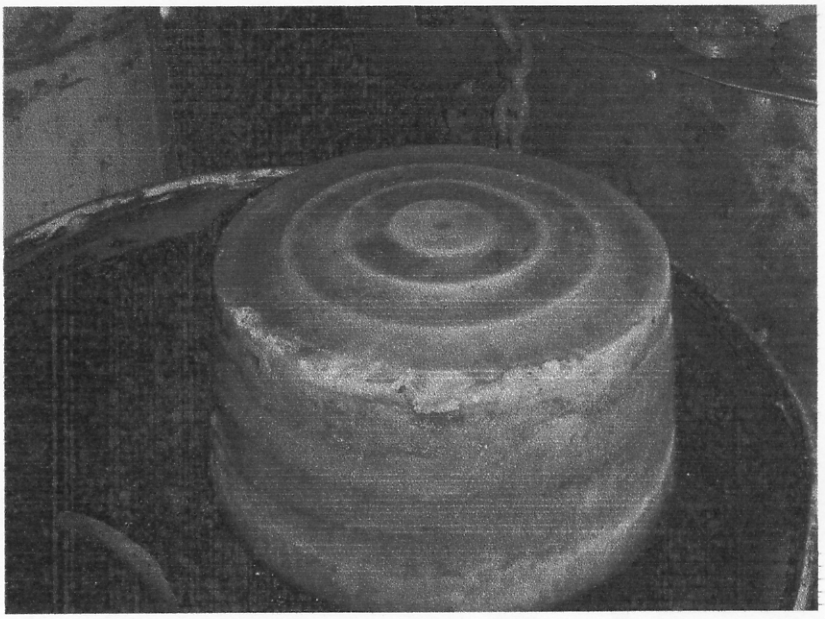
บทที่ 2

วัสดุอุปกรณ์และวิธีการ

2.1 วัตถุดิบ

2.1.1 วัตถุดิบกลีเซอรีน (raw glycerine)

วัตถุดิบในการทำวิจัยนี้ได้รับความอนุเคราะห์มาจากโครงการผลิตไบโอดีเซลจากผลผลิตปาล์มน้ำมัน มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ซึ่งเป็นผลพลอยได้จากกระบวนการผลิตไบโอดีเซลจากปฏิกิริยาทรานเอสเตอริฟิเคชันของน้ำมันพืช



ภาพประกอบ 2.1 วัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง

2.1.2 กรดอนินทรีย์

กรดอนินทรีย์ที่ใช้ศึกษาเป็นตัวแยกสารอินทรีย์ออกจากกลีเซอรีนดิบ มี 2 ชนิด คือ กรดเกลือ (hydrochloric acid) และกรดซัลฟิวริก (sulfuric acid) เป็นเกรดเชิงการค้า (commercial grade)

2.1.3 ถ่านกัมมันต์

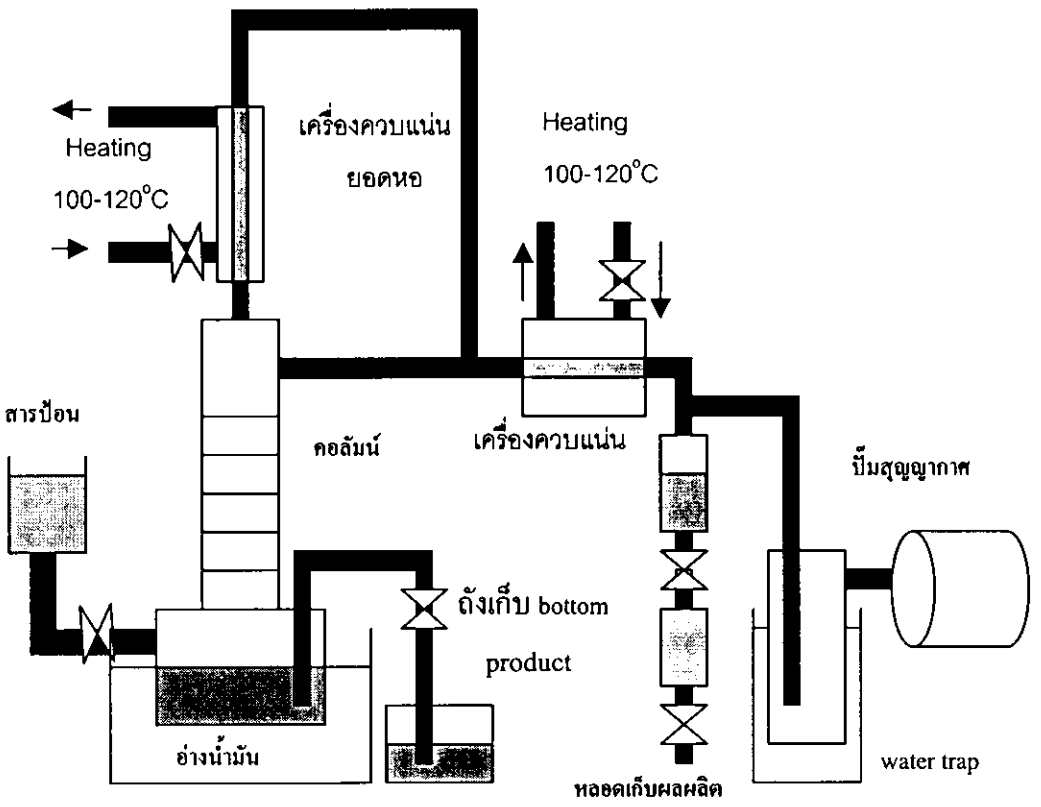
ถ่านกัมมันต์ที่นำมาใช้ในกระบวนการฟอกสีกลีเซอรีนหลังจากกระบวนการกลั่น เป็นถ่านกัมมันต์ยี่ห้อ EUNICARB ประเทศไทย โดยมีสมบัติพื้นฐานดังนี้

ตาราง 2.1 สมบัติของถ่านกัมมันต์ที่ถูกใช้เป็นตัวดูดซับ

Shape	Granular
Bulk density(g/cm^3)	0.51
Average pore diameter (mm)	0.60-2.36
Average Surface area(m^2/g)	MIN. 800

2.2 อุปกรณ์

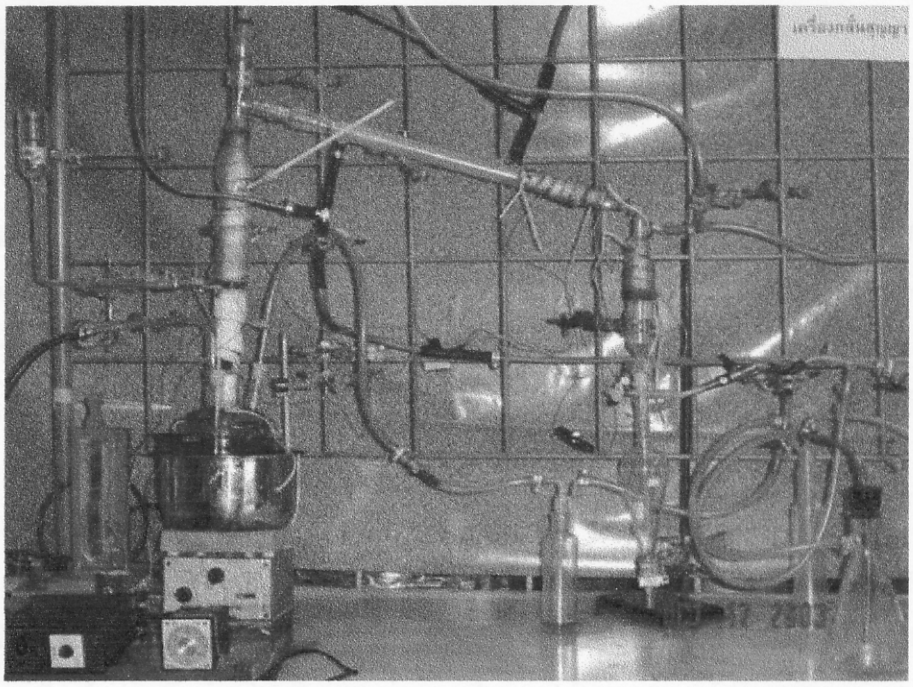
2.2.1 ชุดกลั่นสุญญากาศ



ภาพประกอบ 2.2 รายละเอียดของชุดกลั่นสุญญากาศ

ตาราง 2.2 ส่วนประกอบของชุดกลั่นสุญญากาศที่ถูกสร้างและพัฒนาขึ้น

คอลัมน์	
- เส้นผ่านศูนย์กลาง	5 เซนติเมตร
- ความสูง	45 เซนติเมตร
ปริมาตรถังป้อน	500 มิลลิลิตร
ปริมาตรถังเก็บ bottom product	500 มิลลิลิตร
ปริมาตรอ่างน้ำมัน	5 ลิตร
ปริมาตรหม้อกลั่น	1 ลิตร
ปริมาตรหลอดเก็บผลผลิต	500 มิลลิลิตร
ปริมาตรชุดดักจับน้ำ (water trap)	1 ลิตร
เครื่องควบแน่นยอดหอ	
- เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน	1 เซนติเมตร
- ความยาว	10 เซนติเมตร
เครื่องควบแน่น	
- เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน	2 เซนติเมตร
- ความยาว	30 เซนติเมตร
ระบบสุญญากาศของปั๊มสุญญากาศ	0-760 มิลลิเมตรปรอท



ภาพประกอบ 2.3 อุปกรณ์การทดลองชุดกลั่นสุญญากาศที่สร้างและพัฒนาขึ้น

การออกแบบอุปกรณ์ชุดกลั่นสุญญากาศที่ใช้การทดลอง จำลองแบบจากเครื่องกลั่นแยกแบบจุดเดือดแท้จริง (True Boiling Point Unit) ของภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ แต่ชุดกลั่นดังกล่าวมีข้อจำกัดคือ ไม่สามารถดำเนินการในระบบต่อเนื่องได้ จึงนำแนวความคิดจากกระบวนการทำกลีเซอรีนให้บริสุทธิ์ของ Jangermann และ Sonntag (ภาพประกอบ 1.3) โดยหอกลั่นถูกออกแบบให้สามารถถ่าย (drain) ผลิตภัณฑ์ก้นหอกลั่นและเก็บผลผลิตได้ในระบบต่อเนื่องมาเป็นแนวทางในการออกแบบและปรับปรุงชุดกลั่นเพื่อใช้ในการทดลอง โดยมีรายละเอียดของชุดอุปกรณ์ดังนี้

(1) หม้อกลั่น (still pot) มีปริมาตร 1 ลิตร ทำจากแก้ว ที่ส่วนบนของหม้อกลั่นมีช่องเปิดอยู่ 4 ช่อง คือ ช่องที่หนึ่งใช้สำหรับติดตั้งตัววัดอุณหภูมิของหม้อกลั่น ช่องที่สอง ใช้สำหรับถ่าย (drain) ส่วนหนักที่เหลือค้างในหม้อกลั่นออกในขณะทำการกลั่นหรือหลังจากทำการกลั่นเสร็จสิ้น ช่องที่สาม ใช้สำหรับติดตั้งตัววัดความดันสุญญากาศ (vacuum gauge) ช่องสุดท้ายใช้สำหรับป้อนวัตถุดิบของการกลั่น หม้อกลั่นสามารถรับสารป้อนได้ 500-700 มิลลิลิตร

(2) ตัวให้ความร้อน (heater) ซึ่งเป็นอุปกรณ์ให้ความร้อนแก่หม้อกลั่นซึ่งจะให้ความร้อนโดยส่งผ่านอ่างน้ำมันเพื่อให้เกิดการถ่ายโอนความร้อนอย่างสม่ำเสมอแก่หม้อกลั่น การให้ความร้อนของตัวให้ความร้อน (heater) จะถูกควบคุมโดยตัวควบคุมอัตโนมัติ (automatic control)

(3) คอลัมน์การกลั่น

คอลัมน์มีความสูง 45 เซนติเมตร มีขนาดของเส้นผ่าศูนย์กลางภายในเป็น 5 เซนติเมตร บรรจุด้วยวัสดุแพค (packing) แบบเซมิริง (semi-ring) ซึ่งมีลักษณะเป็นแผ่นสแตนเลสสตีล (stainless steel) ขรุขระชิ้นเล็กๆม้วนเป็นตัวอักษรจีใหญ่ รอบๆ คอลัมน์มีแจ็คเก็ต (jacket) มีอุปกรณ์ให้ความร้อน เพื่อเป็นฉนวนทางความร้อน (thermal insulation) ให้แก่คอลัมน์ โดยมีตัววัดอุณหภูมิติดตั้งอยู่ทั้งหมด 2 ตัว โดยใช้สำหรับวัดอุณหภูมิเพื่อการควบคุมอุณหภูมิของผนังคอลัมน์1 ตัว ส่วนอีก 1 ตัวใช้สำหรับวัดอุณหภูมิบริเวณทางออกของผลผลิตการกลั่น

(4) เครื่องควบแน่นยอดคอลัมน์ (Top condenser)

เครื่องควบแน่นติดตั้งอยู่เหนือส่วนบนของคอลัมน์ ที่ผนังส่วนล่างภายในเครื่องควบแน่นจะมีร่อง (slot) ทั้งหมด 3 ร่อง โดยที่ 2 ใน 3 ร่องนี้จะเป็นทางให้กลีเซอรีนที่ผ่านการควบแน่นไหลกลับเข้าสู่คอลัมน์ ส่วนอีก 1 ร่องจะเป็นทางให้สารควบแน่นไหลออกจากคอลัมน์ ทำให้ได้อัตราส่วนรีฟลักซ์ (reflux ratio) 3 : 1 นั่นเอง การควบแน่นเกิดขึ้นโดยใช้น้ำมันร้อนไหลผ่านเครื่องควบแน่นนี้ มีจุดประสงค์เพื่อต้องการให้กลีเซอรีนเท่านั้นควบแน่นเป็นของเหลว

(5) ท่อนำ (Conduct tube)

ส่วนของกลีเซอรีนที่ออกมาจากส่วนบนของคอลัมน์การกลั่นจะผ่านเข้าสู่ท่อนำ เพื่อที่จะส่งต่อไปยังหน่วยเก็บผลผลิต โดยที่ท่อนำจะติดตั้งเครื่องควบแน่น เพื่อทำการควบแน่นกลีเซอรีนที่ยังคงมีสถานะเป็นไอให้กลายเป็นของเหลว เครื่องควบแน่นจะถูกควบคุมให้มีอุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิจุดเดือดของน้ำแต่เป็นอุณหภูมิที่กลีเซอรีนสามารถควบแน่นเป็นของเหลวได้ เครื่องควบแน่นจะใช้สารตัวกลางทำความร้อน (heating medium) ซึ่งได้จากถังทำความร้อน

(6) หน่วยเก็บผลผลิต (Collector)

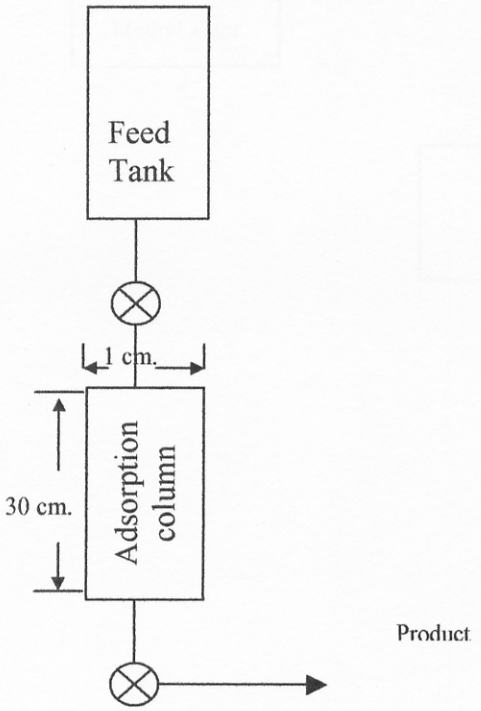
การกลั่นในระบบสุญญากาศจะมีการออกแบบให้หน่วยเก็บผลผลิตแบ่งออกเป็นสองหน่วย คือ หน่วยเก็บผลผลิตที่เปิดสู่บรรยากาศ และหน่วยเก็บผลผลิตในสภาวะสุญญากาศ โดยมีวาลว์เป็นตัวต่อเชื่อม เพื่อให้สามารถเก็บผลผลิตได้อย่างต่อเนื่องในขณะทำการทดลอง เพื่อไม่ให้สภาวะสุญญากาศเกิดการเปลี่ยนแปลงขณะเก็บผลผลิต

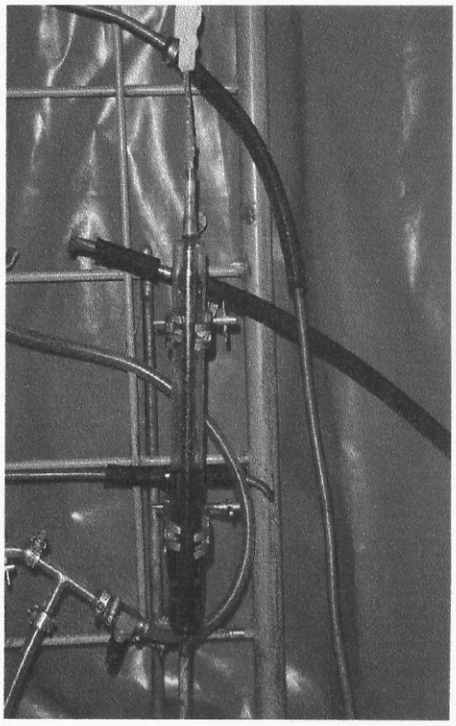
(7) ระบบสุญญากาศ (Vacuum system)

ระบบการทำสุญญากาศประกอบด้วยปั๊มสุญญากาศ และอ่างควบแน่นของปั๊มสุญญากาศ (pump well condensing) ซึ่งอ่างควบแน่นนี้มีหน้าที่ควบแน่นไอเพื่อป้องกันมิให้ไอระเหยของสารหลุดลอดเข้าสู่ตัวปั๊มได้ ซึ่งในชุดทดลองนี้ อ่างควบแน่นก็คือชุด water trap นั้นเอง ค่าความดันสุญญากาศจะทำการวัดโดยเกจวัดความดันในช่วง 0 – 760 มิลลิเมตรปรอท

2.2.2 คอลัมน์ดูดซับ

คอลัมน์ทำจากแก้ว ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร ความสูง 30 เซนติเมตร ภายในมีสองชั้น โดยที่ชั้นในบรรจุด้วยถ่านกัมมันต์ ส่วนชั้นนอกทำหน้าที่ควบคุมอุณหภูมิภายในหอดูดซับโดยการไหลผ่านของสารตัวกลางทำความร้อนซึ่งได้จากถังทำความร้อนโดยควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 80 °C





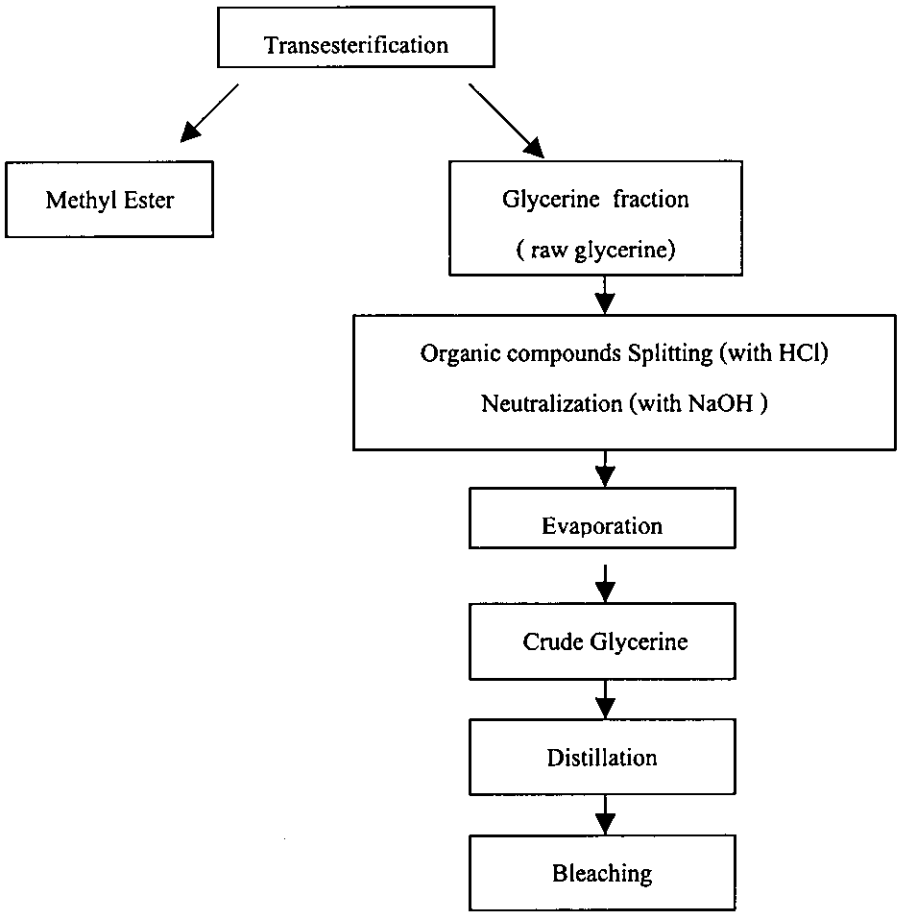
(a) (b)

ภาพประกอบ 2.4 คอลัมน์ดูดซับ ที่ใช้ในการทดลอง (a) รายละเอียดของคอลัมน์ดูดซับ
(b) คอลัมน์ดูดซับที่ถูกสร้างและพัฒนาขึ้น

2.2.3 อุปกรณ์เครื่องแก้ว ซึ่งประกอบด้วย

- กระบอกตวง
- บีกเกอร์
- กรวยแยก (separatory funnel)
- อื่นๆ

2.3 วิธีดำเนินการ



ภาพประกอบ 2.5 แผนผังขั้นตอนการทดลอง

2.3.1 ศึกษาผลของการแยกกลีเซอรีนออกจากของผสมอินทรีย์โดยใช้กรดเกลือและกรดซัลฟิวริก

วัตถุดิบกลีเซอรีนที่ได้จากปฏิกิริยาทรานเอสเตอริฟิเคชันจะมีลักษณะเป็นของแข็งที่อุณหภูมิห้องจะถูกนำมาอุ่นให้ร้อนเพื่อให้หลอมเป็นของเหลวและไล่เมทานอลที่คงค้างอยู่ให้ออกไปที่อุณหภูมิ 80 $^{\circ}$C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กรดเกลือและกรดซัลฟิวริกจะถูกใช้ในการศึกษาการแยกกลีเซอรีนออกจากของผสมอินทรีย์โดยใช้สัดส่วนของกรดต่อกลีเซอรีนในปริมาณที่ต่างๆกัน ชนิดและปริมาณกรดที่เหมาะสมที่ให้เปอร์เซ็นต์ผลได้ (yield) ของกลีเซอรีนที่ดีที่สุด จะถูกนำไปใช้แยกกลีเซอรีนออกจากของผสมอินทรีย์ กลีเซอรีนที่ผ่านการแยกด้วยกรดจะถูกเรียกว่ากลีเซอรีนดิบ ซึ่งจะถูกปรับค่าพีเอชเป็น 7 ด้วยสารละลายโซดาไฟ กลีเซอรีนดิบก่อนผ่านเข้าสู่กระบวนการกลั่นจะถูกระเหยน้ำบางส่วนออกไปด้วยเครื่องระเหย จนมีปริมาณกลีเซอรีนอยู่ระหว่าง 70-80

เปอร์เซ็นต์ เพื่อช่วยให้การกลั่นในระบบสุญญากาศมีประสิทธิภาพที่ดีขึ้น (Jangermann and Sonntag, 1991) จากนั้นจึงผ่านเข้าสู่กระบวนการกลั่นต่อไป

2.3.2 การทำให้กลีเซอรีนมีความบริสุทธิ์เพิ่มขึ้น โดยใช้กระบวนการกลั่น

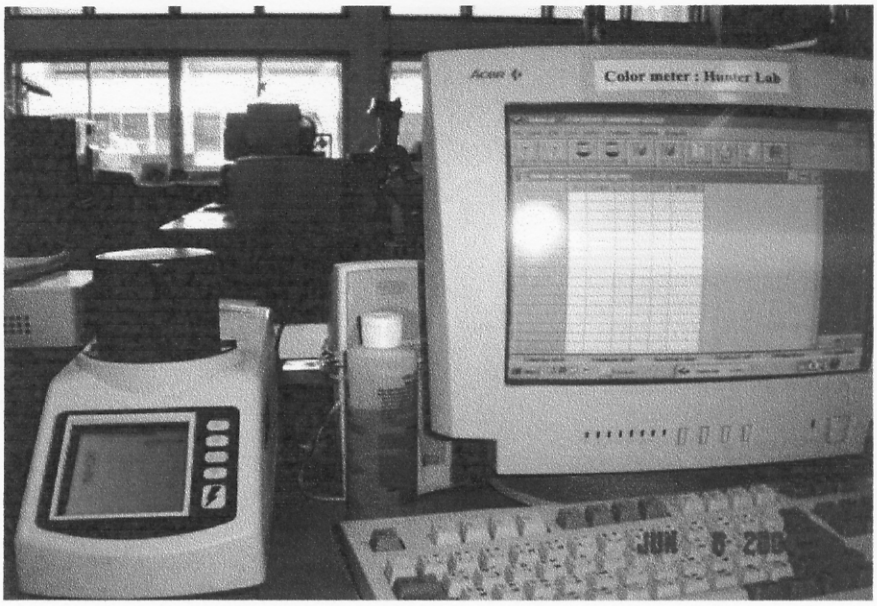
การกลั่นในระบบสุญญากาศมีขั้นตอนการดำเนินการดังนี้

- เติมกลีเซอรีนลงในหม้อกลั่น และเปิดตัวทำความร้อน (heater) เพื่อให้ความร้อนแก่อ่างน้ำมัน
- เปิดปั๊มสุญญากาศ
- อ่านค่าความดันจากเครื่องเกจวัดความดัน หากเกิดรอยรั่วจะไม่สามารถทำให้เกิดสภาวะสุญญากาศได้ ให้ทำการตรวจเช็ครอยเชื่อม และจุดต่อต่างๆ
- ในขั้นตอนการเก็บผลผลิต หน่วยเก็บผลผลิตตัวที่อยู่ติดกับท่อนำจะถูกควบคุมให้มีสภาวะเป็นสุญญากาศเสมอ ในขณะที่หน่วยเก็บผลผลิตตัวที่สองจะถูกปรับเปลี่ยนให้เป็นทั้งชนิดเปิดสู่บรรยากาศ และเก็บในสภาวะสุญญากาศ โดยมีวาล์วเป็นตัวควบคุม
- เมื่อสิ้นสุดการกลั่น ให้ปิดตัวให้ความร้อน (heater) และปล่อยให้อุณหภูมิของหม้อกลั่นลดลงต่ำกว่า 150 ^{o}C และทำให้คอลัมน์เย็นตัวลงจนกระทั่งอุณหภูมิลดลงต่ำกว่า 100 ^{o}C หยุดเดินเครื่องปั๊มสุญญากาศ
- ถ่ายกลีเซอรีนที่คงค้างในหม้อกลั่นออกทางท่อถ่าย (drain) ที่ต่อออกจากหม้อกลั่น โดยการต่อท่อกับปั๊มสุญญากาศ เพื่อดูดให้กลีเซอรีนที่คงค้างออกมา
- ทำความสะอาดระบบการกลั่น โดยการเติมเมทานอลลงในหม้อกลั่น ให้ความร้อนด้วยการกลั่นที่ความดันบรรยากาศ จนกระทั่งเมทานอลถูกกลั่นออกมา
- ถ่ายเมทานอลที่คงค้างอยู่ในหม้อกลั่นออกทางท่อถ่าย (drain) ที่ต่อออกจากหม้อกลั่น โดยการต่อท่อกับปั๊มสุญญากาศ เพื่อถ่ายให้เมทานอลที่คงค้างออก
- คำนวณค่าร้อยละเชิงมวลของแต่ละส่วนกลั่น ส่วนที่คงค้างในหม้อกลั่น ส่วนสูญเสียและทำรายงานผลการกลั่น

2.3.3 การปรับปรุงสีของกลีเซอรีนที่ได้จากกระบวนการกลั่น

- เปิดชุดควบคุมอุณหภูมิของคอลัมน์ดูดซับ ไว้ที่ 80 ^{o}C เป็นเวลา 1 ชม. ก่อนทำการป้อนกลีเซอรีน เพื่อเป็นการไล่ความชื้นและอุ่นถ่านกัมมันต์ให้ร้อนทั่วถึง

- กลีเซอรีนที่ได้จากการกลั่นถูกป้อนเข้าสู่คอลัมน์ดูดซับที่อุณหภูมิ 80 °C ที่ retention time 1 ชั่วโมง พร้อมทั้งปล่อยกลีเซอรีนที่ผ่านชั้นดูดซับออกทางด้านล่างของคอลัมน์เข้าสู่ภาชนะเก็บ ทำการวิเคราะห์ค่าสีของกลีเซอรีน โดยเครื่องมือ The Hunter Lab CIE Scale Illuminant A/10° in the XYZ scale



ภาพประกอบ 2.6 เครื่องมือ The Hunter Lab CIE Scale Illuminant A/10° in the XYZ scale

2.4 วิธีการวิเคราะห์

ทำการวิเคราะห์สมบัติพื้นฐานของผลิตภัณฑ์กลีเซอรีนในสมบัติต่อไปนี้

- ลักษณะบ่งความเป็นกลีเซอรีน ตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม (มอก. 337-2538)
- ค่าของสีจากโลวิบอนด์สเกลในเซลล์ขนาด 113 มิลลิเมตร ตามมาตรฐาน BS 2621-5
- กลิ่น ตามมาตรฐาน BS 5711 : Part 19
- ปริมาณกลีเซอรีน ตามมาตรฐาน BS 5711 : Part 3
- ความหนาแน่นสัมพัทธ์ ตามมาตรฐาน ISO 2099
- ปริมาณเถ้าซัลเฟต ตามมาตรฐาน ISO 1616
- ปริมารสารหนู ตามมาตรฐาน มอก . 1281
- ปริมาณโลหะหนักทั้งหมด (เทียบเป็นตะกั่ว) ตามมาตรฐาน BS 5711 : Part 15
- ปริมาณคลอไรด์ ตามมาตรฐาน BS 5711 : Part 12
- ปริมาณสารประกอบคลอรีน (คำนวณเป็นคลอไรด์) ตามมาตรฐาน USP

- ปริมาณซัลเฟต ตามมาตรฐาน USP
- ปริมาณกรดไขมันและเอสเตอร์ ตามมาตรฐาน USP