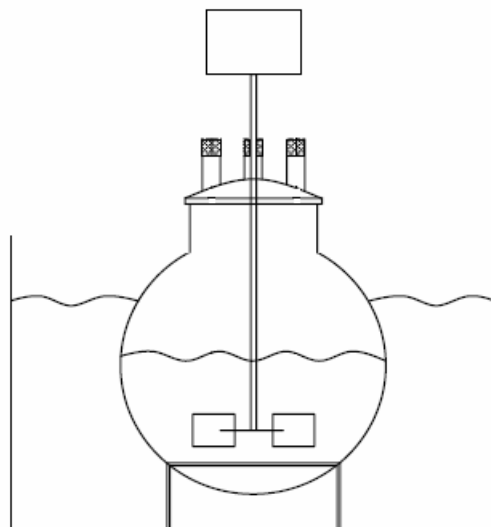


### บทที่ 3

## อุปกรณ์และวิธีดำเนินการวิจัย

### 3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการศึกษา

3.1.1 ชุดเครื่องปฏิกรณ์ (Reactor) ขนาด 2 ลิตร ตามรูปที่ 3.1 ได้แสดงอุปกรณ์ของชุดปฏิกรณ์ที่ประกอบด้วย ไบอวอล์ฟวม ฝาครอบ เข็มขัดจับยึด จุกยาง และตัวถังปฏิกรณ์



รูปที่ 3.1 ชุด Reactor ครบชุดพร้อมไบอวอล์ฟวม

จากรูปที่ 3.1 แสดงชุดเครื่องปฏิกรณ์ ขนาด 2 ลิตรที่ใช้ในการศึกษาหากระบวนการผลิตเมทิลเอสเทอร์แบบ 2 กระบวนการคือ Esterification และ Transesterification

### 3.1.2 ชุดควบคุมอุณหภูมิและความเร็วในการกวน



รูปที่ 3.2 ชุด เครื่องถ่ายเทความร้อนโดยใช้น้ำเป็นตัวส่งผ่าน

จากรูปที่ 3.2 แสดงถึงเครื่องควบคุมอุณหภูมิน้ำเพื่อส่งผ่านอุณหภูมิให้น้ำมันที่อยู่ในเครื่องปฏิกรณ์ เครื่องควบคุมนี้ประกอบด้วยชุดควบคุมอุณหภูมิกับสวิทช์เปิดปิดการทำงานของมอเตอร์ชุดให้ความร้อนจะมีอุปกรณ์สองตัว และชุดกวนผสมประกอบด้วยมอเตอร์สองชุด โดยชุดแรกใช้สำหรับทำให้น้ำหมุนวน ชุดที่สองทำหน้าที่กวนส่วนผสม

3.1.3 ชุดเครื่องแก้วอย่างเช่น บีกเกอร์ กระจกตวง ขวดชมพู บิวเรต เป็นต้น โดยใช้เครื่องแก้วพื้นฐานที่มีใช้ในห้องปฏิบัติการเคมี



รูปที่ 3.3 ชุดเครื่องแก้วที่ใช้ในการทดลอง

จากรูปที่ 3.3 เป็นชุดเครื่องแก้วที่ใช้การผลิตทั้งชุดล้างและชุดตรวจสอบค่ากรดไขมันอิสระ

#### 3.1.4 เครื่องชั่งน้ำหนัก (ทศนิยม 2 ตำแหน่ง)



รูปที่ 3.4 เครื่องชั่งน้ำหนัก

จากรูปที่3.4 เครื่องชั่งน้ำหนัก ทศนิยม 2 ตำแหน่ง เครื่องชั่งยี่ห้อ SHIMADZU LIBROR EB-3200H พิกัด3 , 120กรัม ความละเอียด 0.01 กรัมไว้ซึ่งสารเคมี

#### 3.1.5 Hotplate Stirrer



รูปที่ 3.5 เครื่อง Hotplate Stirrer

จากรูปที่3.5 เป็นเครื่องให้ความร้อนและกวนในเวลาเดียวกัน ยี่ห้อ(CORNING)

#### 3.1.6 เทอร์โมมิเตอร์



รูปที่ 3.6 เครื่องเทอร์โมมิเตอร์

จากรูปที่3.6 เป็นเครื่องวัดอุณหภูมิ K-type thermocouple: -200 °C to 1370°C ยี่ห้อ FLUKE No 5111 ใช้วัดอุณหภูมิตรวจสอบอุณหภูมิในการผลิตเมทิลเอสเตอร์

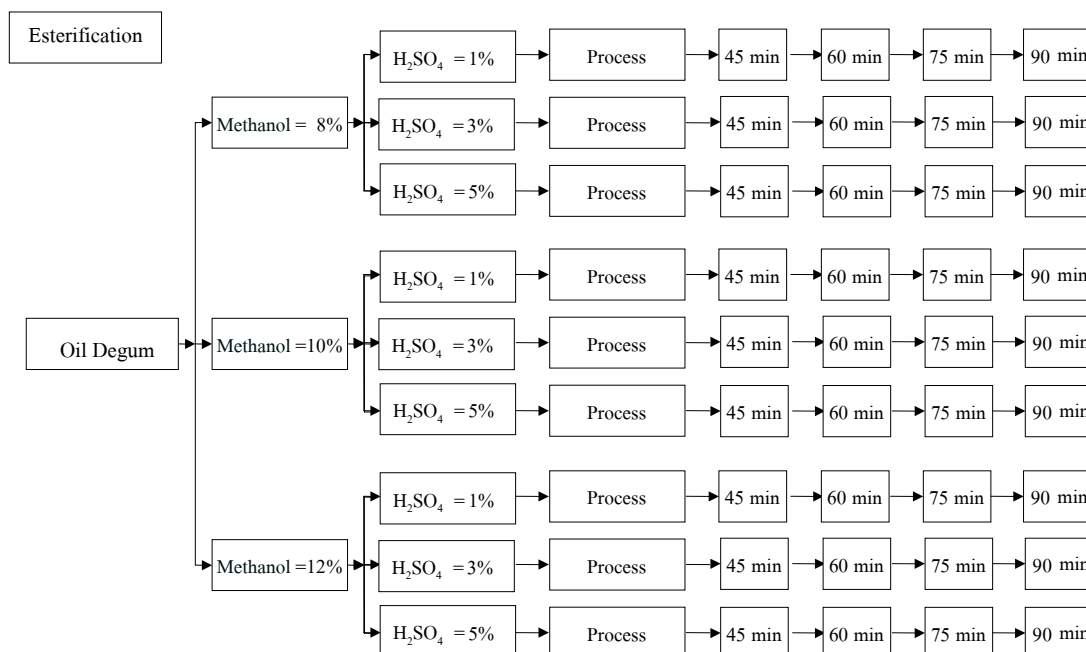
### 3.2 วัตถุดิบและสารเคมี

1. น้ำมันปาล์มหีบรวม (Mixed Crude Palm oil : MCPO)
2. เมทานอล (Methanol :  $\text{CH}_3\text{OH}$ )
3. กรดฟอสฟอริก
4. กรดซัลฟิวริก (Sulfuric Acid :  $\text{H}_2\text{SO}_4$ )
5. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium Hydroxide :  $\text{NaOH}$ ) หรือ โซดาไฟ
6. ฟีนอล์ฟทาเลอินอินดิเคเตอร์ (Phenolphthalein Indicator)

### 3.3 การผลิตเมทิลเอสเทอร์

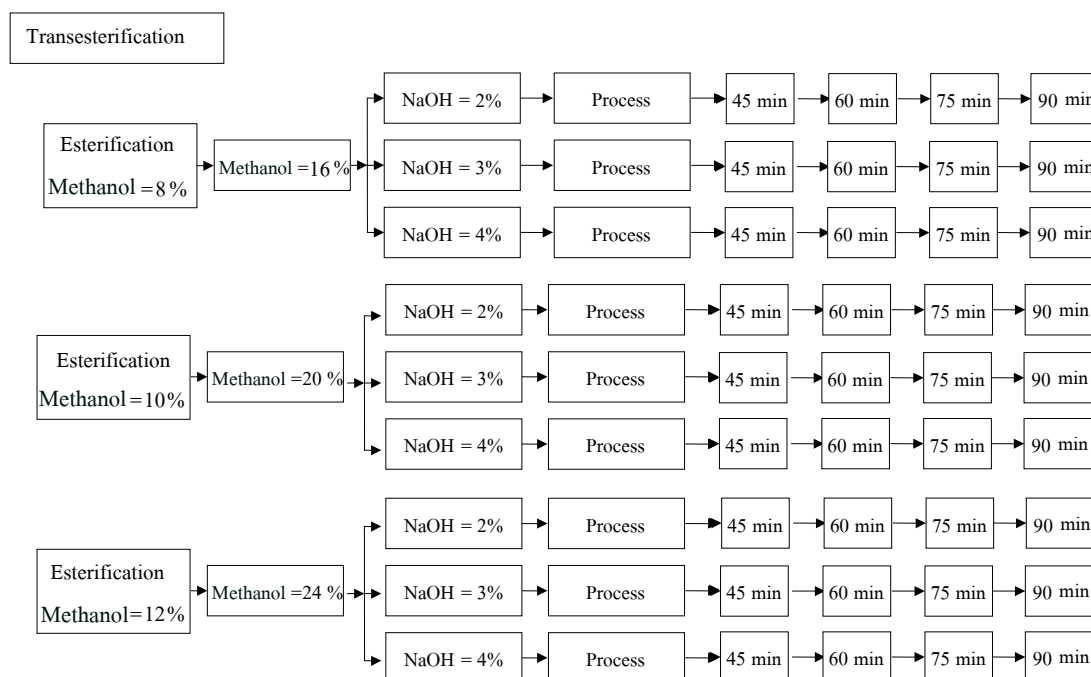
การผลิตเมทิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มหีบรวม จะใช้กระบวนการผลิตแบบสองกระบวนการ คือ กระบวนการแรกใช้การผลิตแบบ Esterification ซึ่งเลือกใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ความเข้มข้น 1 , 3 และ 5% โดยน้ำหนักของน้ำมัน เพื่อทำหน้าที่ลดกรดไขมันอิสระ หลังจากปล่อยให้ทำปฏิกิริยาต่อ 8 ชั่วโมง ก็เข้าสู่กระบวนการผลิตในขั้นตอนที่ 2 คือการทำปฏิกิริยาแบบ Transesterification ซึ่งเลือกใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ความเข้มข้น 2 , 3 และ 4% เทียบโดยน้ำหนักของน้ำมัน เพื่อผลิตเป็นเมทิลเอสเทอร์ ในการผลิตเมทิลเอสเทอร์ทั้งสองกระบวนการ ใช้อัตราส่วนเมทานอลโดยรวมคือ 24 , 30 และ 36% โดยปริมาตร กล่าวคือในกระบวนการผลิตแบบ Esterification ใช้อัตราส่วน เมทานอลที่ 8 , 10 และ 12% โดยแบ่งอัตราส่วนเมทานอลจากอัตราส่วนเมทานอลโดยรวมคือ 24 , 30 และ 36% ดังนั้นในขั้นตอนการผลิตที่ทำปฏิกิริยาแบบ Transesterification จะใช้อัตราส่วนเมทานอลที่เหลือจากการผลิตที่ผ่านกระบวนการ Esterification กล่าวคือในขั้นตอนการผลิตแบบ Transesterification จะใช้อัตราส่วนเมทานอลที่ 16 , 20 และ 24% ผลผลิตเมทิลเอสเทอร์ที่ได้ จะต้องเมื่อผ่านการตรวจสอบหาค่าความบริสุทธิ์ด้วย Thin Layer Chromatography

จากที่กล่าวมาข้างต้นพอสรุปได้ว่าการผลิตเมทิลเอสเทอร์ จากน้ำมันปาล์มหีบรวม ที่มีกรดไขมันอิสระสูงและออกแบบกระบวนการผลิตแบบ 2 ขั้นตอน คือ ขั้นแรกผ่านกระบวนการผลิตแบบ Esterification ,ขั้นตอนที่สองผ่านกระบวนการผลิตแบบ Transesterification ดังแสดงรูปการออกแบบ การทดลองดังรูปที่ 3.7 และ 3.8



รูปที่ 3.7 แสดงการออกแบบการทดลองขั้นตอนแรกของกระบวนการผลิตแบบ Esterification

จากรูปที่ 3.7 แสดงชุดการออกแบบการทดลองขั้นตอนแรกของกระบวนการผลิตแบบ Esterification ที่มี 9 ชุดการทดลอง



รูปที่ 3.8 แสดงการออกแบบการทดลองขั้นตอนที่สองของกระบวนการผลิตแบบ Transesterification

จากรูปที่ 3.8 แสดงการออกแบบการทดลองขั้นตอนที่สองของกระบวนการผลิตแบบ Transesterification ที่ออกแบบต่อจากการขั้นตอนแรกของกระบวนการ Esterification

### 3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมวัตถุดิบ

#### 3.3.1.1 น้ำมันปาล์มหีบรวม

น้ำมันปาล์มหีบรวมที่ใช้เป็นวัตถุดิบ จะต้องไม่มีน้ำผสมอยู่เนื่องจากน้ำจะทำปฏิกิริยากับโครงสร้างของน้ำมันปาล์มดิบ เป็นสาเหตุให้เกิดกรดไขมันอิสระเพิ่มขึ้นในบางครั้งอาจจะมีขี้ผสมอยู่ และยางเหนียวที่ปะปนอยู่ในน้ำมันปาล์มดิบเป็นการยากในการเก็บรักษาน้ำมันปาล์มดิบ เนื่องจากยางเหนียวทำปฏิกิริยากับอากาศจะให้น้ำมันมีกลิ่นหืนและยางเหนียวจะเกาะติดภาชนะเป็นอุปสรรคต่อการทำงาน ดังนั้นการกำจัดยางเหนียวจะเป็นการกำจัดขี้ด้วยและขั้นตอนสุดท้ายของการกำจัดยางเหนียวจะทำการไล่น้ำออก โดยมีขั้นตอนการแยกยางเหนียว เพื่อเป็นวัตถุดิบในการผลิตเมทิลเอสเทอร์ โดยแบ่งเป็น 3 ขั้นตอน (ศูนย์ศึกษาการพัฒนาพิกุลทอง , 2547)

ก. ขั้นตอนแรกให้ความร้อน และกวนน้ำมันปาล์มดิบชนิดหีบรวมจนอุณหภูมิของน้ำมันปาล์มดิบถึง  $80^{\circ}\text{C}$  จากนั้นเติมสารละลายระหว่างกรดฟอสฟอริก 1 ลิตร กับน้ำ 9 ลิตร ลงไปในน้ำมันปาล์มดิบ 400 ลิตร ในขณะเดียวกันให้ความร้อนเพิ่มขึ้นจนอุณหภูมิถึง  $120^{\circ}\text{C}$  ใช้เวลาในการกวนประมาณ 20-30 นาที จากนั้นหยุดให้ความร้อนแต่ยังคงกวนอยู่ ในขั้นตอนต่อมาให้สเปรย์น้ำร้อนลงไปในส่วนผสมดังกล่าวใช้เวลาในการกวนประมาณ 5 นาที ก็หยุดเครื่องกวนปล่อยให้ยางเหนียวแยกชั้น ยางเหนียวที่หนักกว่าน้ำมันก็จะตกลงกันจากนั้นทำการถ้ายางเหนียวออก

ข. ให้สเปรย์น้ำร้อนรดให้ทั่วผิวหน้าน้ำมัน โดยไม่ต้องกวนและปล่อยให้ยางเหนียวแยกตกกันถึงประมาณ 10 -15 นาที เสร็จแล้วถายน้ำและยางเหนียวทิ้ง ขั้นตอนการล้างน้ำมันดังกล่าวประมาณ 5 ครั้งหรือจนกว่าน้ำที่ล้างจะใส

ค. นำน้ำมันที่ได้มาผ่านกระบวนการล้างมาผ่านกระบวนการไล่น้ำออกโดยให้ความร้อนจนอุณหภูมิถึง  $120^{\circ}\text{C}$  และควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ นานประมาณ 30 นาที

#### 3.3.1.2 กรดซัลฟิวริก

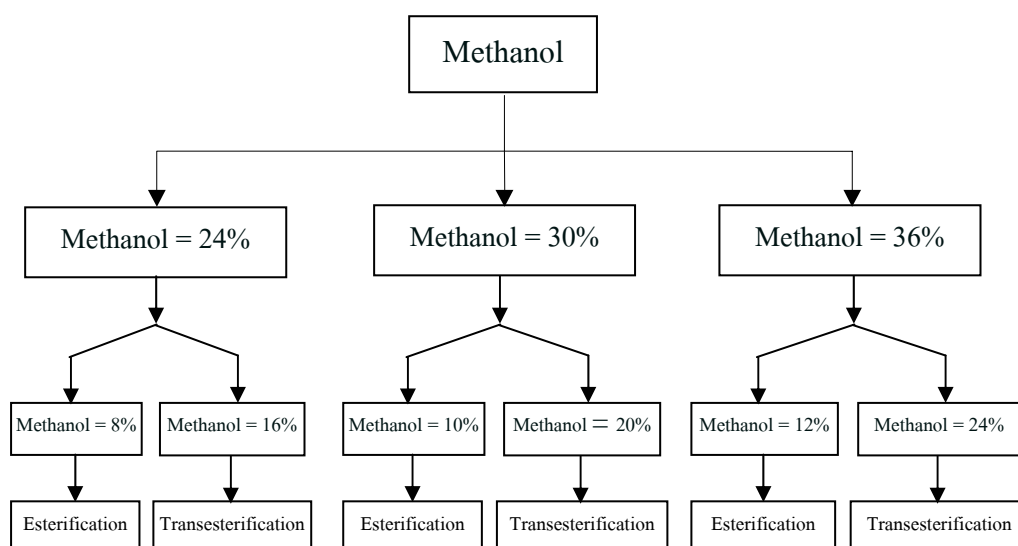
ขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในกระบวนการผลิต แบบ Esterification จะต้องเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาคือกรดซัลฟิวริกในอัตราส่วน 1, 3 และ 5% โดยน้ำหนักของน้ำมัน

### 3.3.1.3 โขเดียมไฮดรอกไซด์

ขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในกระบวนการผลิต แบบ Transesterification จะต้องเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาชื่อ โขเดียมไฮดรอกไซด์ ในอัตราส่วน 2, 3 และ 4% โดยน้ำหนักของน้ำมัน

### 3.3.1.4 อัตราส่วนเมทานอล

การเตรียมเมทานอลเพื่อใช้ในการผลิตเมทิลเอสเทอร์ แบบสองกระบวนการ ใช้อัตราส่วนเมทานอลโดยรวมคือ 24, 30 และ 36% โดยปริมาตรของน้ำมัน และได้แบ่งเมทานอลออกเป็น 2 ส่วนของแต่ละชุดเมทานอล กล่าวคือส่วนแรกใช้กับกระบวนการผลิต Esterification และ ส่วนที่สองใช้กับกระบวนการผลิตแบบ Transesterification โดยมีรายละเอียด ดังรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 ปริมาณเมทานอลต่อน้ำมันเทียบโดยปริมาตร

### 3.3.2 ขั้นตอนการผลิตเมทิลเอสเทอร์

การผลิตเมทิลเอสเทอร์จากน้ำมันปาล์มชนิดหีบรวม มีวิธีการผลิตดังนี้

3.3.2.1 ขั้นตอนแรกให้ความร้อน และกวนน้ำมันปาล์มหีบรวม  $500 \text{ cm}^3$  ที่ผ่านการแยกยางเหนียวแล้ว เมื่ออุณหภูมิคงที่  $60^{\circ}\text{C}$  เติมเมทานอลตามอัตราส่วนดังตารางที่ 1.3 ถ้าเลือกใช้เมทานอลโดยรวมที่ 24% จะต้องใช้เมทานอลที่ 8% ในขั้นตอนแรกจนส่วนผสมเข้ากัน จากนั้นเลือกเติมกรดซัลฟิวริกตามอัตราส่วนที่ต้องการกล่าวคือ เมื่อเลือกอัตราส่วนเมทานอลที่ 8% จากนั้นเลือกปริมาณของกรดซัลฟิวริกที่ 1,3 และ 5% ในที่นี้เลือกกรดซัลฟิวริกที่ 1% เริ่มขั้นตอนการผลิตและเก็บตัวอย่างแรกที่ 45 นาที และเก็บทุกๆ 15 นาที จนถึง 1 ชั่วโมง 30 นาที หลังจาก

นั้นหยุดกระบวนการผลิตดังกล่าว โดยปล่อยส่วนผสมให้ทำปฏิกิริยาต่อ 8 ชั่วโมง

3.3.2.2 ขั้นตอนที่สองเริ่มทำปฏิกิริยาแบบ Transesterification โดยนำวัตถุดิบที่ผ่านกระบวนการ Esterification มาให้ความร้อนจนอุณหภูมิอยู่ที่  $60^{\circ}\text{C}$  และกวนน้ำมัน เมื่ออุณหภูมิถึง  $60^{\circ}\text{C}$  เติมสารละลายเมทานอลกับโซเดียมไฮดรอกไซด์โดยเลือกเมทานอลตามกระบวนการ Esterification กล่าวคือ ถ้าเลือกใช้เมทานอลโดยรวมที่ 24% จะต้องใช้อัตราส่วนเมทานอลที่ 16% มาผสมกับไฮดรอกไซด์ตามอัตราส่วนที่ต้องการกล่าวคือ เมื่อเลือกอัตราส่วนเมทานอลที่ 16% ในขั้นนี้ต้องเลือกปริมาณของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ จาก 2,3 และ 4% ในที่นี้เลือกโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ 2% เริ่มขั้นตอนการผลิต Transesterification และเก็บตัวอย่างแรกที่ 45 นาที จากนั้นเก็บตัวอย่างทุกๆ 15 นาที จนถึง 1 ชั่วโมง 30 นาที

3.3.2.3 เมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการผลิตดังกล่าว ปล่อยให้แยกชั้นระหว่างเมทิลเอสเทอร์กับกลีเซอรอลขั้นตอนนี้เติมน้ำเล็กน้อย เสร็จแล้วถ่ายน้ำและกลีเซอรอลออก จากนั้นดำเนินการสู่กระบวนการล้างน้ำต่อไป ขั้นตอนการล้างให้สเปรย์น้ำร้อนรดให้ทั่วหน้าน้ำมัน โดยไม่ต้องกวนและปล่อยให้แห้ง ขั้นตอนนี้การล้างน้ำมันดังกล่าวประมาณ 5-10 ครั้งขึ้นหรือจะล้างจนกว่าน้ำที่ผ่านกระบวนการล้างจะใส

3.3.2.4 นำน้ำมันที่ผ่านกระบวนการล้างมาผ่านกระบวนการไล่น้ำออก โดยให้ความร้อนจนอุณหภูมิถึง  $120^{\circ}\text{C}$  และควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ นานประมาณ 30 นาที

### 3.4 วิธีการตรวจสอบหาความบริสุทธิ์

การวัดหาค่าความบริสุทธิ์ของเมทิลเอสเทอร์ที่ได้จากการผลิตหรือเปอร์เซ็นต์การเกิดเมทิลเอสเทอร์ จะใช้เทคนิค Thin Layer Chromatography (TLC) ซึ่งเป็นการหาค่าประกอบของผสมในสารละลาย



รูปที่ 3.10 ชุดทดสอบวิเคราะห์หาองค์ประกอบด้วยเทคนิค Thin Layer Chromatography

จากรูปที่ 3.10 เป็นการแสดงอุปกรณ์ของชุดทดสอบวิเคราะห์หาองค์ประกอบด้วยเทคนิค Thin Layer Chromatography เพื่อหาองค์ประกอบน้ำมัน (IATROSCAN: No MK-6s)