

ผลกระทบของอุณหภูมิและความดันที่มีต่อกระบวนการกลั่นตัวทำละลายที่ใช้
แล้วภายใต้สภาวะสูญญากาศ

**EFFECT OF TEMPERATURE AND PRESSURE ON USED
HYDROCARBON SOLVENT RECOVERY BY VACUUM
DISTILLATION**

อภิเชษ สวัสดิผล

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิศวกรรมวัสดุ

คณะวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

ปีการศึกษา 2561

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

ผลกระทบของอุณหภูมิต่ำและความดันที่มีต่อกระบวนการกลั่นตัวทำละลายที่ใช้
แล้วภายใต้สภาวะสูญญากาศ

อภิเชษ สวัสดิผล

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิศวกรรมวัสดุ

คณะวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

ปีการศึกษา 2561

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

หัวข้อวิทยานิพนธ์

ผลกระทบของอุณหภูมิและความดันที่มีต่อกระบวนการกลั่นตัวทำลายไฮโดรคาร์บอนที่ใช้แล้วภายใต้สภาวะสุญญากาศ

Effect of Temperature and Pressure on Used Hydrocarbon Solvent Recovery by Vacuum Distillation

ชื่อ - นามสกุล

นายอภิเชษ สวัสดิ์พิศล

สาขาวิชา

วิศวกรรมวัสดุ

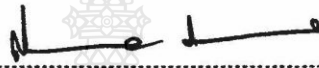
อาจารย์ที่ปรึกษา

ผู้ช่วยศาสตราจารย์สุนนมาลย์ เนียมกลาง, Ph.D.

ปีการศึกษา

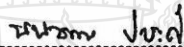
2561

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์



ประธานกรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์สมหมาย ผิวสอาด, Ph.D.)



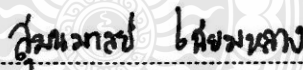
กรรมการ

(อาจารย์นพวรรณ ปาระดี, Ph.D.)



กรรมการ

(อาจารย์ณรงค์ชัย โอเจริญ, Ph.D.)



กรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์สุนนมาลย์ เนียมกลาง, Ph.D.)

คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี อนุมัติวิทยานิพนธ์ฉบับนี้
เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต



คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ตีวกร อ่างทอง, Ph.D.)

วันที่ 20 เดือน มีนาคม พ.ศ. 2562

หัวข้อวิทยานิพนธ์	ผลกระทบของอุณหภูมิและความดันที่มีต่อกระบวนการกลั่นตัว ทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ใช้แล้วภายใต้สภาวะสูญญากาศ
ชื่อ – นามสกุล	นายอภิเชษ สวัสดิ์ผล
สาขาวิชา	วิศวกรรมวัสดุ
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์สุนนมาลย์ เนียมกลาง, Ph.D.
ปีการศึกษา	2561

บทคัดย่อ

ปัจจุบันตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนถูกนำมาใช้อย่างแพร่หลายโดยเฉพาะในโรงงานอุตสาหกรรมที่นำมาใช้ในการล้างทำความสะอาดเครื่องจักรในกระบวนการผลิต ซึ่งพบว่าตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนถูกนำมาใช้งาน 50,000 ตันต่อปี โดยในการจัดการตัวทำละลายที่ใช้แล้วนั้นคือการนำไปเผาที่อุณหภูมิสูงประมาณ 800 – 1200 °C ซึ่งส่งผลต่อการเกิดมลภาวะต่อสิ่งแวดล้อมโลก

ในงานวิจัยนี้สนใจที่จะศึกษากระบวนการที่นำตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ใช้แล้วกลับมาใช้ใหม่ โดยได้เลือกกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสูญญากาศ เพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการกลั่น ผลของอุณหภูมิ (140, 150, 160 และ 170 °C) และความดัน (13, 15, 20, 25 และ 30 kPa) ต่อร้อยละผลผลิต, ความบริสุทธิ์ และความคุ้มค่าทางเศรษฐศาสตร์

ผลการทดลองพบว่า เมื่อในกระบวนการกลั่นมีอุณหภูมิสูงขึ้นและความดันต่ำ ร้อยละผลผลิตและความบริสุทธิ์ของตัวทำละลายที่กลั่นได้มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น โดยที่สภาวะ 170 °C 13 kPa ได้ร้อยละผลผลิตที่ 77.18 % และความบริสุทธิ์ของ C₁₂, C₁₃ และ C₁₄ ที่ 98.51, 88.66 และ 55.43 % ตามลำดับ แต่เมื่อเพิ่มความดันพบว่าร้อยละผลผลิตและความบริสุทธิ์ของตัวทำละลายที่กลั่นได้มีแนวโน้มลดลง เมื่อศึกษาความคุ้มค่าทางเศรษฐศาสตร์พบว่า การนำสารละลายกลับมาใช้ใหม่คุ้มค่างว่าการกำจัดด้วยวิธีดั้งเดิม

คำสำคัญ: ตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอน กระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสูญญากาศ การกำจัดของเสีย การคืนสภาพ การประเมินในด้านเศรษฐกิจ

Thesis Title Effect of Temperature and Pressure on Used Hydrocarbon Solvent
Recovery by Vacuum Distillation

Name – Surname Mr. Apiched Savasdipol

Program Materials Engineering

Thesis Advisor Assistant Professor Sumonman Niamlang, Ph.D.

Academic Year 2018

ABSTRACT

Recently, hydrocarbon solvents were widely used, especially in industrial plants for cleaning machinery in a production process. Hydrocarbon solvents were used at the rate of around 50,000 tons per year. Normally, used hydrocarbon solvents were incinerated at 800 – 1200 °C, causing pollution in the global environment.

The study aimed to investigate a recovery process of used hydrocarbon solvents by means of vacuum distillation. The effects of temperature (140, 150, 160 and 170 °C) and pressure (13, 15, 20, 25 and 30 kPa) on the percent of yield, purity and economic values were examined to find the optimal conditions for the recovery process.

The results showed that when a distillation process had high temperature and low pressure, the percent of yield and the purity of distilled solvents were increased. The condition of 170°C, 13 kPa resulted in 77.18 % of yield and the purity of C₁₂, C₁₃ and C₁₄ at 98.51 , 88.66 and 55.43 %, respectively. When the pressure was increased, the percent of yield and the purity of distilled solvents tended to decrease. In terms of economic values, the recovery process of solvents was more worthwhile than the conventional waste management.

Keywords: hydrocarbon solvent, vacuum distillation, waste management, recovery, economic evaluation

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี เนื่องมาจากความกรุณา และความอนุเคราะห์ของ ผศ.ดร.สุมนมาลย์ เนียมกลาง อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ได้กรุณาเสียสละเวลาให้คำปรึกษา คำ วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทำวิจัย และให้ข้อเสนอแนะในการแก้ไขปัญหาและข้อบกพร่องต่างๆ จน วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณอย่างสูง มา ณ ที่นี้ด้วย

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.สมหมาย ผิวสอาด และ ดร.ณรงค์ชัย โอเจริญ อาจารย์จากภาควิชา วิศวกรรมวัสดุและโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี และ ดร.นพวรรณ ปาระดี อาจารย์จากภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้า ธนบุรี ที่ให้ข้อเสนอแนะและเป็นกรรมการสำหรับสอบวิทยานิพนธ์

ขอขอบพระคุณ ดร.วีราภรณ์ ผิวสอาด และ ดร.ณัชชา เพ็ชรยิ้ม จากภาควิชาวิศวกรรมเคมี และวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยราชภัฏธัญบุรีที่ได้ให้ความอนุเคราะห์พื้นที่ในการทำ วิจัย, วิเคราะห์และสรุปผลในงานวิจัย

ขอกราบขอบพระคุณบิดาและมารดาที่ได้ให้กำเนิด เลี้ยงดู อบรมสั่งสอน และคอย ช่วยเหลือในการทำวิทยานิพนธ์ และคอยให้กำลังใจมาโดยตลอด

ขอขอบพระคุณ โครงการ Work integrate Learning (WiL) จากสำนักงานคณะกรรมการ นโยบายวิทยาศาสตร์เทคโนโลยีและนวัตกรรมแห่งชาติ (สวทช.) และ ทีมงานบริษัท Smart (2015) Services Limited ที่ได้ให้ความอนุเคราะห์คำวัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทำวิจัย

สุดท้ายนี้ผู้วิจัยหวังเป็นอย่างยิ่งว่า วิทยานิพนธ์เล่มนี้จะเป็นประโยชน์ต่อผู้ที่สนใจ หาก วิทยานิพนธ์เล่มนี้มีความผิดพลาด ขาดตกบกพร่องประการใด หรือไม่สมบูรณ์ประการใด ผู้วิจัยกราบ ขออภัยมา ณ ที่นี้ด้วย

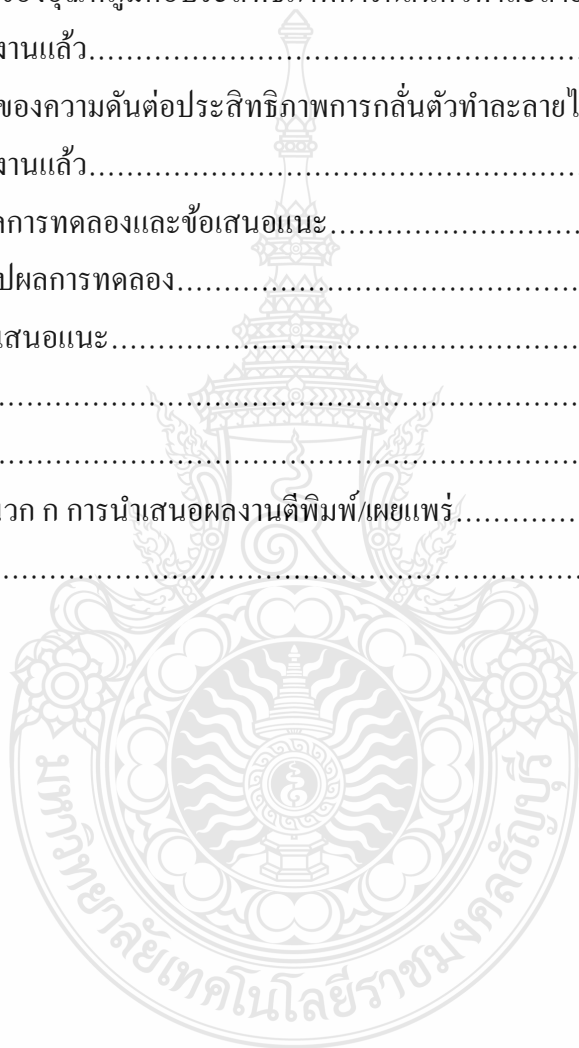
อภิเชษ สวัสดิผล

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	(3)
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	(4)
กิตติกรรมประกาศ.....	(5)
สารบัญ.....	(6)
สารบัญตาราง.....	(8)
สารบัญรูป.....	(9)
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขตการศึกษา.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 งานวิจัยและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 สารประกอบไฮโดรคาร์บอน.....	3
2.2 กระบวนการกลั่น.....	5
2.3 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR Spectroscopy).....	10
2.4 แก๊ส โครมาโทกราฟี (Gas Chromatography: GC).....	11
2.5 เครื่องแมสสเปกโตรมิเตอร์ (Mass Spectrometry: MS).....	13
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	14
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงาน.....	24
3.1 แผนการดำเนินงาน.....	24
3.2 อุปกรณ์และสารเคมี.....	26
3.3 ขั้นตอนการดำเนินงาน.....	28
3.4 วิธีการทดสอบ.....	30
บทที่ 4 4.1 ผลของอุณหภูมิต่อประสิทธิภาพการกลั่นตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่าน การใช้งานแล้ว.....	33

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง.....	33
4.1 ผลของอุณหภูมิต่อประสิทธิภาพการกลั่นตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่าน การใช้งานแล้ว.....	33
4.2 ผลของความดันต่อประสิทธิภาพการกลั่นตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่าน การใช้งานแล้ว.....	40
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	48
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	48
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	49
บรรณานุกรม.....	50
ภาคผนวก.....	52
ภาคผนวก ก การนำเสนอผลงานตีพิมพ์/เผยแพร่.....	53
ประวัติผู้เขียน.....	62



สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 ชื่อตามระบบ IUPAC ของอัลเคนที่เป็นโซ่ตรง.....	5
ตารางที่ 2.2 แสดงสัดส่วนของ HC1 และ HC2 ทั้งน้ำมันหล่อลื่นที่ผ่านการใช้งานแล้ว กับน้ำมันใหม่.....	18
ตารางที่ 3.1 แผนการดำเนินการ โครงการ.....	25
ตารางที่ 3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง.....	26
ตารางที่ 3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบ.....	27
ตารางที่ 3.4 สภาวะที่ใช้ในการทดสอบด้วยเครื่อง GC-MS ชุดที่ 1.....	30
ตารางที่ 3.5 สภาวะที่ใช้ในการทดสอบด้วยเครื่อง GC-MS ชุดที่ 2.....	31
ตารางที่ 3.6 ตารางค่าใช้จ่ายของตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอน.....	31
ตารางที่ 4.1 ตารางแสดงลักษณะทางกายภาพของตัวทำละลายที่กลั่นได้ในชุดที่ 1.....	33
ตารางที่ 4.2 ตารางแสดงค่า Carbon atom content (%) ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ในชุดที่ 1..	37
ตารางที่ 4.3 ตารางแสดงค่า %Purity (%) ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ในชุดที่ 1.....	38
ตารางที่ 4.4 ตารางเปรียบเทียบต้นทุนที่คาดว่าจะลดลงหลังผ่านกระบวนการกลั่น ชุดที่ 1...	39
ตารางที่ 4.5 ตารางแสดงลักษณะทางกายภาพของตัวทำละลายที่กลั่นได้ในชุดที่ 2.....	40
ตารางที่ 4.6 ตารางแสดงค่า Carbon atom content (%) ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ในชุดที่ 2..	44
ตารางที่ 4.7 ตารางแสดงค่า %Purity (%) ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ในชุดที่ 2.....	45
ตารางที่ 4.8 ตารางเปรียบเทียบต้นทุนที่คาดว่าจะลดลงหลังผ่านกระบวนการกลั่น ชุดที่ 2...	46

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1	สูตรโครงสร้างของอะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอน..... 3
รูปที่ 2.2	สูตรโครงสร้างของอะโรมาติกไฮโดรคาร์บอน..... 4
รูปที่ 2.3	ชุดอุปกรณ์ในกระบวนการกลั่น..... 6
รูปที่ 2.4	แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความดันกับอุณหภูมิของค็อกซ์..... 10
รูปที่ 2.5	หลักการการทำงานของ Fourier Transform Infrared Spectroscopy..... 11
รูปที่ 2.6	องค์ประกอบต่างๆของ Gas Chromatography..... 12
รูปที่ 2.7	องค์ประกอบต่างๆของ Gas Chromatography-Mass Spectrometer..... 13
รูปที่ 2.8	อุปกรณ์ชุดกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศของกระบวนการกลั่นสาหร่ายไบโอดีเซล..... 15
รูปที่ 2.9	แผนผังแสดงขั้นตอนในการทดลองกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศ..... 15
รูปที่ 2.10	กราฟแสดงปริมาณ FAME ในน้ำมันไบโอดีเซล และสารตัวอย่างที่กลั่นได้..... 16
รูปที่ 2.11	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ความบริสุทธิ์ (%) กับ ความดัน (mBar) ของสารที่กลั่นได้..... 17
รูปที่ 2.12	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ความบริสุทธิ์ (%) กับ เวลา (min) ของสารที่กลั่นได้..... 17
รูปที่ 2.13	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ความบริสุทธิ์ (%) กับ อุณหภูมิ (°C) ของสารที่กลั่นได้..... 17
รูปที่ 2.14	อุปกรณ์ที่ใช้ในกระบวนการกลั่นลำดับส่วน..... 19
รูปที่ 2.15	อุปกรณ์ที่ใช้ในกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศ..... 19
รูปที่ 2.16	แสดงกราฟ FT-IR spectrum (a) fractional และ (b) vacuum distillates..... 20
รูปที่ 2.17	แสดงกราฟ Chromatogram เปรียบเทียบของ 3 องค์ประกอบที่กลั่นได้จากทั้งสองกระบวนการ..... 21
รูปที่ 2.18	แสดงกราฟการเปลี่ยนแปลงของของเหลว – แก๊สสำหรับ (a) methyl esters และ (b) ethyl esters..... 22
รูปที่ 2.19	แสดงกราฟการเปลี่ยนแปลงของของเหลว – แก๊สในช่วง 0.001 – 5 kPa สำหรับ (a) methyl esters และ (b) ethyl esters..... 22

สารบัญรูป(ต่อ)

		หน้า
รูปที่ 3.1	แสดงแผนการดำเนินงานการกลั่นตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่านการใช้แล้ว.	28
รูปที่ 3.2	กระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสูญญากาศ ชุดที่ 1 (One cold trap condition).....	29
รูปที่ 3.3	กระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสูญญากาศ ชุดที่ 2 (Double cold trap condition).	29
รูปที่ 3.4	แผนผังกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสูญญากาศ.....	30
รูปที่ 4.1	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ผลผลิตที่ได้ (%Yield) กับ อุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการ.....	34
รูปที่ 4.2	กราฟแสดงสเปกตรัม Function group ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ (a) คือ ตัวละลาย HC Solvent original, (b) คือ ตัวละลายที่กลั่นได้ ที่ 140 °C, (c) คือ ตัวละลายที่กลั่นได้ ที่ 150 °C, (d) คือ ตัวละลายที่กลั่นได้ ที่ 160 °C และ (e) คือ ตัวละลายที่กลั่นได้ ที่ 170 °C.....	36
รูปที่ 4.3	Chromatogram ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ (a) คือ ตัวละลาย HC Solvent original, (b) คือ กลั่นที่ 170°C, (c) คือ กลั่นที่ 160°C, (d) คือ กลั่นที่ 150°C และ (e) คือ กลั่นที่ 140°C.....	37
รูปที่ 4.4	กราฟแสดงเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของ C ₁₂ , C ₁₃ และ C ₁₄ ในแต่ละสภาวะอุณหภูมิ.....	38
รูปที่ 4.5	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ผลผลิตที่ได้ (%Yield) กับ อุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการ.....	41
รูปที่ 4.6	กราฟแสดงสเปกตรัม Function group ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ a) คือ ตัวละลาย HC solvent original, b) คือ กลั่นที่ 13 kPa, c) คือ กลั่นที่ 15 kPa, d) คือ กลั่นที่ 20 kPa, e) คือ กลั่นที่ 25 kPa และ f) คือ กลั่นที่ 30 kPa.....	42
รูปที่ 4.7	Chromatogram ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ (a) คือ ตัวละลาย HC solvent original, (b) คือ กลั่นที่ 13 kPa, (c) คือ กลั่นที่ 15 kPa, (d) คือ กลั่นที่ 20 kPa, (e) คือ กลั่นที่ 25 kPa และ (f) คือ กลั่นที่ 30 kPa.....	44
รูปที่ 4.8	กราฟแสดงเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของ C ₁₂ , C ₁₃ และ C ₁₄ ในแต่ละสภาวะความดัน.....	45

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

ในปัจจุบันอุตสาหกรรมด้านเคมีสามารถพบเห็นได้ทั่วไปไม่ว่าจะเป็น อุตสาหกรรมผลิตชิ้นส่วนยานยนต์, ปิโตรเลียม, พลาสติก, เคมีภัณฑ์, ยางและยางซิติโคน เป็นต้น โดยเฉพาะอุตสาหกรรมผลิตยางซิติโคนซึ่งมีความจำเป็นต่อการนำมาใช้งานในชีวิตประจำวัน เช่น จุกนม เอสโตรคัพพ์ กาวยาแนว และอื่นๆ อีกมากมาย ซึ่งในกระบวนการผลิตยางซิติโคนนั้นจำเป็นต้องมีการนำตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนมาใช้ในการล้างทำความสะอาดเครื่องจักรหลังจบกระบวนการผลิต ดังนั้นตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนจึงถูกนำมาใช้เป็นจำนวนมากในแต่ละวัน ในประเทศไทยมีการใช้งานตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนประมาณ 50,000 ตัน/ปี [1] ซึ่งในการกำจัดตัวทำละลายดังกล่าวจะต้องเข้ากระบวนการกำจัดด้วยการเผาที่อุณหภูมิสูงให้ระเหยกลายเป็นแก๊ส ดังนั้นในกระบวนการนี้จะทำให้เกิดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ออกมาด้วย

สารประกอบอะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอนเป็นองค์ประกอบสำคัญของตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่นำมาใช้ในกระบวนการล้างทำความสะอาดเครื่องจักรหลังจบกระบวนการผลิตในอุตสาหกรรมเคมี ในงานวิจัยนี้จึงได้สนใจกระบวนการผลิตยางซิติโคนที่มีการใช้งานตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนในโรงงานปริมาณ 200 ลิตร/วัน ซึ่งตัวทำละลายดังกล่าวมีราคาในการจัดซื้ออยู่ที่ 3,900 บาท/200 ลิตร และเมื่อใช้ตัวทำละลายในการทำมาสะอาดแล้ว โรงงานจะต้องเสียค่าใช้จ่ายในการกำจัด 160,000 บาท/ปี [2]

ซึ่งในงานวิจัยนี้มีความสนใจที่จะนำเอาตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่านการใช้งานแล้วนั้นกลับมาใช้งานใหม่โดยผ่านกระบวนการกลั่น ซึ่งกระบวนการกลั่นนั้นมีอยู่หลากหลายวิธีไม่ว่าจะเป็นการกลั่นแบบง่าย, การกลั่นภายใต้สุญญากาศ, การกลั่นแยกลำดับส่วน และการกลั่นแบบเมมเบรน เป็นต้น ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้วิธีการกลั่นแบบภายใต้สุญญากาศ เนื่องจากสามารถปรับตั้งสภาวะในการกลั่นที่ความดันต่ำได้ และยังส่งผลให้มีอัตราในการกลั่นสารที่ดี อีกทั้งยังใช้ต้นทุนในกระบวนการกลั่นต่ำ [3,4,5,6,7]

การหาสภาวะที่เหมาะสมไปใช้ในการกระบวนการกลั่นเพื่อนำตัวทำละลายที่ใช้แล้วกลับมาใช้งานใหม่ ในงานวิจัยนี้สนใจที่จะศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิและความดันที่มีผลต่อร้อยละ

ละผลผลิต ความบริสุทธิ์ และความคุ้มค่าทางเศรษฐศาสตร์ ซึ่งการประเมินสมบัติทางเคมีและทางเศรษฐศาสตร์จะถูกนำมาใช้ในการหาสภาวะที่เหมาะสม

1.2 วัตถุประสงค์

1.2.1 เพื่อศึกษาการแยกตัวทำละลายโดยใช้กระบวนการในการกลั่นภายใต้สภาวะสูญญากาศ

1.2.2 เพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสูญญากาศ เพื่อนำมาใช้ในการกลั่นตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอน

1.2.3 เพื่อศึกษาหาจุดคุ้มทุนของกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสูญญากาศในเชิงเศรษฐศาสตร์

1.3 ขอบเขตของการศึกษา

1.3.1 หาสภาวะและวิธีการที่เหมาะสมในกระบวนการกลั่นตัวละลายไฮโดรคาร์บอนเพื่อนำกลับมาใช้ใหม่ด้วยวิธีการกลั่นภายใต้สภาวะความดันและอุณหภูมิต่างๆ (อุณหภูมิ 140, 150, 160 และ 170 °C ส่วนความดันจะใช้ 13, 15, 20, 25 และ 30 kPa)

1.3.2 ทดสอบองค์ประกอบทางเคมีด้วย Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR Spectroscopy) และ ทดสอบความบริสุทธิ์ด้วย Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS)

1.3.3 คำนวณหาต้นทุนและจุดคุ้มทุนทางเศรษฐศาสตร์เทียบกับการนำสารละลายไปกำจัดทิ้ง

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 สภาวะที่ศึกษาได้เหมาะสมแก่การนำไปใช้ในกระบวนการกลั่นเพื่อนำตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนกลับมาใช้ใหม่

1.4.2 ตัวทำละลายที่กลั่น ได้มีความบริสุทธิ์ใกล้เคียงกับตัวทำละลายที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน

1.4.3 สภาวะที่ศึกษาได้ถูกนำไปใช้ในการกลั่นเพื่อนำตัวทำละลายกลับมาใช้ใหม่ได้จริง

1.4.4 กระบวนการกลั่นตัวทำละลายโดยใช้สภาวะที่ศึกษาได้นั้นคุ้มทุนและนำไปใช้ได้จริง

บทที่ 2

งานวิจัยและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1 สารประกอบไฮโดรคาร์บอน

ไฮโดรคาร์บอน (Hydrocarbon) เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่ประกอบด้วยธาตุ 2 ชนิดคือ คาร์บอน และไฮโดรเจน ไฮโดรคาร์บอนแบ่งตามลักษณะโครงสร้างออกเป็นประเภทใหญ่ 2 ประเภท คือ อะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอน (Aliphatic hydrocarbons) และ อะโรมาติกไฮโดรคาร์บอน (Aromatic hydrocarbons) [8]

อะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอนประกอบด้วยสารประกอบชนิดอิ่มตัว (Saturated compounds) และสารประกอบชนิดไม่อิ่มตัว (Unsaturated compounds) สารประกอบชนิดอิ่มตัวจะประกอบด้วยพันธะเดี่ยวเท่านั้น ส่วนสารประกอบชนิดไม่อิ่มตัวจะประกอบด้วยพันธะคู่หรือพันธะสามด้วย สารประกอบไฮโดรคาร์บอนแบ่งเป็นประเภทย่อยๆ ดังนี้

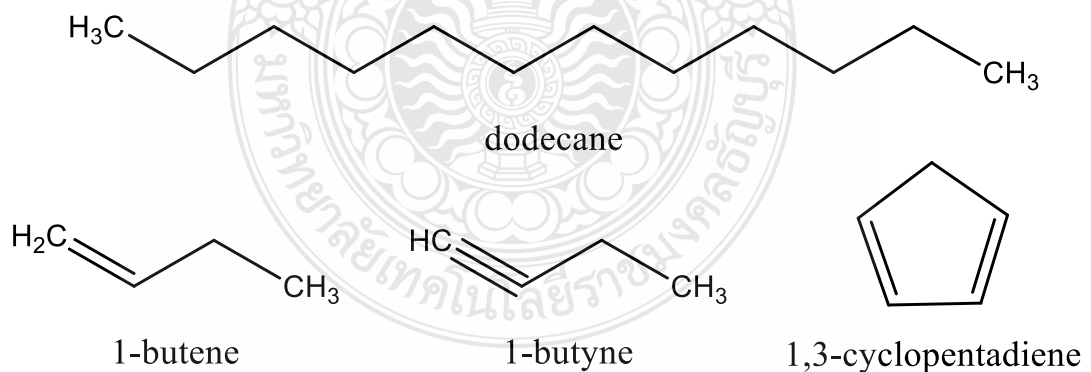
1. อะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอน

1.1 อัลเคน (Alkanes)

1.2 อัลคีน (Alkenes)

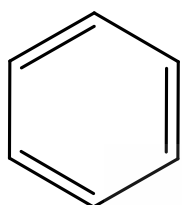
1.3 อัลไคน์ (Alkynes)

1.4 ไซคลิกอะลิฟาติก (Cyclic aliphatic)

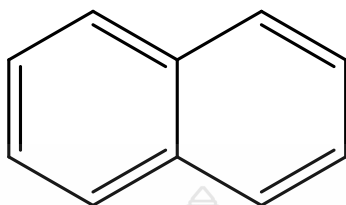


รูปที่ 2.1 สูตรโครงสร้างของอะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอน

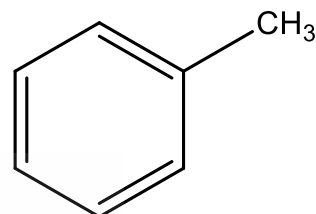
2. อะโรมาติกไฮโดรคาร์บอน



benzene



naphthalene



toluene

รูปที่ 2.2 สูตรโครงสร้างของอะโรมาติกไฮโดรคาร์บอน

อัลเคน (Alkane)

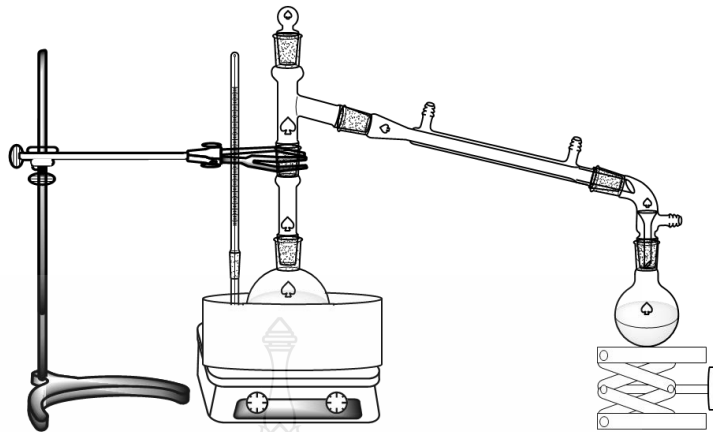
อัลเคน คือ สารที่ประกอบไฮโดรคาร์บอนแบบอิ่มตัวยึดกันด้วยพันธะเดี่ยว โดยที่คาร์บอนจำนวน 1 ถึง 4 อะตอม คือตั้งแต่มีเทนจนถึงบิวเทนจะมีสถานะเป็นแก๊ส ถ้าประกอบด้วยคาร์บอนจำนวน 5-19 อะตอมจะมีสถานะเป็นของเหลว และถ้าจำนวนคาร์บอนอะตอมมากกว่านี้จะเป็นของแข็ง โมเลกุลของอัลเคนเป็นโมเลกุลชนิดไม่มีขั้ว จะดึงดูดกันระหว่างโมเลกุลด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ซึ่งไม่มากนัก แต่ก็มีผลต่อจุดเดือด ความหนาแน่นและความหนืด ซึ่งจุดเดือดจะเพิ่มขึ้นเมื่อจำนวนคาร์บอนเพิ่มขึ้น ทั้งนี้เพราะเมื่อโมเลกุลขนาดใหญ่ขึ้น พื้นที่ผิว (Surface area) จะเพิ่มขึ้น ดังนั้นแรงแวนเดอร์วาลส์ระหว่างโมเลกุลจึงมากขึ้น นั่นคือจะต้องใช้พลังงานเพิ่มขึ้น ซึ่งจุดหลอมเหลวของอัลเคนไม่ได้ขึ้นอยู่กับแรงกระทำระหว่างโมเลกุลแต่อย่างใด แต่ยังขึ้นอยู่กับการจัดตัวของโมเลกุลในโครงรูปผลึก (crystal lattice) โഴ้ของอัลเคนที่มีจำนวนคาร์บอนเป็นเลขคู่จะเรียงตัวกันแน่นในสถานะที่เป็นผลึก ดังนั้นแรงดึงดูดระหว่างแต่ละโซ้มากขึ้น จึงทำให้จุดหลอมเหลวของอัลเคนที่มีคาร์บอนจำนวนเป็นเลขคู่สูงกว่าจุดหลอมเหลวของอัลเคนที่มีจำนวนคาร์บอนเป็นเลขคู่สูงกว่าจุดหลอมเหลวของอัลเคนที่มีจำนวนคาร์บอนเป็นเลขคี่ โดยอัลเคนจะไม่ละลายน้ำและไม่ละลายในตัวทำละลายชนิดมีขั้วหลายๆ ทั้งนี้เพราะอัลเคนเป็นสารประกอบชนิดไม่มีขั้ว จึงละลายได้ในตัวทำละลายชนิดไม่มีขั้วหรือชนิดที่มีขั้วเพียงเล็กน้อย

ตารางที่ 2.1 ชื่อตามระบบ IUPAC ของอัลเคนที่เป็นโซ่ตรง

จำนวนคาร์บอน	สูตรโครงสร้างแบบ Condensed	สูตรโมเลกุล	ชื่อตามระบบ IUPAC
1	CH ₄	CH ₄	Methane
2	CH ₃ CH ₃	C ₂ H ₆	Ethane
3	CH ₃ CH ₂ CH ₃	C ₃ H ₈	Propane
4	CH ₃ (CH ₂) ₂ CH ₃	C ₄ H ₁₀	Butane
5	CH ₃ (CH ₂) ₃ CH ₃	C ₅ H ₁₂	Pentane
6	CH ₃ (CH ₂) ₄ CH ₃	C ₆ H ₁₄	Hexane
7	CH ₃ (CH ₂) ₅ CH ₃	C ₇ H ₁₆	Heptane
8	CH ₃ (CH ₂) ₆ CH ₃	C ₈ H ₁₈	Octane
9	CH ₃ (CH ₂) ₇ CH ₃	C ₉ H ₂₀	Nonane
10	CH ₃ (CH ₂) ₈ CH ₃	C ₁₀ H ₂₂	Decane
11	CH ₃ (CH ₂) ₉ CH ₃	C ₁₁ H ₂₄	Undecane
12	CH ₃ (CH ₂) ₁₀ CH ₃	C ₁₂ H ₂₆	Dodecane
13	CH ₃ (CH ₂) ₁₁ CH ₃	C ₁₃ H ₂₈	Tridecane
14	CH ₃ (CH ₂) ₁₂ CH ₃	C ₁₄ H ₃₀	Tetradecane
15	CH ₃ (CH ₂) ₁₃ CH ₃	C ₁₅ H ₃₂	Pentadecane

2.2 กระบวนการกลั่น

การกลั่น (Distillation) หมายถึง การแยกของเหลวผสมที่มีสารองค์ประกอบตั้งแต่สองชนิดขึ้นไป โดยใช้หลักการที่ว่าสารแต่ละชนิดจะมีความสามารถในการระเหยเป็นไอได้ไม่เท่ากัน ณ อุณหภูมิและความดันเดียวกัน เมื่อให้ความร้อนจนของเหลวผสมกลายเป็นไอบางส่วน แล้วนำไอนั้นไปควบแน่นให้เป็นของเหลว จะได้ของเหลวหลังควบแน่นที่มีส่วนผสมแตกต่างจากของเหลวก่อนการกลั่น ด้วยเหตุนี้การกลั่นจึงสามารถใช้ในการทำให้ของเหลวมีความบริสุทธิ์ขึ้น หรือใช้แยกของเหลวผสมออกเป็นองค์ประกอบต่างๆ ได้ [9]



รูปที่ 2.3 ชุดอุปกรณ์ในกระบวนการกลั่น

2.2.1 ประเภทของการกลั่น

1) การกลั่นในขั้นตอนเดียว Simple or Batch Distillation หลักการอย่างง่าย คือ นำของเหลวที่มีองค์ประกอบของสารระเหยง่าย มาใส่ในหม้อต้ม แล้วให้ความร้อน จนได้อุณหภูมิที่เป็นจุดเดือดของสาร ของเหลวจะเดือดเกิดเป็นไอระเหยที่มีส่วนผสมขององค์ประกอบจุดเดือดต่ำ ปริมาณมากกว่าส่วนผสมตั้งต้น [10]

2) การกลั่นแบบต่อเนื่อง Continuous Distillation (Flash Distillation) หลักการ คือ ป้อนสารเข้าไปแบบต่อเนื่อง เป็นกระบวนการขั้นเดียวเหมือนการกลั่นแบบ Simple Distillation แต่มีการเดินเครื่องอย่างคงที่และต่อเนื่อง จึงทำให้ไม่สามารถแยกสารได้คั่นๆ แต่ในทางปฏิบัติจริง จะมีการป้อนของเหลวภายใต้ความดันสูง และอุณหภูมิเท่ากับจุดเดือดในความดันบรรยากาศของเหลวทั้งหมดจะอยู่ในสถานะของเหลว เมื่อป้อนเข้าหอกลั่น จะลดความดันลงจนต่ำกว่าความดันบรรยากาศไอของสารผสมจะระเหยแยกออกจากของเหลวไปทันทีจึงเรียกกระบวนการนี้ว่า Flash Distillation

3) การกลั่นลำดับส่วน Fractional Distillation หลักการจะคล้ายคลึงกับ การกลั่นแบบต่อเนื่อง เพียงแต่การกลั่นแบบต่อเนื่องนั้นเป็นการแยกสารด้วยสมดุลเพียง 1 ครั้ง ไม่สามารถแยกสารที่มีค่า Relative Volatility ใกล้เคียงกันมากให้มีความบริสุทธิ์สูงได้ แต่การกลั่นลำดับส่วนจะเป็นการนำไปกลั่นขั้นเดียวซ้ำหลายๆ ครั้ง สารที่กลั่นได้จะค่อยๆ มีความบริสุทธิ์สูงขึ้น แต่สารที่ต้องการจะได้ออกมาที่ละน้อยมากๆ และของเหลวจากการกลั่นจะออกมาในทุกขั้นตอน

2.2.2 ประเภทของระบบกลั่นนอกเหนือจากการกลั่นตามปกติ

1) การกลั่น Azeotropic Distillation กรณีที่ของเหลวผสมที่ต้องการแยกมี Azeotropic point หรือมีคู่สารที่มี Relative volatility ใกล้เคียงกับ 1 จะไม่สามารถแยกสารให้บริสุทธิ์ได้โดยใช้หอ กลั่นเพียงหอเดียว ดังนั้น จึงใช้วิธีเติม Entrainer ซึ่งเป็นองค์ประกอบตัวที่ 3 ที่มีสมบัติระเหยง่ายและสามารถทำให้เกิด Azeotropic Mixture กับองค์ประกอบทั้งสองตัวหรือตัวใดตัวหนึ่งนำไปกลั่น ซึ่งจะได้ Azeotropic Mixture จากยอดหอกลั่น และได้สารที่เกือบจะบริสุทธิ์จากก้นหอกลั่น โดย Entrainer ที่มีอยู่ใน Azeotropic Mixture ที่ได้จากยอดหอกลั่นสามารถนำไปใช้ใหม่ได้ด้วยวิธีการที่เหมาะสม

2) การกลั่น Extractive Distillation จะใช้วิธีเดียวกันกับ Azeotropic Distillation กล่าวคือ ใช้องค์ประกอบตัวที่ 3 (ตัวทำละลาย) ในการทำให้สมดุลของก๊าซและของเหลวเปลี่ยนแปลงไปเพื่อแยกของผสม กรณีของ Azeotropic Distillation องค์ประกอบที่ 3 จะทำให้เกิด Azeotrope กับองค์ประกอบตัวใดตัวหนึ่งในของผสม แต่ในกรณีของ Extractive Distillation จะเติม องค์ประกอบที่ 3 หรือสาร C (ตัวทำละลาย) ที่มีจุดเดือดสูงกว่าองค์ประกอบของของผสม รวมทั้งมี Chemical Affinity กับองค์ประกอบตัวใดตัวหนึ่ง (A) ในองค์ประกอบทั้งสองนั้นสูงมาก เพื่อลดการระเหยขององค์ประกอบ ตัวใดตัวหนึ่ง แล้วจึงนำไปกลั่น องค์ประกอบ B จะได้ออกมาจากยอดหอของเหลวผสมระหว่างองค์ประกอบ A และ C จะได้ออกมาจากก้นหอ แล้วนำของเหลวจากก้นหอไปกลั่นหรือใช้วิธีอื่นในการแยกองค์ประกอบ A ออกจากตัวทำละลาย การกลั่น Extractive Distillation โดยทั่วไปจะมีความสิ้นเปลืองความร้อนน้อยกว่า Azeotropic Distillation และสามารถแยกองค์ประกอบที่ 3 ออกได้ง่ายกว่า

3) การกลั่น โดยใช้ไอน้ำ Steam Distillation เมื่อนำของเหลวที่มีองค์ประกอบ 2 ชนิดซึ่งไม่ละลายซึ่งกันและกันมากวนไปเรื่อยๆ องค์ประกอบแต่ละตัวจะมีความดันไอเท่ากับเมื่อ องค์ประกอบนั้นอยู่เดี่ยวๆ ความดันไอรวมเท่ากับผลบวกของความดันไอของทั้งสองกรณีที่มีความดันไอรวมเท่ากับความดันบรรยากาศ องค์ประกอบแต่ละตัวจะเดือดที่อุณหภูมิที่ต่ำกว่าจุดเดือดภายใต้ความดันบรรยากาศ วิธีกลั่นที่อาศัยหลักการนี้ด้วยการพ่นไอน้ำเข้าไปในของเหลวผสมที่ไม่ละลายน้ำเพื่อให้ความร้อน ซึ่งจะได้องค์ประกอบที่ระเหยง่ายในวัตถุดิบออกมาพร้อมกับน้ำ เรียกว่า การกลั่น Steam Distillation โดย Distillate จะแบ่งเป็นชั้นของน้ำกับชั้นขององค์ประกอบที่ต้องการ จึงสามารถแยกสารทั้งสองออกจากกันได้โดยง่าย การกลั่น Steam Distillation เหมาะจะใช้กลั่นในกรณีที่ต้องการแยกสารที่มีความดันไอต่ำมาก ซึ่งในการกลั่นธรรมดาต้องใช้อุณหภูมิสูงมากหรือ

ต้องใช้สุญญากาศสูงมากจึงจะทำให้ระเหยออกมาได้ ออกจากสารที่ระเหยยาก หรือกรณีที่ต้องการกำจัดสารเจือปนที่มีความดันต่ำออกจากสารที่ต้องการซึ่งระเหยยาก วิธีนี้ใช้กันมากในอุตสาหกรรม

4) การกลั่นที่มีปฏิกิริยาร่วม Reactive Distillation การกลั่น Reactive Distillation เป็นการแยกด้วยการกลั่นในกระบวนการกลั่น พร้อมๆ กับให้ทำปฏิกิริยาเคมีไปด้วย โดยทั่วไปเมื่อได้ผลิตภัณฑ์และผลพลอยได้จากวัตถุดิบในกระบวนการทำปฏิกิริยาแล้ว จึงจะนำมาแยกผลิตภัณฑ์และผลพลอยได้ออกจากกันในกระบวนการกลั่น แต่ในการกลั่น Reactive Distillation นี้จะป้อนวัตถุดิบเข้าไปที่ชั้นที่เหมาะสมของหอกลั่น แล้วแยกสารที่ยังไม่ทำปฏิกิริยา ผลพลอยได้ และผลิตภัณฑ์ออกจากกัน โดยแต่ละตัวจะออกมาจากแต่ละส่วนของหอกลั่น

5) การกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศ Vacuum Distillation สารบางชนิดที่อยู่ในของเหลวผสม หากให้ความร้อนจนมีอุณหภูมิสูงจะสลายตัวหรือทำปฏิกิริยา ในกรณีเช่นนี้ จะใช้การกลั่น Vacuum Distillation กล่าวคือ ทำการกลั่นของเหลวผสมภายใต้สภาวะลดความดัน จะทำให้สารนั้นระเหยและเดือดที่อุณหภูมิต่ำได้ โดยทั่วไปเมื่อลดความดันจะทำให้เกิดผลต่างอุณหภูมิสูงกว่าเมื่อเพิ่มความดันเทียบกับความดันที่เปลี่ยนไปเท่ากัน อย่างไรก็ตาม ปรากฏการณ์นี้หมายความว่าหากเกิดการเปลี่ยนแปลงความดันเพียงเล็กน้อย จะมีผลกระทบต่อประสิทธิภาพในการแยกสารอย่างมาก ดังนั้นจึงต้องมีมาตรการลดความดันสูญเสียในแต่ละชั้นของหอกลั่นและในท่อให้น้อยลง

สมการเคลาสเซียส-คลาเปรอง (The Clausius-Clapeyron Equation) [21] ที่สภาวะสมดุลระหว่างวัฏภาคใดๆ สำหรับระบบที่มีส่วนประกอบเท่ากับหนึ่ง (One Component) ซึ่งหมายถึงสารบริสุทธิ์ จะขึ้นอยู่กับความดันและอุณหภูมิ เช่น พิจารณาสมดุลระหว่างของเหลวและไอของของเหลวหนึ่ง ถ้าระบบมีการเปลี่ยนแปลงของความดันและอุณหภูมิในวัฏภาคทั้งสองเท่ากัน จาก เทอร์โมไดนามิกส์จะได้รับความสัมพันธ์ของพลังงานอิสระคือ

$$dP/dT = \Delta S/\Delta V \dots\dots\dots(1)$$

เมื่อ ΔS คือ การเปลี่ยนแปลงของเอนโทรปี

ΔV คือ การเปลี่ยนแปลงของปริมาตร

เนื่องจากที่สมดุลจะมีการเปลี่ยนแปลงแบบย้อนกลับได้ ภายใต้ความดันและอุณหภูมิจึงที่เราจะได้ความสัมพันธ์ของ ΔS ดังนี้ (ดูกฎข้อสองของเทอร์โมไดนามิกส์ประกอบ)

$$\Delta S = q_{rev}/T = q_p/T = \Delta H/T \dots\dots\dots(2)$$

เมื่อ ΔH คือ ความร้อน (Enthalpy) ของการเปลี่ยนสถานะ

T คือ อุณหภูมิที่เกิดการเปลี่ยนสถานะ

แทนค่าสมการ (1) ด้วยสมการ (2) จะได้ผลลัพธ์คือ

$$dP/dT = \Delta H/T\Delta V \dots \dots \dots (3)$$

สมการ (3) คือสมการคลาเปรอง (Clapeyron Equation) เป็นสมการสำคัญทางเทอร์โมไดนามิกส์ของการเปลี่ยนสถานะหรือวัฏภาค ซึ่งจะบอกอัตราการเปลี่ยนแปลงของความดันกับอุณหภูมิที่สมดุล ให้อยู่ในเทอมความร้อนของการเปลี่ยนสถานะ (ΔH) ต่อผลต่างของปริมาตรของสองสถานะนั้นที่อุณหภูมิกงที่

สมดุลระหว่างของเหลว-ก๊าซ (Liquid-Vapor Equilibrium) เราจะนำสมการคลาเปรองมาประยุกต์เพื่อการศึกษาการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวไปเป็นก๊าซหรือไอ ซึ่งการเปลี่ยนสถานะนี้เรียกว่า การกลายเป็นไอ (Vaporization)

จากสมการคลาเปรองจะได้ $dP/dT = \Delta H_{\text{vap}}/T\Delta V_{\text{vap}} \dots \dots \dots (4)$

เมื่อ $\Delta V_{\text{vap}} = V_v - V_l$

ถ้าเปรียบเทียบ V_v กับ V_l จะเห็นว่า $V_v \gg V_l$ มากจนตัด V_l ทิ้งได้ เพราะฉะนั้น $\Delta V_{\text{vap}} = V_v$ และ $\Delta V_{\text{vap}} = RT/P$ (ก๊าซหรือไอมีพฤติกรรมเป็นก๊าซอุดมคติ)

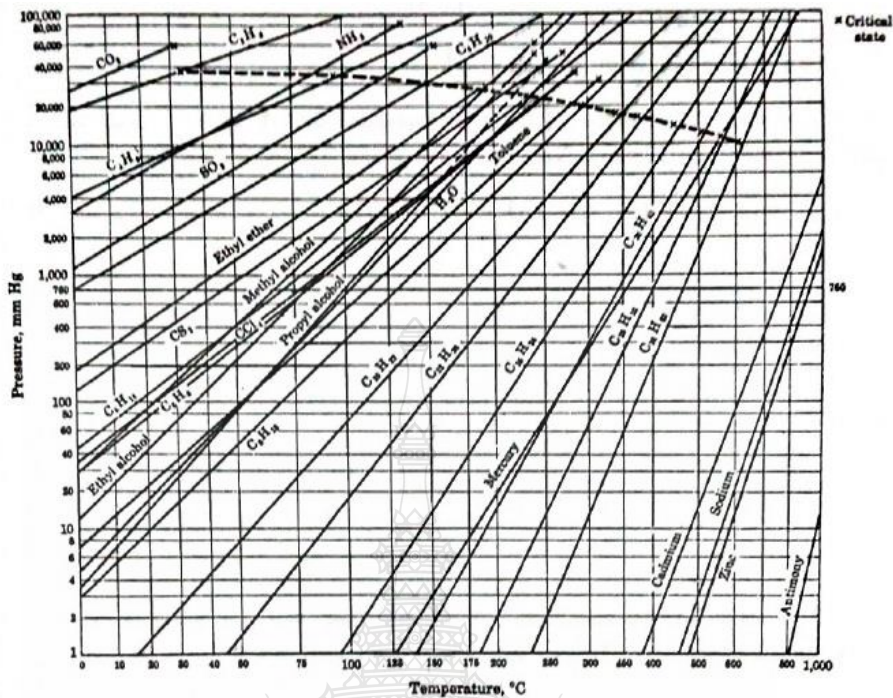
แทนค่า ΔV_{vap} ด้วย RT/P ในสมการ (4) จะได้ว่า

$$\frac{dP}{dT} = \frac{\Delta H_{\text{vap}}}{T(RT/P)}$$

หรือ $\frac{dP}{dT} = \frac{\Delta H_{\text{vap}}}{RT^2} dT \dots \dots \dots (5)$

ถ้าถือว่า ΔH_{vap} เป็นค่าคงที่ไม่ขึ้นกับอุณหภูมิแล้ว หลังจากอินทิเกรตสมการ (5) จะได้ผลลัพธ์คือ $\ln \frac{P_2}{P_1} = \frac{\Delta H_{\text{vap}}}{R} \left[\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1} \right] \dots \dots \dots (6)$

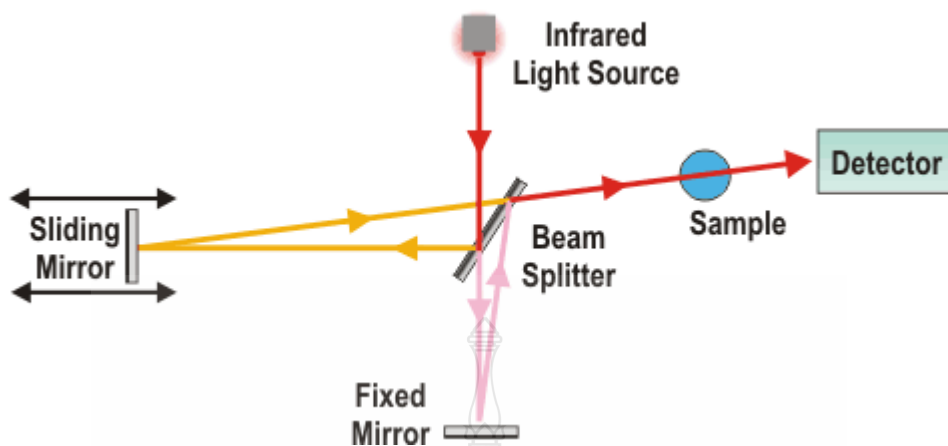
สมการ (6) เป็นสมการของเคลาสเซียสและคลาเปรอง (Clausius Clapeyron Equation) เมื่อ ΔH_{vap} เป็นความร้อนของการกลายเป็นไอ (Heat or Enthalpy of Vaporization)



รูปที่ 2.4 แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความดันกับอุณหภูมิของค็อกซ์ [17]

2.3 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR Spectroscopy)

Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR Spectroscopy) เป็นเทคนิคการกระตุ้นสารด้วยพลังงานแสงช่วงแสงอินฟราเรด (Infrared Light) ที่ความยาวคลื่นต่าง ๆ เป็นอีกเทคนิคหนึ่งที่สามารถบอกหมู่ฟังก์ชันคร่าวๆ ได้ เครื่อง FT-IR Spectroscopy มีส่วนประกอบที่สำคัญ คือ เมื่อรังสีอินฟราเรดที่มีหลายความถี่จากแหล่งคลื่นรังสีอินฟราเรด ผ่านเข้าไปยังอินเทอร์โพรมิเตอร์ลำแสงจะถูกแบ่งเป็น 2 ส่วน ส่วนที่เป็น Beam Splitter ลำแสงครึ่งหนึ่งจะผ่านไปยังกระจกที่ตรึงอยู่กับที่ และกระจกที่เคลื่อนที่ได้ด้วยความเร็วคงที่เมื่อลำแสงสะท้อนกลับไปที่ Beam Splitter จะเกิดการแทรกสอดแบบเสริมกันหรือการแทรกสอดแบบหักล้างของแต่ละความยาวคลื่น เมื่อแสงผ่านสารตัวอย่างไปยังตัววัดสัญญาณ ที่อ่านได้ทุกความถี่พร้อมกันกับช่วงสแกนของกระจก โดยที่อัตราการสแกนตัววัดสัญญาณและความเร็วของกระจกที่เคลื่อนที่ได้จะถูกควบคุมให้มีความถูกต้องและคงที่ เรียกสัญญาณอ้างอิงจากตัววัดสัญญาณที่เกิดจากหลอด He – Ne Laser ว่า Internal Reference Laser สัญญาณที่ตัววัดสัญญาณ อ่านได้จะอยู่ในรูปอินเทอร์โพแกรมถูกเก็บไว้ [11]



รูปที่ 2.5 หลักการทำงานของ Fourier Transform Infrared Spectroscopy [18]

2.4 แก๊ส โครมาโทกราฟี (Gas Chromatography: GC)

แก๊สโครมาโทกราฟี เป็นเทคนิคอีกชนิดหนึ่งที่ใช้สำหรับแยกสารผสม ซึ่งเทคนิคนี้ใช้ในการแยกสารที่สามารถเปลี่ยนให้เป็นแก๊สเฟสได้ที่อุณหภูมิหนึ่ง (ไม่เกิน 450 °C) ถ้าสารใดเปลี่ยนเป็นแก๊สเฟสยาก ก็อาจใช้เทคนิคอื่นๆ บางอย่างเข้าช่วย เช่น อาศัยปฏิกิริยาเคมีเปลี่ยนให้อยู่ในอนุพันธ์อื่นๆ หรืออาจใช้หลักการแยกสลายด้วยความร้อน (Pyrolysis) เมื่อสารนั้นถูกเปลี่ยนให้อยู่ในแก๊สเฟสแล้ว ให้สารเหล่านั้นผ่านเข้าไปยังคอลัมน์ที่บรรจุด้วยเฟสคงที่ (Stationary Phase) โดยอาศัยการพาไปของเฟสเคลื่อนที่ (Mobile Phase) หรือ Carrier Gas สารผสมเหล่านั้นจะเกิดการแยกชั้น แก๊สโครมาโทกราฟีแบ่งออกได้เป็น 2 วิธีด้วยกัน [12] คือ

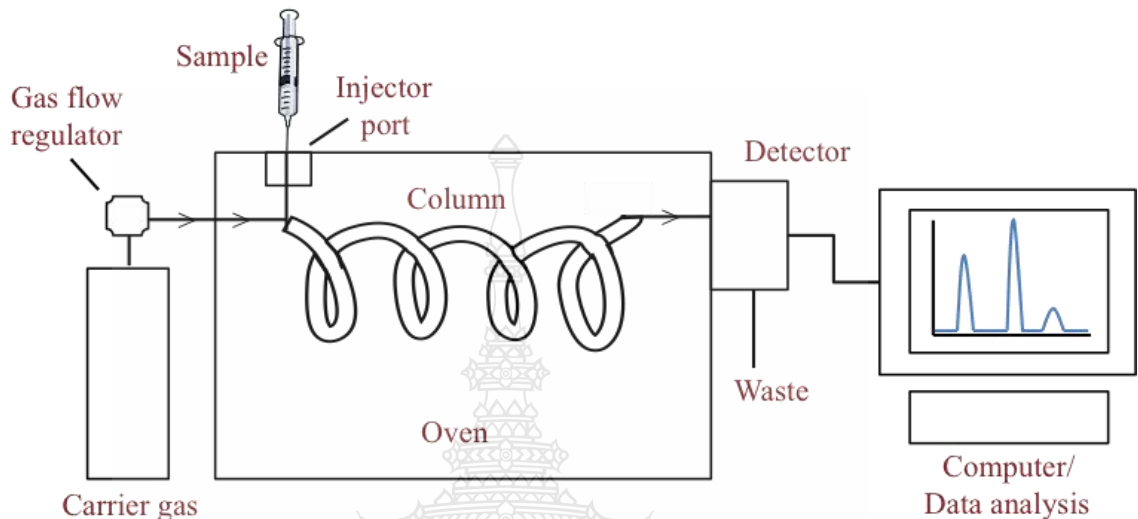
2.4.1 แก๊ส-ของแข็งโครมาโทกราฟี (Gas-Solid Chromatography หรือ GSC)

วิธีนี้ใช้เฟสคงที่เป็นของแข็งที่สามารถดูดซับ (Absorption) สารที่เป็นแก๊สซึ่งต้องการแยกได้ และไม่มีสารอื่นใดเคลือบอยู่ ส่วนใหญ่แล้ววิธีนี้ค่อนข้างจะแคบ เพราะใช้แยกเฉพาะสารที่เป็นแก๊สหรือสารที่เป็นโมเลกุลเล็กๆ เท่านั้น ดังนั้นคอลัมน์ที่ใช้นี้มักจะบรรจุด้วย Active Solids เช่น Molecular Sieves หรือ Porous Polymers, Silica Gel, Alumina และ Activated Carbon เป็นต้น

2.4.2 แก๊ส-ของเหลวโครมาโทกราฟี (Gas-Liquid Chromatography)

สารที่เป็นแก๊สหรือไอของสารที่ผสมกันอยู่ เมื่อผ่านคอลัมน์จะสามารถแยกออกจากกันได้ด้วยการกระจายตัวที่แตกต่างกันของแก๊สหรือไอระหว่างเฟสเคลื่อนที่กับเฟสคงที่ที่มีของเหลว (Liquid Phase) ฉาบอยู่บนของแข็ง หรือมีค่า Partition Coefficient ต่างกัน วิธีนี้เป็นวิธีที่ได้รับความนิยมใช้กันอย่างกว้างขวางสำหรับแยกสารที่เป็นแก๊สหรือสารที่สามารถเปลี่ยนให้เป็นไอหรือแก๊ส

เฟสได้ที่อุณหภูมิกำหนด ในการวิเคราะห์สารด้วยเทคนิคนี้จำเป็นต้องเรียนรู้ถึงสิ่งต่างๆที่สำคัญและเกี่ยวข้องกับให้เข้าใจ โดยเฉพาะองค์ประกอบของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (GC) ดังรูป



รูปที่ 2.6 องค์ประกอบต่างๆของ Gas Chromatography [19]

ดังนั้น ในการวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยใช้เทคนิคทาง GC นั้น สามารถแสดงให้เห็นเข้าใจง่ายๆ ดังนี้ คือ เมื่อเลือกสภาวะต่างๆ ของการวิเคราะห์ และจัดสภาวะของเครื่อง GC ให้เรียบร้อยแล้ว จึงนำสารตัวอย่างไปฉีดเข้าที่ Sample Injection Port สารจะกลายเป็นไอแล้วถูกพาเข้าไปในคอลัมน์ด้วยแก๊สพา (Carrier Gas) อย่างช้า สารผสมจะถูกแยกออกเป็นส่วนๆ ที่คอลัมน์นี้ แล้วออกไปสู่ดีเทคเตอร์ (Detector) จะทำให้ได้สัญญาณเกิดขึ้น ซึ่งสามารถเขียนออกมาเป็นโครมาโทแกรมด้วยเครื่อง Recorder หรือต่อกับ Printer หรือ Integrator จะทำให้ผู้วิเคราะห์สามารถทราบองค์ประกอบของสารตัวอย่างได้

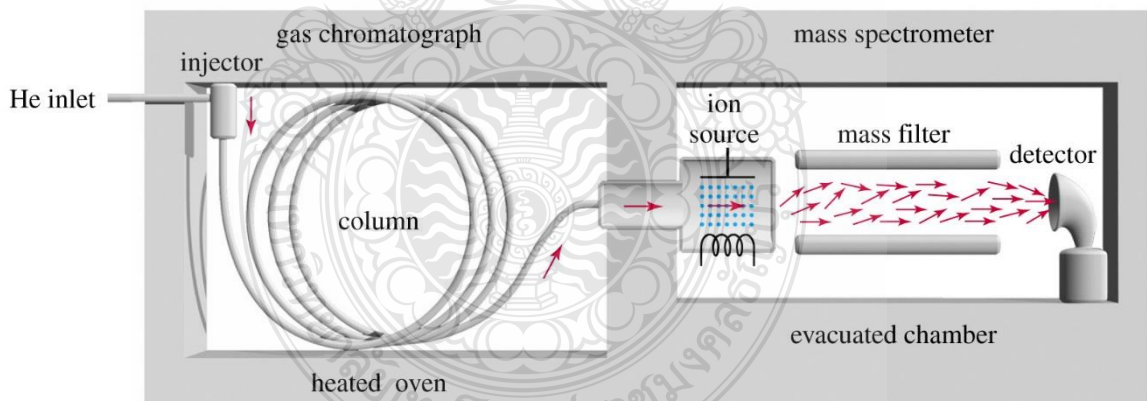
2.5 เครื่องแมสสเปกโตรมิเตอร์ (Mass Spectrometry: MS)

เครื่องแมสสเปกโตรมิเตอร์และองค์ประกอบ (Instrumentation of Mass Spectrometer) เพื่อให้ได้แมสสเปกตรัม จำเป็นจะต้องดำเนินการการตามขั้นตอนต่างๆ คือ จะต้องทำตัวอย่างให้เป็นไอจากนั้นทำให้เกิดเป็นไอออน แล้วทำให้สารนั้นมีการแตกตัวเป็นไอออนหรือชิ้นส่วนย่อยๆ (Fragments) ไอออนต่างๆที่เกิดขึ้นจะถูกแยกตามขนาดของมวล-ต่อ-ประจุ (ค่า m/z) แล้วตรวจหา

และบันทึกผล เครื่องมือต่างๆ ที่จำเป็นในการทำให้เกิดสิ่งเหล่านี้ประกอบด้วยส่วนใหญ่อีก 4 ส่วนด้วยกัน [13] คือ

1. ระบบการใส่ตัวอย่างเพื่อทำให้กลายเป็นไอ (Inlet Systems for Vaporization)
2. แหล่งทำให้เกิดเป็นไอออน (Ionization Chamber)
3. วิธีการแยกไอออน (Ions Separation)
4. ระบบการตรวจไอออน (Ions Detection)

ระบบการใส่ตัวอย่างที่ใช้ในเครื่องแมสสเปกโตรมิเตอร์ มีหลายวิธี เช่น การใส่ตัวอย่างแบบเย็น การใส่ตัวอย่างแบบร้อน การใส่ตัวอย่างโดยตรง และการใส่ตัวอย่างที่ต่อเข้ากับเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี เป็นต้น ทั้งนี้ระบบการใส่ตัวอย่างจะต้องเลือกให้เหมาะสมกับชนิดสารตัวอย่าง และแหล่งที่มาของตัวอย่าง ส่วนของระบบการใส่ตัวอย่างโดยทั่วไปต้องสามารถทำให้โมเลกุลของสารที่มีความดันไอต่ำ เช่น สารที่มีมวลโมเลกุลสูงๆ โมเลกุลของสารบางชนิดมีความดันไอต่ำที่อุณหภูมิห้อง ดังนั้นระบบการใส่ตัวอย่างจึงต้องทำที่ความดันต่ำ (10^{-4} ถึง 10^{-7} ทอร์) และอุณหภูมิที่อาจสูงถึง $300\text{ }^{\circ}\text{C}$



รูปที่ 2.7 องค์ประกอบต่างๆของ Gas Chromatography-Mass Spectrometer [20]

การใส่ผ่านเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (GC) หรือโดยการใส่ผ่านเครื่อง HPLC (High Performance Liquid Chromatograph) ในเครื่อง GC ซึ่งมีคอลัมน์อยู่จะทำหน้าที่แยกสารผสมออกเป็นสารประกอบแต่ละชนิดแล้วจึงผ่านเข้าไปยังเครื่องแยกโมเลกุล (Molecular separator) เพื่อแยกเอาแก๊สที่ใช้เป็นตัวพา (carrier gas) คือแก๊ส He หรือ H_2 ออกไปจากแก๊สผสม โดยอาศัยหลักการแพร่ผ่าน Membrane (Teflon membrane หรือ Porous glass) ซึ่งจะทำให้สารตัวอย่างมีความ

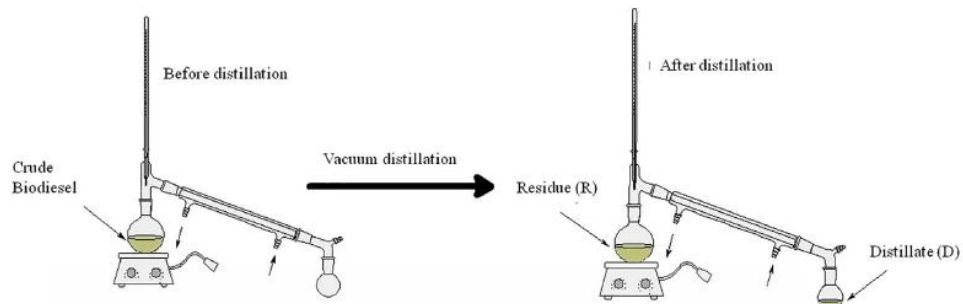
เข้มข้นขึ้น เครื่องแยกโมเลกุลนี้มักจะอยู่ในตู้อบที่มีอุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิของคอลัมน์เล็กน้อย ถ้าคอลัมน์เป็นแบบ Capillary อัตราการไหลของแก๊สจะต่ำลงมาก (คือใช้ 1-2 mL/min) จึงจำเป็นต้องใช้ Interface ต่อระหว่าง GC กับ MS หลังจากนั้นจึงจะให้สารตัวอย่างผ่านเข้าเครื่อง ไอออไนเซชันต่อไป

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

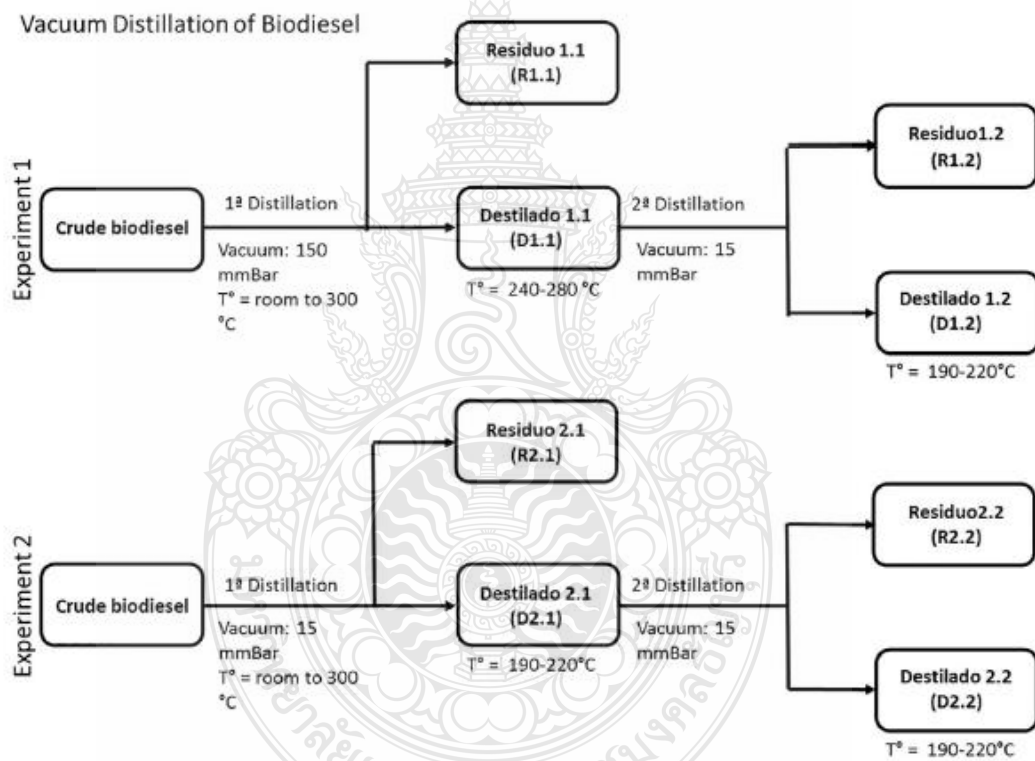
2.6.1 ปี 2017 Simonet Torres และคณะ [3] ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับการเกิดปฏิกิริยา Direct Transesterification ของสาหร่ายชีวมวลขนาดเล็ก (Microalgae biomass) และกระบวนการกลั่นไบโอดีเซลด้วยกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศ ซึ่งกระบวนการนี้จะถูกนำมาใช้เพื่อเพิ่มปริมาณ Fatty Acid Methyl Ester (FAME) และกระบวนการ Direct Transesterification ถูกนำมาใช้เพื่อเพิ่มคุณภาพของน้ำมันไบโอดีเซลจากสาหร่ายขนาดเล็ก โดยในกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศนั้นจะแบ่งออกเป็น 2 การทดลองดังนี้

-ในการทดลองครั้งที่ 1 จะใช้น้ำมันไบโอดีเซลปริมาณ 50 g อุณหภูมิสูงขึ้นจากอุณหภูมิห้องไปจนถึง 300 องศาเซลเซียส ที่ความดัน 150 mbar จากนั้นเก็บตัวอย่างที่กลั่นได้ (D 1.1) กับน้ำมันที่เหลือจากกระบวนการกลั่น (R 1.1) ไว้เพื่อใช้ในการเปรียบเทียบปริมาณน้ำมันที่กลั่นออกมาได้ จากนั้นนำ (D 1.1) มาทำการกลั่นภายใต้สุญญากาศอีกครั้ง โดยจะใช้ความดันที่ 15 mbar (ความดันน้อยกว่าเดิม 10 เท่า) และใช้ช่วงอุณหภูมิที่ 240 – 280 องศาเซลเซียส จะได้น้ำมันที่กลั่นได้ (D 1.2) และน้ำมันที่เหลือจากกระบวนการกลั่น (R 1.2)

-ในการทดลองครั้งที่ 2 จะใช้น้ำมันไบโอดีเซลปริมาณ 50 g อุณหภูมิสูงขึ้นจากอุณหภูมิห้องไปจนถึง 300 องศาเซลเซียส ที่ความดัน 15 mbar จากนั้นเก็บตัวอย่างที่กลั่นได้ (D 2.1) กับน้ำมันที่เหลือจากกระบวนการกลั่น (R 2.1) ไว้เพื่อใช้ในการเปรียบเทียบปริมาณน้ำมันที่กลั่นออกมาได้ จากนั้นนำ (D 2.1) มาทำการกลั่นภายใต้สุญญากาศอีกครั้ง โดยจะใช้ความดันที่ 15 mbar และใช้ช่วงอุณหภูมิที่ 190 – 220 องศาเซลเซียส จะได้น้ำมันที่กลั่นได้ (D 2.2) และน้ำมันที่เหลือจากกระบวนการกลั่น (R 2.2)



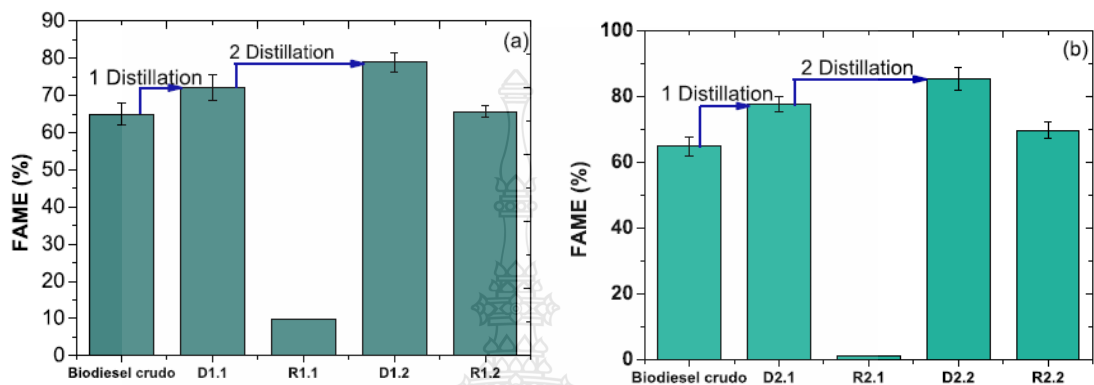
รูปที่ 2.8 อุปกรณ์ชุดกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศของกระบวนการกลั่นสาหร่ายไบโอดีเซล [3]



รูปที่ 2.9 แผนผังแสดงขั้นตอนในการทดลองกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศ [3]

จากการทดลองพบว่า ปริมาณ FAME มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเข้าสู่กระบวนการกลั่นทั้งสองครั้ง เนื่องจากปริมาณไขมันในสาหร่ายเมื่อได้รับความร้อนจะเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างไปเป็น methyl ester ที่ใช้ในการผลิตน้ำมันไบโอดีเซล ดังนั้นกระบวนการกลั่นถือเป็นอีกทางเลือกหนึ่งในการนำมาใช้เพื่อเพิ่มสมบัติของน้ำมันไบโอดีเซลดังแสดงในรูปที่ 2.10 และจากการทดลอง

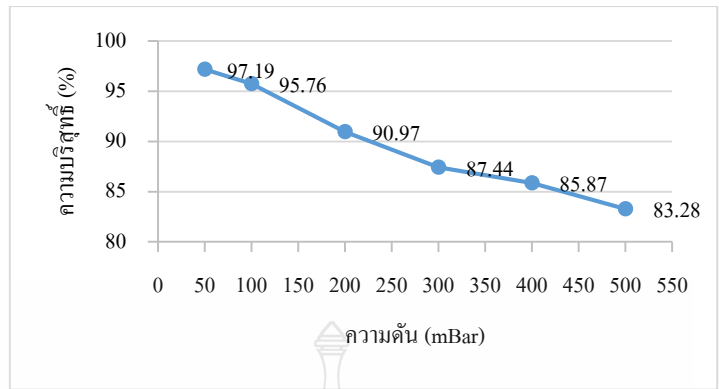
ยังพบอีกว่า total yield ของเพิ่มขึ้นเมื่อลดแรงดันจาก 150 mbar มายัง 15 mbar และกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศส่งผลต่อความบริสุทธิ์ให้กับน้ำมันสำหรับไบโอดีเซลได้ ซึ่งน้ำมันไบโอดีเซล (D 2.2) คือน้ำมันไบโอดีเซลที่กลั่นได้มี yield และมีความบริสุทธิ์ที่สูงที่สุด



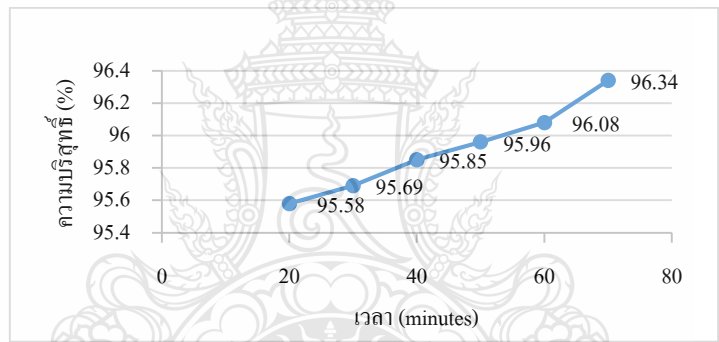
รูปที่ 2.10 กราฟแสดงปริมาณ FAME ในน้ำมันไบโอดีเซล และสารตัวอย่างที่กลั่นได้

(a. คือ การทดลองครั้งที่ 1 และ b. คือ การทดลองครั้งที่ 2) [3]

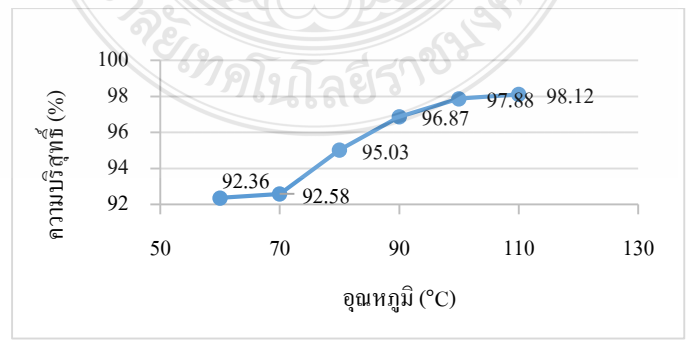
2.6.2 ปี 2013 อภิวัฒน์ ทูลไชสง, อธิป เหลืองไพโรจน์ และชนิษฐา คำวิสัยศักดิ์ [4] ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับความเป็นไปได้ในการนำสารละลาย N-Methyl-Pyrrolidone และ Acetone กลับมาใช้ใหม่ โดยตัวแปรที่ศึกษาคือ ความดันในการกลั่นที่ 50, 100, 200, 300, 400 และ 500 มิลลิบาร์ อุณหภูมิในการกลั่นที่ 60, 70, 80, 90, 100 และ 110 องศาเซลเซียส และเวลาที่ใช้ในการกลั่นที่ 20, 30, 40, 50, 60 และ 70 นาที ตามลำดับ ซึ่งผลการวิจัยพบว่าที่อุณหภูมิในการกลั่นที่ 110 องศาเซลเซียสได้ความบริสุทธิ์ที่ 98.12 เปอร์เซ็นต์ โดยใช้ความดันที่ 200 มิลลิบาร์ และเวลาในการกลั่นที่ 30 นาที ซึ่งจะใช้เวลาในการกลั่น 3 ชั่วโมงต่อลิตร และยังพบอีกว่าสารละลายที่ได้นั้นมี ความบริสุทธิ์สูงและเพียงพอต่อการนำกลับมาใช้ใหม่



รูปที่ 2.11 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ความบริสุทธิ์ (%) กับ ความดัน (mBar) ของสารที่กลั่น
ได้ [5]



รูปที่ 2.12 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ความบริสุทธิ์ (%) กับ เวลา (min) ของสารที่กลั่นได้
[5]



รูปที่ 2.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ความบริสุทธิ์ (%) กับ อุณหภูมิ (°C) ของสารที่กลั่นได้
[5]

2.6.3 ปี 2017 Muna Mahmood Khudhair และคณะ [5] ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับกระบวนการกลั่นน้ำมันหล่อลื่นที่ผ่านการใช้งานแล้วด้วยกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศ ที่ความดัน 5 mmHg ที่อุณหภูมิ 120-350 °C โดยหลังจากกระบวนการกลั่น สารที่กลั่นได้จะนำมาทดสอบความบริสุทธิ์ และสัดส่วนทางเคมีของไฮโดรคาร์บอนในสารที่กลั่นได้ ถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Gas chromatography และนำมาเปรียบเทียบกับน้ำมันหล่อลื่นใหม่ ผลจากการวิเคราะห์พบว่า สัดส่วนของ C₁₀-C₁₅ เพิ่มขึ้น และ C₂₀-C₂₅ ลดลง ดังแสดงในตารางที่ 2.2

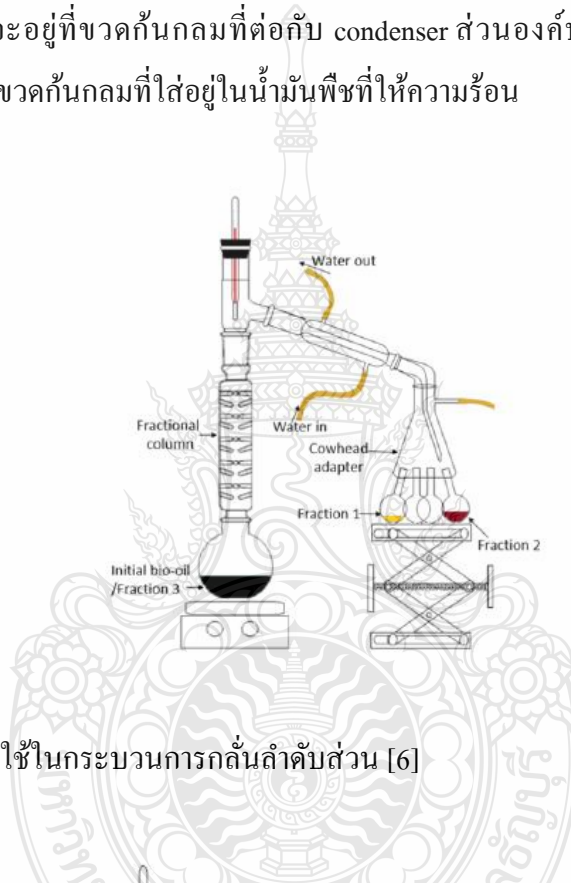
ตารางที่ 2.2 แสดงสัดส่วนของ HC1 และ HC2 ทั้งน้ำมันหล่อลื่นที่ผ่านการใช้งานแล้ว กับน้ำมันใหม่

Hydrocarbon Fraction	HC1 diesel fuel (%)	HC1 waste oil (%)	HC2 diesel fuel (%)	HC2 waste oil (%)
C ₁₀ -C ₁₅	20.876	18.066	33.107	21.008
C ₁₅ -C ₂₀	19.419	18.749	21.739	11.158
C ₂₀ -C ₂₅	2.031	7.783	2.142	22.070

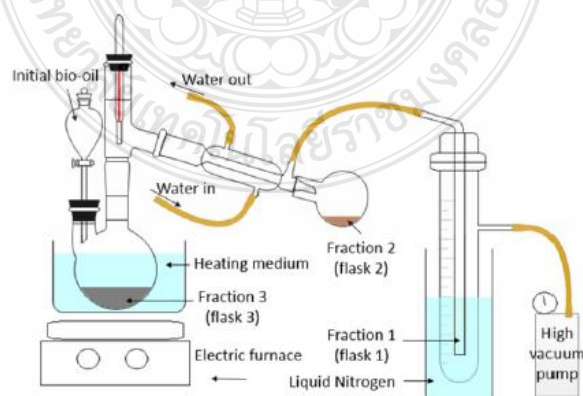
2.6.4 ปี 2016 Hyungseok Nam และคณะ [6] ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับกระบวนการกลั่นน้ำมันชีวภาพจากสาหร่ายที่ผ่านกระบวนการ pyrolytic โดยได้เปรียบเทียบระหว่างกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศกับกระบวนการกลั่นลำดับส่วน โดยมีการทดสอบในส่วนของพลังงาน, ปริมาณสารที่กลั่นได้, ธาตุ และองค์ประกอบทางเคมี ซึ่งกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศนั้นจะมีการแยกสารที่สะอาดกว่ากระบวนการกลั่นลำดับส่วน แต่กระบวนการกลั่นลำดับส่วนนั้นจะให้ผลลัพธ์ในด้านปริมาณสารที่กลั่นได้จะมากกว่า โดยสภาวะที่ใช้ในการกลั่นมีดังนี้

1. Fractional Distillation ใส่สารลงไปในช่วงก้นกลม 10 – 12 กรัม ใช้อุณหภูมิที่ 216 องศาเซลเซียส เนื่องจากองค์ประกอบที่มีน้ำหนักน้อยจะระเหยเป็นแก๊สที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส (Fraction 1) องค์ประกอบที่มีน้ำหนักปานกลางจะระเหยที่ 200 องศาเซลเซียส (Fraction 2) ส่วนองค์ประกอบที่มีน้ำหนักมากจะระเหยที่อุณหภูมิสูงกว่า 200 องศาเซลเซียส (Fraction 3) ใช้อุณหภูมิของน้ำหล่อเย็นที่ condenser 20 องศาเซลเซียส ความดันใช้สภาวะบรรยากาศ

2. Vacuum distillation ใสสารลงไปในช่วงก้นกลม 10 – 12 กรัม ใช้อุณหภูมิที่ 216 องศาเซลเซียส น้ำหล่อเย็นที่ condenser ใช้อุณหภูมิของ 20 องศาเซลเซียส distillation trapped ถูกวางไว้ในถังที่บรรจุไนโตรเจนเหลว น้ำมันพืชถูกนำมาใช้เป็นตัวกลางในการให้ความร้อน โดยเมื่ออุณหภูมิถึง 120 องศาเซลเซียส ความดันภายในถูกลดลงมาที่ 90 Pa โดยปั๊ม vacuum โดย distillation trapped จะใช้เพื่อกักเก็บองค์ประกอบที่มีน้ำหนักเบาๆ (Fraction 1) องค์ประกอบที่มีน้ำหนักปานกลาง (Fraction 2) จะอยู่ที่ช่วงก้นกลมที่ต่อกับ condenser ส่วนองค์ประกอบที่มีน้ำหนักมากๆ (Fraction 3) จะอยู่ที่ช่วงก้นกลมที่ใล่อยู่ในน้ำมันพืชที่ให้ความร้อน

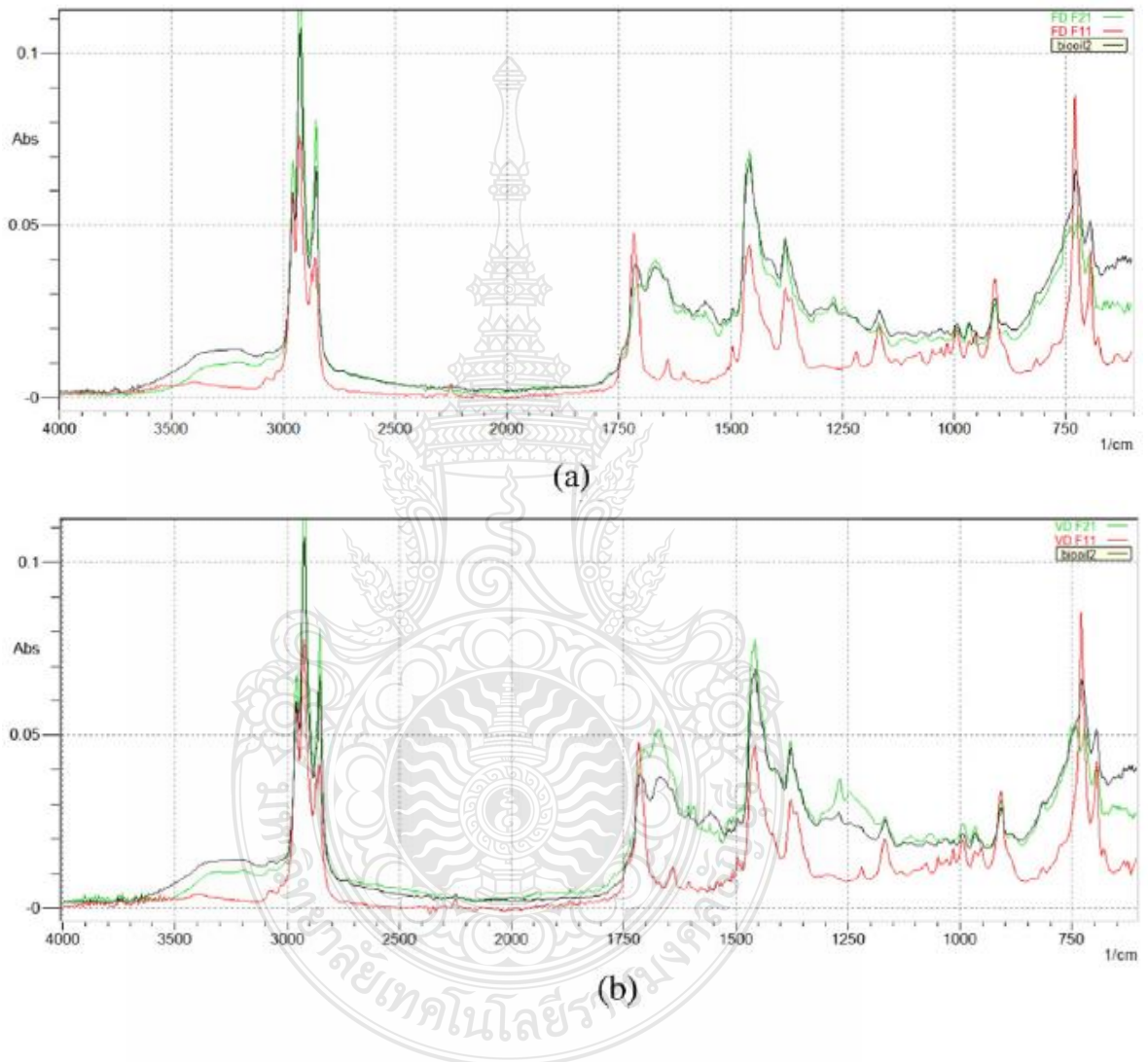


รูปที่ 2.14 อุปกรณ์ที่ใช้ในกระบวนการกลั่นลำดับส่วน [6]



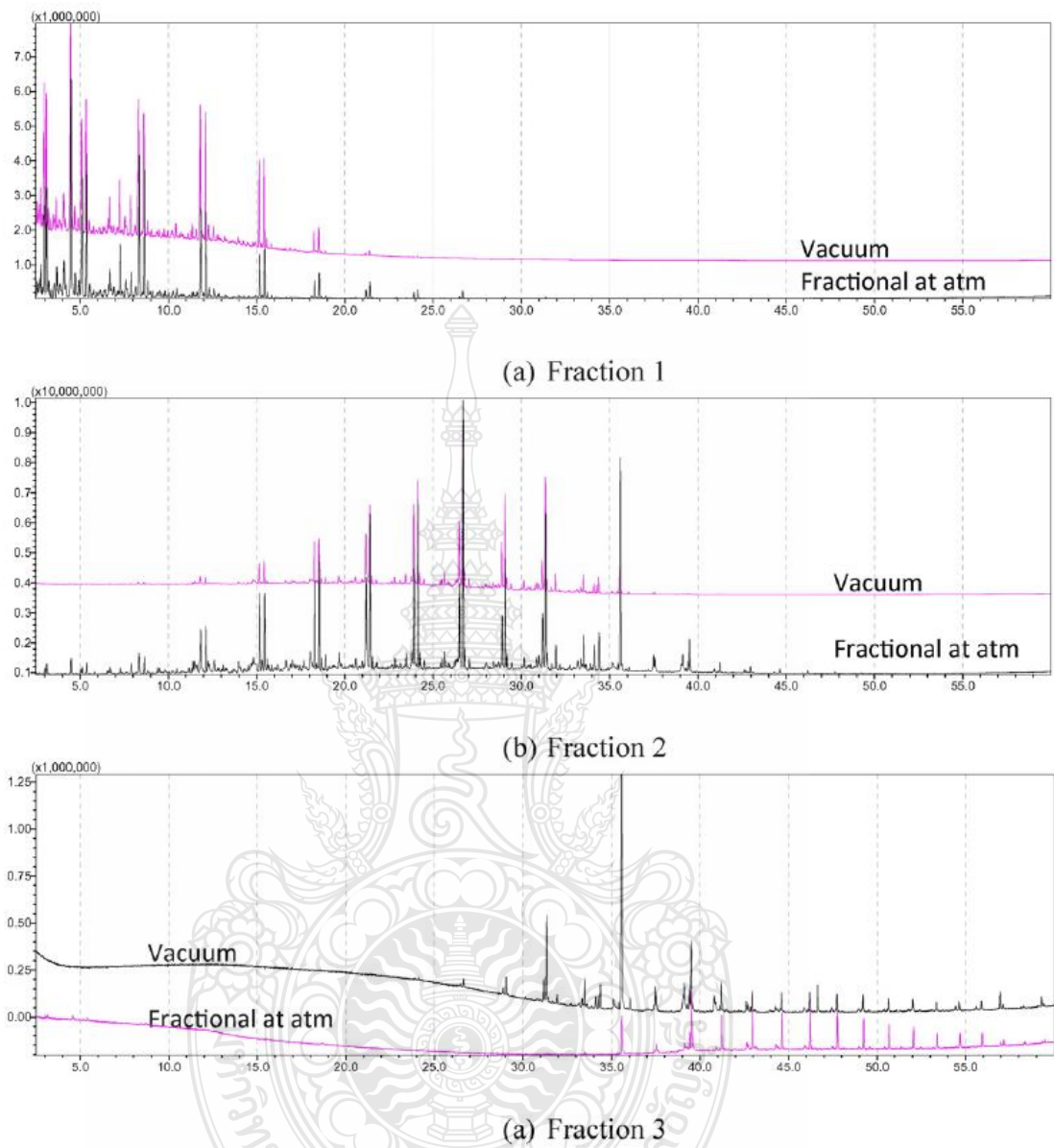
รูปที่ 2.15 อุปกรณ์ที่ใช้ในกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศ [6]

สารที่กลั่นได้นั้นจะถูกนำมาทดสอบองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค FT-IR spectroscopy และ Gas Chromatography – Mass spectrometer โดยผลการทดสอบด้วยเทคนิค FT-IR spectroscopy พบว่า องค์ประกอบทางเคมีของสารที่กลั่นได้จากทั้งสองวิธี มีความใกล้เคียงกัน



รูปที่ 2.16 แสดงกราฟ FT-IR spectrum (a) fractional และ (b) vacuum distillates [6]

ส่วนผลการทดสอบด้วยเครื่อง GC-MS พบว่าสารที่กลั่นได้จากกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศ กราฟ Chromatogram ที่มีค่าสูงกว่าสารที่กลั่นได้จากกระบวนการกลั่นลำดับส่วน ซึ่งบ่งบอกได้ว่าสารที่กลั่นได้มีความสะอาด

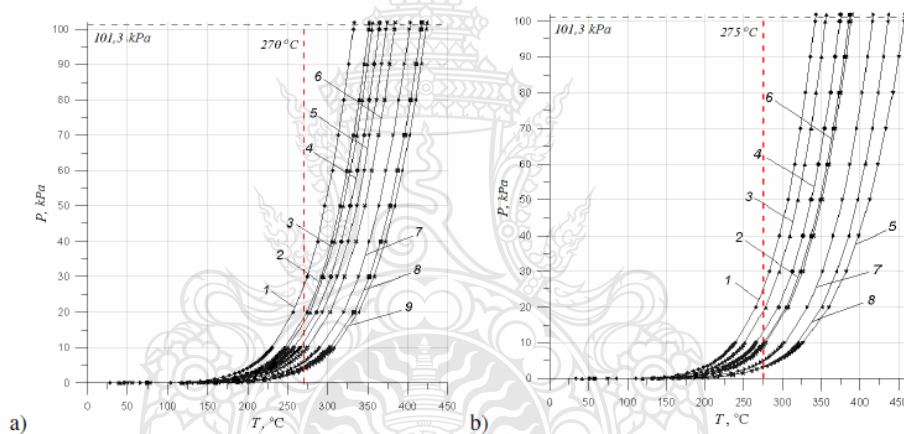


รูปที่ 2.17 แสดงกราฟ Chromatogram เปรียบเทียบของ 3 องค์ประกอบที่กลั่นได้จากทั้งสองกระบวนการ (กราฟด้านบนคือ vacuum distillation และด้านล่างคือ fractional distillation) [6]

2.6.5 ปี 2017 Anna Iakovlieva และคณะ [7] ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศของน้ำมันจากผักกาดก้านขาว (สารจำพวก ester) เพื่อใช้ผลิตเป็นสารเติมแต่งชีวภาพของเชื้อเพลิงเครื่องบิน ซึ่งน้ำมันจากผักกาดก้านขาวนั้นเป็นสารตั้งต้นในการผลิตสารเติมแต่งชีวภาพทั้ง methyl esters และ ethyl esters ที่นำมาใช้ในกระบวนการผลิตเชื้อเพลิงที่ใช้กับเครื่องบิน กระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศที่ทำงานภายใต้ความดันต่ำถูกนำมาใช้เพื่อ

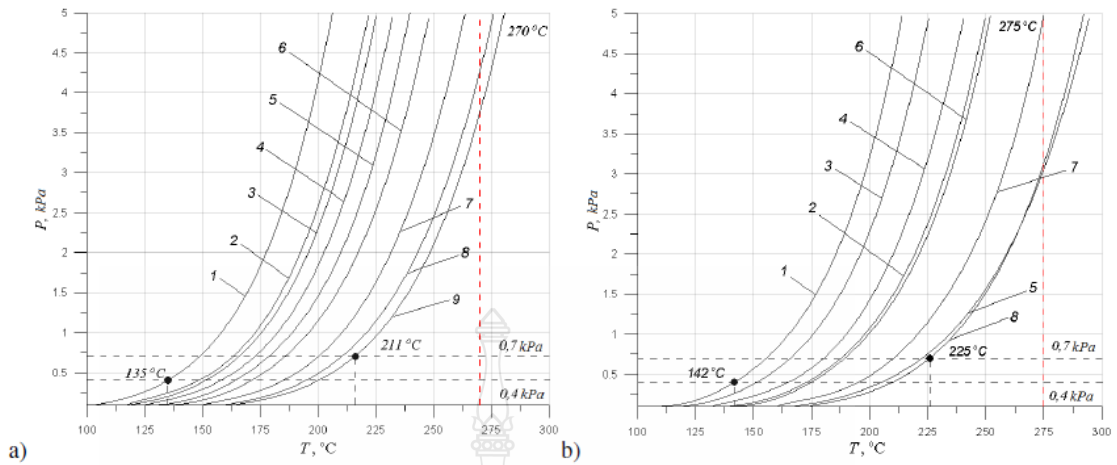
การแยกสารเติมแต่งและเพื่อเพิ่มคุณภาพให้กับสารจำพวกเอสเทอร์ โดยในกรณีนี้เนื่องจากน้ำมันที่นำมากลั่นเป็นสารประเภท Fatty Acid Methyl Ester (FAME) และ Fatty Acid Ethyl Ester (FAEE) ซึ่งมีจุดเดือดที่สูงและการเกิดปฏิกิริยา transesterification ขององค์ประกอบหลักน้ำมันจากผักกาดก้านขาวนั้นจะมีค่าที่สูงเกินอุณหภูมิสลายตัวของน้ำมัน ดังนั้นการจะทำน้ำมันมีความบริสุทธิ์นั้น กระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศจึงเป็นตัวเลือกที่เหมาะสม โดยความดันที่จะใช้นั้นจะเลือกใช้จากกราฟจุดเดือดที่คำนวณจากสมการ Clapeyron – Clausius ดังสมการที่ 1

$$\ln \frac{P_2}{P_1} = \frac{-\Delta H_{\text{vap}}}{R} \left(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1} \right) \quad (1)$$



รูปที่ 2.18 แสดงกราฟการเปลี่ยนแปลงของของเหลว – แก๊สสำหรับ (a) methyl esters และ (b) ethyl esters โดยที่ 1 คือ –palmitic, 2 คือ –oleic, 3 คือ –stearic, 4 คือ –linolenic, 5 คือ –linoleic, 6 คือ –nonadecenic, 7 คือ –eicosenoic, 8 คือ –heneicosenic และ 9 คือ –erucic [7]

การเลือกความดันสำหรับกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศขึ้นอยู่กับจุดเดือดด้วยเช่นกัน ซึ่งสำหรับ FAME และ FAEE ควรอยู่ในช่วง 270 – 275 องศาเซลเซียส เพื่อป้องกันการสลายตัว กราฟจุดเดือดสามารถบ่งชี้ได้ว่ากระบวนการกลั่นภายใต้สุญญากาศที่ใช้ในการกลั่น FAME และ FAEE สามารถใช้ได้ตั้งแต่ 0.4 – 0.7 kPa



รูปที่ 2.19 แสดงกราฟการเปลี่ยนแปลงของเหลว – แก๊สในช่วง 0.001 – 5 kPa สำหรับ (a) methyl esters และ (b) ethyl esters โดยที่ 1 คือ -palmitic, 2 คือ -oleic, 3 คือ -stearic, 4 คือ -linolenic, 5 คือ -linoleic, 6 คือ -nonadecenic, 7 คือ -eicosenoic, 8 คือ -heneicosenic และ 9 คือ -erucic [7]

กระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศจะใช้อุณหภูมิในการกลั่นที่ 165 – 215 องศาเซลเซียส และความดัน 0.4 – 0.7 kPa โดยในช่วงแรกของกระบวนการสารจำพวกแอลกอฮอล์จะถูกกลั่นออกมาก่อน ต่อมาจะเป็นสารจำพวกเอสเทอร์ของกรดไขมัน ผลการทดสอบพบว่าปริมาณสารจำพวกเอสเทอร์หลังผ่านกระบวนการกลั่นทั้ง FAME และ FAEE พบว่ามีปริมาณมากกว่า 99% จึงสรุปได้ว่ากระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศสามารถใช้ในการแยกสารที่ไม่เกี่ยวข้องออกจากกระบวนการ transesterification ของน้ำมันจากผักกาดก้านขาว และส่งผลให้เชื้อเพลิงชีวภาพที่ได้มีความบริสุทธิ์สูงและมีปริมาณสารเอสเทอร์เพิ่มขึ้น นอกจากนี้กระบวนการกลั่นนี้ยังสามารถป้องกันการเสื่อมสภาพของสารจำพวกเอสเทอร์ได้อีกด้วย

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงาน

เพื่อทำการศึกษาวิธีการนำสารละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่านการใช้งานแล้ว นำกลับมาใช้ใหม่อย่างมีประสิทธิภาพ และมีความคุ้มค่าทางเศรษฐศาสตร์มากที่สุด มีขั้นตอนการดำเนินงานดังต่อไปนี้

3.1 แผนการดำเนินงาน

- 3.1.1 ศึกษาค้นหาข้อมูล และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง
- 3.1.2 รวบรวมข้อมูลเพื่อจัดทำแผนการดำเนินงาน
- 3.1.3 ดำเนินการจัดหาอุปกรณ์ที่ใช้ในกระบวนการกลั่น และตัวทำละลายที่ใช้แล้ว
- 3.1.4 เตรียมตัวทำละลายที่ใช้แล้วด้วยการกรอง
- 3.1.5 นำตัวทำละลายที่กรองแล้วมาทำการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศ
- 3.1.6 ทดสอบสมบัติทางกายภาพและทางเคมี

- ทดสอบองค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR Spectroscopy)

- ทดสอบความบริสุทธิ์ด้วยเครื่อง Gas Chromatography - Mass Spectrometer (GC-MS)

- 3.1.7 วิเคราะห์ผลการทดสอบ
- 3.1.8 สรุปผลการทดสอบ
- 3.1.9 จัดทำรูปเล่มวิทยานิพนธ์

ตารางที่ 3.1 แผนการดำเนินการโครงการ

กิจกรรม	ระยะเวลาดำเนินการ							
	2560				2561		2562	
	ส.ค.	ก.ย.	ต.ค.	พ.ย.	พ.ย.	ธ.ค.	ม.ค.	ก.พ.
1. ศึกษาค้นคว้า ข้อมูล และงานวิจัยที่ เกี่ยวข้อง	← - - - - - →							
2. รวบรวมข้อมูล เพื่อจัดทำแผนการ ดำเนินงาน			← - - - - - →					
3. ดำเนินการจัดหา อุปกรณ์และตัวทำ ละลายที่ใช้แล้ว	← - - - - - →							
4. เตรียมตัวทำ ละลายที่ใช้แล้วด้วย การกรอง			← - - - - - →					
5. นำตัวทำละลายมา ทำการกลั่น				← - - - - - →				
6. ทดสอบสมบัติ ทางกายภาพและเคมี					← - - - - - →			
7. วิเคราะห์ผลการ ทดสอบและสรุปผล						← - - - - - →		
8. จัดทำรูปเล่ม วิทยานิพนธ์						← - - - - - →		

หมายเหตุ : ← - - - - - → แสดงแผนการดำเนินการ ← - - - - - → แสดงการดำเนินการ

3.2 อุปกรณ์และสารเคมี

ในกระบวนการกลั่นตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอน มีอุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ดังต่อไปนี้

3.2.1 ตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอน

1) ตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอน EXXSOL D80 จากบริษัท Union Petrochemical Public Company Limited, SINGAPORE.

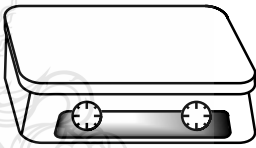
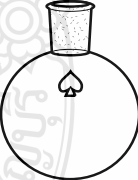

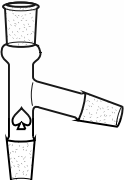
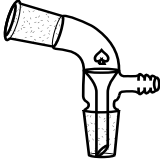
2) ตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่านการใช้งานแล้วจากอุตสาหกรรมยางซีดีโคน

3.2.2 สารเคมีที่เกี่ยวข้อง

1) ตัวทำละลาย Hexane จาก RCI Labscan Limited, THAILAND.

3.2.3 อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

ตารางที่ 3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์ และเครื่องมือ	รูปภาพ
1. Hot Plate Magnetic Stirror ของบริษัท DRAGON LAB รุ่น MS7-H550-S	
2. Round Bottom Flask size 500 ml ของบริษัท DURAN (SCHOTT)	
3. Liebig Condenser จากบริษัท VN AB Glass	
4. Still head จากบริษัท VN AB Glass	
5. Vacuum distillation adapter จากบริษัท VN AB Glass	

ตารางที่ 3.2 อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง (ต่อ)

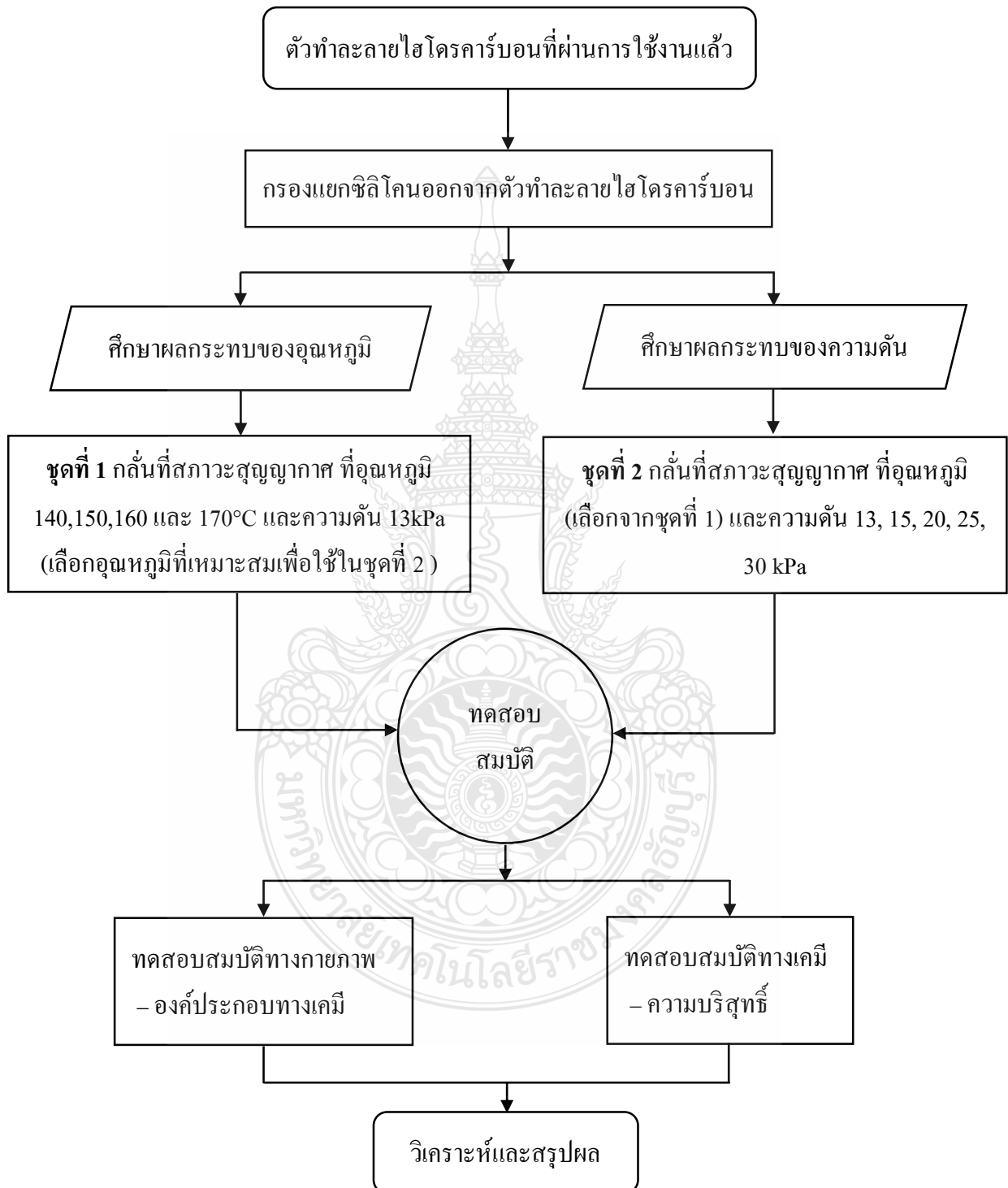
อุปกรณ์ และเครื่องมือ	รูปภาพ
6. Trap จากบริษัท VN AB Glass และ Dewar Flask จากบริษัท ISOTHERM	
7. Vacuum controller TYPE VCN จากบริษัท OKANO WORKS, LTD.	

3.2.4 เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบ

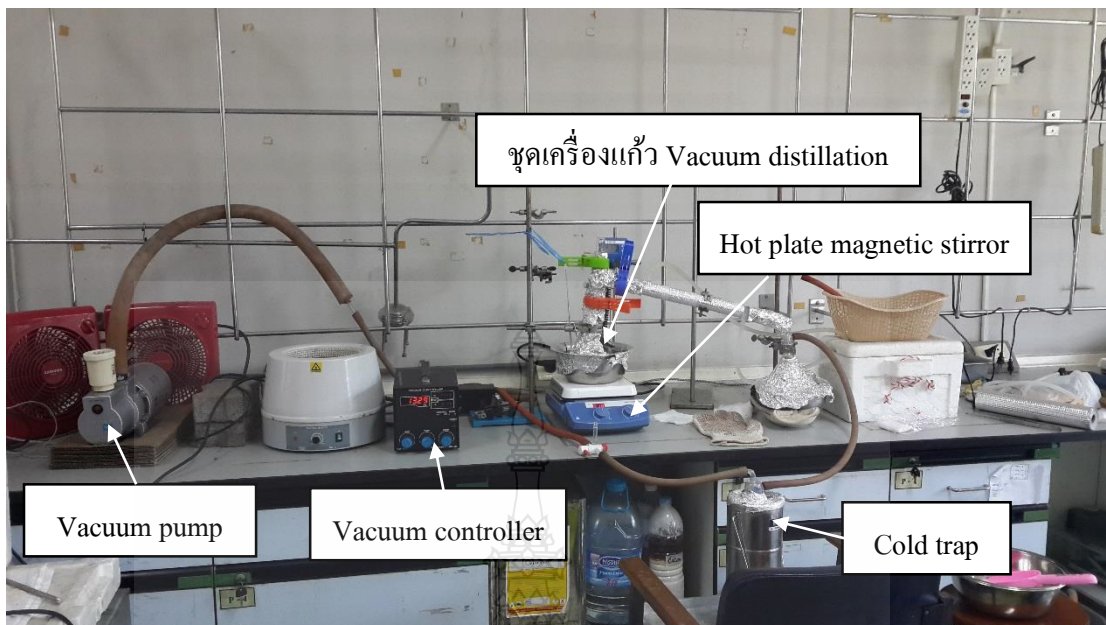
ตารางที่ 3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบ

เครื่องมือทดสอบ	บริษัท และรุ่น	ใช้ในการทดสอบ
1. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR Spectroscopy)	บริษัท Perkin Elmer Spectrum Ver.10.5.1	ทดสอบองค์ประกอบทางเคมี
2. Gas Chromatography – Mass Spectrometer (GC-MS)	-รุ่น GCMS - QP2020 บริษัท Shimadzu -รุ่น GC-MS, 7890B-GC & 5977A series GC/MSD, Agilent).	ทดสอบความบริสุทธิ์

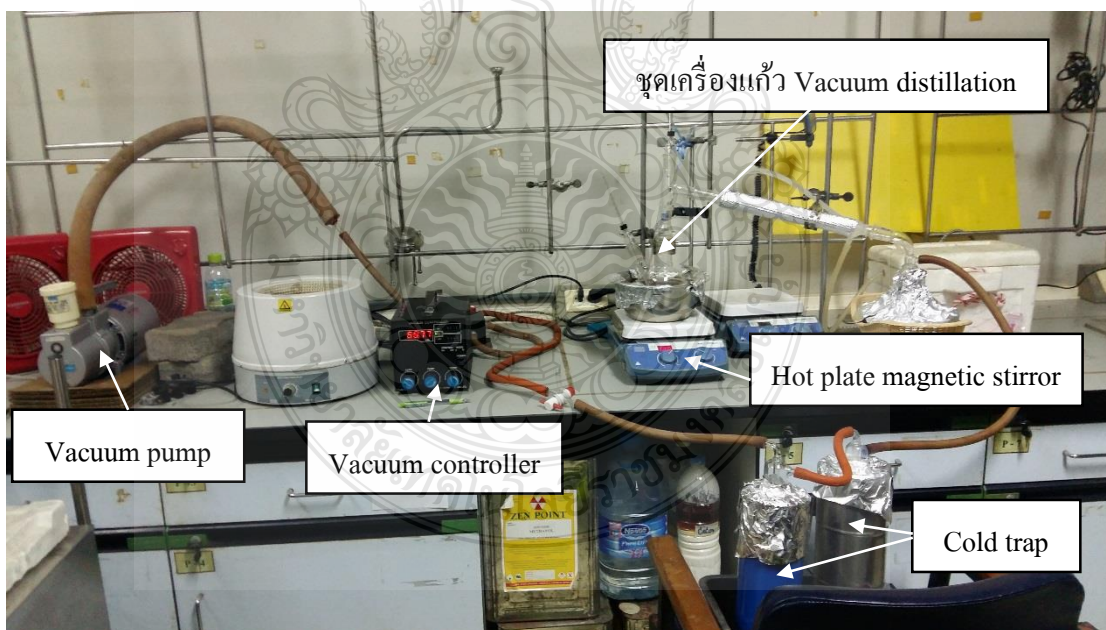
3.3 ขั้นตอนการดำเนินงาน



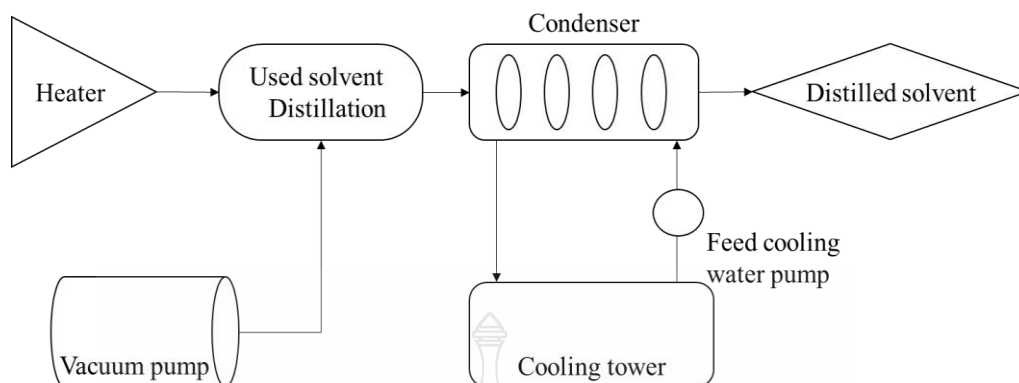
รูปที่ 3.1 แสดงแผนการดำเนินงานการกลั่นตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่านการใช้งานแล้ว



รูปที่ 3.2 กระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศ ชุดที่ 1 (One cold trap condition)



รูปที่ 3.3 กระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศ ชุดที่ 2 (Double cold trap condition)



รูปที่ 3.4 แผนผังกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศ

3.4 วิธีการทดสอบ

3.4.1 วิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR Spectroscopy) โดยจะทำการวิเคราะห์ในช่วงความยาวคลื่นระหว่าง $550 - 1000 \text{ cm}^{-1}$

3.4.2 วิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของตัวทำละลายด้วยเครื่อง Gas Chromatography – Mass Spectrometer (GC-MS) โดยจะทำการเตรียมสารตัวอย่างสำหรับทดสอบใส่ขวดทดสอบ 5 mg จากนั้นนำมาทดสอบด้วยเครื่อง GC-MS โดยใช้สภาวะในการทดสอบดังตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 สภาวะที่ใช้ในการทดสอบด้วยเครื่อง GC-MS ชุดที่ 1

สภาวะที่ใช้ในการทดสอบด้วยเครื่อง GC-MS			
ชุดที่ 1			
Condition	Parameter	Condition	Parameter
Type of column	HP-5	Carrier gas	Helium (He)
Column Oven Temp.	75.0 °C	Pressure	100.2 kpa
Hold time (1)	0.5 min	Total flow	161.5 ml/min
Injection temp	250.0 °C	Column flow	1.5 ml/min
Final temp	280.0 °C	Purge flow	10.0 ml/min
Hold time (2)	5.0 min	Split ratio	100.0
Injection mode	Split		

ตารางที่ 3.5 สภาวะที่ใช้ในการทดสอบด้วยเครื่อง GC-MS ชุดที่ 2

สภาวะที่ใช้ในการทดสอบด้วยเครื่อง GC-MS			
ชุดที่ 2			
Condition	Parameter	Condition	Parameter
Type of column	HP-5 MS Ultra Inert	Carrier gas	Helium (He)
Column Oven Temp.	75.0 °C	Pressure	100.2 kpa
Hold time (1)	0.5 min	Total flow	161.5 ml/min
Injection temp	250.0 °C	Column flow	1.5 ml/min
Transfer line temp.	280.0 °C	Purge flow	10.0 ml/min
Injection volume	1 mL	Split ratio	100.0
Injection mode	Split		

3.4.3 วิเคราะห์จุดคุ้มทุนในทางเศรษฐศาสตร์ โดยกำหนดให้วันทำงาน คือ 320 วันต่อปี ซึ่งตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนถูกนำมาใช้ในกระบวนการ 200 ลิตรต่อวัน ราคาในการจัดซื้อตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนอยู่ที่ 3,900 บาทต่อ 200 ลิตร (1 ถัง) โดยจะมีราคาในการส่งกำจัด 160,000 บาทต่อปี และมีค่าใช้จ่ายในการจัดซื้อและการส่งกำจัดรวม 1,408,000 บาทต่อปี ดังแสดงในตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 ตารางค่าใช้จ่ายของตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอน

ตัวทำละลายที่ถูกใช้งาน (ลิตรต่อวัน)	200	ลิตร
ราคาตัวทำละลายใหม่ (บาทต่อ 200 ลิตร)	3900	บาท
ปริมาณตัวทำละลายที่ถูกใช้งาน (ลิตรต่อปี)	64000	ลิตร
จำนวนวันทำงาน (วันต่อปี)	320	วัน
ต้นทุนในการส่งกำจัด (บาทต่อปี)	160000	บาท
ต้นทุนในการจัดซื้อ (บาทต่อปี)	1248000	บาท
ต้นทุนรวม (บาทต่อปี)	1408000	บาท

- จำนวนถังตัวทำละลายที่ต้องจัดซื้อ จำนวนได้จาก

จำนวนวันทำงานต่อปี × จำนวนตัวทำละลายที่ใช้ต่อวัน

$$= 320 \text{ วัน/ปี} \times 200 \text{ ลิตร/วัน} = 64,000 \text{ ลิตร/ปี}$$

$$= (64,000 \text{ ลิตร/ปี}) / (200 \text{ ลิตร/ถัง}) = 320 \text{ ถัง/ปี}$$

- ค่าใช้จ่ายในการจัดซื้อตัวทำละลาย จำนวนได้จาก

ราคาตัวทำละลาย × จำนวนถังตัวทำละลาย

$$= 3,900 \text{ บาท} \times 320 \text{ ถัง} = 1,248,000 \text{ บาท}$$

โดยจะนำผลการทดลองที่ได้ % yield สูงสุด หรือสภาวะเหมาะสมในการนำไปใช้ในกระบวนการกลั่นตัวทำละลายเพื่อนำกลับมาใช้ใหม่ มาคำนวณดังนี้

-จำนวนตัวทำละลายที่กลั่นได้

$$= (\text{จำนวนตัวทำละลายทั้งหมดต่อปี} \times \text{จำนวน\%ตัวทำละลายที่กลั่นได้}) / 100 \%$$

-ราคาที่ใช้ในการกำจัดที่ลดลงต่อปี

$$= (\text{ปริมาณสารที่กลั่นได้} \times \text{งบประมาณในการส่งกำจัดต่อปี}) / \text{ตัวทำละลายทั้งหมดต่อปี}$$

-ต้นทุนในการจัดซื้อที่ลดลงต่อปี

$$= (\text{ปริมาณสารที่กลั่นได้} \times \text{งบประมาณในการจัดซื้อต่อปี}) / \text{ตัวทำละลายทั้งหมดต่อปี}$$

-รวมต้นทุนในการจัดซื้อและการส่งกำจัดที่ลดลง

$$= \text{ต้นทุนในการจัดซื้อที่ลดลงต่อปี} + \text{ราคาที่ใช้ในการกำจัดที่ลดลงต่อปี}$$

บทที่ 4





ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

จากการทดลองกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศของตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่านการใช้งานแล้วเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสม โดยมีผลการทดสอบดังต่อไปนี้

4.1 ผลของอุณหภูมิต่อประสิทธิภาพการกลั่นตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่านการใช้งานแล้ว

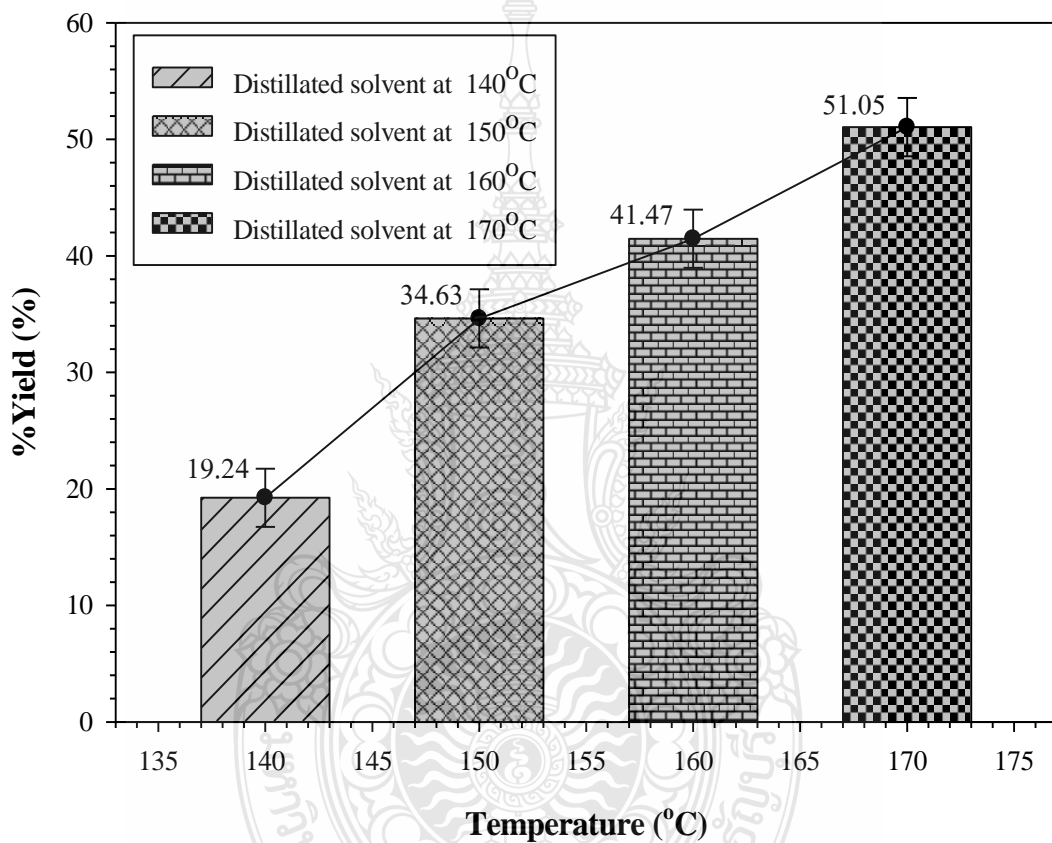
4.1.1 ลักษณะทางกายภาพของสารละลาย

ตารางที่ 4.1 ตารางแสดงลักษณะทางกายภาพของตัวทำละลายที่กลั่นได้ในชุดที่ 1

ลำดับที่	ตัวทำละลายที่กลั่นได้	สภาวะในการกลั่น
1		140 °C 13 kPa
2		150 °C 13 kPa
3		160 °C 13 kPa
4		170 °C 13 kPa

4.1.2 ร้อยละผลผลิตที่ได้จากกระบวนการกลั่น (%Yield)

เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิต่อร้อยละผลผลิตที่ได้จากกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสูญญากาศ ชุดที่ 1 มีสภาวะในการกลั่น คือ อุณหภูมิ : 140, 150, 160 และ 170 °C ภายใต้ความดัน 13 kPa ซึ่งได้ผลผลิตจากกระบวนการดังนี้



รูปที่ 4.1 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ผลผลิตที่ได้ (%Yield) กับ อุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการ

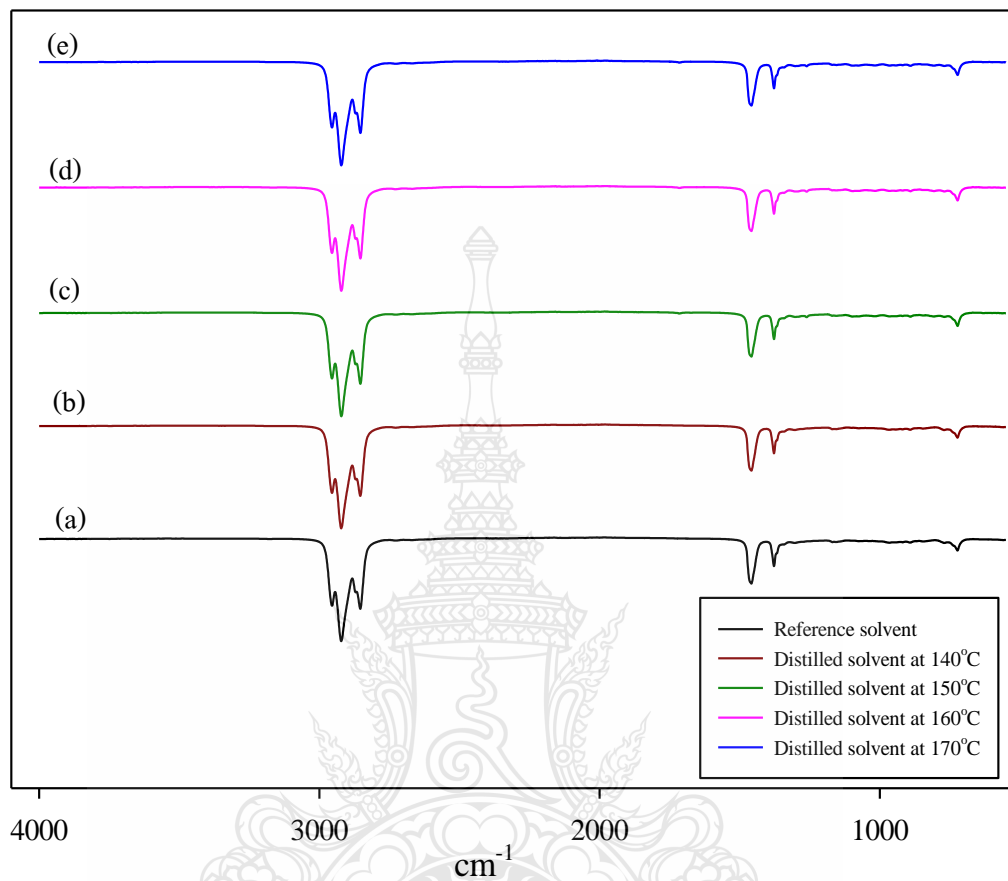
จากกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสูญญากาศของตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่านการใช้งาน โดยในการทดลองนั้น ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับผลกระทบของอุณหภูมิที่มีต่อกระบวนการกลั่น โดยที่จะกำหนดความดันไว้ที่ 13 kPa พบว่า ผลผลิตที่ได้มีแนวโน้มสูงขึ้นตามสภาวะอุณหภูมิที่สูงขึ้นด้วยเช่นกัน ซึ่งสอดคล้องกับทฤษฎีของกระบวนการกลั่นที่ว่า เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในกระบวนการกลั่นโดยที่ความดันคงที่จะส่งผลให้ความดันไอของสารมีการเปลี่ยนแปลงด้วยเช่นกัน กล่าวคือ ยิ่งอุณหภูมิสูงจะส่งผลให้ความดันไอของสารเพิ่มสูงขึ้นด้วย [15]

อีกทั้งการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิยังส่งผลต่อพลังงานในการสลายตัวของพันธะระหว่างโมเลกุลนั้นจะเพิ่มขึ้นด้วย ทำให้โมเลกุลภายในเกิดการแตกตัวได้ง่าย รวดเร็ว และมากขึ้น ส่งผลให้ไอระเหยของสารภายในระบบมีความดันภายในสูงจึงส่งผลให้ได้รับผลผลิตจากการกลั่นในปริมาณที่มากขึ้น ดังที่แสดงในรูปที่ 4.1 จึงสรุปได้ว่า จากการทดลองผลกระทบของอุณหภูมิที่มีผลต่อกระบวนการกลั่นนั้น พบว่าที่อุณหภูมิ 140 °C ได้ผลผลิต 19.24 %, 150 °C ได้ผลผลิต 34.63 %, 160 °C ได้ผลผลิต 41.47 % และ 170 °C ได้ผลผลิต 51.05 % จะเห็นได้ว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจะส่งผลให้ผลผลิตที่ได้สูงขึ้นด้วยตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของอภิวัฒน์ ทูลโทสงและคณะ ที่ได้ศึกษาความเป็นไปได้ในการนำสารละลาย N-Methyl Pyrrolidone และ Acetone กลับมาใช้ใหม่แล้วพบว่าเมื่ออุณหภูมิในการกลั่นเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ร้อยละผลผลิตที่ได้เพิ่มขึ้นด้วย [4]

4.1.3 โครงสร้างทางเคมีของสารละลายที่ผ่านการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศด้วย Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

ในกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศ ชุดที่ 1 ได้ทำการทดสอบสมบัติทางกายภาพ ซึ่งได้ผลการทดสอบดังนี้

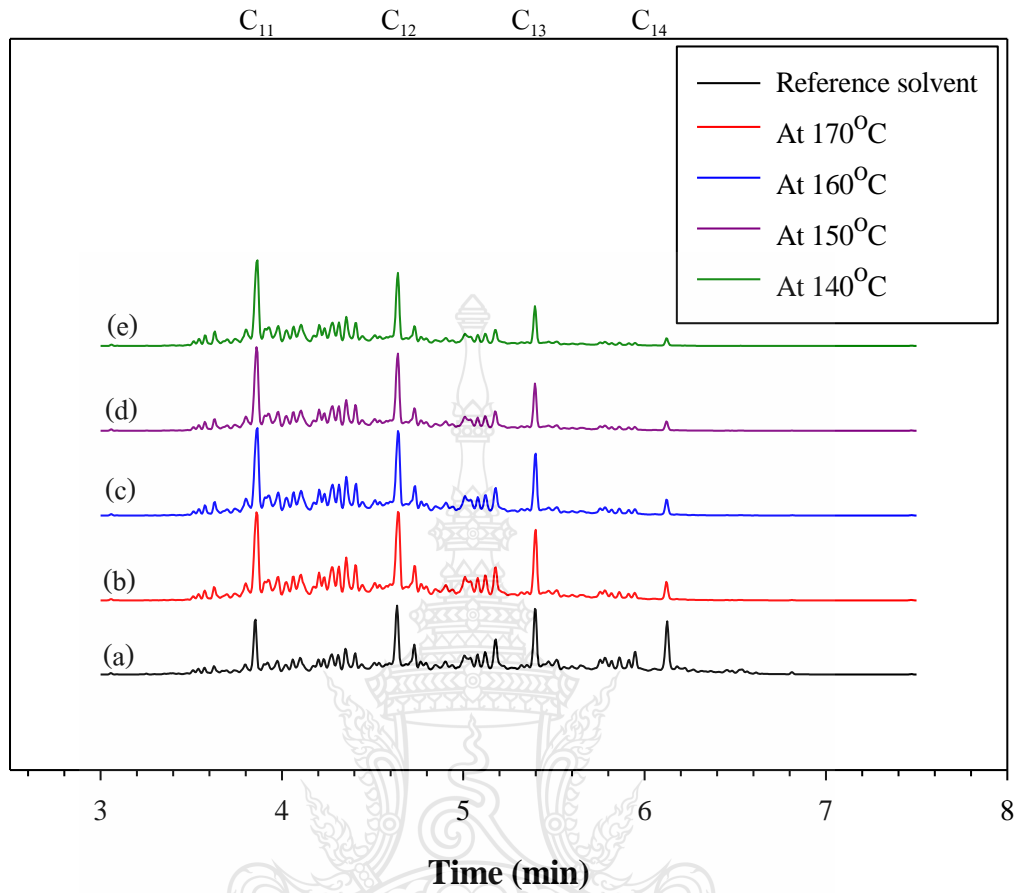
จากการทดสอบสมบัติทางกายภาพด้วย FT-IR Spectroscopy ดังรูปที่ 4.2 พบว่าตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอน (original) มีหมู่ Functional group หลักดังนี้ กลุ่มอะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอน อยู่ที่ช่วงสเปกตรัม 2955.13, 2922.20 และ 2854.08 cm^{-1} C-H Stretching alkane, 1458.08 cm^{-1} C-C Stretching aromatics, 1377.65 cm^{-1} C-H Bending alkane [6] และ 722.59 cm^{-1} C-H Bending alkene ตามลำดับ ซึ่งช่วงสเปกตรัมและกราฟจากรูปที่ 4.2 มีลักษณะที่สอดคล้องกับงานวิจัยของ Baghali G. Mathapa และ Vesselin N. Paunov [14] ส่วนตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่กลั่นได้นั้น หลังจากการทดสอบพบว่ากราฟสเปกตรัมมีช่วงสเปกตรัมที่ใกล้เคียงกับกราฟสเปกตรัมของตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอน (Original) จึงสรุปได้ว่าตัวทำละลายที่กลั่นได้นั้น มีลักษณะทางกายภาพใกล้เคียงตัวทำละลาย Original



รูปที่ 4.2 กราฟแสดงสเปกตรัม Function group ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ (a) คือ ตัวละลาย HC Solvent original, (b) คือ ตัวละลายที่กลั่นได้ ที่ 140 °C, (c) คือ ตัวละลายที่กลั่นได้ ที่ 150 °C, (d) คือ ตัวละลายที่กลั่นได้ ที่ 160 °C และ (e) คือ ตัวละลายที่กลั่นได้ ที่ 170 °C

4.1.4 ผลการทดสอบสมบัติทางเคมีด้วย Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS)

ในกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศ ชุดที่ 1 ได้ทำการทดสอบสมบัติทางเคมีซึ่งได้ผลการทดสอบดังนี้



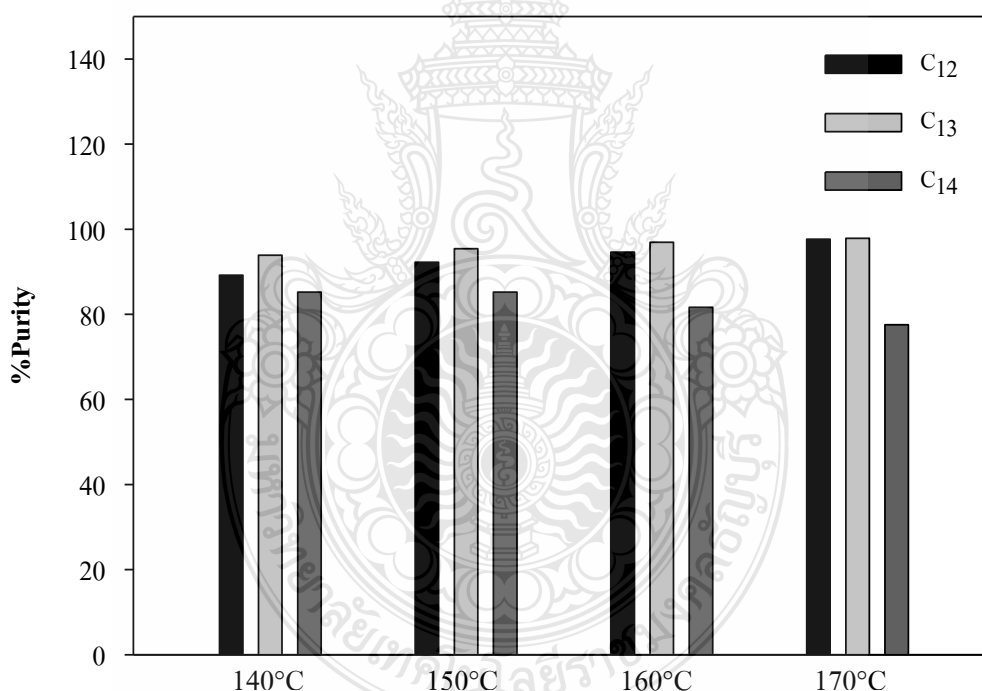
รูปที่ 4.3 Chromatogram ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ (a) คือ ตัวละลาย HC Solvent original, (b) คือ กลั่นที่ 170 °C, (c) คือ กลั่นที่ 160 °C, (d) คือ กลั่นที่ 150 °C และ (e) คือ กลั่นที่ 140 °C

ตารางที่ 4.2 ตารางแสดงค่า Carbon atom content (%) ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ในชุดที่ 1

ตัวทำละลาย	%Carbon atom content (%)		
	C ₁₂	C ₁₃	C ₁₄
EXXSOL D80	29.4	23.95	25.04
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (140 °C)	26.22	22.06	19.41
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (150 °C)	27.12	22.42	20.44
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (160 °C)	27.81	22.78	21.34
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (170 °C)	28.71	23	21.34

ตารางที่ 4.3 ตารางแสดงค่า %Purity (%) ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ในชุดที่ 1

ตัวทำละลาย	%Purity (%)		
	C ₁₂	C ₁₃	C ₁₄
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (140 °C)	89.18	93.87	85.22
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (150 °C)	92.25	95.40	85.22
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (160 °C)	94.59	96.94	81.63
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (170 °C)	97.65	97.87	77.52



รูปที่ 4.4 กราฟแสดงเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของ C₁₂, C₁₃ และ C₁₄ ในแต่ละสถานะอุณหภูมิ

จากการทดสอบสมบัติทางเคมีพบว่า Chromatogram ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ เมื่อนำมาเทียบกับ Chromatogram ของตัวทำละลาย Original พบว่ามีลักษณะที่ใกล้เคียงกัน แต่ %Carbon content ของ C₁₂, C₁₃ และ C₁₄ มีแนวโน้มลดลงตามอุณหภูมิที่ลดลง ดังแสดงในตารางที่ 4.1 เนื่องจาก C₁₂, C₁₃ และ C₁₄ เป็นสารที่มีน้ำหนักโมเลกุลที่มาก เมื่อใช้อุณหภูมิในกระบวนการกลั่นต่ำ

ตัวทำละลายเกิดการแตกตัวกลายเป็นไอระเหยได้น้อย และส่งผลให้ความดันไอลดต่ำลง จึงทำให้ไม่สามารถกลั่นสารที่มีน้ำหนักโมเลกุลมากภายใต้อุณหภูมิต่ำ อีกทั้งยังส่งผลต่อ %Purity ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ ดังแสดงในตารางที่ 4.2 พบว่า ค่าความบริสุทธิ์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิในการกลั่นที่เพิ่มขึ้น [5,6]

4.1.5 การคำนวณหาจุดคุ้มทุนของการนำตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่านการใช้งานแล้วเข้าสู่กระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสูญญากาศ

จุดคุ้มทุนของการกลั่นตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่านการใช้งานแล้วด้วยกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสูญญากาศ ชุดที่ 1 มีดังนี้

ในส่วนของ การคำนวณหาจุดคุ้มทุนนั้นจะนำเอาร้อยละผลผลิตที่ได้จากกระบวนการกลั่นมาคำนวณกับตัวทำละลายที่ใช้งานภายใน 1 ปี คือ 64000 ลิตร จากนั้นจึงนำปริมาณตัวทำละลายที่สามารถกลั่นได้มาคำนวณปริมาณต้นทุนที่สามารถลดลงได้

-ราคาที่ใช้ในการกำจัดที่ลดลงต่อปี

$$= (\text{ปริมาณสารที่กลั่นได้} \times \text{งบประมาณในการส่งกำจัดต่อปี}) / \text{ตัวทำละลายทั้งหมดต่อปี}$$

-ต้นทุนในการจัดซื้อที่ลดลงต่อปี

$$= (\text{ปริมาณสารที่กลั่นได้} \times \text{งบประมาณในการจัดซื้อต่อปี}) / \text{ตัวทำละลายทั้งหมดต่อปี}$$

ตารางที่ 4.4 ตารางเปรียบเทียบต้นทุนที่คาดว่าจะลดลงหลังผ่านกระบวนการกลั่น ชุดที่ 1

รายละเอียด	กลั่นที่ 140 °C 13 kPa (19.24 %)	กลั่นที่ 150 °C 13 kPa (34.63 %)	กลั่นที่ 160 °C 13 kPa (41.47 %)	กลั่นที่ 170 °C 13 kPa (51.05 %)
ตัวทำละลายถูกใช้งาน (ลิตรต่อปี)	64,000	64,000	64,000	64,000
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (ลิตรต่อปี)	12,313.6	22,163.2	26,540.8	32,672
ลดต้นทุนในการจัดซื้อตัวทำละลายใหม่ (บาท)	253,500	448,500	526,500	643,500
ลดต้นทุนในการส่งกำจัดตัวทำละลายที่ใช้งานแล้ว (บาท)	32,500	57,500	67,500	82,500




ปริมาณต้นทุนที่ลดลงรวม (บาท)	256,750	506,000	594,000	726,000
------------------------------	---------	---------	---------	---------

จากตารางที่ 4.4 พบว่า กระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสูญญากาศเพื่อนำเอาตัวทำละลายที่ผ่านการใช้งานแล้วกลับมาใช้ใหม่นั้น สามารถที่จะลดต้นทุนทั้งในการจัดซื้อและการส่งกำจัดได้ โดยที่สภาวะการกลั่นที่ 170 °C 13 kPa ซึ่งได้ผลผลิตจากกระบวนการกลั่น 51.05% หากนำมาใช้ในกลั่นตัวทำละลายที่ผ่านการใช้งานแล้ว จะส่งผลให้ลดต้นทุนในการจัดซื้อตัวทำละลายใหม่ได้ถึง 643,500 บาท และลดต้นทุนในการส่งตัวทำละลายที่ผ่านการใช้งานแล้วนำไปกำจัด 82,500 บาท รวมทั้งสิ้น 726,000 บาท ซึ่งสภาวะดังกล่าวเป็นสภาวะที่สามารถลดต้นทุนได้มากที่สุด ซึ่งเหมาะสมแก่การถูกเลือกมาใช้ในกระบวนการกลั่นเพื่อนำตัวทำละลายที่ผ่านการใช้งานแล้วนำกลับมาใช้ใหม่

4.2 ผลของความดันต่อประสิทธิภาพการกลั่นตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่านการใช้งานแล้ว

4.2.1 ลักษณะทางกายภาพของสารละลาย

ตารางที่ 4.5 ตารางแสดงลักษณะทางกายภาพของตัวทำละลายที่กลั่นได้ในชุดที่ 2

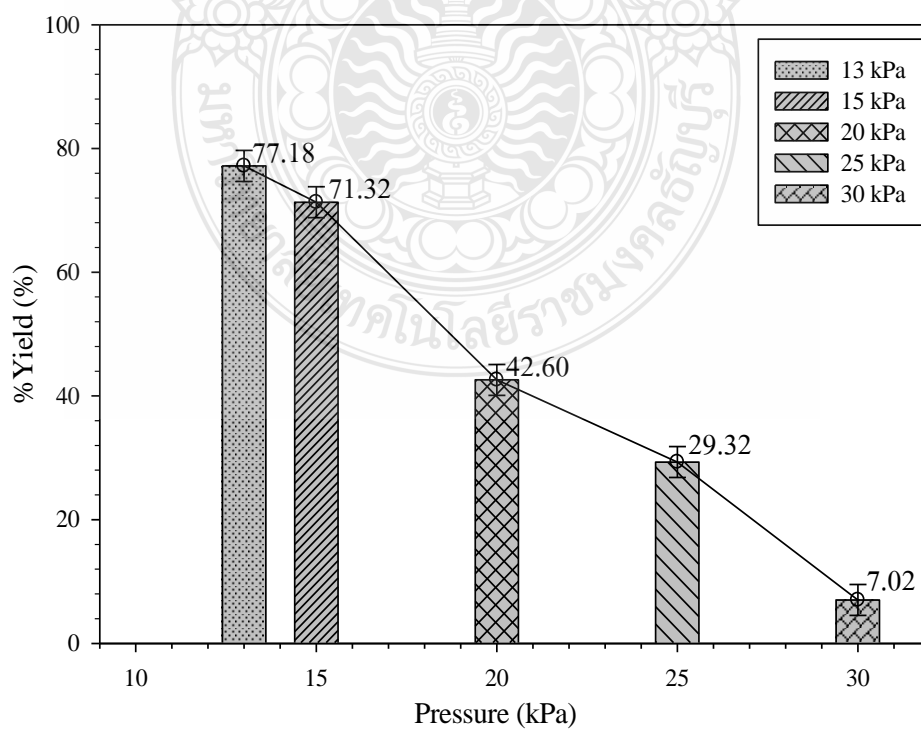
ลำดับที่	ตัวทำละลายที่กลั่นได้	สภาวะในการกลั่น
1		170 °C 13 kPa
2		170 °C 15 kPa
3		170 °C 20 kPa

ตารางที่ 4.5 ตารางแสดงลักษณะทางกายภาพของตัวทำละลายที่กลั่นได้ในชุดที่ 2 (ต่อ)

ลำดับที่	ตัวทำละลายที่กลั่นได้	สถานะในการกลั่น
4		170 °C 25 kPa
5		170 °C 30 kPa

4.2.2 ผลผลิตที่ได้จากกระบวนการกลั่น (%Yield)

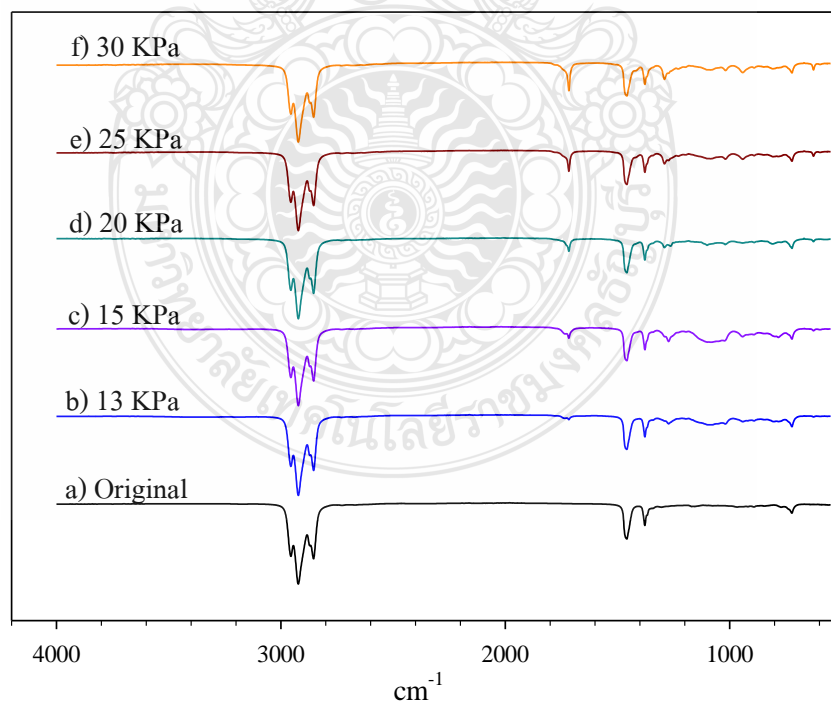
ในกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสูญญากาศ ชุดที่ 2 มีสภาวะในการกลั่น คือ อุณหภูมิ : 170°C ภายใต้ความดัน 13, 15, 20, 25 และ 30 kPa ซึ่งได้ผลผลิตจากกระบวนการดังนี้



รูปที่ 4.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ผลผลิตที่ได้ (%Yield) กับ อุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการ
จากกระบวนการกลั่นในชุดที่ 1 ดังรูปที่ 4.5 สภาวะอุณหภูมิ 170 °C ถูกเลือกมาศึกษาต่อใน
กระบวนการกลั่น ชุดที่ 2 โดยในชุดที่ 2 นี้ จะทำการศึกษาผลกระทบของความดันที่มีผลต่อ
กระบวนการกลั่นตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่านการใช้งานแล้วภายใต้สภาวะสุญญากาศ จาก
การทดลองพบว่า ผลผลิตที่ได้จากกระบวนการมีแนวโน้มลดลงเมื่อความดันเพิ่มสูงขึ้น ซึ่ง
สอดคล้องกับความสัมพันธ์ระหว่างความดันและจุดเดือดของสาร กล่าวคือ เมื่อความดันลดต่ำลง
จะส่งผลให้ความหนาแน่นของไอนั้นจะลดต่ำลง ดังนั้นจะทำให้ความเร็วในการเคลื่อนที่ของไอจะ
เพิ่มสูงขึ้นตาม อีกทั้งยังส่งผลให้สามารถลดเวลาในกระบวนการกลั่นลงได้อีกด้วย [4,16]

4.2.2 ผลการทดสอบสมบัติทางกายภาพด้วย Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

ในกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศ ชุดที่ 2 ได้ทำการทดสอบสมบัติทางกายภาพ
ซึ่งได้ผลการทดสอบดังนี้



รูปที่ 4.6 กราฟแสดงสเปกตรัม Function group ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ a) คือ ตัวละลาย HC solvent original, b) คือ กลั่นที่ 13 kPa, c) คือ กลั่นที่ 15 kPa, d) คือ กลั่นที่ 20 kPa, e) คือ กลั่นที่ 25 kPa และ f) คือ กลั่นที่ 30 kPa

จากการทดสอบสมบัติทางกายภาพด้วย FT-IR Spectroscopy ดังรูปที่ 4.6 พบว่า ตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอน (original) มีหมู่ functional group หลักดังนี้ กลุ่มอะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอน อยู่ที่ช่วงสเปกตรัม 2955.13, 2922.20 และ 2854.08 cm^{-1} C-H stretching alkane, 1458.08 cm^{-1} C-C stretching aromatics, 1377.65 cm^{-1} C-H bending alkane [6] และ 722.59 cm^{-1} C-H bending alkene ตามลำดับ ซึ่งช่วงสเปกตรัมและกราฟจากรูปที่ 4.6 มีลักษณะที่สอดคล้องกับงานวิจัยของ Baghali G. Mathapa และ Vesselin N. Paunov [14] แต่จากกราฟดังกล่าวพบว่า มีช่วงสเปกตรัมที่ 1710.53 cm^{-1} ซึ่งเป็นช่วงสเปกตรัมของ C=O stretching of carbonyl ซึ่งสอดคล้องกับตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนดังกล่าวถูกนำไปใช้ในการล้างเครื่องของกระบวนการผลิตซิลิโคนประเภท acetoxysilicone นั้นเป็นซิลิโคนอีลาสโตเมอร์ประเภทหนึ่งองค์ประกอบ โดยจะมีสาร Acetic acid โดยมีสูตรโครงสร้างคือ $-\text{COOH}$ ซึ่งจะมีหมู่ Carbonyl group อยู่ในโครงสร้าง

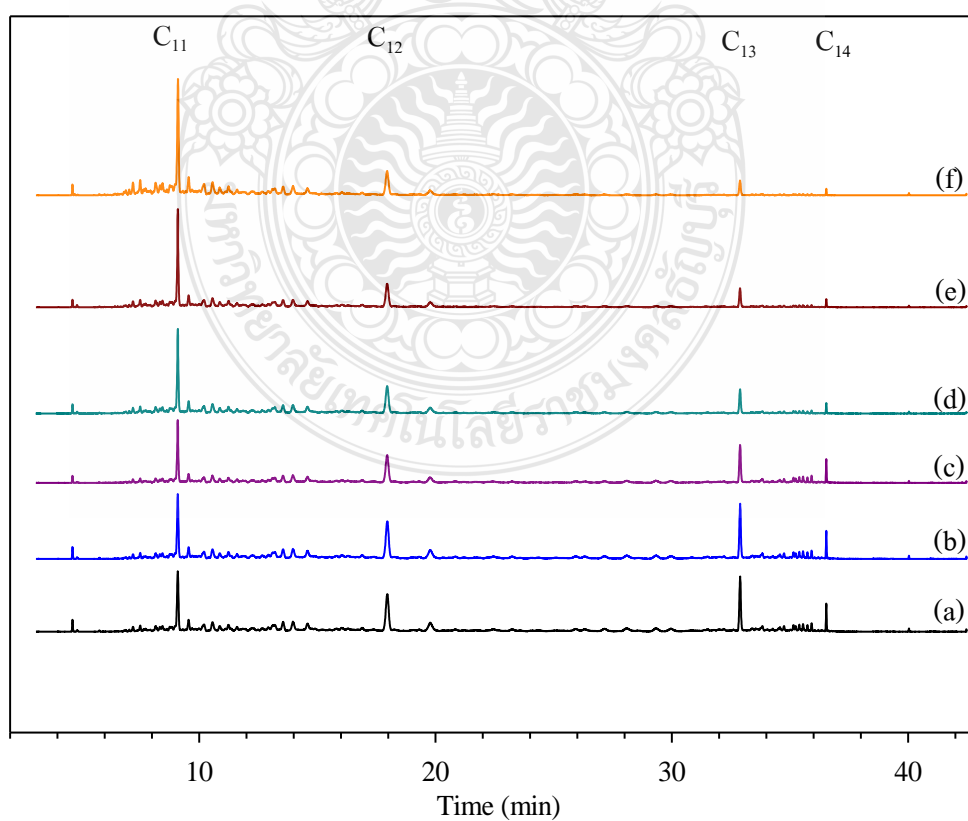
4.2.3 ผลการทดสอบสมบัติทางเคมีด้วย Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS)

ในกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศ ชุดที่ 2 ได้ทำการทดสอบสมบัติทางเคมีซึ่งได้ผลการทดสอบดังนี้

จากการทดสอบสมบัติทางเคมีพบว่า Chromatogram ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ เมื่อนำมาเทียบกับ Chromatogram ของตัวทำละลาย original ดังแสดงในรูปที่ 4.7 พบว่ามีลักษณะที่ใกล้เคียงกัน แต่ %Carbon content ของ C_{12} , C_{13} และ C_{14} มีแนวโน้มลดลงตามความดันในการกลั่นที่ลดลง ดังแสดงในตารางที่ 4.6 เนื่องจาก สารประกอบที่มีน้ำหนักโมเลกุลที่ไม่สูงมากจะสามารถกลั่นภายใต้ความดันในกระบวนการกลั่นต่ำได้ ส่งผลให้มีค่าความเข้มข้นของ %Carbon content ของสารโมเลกุลต่ำตัวดังกล่าวอีกด้วย ในส่วนของ %Purity ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ พบว่า ตัวทำละลายที่กลั่นภายใต้ความดันต่ำ คือ 13 kPa ส่งผลให้ %Purity สูงที่สุด ดังรูปที่ 4.8 และมีแนวโน้มลดลงตามความดันที่ใช้ในการกลั่นเพิ่มขึ้น ดังแสดงในตารางที่ 4.7 เนื่องจากความดันสูงที่ใช้ภายในระบบจะส่งผลกับความหนาแน่นของไอระเหย ทำให้สารที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงเช่น C_{13} และ C_{14} จะเกิดการเปลี่ยนแปลงจากของเหลวไปเป็นไอระเหยได้ยากกว่าสารที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำเช่น C_{12} [5,6]

ตารางที่ 4.6 ตารางแสดงค่า Carbon atom content (%) ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ในชุดที่ 2

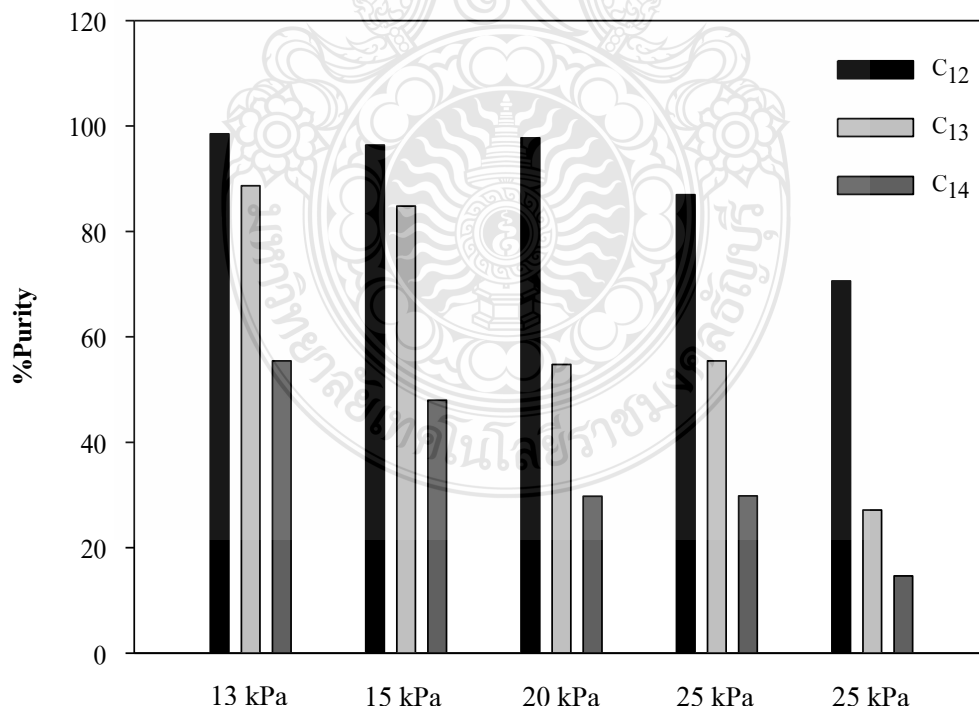
ตัวทำละลาย	%Carbon atom content (%)		
	C ₁₂	C ₁₃	C ₁₄
EXXSOL D80	35.46	30.52	10.86
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (13 kPa)	34.93	27.06	6.02
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (15 kPa)	34.18	25.88	5.21
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (20 kPa)	34.66	16.71	3.23
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (25 kPa)	30.84	16.92	3.24
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (30 kPa)	25.03	8.28	1.59



รูปที่ 4.7 Chromatogram ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ (a) คือ ตัวละลาย HC solvent original, (b) คือ กลั่นที่ 13 kPa, (c) คือ กลั่นที่ 15 kPa, (d) คือ กลั่นที่ 20 kPa, (e) คือ กลั่นที่ 25 kPa และ (f) คือ กลั่นที่ 30 kPa

ตารางที่ 4.7 ตารางแสดงค่า %Purity (%) ของตัวทำละลายที่กลั่นได้ในชุดที่ 2

ตัวทำละลาย	%Purity (%)		
	C ₁₂	C ₁₃	C ₁₄
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (13 kPa)	98.51	88.66	55.43
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (15 kPa)	96.39	84.80	47.97
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (20 kPa)	97.74	54.75	29.74
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (25 kPa)	86.97	55.44	29.83
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (30 kPa)	70.59	27.13	14.64



รูปที่ 4.8 กราฟแสดงเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของ C₁₂, C₁₃ และ C₁₄ ในแต่ละสภาวะความดัน

4.2.4 การคำนวณหาจุดคุ้มทุนของการนำตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่านการใช้งานแล้วเข้าสู่กระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสูญญากาศ

จุดคุ้มทุนของการกลั่นตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่านการใช้งานแล้วด้วยกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสูญญากาศ ชุดที่ 2 มีดังนี้

ในส่วนของการคำนวณหาจุดคุ้มทุนนั้นจะนำเอาร้อยละผลผลิตที่ได้จากกระบวนการกลั่นมาคำนวณกับตัวทำละลายที่ใช้งานภายใน 1 ปี คือ 64000 ลิตร จากนั้นจึงนำปริมาณตัวทำละลายที่สามารถกลั่นได้มาคำนวณปริมาณต้นทุนที่สามารถลดลงได้

-ราคาที่ใช้ในการกำจัดที่ลดลงต่อปี

$$= (\text{ปริมาณสารที่กลั่นได้} \times \text{งบประมาณในการส่งกำจัดต่อปี}) / \text{ตัวทำละลายทั้งหมดต่อปี}$$

-ต้นทุนในการจัดซื้อที่ลดลงต่อปี

$$= (\text{ปริมาณสารที่กลั่นได้} \times \text{งบประมาณในการจัดซื้อต่อปี}) / \text{ตัวทำละลายทั้งหมดต่อปี}$$

ตารางที่ 4.8 ตารางเปรียบเทียบต้นทุนที่คาดว่าจะลดลงหลังผ่านกระบวนการกลั่น ชุดที่ 2

	กลั่นที่ 170 °C 13 kPa (77.18 %)	กลั่นที่ 170 °C 15 kPa (71.32 %)	กลั่นที่ 170 °C 20 kPa (42.60 %)	กลั่นที่ 170 °C 25 kPa (29.32 %)	กลั่นที่ 170 °C 30 kPa (7.02 %)
รายละเอียด					
ตัวทำละลายถูกใช้งาน (ลิตรต่อปี)	64,000	64,000	64,000	64,000	64,000
ตัวทำละลายที่กลั่นได้ (ลิตรต่อปี)	49,395.2	45,644.8	27,264	18,764.8	4,492.8
ลดต้นทุนในการจัดซื้อตัว ทำละลายใหม่ (บาท)	959,400	889,200	526,500	370,500	85,800
ลดต้นทุนในการส่งกำจัด ตัวทำละลายที่ใช้งานแล้ว (บาท)	123,250	114,000	67,500	47,500	11,250

รวม (บาท)	1,082,650	1,003,200	594,000	418,000	97,050
-----------	-----------	-----------	---------	---------	--------

จากตารางที่ 4.8 พบว่า กระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสูญญากาศเพื่อนำเอาตัวทำละลายที่ผ่านการใช้งานแล้วกลับมาใช้ใหม่นั้น สามารถที่จะลดต้นทุนทั้งในการจัดซื้อและการส่งกำจัดได้ โดยที่สภาวะการกลั่นที่ 170 °C 13 kPa ซึ่งได้ผลผลิตจากกระบวนการกลั่น 77.18% หากนำมาใช้ใน กลั่นตัวทำละลายที่ผ่านการใช้งานแล้ว จะส่งผลให้ลดต้นทุนในการจัดซื้อตัวทำละลายใหม่ได้ถึง 959,400 บาท และลดต้นทุนในการส่งตัวทำละลายที่ผ่านการใช้งานแล้วนำไปกำจัด 123,250 บาท รวมทั้งสิ้น 1,082,650 บาท ซึ่งสภาวะดังกล่าวเป็นสภาวะที่สามารถลดต้นทุนได้มากที่สุด ซึ่งเหมาะสมแก่การถูกเลือกมาใช้ในกระบวนการกลั่นเพื่อนำตัวทำละลายที่ผ่านการใช้งานแล้วนำกลับมาใช้ใหม่



บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

จากการทดลองกระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสูญญากาศของตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอน ที่ผ่านการใช้งานแล้วเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสม มีข้อสรุปผลการทดสอบดังต่อไปนี้

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิและความดันที่มีผลต่อกระบวนการกลั่นตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่านการใช้งานแล้วภายใต้สภาวะสูญญากาศ ที่อุณหภูมิ 140, 150, 160 และ 170 °C ความดัน 13, 15, 20, 25 และ 30 kPa เป็นเวลา 5 ชั่วโมง โดยแบ่งการทดลองออกเป็น 2 ชุด ดังนี้

- การทดลองในชุดที่ 1 เป็นการศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิที่ส่งผลต่อกระบวนการกลั่น โดยทำการทดลองกลั่นที่ 140, 150, 160 และ 170 °C ที่ความดัน 13 kPa ผลผลิตที่ได้ และความบริสุทธิ์ มีแนวโน้มลดลง เมื่ออุณหภูมิในการกลั่นเพิ่มขึ้น โดยที่อุณหภูมิ 170 °C ความดัน 13 kPa ให้ผลผลิตที่สูงที่สุด คือ 51.05 % มีความบริสุทธิ์ของ C_{12} , C_{13} และ C_{14} สูงสุด คือ 97.65, 97.87 และ 77.52 % ตามลำดับ และสมบัติทางกายภาพที่ทดสอบด้วย FT-IR Spectroscopy พบว่า มี Spectrum ที่ใกล้เคียงกันกับตัวทำละลาย Original อีกทั้งยังสามารถลดต้นทุนในการจัดซื้อและส่งกำจัดได้ถึง 726,000 บาท

- การทดลองในชุดที่ 2 เป็นการศึกษาผลกระทบของความดันที่ส่งผลต่อกระบวนการกลั่น โดยทำการทดลองกลั่นที่ 170 °C ที่ความดัน 13, 15, 20, 25 และ 30 kPa โดยในการทดลองนี้จะเพิ่ม Cold trap มาใช้ในกระบวนการกลั่น เป็น Double trap condition ผลผลิตที่ได้ และความบริสุทธิ์ มีแนวโน้มลดลง เมื่อความดันในการกลั่นเพิ่มขึ้น โดยที่อุณหภูมิ 170 °C ความดัน 13 kPa ให้ผลผลิตที่สูงที่สุด คือ 77.18 % มีความบริสุทธิ์ของ C_{12} , C_{13} และ C_{14} สูงสุด คือ 98.51, 88.66 และ 55.43 % ตามลำดับ และสมบัติทางกายภาพที่ทดสอบด้วย FT-IR spectroscopy พบว่า มี Spectrum ที่ใกล้เคียงกันกับตัวทำละลาย Original และสามารถลดต้นทุนในการจัดซื้อและส่งกำจัดได้ถึง 1,082,650 บาท

ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่ากระบวนการกลั่นภายใต้สภาวะสุญญากาศสามารถนำไปเลือกใช้
กลั่นตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่านการใช้งานแล้วได้ โดยสภาวะที่เหมาะสมในกระบวนการ
กลั่น คือ 170 °C ความดัน 13 kPa

5.2 ข้อเสนอแนะ

กระบวนการกลั่นตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ผ่านการใช้งานแล้วภายใต้สภาวะ
สุญญากาศนั้นมีความเสี่ยงต่อการเกิดอันตรายจากกระบวนการ ซึ่งผู้ที่สนใจในกระบวนการกลั่น
จะต้องคำนวณอุณหภูมิและความดันที่จะใช้ภายในกระบวนการกลั่น เพื่อป้องกันสภาวะในการกลั่น
ที่รุนแรงมากเกินไป

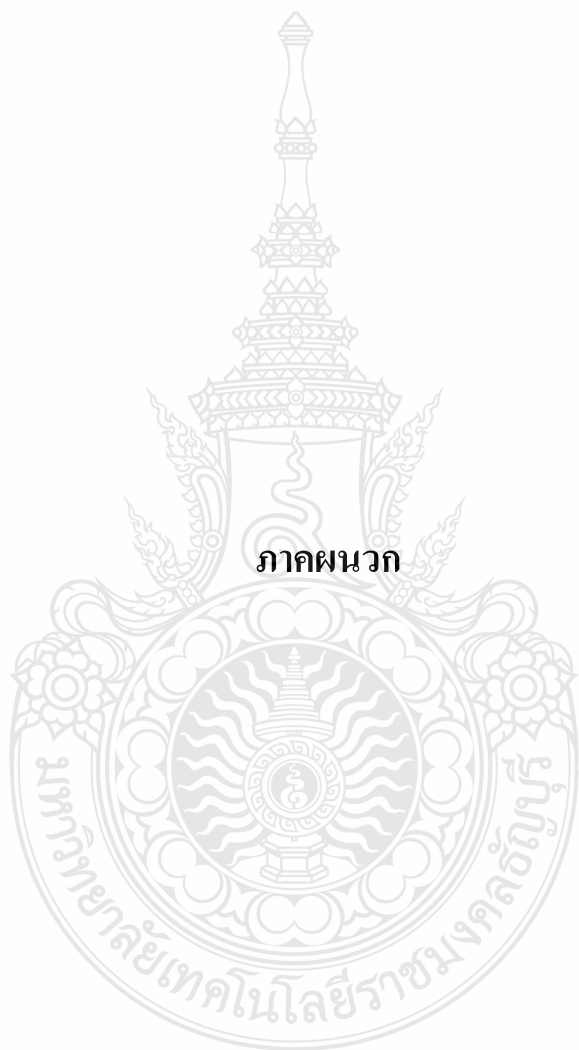


บรรณานุกรม

- [1] Business Overview. *ESSO Annual Report 2015*. (2015) 16.
- [2] Waste Tender 2017. *Quotation of waste tender, (S.Kanok Environmental Management Co.,LTD)*. (2017).
- [3] Simonet Torres, Gabriel Acien, Francisco Garcia and Rodrigo Navia. Direct transesterification of microalgae biomass and biodiesel refining with vacuum distillation. *Algal Research* 28. (2017) 30-38.
- [4] อภิวัฒน์ ทูลไทสง, อธิป เหลืองไฟโรจน์ และ ขนิษฐา คำวิลัยศักดิ์. การศึกษาความเป็นไปได้ในการนำสารละลาย N-Methyl Pyrrolidone และ Acetone กลับมาใช้ใหม่. *งานประชุมวิชาการมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ 5*. (2013) 58-62.
- [5] Muna Mahmood Khudhair, Tagreed Mahdi Hameed and Hader Abid Alameer. Using Vacuum Distillation Technique to Treat Waste Lubricating Oil and Evaluation its Efficiency by Chromatographic Methods. *Journal of Al-Nahrain University Vol.20(2)*. (2013) 17-24.
- [6] Hyungseok Nam, Julius Choi and Sergio C. Capareda. Comparative study of vacuum and fractional distillation using pyrolytic microalgae (*Nannochloropsis oculata*) bio oil. *Algal Research* 17. (2016) 87-96.
- [7] Anna Iakovlieva, Segrii Boichenko, Kazimierz Lejda, Oksana Vovk and Iryna Shkiniuk. Vacuum Distillation of Rapeseed Oil Esters for Production of Jet Fuel Bio-Additives. *Procedia Engineering* 187. (2017) 363-370.
- [8] ราไพ สิริมนกุล. 2554. เคมีอินทรีย์ 1. พิมพ์ครั้งที่ 16. กรุงเทพฯ : สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยรามคำแหง.
- [9] iEnergyGuru. กระบวนการกลั่น. [ออนไลน์] เข้าถึงได้จาก: <https://ienergyguru.com/2015/09/distillation-การกลั่น/> (1 มิถุนายน 2561).
- [10] กรมพัฒนาพลังงานทดแทนและอนุรักษ์พลังงาน กระทรวงพลังงาน. 2004. *ตอนที่ 4 บทที่ 4 การอนุรักษ์พลังงานในระบบอื่นๆ. ดำராฝึกอบรมผู้รับผิดชอบด้านพลังงาน(ผชพ) ด้านความร้อน.*

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [11] กนกภรณ์. 2556. การทดสอบด้านเคมี. [ออนไลน์] เข้าถึงได้จาก:<http://science.kmutt.ac.th/sic/index.php/chemistry/> (18 พฤษภาคม 2561).
- [12] แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. 2534. Principles and Techniques of Instrumental Analysis. กรุงเทพฯ : โรงพิมพ์ชวนพิมพ์, (2534) 811-812.
- [13] แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. 2534. Principles and Techniques of Instrumental Analysis. กรุงเทพฯ : โรงพิมพ์ชวนพิมพ์, (2534) 686-688.
- [14] Baghali G. Mathapa and Vesselin N. Paunov. Self-assembly of cyclodextrin-oil inclusion complexes at the oil-water interface: a route to surfactant-free emulsions. *Journal of Materials Chemistry A, I.* (2013) 10836-10846.
- [15] FA Howard and NE Loomis, "Advantages of vacuum distillation," *Oil and Gas Journal*, vol. 100(35), pp. 132-133, Jan. 2002.
- [16] Gary R. Martin and Jason M. Nigg, "Vacuum Unit Pressure Control: Impact on Refinery Profitability," *Petroleum Technology Quarterly*, vol. 6, Summer 2001.
- [17] กาญจนา บุญเกียรติ. 2558. การคำนวณพื้นฐานทางวิศวกรรมเคมี. ครั้งที่ 8. กรุงเทพฯ : บางขุนเทียน, (2558) 89-95.
- [18] John. June 2018. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) Principle. [ออนไลน์] เข้าถึงได้จาก: <https://instrumentationforum.com/t/fourier-transform-infrared-spectroscopy-ftir-principle/4980/> (4 มกราคม 2562).
- [19] Dr. Jessica Torres. Gas Chromatography. [ออนไลน์] เข้าถึงได้จาก:<https://bitesizebio.com/28687/carrying-gas-chromatography/> (4 มกราคม 2562).
- [20] Anthony Melvin Crasto. Organic Spectroscopy International. [ออนไลน์] เข้าถึงได้จาก: <https://orgspectroscopyint.blogspot.com/2014/11/gas-chromatography-mass-spectrometry-gc.html/> (4 มกราคม 2562).
- [21] วิชัย ธรานนท์. 2559. เคมีเชิงฟิสิกส์ 1. ครั้งที่ 14. กรุงเทพฯ : สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยรามคำแหง, (2559) 85-87.



ภาคผนวก



Proceedings

STEMa 2018

International Conference on Science
and Technology of Emerging Materials

July 18-20, 2018 Pattaya, Thailand

<http://www.nano.kmitl.ac.th/stema2018>

**International Conference on Science and Technology of Emerging Materials
(STEMa2018)**

July 18-20, 2018

Holiday Inn, Pattaya, Thailand

Chairman:

Assoc.Prof.Dr. Wisanu Pecharapa College of Nanotechnology, KMITL

International Advisory Board:

Prof.Dr. Keiichi N. Ishihara	Kyoto University, Japan
Prof.Dr. Hidenori Mimura	Shizuoka University, Japan
Prof.Dr. Yasuhino Hayakawa	Shizuoka University, Japan
Prof.Dr. Young Jae Song	Sungkyunkwan Univeristy, South Korea
Prof.Dr. David P. Cann	Oregon State University, USA
Prof.Dr. Masayoshi Fuji	Nagoya Institute of Technology, Japan
Prof. Dr. C.K. Jayasankar	Sri Venkateswara University, India
Prof. Dr. Mitra Djama	Institute of Technology Bandung, Indonesia
Prof.Dr. Jürgen Rühle	University of Freiburg – IMTEK, Germany
Assoc.Prof.Dr. Rizalinda de Leon	University of the Philippines, Philippines
Assoc. Prof. Dr. Volodymyr Gnatyuk	National Academy of Science of Ukraine, Ukraine
Assoc. Prof. Dr. Takao Yasui	Nagoya University, Japan
Docent Dr. Sorin G. Paraoanu	Aalto University, Finland
Dr. Taras Kolodiazhnyi	National Institute for Materials Science, Japan
Dr. Kateryna Zelenska	Taras Shevchenko National University of Kyiv, Ukraine
Dr. Ken Albrecht	Tokyo Institute of Technology, Japan
Dr. Vijayan Manickam Achari	University of Malaya, Malaysia

Local Advisory Board:

Assoc.Prof.Dr. Kitti Tirasesth	College of Nanotechnology, KMITL
Prof.Dr. Jiti Nukeaw	College of Nanotechnology, KMITL

Local Organizing Committee:

Asst.Prof.Dr. Anuchit Jaruvanawat	College of Nanotechnology, KMITL
Assoc.Prof.Dr. Kanokporn Sompornpailin	College of Nanotechnology, KMITL
Asst.Prof.Dr. Pitiporn Thanomngam	College of Nanotechnology, KMITL
Asst.Prof.Dr. Benchapol Tunhoo	College of Nanotechnology, KMITL
Asst.Prof.Dr. Thutiyaporn Thiawong	College of Nanotechnology, KMITL
Asst.Prof.Dr. Sutee Chutipajit	College of Nanotechnology, KMITL
Asst.Prof.Dr. Kanoknan Phachcrak	College of Nanotechnology, KMITL
Asst.Prof.Dr. Darince Phromyothin	College of Nanotechnology, KMITL
Asst.Prof.Dr. Winadda Wongwiriyan	College of Nanotechnology, KMITL
Asst.Prof.Dr. Apiluck Eiad-Ua	College of Nanotechnology, KMITL
Assoc.Prof.Dr. Wanwilai Vittayakorn	College of Nanotechnology, KMITL
Asst.Prof.Dr. Korakot Onlaor	College of Nanotechnology, KMITL
Asst.Prof.Dr. Wanichaya Mekprasart	College of Nanotechnology, KMITL
Asst.Prof.Dr. Tosapol Maluangnont	College of Nanotechnology, KMITL
Asst.Prof.Dr. Navaphun Kayunkid	College of Nanotechnology, KMITL
Dr. Adirek Rangkasikom	College of Nanotechnology, KMITL
Dr. Mayuree Phonyiem	College of Nanotechnology, KMITL
Dr. Kittiphong Amnuyswat	College of Nanotechnology, KMITL
Dr. Kanokthip Boonyarattanakalin	College of Nanotechnology, KMITL
Asst.Prof.Dr. Nongluck Houngkamhang	College of Nanotechnology, KMITL
Dr. Khattiya Chalapat	College of Nanotechnology, KMITL

Dr. Supamas Wirunchit	College of Nanotechnology, KMITL
Dr. Sakon Rahong	College of Nanotechnology, KMITL
Assoc.Prof.Dr. Mongkol Mongkolwongroj	College of Advanced Manufacturing Innovation, KMITL
Asst.Prof.Dr. Rachsak Sakdanuphab	College of Advanced Manufacturing Innovation, KMITL
Asst.Prof.Dr. Vilailuck Siriwongrungson	College of Advanced Manufacturing Innovation, KMITL
Asst.Prof.Dr. Worawut Makcharoen	College of Advanced Manufacturing Innovation, KMITL
Dr. Kamol Wasapinyokul	College of Advanced Manufacturing Innovation, KMITL



Overview:

International Conference on Science and Technology of Emerging Materials (STEMa2018) will be held at Holiday Inn, Pattaya, Thailand, during July 18-20, 2018. The STEMa2018 conference is organized by College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL). The conference will focus on current developing material science and engineering.

Key Topics:

- Biomaterials and Carbon-based Materials (BIO)
- Theoretical and Computational Science of Materials (CCM)
- Nanomaterial and Applications (NAM)
- Energy and Environment Materials (EEM)
- Sensors, Sensing Materials and Related Devices (SSM)
- Materials for Health Science (MHS)
- Optical and Electronic Materials (OEM)
- Metal Alloys and Composite Materials (MAC)
- Material Process and Manufacturing (MPM)

Venue:

Holiday Inn, Pattaya, Thailand

Oral Presentation:

71

Poster Presentation:

143

Organizer:

College of Nanotechnology,
King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
1 Chalongkrung Rd., Ladkrabang, Bangkok, 10520 THAILAND
Phone: (+66)2-329-8000 ext. 3034
Fax: (+66)2-329-8265
Email: nano@kmitl.ac.th
<http://www.nano.kmitl.ac.th>

Contents

Message from the President of King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL), Professor Dr. Suchatvee Suwansawat	III
Message from the Dean of College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL), Assistant Professor Dr. Anuchit Jaruvanawat	IV
Message from the Advisory Board of College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL), Professor Dr. Jiti Nukeaw	V
Message from the conference chairman, Associate Professor Dr. Wisanu Pecharapa	VI
Conference Overview	VII

Title

Applying an Extended Gate Field Effect Transistor for Carbamate Pesticide Detection	1
Effect of Temperature on Waste Hydrocarbon Solvent Recovery Process	5
First-principles Investigations on Structural Stability of Orthorhombic SnSe under Pressure	9
Efficiency of reduced graphene oxide/cobalt sulfide (rGO/CoS) hybrid film for photocatalytic degradation	13
Mechanical property of gelatin/CMC nanofibrous scaffold fabricated by electrospinning method	17
Optimal temperature of Bacillus subtilis cellulase on breaking down carboxymethyl-cellulose biomass	21
Photodegradation of Linear Low Density Polyethylene film using cobalt (II) stearate as pro-oxidant additive	24
Fabrication of Density-Controlled Carbon Nanotube Film for Flexible Device Application	29
Study of Property Basic and Moisture Content of The Roselle Seeds per Oil Extraction Volume and Moisture Relations Analyzer for Used as Raw Material Production of Biodiesel Renewable Fuel	32

Effect of Temperature on Waste Hydrocarbon Solvent Recovery Process

Apiched Savasdipol¹, Kiyooki Ishimoto¹, Natacha Phetyim², Weraporn Pivsa-Art²,
Sommai Pivsa-Art¹ and Sumonman Niamlang^{1*}

¹ Department of Material and Metallurgical Engineering, Faculty of Engineering,

² Department of Chemical and Material Engineering, Faculty of Engineering,

* E-mail : sumonman.n@en.rmutt.ac.th

Abstract— In manufacturing, a large amounts of solvents are used and is not treated in the most economic and environmental friendly way. The important solvent is hydrocarbon solvent. Hydrocarbon waste solvents are incinerated at very high temperature around 700-1200°C. High energy costs and pollutants from incineration process are limitations. To overcome the limitations, several methods are used to remove the contamination and recycle waste solvent. The recycling of used solvent can be done by the reprocessing, reclamation and refining. The distillation is the most attractive method because of low cost and environment point of view. The aliphatic hydrocarbon, EXXSOL D80, is the important solvent for cleaning steps in silicone synthesis industry. The cost of new hydrocarbon solvent is 3,900 THB/200 L. The cost of waste management is 160,000 THB/year. The effect of vacuum distillation temperature (140, 150, 160 and 170°C) on recovery of waste hydrocarbon solvent efficiency was studied. The purity of distilled hydrocarbon was confirm by FT-IR spectrophotometer and Gas chromatography-mass spectrometer (GC-MS). The yield of distilled hydrocarbon and economic cost was calculated.

Keywords— Hydrocarbon solvent, Vacuum distillation, Recovery, Waste management, Economic evaluation

1. INTRODUCTION

Recently, chemical industries such as automotive, petroleum, plastic, electronic, chemical, rubber and silicone are important industry for daily life product. In chemical industry, hydrocarbon solvents were used for cleaning process. Thus large amounts of used hydrocarbon solvent are produced every day. In Thailand, hydrocarbon solvent consumer is 50,000 ton/year [1]. Normally used waste was treated by elimination process. Elimination process treated by burn with high temperature used waste into gas. Thus CO₂ was produced by these process.

Aliphatic hydrocarbon is the important hydrocarbon solvent for cleaning process in chemical industry. In this work, we focused on silicone production process. For one production unit, 200 L were used for cleaning process per day. The cost of aliphatic hydrocarbon is 3,900 THB/200L for purchased and cost for disposal around 160,000 THB/year [2].

In this work, the recovery of used waste aliphatic hydrocarbon by distillation was studied. There are many type of distillations such as simple distillation, vacuum distillation, fractional distillation and membrane distillation. Vacuum distillation was selected in this work because low pressure can be increase rate of evaporation and low cost for distillation process [3].

The effect of temperature on recovery purity and efficiency was investigated. The chemical and economical evaluation was interested. The suitable condition of vacuum distillation will be discuss for the new selection of used waste hydrocarbon treatment.

2. METHODOLOGY

2.1 Material

EXXSOL D80, Dearomatized Fluids, Union Petrochemical Public Company Limited was used as reference hydrocarbon solvent. Waste solvent was received from silicone production process.

2.2 Distillation Process

The residue silicone oligomer was firstly removed from wasted solvent by filter (Nylon Monofilament Mesh (NMO) was sized 80 µm). The 250 ml of filtrated waste solvent was then placed into round-bottom flask 500 ml. The round bottom flask on a heating mentle was heated. The vacuum distillation was conducted at various temperatures (140, 150, 160, 170°C) and pressure of 13 kPa by vacuum pump for 5 hours. The experiment set up schematic diagram was shown in Fig 1.

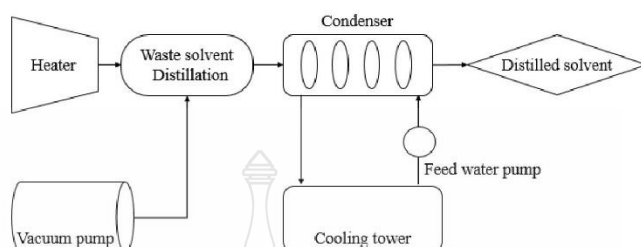


Fig.1 Schematic diagram of distillation process.

2.3 Characterization of distilled solvent.

To confirm the successful of recovery process, the functional groups of distilled solvent was characterized by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR spectroscopy, Perkin Elmer). The purity of distilled solvent was determined by Gas Chromatograph-mass spectrometer (GC-MS, GCMS-QP2020, Shimadzu). Distilled solvent of 0.05 %v/v was used. The condition of GC-MS is shown in Table 1.

Table 1 The condition of GC-MS.

Condition	Parameter
Type of column	HP-5
Column Oven Temp.	75.0 °C
Hold time (1)	0.5 min
Injection temp	250.0 °C
Final temp	280.0 °C
Hold time (2)	5.0 min
Injection mode	Split
Carrier gas	Helium (He)
Pressure	100.2 kpa
Total flow	161.5 ml/min
Column flow	1.5 ml/min
Purge flow	10.0 ml/min
Split ratio	100.0

3. RESULT AND DISCUSSION

3.1 Distilled characterization

The functional group of distilled and reference solvent was first investigated by FT-IR spectroscopy as shown in Fig.2. The important functional group of aliphatic hydrocarbon 2955.13, 2922.20 and 2854.08 cm^{-1} for C-H stretching of alkane, 1458.08 cm^{-1} for C-C stretching of aromatics, 1377.65 cm^{-1} for C-H bending of alkane and 722.59 cm^{-1} for C-H bending of alkene, respectively [4]. The distilled solvent shows the similar peak as reference. Thus the hydrocarbon solvent was successfully recovered by vacuum distillation process.

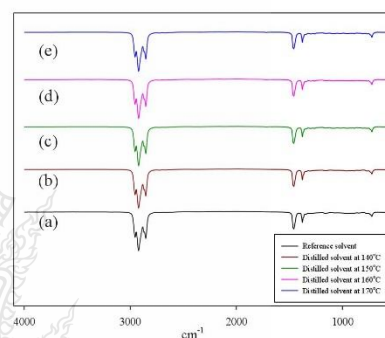


Fig.2 The functional group of (a) reference and Distilled solvent (b) at 140°C, (c) at 150°C, (d) at 160°C and (e) at 170°C.

3.2 Effect of distillation temperature on % yield of distillation.

To investigate the suitable condition for used solvent waste recovery process, the vacuum distillation process was conducted at 140, 150, 160, 170°C. The % distilled solvent was determined and shown in Fig. 3. The % yield was increased with increasing distillation temperature which corresponding to distillation theory was explained about high temperature can improve the yield and quality of substance. Generally, the maximum permissible temperature in the vaporizing furnace or heater to which the feedstock can be subjected is 350°C although temperature up to 390°C are known with suitable adjustment of residence time in the hot zone to mitigate cracking of fuel [5]. The temperature which is higher than 170°C will cause the severe condition for distillation of hydrocarbon solvent because of molecular cracking was occurred due to carbon content of this solvent less than fuel when the operation was used higher temperature than

170°C we found color of solvent was changed vapor pressure was reduced effected to the % yield was decreased and increasing in cost for treatment waste solvent after distillation and used a lot of power consumption.

When temperature were increased as a results of %yield of distillation was increased because temperature affected to increase energy for breaking the bond. So waste solvent were increased of temperature after that waste solvent was produced more vapor pressure inside apparatus under vacuum condition. The vapor pressure and temperature effected to % yield of distillation was increased with increasing of temperature [6].

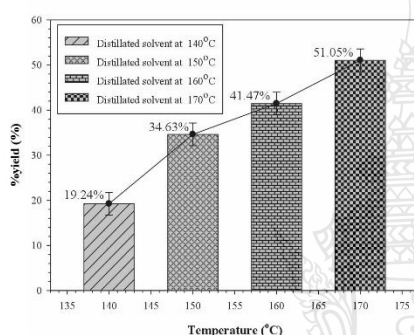


Fig.3 %yield of distilled solvent at various distillation temperature.

3.3 The purity of distilled solvent.

To determine the purity of distilled solvent, the distilled solvent was characterized by GC-MS. GC spectrum of distilled solvent was investigated and shown in Fig.4 and the %content of C₁₂, C₁₃ and C₁₄ is shown in Table 2.

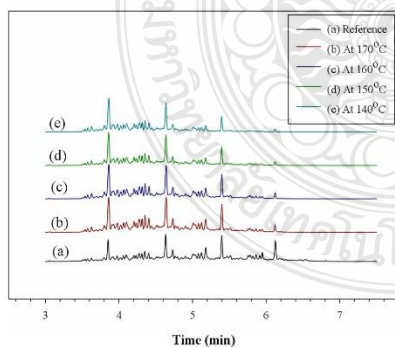


Fig.4 GC spectrum of distilled solvent.

Table 2 The %content of C₁₂, C₁₃ and C₁₄ in distilled solvent.

Solvent	%Content		
	C ₁₂	C ₁₃	C ₁₄
EXXSOL D80	29.4	23.95	25.04
Distilled Solvent(140°C)	26.22	22.06	19.41
Distilled Solvent(150°C)	27.12	22.42	20.44
Distilled Solvent(160°C)	27.81	22.78	21.34
Distilled Solvent(170°C)	28.71	23	21.34

The %content of C₁₂, C₁₃ and C₁₄ in distilled solvent in Table 2 were characterized by GC-MS. The carbon content of C₁₂, C₁₃ and C₁₄ in distilled solvent at 170°C were compared and found highest content when compared with distilled solvent at 140, 150, 160°C because when the distillation was used temperature at 170°C affected to increase energy for breaking the heavy fraction bond. So %carbon content were occurred [7].

The %purity of distilled solvent was calculated and compared with reference solvent. The purity was determined. The %purity of C₁₂ and C₁₃ was increased with increasing of distillation temperature. Whereas the %purity of C₁₄ was decreased with increasing of distillation temperature. The distillation used solvent at 170°C pressure 13 kpa was obtained %purity of C₁₂ and C₁₃ higher than distillation used solvent at 140, 150 and 160°C, respectively. The result is shown in Table 3.

Table 3 The %purity of distilled solvent.

Solvent	%Purity		
	C ₁₂	C ₁₃	C ₁₄
Distilled Solvent(140°C)	89.18	93.87	85.22
Distilled Solvent(150°C)	92.25	95.40	85.22
Distilled Solvent(160°C)	94.59	96.94	81.63
Distilled Solvent(170°C)	97.65	97.87	77.52

The %purity of distilled solvent were calculated, characterized and compared with reference solvent is shown in Table 3. The %purity of distilled solvent at 170°C was found C₁₂ and C₁₃ higher than distilled solvent at 140, 150 and 160°C, respectively. But distilled solvent at 170°C was obtained C₁₄ lowest because when increase temperature the energy was increased for breaking bond

after that some separated fraction was formed with C₁₂ and C₁₃ affected to increasing amount of C₁₂ and C₁₃ [7].

3.4 Economic evaluation of distilled solvent.

To economic evaluation of distilled solvent, the working day about 320 days/year. 200 L of hydrocarbon solvent were used for cleaning process per day. The cost of aliphatic hydrocarbon is 3,900 THB/200L for purchased and cost for disposal around 160,000 THB/year. Total of cost for purchase and treatment is 1,408,000 THB/year.

The suitable distilled solvent at 170°C was evaluated for recovery waste solvent process because 51.05% of yield was obtained to highest yield from vacuum distillation at 13 kpa 170°C. The result of GC-MS about carbon content and %purity were used for confirm distilled solvent at 170°C and highest carbon content and %purity although, %purity of C₁₄ was found lowest when compared with distilled solvent at 140, 150 and 160°C, respectively.

Total of recovery solvent per year is 33,000 L/year. Cost reduction for disposal per year is 82,500 THB/year. Total reduction of cost for purchase and disposal per year is 726,000 THB/year.

4. CONCLUSION

The suitable condition of vacuum distillation in recovery waste hydrocarbon solvent process was studied. The composition of distilled solvents were characterized by FT-IR. The distilled solvent shows the similar peak as reference. Thus the hydrocarbon solvent was successfully recovered by vacuum distillation process. The distillation temperature 170°C pressure 13 kpa was produced 51.05% of yield in recovery process and found the purity of C₁₂ and C₁₃ were obtained higher than 140, 150 and 160°C condition. The purity of C₁₂ and C₁₃ at 170°C pressure 13 kpa condition were 97.65 and 97.87%, respectively. When increase temperature the energy was increased for breaking bond after that some separated fraction was formed with C₁₂ and C₁₃ affected to increasing amount of C₁₂ and C₁₃. Thus the recovery process will be reduced amount of solvent for disposal around 33,000 L/year. The cost reduction was evaluated and the cost can be reduced 726,000 THB/year. The vacuum distillation is suitable for recovery hydrocarbon solvent process.

ACKNOWLEDGMENT

The authors are also grateful to Advanced Materials Research Group, Smart (2015) Services limited and National Science Technology and Innovation Policy Office for support this research.

REFERENCES

- [1] Business Overview. *ESSO Annual Report 2015*. (2015) 16.
- [2] Waste Tender 2017. *Quotation of waste tender, (S.Kanok Environmental Management Co.,LTD)*. (2017).
- [3] FA Howard and NE Loomis. Advantages of vacuum distillation. *Oil and Gas Journal*, 100(35). (2002) 132-133.
- [4] Baghali G. Mathapa and Vesselin N. Paunov. Self-assembly of cyclodextrin-oil inclusion complexes at the oil-water interface: a route to surfactant-free emulsions. *Journal of Materials Chemistry A, I.* (2013) 10836-10846.
- [5] James G. Speight. Distillation. *The Refinery of the Future*. (2011) 117-145.
- [6] Apiwat Tultaisong, Atip Luengpirote and Khanita Kamwilaisak. The feasibility of recovery N-Methyl-Pyrrolidone and Acetone. *RMUTP Research Journal Special Issue*, 5. (2013) 58-62.
- [7] Hyungseok Nam, Julius Choi and Sergio C. Capareda. Comparative study of vacuum and fractional distillation using pyrolytic microalgae (*Nannochloropsis oculata*) bio oil. *Algal Research* 17. (2016) 87-96.

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	นายอภิเชษ สวัสดิผล
วัน เดือน ปีเกิด	2 สิงหาคม 2537
ที่อยู่	80 หมู่ 2 ตำบลหาดอาษา อำเภอสรรพยา จังหวัดชัยนาท 17150
การศึกษา	ปริญญาตรี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สาขาวิศวกรรมพอลิเมอร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ประสบการณ์การทำงาน	เข้าร่วมโครงการ Work Integrated Learning (WiL) ปฏิบัติงาน ในโรงงานอุตสาหกรรมในด้านซิลิโคน พ.ศ. 2560 ถึงปัจจุบัน
เบอร์โทรศัพท์	085-5395184
อีเมล	apiched_s@mail.rmutt.ac.th

