도구를 이용하기 위해서는 첫 번째로 목표 값의 설정을 해야 한다. 이를 위해 본 연구에서는 FAME 함량의 경우 목표 값을 100%로 설정하

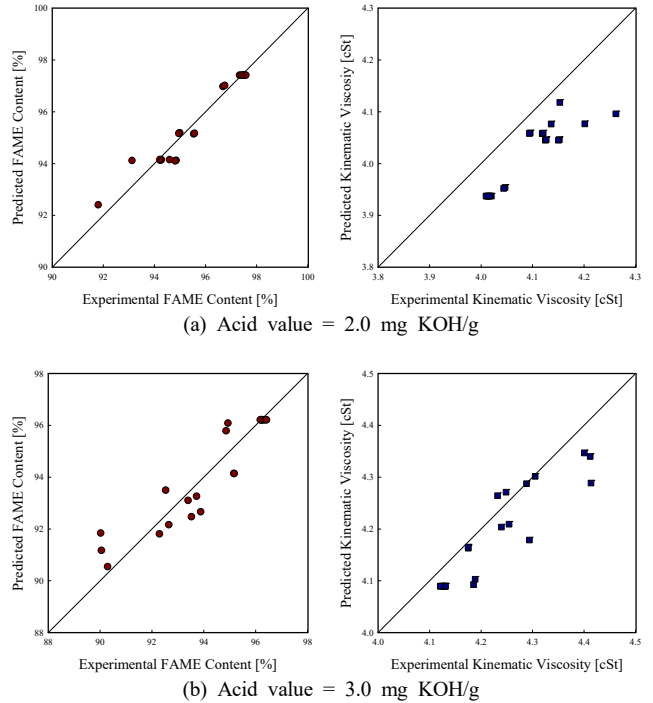


Figure 5. Scatter plot of FAME content and kinematic viscosity of waste cooking oil based biodiesel.

였고, 동점도는 모든 범위에서 바이오디젤의 품질규격을 만족하므로 최소값으로 설정하여 최적화 그래프를 설계하였다.

Figure 5는 최적화도구의 신뢰도를 평가하기 위한 그래프로써, 실험 값과 회귀방정식에서 도출한 이론값의 분포를 나타낸 그래프이다. 정밀도는 산가가 증가할수록 감소하였으며, 이는 유지의 불안정한 반응 때문이라고 사료된다. 또한 동점도의 정밀도가 FAME 함량에 비해 낮는데 이는 동점도의 절대값이 작기 때문이라고 사료되며, 절대오차를 비교했을 시 동점도가 FAME 함량에 비해 더 낮은 오차를 나타냈다. 각 산가별 FAME 함량 평균 오차율은 낮은 순서대로 4.43, 5.25, 5.89%를 나타내었고, 동점도의 평균 오차율은 7.32, 7.75, 8.35%를 나타내었다. 이는 다른 분야에 실험을 반응표면분석법에 적용했을 때에 비교하여 충분히 신뢰도가 있으며 합당성이 있다고 판단할 수 있다[11,12].

4. 결 론

본 연구에서는 산가가 다른 폐식용유를 이용하여 중심합성계획모델의 독립변수(마이크로웨이브 조사시간, 마이크로웨이브 조사세기, 알코올/유지 물비)에 변화시켜 바이오디젤을 제조한 후 반응치인 지방산 알킬에스터 함량 및 동점도의 최적값을 만족시키기 위해 반응표면분석법 중 중심합성계획모델을 이용하여 최적화 과정을 진행하였다. 마이크로웨이브를 이용한 폐식용유 원료 바이오디젤 제조 결과 FAME 함량 및 동점도는 마이크로웨이브 조사세기가 가장 큰 영향을 미치는 것을 알 수 있었다. 또한 중심합성계획모델에 의해 산출된 최적조건은 산가 2.0와 3.0 mg KOH/g인 폐식용유에 대해 각각 마이크로웨이브 조사시간(5.0, 5.1 min), 마이크로웨이브 조사세기(481.3, 525.5 W), 메탄올/유지 물비(7.9, 8.4)의 조건에서 FAME 함량(97.49, 96.34%)과 동점도(4.01, 4.12 cSt)로 예측되었고, 이를 실험을 통해 확인한 결과 FAME 함량(97.82, 96.42%)과 동점도(4.07, 4.16 cSt)로 측정되어 평균

Comprehensive Satisfaction = 0.9849

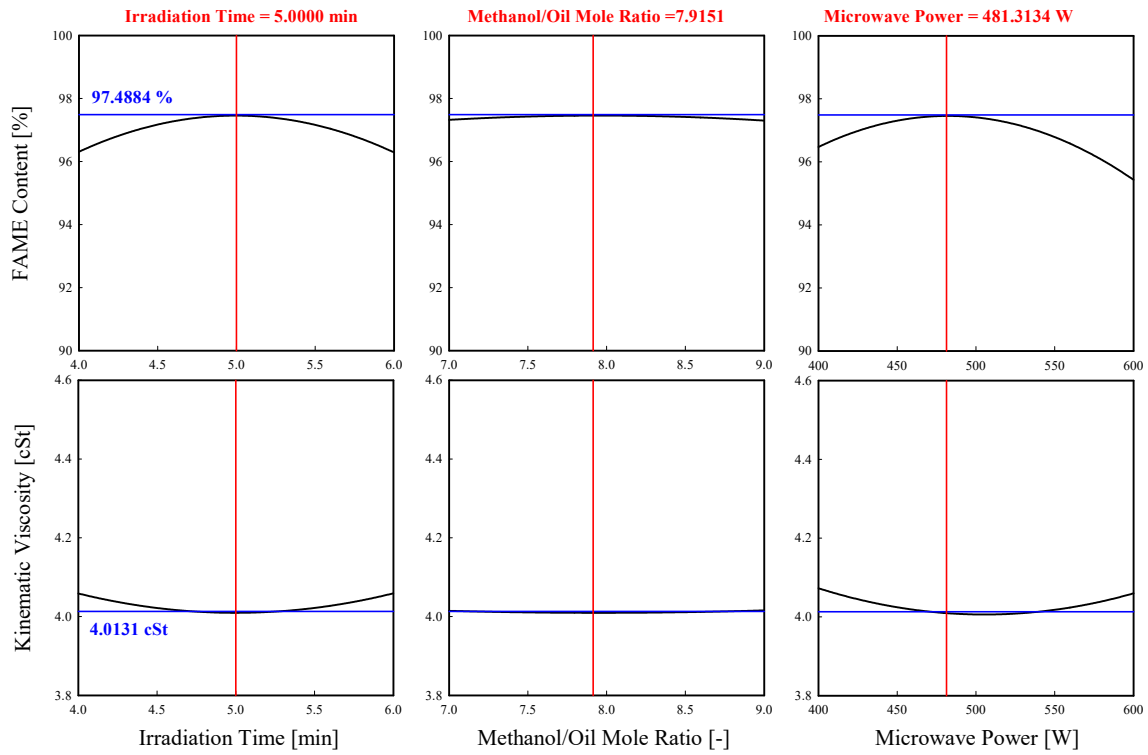


Figure 6. Multiple optimization graph of FAME content and kinematic viscosity using waste cooking oil with 2.0 mg KOH/g of acid value.

Comprehensive Satisfaction = 0.9888

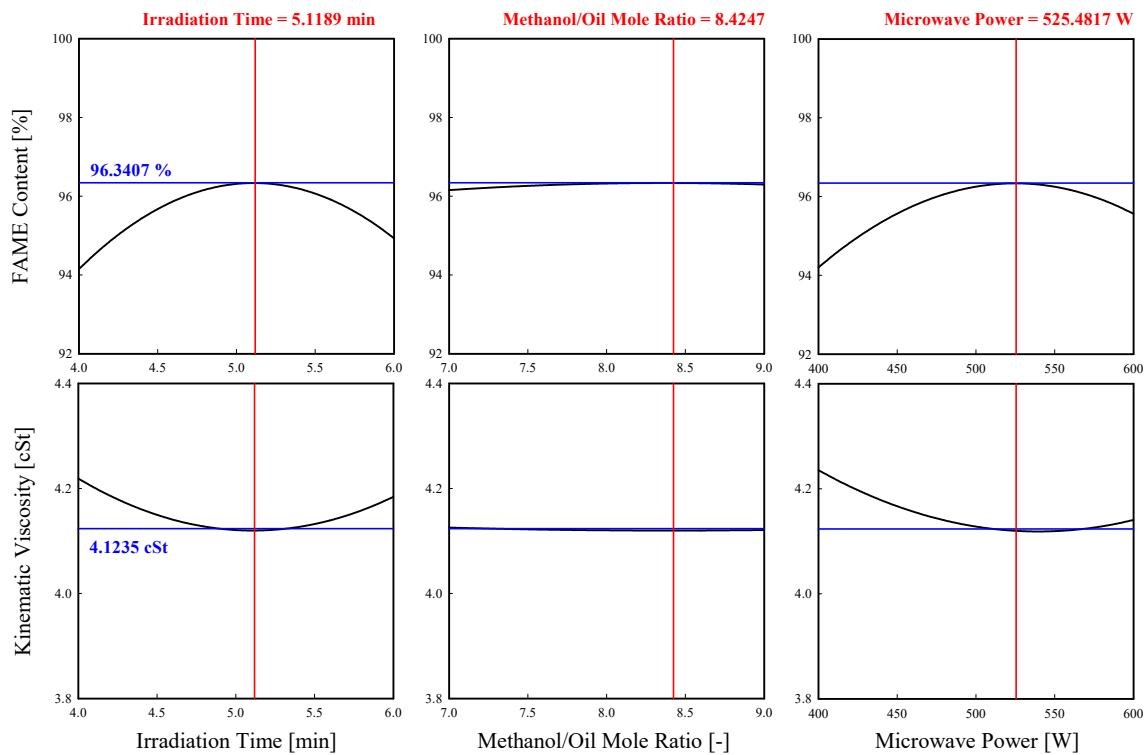


Figure 7. Multiple optimization graph of FAME content and kinematic viscosity using waste cooking oil with 3.0 mg KOH/g of acid value.

오차율은 각각 0.22, 0.98%로 나타났다. 따라서 바이오디젤 제조공정에 대한 반응표면분석의 적용은 낮은 오차율을 얻을 수 있고, 충분히 합당성이 있다고 판단할 수 있었다.

감 사

이 연구는 2018학년도 단국대학교 대학연구비 지원으로 연구되었음.

References

1. M. Anwar, M. G. Rasul, and N. Ashwath, Production optimization and quality assessment of papaya (*Carica papaya*) biodiesel with response surface methodology, *Energy Convers. Manage.*, **156**, 103-112 (2018).
2. H. Hamze, M. Akia, and F. Yazdani, Optimization of biodiesel production from the waste cooking oil using response surface methodology, *Process Saf. Environ. Prot.*, **94**, 1-10 (2015).
3. Y. Kassem, H. Camur, and E. Esenel, Adaptive neuro-fuzzy inference system (ANFIS) and response surface methodology (RSM) prediction of biodiesel dynamic viscosity at 313 K, *Procedia Comput. Sci.*, **120**, 521-528 (2017).
4. A. S. Nejad and A. R. Zahedi, Optimization of biodiesel production as a clean fuel for thermal power plants using renewable energy source, *Renew. Energy*, **119**, 365-374 (2018).
5. K. Varatharajan and D. S. Pushparani, Screening of antioxidant additives for biodiesel fuels, *Renew. Sust. Energ. Rev.*, **82**, 2017-2028 (2018).
6. S. Madiwale, A. Karthikeyan, and V. Bhojwani, Properties investigation and performance analysis of a diesel engine fuelled with *Jatropha*, Soybean, Palm and Cottonseed biodiesel using Ethanol as an additive, *Mater. Today : Proc.*, **5**, 657-664 (2018).
7. K. J. Rao, B. Vaidhyanathan, M. Ganguli, and P. A. Ramakrishnan, Synthesis of inorganic solids using microwaves, *Chem. Mater.*, **11**, 882-895 (1999).
8. J. C. Farinas, R. Moreno, A. Perez, M. A. Garcia, M. Garcia-Hernandez, M. D. Salvador, and A. Borrell, Microwave-assisted solution synthesis, microwave sintering and magnetic properties of cobalt ferrite, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **38**, 2360-2368 (2018).
9. M. Shen, L. Fu, J. Tang, M. Liu, Y. Song, F. Tian, Z. Zhao, Z. Zhang, and D. D. Dionysiou, Microwave hydrothermal-assisted preparation of novel spinel-NiFe₂O₄/natural mineral composites as microwave catalysts for degradation of aquatic organic pollutants, *J. Hazard. Mater.*, **350**, 1-9 (2018).
10. A. R. Gupta and V. K. Rathod, Calcium diglyceroxide catalyzed biodiesel production from waste cooking oil in the presence of microwave: Optimization and kinetic studies, *Renew. Energy*, **121**, 757-767 (2018).
11. P. E. Ohale, C. F. Uzoh, and O. D. Onukwuli, Optimal factor evaluation for the dissolution of alumina from Azaraegbelu clay in acid solution using RSM and ANN comparative analysis, *S. Afr. J. Chem. Eng.*, **24**, 43-54 (2017).
12. Y. H. Tan, M. O. Abdullah, C. Nolasco-Hipolito, and N. S. A. Zauzi, Application of RSM and Taguchi methods for optimizing the transesterification of waste cooking oil catalyzed by solid ostrich and chicken-eggshell derived CaO, *Renew. Energy*, **114**, 437-447 (2017).