

อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

การศึกษาการสักระบายไฮโดรคาร์บอนด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหลว เป็นการศึกษาความสามารถในการสักระบายไฮโดรคาร์บอนโมเลกุลใหญ่ (ไซพาราฟิน) ออกจากสารไฮโดรคาร์บอนโมเลกุลเล็ก (เอกเซน เฮปเทน โนเนน และไตรเดเคน) โดยการนำสิ่งสกักไปวิเคราะห์หาปริมาณไซพาราฟิน และศึกษาองค์ประกอบของไซพาราฟิน ก่อน หลัง และที่เหลือจากการสักระบายโดยใช้เทคนิคทางก๊าซโครมาโตกราฟี (gas chromatography)

5.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือการสักระบายไฮโดรคาร์บอนด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหลว มีลักษณะดังรูปที่ 5.1 และ 5.2 ประกอบด้วย ท่อก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ถังพักคาร์บอนไดออกไซด์เหลว เครื่องสูบลมแรงดันสูง เครื่องปฏิกรณ์เคมีแบบถังกวน ท่อคอลัมน์แพลทซ์ หน่วยทำน้ำร้อน และหน่วยทำน้ำเย็น

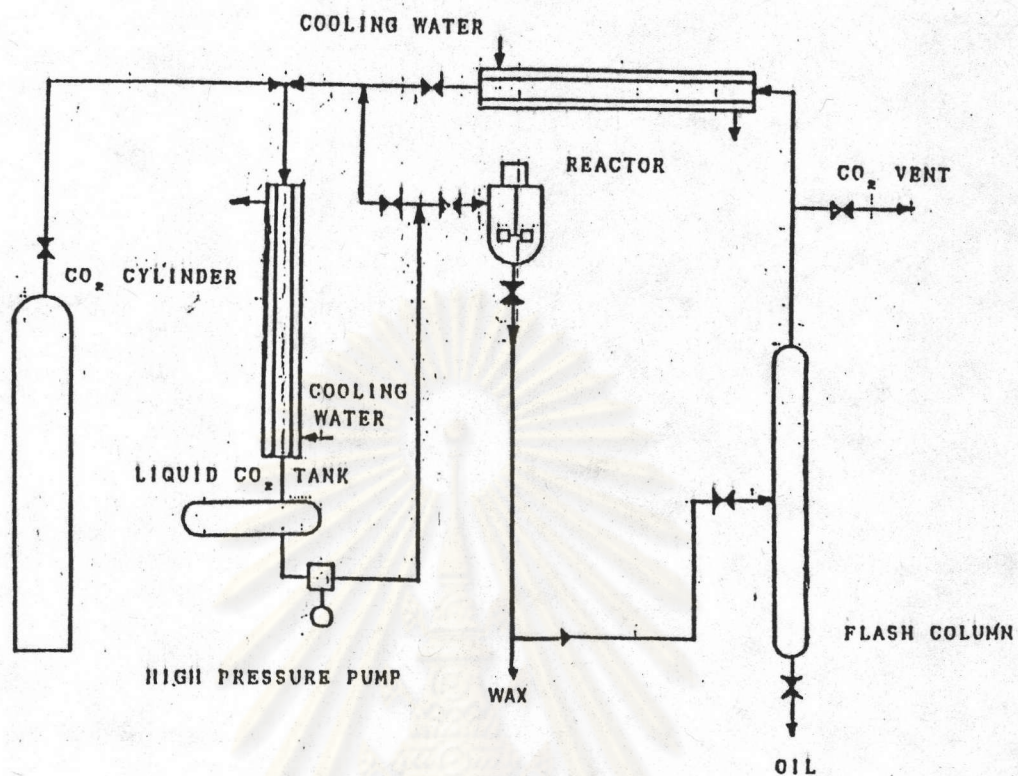
ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่ออกจากท่อผ่านตัวควบคุมความดัน แล้วผ่านเข้าท่อทองแดงขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1/8 นิ้ว ความดันของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่ออกจากท่อก๊าซมีค่าสูงสุด 60 บาร์ ลักษณะของท่อก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ แสดงในรูปที่ 5.3 ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่ผ่านท่อทองแดงแล้วจะผ่านเข้าถังพักคาร์บอนไดออกไซด์เหลว และเครื่องปฏิกรณ์เคมี

1. ถังพักคาร์บอนไดออกไซด์เหลว ทำด้วยเหล็กสแตนเลส ลักษณะดังรูปที่ 5.4 ประกอบด้วยท่อ 3 ชั้น ท่อชั้นในเป็นที่เก็บพักของคาร์บอนไดออกไซด์ที่ไหลจากท่อก๊าซผ่านท่อทองแดงมีขนาดความจุ 0.800 ลิตร ท่อชั้นกลางสำหรับใช้หล่อเย็นเพื่อให้คาร์บอนไดออกไซด์อยู่ในสถานะที่เป็นของเหลว ชั้นนอกสำหรับใช้เสียบเทอร์โมมิเตอร์เพื่อวัดอุณหภูมิ

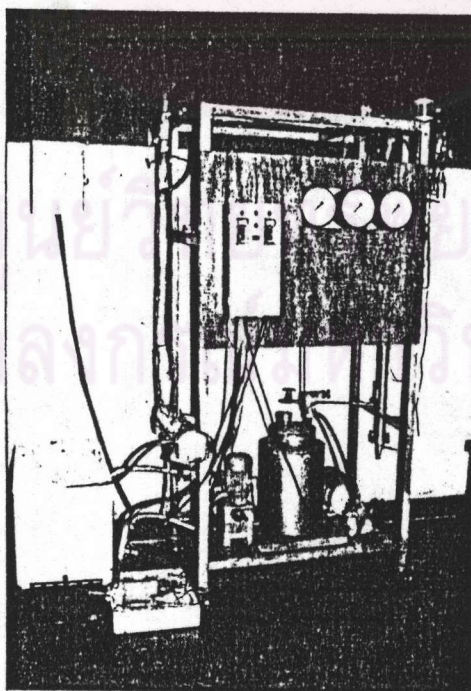
2. เครื่องสูบลมแรงดันสูง (high pressure pump) ลักษณะดังรูปที่ 5.5 มีความสามารถในการเพิ่มความดันได้สูงสุดประมาณ 200 บาร์ มีหน้าที่สูบลมคาร์บอนไดออกไซด์เหลวจากถังพักเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์เคมี เพื่อให้ได้ความดันตามต้องการ

3. เครื่องปฏิกรณ์เคมีแบบถังกวน (reactor) ทำด้วยเหล็กสแตนเลส ลักษณะดังรูปที่ 5.6 มีขนาดความจุ 0.275 ลิตร ประกอบด้วยท่อ 3 ชั้น ชั้นในมีใบพัด 4 ชุด ชั้บให้หมุนได้ด้วยแม่เหล็กซึ่งหมุนอยู่นอกเครื่องเพื่อกันการรั่ว ท่อชั้นกลาง สำหรับใช้น้ำหล่อเย็นเพื่อควบคุมอุณหภูมิ ท่อชั้นนอก สำหรับใช้เสียบเทอร์โมมิเตอร์เพื่อวัดอุณหภูมิ ที่กั้นเครื่อง



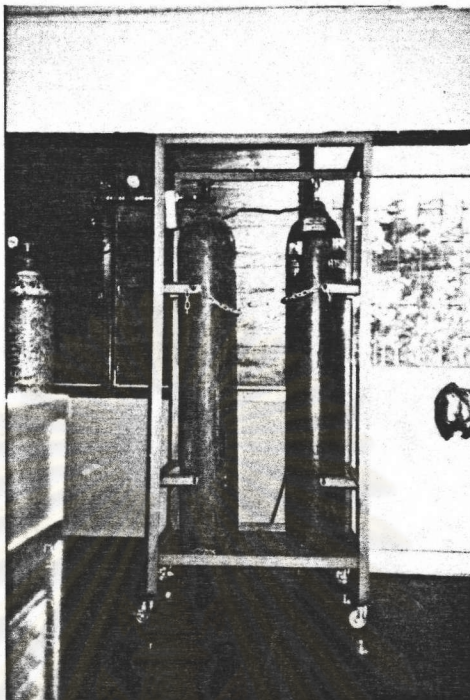


รูปที่ 5.1 ส่วนประกอบของเครื่องมือการสกัดสาร

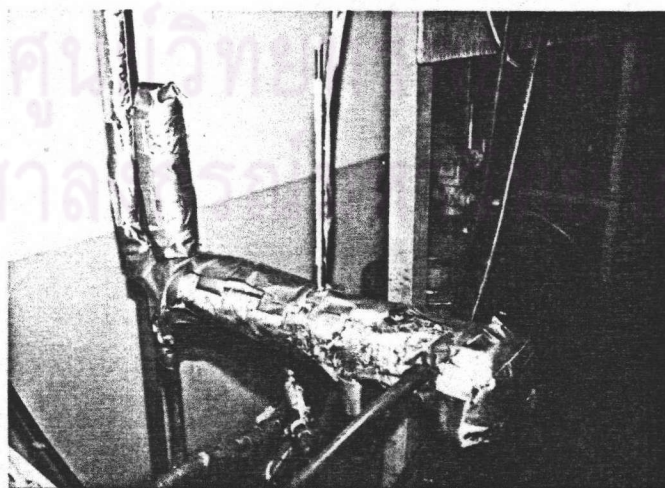


รูปที่ 5.2 เครื่องมือการสกัดสาร



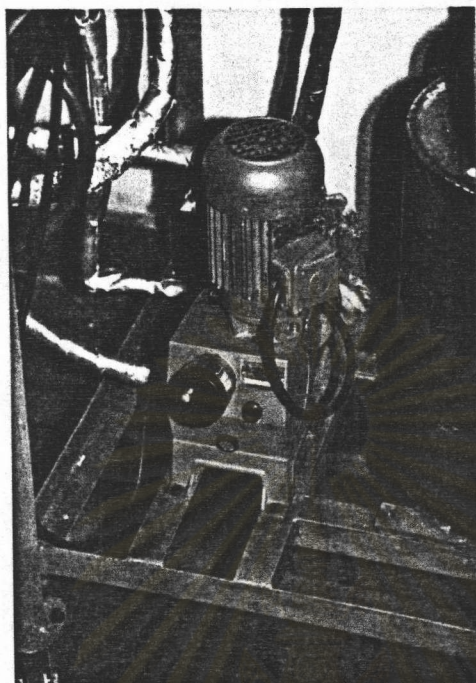


รูปที่ 5.3 ท่อแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่ใช้ในการทดลอง

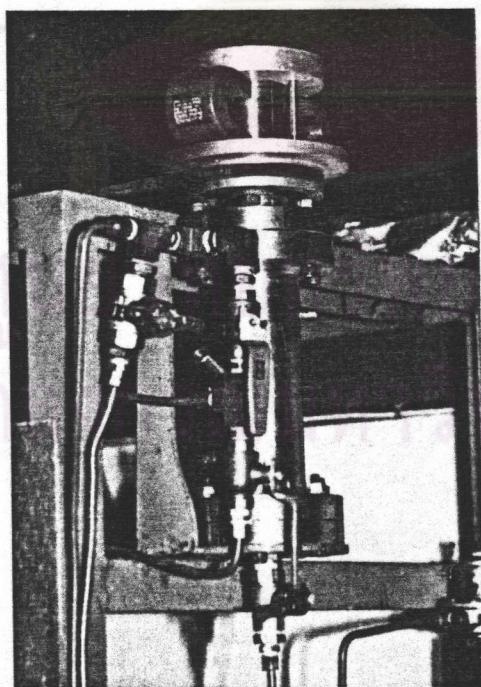


รูปที่ 5.4 ถังพักคาร์บอนไดออกไซด์เหลว





รูปที่ 5.5 เครื่องสูบแรงดันสูง



รูปที่ 5.6 เครื่องปฏิบัติการเคมี



ปฏิกรณ์เคมีจะมีตะแกรงขนาด 200 เมส (mesh) และผ้ากรองเพื่อกรองไขพาราฟินภายหลังจากการสกัด

4. ท่อคอลัมน์แฟลช (flash column) ลักษณะดังรูปที่ 5.8 ทำด้วยเหล็กสแตนเลส ขนาดความจุ 1.665 ลิตร ด้านล่างมีทางออกสำหรับสารที่สกัดได้ ด้านบนเป็นทางออกสำหรับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ซึ่งต่อเข้าไปยังเครื่องควบแน่น 2 เครื่อง จากเครื่องควบแน่นจะต่อเข้าถึงนักคาร์บอนไดออกไซด์เหลว

5. หน่วยทำน้ำเย็น ประกอบด้วยถังน้ำเย็น (cold water tank) และปั๊มน้ำ ขณะทดลอง น้ำเย็นจะถูกสูบจากถังไปตามท่อขนาด 1/2 นิ้ว เข้าสู่ท่อขึ้นกลางของถังนักคาร์บอนไดออกไซด์เหลว และเครื่องปฏิกรณ์เคมี

6. หน่วยทำน้ำร้อน ประกอบด้วยถังน้ำร้อน (hot water tank) ปั๊มน้ำ และเครื่องให้ความร้อน (heater) ขณะทดลองที่อุณหภูมิสูง น้ำร้อนจะถูกสูบไปตามท่อขนาด 1/2 นิ้ว เข้าสู่ท่อขึ้นกลางของเครื่องปฏิกรณ์เคมี

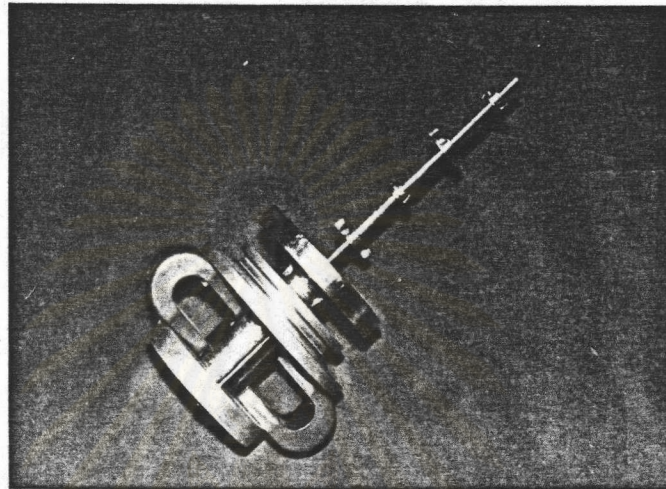
## 5.2 สารเคมี และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง AR หมายถึง Analytical grade

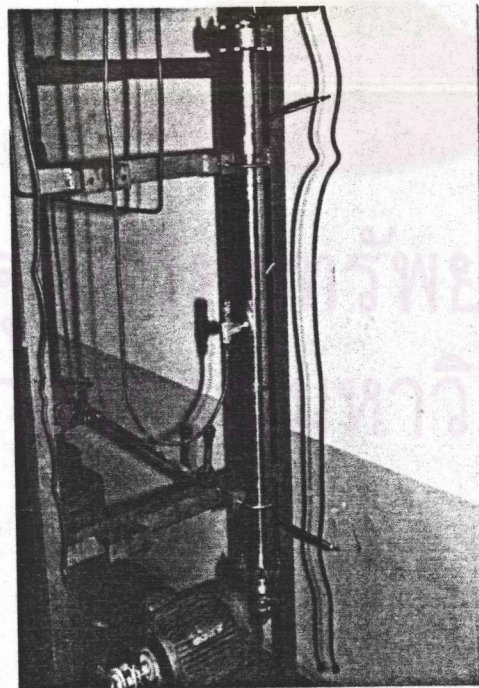
1. ไขพาราฟิน (semi-refined paraffin wax) ของประเทศจีนแดง
2. นอร์มัล-เฮกเซน (AR) ของบริษัท Merck
3. นอร์มัล-เฮปเทน (AR) ของบริษัท Merck
4. นอร์มัล-โนเนน (AR) ของบริษัท Fluka
5. นอร์มัล-ไตรเดเคน (AR) ของบริษัท Fluka
6. เมทธานอล ของบริษัท BDH
7. อะซิโตน ของบริษัท Fluka
8. เมทิลีนคลอไรด์ (AR) ของบริษัท Merck
9. เมทิลเอทิลคีโตน ของบริษัท Fluka
10. เมทิลไอโซบิวทิลคีโตน ของบริษัท Fluka
11. 2-ออกตะโนน ของบริษัท Fluka
12. ยูเรีย ของบริษัท Fluka

รายละเอียดเกี่ยวกับ คุณสมบัติของสารที่ใช้ในการทดลอง แสดงในภาคผนวก ค.





รูปที่ 5.7 แสดงไบพัต 4 ชุด ของเครื่องปฏิกรณ์เคมี

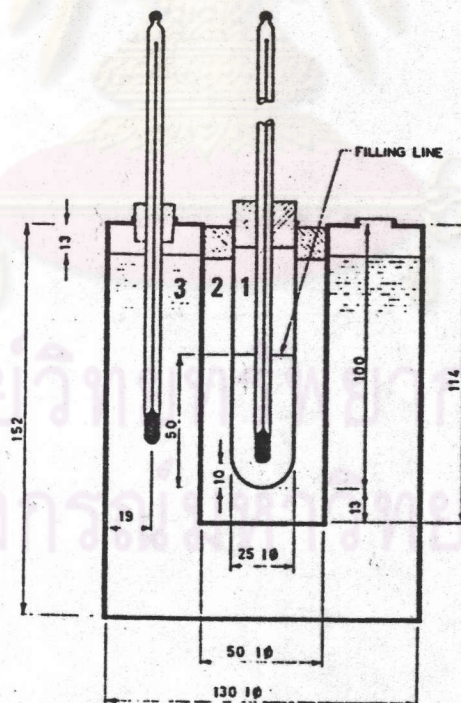


รูปที่ 5.8 ทำคอลัมน์แฟลช



### เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องมือวิเคราะห์ปริมาณธาตุ (Elemental analysis) model 240 C ของบริษัท Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา (ศูนย์เครื่องมือ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)
2. เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟ (Gas chromatograph) model GC 9A ของบริษัท Shimadzu ประเทศญี่ปุ่น (ภาควิชาเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)
3. เครื่องหาจุดหลอมเหลวของไข ประกอบด้วย หลอดทดสอบ (test tube) ปลูก (air bath) อ่างน้ำ (water bath) และเทอร์โมมิเตอร์



- 1 test tube
- 2 air bath
- 3 water bath

รูปที่ 5.9 เครื่องหาจุดหลอมเหลวของไขพาราฟิน



### 5.3 วิธีการทดลอง

5.3.1 การศึกษาคุณสมบัติเบื้องต้นของไซพาราฟิน ทำการทดลองหาค่าความหนาแน่น จุดหลอมเหลว น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย และความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณไซพาราฟินกับอุณหภูมิ การละลายของไซพาราฟินในตัวทำละลายเอทเธน เฮปเทน โนเนน และไตรเดเคน วิธีการทดลองมี ดังนี้

#### (1) การหาความหนาแน่น

นำขวดวัดความหนาแน่น ไปชั่งหาน้ำหนักที่แน่นอน ( $w_1$ ) ใส่ตัวอย่างไซพาราฟินชั่งหาน้ำหนักขวดและไซพาราฟินให้แน่นอน ( $w_2$ ) ใส่เอทธานอลที่ทราบความหนาแน่นที่แน่นอนลงในขวดดังกล่าวจนเต็ม ชั่งน้ำหนักขวด ( $w_3$ ) คำนวณหาปริมาตรของเอทธานอลจากสูตร  $(w_3 - w_2) /$  ความหนาแน่นของเอทธานอล จากนั้นหาปริมาตรของไซซึ่งมีค่าเท่ากับปริมาตรของขวดวัดความหนาแน่น-ปริมาตรของเอทธานอล คำนวณหาความหนาแน่นของไซจากสูตร

$$\text{ความหนาแน่นของไซพาราฟิน} = (w_2 - w_1) / \text{ปริมาตรของไซ} \quad \text{กรัม/ซม.}^3$$

#### (2) การหาจุดหลอมเหลว

การหาจุดหลอมเหลวของไซพาราฟิน โดยการใช้เส้นโค้งการเย็นตัว (cooling curve) ซึ่งหมายถึงอุณหภูมิที่ไซมีอัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิต่ำสุดเป็นครั้งแรก เมื่อมีการเย็นตัวภายใต้ภาวะที่กำหนด

การทดลองโดยวางปลอกของหลอดทดสอบลงในอ่างน้ำที่มีน้ำอยู่ในระดับที่ต่ำกว่าขอบบนประมาณ 0.5 นิ้ว และมีอุณหภูมิอยู่ในช่วง 16-28°C. อุ่นไซให้ร้อนในอ่างน้ำร้อน ที่มีอุณหภูมิสูงกว่าจุดหลอมเหลวที่คาดคะเนไว้ไม่เกิน 20°C. อุ่นไซจนมีอุณหภูมิสูงกว่าจุดหลอมเหลวประมาณ 15°C. เทไซที่หลอมลงในหลอดทดสอบโดยมีความสูงของไซประมาณ 2 นิ้ว เสียบเทอร์โมมิเตอร์ลงในหลอดทดสอบโดยห่างจากก้นหลอด 3/8 นิ้ว วางหลอดทดสอบลงในปลอก อ่านอุณหภูมิของสารตัวอย่างทุกๆ 15 วินาที การทดลองจะสมบูรณ์เมื่ออุณหภูมิ 5 จุดที่ติดต่อกันมีค่าความแตกต่างน้อยกว่า 0.2°C. ลักษณะเครื่องหาจุดหลอมเหลว แสดงดังรูปที่ 5.9



(3) การหาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย  
 ไฮพาราฟิน เป็นสารไฮโดรคาร์บอนชนิดอิ่มตัว (saturated hydrocarbon) ประกอบด้วยธาตุ คาร์บอน (C) และไฮโดรเจน (H) มีสูตรทางเคมี  $C_nH_{2n+2}$  การหาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยของไฮพาราฟิน ใช้วิธีวิเคราะห์ปริมาณธาตุคาร์บอนและไฮโดรเจน ในการทดลองใช้เครื่องมือวิเคราะห์ปริมาณธาตุของบริษัท Perkin Elmer model 240 C เครื่องจะคำนวณเป็นร้อยละของคาร์บอน และไฮโดรเจน จากนั้นคำนวณหาสูตรเคมีจาก  $C_nH_{2n+2}$  ก็จะทราบน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยของไฮพาราฟิน

(4) การหาความสัมพันธ์ระหว่าง ปริมาณไฮพาราฟินกับอุณหภูมิการละลายของไฮพาราฟินในตัวทำละลายเอกเซน เฮปเทน โนเนน และไตรเดคเคน  
 เตรียมตัวอย่างไฮพาราฟินที่มีความเข้มข้นต่างๆกัน ในช่วงร้อยละ 1 ถึง 30 โดยน้ำหนัก ในตัวทำละลายดังนี้ เอกเซน เฮปเทน โนเนน และไตรเดคเคน วัดอุณหภูมิการละลาย โดยใช้แท่งแม่เหล็กเป็นตัวกวนภายในขวด ให้มีอัตราการเพิ่ม และการลดอุณหภูมิอย่างช้าๆ บันทึกอุณหภูมิที่ไฮพาราฟินละลายอย่างสมบูรณ์ หรืออุณหภูมิที่เริ่มเกิดการตกผลึกของไฮพาราฟิน โดยที่อุณหภูมิทั้งสองไม่ควรจะแตกต่างกัน นำผลการทดลองไปหาความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิการละลาย และความเข้มข้นของไฮพาราฟินใน ตัวทำละลายดังกล่าว

5.3.2 การเตรียมตัวอย่างการสกัดสาร การเตรียมตัวอย่างเพื่อนำไปสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ ในการทดลองนี้เตรียมร้อยละ 20 โดยน้ำหนักของไฮพาราฟิน ละลายในสารไฮโดรคาร์บอนโมเลกุลเล็ก ได้แก่ เอกเซน เฮปเทน โนเนน และไตรเดคเคน ปริมาณตัวอย่างที่ใช้ในการสกัดแต่ละครั้ง 30 กรัม

### 5.3.3 ทดลองการสกัดสาร

ใส่ตัวอย่าง 30 กรัมลงในเครื่องปฏิกรณ์เคมี ประกอบเครื่องมือในการทดลองให้สมบูรณ์ จากนั้นปล่อยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์เคมี และถังพักคาร์บอนไดออกไซด์เหลว ใช้เครื่องสูบลมดันสูงสูบลำคาร์บอนไดออกไซด์จากถังพักเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์เคมี เพื่อให้ได้ความดันตามต้องการ กวนด้วยใบพัด การสกัดกระทำที่อุณหภูมิ ความดัน และช่วงเวลาในการกวนผสมต่างๆกัน เพื่อทดสอบหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุด หลังจากนั้นค่อยๆปล่อยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ออกจากส่วนบนของท้อคอลัมน์แฟลชจนหมด และปล่อย



คาร์บอนไดออกไซด์ กับสิ่งสกปรกผ่านเข้าสู่ท่อคอลัมน์แฟลช เพื่อแยกคาร์บอนไดออกไซด์ออกจากสิ่งสกปรก เก็บตัวอย่างสิ่งสกปรกจากส่วนล่างของท่อคอลัมน์แฟลช และเก็บตัวอย่างไซพาราฟินที่เหลือจากเครื่องปฏิกรณ์เคมี นำสิ่งสกปรกไปวิเคราะห์หาปริมาณ และองค์ประกอบของไซพาราฟิน วิเคราะห์ปริมาณไซพาราฟินในสิ่งสกปรก โดยใช้กราฟมาตรฐานระหว่างอุณหภูมิการละลายกับปริมาณไซพาราฟิน และวิเคราะห์องค์ประกอบของไซพาราฟินโดยใช้เทคนิคทาง gas chromatography วิธีการทดลอง แสดงในภาคผนวก ง.


### การสกัดสารในการวิจัยครั้งนี้ ศึกษาผลของตัวแปร ดังนี้

- (1) เพื่อให้การกวนผสมเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ จึงได้ทดสอบโดยให้ช่วงเวลาในการกวนผสม เป็น 15, 30, 60 และ 120 นาที ระบบของสารไฮโดรคาร์บอนที่ศึกษา คือ เอกเซนกับไซพาราฟิน ที่ความดัน 80 บาร์ และอุณหภูมิห้อง พบว่า การกวนผสมเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ที่ 60 นาที จึงเลือกช่วงเวลาในการกวนผสมที่ 60 นาที เป็นตัวแปรในการทดลองขั้นต่อไป
- (2) เพื่อทดสอบว่าอุณหภูมิซึ่งมีผลต่อสถานะของคาร์บอนไดออกไซด์ มีผลต่อการสกัดอย่างไร จึงได้ทดสอบโดยใช้อุณหภูมิในการสกัด เป็น 10, 15, 20, 25 และ อุณหภูมิห้องของระบบเอกเซนกับไซพาราฟิน และเฮปแทนกับไซพาราฟิน ที่ความดัน 80 บาร์ และช่วงเวลาในการกวนผสม 1 ชั่วโมง พบว่า ที่อุณหภูมิห้อง คาร์บอนไดออกไซด์สามารถใช้เป็นตัวทำละลายได้ดี จึงเลือกอุณหภูมิห้องเป็นตัวแปรในการทดลองขั้นต่อไป
- (3) เพื่อทดสอบว่าความดันซึ่งมีผลต่อสถานะต่างๆของคาร์บอนไดออกไซด์ มีผลต่อการสกัดอย่างไร จึงได้ทดสอบโดยให้ความดัน เป็น 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 และ 100 บาร์ ระบบของสารไฮโดรคาร์บอนที่ศึกษา ได้แก่ เอกเซนกับไซพาราฟิน และ เฮปแทนกับไซพาราฟินที่อุณหภูมิห้อง และช่วงเวลาในการกวนผสม 1 ชั่วโมง พบว่า ความดันที่ 80 บาร์ คาร์บอนไดออกไซด์สามารถใช้เป็นตัวทำละลายได้ดี จึงเลือกความดันที่ 80 บาร์ เป็นตัวแปรในการทดลองขั้นต่อไป



(4) เพื่อทดสอบว่าในการสกัดแบบแบ็ช (batch) ต้องใช้ทั้งหมดกี่ครั้ง จึงสามารถแยกไซพาราฟินออกจากสารไฮโดรคาร์บอนเบาได้ดี ดังนั้น จึงได้ทดสอบโดยให้จำนวนครั้งในการสกัด เป็น 1, 2, 3 หรือ 4 ที่ความดัน 80 บาร์ อุณหภูมิห้อง และช่วงเวลาในการกวนผสม 1 ชั่วโมง

(5) เพื่อทดสอบว่าตัวทำละลายร่วมมีผลอย่างไรต่อการสกัด จึงได้ทดสอบโดยใช้ตัวทำละลายร่วม ดังนี้ อะซิโตน (acetone) เมทิลเอทิลคีโตน (MEK) เมทิลไอโซบิวริลคีโตน (MIBK) 2-ออกตะโนน (2-octanone) เมทานอล (MeOH) และสารละลายยูเรียในเมทานอลความเข้มข้นร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก (1 % urea in MeOH) ในการทดลองใช้ตัวทำละลายร่วมในปริมาณร้อยละ 3 ต่อน้ำหนักสารตั้งต้น สกัดที่อุณหภูมิห้อง ความดัน 80 บาร์ และช่วงเวลาในการกวนผสม 1 ชั่วโมง ในระบบของเฮปเทนกับไซพาราฟิน



ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย