

บทที่ 3

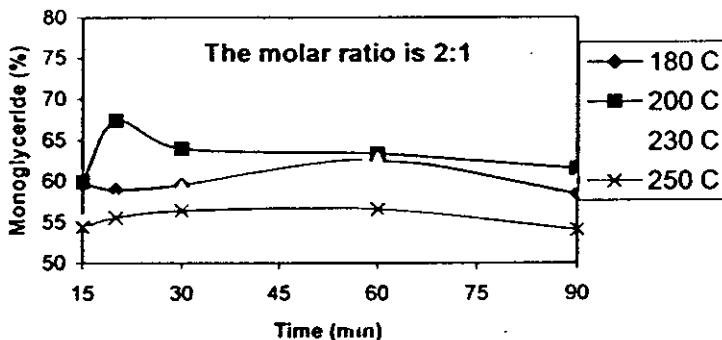
ผลและวิจารณ์

1. สภาวะที่เหมาะสมของการเกิดปฏิกิริยาไกลเซอโรไลซิส

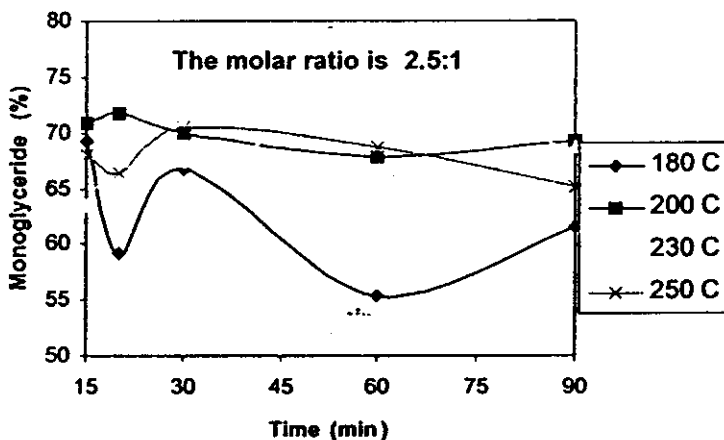
1.1 หาอุณหภูมิ เวลา และสัดส่วนโมลกลีเซอรอลต่อโซปาล์มสเดयरินที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาไกลเซอโรไลซิส

ผลการทดลองจากการทำปฏิกิริยาที่สัดส่วนโมลต่างๆ ปริมาณโมโนกลีเซอไรด์ แสดงดังภาพที่ 3.1-3.3 พบว่าเปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์จากการวิเคราะห์ด้วย TLC/FID สูงที่สุดเมื่อใช้อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ทุกสัดส่วนโมลในการทำปฏิกิริยาไกลเซอโรไลซิส ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Feuge, *et al.*, (1945) ที่พบว่าอุณหภูมิการทำปฏิกิริยาไกลเซอโรไลซิสที่เหมาะสมคือ 200 องศาเซลเซียส โดยที่อุณหภูมิดังกล่าวสารผลระหว่างไตรกลีเซอไรด์และกลีเซอรอลจะผสมเป็นเนื้อเดียวกัน และการที่อุณหภูมิสูงขึ้นถึง 250 องศาเซลเซียส ผลิตภัณฑ์จะเกิด Polymerization ขึ้น นอกจากนี้ Hui (1996) ก็กล่าวว่าอุณหภูมิการทำปฏิกิริยาไกลเซอโรไลซิสที่เหมาะสมเป็น 200 องศาเซลเซียสเช่นกัน

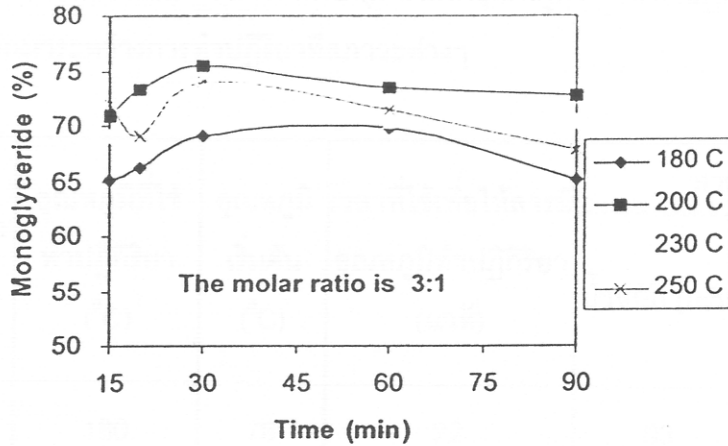
เมื่อทำการทดลองที่อุณหภูมิที่สูงขึ้น และสัดส่วนโมลที่เพิ่มขึ้น พบว่าปริมาณสารที่ควบแน่นออกมาก็มีมากขึ้นด้วยดังตารางที่ 3.1 โดยพบว่ามีกลีเซอรอลปนอยู่ในสารที่ควบแน่นออกมาเมื่อทำการการไคเตรต และจากภาพที่ 3.1 ก็ยังเห็นได้ชัดว่ามีส่วนของน้ำมันปาล์มสเดयरินปนออกมาด้วย การที่ทั้งกลีเซอรอลและน้ำมันปาล์มสเดयरินควบแน่นออกมาอาจเกิดจากการเกิดฟองในระหว่างการทำปฏิกิริยาดังที่ Yong, *et al.* (2001) กล่าวว่าในกระบวนการ กลั่นกลีเซอรอลหาก pH ของสารต่ำกว่า 5 การกลั่นที่อุณหภูมิที่สูงก็จะเกิดฟองขึ้นในระหว่างการกลั่น ในขณะที่ปริมาณของโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกลีเซอรอลดิบ (ในรูป Na_2O) มีถึง 2.8 เปอร์เซ็นต์และ pH ของสารขณะก็สูงถึง 8 ดังนั้นในกระบวนการกลีเซอโรไลซิสที่มีกลีเซอรอลที่มีความเป็นด่างสูงจึงส่งผลให้เกิดฟองขึ้นได้



ภาพที่ 3.1 เปอร์เซ็นดีโมโนกลีเซอไรด์จากการวิเคราะห์ด้วย TLC/FID หลังทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่างๆ ใช้สัดส่วนโมลกลีเซอรอลต่อโซปาล์มสเตียร์น 2 ต่อ 1



ภาพที่ 3.2 เปอร์เซ็นดีโมโนกลีเซอไรด์จากการวิเคราะห์ด้วย TLC/FID หลังทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่างๆ ใช้สัดส่วนโมลกลีเซอรอลต่อโซปาล์มสเตียร์น 2.5 ต่อ 1



ภาพที่ 3.3 เปอร์เซ็นตโมโนกลีเซอไรด์จากการวิเคราะห์ด้วย TLC/FID หลังทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่างๆ ใช้สัดส่วนโมลกลีเซอรอลต่อไฮปาล์มสเตียร์น 3 ต่อ 1



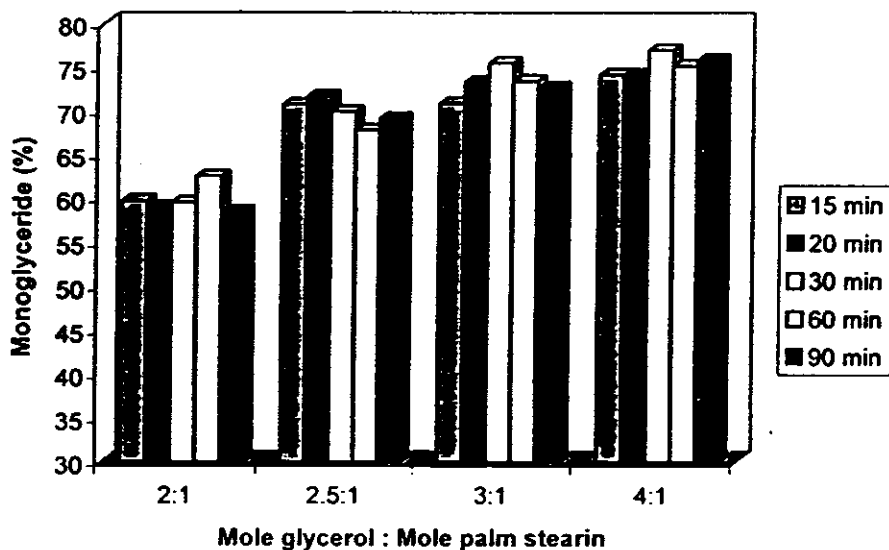
ภาพที่ 3.4 สารที่ควบแน่นออกมาเมื่อใช้สัดส่วนโมลกลีเซอรอลต่อไฮปาล์มสเตียร์น 2.5 ต่อ 1 ที่อุณหภูมิการทำปฏิกิริยา 250 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 3.1 เวลาที่ต้องใช้ในการให้ความร้อนเพื่อให้ได้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาและน้ำหนักสารที่ควบแน่นออกมาระหว่างการทำปฏิกิริยาที่สภาวะต่างๆ

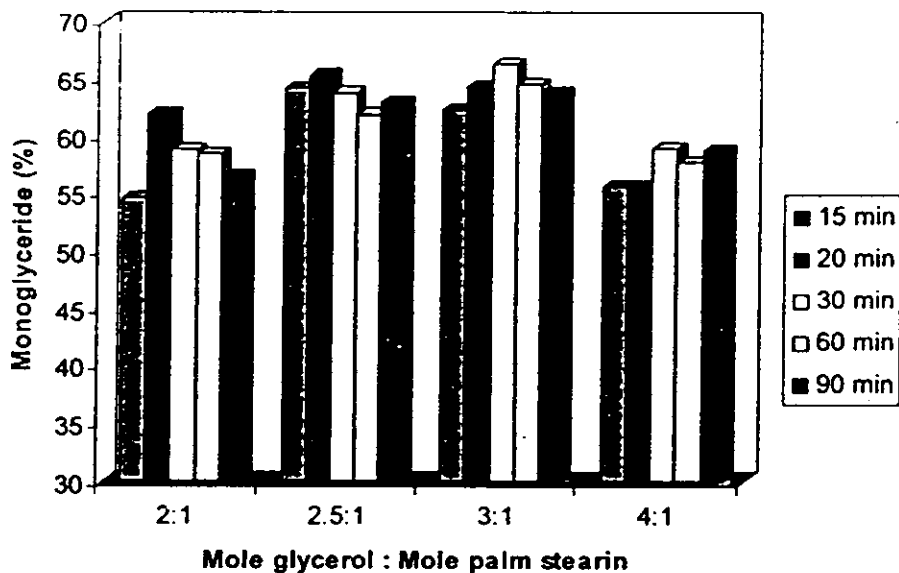
สัดส่วนโมล กลีเซอรอลต่อ ไฮปาล์มส เตียรีน	อุณหภูมิที่ใช้ ทำปฏิกิริยา (°C)	อุณหภูมิ เริ่มต้น (°C)	เวลาที่ใช้เพื่อให้สารมี อุณหภูมิทำปฏิกิริยา (นาที)	สารที่ควบแน่น	
				น้ำหนัก (กรัม)	เปอร์เซ็นต์กลี- เซอรอล (%)
2 ต่อ 1	180	78	22	93	0
	200	77	33	105	0
	230	87	35	108	4.2
	250	84	42	275	27.7
2.5 ต่อ 1	180	83	24	117	0
	200	75	30	116	0
	230	77	38	125	18.6
	250	76	42	303	39.8
3 ต่อ 1	180	78	22	191	0
	200	83	28	201	0
	230	78	38	243	26.4
	250	82	44	326	49.4

จากกราฟข้างต้น แนวโน้มของเปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์จะสูงขึ้นเมื่อให้สัดส่วนโมลที่สูงขึ้น เมื่อทำปฏิกิริยาที่ 200 องศาเซลเซียส จึงได้ทำการทดลองเพิ่มเติม โดยทำปฏิกิริยาที่สัดส่วนโมล 4 ต่อ 1

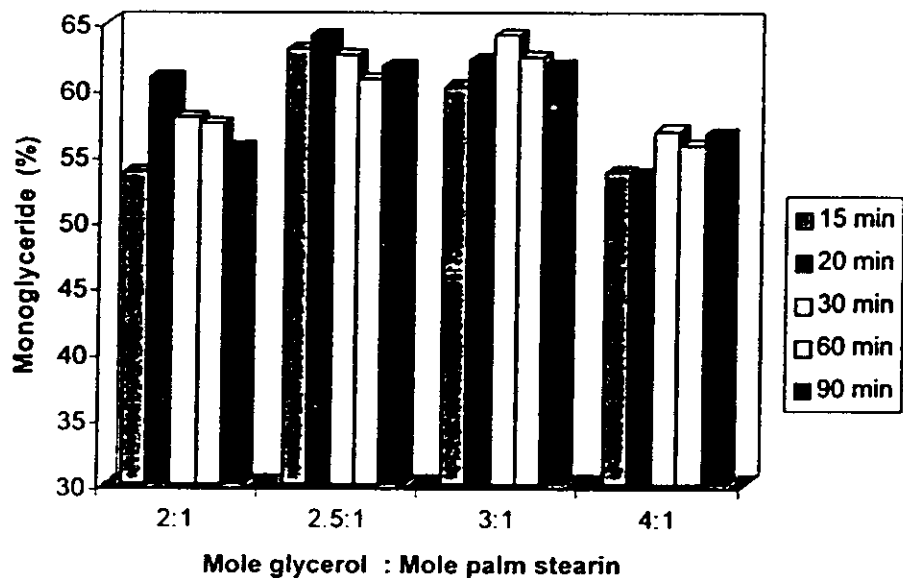
ผลการทดลองเมื่อเปรียบเทียบกับสัดส่วนโมลต่างๆ ดังภาพที่ 3.5 ปริมาณ โมโนกลีเซอไรด์จาก TLC/FID มีปริมาณที่สูงขึ้น โดยที่สัดส่วนโมล 4 ต่อ 1 ปริมาณโมโนกลีเซอไรด์จาก TLC/FID มีค่าสูงสุดที่ 77 เปอร์เซ็นต์ เวลาการทำปฏิกิริยาที่ 60 นาที แต่เมื่อคำนวณความเข้มข้นและเปอร์เซ็นต์ Yield ของโมโนกลีเซอไรด์ที่ได้หลังทำปฏิกิริยากลิเซอโรไลซิส แสดงดังภาพที่ 3.6 และ 3.7 ที่สัดส่วนโมลเป็น 4 ต่อ 1 จะลดลง โดยความเข้มข้นและเปอร์เซ็นต์ Yield สูงสุดของสัดส่วนโมล 2.5 ต่อ 1 ที่เวลา 20 นาที มีค่า 65 และ 64 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ส่วนสัดส่วนโมล 3 ต่อ 1 ที่เวลา 30 นาที มีค่า 66 และ 64 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ จาก เปอร์เซ็นต์ Yield ที่สัดส่วนโมลทั้งสองจะเท่ากันแต่เมื่อพิจารณาในแง่การประหยัดพลังงานที่สัดส่วนโมล 2.5 ต่อ 1 จะประหยัดระยะเวลาการทำปฏิกิริยากลิเซอโรไลซิสกว่า เพราะใช้เวลาการทำเพียง 20 นาที จะเลือกสัดส่วนโมลที่ 2.5 ต่อ 1 เวลาการทำปฏิกิริยา 20 นาที เป็นสภาวะที่เหมาะสม



ภาพที่ 3.5 เปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์จากการวิเคราะห์ด้วย TLC/FID หลังทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ที่สัดส่วนโมลกลีเซอรอลต่อไฮปาล์มสเตียร์นต่างๆ



ภาพที่ 3.6 เปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์ ของสารผสมหลังทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ที่สัดส่วนโมลกลีเซอรอลต่อไฮปาล์มสเตอรินต่างๆ



ภาพที่ 3.7 เปอร์เซ็นต์ Yield โมโนกลีเซอไรด์ หลังทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ที่สัดส่วนโมลกลีเซอรอลต่อไฮปาล์มสเตอรินต่างๆ

Hui (1996) กล่าวว่าการผลิตโมโนกลีเซอไรด์ทางการค้า ความเข้มข้นของโมโนกลีเซอไรด์จากการทำปฏิกิริยาระหว่างไตรกลีเซอไรด์กับกลีเซอรอลที่มากเกินไป ภายใต้ตัวเร่งปฏิกิริยา ทำในกระบวนการแบบแบทช์ ความเข้มข้นของโมโนกลีเซอไรด์โดยทั่วไปจะอยู่ในช่วง 35 - 50 เปอร์เซ็นต์ มีน้อยมากที่ความเข้มข้นจะได้ 55 - 60 เปอร์เซ็นต์ ส่วนประกอบต่างๆ หลังจากการทำปฏิกิริยากลิเซอโรไลซิสของกลีเซอรอลดิบจากการผลิตไบโอดีเซลในงานวิจัยนี้แสดงดังตารางที่ 3.2 ความเข้มข้นของโมโนกลีเซอไรด์สูงถึง 65 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งสูงกว่าความเข้มข้นของโมโนกลีเซอไรด์ที่ผลิตได้จากกระบวนการกลีเซอโรไลซิสตามที่ Hui (1996) กล่าวไว้

ตารางที่ 3.2 ส่วนประกอบต่างๆ หลังทำปฏิกิริยาที่สภาวะที่เหมาะสม (สัดส่วนโมล 2.5 ต่อ 1 อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เวลา 20 นาที)

ส่วนประกอบ	ร้อยละ (%)
TG	3
FFA	2
DG	22
MG	65
กลีเซอรอล	8
ตัวเร่งปฏิกิริยา	1

1.2 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยากลิเซอโรไลซิส

ปรับปริมาณ NaOH เป็น 0.05 - 0.2 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับมวลกลีเซอรอล ตาม Muniyapa, *et al.* (1996)

ปริมาณ NaOH 0.05 - 0.2 เปอร์เซ็นต์ ที่ใช้ เมื่อคิดอยู่ในรูปของ Na จะได้ 0.029 - 0.115 เปอร์เซ็นต์ โดยมวลของกลีเซอรอล โดยปริมาณ NaOH ที่มีอยู่ในกลีเซอรอลดิบ (วัดในรูป Na_2O) 2.8 เปอร์เซ็นต์ คิดเป็นเปอร์เซ็นต์โดยมวลของกลีเซอรอลได้ 4 เปอร์เซ็นต์ โดยมวลกลีเซอรอล เมื่อคิดอยู่ในรูป Na ได้ 2.97 เปอร์เซ็นต์ โดยมวลกลีเซอรอล

ได้ทำการเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 37 เปอร์เซ็นต์ ลงไปเพื่อลดปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา ลง ผลจากการเติมกรดพบว่าเมื่อเติมกรดลงไป 3.9 มิลลิลิตร ต่อตัวอย่างกลีเซอรอลดิบ 100 กรัม พบว่าความเป็นด่างเมื่อคิดเทียบให้อยู่ในรูป Na ได้ 0.153 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับกลีเซอรอล

สามารถทำให้ความเป็นต่างค่าที่สุด ทั้งนี้เมื่อเติมกรด 4 มิลลิลิตรต่อตัวอย่างกลีเซอรอลดิบ 100 กรัม ก็พบว่ากลีเซอรอลจะมีการแยกชั้นเกิดขึ้น แบ่งเป็นสองชั้น ชั้นล่างเป็นกลีเซอรอลและชั้นบนเป็นชั้นของไขมัน

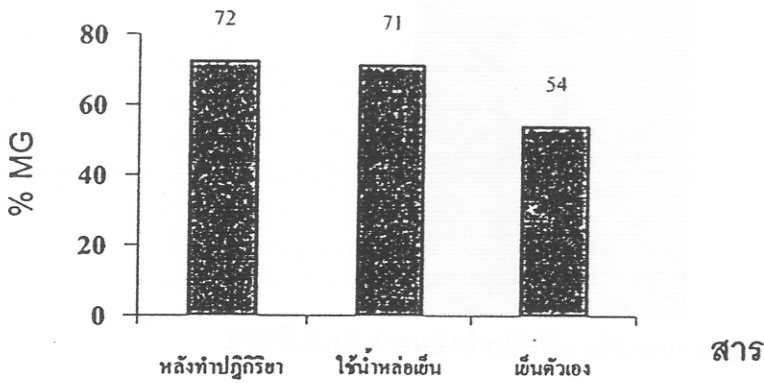
จึงใช้การเติมกรดแค่ 3.9 มิลลิลิตร ในการปรับปริมาณต่าง โดยทดลองทำปฏิกิริยาที่ 200 องศาเซลเซียส สกัดส่วนโมโนกลีเซอรอลต่อไฮปาล์มสเตียร์น 2 ต่อ 1 พบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นในช่วงประมาณ 120 องศาเซลเซียส จะเกิดการควบแน่นออกจากดังปฏิกิริยาจึงไม่สามารถทำการทดลองต่อได้ ทั้งนี้ยังไม่ทราบสาเหตุที่แน่ชัดว่าเกิดจากสาเหตุใด แต่สันนิษฐานว่าอาจจะเกิดจากน้ำที่อยู่ในกลีเซอรอลหลังเติมกรดลงไป เมื่อทำปฏิกิริยาภายใต้ ความร้อนและลดความดันจึงเกิดเป็นฟองขึ้น หรือฟองแก๊สอาจจะเกิดจากกรดที่เติมลงไปเพราะในขั้นตอนที่ปรับปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยานั้น เมื่อเติมกรดลงไปโมโนกลีเซอรอลดิบที่ 70 องศาเซลเซียส ก็จะเกิดฟองแก๊สขึ้น

2. การศึกษาปฏิกิริยาย้อนกลับ

หลังจากทำปฏิกิริยากลิเซโรไลซิสโดยควบคุมสภาวะให้เหมาะสมแล้ว ปล่อยให้สารเย็นตัวเองตามธรรมชาติ ปริมาณโมโนกลีเซโรไลด์จาก TLC/FID แสดงดังตารางที่ 3.3 เห็นได้ชัดว่าปริมาณของโมโนกลีเซโรไลด์ลดลงจาก 72 เป็น 54 เปอร์เซ็นต์ ในขณะที่เมื่อทำปฏิกิริยาเสร็จทำการลดอุณหภูมิจนถึง 80 องศาเซลเซียส ภายในเวลา 10 นาที โดยใช้น้ำหล่อเย็นปริมาณโมโนกลีเซโรไลด์ลดลงเหลือ 71 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งมีค่าไม่แตกต่างกันมากนักเมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณโมโนกลีเซโรไลด์หลังทำปฏิกิริยาเสร็จ ดังภาพที่ 3.8 ดังนั้นการลดอุณหภูมิของสารอย่างรวดเร็วจึงช่วยลดปฏิกิริยาย้อนกลับได้ ผลการทดลองนี้สอดคล้องกับคำกล่าวของ Hui (1996) ที่ว่าหลังทำปฏิกิริยากลิเซโรไลซิสเสร็จสิ้นแล้วควรทำการลดอุณหภูมิต่ำอย่างรวดเร็วเพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยาย้อนกลับ

ตารางที่ 3.3 ปริมาณโมโนกลีเซโรไลด์จาก TLC/FID เมื่อปล่อยให้เย็นตัวเองตามธรรมชาติ

เวลา (นาที)	อุณหภูมิสาร (°C)	เปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซโรไลด์จาก TLC/FID
0	200	72
60	150	70
120	109	57
180	82	56
210	75	54



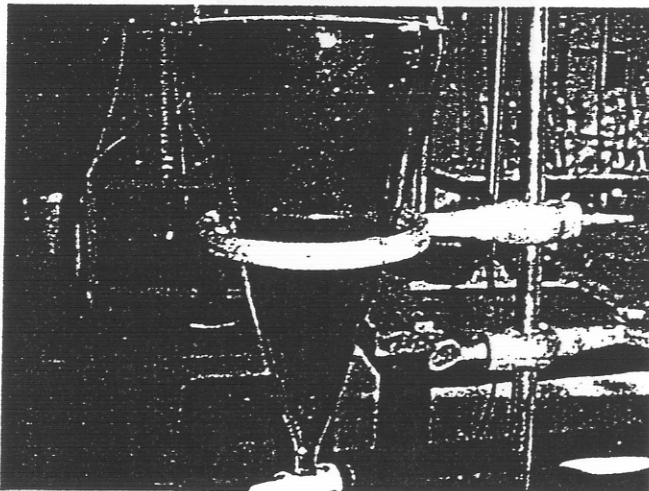
ภาพที่ 3.8 เปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์จากการวิเคราะห์ด้วย TLC/FID หลังทำปฏิกิริยาที่ 200 องศาเซลเซียส, หลังใช้น้ำหล่อเย็นสารและการปล่อยให้เย็นเองที่อุณหภูมิห้อง

3. ศึกษาการทำให้โมโนกลีเซอไรด์มีความบริสุทธิ์มากขึ้น

3.1 การแยกกลีเซอรอลส่วนเกิน

(1) การล้างด้วยน้ำ

ของผสมที่ผ่านการทำปฏิกิริยากลิเซอโรไลซิสที่สภาวะสัดส่วนโมล 2.5 ต่อ 1 อุณหภูมิการทำปฏิกิริยา 200 องศาเซลเซียส เวลาการทำปฏิกิริยา 20 นาที มีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน ไม่มีการแยกชั้นระหว่างไฮปาล์มสเดียรีนกับกลีเซอรอล ดังแสดงในภาพที่ 3.9 ผลการทดลองแสดงดังภาพที่ 3.10 คือไม่เกิดการแยกชั้น ของผสมมีลักษณะเป็นคอยลอยด์



ภาพที่ 3.9 สารที่ได้หลังจากการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสม



ภาพที่ 3.10 สารหลังทำปฏิกิริยาล้างแบบกวนผสมกับน้ำ

(2) การล้างด้วยหยดน้ำ

จะเกิดการแยกชั้นดังแสดงในภาพที่ 3.11 โดยเปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์และเปอร์เซ็นต์ Yield หลังจากการล้างน้ำดังแสดงในตารางที่ 3.4



ภาพที่ 3.11 การล้างกลีเซอรอลหลังทำปฏิกิริยาด้วยการหยดน้ำร้อนลง

ตารางที่ 3.4 แสดงเปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์จากการวิเคราะห์ด้วย TLC/FID, เปอร์เซนต์กลีเซอรอลและน้ำหนักสารหลังผ่านการล้างน้ำด้วยการหยคน้ำร้อน

ตัวอย่างสาร	เปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์	เปอร์เซนต์กลีเซอรอล	น้ำหนักสาร (กรัม)
ผลผลิตที่ได้จากการทำปฏิกิริยา	62.7	11.2	100
สารชั้นบน	58.2	9.6	87.27
สารชั้นล่าง	70.7	-	-

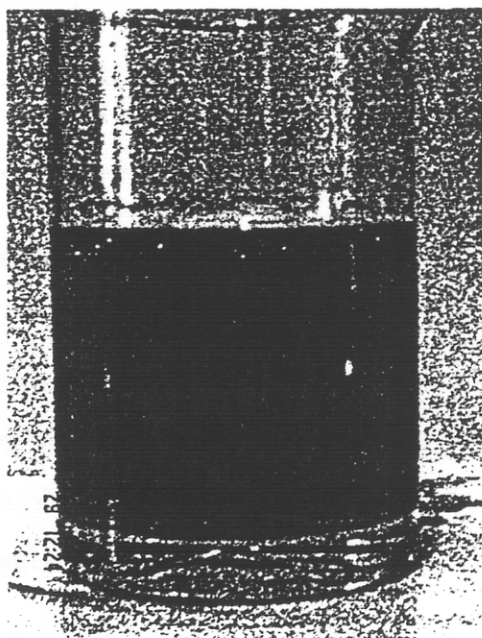
ข้อมูลจากตารางเห็นได้ว่าเปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์จากการวิเคราะห์ด้วย TLC/FID หลังล้างน้ำด้วยการหยคน้ำร้อนลงไปจะลดลงจาก 62.7 เป็น 58.2 เปอร์เซ็นต์ แต่ในส่วนของเฟส น้ำล้างกลับพบว่าเปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์กลับมีสูงกว่าสารหลังทำปฏิกิริยาเสร็จ การล้างน้ำแบบหยดจึงแสดงให้เห็นว่ามีการสูญเสียโมโนกลีเซอไรด์ ไปกับน้ำล้างเป็นส่วนใหญ่ ในขณะที่เปอร์เซนต์กลีเซอรอลหลังจากการล้างน้ำด้วยการหยดก็ไม่ได้ลดลงมากนัก ลดลงเหลือแค่ 9.6 จากเริ่มต้น 11.2 เปอร์เซ็นต์

(3) การเติมกรดไฮโดรคลอริก

ดังตารางที่ 3.5 พบว่าเมื่อเติมกรด 4 มิลลิลิตร สามารถกำจัดกลีเซอรอลที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาได้เกือบสมบูรณ์ โดยกลีเซอรอลที่เหลือหลังทำปฏิกิริยามีค่า 11.23 เปอร์เซ็นต์ น้ำหนักกลีเซอรอลที่ได้จากการการเติมกรด 4 มิลลิลิตร ในเฟสล่าง 11.25 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกัน การแยกชั้นของกลีเซอรอล แสดงดังในภาพที่ 3.12

ตารางที่ 3.5 ผลการเติมกรดไฮโดรคลอริก 37 % ปริมาตรต่างๆ ต่อตัวอย่างสาร 100 กรัม หลังทำปฏิกิริยาที่ 200 องศาเซลเซียส สัดส่วนโมล 2.5 ต่อ 1

ปริมาตรHCl (ml)	pH			เฟสล่าง		
	ขณะกวน	เฟสบน	เฟสล่าง	น้ำหนัก (ก.)	เปอร์เซ็นต์ เซอร์รอล	น้ำหนัก กลีเซอร์รอล (ก.)
1	6	6	6	6.52	80.29	5.24
2	0	4	0	10.11	78.37	7.92
3	0	4	0	13.22	72.04	9.52
3.5	0	3.5	0	14.41	68.70	9.89
4	0	3.5	0	15.79	71.25	11.25
4.5	0	3.5	0	16.64	67.62	11.24
5	0	3.5	0	17.45	64.41	11.23
5.5	0	3	0	18.17	62.34	11.32
6	0	3	0	18.63	60.36	11.24



ภาพที่ 3.12 การแยกชั้นของกลีเซอร์รอลเมื่อเติมกรดไฮโดรคลอริกลงไป

เมื่อนำเฟสบนหรือเฟสโมโนกลีเซอไรด์จากการเติมกรดในปริมาณต่าง ๆ ไปวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์จาก TLC/FID ได้ผลดังตารางที่ 3.6 โดยผลที่ได้เห็นได้ว่าเมื่อเติมกรดตั้งแต่ 2 มิลลิลิตรต่อสาร 100 กรัม เป็นต้นไป เปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์มีแนวโน้มที่ลดลง ในขณะที่การเติมกรดแค่ 1 มิลลิลิตร เปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์มีค่า 62 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งมีค่าไม่แตกต่างกับก่อนการเติมกรด ในส่วนของการเติมกรดตั้งแต่ 2 มิลลิลิตร เป็นต้นไป ทำให้เปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์ลดลง ถึงแม้ว่าการเติมกรดในปริมาณที่สูงขึ้นจะช่วยกำจัดกลีเซอรอลส่วนเกินได้มากขึ้นก็ตาม แต่กลับทำให้ปริมาณโมโนกลีเซอไรด์ลดลง ดังนั้นจึงเลือกการเติมกรด 1 มิลลิลิตร ในการกำจัดกลีเซอรอลออกจากของผสม

ตารางที่ 3.6 เปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์จากการวิเคราะห์ด้วย TLC/FID เมื่อเติมกรดไฮโดรคลอริก 37 % ที่ปริมาตรต่างๆ

ตัวอย่างสาร	เปอร์เซ็นต์ โมโนกลีเซอไรด์
ผลผลิตที่ได้จากการทำปฏิกิริยา	62
เติมกรด 1 มิลลิลิตร	62
เติมกรด 2 มิลลิลิตร	53
เติมกรด 3 มิลลิลิตร	51
เติมกรด 4 มิลลิลิตร	37

(4) การเติมกรดไฮโดรคลอริก 37 % 1 มิลลิลิตรต่อสารผสม 100 กรัม ตามด้วยการกลั่นสุญญากาศ

สารผสมที่นำมากลั่นมี pH 6 ซึ่งมีความสอดคล้องกับ Hui. (1996) ที่กล่าวว่าการเติมกรดเพื่อปรับสภาพให้เป็นกลางหลังจากทำปฏิกิริยากลิเซอโรไลซิสควรปรับให้ pH อยู่ในช่วง 5-7 เพื่อกำจัดกลีเซอรอล ก่อนที่จะทำการกลั่นเพื่อดึงกลีเซอรอลส่วนเกินออกและนำไปสู่การกลั่นสุญญากาศเพื่อแยกโมโนกลีเซอไรด์ต่อไป

เนื่องจากดังปฏิกรณ์ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยากลิเซโรไลซิสไม่สามารถลดความดันได้ ใกล้เคียงสูญญากาศ เพราะมีรอยรั่วบริเวณตรงแกนหมุนของใบพัด ได้ทดลองโดยการใส่ ตัวอย่างสารประมาณ 30 กรัม เท่านั้น สาเหตุที่ใช้ปริมาณน้อยเนื่องจากหากใช้ในปริมาณ มากกว่านี้ จะไม่สามารถทำการกลั่นได้เนื่องจากเกิดการเดือดจนสารทะลักออกมา อุณหภูมิที่ ใช้เริ่มต้นที่ 250 องศาเซลเซียส โดยพบว่าเมื่อใช้ความดันที่ 110 มิลลิเมตรปรอท สารจะเริ่ม ระเหยออกมา ความดันต่อมากคือ 20 มิลลิเมตรปรอท หากเราทำการลดความดันลงมากกว่านี้ก็ จะพบว่าเกิดฟองเดือดทะลักออกมาจึงไม่สามารถกลั่นต่อได้ ผลการทดลองที่ความดัน 110 มิลลิเมตรปรอท กลั่นแยกกลีเซอรอลมาได้บางส่วน และที่ความดัน 20 มิลลิเมตรปรอท จะแยก กลีเซอรอลออกมาได้เกือบหมด เหลือกลีเซอรอลที่แยกออกมาไม่ได้ประมาณ 0.90 เปอร์เซ็นต์ (ตารางที่ 3.7) แต่ในขณะเดียวกันก็มีโมโนกลีเซไรด์บางส่วนปะปนไปกับเฟสของกลีเซอรอลที่ แยกออกมา ข้อมูลเหล่านี้แสดงให้เห็นว่าการกลั่นสูญญากาศแบบที่ได้ทดลองยังไม่มี ความเหมาะสมที่จะให้แยกกลีเซอรอลส่วนเกินออกจากผลผลิต

การเกิดฟองในระหว่างการทำปฏิกิริยาดังที่ Yong, *et al.* (2001) กล่าวว่าในกระบวนการ กลั่นกลีเซอรอลหาก pH ของสารสูงกว่า 5 การกลั่นที่อุณหภูมิที่สูงก็จะเกิดฟองขึ้นในระหว่างการ กลั่น ในขณะที่ pH ของสารก่อนกลั่นขณะเท่ากับ 6 จึงส่งผลให้เกิดฟองขึ้นจนไม่สามารถกลั่นที่ ความดันต่ำได้อีก

ตารางที่ 3.7 ผลการกลั่นสารที่ผ่านขั้นตอนการปรับสภาพให้เป็นกลาง

ความดัน (mmHg)	ส่วน	เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก	เปอร์เซ็นต์กลีเซอรอล	เปอร์เซ็นต์ โมโนกลีเซไรด์จาก TLC/FID
110	ได้จากกลั่น	5.18	56.31	0
	เหลือจากกลั่น	93.24	2.81	38.87
	สูญเสีย	1.58	-	-
20	ได้จากกลั่น	12.59	82.82	67.82
	เหลือจากกลั่น	84.97	0.90	16.04
	สูญเสีย	2.44	-	-

(5) การเติมกรดไฮโดรคลอริก 37 % 1 มิลลิลิตรต่อสารผสม 100 กรัม ตามด้วยการล้างด้วยน้ำร้อน

การแยกชั้นระหว่างสารผสมกับน้ำดังแสดงในภาพที่ 3.13 สมบัติของสารเฟสบนดังแสดงในตารางที่ 3.8 จากข้อมูลจะเห็นว่าเปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์จากการวิเคราะห์ด้วย TLC/FID หลังทำการล้างน้ำและต้มไล่น้ำออกไม่ได้ลดลงมากนัก ในขณะที่ปริมาณของกลีเซอรอลลดลงเหลือแค่ 0.13 เปอร์เซ็นต์ เท่านั้น และเปอร์เซ็นต์น้ำหนักของสารหลังผ่านการต้มไล่น้ำก็มีค่าสูงถึง 86.61 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นจึงเลือกวิธีการนี้ในการกำจัดกลีเซอรอลส่วนเกิน



ภาพที่ 3.13 การแยกชั้นของน้ำหลังเติมลงไปนสารที่ผ่านการปรับสภาพให้เป็นกลางแล้ว

ตารางที่ 3.8 เปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์จากการวิเคราะห์ TLC/FID และเปอร์เซ็นต์กลีเซอรอลในขั้นตอนการกำจัดกลีเซอรอลด้วยการเติมกรดและล้างน้ำ

ตัวอย่างสาร	เปอร์เซ็นต์ โมโนกลีเซอไรด์ จาก TLC/FID	เปอร์เซ็นต์ กลีเซอรอล	เปอร์เซ็นต์ น้ำหนัก
ผลผลิตที่ได้จากการทำปฏิกิริยา	62	11.23	100
เฟสโมโนกลีเซอไรด์ หลังเติมกรด	62	6.41	94.72
เฟสกลีเซอรอล หลังเติมกรด	100	-	-
เฟสโมโนกลีเซอไรด์ หลังต้มไล่น้ำ	59	0.13	86.61
เฟสน้ำล้าง หลังล้างน้ำ	100	-	-

3.2 การเพิ่มความบริสุทธิ์ของโมโนกลีเซอไรด์

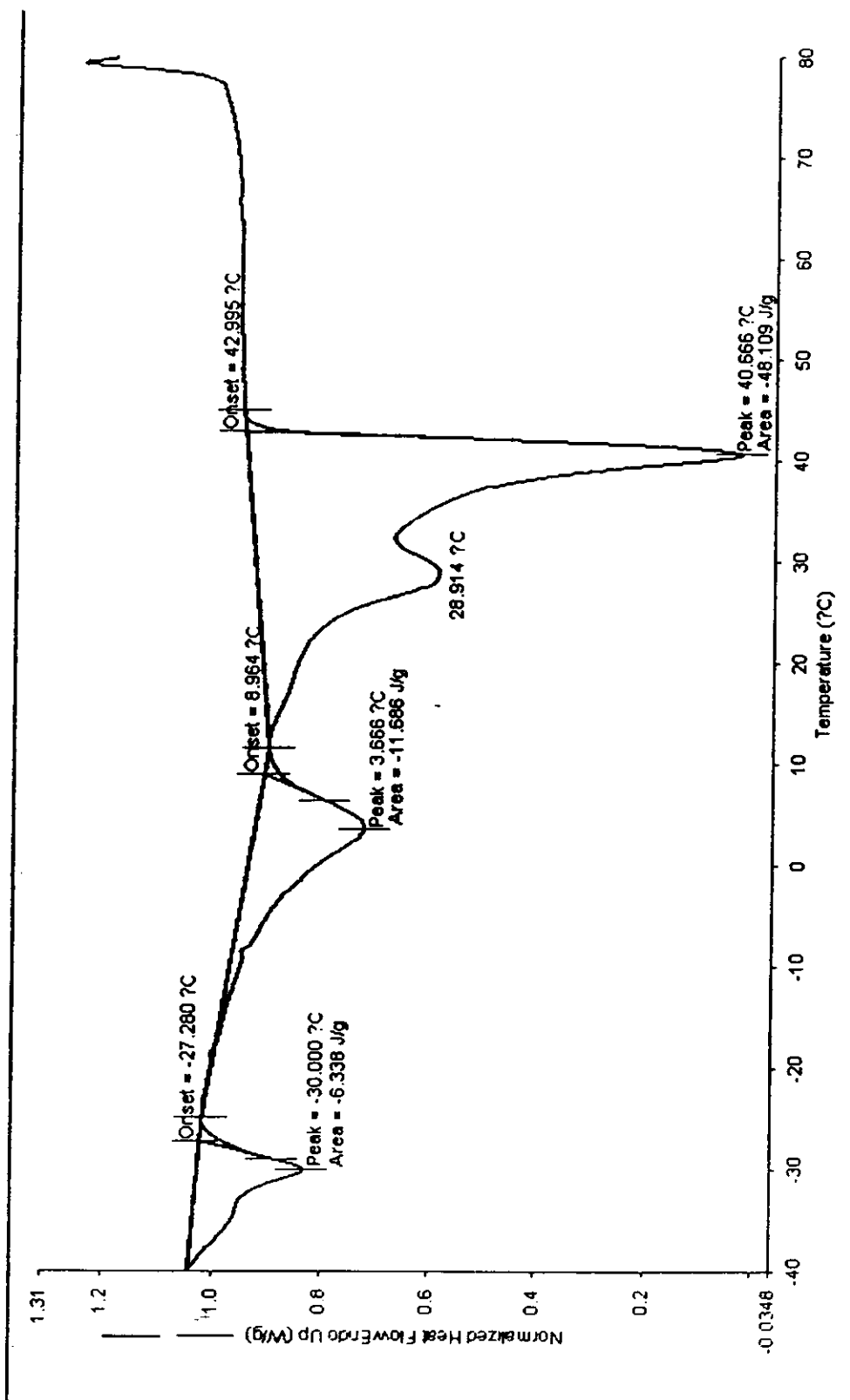
(1) การตกผลึกสารโดยการควบคุมอุณหภูมิ

เมื่อนำตัวอย่างสารที่ผ่านการกำจัดกลีเซอรอลส่วนเกินไปวิเคราะห์ด้วยวิธี DSC เพื่อหาอุณหภูมิการตกผลึก พบว่าอุณหภูมิเริ่มการเกิดผลึกจะอยู่ที่ประมาณ 43 องศาเซลเซียส (ภาพที่ 3.14) หลังจากควบคุมอุณหภูมิดังกล่าว ตัวอย่างสารจะมีลักษณะเป็นของเหลวผสมกับของแข็ง เมื่อกรองผลึกด้วยกระดาษกรองภายใต้แรงดูดสุญญากาศ และทำการกรองโดยใช้แรงโน้มถ่วงของโลก ตัวอย่างก็ไม่สามารถผ่านการกรองได้ จึงกล่าวได้ว่าการแยกสารโดยวิธีการดังกล่าวไม่สามารถกระทำได้

(2) การตกผลึกสารโดยใช้ตัวทำละลาย Isooctane

สารผสมใน Isooctane ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส แสดงดังภาพที่ 3.15 การเกิดผลึกหลังจากควบคุมอุณหภูมิดังภาพที่ 3.16 แม้ว่าอุณหภูมิที่เริ่มการตกผลึกประมาณ 43 องศาเซลเซียส แต่พบว่าอุณหภูมิการเกิดผลึกอยู่ประมาณ 37 องศาเซลเซียส โดยที่อุณหภูมิ 36 องศาเซลเซียสจะเกิดผลึกและเปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์มากที่สุด (ตารางที่ 3.9) ส่วนการสูญเสียที่สูงถึง 22.40 เปอร์เซ็นต์ น่าจะเกิดจากผลึกที่ติดไปกับกระดาษ เมื่อนำผลึกที่ได้จากการตกผลึกที่ 36 องศาเซลเซียส ไปหาอุณหภูมิการตกผลึกครั้งที่ 2 พบว่าที่อุณหภูมิ 36 องศาเซลเซียส ของผสมในตัวทำละลายไม่สามารถเทออกมารองได้ ต้องเพิ่มอุณหภูมิการตกผลึก อุณหภูมิที่สามารถทำการกรองได้คือ 40 องศาเซลเซียส เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วยวิธี DSC ของผลึกที่ได้ที่ 36 องศาเซลเซียส เปรียบเทียบกับตัวอย่างก่อนการเติมกรด หลังเติมกรดและหลังการล้างน้ำ จะเห็นได้ชัดเจนว่าผลึกที่ได้ มีอุณหภูมิการตกผลึกที่สูงขึ้น คือประมาณ 68 องศาเซลเซียส (ภาพที่ 3.17) จึงเป็นสาเหตุให้ตกผลึกซ้ำที่อุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น

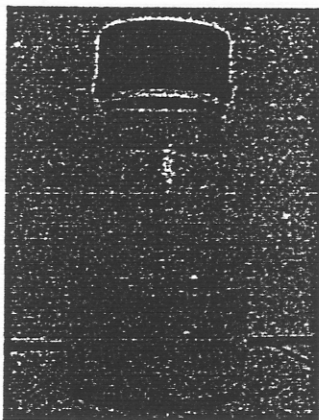
การตกผลึกครั้งที่ 2 พบว่าเปอร์เซ็นต์ผลได้ (% Yield) เท่ากับ 76 เปอร์เซ็นต์ และโมโนกลีเซอไรด์มีความบริสุทธิ์สูงถึง 99 เปอร์เซ็นต์ (ตารางที่ 3.10) ซึ่งจัดว่ามีความบริสุทธิ์สูงในทางการค้า



ภาพที่ 3.14 โครมาโตแกรมของสารที่ผ่านการกำจัดกลีเซอรอลส่วนเกินวิเคราะห์ด้วย DSC



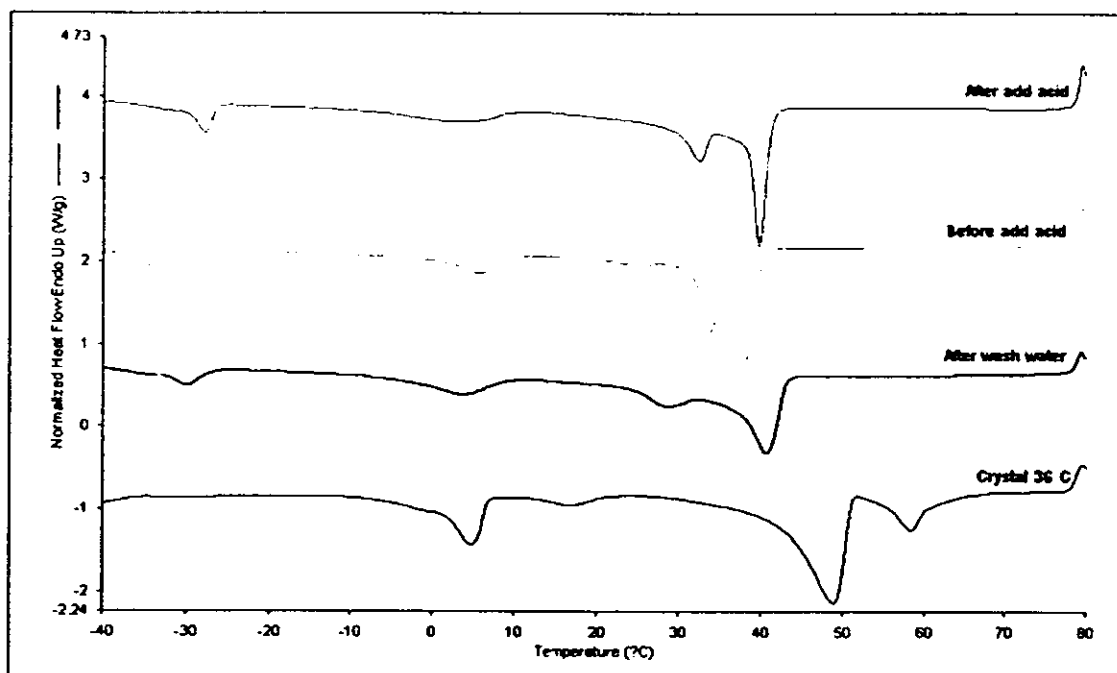
ภาพที่ 3.15 หลังจากผสมตัวทำละลายกับตัวอย่างสารเมื่ออุ่นให้ความร้อนที่ 70 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 3.16 การแยกชั้นของผลึกหลังตั้งให้เกิดการตกผลึก

ตารางที่ 3.9 น้ำหนักสารหลังตกผลึกด้วย Isooctane และเปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์จากการวิเคราะห์ด้วย TLC/FID หลังตกผลึกที่อุณหภูมิต่างๆ

ส่วน	อุณหภูมิ (°C)	น้ำหนักผลึก (กรัม)	เปอร์เซ็นต์ น้ำหนัก	เปอร์เซ็นต์ โมโนกลีเซอไรด์ จาก TLC/FID
ผลึก	37	1.54	7.71	76
	36	2.04	10.17	85
	35	1.38	6.88	74
	34	1.33	6.66	77
	33	1.01	5.06	59
	32	1.23	6.13	60
	31	0.79	3.95	62
	30	0.30	1.48	72
	29	0.43	2.15	74
	28	0.36	1.80	70
ของเหลว	28	5.11	25.51	44
สูญเสียน้ำหนัก		4.51	22.51	-

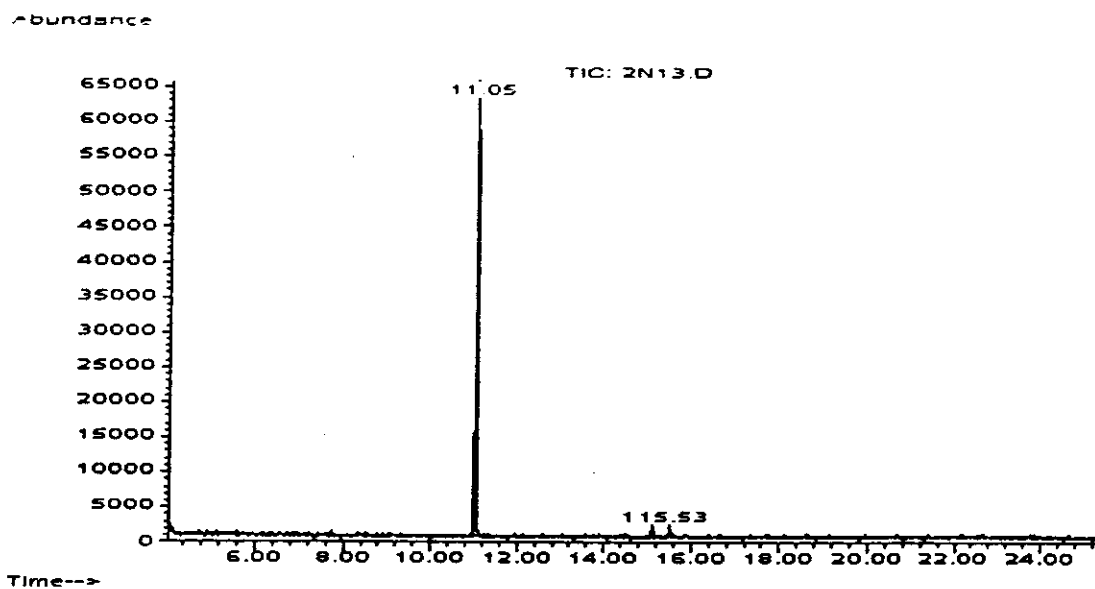


ภาพที่ 3.17 โคจรมาโตแกรมของสารก่อนการเติมกรด หลังเติมกรด หลังผ่านการล้างน้ำและผลึกที่ 36 องศาเซลเซียส จากการวิเคราะห์หาอุณหภูมิการตกผลึกด้วย DSC

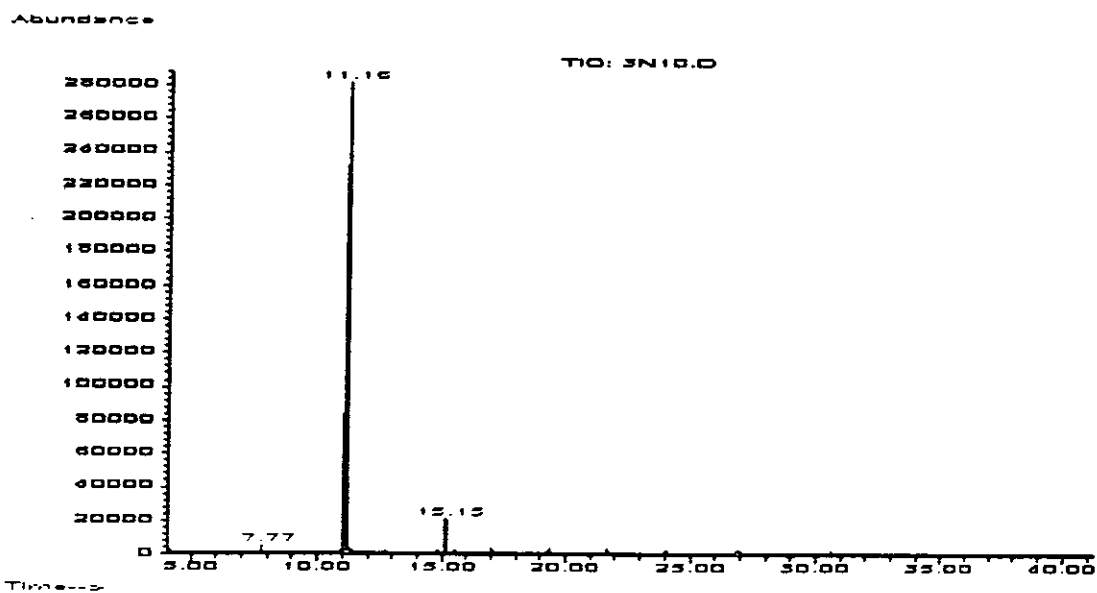
ตารางที่ 3.10 น้ำหนักผลึกและเปอร์เซ็นต์โมโนกลีเซอไรด์จากการวิเคราะห์ด้วย TLC/FID หลังนำผลึกที่ตกผลึกครั้งแรกที่ 36 องศาเซลเซียส มาตกผลึกซ้ำที่ 40 องศาเซลเซียส ด้วย Isooctane

ส่วน	น้ำหนัก (ก.)	เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก	เปอร์เซ็นต์ โมโนกลีเซอไรด์ จาก TLC/FID
ผลึกครั้งที่ 1	2	100	85
ผลึกครั้งที่ 2	1.53	76.37	99

เมื่อนำผลึกที่ได้จากการตกผลึกครั้งแรกที่ 36 องศาเซลเซียส และผลึกครั้งที่ 2 ไปวิเคราะห์ GC/MS โดยตัวอย่างก่อนการวิเคราะห์ต้องทำปฏิกิริยาให้อยู่ในรูปเมทิลเอสเตอร์ก่อนพบว่าผลึกที่ได้จากการตกผลึกทั้งสองครั้งจะเป็นโมโนปาล์มมิเตดิงโคจรมาโตแกรมจากการวิเคราะห์ด้วย GC/MS แสดงดังภาพที่ 3.18 และ 3.19 ผลการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 3.11



ภาพที่ 3.18 โครมาโตแกรมของผลิตภัณฑ์ก่อนการตกผลึกที่ 36 องศาเซลเซียส ด้วย GC/MS



ภาพที่ 3.19 โครมาโตแกรมของผลิตภัณฑ์หลังการตกผลึกซ้ำที่ 40 องศาเซลเซียส ด้วย GC/MS

ตารางที่ 3.11 ชนิดและส่วนประกอบของผลิตภัณฑ์ก่อนและหลังตกผลึกที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เมื่อวิเคราะห์ด้วย GC/MS

ส่วนผลึก	ส่วนประกอบที่	ชนิดเมทิลเอสเทอร์	เปอร์เซ็นต์
ก่อนตกผลึก	1	Methyl palmitate	94.3
	2	ไม่สามารถระบุได้	3.2
	3	ไม่สามารถระบุได้	2.5
หลังตกผลึก	1	ไม่สามารถระบุได้	0.4
	2	Methyl palmitate	95.6
	3	Methyl stearate	4.0

4. การออกแบบถังปฏิกรณ์ขนาดเล็กและการคำนวณต้นทุนการผลิต

4.1 การออกแบบถังปฏิกรณ์

การคำนวณการออกแบบถังภาคผนวก ข

ปริมาตรรวมของถัง เท่ากับ 626 ลิตร

ความหนาของเหล็กที่ใช้ 6 มิลลิเมตร

ชนิดโลหะที่ใช้ สแตนเลส 316L

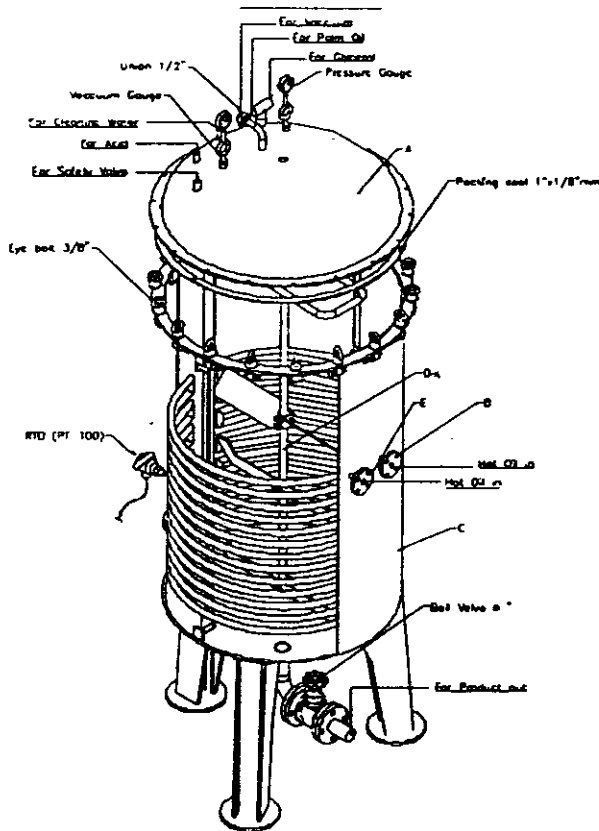
ใช้ท่อคอยล์ Hot oilให้ความร้อน

เวลาที่ให้ความร้อน 1 ชั่วโมง 48 นาที จากอุณหภูมิเริ่มต้นที่ 80 องศาเซลเซียส ถึง 200 องศาเซลเซียส

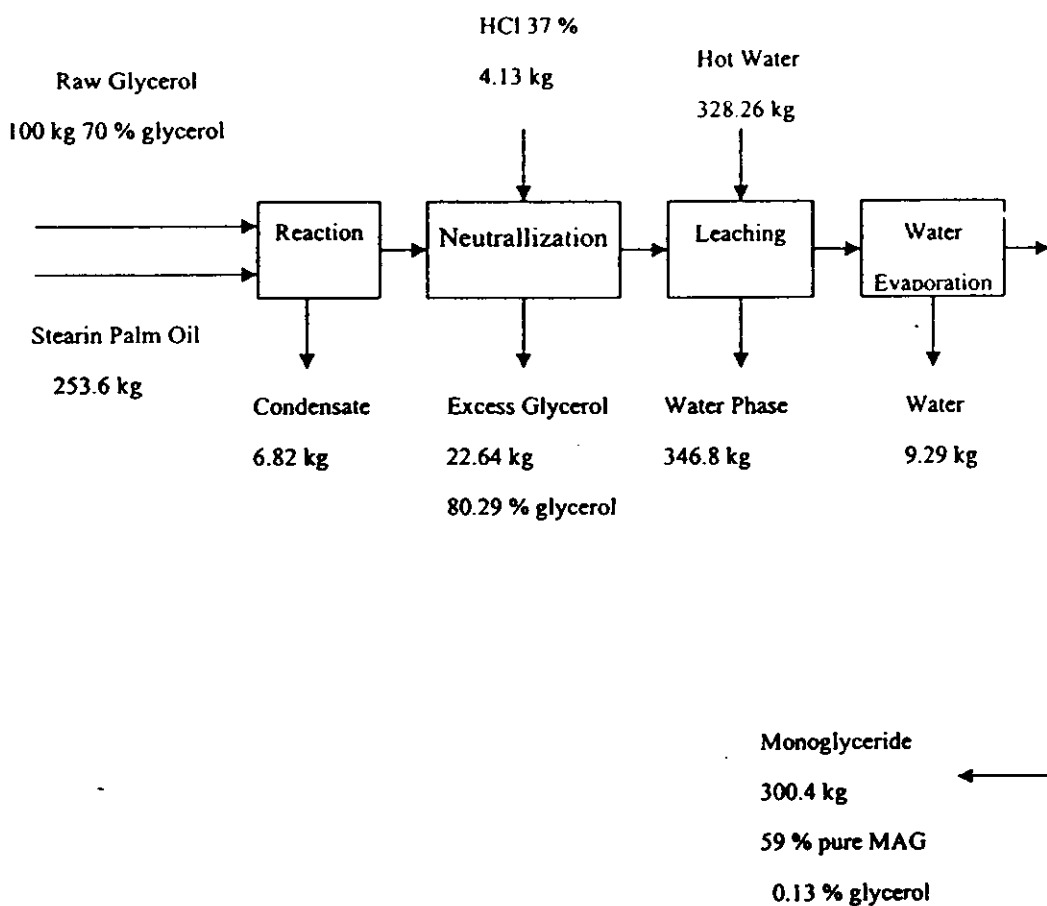
กำลังมอเตอร์ที่ใช้ 3.7 kW

วัตถุดิบน้ำมันและกลีเซอรอลดิบที่ผ่านการหลอมเหลวแล้ว จะส่งมาตามท่อเข้าทางด้านบนของผาดังลงสู่ถังปฏิกรณ์ (ภาพที่ 3.20) เพื่อทำปฏิกิริยา ท่อสำหรับพ่นแก๊สไนโตรเจนเข้าทางด้านล่างของถังเพื่อทำการไล่อากาศออกจากระบบ ทำปฏิกิริยาเสร็จสิ้นกรดจะถูกส่งลงมาจากท่อด้านบนถังปฏิกรณ์เพื่อปรับสภาพให้เป็นกลางและให้กลีเซอรอลที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาแยกชั้นออกมา หลังจากเปิดวาล์วด้านล่างถังปฏิกรณ์ให้กลีเซอรอลออกแล้ว ท่อน้ำร้อนด้านบนก็จะถูกปล่อยลงมาเพื่อล้างกลีเซอรอลที่เหลืออยู่บางส่วนออกไป เมื่อน้ำล้างกลีเซอรอลส่วนเกินออกหมดแล้ว ก็จะเข้ากระบวนการระเหยน้ำที่เหลืออยู่ในสาร สารที่ผ่านการระเหยน้ำ

อลส่วนเกินออกหมดแล้ว ก็จะเข้ากระบวนการระเหยน้ำที่เหลืออยู่ในสาร สารที่ผ่านการระเหยน้ำแล้วก็จะนำไปสู่ขั้นตอนการทำให้มีความบริสุทธิ์สูงขึ้น ดังแสดงในภาพที่ 3.21 ไดอะแกรมสมดุลมวลการผลิตโมโนกลีเซอไรด์จากกลีเซอรอลดิบ 0.1 ตัน



ภาพที่ 3.20 ดังปฏิกิริยาที่ออกแบบเพื่อรองรับกำลังการผลิต 0.1 ตัน กลีเซอรอลดิบ



ภาพที่ 3.21 โดอะแกรมสมดุลมวลการผลิตโมโนกลีเซอไรด์จากกลีเซอรอลดิบ 0.1 ตัน

4.2 การคำนวณต้นทุนการผลิต

ทำการวิเคราะห์ต้นทุนการผลิต โดยใช้ต้นทุนสารเริ่มต้น 6,034 กรัม สารหลังผ่านการกำจัดกลีเซอรอลแล้วจะได้สารน้ำหนัก 5,125 กรัม ต้นทุนการผลิตดังตารางที่ 3.12

ตารางที่ 3.12 ต้นทุนการผลิตโมโนกลีเซอไรด์หลังผ่านขั้นตอนการกำจัดกลีเซอรอล

ต้นทุนการผลิต	จำนวน (บาท)
1. วัตถุดิบ	99.31
2. พลังงานไฟฟ้า	3.28
3. ค่าแรงงาน	100
รวม	202.59

เมื่อนำมาคิดต้นทุนต่อน้ำหนักที่ได้ จะเท่ากับ 39.53 บาท/กิโลกรัม หากไม่มีการคิดต้นทุนด้านแรงงานแล้ว เนื่องจากในทางทดลองผลิตสารที่ได้มาเพียง 5.1 กิโลกรัม ซึ่งถือว่าน้อยมากเมื่อเทียบกับค่าแรงงานที่ต้องใช้ไป ต้นทุนการผลิตจะลดลงเหลือ 20.02 บาท/กิโลกรัม โดยต้นทุนหลักของการผลิตจะเป็นในส่วนของไปราล์มสเตียร์ที่มีราคา 18 บาท/กิโลกรัม (ภาคผนวก ข)

ในส่วนการคำนวณต้นทุนการผลิตในขั้นตอนการเพิ่มความเข้มข้นโมโนกลีเซอไรด์ด้วยการตกผลึกในตัวทำละลาย Isooctane ยังไม่สามารถคำนวณได้ ทั้งนี้ผลการทดลองดังกล่าวยังไม่เหมาะสมที่จะนำมาใช้ในการผลิตที่แท้จริง ยังต้องมีการพัฒนาขั้นตอนการผลิตต่อไป แต่ขั้นตอนดังกล่าวแสดงให้เห็นแล้วว่าการตกผลึกซ้ำจะทำให้ได้ความเข้มข้นของโมโนกลีเซอไรด์สูงถึง 99 เปอร์เซ็นต์ และชนิดโมโนกลีเซอไรด์ที่ได้ส่วนใหญ่มาจากกรดไขมันปาล์มมิติก ดังนั้นการตกผลึกหากทำการศึกษาต่อไปแล้วเชื่อว่าจะสามารถแยกชนิดของโมโนกลีเซอไรด์ออกมาได้ และทำให้มูลค่าของโมโนกลีเซอไรด์สูงขึ้น

โมโนกลีเซอไรด์ทางการค้าที่ผลิตจาก Molecular distilled monoglyceride มีราคา 85 บาท/กิโลกรัม โดยมีปริมาณโมโนกลีเซอไรด์อย่างต่ำ 95 เปอร์เซ็นต์ ส่วนโมโนกลีเซอไรด์ที่ผลิตได้ในงานวิจัยนี้มีเมื่อผ่านการทำปฏิกิริยา มีความบริสุทธิ์ 59 เปอร์เซ็นต์ ราคาต้นทุนการผลิตอยู่ที่ประมาณ 20-40 บาท ส่วนในขั้นตอนเพื่อเพิ่มความบริสุทธิ์ของโมโนกลีเซอไรด์ซึ่งเราได้โมโนปาล์มมิต 95 เปอร์เซ็นต์ คาดว่าไม่น่าจะเกิน 20 บาท/กิโลกรัม สำหรับโมโนกลีเซอไรด์ที่มีความบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์นั้นสามารถขายในรูปของสารเคมีเกรดวิเคราะห์ซึ่งมีราคาสูง ดังนั้นงานวิจัยนี้แสดงให้เห็นความเป็นไปได้ที่จะผลิตโมโนกลีเซอไรด์จากกลีเซอรอลที่เป็นพลอยได้จากการผลิตไบโอดีเซลในเชิงการค้าต่อไป