คนึงนิจ ชาวงษ์ : กระบวนการร่วมของการสกัดแบบสารไหลสวนทางและการกลั่นแบบมีปฏิกิริยาเพื่อการกู้คืนและทำบริสุทธิ์กรดแลกติก (A COMBINED PROCESS OF COUNTER-CURRENT EXTRACTION AND REACTIVE DISTILLATION FOR RECOVERY AND PURIFICATION OF LACTIC ACID) อาจารย์ที่ปรึกษา : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พนารัตน์ รัตนพานี, 213 หน้า.

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษากระบวนการร่วมของการสกัดแบบสารไหลสวนทางและการกลั่นแบบมีปฏิกิริยาเพื่อการกู้คืนและทำบริสุทธิ์กรดแลกติกจากน้ำหมัก โดยการศึกษาในวิทยานิพนธ์ฉบับนี้แบ่งออกเป็น 4 ส่วน ส่วนแรกเป็นการศึกษาการสกัดกรดแลกติกด้วย 1-บิวทานอลโดยใช้คอลัมน์สกัดของเหลว-ของเหลว ชนิดบรรจุแบบสารไหลสวนทางที่อุณหภูมิห้อง ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง Sauter ($d_{32}$) ถูกนำมาใช้ในการประเมินขนาดหยดที่เกิดขึ้นในระบบการสกัดรวมทั้งมีการศึกษาสมการสหสัมพันธ์ของค่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง Sauter โดยผลการศึกษาพบว่า ค่า $d_{32}$ ลดลงเมื่อเพิ่มอัตราการไหลของเฟสกระจาย ($Q_d$) และลดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของหัวฉีด ($D_N$) ส่งผลให้สัมประสิทธิ์การถ่ายเทมวลของเฟสกระจายมีค่าเพิ่มขึ้น ส่วนการเพิ่มอัตราการไหลของเฟสต่อเนื่อง ($Q_c$) นั้นทำให้หยดมีขนาดใหญ่ขึ้นเนื่องมาจากการเชื่อมกันของหยด เป็นผลให้สัมประสิทธิ์การถ่ายเทมวลของเฟสกระจายมีค่าลดลง

การศึกษาวิจัยส่วนที่สองเป็นการสังเคราะห์อะลูมินัมแอลจิเนตและใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งในปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันของกรดแลกติกด้วย 1-บิวทานอล และศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้น โดยพบว่าอะลูมินัมแอลจิเนตมีความเป็นผลึกต่ำ พื้นผิวย่นและมีตำแหน่งที่ว่องไวกรดสูงสำหรับปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน อย่างไรก็ตามพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานี้มีความเสถียรต่ออุณหูมิต่ำ มีการศึกษาประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นต่อการทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันของกรดแลกติกและพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยามีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาสูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในเชิงพานิชย์คือแอมเบอร์ลิสต์-15 โดยเปรียบเทียบที่สภาวะการทำปฏิกิริยาเดียวกัน นอกจากนี้ยังพบว่าแบบจำลอง Langmuir-Hinshelwood สามารถอธิบายจลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยานี้ได้ดีด้วยค่าส่วนเบี่ยงเบนสัมพัทธ์เฉลี่ย (Mean relative deviation, MRD) ต่ำ

วิทยานิพนธ์ส่วนที่สามเป็นการศึกษาการทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันของกรดแลกติกด้วย 1-บิวทานอลโดยใช้อะลูมินัมแอลจิเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของนอร์มอล-บิวทิลแลกเตตกลับเป็นกรดแลกติกโดยใช้แอมเบอร์ลิสต์-15 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในคอลัมน์กลั่นแบบมีปฏิกิริยาแบบกึ่งกะ การทดลองพบว่าค่าการเปลี่ยนแปลง (Conversion) ของกรดแลกติกและ

ผลได้ (Yield) ของนอร์มอล-บิวทิลแลกเตตของปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน มีค่าเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มขึ้นของอัตราส่วนรีฟลักซ์แต่ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาไม่มีผลอย่างมีนัยสำคัญต่อค่าทั้งสองนี้ ในขณะที่การเพิ่มอัตราการไหลของสารป้อนส่งผลให้ค่าการเปลี่ยนแปลงและผลได้ลดลง ส่วนการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของนอร์มอล-บิวทิลแลกเตตนั้น ผลการทดลองพบว่าค่าการเปลี่ยนแปลงและผลได้เพิ่มขึ้นตามการเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาขณะที่อัตราการไหลของสารป้อนและอัตราส่วนรีฟลักซ์มีผลต่อค่าทั้งสองเช่นเดียวกับปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน นอกจากนี้ยังพบว่าความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์กรดแลกติกลดลงเมื่อเพิ่มความดัน เพิ่มอัตราการไหลของสารป้อนและเพิ่มอัตราส่วนรีฟลักซ์

วิทยานิพนธ์ส่วนสุดท้ายเป็นการใช้ผลการทดลองจากการดำเนินงานทั้งสามส่วนในการสร้างแบบจำลองและการประเมินทางเศรษฐศาสตร์ของกระบวนการร่วมของการสกัดแบบสารไหลสวนทางและการกลั่นแบบมีปฏิกิริยาโดยใช้ซอฟท์แวร์ Aspen HYSYS V10 และ Aspen Process Economic Analyzer โดยศึกษาและเปรียบเทียบประสิทธิภาพของการดำเนินงานกระบวนการ 2 แบบ คือแบบที่ไม่มีการกู้คืน (No-recovery) 1-บิวทานอล (กระบวนการ A) และแบบที่มีการกู้คืน (Recovery) 1-บิวทานอล (กระบวนการ B) กลับมาใช้ใหม่ในกระบวนการ ที่กำลังการผลิต 10,000 ตันต่อปีของกรดแลกติกบริสุทธิ์ 99.99 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ผลการศึกษาพบว่าการกู้คืนกรดแลกติกทั้งหมดที่ได้จากกระบวนการ A และ B เท่ากับ 91.19 และ 96.57% โดยมีต้นทุนการผลิตอยู่ที่ 1.67 และ 0.90 ดอลลาร์สหรัฐต่อกิโลกรัมของกรดแลกติก ตามลำดับ

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

สาขาวิชา วิศวกรรมเคมี ลายมือชื่อนักศึกษา คณิจ

ปีการศึกษา 2562 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา

KANUNGNIT CHAWONG : A COMBINED PROCESS OF COUNTER-CURRENT EXTRACTION AND REACTIVE DISTILLATION FOR RECOVERY AND PURIFICATION OF LACTIC ACID. THESIS ADVISOR : ASST. PROF. PANARAT RATTANAPHANEE, Ph.D., 213 PP.

LACTIC ACID/EXTRACTION/1-BUTANOL/ESTERIFICATION/HYDROLYSIS/ REACTIVE DISTILLATION

This thesis aims to study a combined process of counter-current extraction and reactive distillation for recovery and purification of lactic acid from fermentation broth. Research work in the thesis is divided into four parts. The first part is the study of extraction of lactic acid with 1-butanol at room temperature using counter-current packed liquid-liquid extraction column. Sauter mean drop diameter ($d_{32}$) was used to evaluate the mean dop size in the extraction and correlation of $d_{32}$ was investigated. The results showed that $d_{32}$ decreased with increasing dispersed phase flow rate ($Q_d$) and decreasing nozzle diameter ($D_N$), resulting in increasing dispersed phase mass transfer coefficient. An increase in continuous phase flow rate ($Q_c$) affected increasing drop size, due to the coalescence of drops, resulting in reducing dispersed phase mass transfer coefficient.

The second part is the synthesis and use of aluminum alginate as a solid catalyst for esterification of lactic acid with 1-butanol. Characteristics of the prepared catalyst were studied. It was found that aluminum alginate has low crystallinity, wrinkle surface and likely create strong Lewis acid sites for esterification. However, it was found that the prepared catalyst was of low thermal stability. Catalytic activity of aluminum alginate in esterification of lactic acid was investigated and found to be higher than the

commercial catalyst, Amberlyst-15, under the same reaction conditions. In addition, it was observed that Langmuir-Hinshelwood model was able to describe the kinetic model of this reaction with small value of mean relative deviation (MRD).

The third part of this thesis studied esterification of lactic acid with 1-butanol using aluminum alginate and hydrolysis of *n*-butyl lactate into lactic acid using Amberlyst-15 as solid catalyst in a semi-batch reactive distillation column. The results showed that lactic acid conversion and yield of *n*-butyl lactate of esterification increased with increasing reflux ratio. Catalyst loading did not have significant effect on value of both parameters while increasing the feed flow rate affects decreasing conversion and yield. For the hydrolysis of *n*-butyl lactate, the conversion and yield were found to increased with increasing catalyst loading while effect of feed flow rate and reflux ratio was similar to that in esterification. In addition, it was found that the purity of lactic acid decreased with increasing pressure, feed flow rate and reflux ratio.

In the final part, experimental data from the previous part were use to design the combined counter-current extraction and reactive distillation. The process was simulated and economically evaluated using Aspen HYSYS V10 and Aspen Process Economic Analyzer. Efficiency of two process operations with no-recovery (Process A) and recovery (Precess B) of 1-butanol was studied and compared at annual capacity of 10,000 tons/year with purity of 99.99%w/w lactic acid. The results showed that the overall recovery of lactic acid obtained from Process A and B equals to 91.19 and 96.57% with production cost at 1.67 and 0.90 USD/kg of lactic acid, respectively.

School of Chemical Engineering Student's Signature Kanungnit

Academic Year 2019 Advisor's Signature