

เงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการควบคุมกระบวนการที่รีแอกเตอร์
ในกระบวนการผลิตผงเมลามีนโดยวิธีออกแบบการทดลอง



นาย เอก ศิลาวิเศษฤทธิ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาการจัดการทางวิศวกรรม ศูนย์ระดับภูมิภาคทางวิศวกรรมระบบการผลิต
คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2548

ISBN 974-847-146-4

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

I 20002700 17 ก.ย. 2546

**SUITABLE CONDITIONS FOR REACTOR PROCESS CONTROL
IN MELAMINE COMPOUND PROCESS
BY USING DESIGN OF EXPERIMENT TOOL**

Mr. Aik Silavisesrith

**A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Engineering in Engineering Management
The Regional Centre for Manufacturing Systems Engineering**

Faculty of Engineering


Chulalongkorn University

Academic Year 2000


ISBN 974-347-146-4

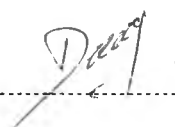
Thesis Title Suitable Conditions for Reactor Process Control in Melamine
Compound Process by Using Design of Experiment Tool
By Mr. Aik Silavisesrith
Field of Study Engineering Management
Thesis Advisor Associate Professor Damrong Thawesaengkulthai
Thesis Co-advisor Mr. Chaiwat Towichayathamrong


Accepted by the Faculty of Engineering, Chulalongkorn University in Partial
Fulfillment of the Requirements for the Master's Degree

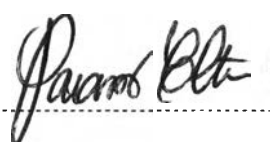

..... Dean of Faculty of Engineering
(Professor Somsak Panyakeow, Dr.Eng.)

THESIS COMMITTEE


..... Chairman
(Professor Sirichan Thongprasert, Ph.D.)


..... Thesis Advisor
(Associate Professor Damrong Thawesaengkulthai)


..... Thesis Co-advisor
(Mr. Chaiwat Towichayathamrong)


..... Member
(Assistant Professor Parames Chutima, Ph.D.)

เอก ศีลาวิเศษฤทธิ์ : เงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการควบคุมกระบวนการที่รีแอกเตอร์ใน
กระบวนการผลิตผงเมลามีน โดยวิธีออกแบบการทดลอง (SUITABLE CONDITIONS
FOR REACTOR PROCESS CONTROL IN MELAMINE COMPOUND
PROCESS BY USING DESIGN OF EXPERIMENT TOOL)

อ.ที่ปรึกษา : รศ. คำรงค์ ทวีแสงสกุลไทย, อ.ที่ปรึกษาร่วม : คุณ ชัยวัฒน์ โควิชยธำรง
112 หน้า. ISBN 974-347-146-4.

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อกำหนดเงื่อนไขที่เหมาะสมของปัจจัยต่างๆคือ สัดส่วนโดย
โมลของฟอร์มัลดีไฮด์ต่อผลิตภัณฑ์เมลามีน, ค่าความเป็นกรดเบสของผลิตภัณฑ์เมลามีน, ฟอร์มัลดีไฮด์, และน้ำ และ
ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์สำหรับกระบวนการผลิตที่รีแอกเตอร์ในกระบวนการผลิตผงเมลามีน
ซึ่งเงื่อนไขนี้เป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับการควบคุมการผลิตที่รีแอกเตอร์ เพื่อลดความผันแปรของ
ค่าเวลาการขึ้นรูปของผลิตภัณฑ์ผงเมลามีน

งานวิจัยนี้เริ่มจากการเลือกปัจจัยที่เกี่ยวข้องกับการเปลี่ยนแปลงปริมาณของโซเดียม
ไฮดรอกไซด์ที่ใช้ที่รีแอกเตอร์ ซึ่งการเปลี่ยนแปลงนี้ส่งผลกระทบต่อเปลี่ยนแปลงของค่าเวลา
การขึ้นรูป ปัจจัยเหล่านี้คือ คือ สัดส่วนโดยโมลของฟอร์มัลดีไฮด์ต่อผลิตภัณฑ์เมลามีน ค่าความเป็นกรด
เบสของผลิตภัณฑ์เมลามีน ค่าความเป็นกรดเบสของฟอร์มัลดีไฮด์ ค่าความเป็นกรดเบสของน้ำ ปัจจัยทั้ง
4 นี้ได้ถูกนำไปทดลองโดยใช้การออกแบบการทดลองแบบแฟคทอเรียล และจากการวิเคราะห์ผล
การทดลองนี้พบว่า มีเพียง 2 ปัจจัย คือ สัดส่วนโดยโมลของฟอร์มัลดีไฮด์ต่อผลิตภัณฑ์เมลามีน และค่า
ความเป็นกรดเบสของผลิตภัณฑ์เมลามีน ที่มีอิทธิพลต่อค่าเวลาการขึ้นรูป แต่ไม่มีอันตรกิริยา
(Interaction) ระหว่างสองปัจจัยนี้ ต่อมาการออกแบบการทดลองแบบแฟคทอเรียลสำหรับสอง
ปัจจัยจึงถูกนำมาใช้เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมต่างๆ โดยการเพิ่มระดับของปัจจัยของสัดส่วนโดย
โมลของฟอร์มัลดีไฮด์ต่อผลิตภัณฑ์เมลามีนและเพิ่มจำนวนของการทำซ้ำ (Replication) สุดท้ายเป็นการ
ทดลองเพื่อยืนยันผลโดยใช้การทดสอบสมมติฐานซึ่งสรุปได้ว่าค่าเฉลี่ยและค่าความแปรปรวนของ
ค่าเวลาการขึ้นรูปในเงื่อนไขต่างๆที่ได้จากการทดลองที่ผ่านมา มีความน่าเชื่อถือเพียงพอสำหรับนำ
ไปใช้ในกระบวนการผลิตผงเมลามีน

ผลจากการวิจัยครั้งนี้สามารถสรุปได้เป็น 6 เงื่อนไขที่เหมาะสม ซึ่งเงื่อนไขที่เหมาะสมที่
ได้จากการวิจัยนี้จะถูกนำไปใช้ในการลดความผันแปรของค่าเวลาการขึ้นรูปดังกล่าวของบริษัทที่
ใช้เป็นกรณีศึกษาจากประมาณ 30 วินาที เหลือ 20 วินาที โดยประมาณ

ภาควิชา คุนยระดับภูมิภาคทางวิศวกรรมระบบการผลิต
สาขาวิชา การจัดการทางวิศวกรรม
ปีการศึกษา 2543

ลายมือชื่อนิติ 100 ฉีลาวิเศษฤทธิ์
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา
ลายมือชื่อที่ปรึกษาร่วม

4171640521 : MAJOR ENGINEERING MANAGEMENT

KEY WORD : Curing time / Melamine Compound / Reactor / Factorial Designed Experiment /

Hypotheses Testing

AIK SILAVISESRITH : SUITABLE CONDITIONS FOR REACTOR PROCESS CONTROL IN
MELAMINE COMPOUND PROCESS BY USING DESIGN OF EXPERIMENT TOOL.

THESIS ADVISOR : ASSOC PROF. DAMRONG THAWESAENGSKULTHAI,

THESIS CO-ADVISOR : MR CHAIWAT TOWICHAYATHAMRONG, 112 pp ISBN 974-347-146-4.

The objective of this research is to determine the suitable conditions of the molar ratio of formalin to melamine crystal, the acid-base indicator of melamine crystal, formalin, and water, and volume of sodium hydroxide for the reactor process in the melamine compound process. These suitable conditions can be used as the fundamental data for controlling operations at the reactor to reduce the variation of melamine compound's curing time.

This research starts from selecting the factors, which involve the change in volume of sodium hydroxide that has an effect on the curing time. Those factors are the molar ratio of formalin to melamine crystal, the acid-base indicator of melamine crystal, formalin, and water. The factorial designed experiments for the four factors are performed and can be concluded that only two factors, which are the molar ratio of formalin to melamine crystal and the acid-base indicator of melamine crystal, influence the curing time and there is no interaction effect between the two factors. Consequently, the two-factor factorial designed experiment is employed to find the suitable conditions by using more levels of the molar ratio and more replicates. Finally, the confirmation experiment with the hypotheses testing brings about the conclusions that the two curing time means and variances in each condition, resulting from the previous experiments, could be reliable to be applied to the melamine compound process.

The results of this research can be concluded as the six suitable conditions at the reactor. And these suitable conditions will be applied to the company's process, leading to the reduction in the curing time variation from about 30 seconds to about 20 seconds.

Department Regional Centre for Manufacturing Systems Engineering

Student's signature

Aik Silavisesrith

Field of Study Engineering Management

Advisor's signature

Damrong Thawesaengskulthai

Academic year 2000

Co-advisor's signature

Chaiwat Towichayathamrong

ACKNOWLEDGEMENT

This thesis could not be successful without the great supports of many contributors who have been key in advancing this thesis research to its present stage.

Appreciation is given to my thesis advisor, Associate Professor Damrong Thawesaengkulthai. His guidance and suggestion are very helpful for this thesis research.

I would like to thank indeed Mr. Chaiwat Towichayathamrong who is thesis co-advisor and his managers and his colleagues. They supported me in everything to perform experiments smoothly until this research had been completed.

Thank also goes to Professor Dr. Sirichan Thongprasert and Assistant Professor Dr. Parames Chutima for their kind recommendation is very helpful to the thesis.

Finally, I would like to express my thanks to my parents and my sister who assist me throughout my study and my research.

CONTENTS

	Page
ABSTRACT (THAI)	iv
ABSTRACT (ENGLISH)	v
ACKNOWLEDGEMENT	vi
CONTENTS	vii
LIST OF FIGURES	xi
LIST OF TABLES	xiii
CHAPTER 1 INTRODUCTION.....	1
1.1 Background of problem	1
1.2 Statement of problem	2
1.3 Objectives	2
1.4 Scope of Research	2
1.5 Expected Result	3
1.6 Methodology	3
CHAPTER 2 THEORY AND LITERATURE SURVEYS.....	6
2.1 What is Experimental Design ?	6
2.2 Basic Principles	7
2.3 Type of Designed Experiment	8
2.4 Analysis of Variance	10
2.5 Model Adequacy Checking	14

2.6 Duncan's Multiple Range Test	15
2.7 Choice of number of replicates	16
2.8 Guidelines for Designing Experiments	16
2.9 Literature Surveys	19
CHAPTER 3 MELAMINE COMPOUND	
AND MANUFACTURING PROCESS.....	24
3.1 Melamine Compound	24
3.2 Melamine Compound Process	26
3.3 Factors affecting Curing Time	29
3.4 Reactor	30
CHAPTER 4 PROBLEM AND SOLUTION.....	32
4.1 Problem	32
4.2 Solution	35
CHAPTER 5 DESIGNED EXPERIMENTS.....	36
5.1 Factor Selection	36
5.2 Experiments and Statistical Tools	37
5.3 Equipment and Measuring Equipment for Experiments	39
5.4 Procedure for Experiments	42
5.5 Data Analysis	44

CHAPTER 6	FACTOR SCREENING EXPERIMENTS.....	52
	6.1 Experiment and Data Collection	52
	6.2 Collected Data	56
	6.3 Data Analysis of Experiment	60
CHAPTER 7	PRELIMINARY EXPERIMENT.....	64
	7.1 Experiment and Data Collection	64
	7.2 Collected Data	65
	7.3 Data Analysis of Experiment	67
CHAPTER 8	EXPERIMENT FOR FINDING SUITABLE CONDITIONS.....	71
	8.1 Experiment and Data Collection	71
	8.2 Collected Data	72
	8.3 Data Analysis of Experiment	74
	8.4 Curing Time Standard Deviation and Means Estimation	81
	8.5 Relationship of Curing Time Mean and Factors in Experiments	84
	8.6 Suitable Conditions	86
CHAPTER 9	CONFIRMATION EXPERIMENT.....	87
	9.1 Experiment and Data Collection	87
	9.2 Collected Data	88
	9.3 Data Analysis of Experiment	89

CHAPTER 10	CONCLUSIONS AND RECOMMENDATIONS.....	90
	10.1 Conclusions	90
	10.2 Limitations	92
	10.3 Recommendations for Experiment	93
	10.4 Recommendations for Further Study	93
REFERENCES	95
APPENDICES	96
	APPENDIX 1 :	
	Checksheet for Production of the Reactor	97
	APPENDIX 2 :	
	Data of Melamine Crystals	100
	APPENDIX 3 :	
	The pH of Formalin from August to December 2000.....	101
	APPENDIX 4 :	
	The pH of Water from August to December 2000.....	103
	APPENDIX 5 :	
	The Equipments for the Experiments	105
BIOGRAPHY	112

LIST OF FIGURES

	Page
Figure 2.1 : General Model of a Process.....	6
Figure 2.2 : A Factorial Experiment without Interaction.....	9
Figure 2.3 : A Factorial Experiment with Interaction.....	10
Figure 2.4 : General Arrangement for a Two- factor Factorial Design.....	11
Figure 3.1 : The Fundamental Structure of Melamine Compound.....	24
Figure 3.2 : The Graph for the Curing Time Measurement.....	26
Figure 3.3 : The Melamine Compound Manufacturing Process of the Company.....	27
Figure 3.4 : Elements of the Reactor of Melamine Compound Process.....	30
Figure 4.1 : The Control Chart for Melamine Compound 's Curing Time of the Company in June 2000	32
Figure 4.2 : The Control Chart for Melamine Compound 's Curing Time of the Company in July 2000	33
Figure 5.1 : The Laboratory Reactor.....	40
Figure 5.2 : The Laboratory Kneader.....	41
Figure 5.3 : The Pot Mill.....	42
Figure 7.1 : The Normal Probability Plot of Residuals for Preliminary Experiment.....	68
Figure 7.2 : The Plot of Residuals versus F/M ratio for Preliminary Experiment.....	69
Figure 7.3 : The Plot of Residuals versus pH of Melamine Crystal for Preliminary Experiment.....	69

Figure 7.4 : The Plot of Residuals versus Fitted Values for Preliminary Experiment.....	70
Figure 8.1 : The Normal Probability Plot of Residuals for Experiment for Finding Suitable Conditions.....	75
Figure 8.2 : The Plot of Residuals versus F/M ratio for Experiment for Finding Suitable Conditions.....	75
Figure 8.3 : The Plot of Residuals versus pH of Melamine Crystal for Experiment for Finding Suitable Conditions.....	76
Figure 8.4 : The Plot of Residuals versus Fitted Values for Experiment for Finding Suitable Conditions.....	76
Figure 8.5 : The Graph of the Average Curing Times versus the Levels of F/M ratio for Each Melamine Crystal pH Level.....	77
Figure 8.6 : The Graph of the Estimated Curing Time Means versus F/M Ratio and Melamine Crystal pH of Experiment for Finding Suitable Conditions.....	84
Figure 8.7 : The Relationship of Curing Time Mean and Conditions of F/M Ratio and Melamine Crystal pH in Experiments.....	85

LIST OF TABLES

	Page
Table 2.1 : The Analysis of Variance Table for the Two Factors.....	13
Table 3.1 : Inputs and Outputs in Each Step of the Melamine Compound Process.....	28
Table 4.1 : The Effect of NaOH Volume on the Curing Time.....	34
Table 5.1 : The Analysis of Variance Table for Preliminary Experiment.....	46
Table 5.2 : The Analysis of Variance Table for Experiment for Finding Suitable Conditions.....	48
Table 6.1 : The Table for Data Collection of Factor Screening Experiment.....	54
Table 6.2 : The Data of Factor Screening Experiment Part 1.....	57
Table 6.3 : The Data of Factor Screening Experiment Part 2.....	59
Table 6.4 : The Analysis of Variance for Factor Screening Experiment Part 1.....	60
Table 6.5 : The Analysis of Variance for Factor Screening Experiment Part 2.....	62
Table 7.1 : The Table for Data Collection of Preliminary Experiment.....	65
Table 7.2 : The Data of Preliminary Experiment.....	66
Table 7.3 : The Analysis of Variance for Preliminary Experiment.....	67
Table 8.1 : The Table for Data Collection of Experiment for Finding Suitable Conditions.....	71

Table 8.2 : The Data of Experiment for Finding Suitable Conditions.....	72
Table 8.3 : The Analysis of Variance for Experiment for Finding Suitable Conditions.....	74
Table 8.4 : Table for Choice of Sample Size.....	78
Table 8.5 : The Curing Time Means in Each Condition.....	79
Table 8.6 : The Suitable Conditions for Reactor of the Laboratory.....	86
Table 9.1 : The Table for Data Collection of Confirmation Experiment.....	87
Table 9.2 : The Data of Confirmation Experiment.....	88