


การผลิตไขผลึกจุลภาคโดยกระบวนการสเว็ตติง



นางสาวพัชรานี ยิ้มยวน

ศูนย์วิทยทรัพยากร

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต  
สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ หลักสูตรปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์

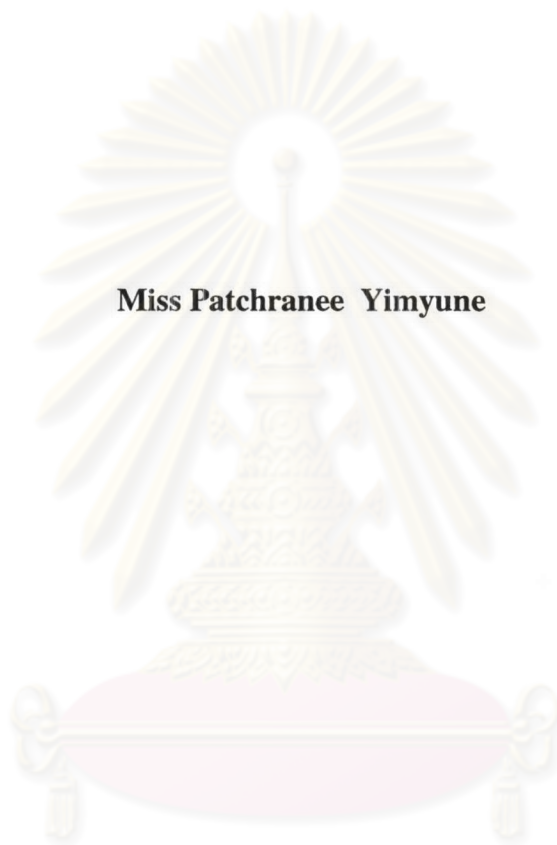
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2545

ISBN 974-17-1977-9

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

**PRODUCTION OF MICROCRYSTALLINE WAX BY SWEATING PROCESS**



**Miss Patchranee Yimyune**

**A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Science in Petrochemistry and Polymer Science**

**Program of Petrochemistry and Polymer Science**

**Faculty of Science**

**Chulalongkorn University**


**Academic Year 2002**

**ISBN 974-17-1977-9**

**Thesis Title** PRODUCTION OF MICROCRYSTALLINE WAX BY  
SWEATING PROCESS  
**By** Miss Patchranee Yimyune  
**Program** Petrochemistry and Polymer Science  
**Thesis Advisor** Associate Professor Amorn Petsom, Ph.D.

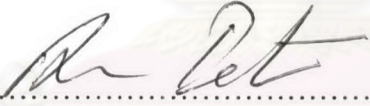
---

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

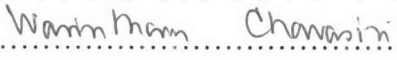
 ..... Dean of Faculty of Science  
(Associate Professor Wanchai Phothiphichitr, Ph.D.)

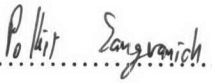
Thesis Committee

 ..... Chairman  
(Professor Pattarapan Prasassarakich, Ph.D.)

 ..... Thesis Advisor  
(Associate Professor Amorn Petsom, Ph.D.)

 ..... Member  
(Associate Professor Sophon Roengsumran, Ph.D.)

 ..... Member  
(Assistant Professor Warinthorn Chavasiri, Ph.D.)

 ..... Member  
(Assistant Professor Polkit Sangvanich, Ph.D.)

พัชรานี ยัมยวน : การผลิตไขผลึกจุลภาคโดยกระบวนการสเวตติ้ง. (PRODUCTION OF MICROCRYSTALLINE WAX BY SWEATING PROCESS) อ.ที่ปรึกษา : รศ.ดร.อมรเพชรสม, 78 หน้า. ISBN 974-17-1977-9

ได้ศึกษาการผลิตไขผลึกจุลภาคจากไบรต์สต็อก โดยการกำจัดน้ำมันและทำไขให้บริสุทธิ์ โดยใช้กระบวนการสเวตติ้ง ได้ศึกษาถึงระยะเวลาและอุณหภูมิที่แยกไขผลึกได้อย่างเหมาะสม และปรับปรุงคุณสมบัติของผลิตภัณฑ์ให้มีความแข็งและเหนียวขึ้น โดยวิธีการออกซิเดชันด้วยอากาศและมีโคบอลต์สเตียเรทเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ได้ศึกษาถึงเปอร์เซ็นต์ของตัวเร่งปฏิกิริยาและระยะเวลาที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา จากการทดลองพบว่าที่อุณหภูมิ 73 องศาเซลเซียส เวลา 36 ชั่วโมง เหมาะสมในการกำจัดน้ำมันและแยกผลิตภัณฑ์ได้ดี สามารถผลิตไขผลึกได้ 82.50 เปอร์เซ็นต์ มี Drop Melting Point 82.2 องศาเซลเซียส และเมื่อผ่านกระบวนการออกซิเดชัน พบว่าในการทำปฏิกิริยาใช้โคบอลต์สเตียเรท 2 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เหมาะสมที่สุด ได้ไขผลึกที่มีสมบัติความเหนียวและแข็งขึ้นมี Drop Melting Point 80 องศาเซลเซียส

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

หลักสูตร ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์      ลายมือชื่อนิสิต...พัชรานี ยัมยวน.....

สาขาวิชา ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์      ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา...อมรเพชร.....

ปีการศึกษา 2545

# 4372347023: MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE

KEY WORD: SWEATING PROCESS

PATCHRANEE YIMYUNE: PRODUCTION OF MICROCRYSTALLINE  
WAX BY SWEATING PROCESS. THESIS ADVISOR: ASSOC. PROF.  
AMORN PETSOM, Ph.D., 78 pp. ISBN 974-17-1977-9

Productions of microcrystalline wax from bright stock was carried out by deoiling using sweating process. The optimum temperature and time for de-oiling were investigated. After that, the properties of wax products were improved by air oxidation. Cobalt stearate was used in this reaction and the optimum of % catalyst and time for reaction were investigated. Form this experiment, the appropriate temperature and time for de-oiling of microcrystalline wax was 73 degree Celsius, 36 hours. The product was obtained in 82.50 % yield and had 82.2 degree Celsius of drop melting point. The properties of wax were improved by oxidation method. It was found that the optimum condition was 2 % cobalt stearate and 24 hours at 110 degree Celsius. This wax had hardness and toughness better than the original wax and had 80 degree Celsius of drop melting point.

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Program of Petrochemistry and Polymer Science Student's signature... *Patchrane.e. Yimyune*

Field of student Petrochemistry and Polymer Science Advisor's signature... *Amorn Petsom*

Academic year 2002

## ACKNOWLEDGEMENT

The author would like to express her deep gratitude to her advisor, Associate Professor Amorn Petsom, Ph.D. and to Associate Professor Sophon Roengsumran, Ph.D. for their encouraging guidance, supervision and helpful suggestions throughout the course of this research. In addition, she is also grateful to the chairman and members of the thesis committee for their valuable suggestions and comments.

The author is also thankful for the financial supports form Chulalongkorn University. Many thanks are also due to the Thai Lube Base Co., Ltd., who supported equipments use in wax analyses. Many thanks are also due to BP Oil Co., Ltd., who provided the materials.

Thanks go towards everyone who has contributed suggestions and supports throughout this work. Finally, I am very appreciate to my family for their support and encouragement.



ศูนย์วิจัยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## CONTENTS

	Page
<b>ABSTRACT (in Thai)</b> .....	iv
<b>ABSTRACT (in English)</b> .....	v
<b>ACKNOWLEDGEMENT</b> .....	vi
<b>CONTENTS</b> .....	vii
<b>LIST OF TABLES</b> .....	xi
<b>LIST OF FIGURES</b> .....	xii
<b>ABBREVIATIONS</b> .....	xiii
<b>SYMBOLS</b> .....	xiv
<b>CHAPTER I INTRODUCTION</b> .....	1
Objectives .....	3
Scope of the Research.....	3
Expecting out come of this research work.....	3
<b>CHAPTER II THEORETICAL AND LITERATURE REVIEW</b> .....	4
2.1 Waxes.....	4
2.2 Manufacture and classification of petroleum wax.....	5
2.2.1 Paraffin wax.....	6
2.2.2 Intermediate waxes.....	9
2.2.3 Microcrystalline wax.....	9
2.3 Crystal wax.....	12
2.4 Solubility of wax.....	13
2.4.1 Solubility of paraffins wax.....	13
2.4.2 Solubility of microcrystalline wax.....	14

**CONTENTS (continued)**

	<b>Page</b>
2.5 Production of wax.....	14
2.5.1 Dewaxing.....	15
2.5.2 Deoiling.....	16
2.6 Wax Sweating Process.....	18
2.7 Oxidized hydrocarbon wax.....	18
2.8 Industrial application of petroleum wax.....	19
2.9 Previous Works Concerned.....	30
2.10.1 Sweating Process.....	30
2.10.2 Oxidation of Microcrystalline wax.....	32
<b>CHAPTER III EXPERIMENTAL.....</b>	<b>33</b>
3.1 Materials and Chemicals .....	33
3.2 Apparatus and Instruments.....	34
3.3 Procedure.....	35
3.3.1 Wax Sweating Process.....	35
3.3.2 Method of oxidation wax.....	35
3.3.2.1 Preparation of cobalt stearate.....	35
3.3.2.2 Oxidation procedure.....	36
3.4 Investigation of wax properties.....	36
3.4.1 Determination of Drop Melting Point.....	37
3.4.2 Determination of Oil Content in wax .....	38
3.4.3 Determination of Acid Number of wax .....	39
3.4.4 Determination of Congealing Point .....	40
3.4.5 Determination of Specific Gravity and Density.....	40



## CONTENTS (continued)

	<b>Page</b>
3.4.6 Determination of Needle Penetration of Petroleum Waxes.....	41
3.5.7 Determination of Kinematic Viscosity.....	42
3.4.8 Determination of Flash Point by Cleveland Open Cup.....	43
3.4.9 Determination of Estimate Molecular Weight for Wax from Viscosity Measurements.....	44
3.4.8 Determination of Microscopy of Waxes.....	47
<b>CHAPTER IV RESULTS AND DISCUSSION.....</b>	<b>48</b>
4.1 Sweating Process.....	48
4.1.1 Study on the optimum condition for the sweating of wax....	48
4.2 Oxidation Procedure.....	52
4.2.1 Study on the optimum condition for the oxidation of wax...52	52
4.3 Investigation of the wax properties.....	56
4.3.1 Drop melting point.....	57
4.3.2 Congealing point.....	58
4.3.3 Specific gravity and Density @ 25°C.....	58
4.3.4 Penetration @ 25°C.....	59
4.3.5 Kinematic viscosity @ 100 °C.....	59
4.3.6 Flash point.....	60
4.3.7 Estimation of molecular weight.....	60
4.3.8 Characteristics and Microscopy of waxes.....	61
4.4 Comparison of paraffin wax, std.micro.wax and wax in this work.....	65
<b>CHAPTER V CONCLUSION AND SUGGESTION.....</b>	<b>66</b>

**CONTENTS (continued)**

	<b>Page</b>
5.1 Conclusion.....	66
5.2 Suggestion for further work.....	67
<b>REFERENCES.....</b>	<b>68</b>
<b>APPENDIX.....</b>	<b>70</b>
<b>VITA.....</b>	<b>78</b>



ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## LIST OF TABLES

<b>Table</b>	<b>Page</b>
2.1 Properties of paraffin wax.....	8
2.2 Properties of microcrystalline wax.....	11
3.1 The properties of wax.....	37
3.2 Tabulation of H function.....	45
4.1 The effect of temperature and time on drop melting point, oil content, and % yield.....	49
4.2 The effect of temperature and time on drop melting point, acid number, Penetration, and kinematic viscosity.....	53
4.3 The testing of waxes follow ASTM method.....	57
4.4 The specific gravity and density of each wax at 25 °C.....	58
4.5 The estimate molecular weight of each wax.....	60
4.6 Summary of visual characteristics and microscopy of wax.....	61
4.7 Comparison of paraffin wax, std.Micro.wax, and wax in this work.....	65
5.1 The physical properties of the microcrystalline wax.....	67
A1 The effect of temperature and time for sweating process on drop melting point....	71
A2 The effect of temperature and time for sweating process on oil content.....	72
A3 The effect of temperature and time sweating process on %yield.....	73
A4 The effect of %catalyst and time for oxidation waxes on drop melting point.....	74
A5 The effect of %catalyst and time oxidation waxes on acid number.....	75
A6 The effect of %catalyst and time for oxidation waxes on penetration @ 25 °C.....	76
A7 The effect of %catalyst and time oxidation waxes on kinematic viscosity @ 100 ° C.....	77

## LIST OF FIGURES

Figure	Page
2.1 Petroleum waxes refining.....	5
2.2 Type of wax crystal.....	13
3.1 Penetrometer.....	42
3.2 Viscosity molecular weight chart.....	46
4.1 The effect of reaction time on drop melting point of each temperature for sweating wax.....	50
4.2 The effect of reaction time on oil content of each temperature for sweating wax .....	50
4.3 The effect of reaction time on % yield of each temperature for sweating wax ....	51
4.4 The effect of reaction time on drop melting point of each catalyst concentration for wax oxidation.....	54
4.5 The effect of reaction time on drop melting point of each catalyst concentration for wax oxidation .....	54
4.6 The effect of reaction time on penetration @ 25 °C of each catalyst concentration for wax oxidation.....	55
4.7 The effect of reaction time on kinematic viscosity @ 100 °C of each catalyst concentration for wax oxidation.....	55
4.8 Crystal of Paraffin Wax.....	62
4.9 Crystal of Std.Micro.wax.....	62
4.10 Crystal of Bright Stock.....	63
4.11 Crystal of Sweated Wax.....	63
4.12 Crystal of Oxidized Wax.....	64

**ABBREVIATIONS**

ASTM	=	American Society for Testing and Materials
BS wax	=	Bright stock wax
cSt	=	Centistokes
g	=	Gram (s)
hr.	=	Hour (s)
min	=	Minute (s)
ml	=	Milliliter (s)
mm	=	Millimeter (s)
MW	=	Molecular weight
Ox.wax	=	Oxidized wax
r.p.m.	=	Round per minute
s	=	Second
Sp Gr	=	Specific gravity
std.micro.wax	=	Standard Microcrystalline wax
Sw wax	=	Sweated wax

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

**SYMBOLS**

°C = Degree Celsius

v = Kinematic Viscosity

% = Percentage



ศูนย์วิจัยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย