บทที่ 2

วิธีการวิจัย

1. <u>สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในกระบวนการผลิต</u>

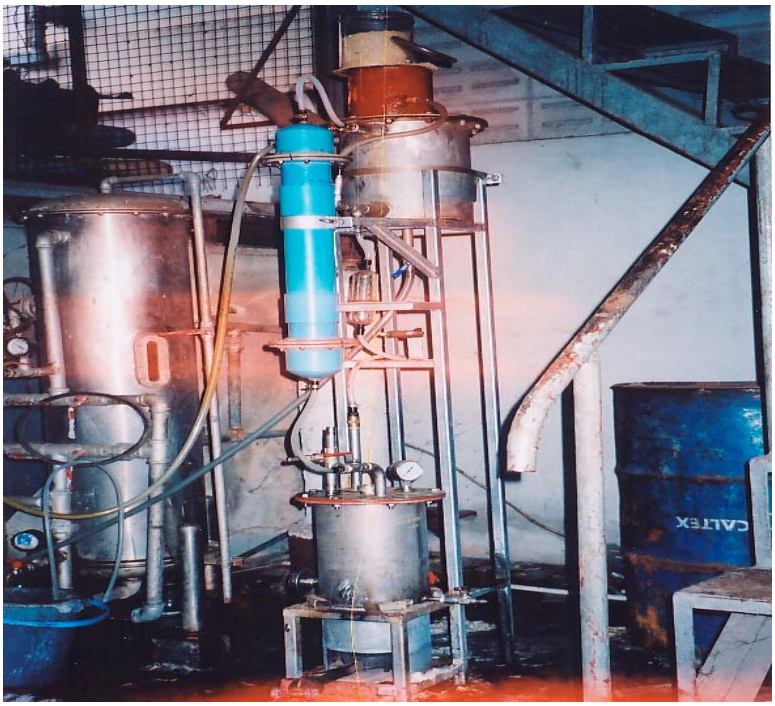
1.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

- ไขน้ำมันเสีย (Waste Palm oil บริษัทสตูลปาล์มอินดัสทรี)
- โซดาไฟ (NaOH commercial grade)
- เมทานอล (Methanol commercial grade)
- กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4 commercial grade)
- อินดิเคเตอร์ (Phenolphthalein)
- ตัวดูดซับ Zeolite UOP, Uniliver Oil Product)
- น้ำกลั่น

1.2 อุปกรณ์

- Volumetric flask 500 ml,1000 ml
- Screw capped bottle 250 ml
- Burette
- Pipette 25ml ,5ml
- Water bath
- Thermometer
- กรวยแยก
- กรวยแก้ว
- เครื่องกรองลดความดันแบบ bushner
- บีกเกอร์ 500 ml ,1000 ml
- กระบอกตวง 100 ml
- แท่งแก้วคน
- ชุดทำปฏิกิริยาศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสม (ภาพประกอบ 12 ,ภาคผนวก ข-1)
- ชุดต้นแบบในการผลิตเมทิลเอสเตอร์แบบกะ (ภาพประกอบ 13 ,ภาคผนวก ข-1)
- ชุดกลั่นใส (ภาพประกอบ 14 ,ภาคผนวก ข-1)

- เตาแก๊ส
- เครื่องมือวิเคราะห์ Thin Layer Chromatography (TLC)



ภาพประกอบที่ 6 ชุดทำปฏิกิริยาศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสม

ภาพประกอบที่ 7 ชุดต้นแบบในการผลิตเมทิลเอสเตอร์แบบกะ

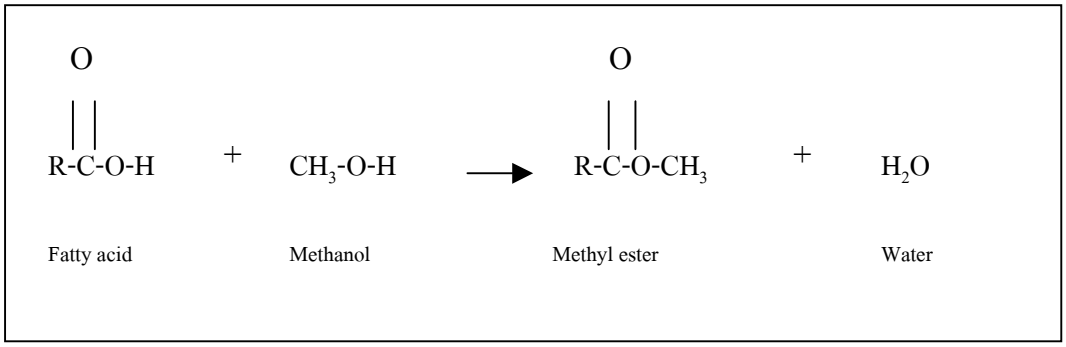
ภาพประกอบ 8 ชุดกลั่นใส

2. <u>กระบวนการผลิตในงานวิจัย</u>

การวิจัยพื้นฐานของกระบวนการผลิตเมทิลเอสเตอร์จาก PFAD ได้ดำเนินการแล้วในรูปของโครงงานนักศึกษาของนักศึกษาภาควิชาวิศวกรรมเคมี ซึ่งเสร็จสิ้นในเดือนกันยายน 2545 (คู่จันทร์ และแสงแข, 2545) โดยทั่วไปการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเตอริฟิเคชันของน้ำมันพืชเป็นเมทิลเอสเตอร์โดยทำปฏิกิริยากับเมทานอลจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแอลคาไล (โซดาไฟ หรือ โปแตสเซียมไฮดรอกไซด์) ซึ่งเกิดปฏิกิริยาเร็วและบริบูรณ์ โดยใช้สัดส่วนเมทานอลเกินพอประมาณ 100% และตัวเร่งปฏิกิริยา 0.3-1% โดยน้ำหนักของน้ำมันพืช ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิประมาณจุดเดือดหรือต่ำกว่าจุดเดือดของแอลกอฮอล์เล็กน้อย คือประมาณ 70-75 $^{\circ}$C ซึ่งใช้เวลาทำปฏิกิริยาทั้งหมดประมาณ 3 ชั่วโมง และได้ผลผลิตพลอยได้คือกลีเซอริน แต่เมื่อสารตั้งต้นเป็น PFAD จะไม่สามารถใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแอลคาไลได้เพราะจะทำปฏิกิริยากับสารตั้งต้น PFAD เป็นสบู่ก่อนและไม่เกิดปฏิกิริยา ทรานส์เอสเตอริฟิเคชัน ดังนั้นจึงต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรด เช่น กรดซัลฟิวริก แทนการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากรดนี้จะใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาให้บริบูรณ์นานกว่าและต้องใช้

ปริมาณเมทานอลสูงกว่า ตลอดจนอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาจะต้องสูงกว่าจุดเดือดของแอลกอฮอล์ ซึ่งได้ใช้อุณหภูมิ 98 °C ในการทดลองระบบปิด ของขวด screw-capped ซึ่งผลการศึกษาพบว่า เมื่อใช้เวลาการเกิดปฏิกิริยา 12 ชั่วโมง จะให้ผลผลิตที่มีเมทิลเอสเตอร์สูงกว่า 98% โดยใช้สัดส่วนโดยน้ำหนักของ PFAD ต่อเมทานอลเป็น 60:40 ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากรดซัลฟิวริก 1% โดยน้ำหนักของ PFAD โดยได้ผลได้ (yield) ประมาณ 100%

การเกิดปฏิกิริยาของ PFAD กับเมทานอลจะเป็นไปดังนี้

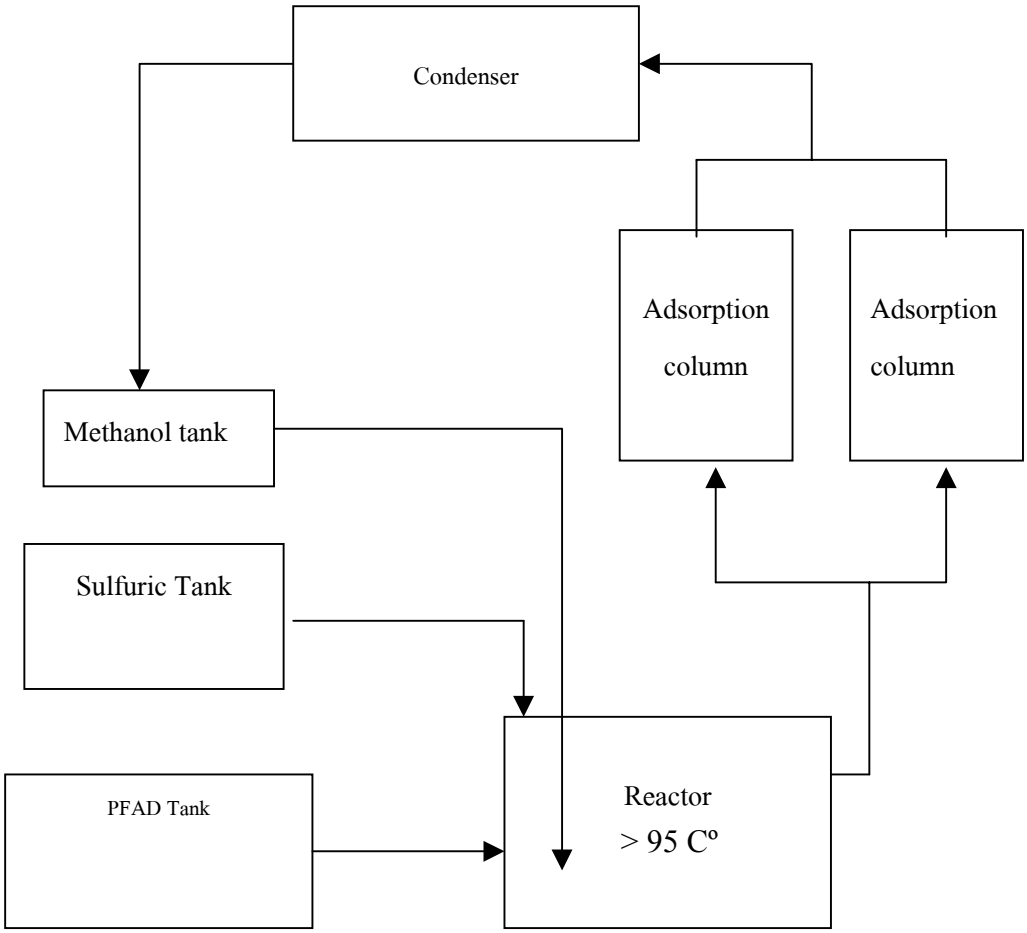


แทนโซ่ไฮโดรคาร์บอนต่าง ๆ

ภาพประกอบ 9 ปฏิกิริยาของ PFAD กับเมทานอล

จากสมการจะเห็นว่ากลุ่มของเมทิล (CH_3) จะเข้าไปแทนที่ไฮโดรเจน ซึ่งจะทำให้เมทิลเอสเตอร์มีน้ำหนักสูงกว่ากรดไขมัน ดังนั้นหากปฏิกิริยาเกิดบริบูรณ์ 100 % ควรจะได้เมทิลเอสเตอร์หนักกว่าน้ำหนักกรดไขมันเริ่มต้น และผลผลิตอีกตัวคือน้ำ ปฏิกิริยานี้เป็นปฏิกิริยาผันกลับได้

สมมุติฐานการวิจัยในการทดลองนี้คือ ปฏิกิริยาจะเกิดได้เร็วขึ้นเมื่อมีการแยกเอาผลผลิตตัวใดตัวหนึ่งออกจากเฟสของสารทำปฏิกิริยา ซึ่งผลผลิตปริมาณน้อยกว่าที่ควรแยกออกคือน้ำ ซึ่งจะกลายเป็นไอที่อุณหภูมิสูงได้ง่าย แต่ในขณะเดียวกันเมทานอลซึ่งกลายเป็นไอที่ง่ายกว่าก็จะแยกออกไปพร้อมกับน้ำเช่นเดียวกัน ดังนั้นแนวคิดในการออกแบบกระบวนการผลิตที่ครบวงจรจะเป็นไปดังแผนภาพต่อไปนี้



ภาพประกอบ 10 กระบวนการผลิตเมทิลเอสเตอร์จากไขน้ำมันเสียในชุดทำปฏิกิริยา

ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสม

ในกระบวนการผลิตนี้จะกระทำในถังปฏิกรณ์ทรงกระบอกสูง โดยการเติม PFAD เข้ามายังถังปฏิกรณ์และเติมกรดซัลฟิวริก จากนั้นจะให้ความร้อนแก่วัตถุดิบจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการ หลังจากนั้นจะปล่อยให้เมทานอลเข้าที่บริเวณก้นถัง เมทานอลจะกลายเป็นไอและทำปฏิกิริยากับ PFAD ในระหว่างที่ลอยขึ้นด้านบน เมทานอลที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาสภาพไอและน้ำจะถูกส่งเข้าหอดูดซับ ซึ่งจะจับน้ำไว้และปล่อยให้เมทานอลผ่านไป (เทคโนโลยีใหม่ในการทำให้บริสุทธิ์ของเอทิลแอลกอฮอล์จาก 95% เป็น 99.5%) ไอเมทานอลจะถูกควบแน่นและส่งกลับไปยังถังเก็บ และป้อนกลับไปยังถังปฏิกรณ์ เมื่อปฏิกิริยาเกิดบริบูรณ์แล้ว (อาจสังเกตได้จากอัตราการควบแน่นของเมทานอลที่สูงขึ้น) ก็จะหยุดการป้อนเมทานอลระเหยเมทานอลออกจากเมทิลเอสเตอร์จนหมด จาก

นั้นจึงนำเมทิลเอสเตอร์ออกไปล้างด้วยน้ำจนปราศจากกรดซัลฟิวริกและระเหยน้ำออกในขั้นตอนสุดท้าย

เมื่อหอดูดซับอิ่มตัวด้วยน้ำ สารดูดซับก็จะถูกฟื้นฟูสภาพด้วยการผ่านด้วยอากาศร้อนอุณหภูมิสูง ซึ่งสารดูดซับจะมีอายุการใช้งานมากกว่า 5 ปี

(หมายเหตุ กระบวนการผลิตนี้อยู่ในระหว่างการเตรียมการเพื่อขอจดสิทธิบัตรของมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ กระบวนการผลิตนี้มีความใหม่ในการใช้ตัวดูดซับแยกไอน้ำออกจากไอเมทานอลและนำไอเมทานอลกลับมารีไซเคิลใหม่ ซึ่งเหมาะสมกับการผลิตขนาดกลาง)

แนวทางการผลิตด้วยวิธีนี้ จะมีแนวโน้มที่จะใช้เวลาการผลิตสั้นลง แต่ยังมีประเด็นสำคัญที่ต้องศึกษาเกี่ยวกับอัตราการป้อนเมทานอล และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา รวมทั้งความสูงของ PFAD ที่จะสอดคล้องกับเวลา retention ของเมทานอลที่จะสัมผัสกับ PFAD เป็นปัญหาเชิงวิศวกรรมอื่น ๆ

ในงานวิจัยนี้จะใช้ PFAD ผลิตเมทิลเอสเตอร์ในเบื้องต้น เพื่อทดสอบกระบวนการผลิต และหาขนาดของอุปกรณ์แต่ละหน่วยในกระบวนการผลิต แล้วจึงใช้น้ำมันในบ่อน้ำทิ้งโรงงานปาล์มในการผลิตจริง ด้านการวิเคราะห์ผลจะใช้การส่งตัวอย่างมาวิเคราะห์ที่มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ บางส่วนจะจ้างวิเคราะห์จากภายนอก

3. <u>กระบวนการผลิตเมทิลเอสเตอร์จากไขน้ำมันเสีย โดยใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในชุดทำปฏิกิริยาเพื่อศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสม</u>

3.1 นำไขน้ำมันเสียมาอุ่นที่อุณหภูมิ 80 °C และเตรียม ไขน้ำมันเสีย : เมทานอล ในอัตราส่าน 1:1.4 โดยน้ำหนัก

3.2 เตรียม กรดซัลฟิวริก 1% โดยปริมาตรของน้ำหนักน้ำมันเท่ากับ 10 มิลลิลิตร

3.3 นำไขน้ำมันเสีย เมทานอล และกรดซัลฟิวริก ใส่ในถังปฏิกิริยา

3.4 ตรวจสอบระบบโดยเปิดระบบน้ำหล่อเย็น เปิดวาล์วระบายอากาศป้องกันความดันที่สูงขึ้นในกระบวนการ

3.5 ให้ความร้อนโดยให้ได้อุณหภูมิ 95 °C นาน 3 ชั่วโมง ตามทฤษฎีเบื้องต้น

3.6 ปิดเตา ปิดระบบน้ำหล่อเย็น ทิ้งไว้ให้เย็นแล้วสังเกตผลที่ได้

3.7 คำนวณสมดุลมวลสาร และนำผลที่ได้ไปวิเคราะห์องค์ประกอบโดยใช้เครื่องมือวิเคราะห์ Thin Layer Chromatography (TLC) บันทึกผลการทดลอง

3.8 ทำการทดลองในขวดปิดสนิท (Screw capped bottle) เทียบกับการทดลองในชุดทำปฏิกิริยาเพื่อศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสม

3.9 ทดลองเปลี่ยนแปลงเวลาจาก 3 ชั่วโมง เป็น 4 และ 6 ชั่วโมง ตามลำดับ

3.10 วิเคราะห์ผลและสรุปผลการทดลอง

4. <u>กระบวนการผลิตในชุดต้นแบบของการผลิตเมทิลเอสเตอร์แบบกะและชุดกลั่นใส</u>

กระบวนการผลิตเมทิลเอสเตอร์จากไขน้ำมันปาล์มของระบบบำบัดน้ำเสียโรงงานสกัดน้ำมันปาล์มขนาดใหญ่ มีขั้นตอนรวม 7 ขั้นตอน ดังแสดงในภาพประกอบ 11 และในแต่ละขั้นตอนมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

4.1 กระบวนการเตรียมไขน้ำมันปาล์ม (Pre treating)

โดยนำไขน้ำมันปาล์มจากบ่อบำบัดน้ำเสียมาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 70 °C ด้วยแก๊ส และทำการกรองแยกสิ่งสกปรกออกจากไขน้ำมันปาล์มโดยใช้ผ้าดิบ แล้วจึงเก็บไขน้ำมันปาล์มที่กรองได้ในภาชนะปิด

4.2 กระบวนการอุ่นไขน้ำมันปาล์ม (Preheating)

นำไขน้ำมันปาล์มที่เตรียมในขั้นตอนที่ 1 มาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 70 °C ด้วยแก๊สจนไขน้ำมันปาล์มอยู่ในรูปของเหลวหมด แล้วจึงป้อนเข้าถังทำปฏิกิริยา

4.3 กระบวนการทำปฏิกิริยา (Reaction)

ไขน้ำมันปาล์มที่ใช้มีปริมาณกรดไขมันอิสระ 70% ป้อนไขน้ำมันปาล์มเหลว, เมทานอล ในอัตราส่วน 1:12 โดยโมล และตามด้วยกรดซัลฟิวริก 1%โดยน้ำหนักของไขน้ำมันปาล์ม โดยกำหนดสภาวะที่อุณหภูมิ 85-95 °C ความดัน 1.5 บาร์ เปิดฮีทเตอร์ให้ความร้อนโดยตั้งอุณหภูมิไว้ที่ 90°C โดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 4 ชั่วโมง เปิดปั๊มตลอดการทำปฏิกิริยา และระหว่างทำการทดลองควรเช็คอุณหภูมิไม่ให้เกิน 95°C และความดันไม่เกิน 1.2 บาร์ เพราะจะทำให้ปั๊มหยุดทำงาน

4.4 กระบวนการควบแน่นเมทานอลกลับ (Condensation)

ตั้งอุณหภูมิเริ่มต้นที่ 70 °C ต้มน้ำมันในถังทำปฏิกิริยา โดยเปิดปั๊ม และเปิดวาล์วทางออกให้ไอของเมทานอลไหลเข้าสู่ถังควบแน่นเพื่อควบแน่นดึงเมทานอลกลับ ซึ่งในกระบวนการนี้ จะใช้น้ำแข็งในการแลกเปลี่ยนความร้อนกับไอของเมทานอล ใช้เวลาในการควบแน่น 3 ชั่วโมง สังเกตปริมาณเมทานอลที่ควบแน่นได้ ถ้าปริมาณน้อยลงให้เพิ่มอุณหภูมิจนถึง 80 °C ในส่วนของถังควบแน่นควรถ่ายเทน้ำร้อนออก แล้วเติมน้ำแข็งใหม่จนควบแน่นเมทานอลหมด ซึ่งโดยรวมใช้ปริมาณน้ำแข็ง 60 กิโลกรัม

4.5 กระบวนการแยกสิ่งเจือปนและระเหยน้ำ (Water washing and Drying)

เปิดฝาถังปฏิกิริยา อุ่นน้ำมันที่อยู่ในถังปฏิกิริยาให้ร้อนโดยตั้งอุณหภูมิไว้ที่ 70 °C นาน 30 นาที ปิดฮีทเตอร์ แล้วจึงใช้น้ำล้างโดยฉีดให้เป็นฝอย ในระหว่างการล้างควรเปิดปั๊มเพื่อให้น้ำสัมผัสกับน้ำมันมากที่สุด ใช้น้ำล้างประมาณ 10 ลิตรต่อรอบ ล้าง 2-3 รอบ ในแต่ละรอบหลังฉีดน้ำล้างแล้วปล่อยให้น้ำมันตกตะกอน 20 นาที

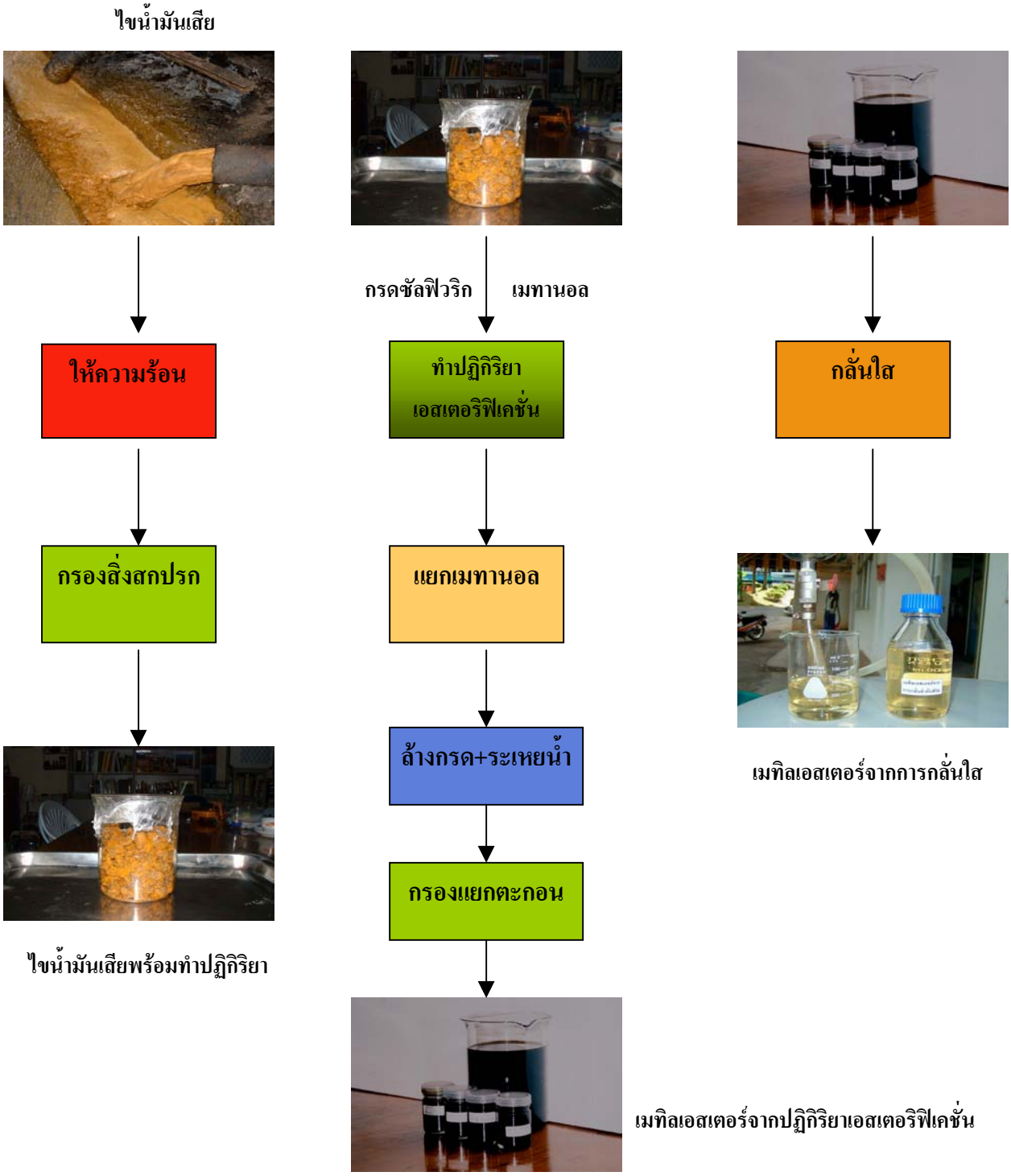
หลังจากนั้นทำการระเหยน้ำที่เหลืออยู่ในนำมันโดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120 °C ใช้เวลา 2 – 3 ชั่วโมง และควรสังเกตผลิตภัณฑ์ที่ได้จากก้นถังปฏิกิริยาว่าต้องไม่มีน้ำปนอยู่

4.6 กระบวนการกรอง (Filtration)

ทิ้งน้ำมันที่ได้ให้เย็นแล้วจึงทำการกรองด้วยผ้าดิบอีกครั้งเพื่อแยกส่วนที่เป็นตะกอนสีดำที่ไม่เกิดปฏิกิริยาออก ก็จะได้เมทิลเอสเตอร์

4.7 กระบวนการกลั่น (Distillation)

นำเมทิลเอสเตอร์ที่ได้ปริมาณ 3 ลิตร มาทำการกลั่นใสในชุดกลั่นใสโดยตั้งอุณหภูมิเริ่มต้นที่ 350 °C และใช้น้ำผสมน้ำแข็งในการหล่อเย็นเพื่อช่วยในการควบแน่นเมทิลเอสเตอร์โดยใช้ปั๊มขนาดเล็กในการไหลวนน้ำหล่อเย็น ซึ่งเมทิลเอสเตอร์จะเริ่มควบแน่นที่เวลาชั่วโมงแรกผ่านไป ใช้เวลาในการควบแน่น 3 ชั่วโมง และเมื่อปริมาณเมทิลเอสเตอร์ที่ควบแน่นไหลออกมาน้อยลงควรตั้งอุณหภูมิเพิ่มเป็น 400°C จนครบ 3 ชั่วโมง ส่วนตะกอนที่เหลือจากการกลั่นใสประมาณ 20% นั้นนำมากรองแยกของหลวออก แล้วนำของเหลวที่ได้มาผสมกับเมทิลเอสเตอร์เพื่อใช้ในการกลั่นใสครั้งต่อไป ส่วนของแข็งนำไปเผาและส่งวิเคราะห์



ภาพประกอบ 11 แสดงกระบวนการผลิตเมทิลเอสเตอร์จากไขน้ำมันเสีย

5. การวิเคราะห์ความเหมาะสมในการลงทุน

จุดประสงค์ในการวิเคราะห์การลงทุน เพื่อศึกษาว่าโครงการลงทุนดังกล่าวมีความเหมาะสมในด้านการเงินอย่างไร โดยจะพิจารณาจากผลตอบแทนการลงทุนว่าเป็นอย่างไร ผลการดำเนินงานสามารถคืนทุนได้ในระยะเวลากี่ปี ฯลฯ ซึ่งในที่นี้จะได้วิเคราะห์ผลตอบแทน ดังนี้

5.1 อัตราผลตอบแทนที่ต่ำสุด (I_{MARR})

5.2 อัตราผลตอบแทนการลงทุน (Internal Rate of Return)

5.3 ระยะเวลาคืนทุน (Payback Period)

5.4 มูลค่าปัจจุบันสุทธิ (Net Present Value)

5.5 อัตราส่วนผลได้และต้นทุน (Benefit-Cost Ratio)

5.6 การวิเคราะห์ความไว (Sensitivity Analysis)