

การทำซ้ำให้บริสุทธิ์ด้วยการตกลึกและการดูซ้ำ



นางสาวธีราภรณ์ สุญราช

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CHULALONGKORN UNIVERSITY

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)

เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR) are the thesis authors' files submitted through the University Graduate School.

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2557

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PURIFICATION OF SLACK WAX BY CRYSTALLIZATION AND ADSORPTION

Miss Teeraporn Soonrach



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

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2014

Copyright of Chulalongkorn University

ธีรารณ สุญราช : การทำไซดิบให้บริสุทธิ์ด้วยการตกผลึกและการดูดซับ (PURIFICATION OF SLACK WAX BY CRYSTALLIZATION AND ADSORPTION) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์
 หลัก: ผศ. ดร.ชวลิต งามจรัสศรีวิชัย, 154 หน้า.

การทำไซดิบเกรด 150SW ให้บริสุทธิ์ทำได้โดยใช้เทคนิคตัวทำละลายและการดูดซับ โดยเทคนิคตัวทำละลายศึกษาผลกระทบชนิดของตัวทำละลาย, อัตราส่วนตัวทำละลายผสม และอัตราส่วนการละลาย ขณะที่เทคนิคการดูดซับศึกษาผลกระทบชนิดของตัวดูดซับ, น้ำหนักของตัวดูดซับ และอุณหภูมิ ผลิตภัณฑ์ไขถูกวิเคราะห์ด้วย ฟลูอริเออร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี โปรตอน-นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี การวิเคราะห์ CHNS ยูวี-วิซิเบิลสเปกโทรสโกปี การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) สแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโกปี (SEM) และวิธีมาตรฐาน ASTM ผลิตภัณฑ์ไขถูกจำแนกประเภทตามสมการ TAPPI-ASTM และข้อกำหนดไซปิโตรเลียม จากการศึกษาพบว่าการทำไซดิบให้บริสุทธิ์ด้วยเทคนิคการตกผลึกมีประสิทธิภาพที่ดีกว่าเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลาย ในการตกผลึกพบว่าระบบตัวทำละลายผสมสองชนิด (เมทิลเอทิลคีโตนและบิวทิลแอซิเตท) มีความเหมาะสมสำหรับงานนี้มากกว่าระบบตัวทำละลายชนิดเดียว นอกจากนี้พบว่าตัวทำละลายผสมของเมทิลเอทิลคีโตนต่อบิวทิลแอซิเตทในอัตราส่วนโดยน้ำหนักเท่ากับ 20:80 ที่อัตราส่วนการละลายเท่ากับ 6:1 เป็นภาวะที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการแยกไขประเภทไขผลึกจุลภาคและการกำจัดสารประกอบเฮเทอโรอะตอมและน้ำมันออกจากไซดิบ สำหรับเทคนิคการดูดซับ ดินฟอกสีเป็นตัวดูดซับที่ดีสำหรับการดูดซับสารประกอบแอโรแมติกและเฮเทอโรอะตอมออกจากไซดิบ เป็นผลเนื่องจากดินฟอกสีมีพื้นที่ผิว BET และปริมาตรรูพรุนที่สูง จากข้อมูลพบว่าการเติมดินฟอกสีปริมาณ 40% โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นภาวะที่เหมาะสมที่สุดในเทคนิคการดูดซับ การดูดซับให้ไขบริสุทธิ์ที่มีสีที่ของความขาวและความสว่างมากกว่าการตกผลึก

สาขาวิชา ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต

ปีการศึกษา 2557

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก

5572003623 : MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE

KEYWORDS: SLACK WAX / CRYSTALLIZATION / ADSORPTION

TEERAPORN SOONRACH: PURIFICATION OF SLACK WAX BY CRYSTALLIZATION AND ADSORPTION. ADVISOR: ASST. PROF. CHAWALIT NGAMCHARUSSRIVICHAI, Ph.D., 154 pp.

Purification of 150SW slack wax was performed by using solvent and adsorption techniques. The solvent technique studied the effect of the type of solvents, mixed solvent ratios and dilution solvent ratios (S/F by weight). The adsorption technique studied the effect of the type of adsorbents, loading of adsorbents and temperature. The wax products were characterized by FTIR spectroscopy, ¹H-NMR spectroscopy, CHNS analysis, UV-Vis spectroscopy, X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and ASTM methods. The wax products are evaluated according to TAPPI-ASTM equation and petroleum wax specifications. The study showed that the crystallization technique was more effective than the solvent extraction technique in the purification of slack wax. The binary solvent mixture (methyl ethyl ketone and butyl acetate) was more suitable for task than single solvent system in the crystallization. Also, methyl ethyl ketone to butyl acetate of 20:80 at dilution solvent ratio of 6:1 was the most suitable solvent system in the crystallization of microcrystalline wax and removing heteroatomic compounds and deoiling from the slack wax. In adsorption technique, bleaching earth was a good candidate for the adsorptive removal of aromatics and heteroatomic compounds from slack wax, probably due to its higher BET surface area and pore volume observed. Bleaching earth loading of 40 wt.% at temperature 100 °C was the most suitable condition in the adsorption technique. The adsorption gave the purified waxes with higher degrees of whiteness and lightness than the crystallization.

Field of Study: Petrochemistry and
Polymer Science

Student's Signature
Advisor's Signature

Academic Year: 2014

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ชวลิต งามจรัสศรีวิชัย อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ได้กรุณาใช้เวลาให้คำปรึกษา คำแนะนำ ข้อคิดเห็นต่างๆรวมทั้งให้กำลังใจในการทำวิจัยมาโดยตลอดจนทำให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี และขอขอบพระคุณคณาจารย์คณะวิทยาศาสตร์ทุกท่าน ที่ให้คำแนะนำและข้อคิดเห็นต่างๆในการวิจัย รวมทั้งให้การอบรมสั่งสอนด้านวิชาการตลอดมา

กราบขอบพระคุณรองศาสตราจารย์ ดร.แก้วลี พลุกษาทร ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วราวุฒิ ตั้งพสุธาตล และรองศาสตราจารย์ ดร.ชาคริต สิริสิงห์ กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ที่กรุณารับเชิญเป็นกรรมการสอบ ตลอดจนให้คำแนะนำ ข้อเสนอแนะและความคิดเห็นที่เป็นประโยชน์ต่อการวิทยานิพนธ์อย่างยิ่ง

ขอขอบคุณบริษัท ไออาร์พีซี จำกัด (มหาชน) สำหรับทุนอุดหนุนการทำวิจัยในวิทยานิพนธ์นี้ รวมถึงความอนุเคราะห์ให้ใช้เตาอบ 150SW และเครื่องมือวิเคราะห์ตามวิธีมาตรฐาน ASTM ขอขอบคุณ ดร.นิปกา สุขภิรมย์ อาจารย์ประจำภาควิชาเคมี และ ดร.พิชญดา เกตุเมฆ อาจารย์ประจำภาควิชาทางภาพถ่ายฯ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ความช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือวิเคราะห์ต่างๆ ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการวิจัยและทดสอบอาหาร ที่อำนวยความสะดวกในการวิเคราะห์หาค่าประกอบของไข่ รวมถึงบุคลากรคณะวิทยาศาสตร์ทุกท่านที่ได้กรุณาอำนวยความสะดวกในการใช้ห้องปฏิบัติการและช่วยเหลือในการใช้เครื่องมือวิเคราะห์ต่างๆ พี่ๆ เพื่อนๆ และน้องๆ ในสาขาปี โตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์และภาควิชาเคมีเทคนิคที่ได้ให้คำปรึกษา ให้ความช่วยเหลือและเป็นกำลังใจในการทำวิทยานิพนธ์ให้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา รวมถึงผู้มีพระคุณทุกท่านที่สั่งสอน ให้คำแนะนำ และให้การสนับสนุนด้านต่างๆเสมอมาจนสำเร็จการศึกษา

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฎ
สารบัญรูป.....	ฏ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
2.1 ไช (waxes) [1].....	5
2.1.1 ชนิดไช.....	5
2.2 ไชปิโตรเลียม.....	5
2.2.1 กระบวนการผลิตไชดิบ [2].....	5
2.2.2 องค์ประกอบของไชดิบ [4].....	8
2.2.3 การจำแนกไชปิโตรเลียม.....	10
2.2.4 สมบัติทางกายภาพและเคมีของไชปิโตรเลียม.....	12
2.2.5 ประโยชน์ของไชปิโตรเลียม [10].....	13
2.3 กระบวนการแยกไชให้บริสุทธิ์.....	14
2.3.1 การทำไชดิบให้บริสุทธิ์ด้วยตัวทำละลาย (solvent).....	14

2.3.2 การทำไซดิบให้บริสุทธิ์ด้วยตัวดูดซับ (adsorbent).....	15
2.4 การตกผลึก (crystallization)	16
2.4.1 ขั้นตอนการตกผลึก.....	16
2.4.2 การเลือกตัวทำละลายในการตกผลึก.....	16
2.4.3 ระบบตัวทำละลาย.....	17
2.4.4 ปัจจัยที่ส่งผลต่อการตกผลึกไข.....	17
2.5 การสกัดด้วยตัวทำละลาย (solvent extraction)	18
2.5.1 การเลือกตัวทำละลายในการสกัด.....	19
2.5.2 การเลือกละลายของตัวทำละลาย [4].....	19
2.5.3 ปัจจัยที่ส่งผลต่อสภาพการละลาย.....	19
2.6 การดูดซับ (adsorption) [12, 13].....	20
2.6.1 ชนิดของตัวดูดซับ	20
2.6.2 การกระตุ้นตัวดูดซับ (activation).....	20
2.6.3 วิธีการกระตุ้นที่ใช้.....	21
2.6.4 กลไกการดูดซับ [14]	21
2.6.5 แรงกระทำระหว่างตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับ [16].....	22
2.6.6 อันตรกิริยาของตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับ	22
2.6.7 ปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับ	24
2.6.8 ไอโซเทิร์มของการดูดซับ.....	24
2.6.9 การออกแบบหน่วยดูดซับ.....	26
2.6.10 ตัวดูดซับที่ใช้ในการวิจัย	27
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	31
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	33

3.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย	33
3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการแยกไขมันให้มีความบริสุทธิ์ด้วยเทคนิคการตกผลึกและการสกัด ...	33
3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการแยกไขมันให้มีความบริสุทธิ์ด้วยเทคนิคการดูดซับ	33
3.1.3 สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์ไขมันและไขมันผลิตภัณฑ์.....	33
3.2 ขั้นตอนการแยกไขมันให้มีความบริสุทธิ์	34
3.2.1 การทำไขมันให้บริสุทธิ์ด้วยตัวทำละลาย	34
3.2.2 การทำไขมันให้บริสุทธิ์ด้วยตัวดูดซับ	38
3.3 เครื่องมือและเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและเคมีของไขมันและ ผลิตภัณฑ์ไขมันที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์.....	43
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง	59
4.1 สมบัติทางกายภาพและเคมีของไขมันเกรด 150 SW	59
4.2 การทำไขมันให้บริสุทธิ์ด้วยตัวทำละลายชนิดต่างๆ.....	63
4.2.1 ผลของชนิดตัวทำละลาย.....	63
4.2.2 ผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA	71
4.2.3 ผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไขมัน	79
4.3 สมบัติทางกายภาพและเคมีของตัวดูดซับ	96
4.3.1 ลักษณะทางกายภาพของตัวดูดซับ.....	96
4.3.2 โครงสร้างผลึกของตัวดูดซับ	96
4.3.3 พื้นที่ผิวและความพรุนของตัวดูดซับ	100
4.3.4 สัณฐานวิทยาของตัวดูดซับ	103
4.4 ผลของการทำไขมันให้บริสุทธิ์ด้วยเทคนิคดูดซับในระบบแบตช์	109
4.4.1 ผลของชนิดของตัวดูดซับ	109
4.4.2 ผลของปริมาณของตัวดูดซับ	112

4.4.3 ผลของอุณหภูมิต่อแบบแบคทีเรีย.....	120
4.5 ผลของการทำให้เติบโตให้บริสุทธิ์ด้วยเทคนิคดูดซับในระบบคอลัมน์.....	125
4.6 การศึกษาลักษณะของตัวดูดซับหลังการใช้งาน	128
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง.....	130
รายการอ้างอิง	132
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	154



สารบัญตาราง

ตารางที่ 2.1	สมบัติโดยทั่วไปของไซปิโตรเลียม.....	13
ตารางที่ 2.2	สภาพตัวของตัวทำละลายกลุ่มต่างๆ.....	17
ตารางที่ 2.3	ลักษณะการดูดซับทางกายภาพและทางเคมี.....	23
ตารางที่ 3.1	อุณหภูมิที่ใช้ในการละลายไซดิบด้วยตัวทำละลายแต่ละชนิด.....	34
ตารางที่ 3.2	อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเผาตัวดูดซับแต่ละชนิด.....	38
ตารางที่ 3.3	องค์ประกอบของสารมาตรฐานหลัก.....	52
ตารางที่ 3.4	ภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟในการวิเคราะห์หาค่าองค์ประกอบพาราฟิน.....	55
ตารางที่ 4.1	สมบัติทางกายภาพและเคมีของไซดิบเกรด 150SW ที่วิเคราะห์ตามวิธีมาตรฐาน ASTM.....	59
ตารางที่ 4.2	สรุปหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญและการแปลผลจากสเปกตรัม FTIR ที่แสดงในรูปที่ 4.2.....	61
ตารางที่ 4.3	สรุปตำแหน่ง chemical shift ที่สำคัญสำหรับโปรตอนชนิดต่างๆและการแปลผลจากสเปกตรัมที่แสดงในรูปที่ 4.3.....	62
ตารางที่ 4.4	ความยาวคลื่นที่เกิดการดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{max}) และค่าการดูดกลืนแสงของไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากไซดิบโดยใช้เทคนิคการตกผลึกและการสกัดด้วยตัวทำละลายชนิดต่างๆ.....	69
ตารางที่ 4.5	ผลได้ (yield on crude) และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกจากไซดิบผ่านเทคนิคการตกผลึกและการสกัดด้วยตัวทำละลายชนิดต่างๆในระบบตัวทำละลายเดี่ยว.....	70
ตารางที่ 4.6	ความยาวคลื่นที่เกิดการดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{max}) และค่าการดูดกลืนแสงของไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากไซดิบผ่านเทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ.....	75
ตารางที่ 4.7	ขนาดผลึกและตึกรึความเป็นผลึกของไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ.....	76

ตารางที่ 4.8 ผลได้ (yield on crude) และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกจากไซดิบผ่านเทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA ต่างๆ..... 78

ตารางที่ 4.9 ความยาวคลื่นที่เกิดการดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{max}) และค่าการดูดกลืนแสงของไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบต่างๆ 83

ตารางที่ 4.10 ขนาดผลึกและดัชนีหักเหของผลึกของไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบต่างๆ..... 84

ตารางที่ 4.11 อุณหภูมิการหลอมเหลวและจุดเริ่มแข็งตัวเป็นวุ้นของไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบต่างๆ..... 86

ตารางที่ 4.12 ผลได้และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกจากไซดิบผ่านเทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนัก 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบต่างๆ 87

ตารางที่ 4.13 องค์ประกอบของไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกจากไซดิบโดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเท่ากับ 6:1 95

ตารางที่ 4.14 พื้นที่ผิวจำเพาะและความพรุนของตัวดูดซับชนิดต่างๆ..... 102

ตารางที่ 4.15 ผลได้และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกจากไซดิบผ่านการดูดซับด้วยตัวดูดซับชนิดต่างๆ..... 111

ตารางที่ 4.16 ความยาวคลื่นที่เกิดการดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{max}) และค่าการดูดกลืนแสงของไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วยตัวดูดซับ BCE ที่ปริมาณต่างๆ 117

ตารางที่ 4.17 ความยาวคลื่นที่เกิดการดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{max}) และค่าการดูดกลืนแสงของไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วยตัวดูดซับ HTC ที่ปริมาณต่างๆ..... 118

- ตารางที่ 4.18** ผลได้และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกจากไซดิบผ่านการดูดซับด้วย BCE และ HTC ที่ปริมาณต่างๆ..... 119
- ตารางที่ 4.19** ความยาวคลื่นที่เกิดการดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{\max}) และค่าการดูดกลืนแสงของไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย BCE ปริมาณ 40 %โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิต่างๆ 123
- ตารางที่ 4.20** ผลได้และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกจากไซดิบผ่านการดูดซับด้วย BCE ปริมาณ 40 %โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิต่างๆ 124
- ตารางที่ 4.21** ผลได้และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับแบบคอลัมน์ด้วยตัวดูดซับ BCE ปริมาณ 40 %โดยน้ำหนักเทียบกับไซดิบ ที่อุณหภูมิ 100 °C 127



สารบัญรูป

รูปที่ 2.1	แผนผังการกลั่นน้ำมันดิบกับหน่วยการเตรียมวัตถุดิบน้ำมันหล่อลื่น.....	7
รูปที่ 2.2	กระบวนการสกัดแยกด้วยตัวทำละลาย (separation process) และการเปลี่ยนโครงสร้าง (conversion process) สำหรับการผลิตน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน	7
รูปที่ 2.3	ผลึกแบบเข็มของไซพาราฟินและไซคลิกจุลภาค.....	12
รูปที่ 2.4	กลไกของการละลาย.....	15
รูปที่ 2.5	กระบวนการตกผลึกด้วยตัวทำละลาย (crystallization process).....	18
รูปที่ 2.6	กระบวนการสกัดด้วยตัวทำละลาย (solvent extraction process).....	20
รูปที่ 2.7	กลไกการดูดซับ.....	21
รูปที่ 2.8	ไอโซเทอรั่มการดูดซับ	25
รูปที่ 2.9	การดูดซับในถังกวน.....	26
รูปที่ 2.10	การดูดซับแบบคอลัมน์	27
รูปที่ 2.11	โครงสร้างของซิลิกาเจล	28
รูปที่ 2.12	โครงสร้างของเบนโทไนด์.....	29
รูปที่ 2.13	โครงสร้างของ HTC.....	30
รูปที่ 2.14	การคืนโครงสร้างของ HTC (memory effect)	30
รูปที่ 3.1	ขั้นตอนการตกผลึกโดยใช้ตัวทำละลายเดี่ยว	35
รูปที่ 3.2	ขั้นตอนการสกัดด้วยตัวทำละลาย	36
รูปที่ 3.3	ขั้นตอนการตกผลึกโดยใช้ตัวทำละลายผสม	37
รูปที่ 3.4	ขั้นตอนการตกผลึกโดยแปรอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบ.....	38
รูปที่ 3.5	ขั้นตอนการดูดซับด้วยตัวดูดซับชนิดต่างๆ.....	39
รูปที่ 3.6	ขั้นตอนการดูดซับโดยแปรปริมาณของตัวดูดซับ BCE	39
รูปที่ 3.7	ขั้นตอนการดูดซับด้วยตัวดูดซับชนิดต่างๆ	40
รูปที่ 3.8	ขั้นตอนการขึ้นรูปตัวดูดซับ BCE.....	41

รูปที่ 3.9	ขั้นตอนการดูดซับแบบคอลัมน์.....	42
รูปที่ 3.10	อุปกรณ์การดูดซับแบบคอลัมน์.....	42
รูปที่ 3.11	Fourier transform infrared spectrometer (FT-IR) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น Spectrum One	43
รูปที่ 3.12	Nuclear magnetic resonance spectrometer (NMR 300 MHz) ยี่ห้อ Varian รุ่น INOVA.....	44
รูปที่ 3.13	Elemental analyzer (EA) (CHNS/O Analyzer) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น PE2400 Series II.....	46
รูปที่ 3.14	UV-VIS spectrophotometer ยี่ห้อ Jenway 7315.....	47
รูปที่ 3.15	ระบบการวัดสี CIE Lab ในรูป 3 มิติ	48
รูปที่ 3.16	Color checker ยี่ห้อ Nippon Denshoku รุ่น NR-11	48
รูปที่ 3.17	X-ray diffractometer (XRD) ยี่ห้อ Bruker รุ่น D8 Advance.....	50
รูปที่ 3.18	สมบัติทางความร้อน	50
รูปที่ 3.19	Differential scanning calorimeter (DSC) ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น DSC-60	51
รูปที่ 3.20	Gas chromatograph (GC) ยี่ห้อ Agilent รุ่น 6890N.....	55
รูปที่ 3.21	Scanning electron microscope (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6610LV	56
รูปที่ 3.22	Surface area and porosity analyzer ยี่ห้อ Micromeritics รุ่น ASAP 2020.....	57
รูปที่ 3.23	Thermogravimetric analyzer ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น 851e.....	58
รูปที่ 4.1	ลักษณะทางกายภาพและค่าสีของไซดิบ เกรด 150SW.....	59
รูปที่ 4.2	สเปกตรัม FTIR ของไซดิบ เกรด 150SW.....	60
รูปที่ 4.3	สเปกตรัม ¹ H-NMR ของไซดิบ เกรด 150SW	62
รูปที่ 4.4	รูปแบบ XRD ของไซดิบ.....	63
รูปที่ 4.5	ค่าสีของไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ใน crystallized phase และ raffinate phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกและการสกัดด้วยตัวทำละลาย ตามลำดับ	64

รูปที่ 4.6 สเปกตรัม FTIR ผลึกภัณฑ์ไขที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลาย (ก) HPT (ข) MEK และ (ค) BTA	65
รูปที่ 4.7 สเปกตรัม FTIR ผลึกภัณฑ์ไขที่แยกได้ใน raffinate phase โดยใช้เทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลาย (ก) DMA และ (ข) NMP.....	66
รูปที่ 4.8 สเปกตรัม ¹ H-NMR ของ (ก) ไซติบ ผลึกภัณฑ์ไขที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลาย (ข) HPT (ค) MEK และ (ง) BTA และผลึกภัณฑ์ไขที่แยกได้ใน raffinate phase โดยใช้เทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลาย (จ) DMA และ (ฉ) NMP	67
รูปที่ 4.9 สเปกตรัม UV-VIS ของ (ก) ไซติบ และผลึกภัณฑ์ไขที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลาย (ข) HPT (ค) MEK และ (ง) BTA และผลึกภัณฑ์ไขที่แยกได้ใน raffinate phase โดยใช้เทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลาย (จ) DMA และ (ฉ) NMP	68
รูปที่ 4.10 ค่าสีของไซติบและผลึกภัณฑ์ไขที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK:BTA ที่มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ	71
รูปที่ 4.11 สเปกตรัม FTIR ของผลึกภัณฑ์ไขที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ (ก) 20:80 (ข) 40:60 (ค) 50:50 (ง) 60:40 และ (จ) 80:20	73
รูปที่ 4.12 สเปกตรัม ¹ H-NMR ของ (ก) ไซติบ และผลึกภัณฑ์ไขที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ (ข) 20:80 (ค) 40:60 (ง) 50:50 (จ) 60:40 และ (ฉ) 80:20.....	74
รูปที่ 4.13 สเปกตรัม UV-VIS ของ (ก) ไซติบ และผลึกภัณฑ์ไขที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ (ข) 20:80 (ค) 40:60 (ง) 50:50 (จ) 60:40 และ (ฉ) 80:20.....	75
รูปที่ 4.14 ค่าสีของไซติบและผลึกภัณฑ์ไขที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซติบต่างๆ	79
รูปที่ 4.15 สเปกตรัม FTIR ผลึกภัณฑ์ไขที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซติบเท่ากับ (ก) 2:1 (ข) 4:1 และ (ค) 6:1	81

รูปที่ 4.16 สเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเท่ากับ (ข) 2:1 (ค) 4:1 และ (ง) 6:1	82
รูปที่ 4.17 สเปกตรัม UV-VIS ของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเท่ากับ (ข) 2:1 (ค) 4:1 และ (ง) 6:1	83
รูปที่ 4.18 กราฟ DSC ของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเท่ากับ (ข) 2:1 (ค) 4:1 (ง) 6:1	85
รูปที่ 4.19 ภาพถ่าย SEM ของ (ก และ ข) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเท่ากับ (ค และ ง) 2:1 (จ และ ฉ) 4:1 และ (ช และ ซ) 6:1 โดยใช้กำลังขยาย 350 และ 1000 เท่า.....	89
รูปที่ 4.20 โครมาโทแกรมของสารมาตรฐานนอร์มอลพาราฟิน	91
รูปที่ 4.21 โครมาโทแกรมของไซดิบ	92
รูปที่ 4.22 โครมาโทแกรมของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกจากไซดิบโดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเท่ากับ 6:1	93
รูปที่ 4.23 การกระจายจำนวนคาร์บอนขององค์ประกอบไฮโดรคาร์บอนในไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกจากไซดิบโดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเท่ากับ 6:1	94
รูปที่ 4.24 ลักษณะทางกายภาพของตัวดูดซับ (ก) ซิลิกาเจล (ข) อะลูมินา (ค) เบนโทไนต์ (ง) BCE และ (จ) HTC	96

รูปที่ 4.25 รูปแบบ XRD ของซิลิกาเจลก่อนและหลังการเผาที่อุณหภูมิ 250 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง..... 97

รูปที่ 4.26 รูปแบบ XRD ของอะลูมินาก่อนและหลังการเผาที่อุณหภูมิ 250 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง..... 98

รูปที่ 4.27 รูปแบบ XRD ของเบนโทไนต์ก่อนการเผาและหลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (สัญลักษณ์ ● = montmorillonite; Δ = cristobalite; ◆ = feldspar; ■ = quartz; ▼ = calcite)..... 98

รูปที่ 4.28 รูปแบบ XRD ของ BCE ก่อนการเผาและหลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (สัญลักษณ์ ● = montmorillonite; Δ = cristobalite; ◆ = feldspar; ■ = quartz; ▼ = calcite)..... 99

รูปที่ 4.29 รูปแบบ XRD ของ HTC ก่อนการเผาและหลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง (สัญลักษณ์ ● = Mg-Al LDH; Δ = Mg-Al mixed oxied)..... 99

รูปที่ 4.30 ไอโซเทิร์มการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนของตัวดูดซับ (ก) ซิลิกาเจล (ข) อะลูมินา (ค) เบนโทไนต์ (ง) BCE (จ) HTC และ (ฉ) BCE (ขึ้นรูป) 101

รูปที่ 4.31 ภาพถ่าย SEM ของซิลิกาเจล ที่กำลังขยาย (ก) 350 เท่า (ข) 3,500 เท่า และ (ค) 10,000 เท่า..... 104

รูปที่ 4.32 ภาพถ่าย SEM ของอะลูมินา ที่กำลังขยาย (ก) 350 เท่า (ข) 3,500 เท่า และ (ค) 10,000 เท่า..... 105

รูปที่ 4.33 ภาพถ่าย SEM ของเบนโทไนต์ ที่กำลังขยาย (ก) 350 เท่า (ข) 3,500 เท่า และ (ค) 10,000 เท่า..... 106

รูปที่ 4.34 ภาพถ่าย SEM ของ BCE ที่กำลังขยาย (ก) 350 เท่า (ข) 3,500 เท่า และ (ค) 10,000 เท่า..... 107

รูปที่ 4.35 ภาพถ่าย SEM ของ HTC ที่กำลังขยาย (ก) 350 เท่า (ข) 3,500 เท่า และ (ค) 10,000 เท่า..... 108

รูปที่ 4.36 ค่าสีของไซดิวและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วยตัวดูดซับชนิดต่างๆ ในปริมาณ 30 %โดยน้ำหนักเทียบกับไซดิว ที่อุณหภูมิ 130 °C..... 109

รูปที่ 4.37 สเปกตรัม ¹ H-NMR ของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วยตัวดูดซับ (ข) ซิลิกาเจล (ค) อะลูมินา (ง) เบนโทไนด์ (จ) BCE และ (ฉ) HTC ในปริมาณ 30 %โดยน้ำหนักเทียบกับไซดิบ ที่อุณหภูมิ 130 °C.....	110
รูปที่ 4.38 ค่าสีของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย BCE ในปริมาณ (ข) 10 %โดยน้ำหนัก (ค) 20 %โดยน้ำหนัก (ง) 30 %โดยน้ำหนัก และ (จ) 40 %โดยน้ำหนักเทียบกับไซดิบ ที่อุณหภูมิ 130 °C	112
รูปที่ 4.39 ค่าสีของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย HTC ในปริมาณ (ข) 10 %โดยน้ำหนัก (ค) 20 %โดยน้ำหนัก (ง) 30 %โดยน้ำหนัก และ (จ) 40 %โดยน้ำหนักเทียบกับไซดิบ ที่อุณหภูมิ 130 °C	113
รูปที่ 4.40 สเปกตรัม ¹ H-NMR ของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย BCE ในปริมาณ (ข) 10 %โดยน้ำหนัก (ค) 20 %โดยน้ำหนัก (ง) 30 %โดยน้ำหนัก และ (จ) 40 %โดยน้ำหนักเทียบกับไซดิบ ที่อุณหภูมิ 130 °C	114
รูปที่ 4.41 สเปกตรัม ¹ H-NMR ของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย HTC ในปริมาณ (ข) 10 %โดยน้ำหนัก (ค) 20 %โดยน้ำหนัก (ง) 30 %โดยน้ำหนัก และ (จ) 40 %โดยน้ำหนักเทียบกับไซดิบ ที่อุณหภูมิ 130 °C.....	115
รูปที่ 4.42 สเปกตรัม UV-VIS ของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย BCE ในปริมาณต่างๆ ที่อุณหภูมิ 130 °C	117
รูปที่ 4.43 สเปกตรัม UV-VIS ของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย HTC ในปริมาณต่างๆ ที่อุณหภูมิ 130 °C	118
รูปที่ 4.44 ค่าสีของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย BCE ปริมาณ 40 % โดยน้ำหนักเทียบกับไซดิบ ที่อุณหภูมิ (ก) 100 °C (ข) 130 °C และ (ค) 160 °C.....	120
รูปที่ 4.45 สเปกตรัม ¹ H-NMR ของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย BCE ปริมาณ 40 %โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ (ข) 100 °C (ค) 130 °C และ (ง) 160 °C.....	121
รูปที่ 4.46 สเปกตรัม UV-VIS ของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย BCE ปริมาณ 40 %โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ (ข) 100 °C (ค) 130 °C และ (ง) 160 °C.....	122
รูปที่ 4.47 ค่าสี (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับแบบคอลัมน์ด้วย BCE ปริมาณ 40 %โดยน้ำหนักเทียบกับไซดิบ ที่อุณหภูมิ 100 °C (ข) ครั้งที่ 1 และ (ค) ครั้งที่ 2.....	125

รูปที่ 4.48 สเปกตรัม ¹H-NMR ของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับแบบคอลัมน์ด้วย BCE ปริมาณ 40 % โดยน้ำหนักเทียบกับไซดิบ ที่อุณหภูมิ 100 °C (ข) ครั้งที่ 1 และ (ค) ครั้งที่ 2 126

รูปที่ 4.49 รูปแบบการสลายตัวทางความร้อนของ (ก) ไซดิบ และ (ข) BCE หลังผ่านการดูดซับ ... 128

รูปที่ 4.50 รูปแบบ XRD ของ BCE หลังผ่านการดูดซับและหลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 600 °C (สัญลักษณ์ ● = montmorillonite; Δ = cristobalite; ◆ = feldspar; ■ = quartz; ▼ = calcite)..... 129



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบันสารหล่อลื่นมีการใช้งานในอุตสาหกรรมต่างๆอย่างกว้างขวาง หน้าที่หลักของสารหล่อลื่นคือ การแยกผิวของโลหะหรือชิ้นส่วนที่เคลื่อนที่ออกจากกันเพื่อลดการเสียดสีกันโดยตรงระหว่างผิวโลหะ ทำให้ชิ้นส่วนเหล่านั้นเคลื่อนที่ง่ายและลดการสึกหรอ โรงกลั่นน้ำมันดิบที่มีหน่วยผลิตน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน (lube base oil) จะมีกระบวนการแยกไข (dewaxing process) โดยใช้ตัวทำละลายเมทิลเอทิลคีโตน (methyl ethyl ketone) เพื่อกำจัดองค์ประกอบที่เป็นไขออก ทำให้น้ำมันหล่อลื่นมีความหนืดและจุดไหลเท (pour point) ต่ำลงตามความต้องการในการใช้งาน ไขที่แยกได้เรียกว่าไขดิบ (slack wax) ซึ่งมีองค์ประกอบหลักคือพาราฟินโมเลกุลใหญ่และยังพบน้ำมันและสิ่งเจือปนอื่นๆอีกหลายชนิดในปริมาณที่สูง ในแต่ละปีปริมาณไขดิบที่เป็นผลพลอยได้จากการผลิตน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานมีมากกว่า 50,000 ตัน การเพิ่มมูลค่าของไขดิบโดยการนำมาผลิตเป็นไขปิโตรเลียมเชิงพาณิชย์เป็นแนวทางที่น่าสนใจ ซึ่งจำเป็นต้องศึกษาหาวิธีการที่เหมาะสมในการกำจัดสิ่งเจือปนและปรับปรุงคุณสมบัติของไขให้ตรงตามข้อกำหนดมาตรฐาน

ไขมีการใช้งานในหลากหลายอุตสาหกรรม เช่น การผลิตเทียนไข ผลิตภัณฑ์ขัดเงา การเคลือบกระดาษ เสื้อผ้า หมึกพิมพ์ อุตสาหกรรมเครื่องสำอางและยา อุตสาหกรรมอาหาร เป็นต้น โดยทั่วไปไขปิโตรเลียมเชิงพาณิชย์จำแนกได้เป็น 3 กลุ่ม แบ่งตามโครงสร้างเคมีและน้ำหนักโมเลกุล ได้แก่ ไขพาราฟิน (paraffin wax) ไขผลึกจุลภาค (microcrystalline wax) และไขปิโตรลาตัม (petrolatum)

ไขปิโตรเลียมเป็นผลพลอยได้จากกระบวนการแยกไขในการผลิตน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน ไขที่แยกได้จะตกผลึกเมื่อทำให้เย็นลงเรียกว่า ไขดิบ (slack wax) ยังมีปริมาณน้ำมันในไขสูง ส่งผลให้ไขมีความอ่อนตัว มีค่าความต้านทานการเจาะทะลุและค่าความหนืดต่ำ นอกจากนี้พบสิ่งเจือปนอื่นๆอีกหลายชนิด เช่น สารประกอบของซัลเฟอร์ ออกซิเจนและไนโตรเจน และสารแอมโมเนียมโมเลกุลใหญ่ องค์ประกอบเหล่านี้ส่งผลให้สีของไขดิบไม่เสถียรและคุณสมบัติของไขดิบไม่ผ่านข้อกำหนดมาตรฐาน ดังนั้นจึงจำเป็นต้องลดปริมาณน้ำมันและกำจัดสิ่งเจือปนต่างๆ เพื่อเพิ่มความบริสุทธิ์และปรับปรุงสมบัติทางกายภาพและเคมีของไขดิบ พร้อมทั้งแยกองค์ประกอบของไขให้มีโครงสร้างทางเคมีและน้ำหนักโมเลกุลสอดคล้องกับความต้องการใช้งาน

งานวิจัยนี้สนใจศึกษาการทำไซดิบให้บริสุทธิ์ด้วยการตกผลึกในตัวทำละลายอินทรีย์ชนิดต่างๆ เพื่อแยกสิ่งเจือปนและโครงสร้างของไซออกจากกัน นอกจากนั้นศึกษาการใช้เทคนิคการดูดซับสิ่งเจือปนด้วยตัวดูดซับชนิดต่างๆ โดยปราศจากตัวทำละลาย เพื่อลดการใช้ตัวทำละลาย ทั้งสองกระบวนการนี้สามารถทำได้ง่ายไม่ยุ่งยาก ใช้พลังงานน้อย ต้นทุนต่ำ จึงมีความเป็นไปได้ในการขยายสเกล เพื่อใช้งานในอุตสาหกรรม

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. ศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการทำไซดิบให้บริสุทธิ์ด้วยการตกผลึก
2. ศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการทำไซดิบให้บริสุทธิ์ด้วยการดูดซับ

1.3 วิธีดำเนินการวิจัย

1. ศึกษาค้นคว้าทฤษฎี งานวิจัย และข้อมูลต่างๆที่เกี่ยวข้องกับการใช้ตัวทำละลายและตัวดูดซับในการทำไซดิบให้บริสุทธิ์
2. จัดหาอุปกรณ์การทดลองและสารเคมี
3. ศึกษาการละลายไซดิบในตัวทำละลายอินทรีย์ชนิดต่างๆ ได้แก่ นอร์มอลเฮปเทน (n-heptane, HPT) เมทิลเอทิลคีโตน (methyl ethyl ketone, MEK) บิวทิลแอซีเตต (butyl acetate, BTA) ไดเมทิลแอซีทาไมด์ (N,N-dimethylacetamide, DMA) และเมทิล-2-ไพโรลิโดน (N-methyl-2-pyrrolidone, NMP) ทั้งในระบบตัวทำละลายเดี่ยวและระบบตัวทำละลายผสม การทดสอบการละลายไซดิบจะดำเนินการในขวดรูปชมพู่ที่มีฝาปิด กวนผสมบนเครื่องกวนสารพร้อมกับการควบคุมความเร็วของการกวนและอุณหภูมิในการละลาย เพื่อให้ส่วนผสมละลายเป็นเนื้อเดียวกัน ลดอุณหภูมิลง จะได้ส่วนที่เป็นไซตกผลึกออกมา และองค์ประกอบที่ต้องการแยกจะละลายในตัวทำละลายนั้น ซึ่งสามารถแยกตัวทำละลายออกมาได้โดยใช้เครื่องระเหยแบบหมุน ทำให้ได้ตัวทำละลายกลับมาใช้ใหม่
4. ศึกษาการทำไซดิบให้บริสุทธิ์ด้วยการตกผลึกและศึกษาผลของภาวะดำเนินการที่มีต่อผลได้ของไซ และการเลือกจำเพาะของตัวทำละลายที่มีต่อ นอร์มอลพาราฟินและไอโซพาราฟิน โดยตัวแปรที่ศึกษา ได้แก่
 - ชนิดของตัวทำละลาย
 - อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมในช่วง 20:80-80:20
 - อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไซดิบในช่วง 2:1-6:1

5. วิเคราะห์สมบัติของตัวดูดซับด้วยเทคนิคต่างๆ ได้แก่

- โครงสร้างผลึก : X-ray diffraction (XRD)
- พื้นที่ผิวจำเพาะและความพรุน : N_2 adsorption-desorption measurement
- สัณฐานวิทยา : Scanning electron microscopy (SEM)
- การสลายตัวทางความร้อน : Thermogravimetric/differential thermal analysis (TG/DTA)

6. ศึกษาการทำไซดิวให้บริสุทธิ์ด้วยการดูดซับโดยใช้ตัวดูดซับชนิดต่างๆ ได้แก่ ซิลิกาเจล (silica gel) อะลูมินา (alumina) เบนโทไนต์ (bentonite) ดินฟอกสี (bleaching earth, BCE) และไฮโดร-ทัลไซต์ (Mg-Al LDH, HTC)

7. ศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการทำไซดิวให้บริสุทธิ์ด้วยการดูดซับ โดยตัวแปรที่ศึกษาได้แก่

- ชนิดของตัวดูดซับ
- ปริมาณตัวดูดซับในช่วง 10-40% โดยน้ำหนัก
- อุณหภูมิในช่วง 100-160 องศาเซลเซียส

8. ศึกษาสมบัติทางกายภาพและเคมีของไซดิวและไซที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์ด้วยเทคนิควิเคราะห์ต่างๆ ได้แก่

- สี : Colorimetry, ASTM D1500-04a
- หมู่ฟังก์ชัน : Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)
- องค์ประกอบของธาตุ C H N และ S : Elemental analysis by combustion
- ดักรีความเป็นกึ่ง : Proton nuclear magnetic resonance spectroscopy (1H -NMR)
- ปริมาณแอมโรแมติก : Proton nuclear magnetic resonance spectroscopy (1H -NMR), UV-VIS spectroscopy
- ขนาดผลึกและดักกรีของความเป็นกึ่ง : X-ray diffraction (XRD)
- ปริมาณซัลเฟอร์ : ASTM D4294-03
- ปริมาณไนโตรเจน : ASTM D5762-05
- ปริมาณน้ำมัน : ASTM D721-06
- ความหนืดคิเนมาติก : ASTM D445
- ดัชนีหักเหแสง : ASTM D1747

- สมบัติทางอุณหภูมิจึง : Differential scanning calorimetry (DSC)
- สัณฐานวิทยา : Scanning electron microscopy (SEM)
- การสลายตัวทางความร้อน : Thermogravimetric/differential thermal analysis (TG/DTA)
- องค์ประกอบไฮโดรคาร์บอน : Gas chromatography (GC)

9. วิจัยรณั้และสรุปลผลการทดลอง เขียนรายงาน

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้วิธีที่เหมาระสมในการทำไ้ดบที่เป็นของเหลือทิ้งให้บริสุทธิ์



บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ไช (waxes) [1]

ไช คือ ของผสมหรือสารประกอบอินทรีย์ที่มีจุดหลอมเหลวต่ำมีน้ำหนักโมเลกุลสูง มีสมบัติคล้ายวัสดุเทอร์โมพลาสติก (thermoplastic) แต่การจัดเรียงตัวของโมเลกุลมีน้ำหนักโมเลกุลน้อย จึงไม่จัดอยู่ในประเภทพลาสติก สมบัติโดยทั่วไป คือ กั้นน้ำ ไม่เป็นพิษ ติดไฟได้ ไม่นำไฟฟ้า ไม่ละลายน้ำ สามารถละลายได้ในตัวทำละลายอินทรีย์

2.1.1 ชนิดไช แบ่งออกเป็น 2 ประเภท คือ

- (1) ไชธรรมชาติ (natural waxes) ได้แก่
 - (1.1) ไชที่ได้จากสัตว์ (animal waxes) เช่น ไชขี้ผึ้ง (bees wax) ไชเซลแล็ก (shellac wax) และ ไชลาโนลิน (lanolin wax)
 - (1.2) ไชที่ได้จากพืช (vegetable wax) เช่น ไชคาร์นุบา (carnauba wax) ไชแคนเดลิลา (candelilla wax) ไชเบย์เบอร์รี่ (bayberry) และ ไชปาล์ม (palm wax)
 - (1.3) ไชเกลือแร่ (mineral waxes) ได้แก่
 - ชากพืชซากสัตว์ (fossil) เช่น โอโซเคอไรต์ (ozokerite) เครซิน (ceresin)
 - ไชปิโตรเลียม (petroleum waxes) เช่น ไชพาราฟิน ไชผลึกจุลภาค และปิโตรลาตัม
- (2) ไชสังเคราะห์ (synthetic wax) เช่น ไชพอลิเอทิลีน (polyethylene wax)

2.2 ไชปิโตรเลียม

ไชปิโตรเลียมเป็นผลิตภัณฑ์ประเภทไฮโดรคาร์บอนที่ได้จากการทำไชดิบ (slack wax) ให้มีความบริสุทธิ์มากขึ้น มีลักษณะเป็นของแข็ง มีสีเหลืองอ่อนถึงขาว ไม่มีกลิ่น โปร่งแสง ไม่ละลายน้ำ แต่ละลายได้ในตัวทำละลายจำพวก อีเทอร์ (ether), เบนซีน (benzene) และ เอสเทอร์ (ester) โดยทั่วไปมีสูตรโครงสร้างเคมี คือ $C_{2n}H_{2n+2}$

2.2.1 กระบวนการผลิตไชดิบ [2]

สารหล่อลื่นในอดีตอาจเป็นน้ำมันที่ได้จากพืชหรือน้ำมันจากสัตว์ เช่น น้ำมันปาล์ม น้ำมันมะพร้าว น้ำมันหมู และที่นิยมใช้มากที่สุดคือ ไชวาฟ น้ำมันกลุ่มนี้จะมีราคาถูก หาง่าย แต่ยังมี

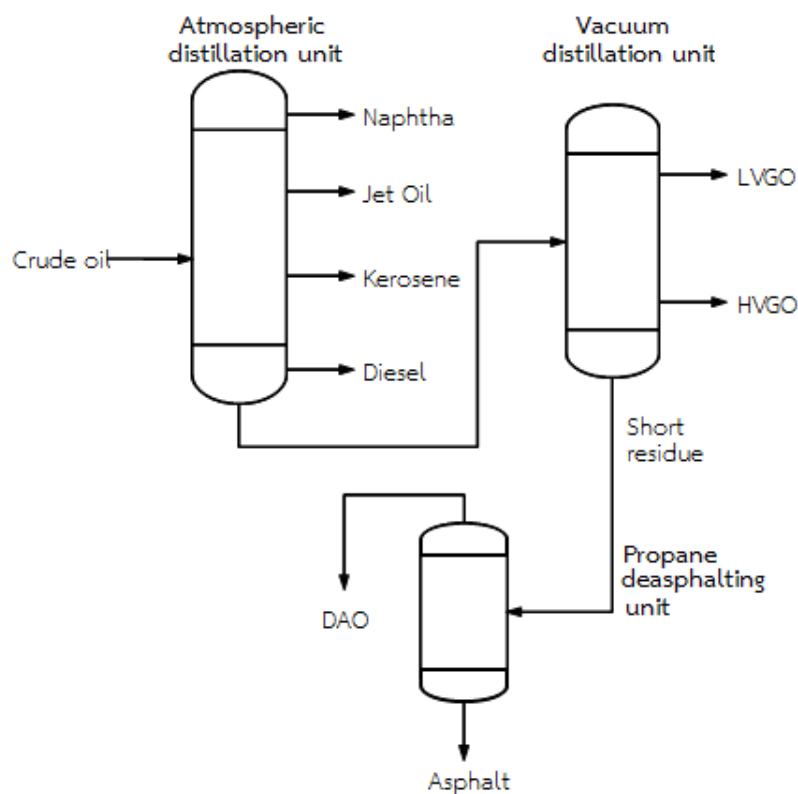
ประสิทธิภาพและขอบเขตการใช้งานที่จำกัด ต่อมาเกิดการค้นพบน้ำมันดิบและผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียม น้ำมันพื้นฐาน (base oil) จากปิโตรเลียมจึงถูกนำมาใช้ ซึ่งได้มาจากการกลั่นแยกปิโตรเลียมในหอกลั่นสุญญากาศ มีลักษณะเป็นไฮโดรคาร์บอนเหลว น้ำมันหล่อลื่นสำเร็จรูปส่วนใหญ่จะผลิตจากน้ำมันพื้นฐานจากปิโตรเลียม (80-98% โดยปริมาตร) เพราะมีคุณภาพดีและราคาถูก มีส่วนน้อยที่จะมาจากน้ำมันสังเคราะห์ (2-20% โดยปริมาตร) ซึ่งเป็นสารสังเคราะห์ประเภทปิโตรเคมี ที่มีคุณสมบัติพิเศษแต่ราคาแพง

น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานสามารถแบ่งตามชนิดของน้ำมันดิบที่ใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตได้เป็น 2 ประเภท ได้แก่ น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานจากน้ำมันดิบฐานพาราฟินิก (paraffinic base oil) และน้ำมันดิบฐานแนฟธิก (naphthenic base oil) ในกรณีน้ำมันดิบฐานพาราฟินิก กล่าวคือน้ำมันดิบส่วนใหญ่ประกอบด้วยนอร์มัลพาราฟินและไอโซพาราฟิน มีค่าดัชนีความหนืดสูง ปริมาณไฮพาราฟินมากซึ่งมีจุดหลอมเหลวสูง ทำให้สามารถอยู่ในรูปของแข็งได้เมื่ออยู่ในอุณหภูมิต่ำ จึงต้องนำมาแยกไขออก (dewaxing) เพื่อลดจุดไหลเทและปรับปรุงสมบัติการไหลของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน ขณะที่น้ำมันดิบฐานแนฟธิก ผลิตจากน้ำมันดิบที่ประกอบด้วยไฮโคลพาราฟินและแอโรแมติกปริมาณสูง โดยทั่วไปจะเป็นของเหลวที่อุณหภูมิต่ำได้โดยไม่ต้องมีการแยกไขออก มีจุดไหลเทต่ำและค่าดัชนีความหนืดปานกลางถึงต่ำ ซึ่งน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานเหล่านี้จะให้สารหล่อลื่นที่มีสมบัติต่างกันตามความต้องการการใช้งาน

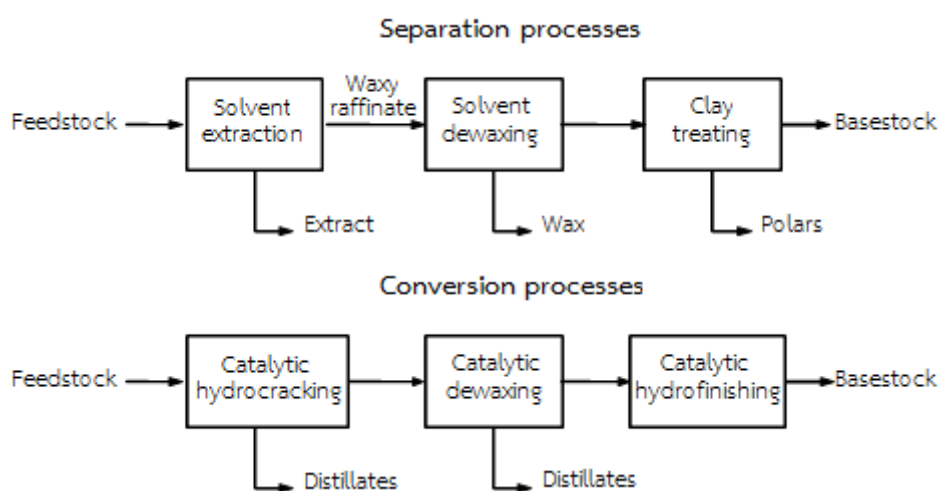
การกลั่นน้ำมันปิโตรเลียมจากหอกลั่นบรรยากาศซึ่งทำการกลั่นแยกประเภทน้ำมันเชื้อเพลิงที่มีจุดเดือดต่ำ และจะได้กากส่วนที่เหลือจากหอกลั่นบรรยากาศ (long residue) มีช่วงจุดเดือดระหว่าง 600-1100 F ซึ่งเป็นวัตถุดิบสำหรับการผลิตน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน จะถูกส่งไปกลั่นต่อที่หอกลั่นสุญญากาศต่อไป แยกได้เป็นส่วนแก๊สออลส์สุญญากาศออกเป็นส่วนๆตามค่าความหนืดหรือความข้นใสของน้ำมัน และกากส่วนที่เหลือจากหอกลั่นสุญญากาศ (short residue) (รูปที่ 2.1) กากส่วนนี้จะใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตน้ำมันเครื่องประเภทที่ชั้นมากๆ (bright stock) โดยจะต้องแยกส่วนยางมะตอย (asphalt) ออกด้วยตัวทำละลายโพรเพน (propane) สารประกอบยางมะตอยจะไม่ละลาย และแยกตัวออก ทำให้ได้น้ำมันที่ปราศจากยางมะตอย (deasphalted oil, DAO)

หลังจากนั้นจะต้องนำมาปรับปรุงคุณภาพต่อไป กระบวนการที่ใช้คือ การสกัดสารแอโรแมติกออกด้วยตัวทำละลาย (solvent extraction) เช่น เฟอร์ฟูรัล (furfural) หรือกระบวนการเปลี่ยนโครงสร้าง ดังรูปที่ 2.2 แสดงการเปรียบเทียบของกระบวนการการสกัดแยกและกระบวนการเปลี่ยนโครงสร้าง สำหรับกระบวนการสกัดแยกเป็นเทคโนโลยีที่นำมาใช้ในการผลิตน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานพาราฟินิกมากถึง 75% เนื่องจากกระบวนการไม่มีความซับซ้อน ต้นทุนต่ำ ดำเนินการง่าย และที่สำคัญไม่มีปฏิกิริยาเคมีเกี่ยวข้องในกระบวนการ ทำให้สมบัติของสารหล่อลื่นที่ผลิตด้วยวิธีนี้จะยังคงเดิม ส่วนโรงงานที่เหลืออีก 25% ใช้เทคโนโลยีการเปลี่ยนโครงสร้างด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา

ในกรณีนี้สมบัติของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานสุดท้ายอาจมีการเปลี่ยนแปลงไป เนื่องจากมีปฏิกิริยาเข้ามาเกี่ยวข้องกับโมเลกุล แต่กระบวนการนี้มีข้อดีที่สำคัญคือ แม้ว่าจะใช้วัตถุดิบตั้งต้นที่ต่างประเภทกัน แต่สารหล่อลื่นที่ผลิตได้จะมีสมบัติที่คล้ายคลึงกันมาก



รูปที่ 2.1 แผนผังการกลั่นน้ำมันดิบกับหน่วยการเตรียมวัตถุดิบน้ำมันหล่อลื่น [3]



รูปที่ 2.2 กระบวนการสกัดแยกด้วยตัวทำละลาย (separation process) และการเปลี่ยนโครงสร้าง (conversion process) สำหรับการผลิตน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน [3]

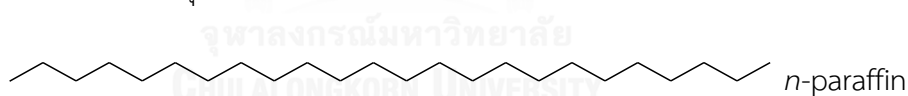
ไซปิโตรเลียมที่เป็นผลพลอยได้จากกระบวนการแยกไขออกจากน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน (รูปที่ 2.2) เพื่อลดจุดไหลเทให้ต่ำลง ไขที่แยกได้จะตกผลึกออกมาเมื่อทำให้เย็นลงเรียกว่า ไขดิบ ซึ่งส่วนใหญ่ประกอบด้วยสารพาราฟินโมเลกุลใหญ่ๆ และยังมีปริมาณน้ำมันอยู่มาก อย่างไรก็ตามไขดิบที่ได้จากน้ำมันหนักนั้นย่อมมีสิ่งปนเปื้อนอื่นๆ เช่น สารประกอบของซัลเฟอร์, ออกซิเจน, ไนโตรเจน และสารแอมติกโมเลกุลใหญ่ ในการเพิ่มมูลค่าของไขดิบจึงต้องมีการทำไขดิบให้มีความบริสุทธิ์มากขึ้น และแยกองค์ประกอบของไขที่มีโครงสร้างและสมบัติทางเคมีและกายภาพที่ต่างกัน เพื่อนำไปใช้ประโยชน์ที่หลากหลายต่อไป

2.2.2 องค์ประกอบของไขดิบ [4]

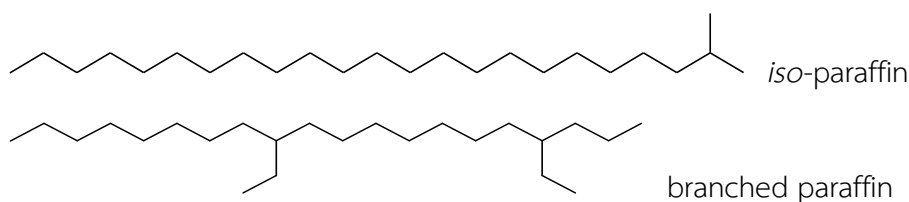
ไขดิบเป็นผลพลอยได้จากกระบวนการผลิตน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานจากน้ำมันปิโตรเลียม ซึ่งวัตถุประสงค์สำหรับการผลิตน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานคือ กากที่เหลือจากการกลั่นน้ำมันดิบทำให้ไขดิบมีองค์ประกอบของไฮโดรคาร์บอนโมเลกุลใหญ่เป็นหลัก นอกจากนี้ลักษณะและองค์ประกอบของไขดิบมีความแตกต่างกันขึ้นกับแหล่งที่มาและประเภทของน้ำมันดิบตั้งต้น โดยทั่วไปองค์ประกอบของไขดิบจำแนกได้ดังต่อไปนี้

(1) สารประกอบไฮโดรคาร์บอน

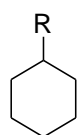
- พาราฟินโซ่ตรง (*n*-paraffin or *n*-alkane) เป็นไฮโดรคาร์บอนที่มีโครงสร้างเป็นเส้นตรง มีสูตรโครงสร้างทั่วไป คือ C_nH_{2n+2} มีจำนวนอะตอมคาร์บอนอยู่ระหว่าง 18-86 อะตอมต่อโมเลกุล



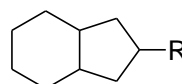
- ไอโซพาราฟิน และพาราฟินแบบกิ่ง (*iso*-paraffin and branched paraffins) มีสูตรโครงสร้างทั่วไป คือ C_nH_{2n+2} มีจำนวนอะตอมคาร์บอนอยู่ระหว่าง 18-86 อะตอมต่อโมเลกุล ไอโซพาราฟิน คือ ไฮโดรคาร์บอนที่มีหมู่เมทิลอยู่ที่คาร์บอนอะตอมที่ 2 ของโมเลกุล ซึ่งจะมีอยู่มากในไข ส่วนพาราฟินแบบโซ่กิ่งจะมีหมู่แอลคิล (alkyl) เกาะอยู่ที่คาร์บอนอะตอมที่ลึกเข้าไป มักจะพบแบบที่มีหมู่เมทิลหนึ่งหมู่อยู่ที่คาร์บอนอะตอมตำแหน่งที่ 3 และ 4 ของโมเลกุล



- ไซโคลพาราฟิน หรือแนฟทีน (cycloparaffins or naphthene) มีสูตรโครงสร้างทั่วไปคือ C_nH_{2n} ส่วนใหญ่มักพบไซโคลพาราฟินที่มีหมู่แอลคิลสองหมู่หรือมากกว่า ทั้งนี้อาจพบพาราฟินที่มีวงแหวน 2 วง ซึ่งมีทั้งประเภทวงแหวนทั้งสองต่อดัดกันโดยตรง หรือวงแหวนสองวงต่อกันผ่านพาราฟินโซ่ตรง (paraffin chain)

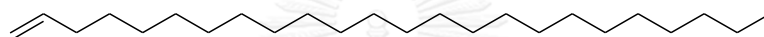


alkyl cyclohexane



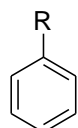
bicycloparaffin

- โอเลฟิน (olefin) เป็นไฮโดรคาร์บอนไม่อิ่มตัว (unsaturated hydrocarbon) คาร์บอน 2 อะตอมต่อกันด้วยพันธะคู่ มีสูตรโครงสร้างทั่วไปคือ C_nH_{2n}

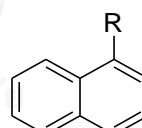


olefin

- แอโรแมติก (aromatic) เป็นไฮโดรคาร์บอนที่มีโครงสร้างแบบวงยึดต่อกันด้วยพันธะคู่และพันธะเดี่ยวสลับกัน มีสูตรโครงสร้างทั่วไปคือ C_nH_{2n-2} มีหนึ่งวงแหวนหรือมากกว่าก็ได้ นอกจากนี้อาจพบแอโรแมติกที่ต่อกับหมู่แอลคิล ซึ่งมักพบที่ตำแหน่ง 1,3 หรือ 1,3,4 (1,3 dialkyl and 1,3,4 trialkyl benzene) เนื่องจากมีเสถียรภาพสูง



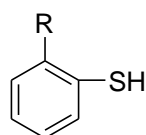
alkyl benzene



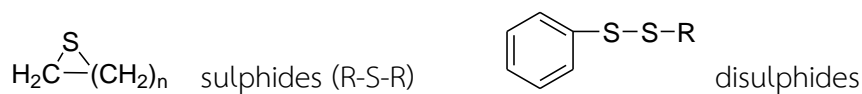
alkyl naphthalene

(2) สารประกอบที่เป็นสิ่งปนเปื้อน (impurities) มักมีปริมาณไม่มาก แต่ส่งผลต่อคุณภาพของไฮโดรเจนและเป็นปัจจัยสำคัญในการกำหนดกระบวนการในการกำจัดสิ่งปนเปื้อนเหล่านี้

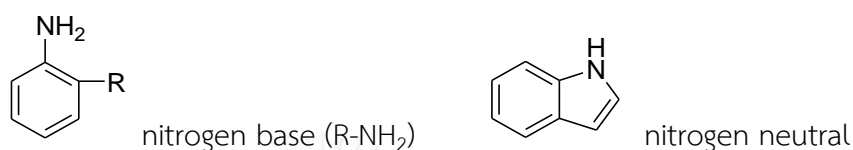
- สารประกอบซัลเฟอร์ (sulfur compounds) ในไฮโดรเจนมักพบปริมาณซัลเฟอร์ตั้งแต่ 0.04-5% โดยน้ำหนัก แบ่งได้เป็น พวกที่มีฤทธิ์กัดกร่อน คือ เมอร์แคปแทน (mercaptans) หากหมู่แทนที่เป็นหมู่แอลคิลขนาดเล็กจะทำให้มีฤทธิ์กัดกร่อนมาก ส่วนพวกที่ไม่มีฤทธิ์กัดกร่อน คือ เมอร์แคปแทนที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง



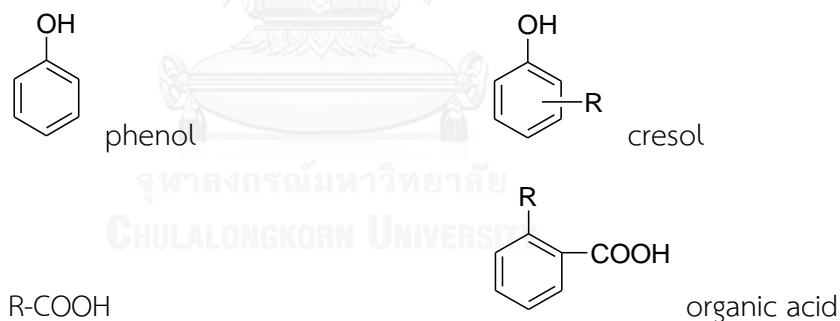
mercaptans (R-S-H)



- สารประกอบไนโตรเจน (nitrogen compounds) สามารถพบได้ทั้งสารประกอบไนโตรเจนที่เป็นเบส (nitrogen base) ซึ่งมักทำให้ไขเปลี่ยนเป็นสีคล้ำขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่อมีสารพวกฟีนอลปนอยู่ด้วย และสารประกอบไนโตรเจนที่เป็นกลาง (nitrogen neutral)



- สารประกอบออกซิเจน (oxygen compounds) มักพบในปริมาณประมาณ 0.5% โดยน้ำหนัก มีโครงสร้างที่หลากหลาย ได้แก่ ฟีนอล (phenol) ครีซอล (cresol) สารพวกนี้จะทำให้สีของไขเข้มขึ้นได้ง่าย นอกจากนี้ยังพบกรดอินทรีย์ต่างๆ เอสเทอร์ เอมีน คีโตน แต่พบในปริมาณที่น้อยมาก

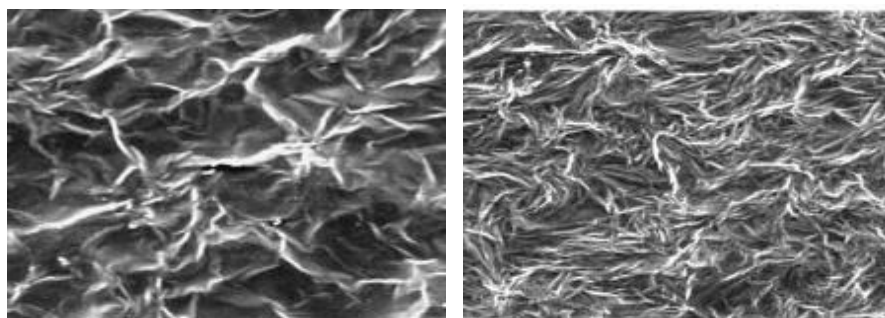


2.2.3 การจำแนกไฮปิโตรเลียม [5, 6] สามารถแบ่งได้เป็น 2 กลุ่มใหญ่ ดังนี้

- (1) การจำแนกตามโครงสร้างโมเลกุลและน้ำหนักโมเลกุลเป็น 3 ประเภทดังนี้

- (1.1) ไฮพาราฟิน ประกอบด้วยนอร์มอลพาราฟิน (*n*-paraffins) เป็นส่วนใหญ่ มีจำนวนอะตอมคาร์บอนอยู่ระหว่าง 18-40 อะตอมต่อโมเลกุล และมีไอโซพาราฟิน (*iso*-paraffins) เพียงเล็กน้อย รูปร่างของผลึกจะมีลักษณะเป็นแบบเข็ม (needle) หรือแบบแผ่น (plate) ขนาดใหญ่ (macrocrystals) มักแยกได้จากส่วนของน้ำมันหล่อลื่นเบา (light lubricating oil)

- (1.2) ไชผลึกจุลภาค ประกอบด้วยไอโซพาราฟิน และไซโคลพาราฟิน (cycloparaffins) เป็นส่วนใหญ่ โครงสร้างผลึกมีความเป็นกึ่งมากขึ้นและมีสายโซ่คาร์บอนยาวขึ้น น้ำหนักโมเลกุลสูง มีจำนวนอะตอมคาร์บอนอยู่ระหว่าง 26-85 อะตอมต่อโมเลกุล จะมีผลึกขนาดเล็ก (microcrystals) เป็นอสัณฐาน (amorphous) แยกได้จากส่วนของปิโตรเลียมหนัก (heavy distillates) และกากที่เหลือ (residues)
- (1.3) ปิโตรลาตัม เป็นสารผสมของไฮโดรคาร์บอนที่มีลักษณะกึ่งแข็ง เนื่องจากยังมีปริมาณน้ำมันอยู่มาก ส่วนใหญ่ประกอบด้วยไอโซพาราฟินที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง และมักจะมีไซโคลพาราฟินกับแอโรแมติกไฮโดรคาร์บอนเกาะอยู่ ทำให้มีโครงสร้างของผลึกเป็นอสัณฐานและมีปริมาณผลึกน้อยกว่า 25% มีจำนวนอะตอมคาร์บอนมากกว่า 26 อะตอมต่อโมเลกุล แยกได้จากส่วนของน้ำมันเครื่องประเภทที่ชั้นมากๆ (bright stock) ลักษณะที่แตกต่างจากไชผลึกจุลภาคคือ ปิโตรลาตัมจะอ่อนกว่า และไชผลึกจุลภาคจะแข็งและเปราะกว่า
- (2) การจำแนกตามข้อกำหนดมาตรฐาน TAPPI-ASTM equation [7] ซึ่งพิจารณาค่าดัชนีหักเหแสง (refractive index, RI) ที่วัดได้จากเครื่องมือเทียบกับค่าดัชนีหักเหแสงที่ได้จากสมการ (RI_{cal}) และค่าความหนืด (viscosity) โดยค่าดัชนีหักเหแสงสามารถคำนวณได้จากสมการที่
- (2.1)
- $$n_D^{210 F} = (0.0001943 \times t) + 1.3994 \quad \dots\dots\dots(2.1)$$
- เมื่อ t คืออุณหภูมิที่ไชเริ่มแข็งตัวเป็นวุ้น (congealing point temperature) ในหน่วยองศาฟาเรนไฮต์ (°F) มาตรฐานนี้สามารถแบ่งไชได้เป็น 3 ประเภทดังนี้
- (2.1) ไชพาราฟิน: ค่าดัชนีหักเหแสงที่วัดได้มีค่าน้อยกว่าดัชนีหักเหแสงที่คำนวณได้จากสมการ และมีความหนืดที่ 210 องศาฟาเรนไฮต์ น้อยกว่า 7.4 เซนติสโตรก (cSt)
- (2.2) ไชกึ่งผลึกจุลภาค (semi-microcrystalline wax): ค่าดัชนีหักเหแสงที่วัดได้มีค่ามากกว่าดัชนีหักเหแสงที่คำนวณได้จากสมการ และมีความหนืดที่ 210 องศาฟาเรนไฮต์ น้อยกว่า 10 เซนติสโตรก
- (2.3) ไชผลึกจุลภาค: ค่าดัชนีหักเหแสงที่วัดได้มีค่ามากกว่าดัชนีหักเหแสงที่คำนวณได้จากสมการ และมีความหนืดที่ 210 องศาฟาเรนไฮต์ มากกว่าหรือเท่ากับ 10 เซนติสโตรก



Macrocrystals

Microcrystals

รูปที่ 2.3 ผลึกแบบเข็มของโพลิพาราฟินและโพลิผลึกจุลภาค [8]

โดยทั่วไปโพลิที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์จะประกอบไปด้วย 2 ส่วนใหญ่ๆ คือ ส่วนที่เป็นผลึก (crystalline phase) แสดงถึงอะตอมหรือโมเลกุลโพลิมีการจัดตัวกันเป็นระเบียบ มีรูปร่างแน่นอน มักจะประกอบด้วยนอร์มอลพาราฟิน และส่วนที่เป็นอสัณฐาน (amorphous phase) แสดงถึงโพลิมีองค์ประกอบของไอโซพาราฟิน โพลิโคลพาราฟินหรือน้ำมันเป็นจำนวนมาก ทำให้หน่วยเซลล์ (unit cell) ของโพลิมีรูปร่างไม่แน่นอน

2.2.4 สมบัติทางกายภาพและเคมีของโพลิโพรพิลีน

- ความสามารถในการละลาย (solubility) จะมีความสัมพันธ์กับจุดหลอมเหลว (melting point) หากโพลิมีจุดหลอมเหลวสูงจะละลายได้น้อยที่อุณหภูมิห้อง และสามารถละลายได้มากขึ้นในตัวทำละลายที่อุณหภูมิสูงกว่าจุดหลอมเหลวของโพลิ ทั้งโพลิพาราฟินและโพลิผลึกจุลภาคสามารถละลายได้ในตัวทำละลายอินทรีย์ที่ไม่มีขั้ว เช่น คาร์บอนไดซัลไฟด์ (carbon disulfide), เบนซีน, โพลิโคลเฮกเซน (cyclohexane) เป็นต้น
- ดัชนีหักเห (refractive index) จะแปรผันตรงกับจุดหลอมเหลวของโพลิ กล่าวคือค่าดัชนีหักเหของโพลิจะมีค่ามากขึ้นเมื่อโพลิมีจุดหลอมเหลวที่มากขึ้น

ความสัมพันธ์ระหว่างดัชนีหักเหและจุดหลอมเหลวของนอร์มอลพาราฟิน คำนวณได้ดังนี้

$$n_D^{60C} = (0.0004275 \times \text{m.p.}) + 1.4113 \quad \dots\dots\dots(2.2)$$

เมื่อ n_D^{60C} คือ ค่าดัชนีหักเหแสง sodium D-line ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส
m.p. คือ จุดหลอมเหลว ในหน่วยองศาเซลเซียส ($^{\circ}\text{C}$)

ทั้งนี้ค่าดัชนีหักเหของโพลิผลึกจุลภาคและโพลิโพรพิลีนจะมีความสูงกว่าโพลิพาราฟิน ที่มีจุดหลอมเหลวเท่ากัน ประมาณ 0.0050-0.0200

ตารางที่ 2.1 สมบัติโดยทั่วไปของไขปิโตรเลียม [9]

	Paraffin	Microcrystalline
Flash point (°C)	204 Min	260 Min
Viscosity at 210 °F (cSt)	4.2-7.4	10.2-25
Melting point (°C)	46-68	60-93
Refractive index at 100 °C	1.430-1.433	1.435-1.445
Average molecular weight	350-420	600-800
C Atoms per molecule	20-36	30-75
Penetration (1/10 mm)	15-22	20-50
Physical aspects	Crystalline Friable	Ductile plastic to Tough-brittle

2.2.5 ประโยชน์ของไขปิโตรเลียม [10]

- ผลิตภัณฑ์ไข (candles) ประกอบด้วยไขพาราฟินกับไขจากพืชหรือสัตว์ และกรดสเตียริก (stearic acid)
- เคลือบกระดาษ เสื้อผ้าต่างๆ เพื่อใช้เป็นวัสดุในการห่อหุ้มที่กันน้ำได้ (waterproof) โดยใช้ไขผสมที่ประกอบด้วยไขพาราฟินที่มีปริมาณไขผลึกจุลภาคต่ำ
- กล่องแบบพับได้ (folding cartons) มักเคลือบด้วยไขผสมกับพอลิเมอร์มากกว่า 10% ถูกเรียกว่า hot melt เมื่อนำไปเคลือบผิวจะมีลักษณะคล้ายพลาสติกยืดหยุ่น (flexible plastic-like coating) สามารถกันไอน้ำซึมผ่านได้ดีกว่าพลาสติก ใช้เป็นกล่องบรรจุอาหารต่างๆ ผักแช่แข็ง ไอศกรีม เนย เป็นต้น
- ผลิตภัณฑ์ขัดเงา (polishes) ประกอบด้วยไขพาราฟิน ไขผลึกจุลภาค ไขจากพืชและสัตว์ และตัวทำละลาย การผสมไขพาราฟินเป็นการเพิ่มเนื้อของผลิตภัณฑ์และทำให้มีจุดหลอมเหลวต่ำลง และไขผลึกจุลภาคทำให้ผิวเรียบ
- ในอุตสาหกรรมยาง (rubber industry) มีการผสมไขลงไป เพื่อป้องกันผิวยางแตก
- ในอุตสาหกรรมเครื่องสำอางและยา โดยใช้ผสมในครีม โลชั่นต่างๆ ลิปสติก เป็นต้น เพื่อบำรุงผิวพรรณ เพิ่มความชุ่มชื้น ลดความหยابกร้านของผิว นอกจากนี้ยังเป็นส่วนผสมในยาหม่อง

2.3 กระบวนการแยกไขให้บริสุทธิ์

การทำไขดิบให้บริสุทธิ์สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 กลุ่มใหญ่ ดังต่อไปนี้

2.3.1 การทำไขดิบให้บริสุทธิ์ด้วยตัวทำละลาย (solvent) สามารถแบ่งได้เป็น กระบวนการต่างๆ ดังนี้

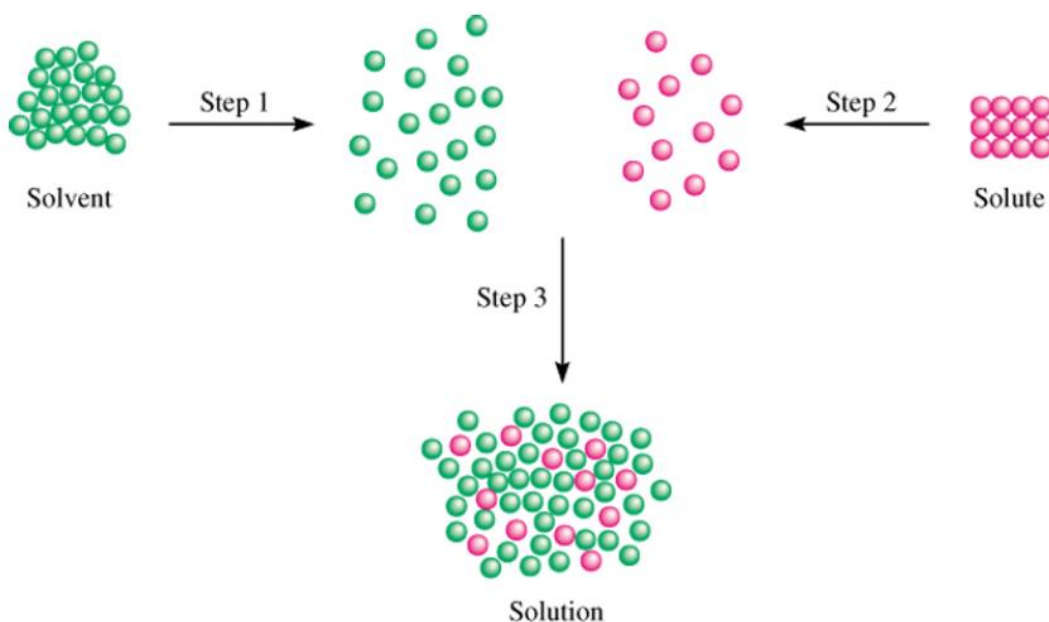
- (1) การตกผลึก (crystallization)
- (2) การสกัดด้วยตัวทำละลาย (solvent extraction)

กระบวนการทั้งสองจะประกอบด้วยสองส่วนหลักคือ สารที่มีปริมาณมากกว่าเรียกว่า ตัวทำละลาย ทำหน้าที่เป็นตัวกลาง ทำให้มีความสามารถในการละลายสารต่างๆ ได้ และอีกส่วนหนึ่งเรียกว่า ตัวถูกละลาย (solute) ในที่นี้คือ ไขดิบ ซึ่งเป็นสารที่จะถูกละลายและกระจายในตัวทำละลายโดยไม่ทำปฏิกิริยาต่อกัน เมื่อสารทั้งสองถูกผสมรวมเป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneous) จะถูกเรียกว่า สารละลาย (solution)

2.3.1.1 กลไกการละลายประกอบด้วยอันตรกิริยา 3 แบบ ได้แก่

- (1) อันตรกิริยาระหว่างตัวทำละลาย (solvent-solvent interaction) โมเลกุลของตัวทำละลายต้องกระจายแยกออกจากกัน เพื่อให้เกิดช่องว่างสำหรับโมเลกุลของตัวถูกละลายเข้าแทรก
- (2) อันตรกิริยาระหว่างตัวถูกละลาย (solute-solute interaction) โมเลกุลของตัวถูกละลายต้องกระจายแยกออกจากกัน เพื่อให้โมเลกุลของตัวทำละลายเข้าล้อมรอบ
- (3) อันตรกิริยาระหว่างตัวทำละลาย-ตัวถูกละลาย (solvent-solute interaction)
 - ตัวทำละลายมีขั้ว (polar solvents) ค่าการละลายจะขึ้นกับความเป็นขั้ว (polarity) ของตัวทำละลาย นั่นคือไดโพลโมเมนต์ (dipole moment) และความสามารถของตัวถูกละลายที่จะเกิดพันธะไฮโดรเจน (hydrogen bond) กับตัวทำละลาย โดยตัวถูกละลายมีขั้วจะสามารถละลายได้ในตัวทำละลายที่มีขั้วเช่นกัน
 - ตัวทำละลายไม่มีขั้ว (nonpolar solvents) สามารถละลายตัวถูกละลายพวกที่ไม่มีขั้วได้ โดยเกิดแรงแวนเดอร์วาลส์-ลอนดอน (Van Der Waals-London forces) ซึ่งเป็นแบบดึงดูดแบบอ่อน
 - ตัวทำละลายกึ่งมีขั้ว (semipolar solvents) เช่น คีโตน (ketone) สามารถเหนี่ยวนำโมเลกุลของตัวถูกละลายที่ไม่มีขั้วให้เกิดความเป็นขั้ว (polarized) ได้ระดับหนึ่ง ทำให้สามารถละลายในตัวทำละลายนี้ได้

การละลายจะเกิดขึ้นเมื่ออันตรกิริยาระหว่างตัวทำละลายและตัวถูกละลายจะต้องมีมากกว่าอันตรกิริยาภายในโมเลกุลตัวทำละลายและอันตรกิริยาภายในโมเลกุลตัวถูกละลาย



รูปที่ 2.4 กลไกของการละลาย [11]

2.3.1.2 ความสามารถในการละลายของไซในตัวทำละลาย ขึ้นกับปัจจัยดังต่อไปนี้

- (1) ชนิดของไซ ความสามารถในการละลายของไซจะต่ำลง เมื่อไซมีน้ำหนักโมเลกุล และจุดหลอมเหลวที่สูงขึ้น
- (2) ชนิดและสมบัติของตัวทำละลาย ไซสามารถละลายได้ดีในตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนและไฮโดรคาร์บอนที่มีหมู่ฮาโลเจนแทนที่ (halogen-substituted hydrocarbon) ซึ่งเป็นตัวทำละลายไม่มีขั้ว และการละลายจะต่ำลงเมื่อตัวทำละลายมีความหนืดสูง
- (3) อุณหภูมิ ไซสามารถละลายได้ดีขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิสูงขึ้น และการใช้อุณหภูมิที่สูงกว่าจุดหลอมเหลวของไซจะทำให้ไซผสมกับตัวทำละลายได้อย่างสมบูรณ์

2.3.2 การทำไซดิบให้บริสุทธิ์ด้วยตัวดูดซับ (adsorbent) กระบวนการนี้ถูกเรียกว่า การดูดซับ (adsorption) ซึ่งรายละเอียดอธิบายไว้ในหัวข้อที่ 2.6

2.4 การตกผลึก (crystallization)

การตกผลึกด้วยตัวทำละลาย เป็นการแยกองค์ประกอบในโซลิวชัน โดยอาศัยความสามารถในการละลายที่แตกต่างกันของแต่ละองค์ประกอบในตัวทำละลาย ณ อุณหภูมิที่กำหนด โดยองค์ประกอบที่ละลายในตัวทำละลายนั้นได้น้อยกว่าจะตกผลึกมาก่อน

2.4.1 ขั้นตอนการตกผลึก ทำได้ดังนี้

- เจือจางโซลิวชัน โดยทำการละลายโซลิวชันด้วยตัวทำละลายที่เหมาะสมที่อุณหภูมิสูง
- เมื่อลดอุณหภูมิสารละลายลง จะเกิดการก่อผลึกของโซลิวชัน ขณะที่สิ่งปนเปื้อนยังคงละลายอยู่ในสารละลาย
- กรองแยกผลึกของโซลิวชันออกจากสารละลาย (filtration) จะได้โซลิวชันที่บริสุทธิ์ และของเหลวที่ผ่านการกรอง (filtrate)
- แยกตัวทำละลายออก เพื่อนำตัวทำละลายกลับมาใช้ใหม่ (solvent recovery)

2.4.2 การเลือกตัวทำละลายในการตกผลึก

การเลือกตัวทำละลายที่เหมาะสมในการตกผลึก ถือเป็นขั้นตอนสำคัญที่สุด โดยทั่วไปการเลือกตัวทำละลายพิจารณาโดยใช้หลักที่ว่า สารที่มีแรงกระทำระหว่างโมเลกุล (intermolecular forces) คล้ายคลึงกันย่อมจะละลายกันได้ (like dissolves like) ถ้าองค์ประกอบที่ต้องการแยกมีสภาพขั้วสูงควรเลือกใช้ตัวทำละลายที่มีขั้วสูง ซึ่งจะเกิดการละลายกันได้ดี และหากองค์ประกอบที่ต้องการแยกมีสภาพขั้วต่ำก็ควรเลือกใช้ตัวทำละลายที่มีขั้วต่ำเช่นกัน หลักเกณฑ์พื้นฐานในการเลือกตัวทำละลาย คือการพิจารณาจากสภาพขั้ว (polarity) ของตัวทำละลายดังแสดงในตารางที่ 2.2 และตัวทำละลายที่เหมาะสมควรมีสมบัติดังนี้

- สามารถละลายโซลิวชันที่ต้องการทำให้บริสุทธิ์ได้มากขณะร้อน และที่อุณหภูมิการแยกสามารถทำให้โซลิวชันตกผลึกได้ นอกจากนี้ควรละลายสิ่งปนเปื้อนได้ดีทั้งขณะร้อนและเย็น
- ต้องไม่ทำปฏิกิริยากับสารที่จะตกผลึก
- มีจุดเดือดต่ำหรือปานกลาง เพื่อกำจัดออกได้ง่ายในขั้นตอนทำให้ผลึกแห้ง
- มีความเป็นพิษต่ำ ไม่กัดกร่อน หาง่ายและราคาถูก

2.4.3 ระบบตัวทำละลาย

ในกรณีที่ไม่สามารถหาตัวทำละลายเพื่อตกผลึกสารชนิดใดชนิดหนึ่งได้ จำเป็นต้องใช้ตัวทำละลายอื่นร่วม ดังนั้นการใช้ตัวทำละลายสามารถแบ่งได้เป็น 2 กลุ่มดังนี้

- (1) ตัวทำละลายเดี่ยว (single solvent) เป็นการใช้ตัวทำละลายชนิดเดียวในการตกผลึกไข
- (2) ตัวทำละลายผสม (mixed solvent) ซึ่งโดยทั่วไปมักใช้ตัวทำละลายสองชนิดผสมกัน (binary solvent mixture) ในอัตราส่วนที่เหมาะสม ตัวทำละลายทั้งสองต้องละลายเป็นเนื้อเดียวกันได้ดี โดยตัวทำละลายชนิดหนึ่งละลายไขที่จะตกผลึกได้ดี ส่วนตัวทำละลายอีกชนิดหนึ่งละลายไขที่จะตกผลึกได้น้อยมากหรือไม่ละลายเลย

ตารางที่ 2.2 สภาพขั้วของตัวทำละลายกลุ่มต่างๆ

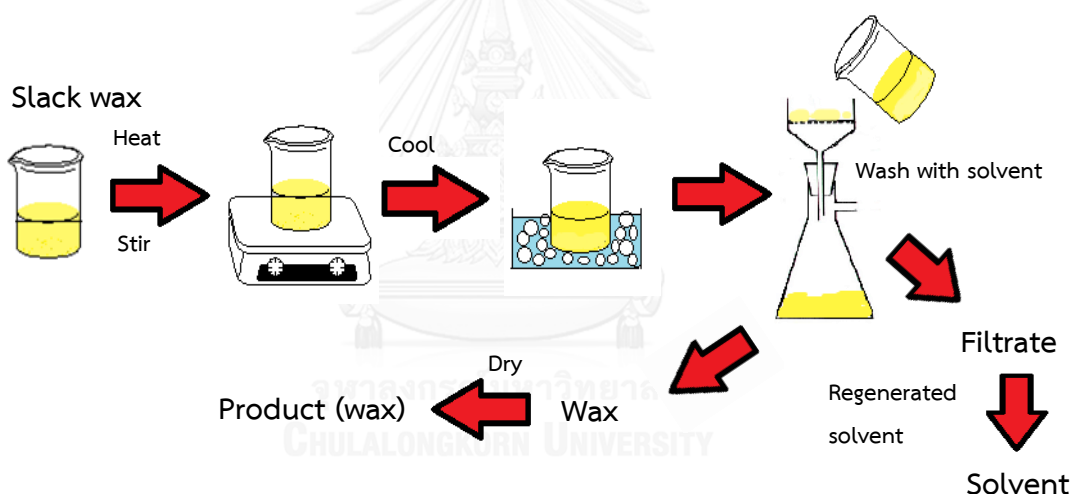
สภาพขั้ว	สูตรทางเคมี	ประเภทของสาร	ตัวทำละลาย	ดัชนีสภาพขั้ว
ไม่มีขั้ว ↓	R-H	แอลเคน	เฮปเทน	0.0
	Ar-H	แอโรแมติก	โทลูอิน	2.4
	R-O-R	อีเทอร์	ไดเอทิลอีเทอร์	2.8
	R-X	แอลคิลเฮไลด์	คลอโรฟอร์ม	4.1
	R-COOR	เอสเทอร์	เอทิลแอสีเทต	4.4
	R-CO-R	แอลดีไฮด์ คีโตน	เมทิลเอทิลคีโตน	4.7
	R-NH ₂	เอมีน	ไพรีดีน	5.3
	R-OH	แอลกอฮอล์	เอทานอล	5.2
	R-COOH	กรดคาร์บอกซิลิก	กรดแอสีติก	6.2
	มีขั้ว	R-CONH ₂	เอไมด์	ไดเมทิลแอสีทาไมด์

2.4.4 ปัจจัยที่ส่งผลต่อการตกผลึกไข

ประสิทธิภาพของการตกผลึกขึ้นกับรูปร่างและขนาดของผลึกไข (wax crystal) ซึ่งมีผลต่อการกรอง กล่าวคือผลึกแบบแผ่นที่มีขนาดใหญ่ จะสามารถกรองได้ง่ายและให้อัตรากการกรองที่มากกว่าผลึกที่มีขนาดเล็กแบบเข็ม เนื่องจากผลึกขนาดเล็กจะดูดซับน้ำมันหรือสิ่งปนเปื้อนไว้ได้มาก และยอมให้ของเหลวผ่านได้ยาก นอกจากนี้ปริมาณไขที่ตกผลึกได้ บ่งบอกถึงความสามารถในการแยกไขออกจากสิ่งปนเปื้อน ผลของประสิทธิภาพดังกล่าวขึ้นกับปัจจัยดังต่อไปนี้

- ชนิดของไข หากเป็นไขพาราฟินจะมีผลึกใหญ่ ดูดซับของเหลวได้น้อย ส่วนไขผลึกจุลภาคมีผลึกขนาดเล็ก จับตัวเป็นก้อนง่ายและดูดซับของเหลวไว้ได้มาก
- ชนิดตัวทำละลายและอัตราส่วนของตัวทำละลายต่อไข หากใช้ตัวทำละลายในปริมาณที่เหมาะสม จะทำให้ไขตกผลึกได้ดีและมีอัตราการกรองสูง
- อัตราการลดอุณหภูมิ (cooling rate) ของสารละลาย ถ้าสารละลายเย็นลงเร็วเกินไปจะเกิด shock chilling ทำให้กระทบกระเทือนผลึกไขเกิดเป็นผลึกขนาดเล็ก ทำให้มีพื้นผิวมาก ซึ่งสิ่งปนเปื้อนจะกลับมาดูดซับได้มาก
- อุณหภูมิในการตกผลึกไข (crystallization temperature) ถ้าใช้อุณหภูมิที่ต่ำลง ไขจะตกผลึกได้มากขึ้น

กระบวนการนี้เป็นการแยกและการทำให้บริสุทธิ์ที่มีประสิทธิภาพ สามารถดำเนินการได้ง่าย ไม่ซับซ้อน ไม่สิ้นเปลืองพลังงาน แต่ใช้ปริมาณตัวทำละลายค่อนข้างมาก



รูปที่ 2.5 กระบวนการตกผลึกด้วยตัวทำละลาย (crystallization process)

2.5 การสกัดด้วยตัวทำละลาย (solvent extraction)

การสกัดด้วยตัวทำละลาย เป็นการทำให้ขี้ดิบให้บริสุทธิ์ โดยอาศัยความสามารถของตัวทำละลายในการละลายสิ่งปนเปื้อน และตัวทำละลายนั้นไม่ละลายเป็นเนื้อเดียวกันกับไข จึงทำให้ของเหลวแยกออกเป็นสองชั้น เมื่อควนผสมไขและตัวทำละลายเข้าด้วยกัน พร้อมกับให้ความร้อน สารแอมโรแมติกและสิ่งปนเปื้อนมีขั้วต่างๆจะถูกสกัดด้วยตัวทำละลายและแยกชั้นออกมา เรียกชั้นของเหลวนี้ว่า ส่วนที่สกัดได้ (extract) ส่วนชั้นที่มีตัวทำละลายติดอยู่น้อยเป็นส่วนของไข เรียกว่า ส่วนที่ไม่ถูกสกัด (raffinate)

2.5.1 การเลือกตัวทำละลายในการสกัด

การเลือกใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสมเป็นปัจจัยสำคัญอย่างยิ่ง โดยพิจารณา ดังนี้

- ละลายสารที่ต้องการสกัดได้ดี
- มีจุดเดือดไม่สูงนักเพื่อให้ระเหยออกได้ง่าย
- ไม่ทำปฏิกิริยากับสารหรือตัวทำละลายอื่นที่จะใช้ร่วมกัน
- ไม่ควรติดไฟง่าย
- มีความเป็นพิษต่ำและราคาถูก

2.5.2 การเลือกละลายของตัวทำละลาย [4]

ทั้งนี้ประสิทธิภาพของตัวทำละลายจะขึ้นกับการเลือกละลาย (selectivity) แบ่งได้เป็น 2 กลุ่ม ดังนี้

(1) การเลือกละลายตามกลุ่ม (group selectivity) ความสามารถในการแยกองค์ประกอบออกตามกลุ่มสาร คือ

- พาราฟิน
- แอโรแมติก
- สารอินทรีย์ที่มีขี้
- น้ำ

กล่าวคือยิ่งสารมีลำดับของกลุ่มที่ต่างกันมาก ก็ยังแยกตัวออกจากกันได้มากขึ้น

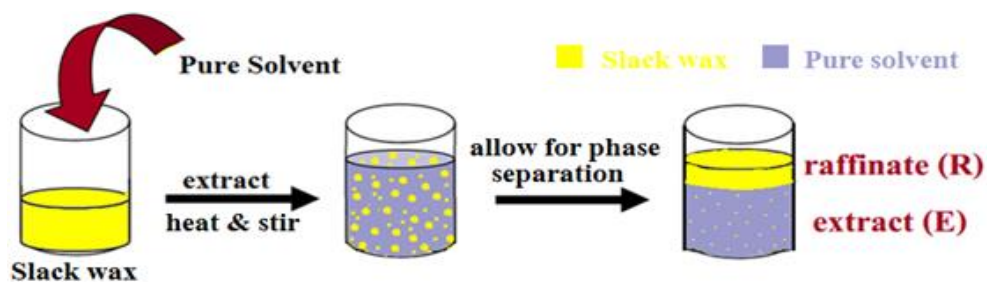
(2) การเลือกละลายตามขนาดเบา-หนักของโมเลกุล (light-heavy selectivity)

2.5.3 ปัจจัยที่ส่งผลต่อสภาพการละลาย

หลักการที่สำคัญในการสกัดคือ สภาพการละลาย (solubility) ซึ่งมีปัจจัยที่เกี่ยวข้องได้แก่

- ตัวทำละลาย ควรมีความหนืดต่ำ เพื่อให้กวนผสมได้ดี
- อุณหภูมิ ส่งผลต่ออัตราการสกัด เนื่องจากสภาพการละลายของสารที่ต้องการสกัดจะเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น
- การกวน เป็นตัวแปรสำคัญในการเพิ่มค่าสัมประสิทธิ์การแพร่

กระบวนการนี้มีต้นทุนสูง เนื่องจากจำเป็นต้องทำการสกัดหลายครั้งและใช้เครื่องมือหลายชุด จึงไม่เป็นที่นิยมในอุตสาหกรรม



รูปที่ 2.6 กระบวนการสกัดด้วยตัวทำละลาย (solvent extraction process)

2.6 การดูดซับ (adsorption) [12, 13]

การดูดซับอาศัยการยึดจับโมเลกุลของสารที่ต้องการแยกด้วยพื้นผิวของแข็งผ่านแรงยึดเหนี่ยวกายภาพหรือทางเคมี สารที่ถูกดูดซับเรียกว่า ตัวถูกดูดซับ (adsorbate) ส่วนของแข็งที่ทำหน้าที่ดูดซับเรียกว่า ตัวดูดซับ (adsorbent)

2.6.1 ชนิดของตัวดูดซับ

2.6.1.1 การจำแนกขนาดอนุภาคของตัวดูดซับ

- (1) ตัวดูดซับแบบผง (powdered adsorbent) มักถูกนำไปใช้ในการดูดซับของเหลวแบบแบตช์
- (2) ตัวดูดซับแบบเม็ด (granular adsorbent) ได้จากการขึ้นรูปผ่านเครื่องอัดหรือทำเป็นเกล็ด มักถูกนำไปใช้ในการดูดซับของเหลวแบบคอลัมน์ เนื่องจากขนาดตัวดูดซับที่ใหญ่กว่า ทำให้ตัวถูกดูดซับไหลผ่านได้ง่าย

2.6.1.2 การจำแนกขนาดรูพรุนของตัวดูดซับตามนิยามของ IUPAC (the International Union of Pure and Applied Chemistry) แบ่งออกเป็น 3 กลุ่ม

- (1) รูพรุนขนาดเล็ก (micropore) มีเส้นผ่าศูนย์กลางของรูพรุนน้อยกว่า 2 นาโนเมตร
- (2) รูพรุนขนาดกลาง (mesopore) มีเส้นผ่าศูนย์กลางของรูพรุนในช่วง 2-50 นาโนเมตร
- (3) รูพรุนขนาดใหญ่ (macropore) มีเส้นผ่าศูนย์กลางของรูพรุนมากกว่า 50 นาโนเมตร

2.6.2 การกระตุ้นตัวดูดซับ (activation) มีความสำคัญดังนี้

- เป็นการกำจัดสิ่งปนเปื้อนต่างๆ เช่น อินทรีย์วัตถุ อนินทรีย์วัตถุ ความชื้น ออกจากบริเวณที่ทำหน้าที่ดูดซับ (active center)
- เป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวว่องไว (active surface area) โดยการใช้ปฏิกิริยาเคมี เพื่อให้โมเลกุลบางกลุ่มหลุดไป ทำให้ตัวดูดซับมีส่วนที่มีความสามารถในการดูดซับเพิ่มขึ้น
- เป็นการเพิ่มความว่องไวของตัวดูดซับ โดยการจัดเปลี่ยนโครงสร้างตัวดูดซับใหม่

2.6.3 วิธีการกระตุ้นที่ใช้ แบ่งออกเป็น 2 วิธี

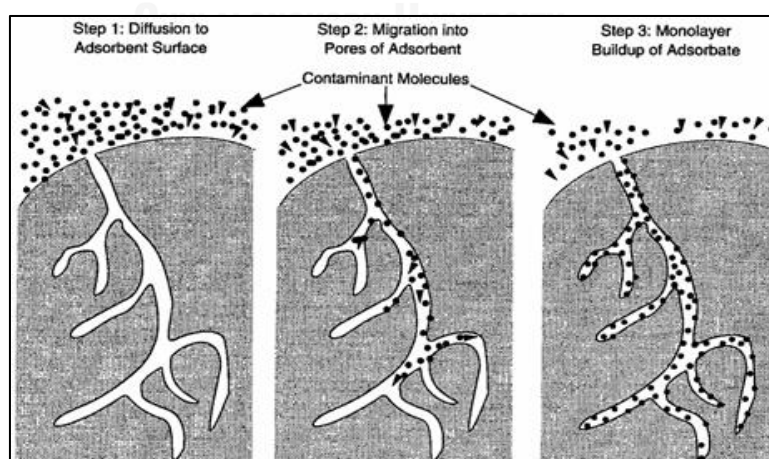
- การกระตุ้นทางกายภาพ โดยทั่วไปจะใช้แก๊สออกซิเจนร่วมกับการให้ความร้อนที่อุณหภูมิต่างๆ ซึ่งเป็นการเพิ่มขนาดรูพรุนและเป็นการสร้างรูพรุนใหม่ ข้อดีของวิธีนี้คือ ไม่มีสารเคมีตกค้างอยู่ในตัวดูดซับ
- การกระตุ้นทางเคมี สารเคมีที่นิยมใช้ในการกระตุ้น เช่น กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) เป็นต้น ข้อดีของวิธีนี้คือ ใช้อุณหภูมิไม่สูงมากนัก และข้อเสียคือต้องล้างสารเคมีที่ตกค้างออกให้หมดด้วยน้ำ

2.6.4 กลไกการดูดซับ [14]

ขั้นตอนที่ 1 เกิดการแพร่ภายนอก (external diffusion) โมเลกุลของตัวถูกดูดซับในของเหลวเกิดการถ่ายโอนมวล (mass transfer) ไปยังบริเวณพื้นผิวภายนอกของตัวดูดซับ โดยอาศัยความแตกต่างของความเข้มข้นเป็นแรงขับเคลื่อน (driving force)

ขั้นตอนที่ 2 เกิดการแพร่ภายใน (internal diffusion) โมเลกุลของตัวถูกดูดซับที่อยู่บนผิวหน้าของตัวดูดซับแพร่กระจายเข้าสู่รูพรุนของตัวดูดซับ หรือเรียกอีกอย่างว่า การแพร่เข้าสู่โพรง (pore diffusion)

ขั้นตอนที่ 3 การดูดซับ (adsorption) เป็นขั้นที่เกิดการดูดซับขึ้นระหว่างตัวถูกดูดซับกับตัวดูดซับที่บริเวณพื้นผิวในรูพรุน ซึ่งอาจเกิดการดูดซับทางเคมีแบบชั้นเดียว (monolayer) หรือการดูดซับทางกายภาพแบบหลายชั้น (multilayer) พร้อมกัน



รูปที่ 2.7 กลไกการดูดซับ [15]

2.6.5 แรงกระทำระหว่างตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับ [16]

การดูดซับแบ่งตามแรงกระทำระหว่างตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับได้เป็น 2 ประเภท ได้แก่ การดูดซับทางกายภาพและการดูดซับทางเคมี (ตารางที่ 2.3)

(1) การดูดซับทางกายภาพ (physisorption)

การดูดซับระหว่างตัวถูกดูดซับและตัวดูดซับถูกดึงดูดไว้ด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ (Van der Waals) หรือพันธะไฮโดรเจน ซึ่งเป็นแรงยึดเหนี่ยวโมเลกุลไว้อย่างอ่อนๆ อาจเกิดจากอันตรกิริยาระหว่างขั้วคู่-ขั้วคู่ (dipole-dipole interaction) อันตรกิริยาขั้วคู่-ขั้วคู่เหนี่ยวนำ (dipole-induced dipole interaction) หรือแรงระหว่างโมเลกุลที่ไม่มีขั้ว (London force) การดูดซับทางกายภาพสามารถเกิดขึ้นได้บนพื้นผิวทั้งหมดของตัวดูดซับ ดังนั้นการดูดซับจึงเกิดได้แบบไม่มีความจำเพาะเจาะจงหรือเกิดได้มากกว่าหนึ่งชั้น การเพิ่มอุณหภูมิหรือลดความดันของระบบ จะทำให้ความสามารถของการดูดซับลดลง ตัวถูกดูดซับจะเคลื่อนที่ออกจากตัวดูดซับได้ง่าย เรียกว่า การคาย (desorption)

(2) การดูดซับทางเคมี (chemisorption)

การดูดซับนี้ตัวถูกดูดซับและตัวดูดซับจะเกิดการสร้างพันธะเคมีต่อกัน เป็นแบบเฉพาะเจาะจง ทำให้มีความแข็งแรงมากกว่าการดูดซับทางกายภาพ มีความจำเพาะในการเลือกเกิดโดยเกิดที่ตำแหน่งว่างไว (active site) จึงสามารถดูดซับตัวถูกดูดซับได้ในปริมาณน้อย

นอกจากนี้ยังมีการดูดซับแบบเจาะจง เกิดเนื่องจากมีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลตัวถูกดูดซับกับตัวดูดซับที่มีหมู่ฟังก์ชันที่พื้นผิว แต่ไม่ได้ส่งผลให้ตัวถูกดูดซับเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างไป พฤติกรรมนี้จะมีพลังงานการยึดเหนี่ยวอยู่ระหว่างพลังงานของการดูดซับทางกายภาพและทางเคมี

2.6.6 อันตรกิริยาของตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับ

- อันตรกิริยาแวนเดอร์วาลส์ (Van der Waals interaction)

สามารถเกิดได้ในสารไม่มีขั้วทุกชนิด ซึ่งเกิดจากการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนไม่เป็นระเบียบในโมเลกุล แต่ละบริเวณภายในโมเลกุลจะมีความหนาแน่นของกลุ่มอิเล็กตรอนที่ไม่เท่ากัน จึงเกิดสภาพขั้วขึ้น ทำให้ถูกดูดซับด้วยตัวดูดซับได้ แรงกระทำที่เกิดจากอันตรกิริยาประเภทนี้จัดเป็นแรงกระจาย (dispersion force) เป็นการเกาะจับกันด้วยแรงอ่อนๆ ดังนั้นการคาย (desorption) จึงทำได้ง่าย มีผลให้สามารถฟื้นฟูสภาพของตัวดูดซับได้ง่าย

- อันตรกิริยาระหว่างกรดและเบส (acid-base interaction)

หากโครงสร้างของตัวดูดซับมีความเป็นกรดจะเกิดอันตรกิริยาที่ติดกับโมเลกุลสารที่เป็นเบส เช่น ไพริดีน (pyridine) โดยอิเล็กตรอนคู่โดดเดี่ยว (lone pair electrons) จะเกิดอันตรกิริยากับ H^+

ที่ตำแหน่งกรด ในทางกลับกันเมื่อโครงสร้างของตัวดูดซับมีความเป็นเบสก็จะมีความสามารถในการเกิดอันตรกิริยากับโมเลกุลสารที่เป็นกรด เช่น ฟีนอล (phenol) โดยหมู่ acidic hydroxyl จะเกิดอันตรกิริยากับตำแหน่งเบสตัวของดูดซับ แรงที่เกิดขึ้นจัดเป็นแรงดึงดูด (attraction force) ที่แข็งแรงซึ่งมีการถ่ายโอนความหนาแน่นอิเล็กตรอนระหว่างโมเลกุลและพื้นผิวของตัวดูดซับ

- อันตรกิริยาไดโพลและควอดรูโพล (dipole-quadrupole interaction)

การเกิดอันตรกิริยานี้อาจได้ได้โดยการถ่ายโอนความหนาแน่นอิเล็กตรอนหรือการเหนี่ยวนำให้เบนโมเลกุลเกิดขั้วชั่วคราวขึ้น (polarization) หากโมเลกุลสารและตัวดูดซับมีความเป็นขั้วสูง จะเกิดเป็นพันธะไฮโดรเจน (hydrogen bond) โดยจะเกิดพันธะระหว่างอะตอม H กับอะตอมที่มีค่า EN สูง เช่น F O N แรงชนิดนี้จัดเป็นแรงดึงดูด ส่วนกรณีพื้นผิวตัวดูดซับมีขั้วสูงก็ยังสามารถเหนี่ยวนำอิเล็กตรอนของโมเลกุลที่ไม่มีขั้วหรือมีขั้วน้อยได้เคลื่อนที่ไปข้างใดข้างหนึ่งจึงเกิดเป็นขั้วชั่วคราวขึ้นได้ ทำให้สารเกิดอันตรกิริยาต่อกันได้ แรงชนิดนี้จัดเป็นแรงเหนี่ยวนำ (induction force)

ตารางที่ 2.3 ลักษณะการดูดซับทางกายภาพและทางเคมี

ตัวแปร	การดูดซับทางกายภาพ	การดูดซับทางเคมี
1. ค่าความร้อนของการดูดซับ	<20 กิโลจูลต่อโมล	50-400 กิโลจูลต่อโมล
2. อุณหภูมิที่เกิดการดูดซับ	ต่ำ	สูง
3. แรงดึงดูดระหว่างโมเลกุล	แรงแวนเดอร์วาลส์	พันธะเคมี
4. การผันกลับของปฏิกิริยา	ผันกลับได้	ส่วนใหญ่ไม่ผันกลับ
5. ความจำเพาะเจาะจงระหว่างตัวดูดซับ-ตัวถูกดูดซับ	ไม่จำเพาะ	มีความจำเพาะ
6. พลังงานก่อกัมมันต์ในกระบวนการเกิด	ไม่เกี่ยวข้อง	เกี่ยวข้อง
7. รูปแบบชั้นของการดูดซับ	ชั้นเดียวและหลายชั้น	ชั้นเดียว
8. การคาย	สามารถทำได้ง่าย	ต้องใช้อุณหภูมิสูง

2.6.7 ปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับ

- (1) คุณสมบัติทางกายภาพและเคมีของตัวดูดซับ ได้แก่
 - ลักษณะโครงสร้างของรูพรุนและพื้นที่ผิว ความสามารถในการดูดซับจะเพิ่มขึ้นเมื่อพื้นที่ผิวของโมเลกุลที่เป็นตัวดูดซับมากขึ้น นอกจากนี้โครงสร้างของรูพรุนก็มีส่วนช่วยให้มีการดูดซับที่ดีขึ้น
 - ขนาดตัวดูดซับ อัตราการดูดซับแปรผกผันกับขนาดตัวดูดซับ ตัวดูดซับที่มีขนาดเล็กจะมีอัตราการดูดซับที่เร็วกว่าตัวดูดซับที่มีขนาดใหญ่
 - หมู่ฟังก์ชันที่ผิวของตัวดูดซับ
- (2) คุณสมบัติทางกายภาพและเคมีของตัวถูกดูดซับ ได้แก่
 - ขนาดของโมเลกุล ถ้าขนาดโมเลกุลของตัวถูกดูดซับไม่สามารถเข้าไปในรูพรุนของตัวดูดซับได้ ความสามารถในการดูดซับจะต่ำลง
 - ความมีขั้ว หากโมเลกุลของตัวถูกดูดซับมีขั้วก็สามารถถูกดูดซับบนตัวดูดซับที่มีขั้ว
- (3) อุณหภูมิ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิ อัตราเร็วของการดูดซับจะเพิ่มขึ้น แต่ความสามารถในการดูดซับที่ผิวจะลดลง เนื่องจากการดูดซับเป็นปฏิกิริยาแบบคายความร้อน
- (4) ระยะเวลาในการดูดซับ
- (5) ความปั่นป่วน การเพิ่มความปั่นป่วนให้มากขึ้น ส่งผลให้โมเลกุลของตัวถูกดูดซับเคลื่อนที่เข้าไปหาตัวดูดซับได้เร็วขึ้น

2.6.8 ไอโซเทิร์มของการดูดซับ

ไอโซเทิร์มของการดูดซับแบบกายภาพ แสดงถึงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของตัวถูกดูดซับบนตัวดูดซับกับความดันย่อย (P) ที่สภาวะสมดุลของการดูดซับ การจำแนกไอโซเทิร์มตามระบบ IUPAC สามารถแบ่งได้ 6 แบบ ดังนี้

แบบที่ I เป็นการดูดซับแบบชั้นเดียว (monolayer) เรียกอีกอย่างว่า การดูดซับแบบแลงเมียร์ (Langmuir type) เป็นลักษณะของตัวดูดซับที่มีรูพรุนขนาดเล็ก (microporous) ซึ่งช่วงแรกจะเกิดการดูดซับอย่างรวดเร็ว หลังจากนั้นปริมาตรการดูดซับจะคงที่ เนื่องจากพื้นผิวเต็มไปด้วยตัวถูกดูดซับแล้ว

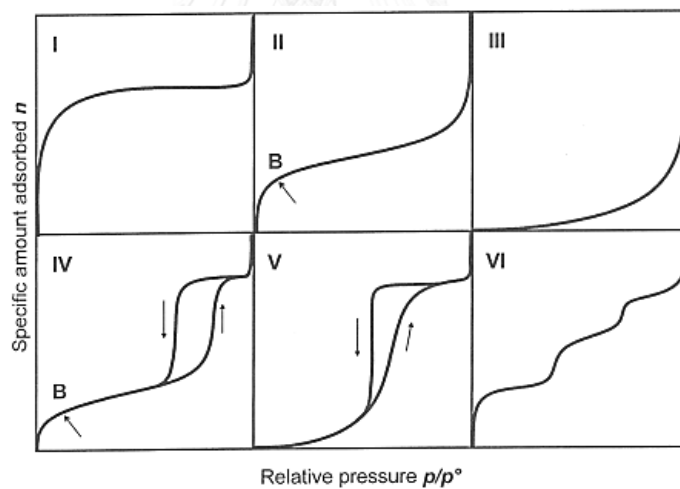
แบบที่ II มีลักษณะคล้ายตัวเอส (sigmoid) มักเกิดกับตัวดูดซับที่ไม่มีรูพรุน (nonporous) หรือมีรูพรุนขนาดใหญ่ (macroporous) ณ จุดเปลี่ยนกราฟแสดงการดูดซับแบบชั้นเดียวเกือบสมบูรณ์แล้ว เมื่อเพิ่มความดันจะเกิดการดูดซับเป็นแบบหลายชั้น (multilayer)

แบบที่ III ไอโซเทิร์มแบบนี้ไม่ค่อยพบมากนัก แสดงถึงตัวดูดซับที่แทบไม่มีรูพรุนเลยหรือมีรูพรุนขนาดเล็กมาก จนตัวถูกดูดซับไม่สามารถเข้าไปได้ เกิดอันตรกิริยาอย่างอ่อน (weak interaction) ระหว่างตัวถูกดูดซับและตัวดูดซับ

แบบที่ IV พบมากในตัวดูดซับที่มีรูพรุนขนาดกลาง (mesoporous) ที่ความดันสัมพัทธ์ต่ำจะมีลักษณะคล้ายไอโซเทิร์มแบบที่ II หลังจากนั้นเมื่อความดันสัมพัทธ์สูงขึ้นเกิดการดูดซับเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วจนเข้าสู่สมดุล เกิดจากการควบแน่นแคปิลลารี (capillary condensation) ขึ้นในรูพรุน และเมื่อทำการลดความดันลงพบว่าปริมาตรการดูดซับขณะเกิดการคายมีค่ามากกว่าการดูดซับที่ความดันสัมพัทธ์เดียวกัน ทำให้เกิดวงฮีสเทอรีซิส (hysteresis loop) แสดงให้เห็นว่าการคายตัวถูกดูดซับออกจากรูพรุนทำได้ยาก

แบบที่ V ไอโซเทิร์มแบบนี้ไม่ค่อยพบมากนัก มีลักษณะคล้ายไอโซเทิร์มแบบ III ต่างกันเพียงเกิดการควบแน่นในรูพรุน มีวงฮีสเทอรีซิส

แบบที่ VI มีลักษณะคล้ายขั้นบันได (step-like isotherm) เป็นระบบที่มีการดูดซับแบบขั้นต่อขั้นบนพื้นที่ผิวที่ค่อนข้างจะคล้ายกัน



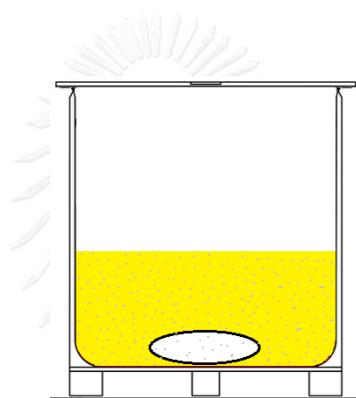
รูปที่ 2.8 ไอโซเทิร์มการดูดซับ [17]

2.6.9 การออกแบบหน่วยดูดซับ

การทำให้ไซบริสุทธ์โดยอาศัยการดูดซับนั้น จำเป็นต้องให้ไซท์ที่เป็นของเหลวมีการสัมผัสกับตัวดูดซับให้มากที่สุด และสามารถนำตัวดูดซับกลับมาใช้ใหม่ได้ (regeneration) โดยการคาย (desorption) สารที่ถูกดูดซับออก ดังนั้นการออกแบบการดูดซับจึงเป็นปัจจัยหนึ่งในการเพิ่มประสิทธิภาพการดูดซับของสารต่างๆให้ดีขึ้น

- การดูดซับแบบแบตช์

เป็นการดูดซับโดยไซท์ที่เป็นของเหลวและตัวดูดซับถูกกวนในถังกวน ซึ่งจะมีอัตราการดูดซับที่ช้า ดังนั้นการใช้ตัวดูดซับที่มีอนุภาคขนาดเล็กหรือมีลักษณะเป็นผง จะช่วยให้เกิดการสัมผัสและเกิดการดูดซับได้ดีขึ้น การแยกตัวดูดซับสามารถทำได้โดยการกรองร้อนหรือปั่นเหวี่ยง (centrifuge)



รูปที่ 2.9 การดูดซับในถังกวน

- การดูดซับแบบคอลัมน์

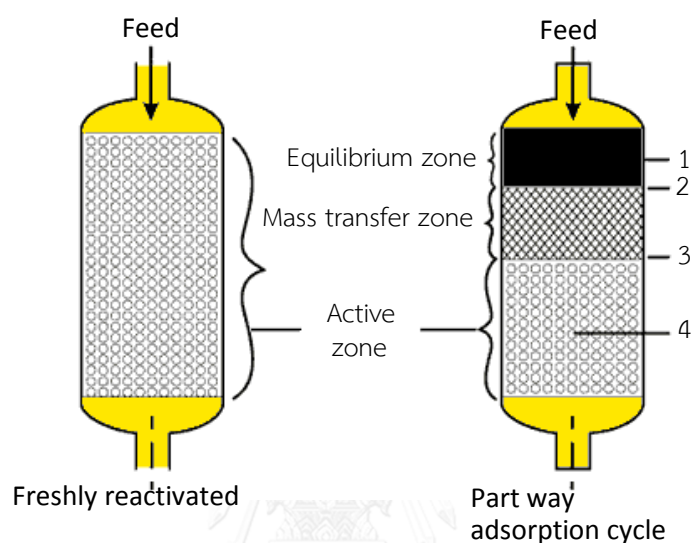
การดูดซับแบบคอลัมน์หรือ fixed bed เป็นอีกวิธีที่นิยมใช้กัน ตัวดูดซับที่ใช้มักเป็นผงหรือมีอนุภาคที่ขนาดใหญ่กว่าการดูดซับแบบแบตช์ ถ้าหากตัวดูดซับที่ใช้มีอนุภาคที่เล็กมากจนทำให้ในระบบคอลัมน์เกิดภาวะความดันลด สามารถแก้ไขได้โดยการขึ้นรูปตัวดูดซับให้เป็นเม็ด เกล็ด หรือท่อน โดยตัวดูดซับจะถูกบรรจุอยู่ในคอลัมน์และป้อนไซท์ที่เป็นของเหลวให้ไหลผ่านตลอดเวลา การดูดซับแบบนี้ทำให้สามารถแยกไซท์ออกจากตัวดูดซับได้สมบูรณ์ขึ้น การดูดซับจะเกิดขึ้นเป็นชั้นๆ พบว่าส่วนด้านบนของคอลัมน์หรือส่วนที่สัมผัสไซท์ก่อนจะเกิดการดูดซับสารจนเต็มประสิทธิภาพ (full capacity) และการดูดซับจะเกิดในบริเวณถัดลงมา ดังนั้นขณะการดูดซับภายในคอลัมน์จะถูกแบ่งเป็น 3 ส่วนใหญ่ๆ [4] ดังแสดงในรูปที่ 2.10

- (1) บริเวณสมดุลพลศาสตร์ (equilibrium zone) ตำแหน่งที่ 1 เป็นส่วนแรกสัมผัสกับสารแล้วเกิดการดูดซับ จนถึงระยะเวลาหนึ่งก็จะดูดซับสารปนเปื้อนจนถึงจุดอิ่มตัว และชั้นนี้จะไม่มีการดูดซับอีก

(2) บริเวณถ่ายเทมวล (mass transfer zone) ตำแหน่งที่ 2 และ 3 เป็นชั้นที่ยังมีการดูดซับอย่างต่อเนื่อง

(3) บริเวณที่ไม่มีการดูดซับ (active zone) ตำแหน่งที่ 4

ความสามารถในการดูดซับแบบคอลัมน์จะขึ้นอยู่กับภาวะต่างๆของระบบ ดังนั้นการออกแบบขนาดของคอลัมน์และความสูงของตัวดูดซับในคอลัมน์ให้เหมาะสมจึงเป็นสิ่งสำคัญ



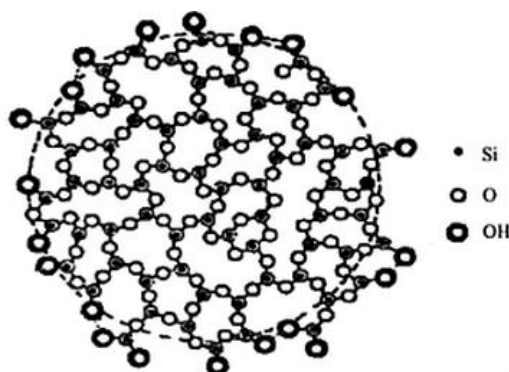
รูปที่ 2.10 การดูดซับแบบคอลัมน์

2.6.10 ตัวดูดซับที่ใช้ในการวิจัย

ตัวดูดซับที่ใช้ในการวิจัยนี้ เป็นตัวดูดซับประเภทโลหะออกไซด์ชนิดต่างๆ ซึ่งเป็นตัวดูดซับที่มีขั้ว (polar adsorbent) ได้แก่

- ซิลิกาเจล (silica gel)

ซิลิกาเจลถูกเตรียมจากกรดกำมะถันและโซเดียมซิลิเกตด้วยเทคนิคโซล-เจล (sol-gel technique) มีสูตรโครงสร้างทั่วไปคือ $\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ โครงสร้างมีรูพรุนและพื้นที่ผิวที่สูง โดยโครงสร้างประกอบด้วยอะตอมของซิลิกอนเชื่อมต่อกับอะตอมออกซิเจนด้วยพันธะซิลอกเซน (Si-O-Si, siloxane bond) และมีหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group) ที่พื้นผิว โดยเชื่อมต่อกับซิลิกอนในสายหลัก เรียกว่า หมู่ไฮดรอกซิล (silanol group, Si-O-H) จำนวนมาก จึงมีความอ่อนไหวต่อการเกิดไฮโดรไลซิส (hydrolysis)



รูปที่ 2.11 โครงสร้างของซิลิกาเจล [18]

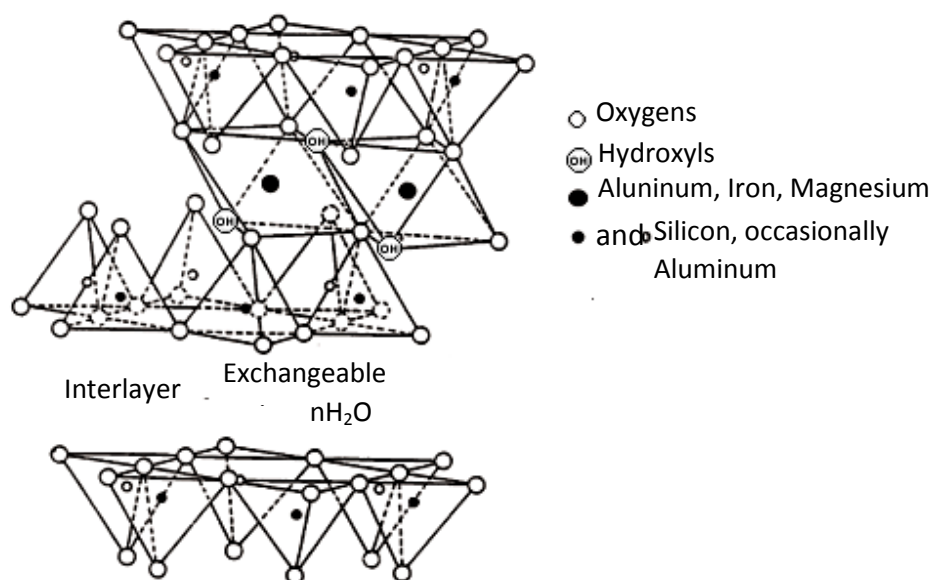
- อะลูมินา (alumina)

อะลูมินาถูกเตรียมด้วยกระบวนการเบเยอร์ (Bayer process) โดยใช้แร่บอกไซต์ (bauxites) ปั่นวัตถุดิบ อะลูมินาประกอบด้วยโครงสร้างที่เป็นผลึกและอสัณฐาน ซึ่งมีวิถุภาคที่แตกต่างกันไป ขึ้นกับกระบวนการกำจัดน้ำและการเผา หากเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นอะลูมินาไฮดรอกไซด์จะแปรสภาพเป็น วิถุภาค η γ κ δ θ และ α -Al₂O₃ ตามลำดับ โดยพื้นที่ผิวและสภาพกรดจะต่ำลงตามอุณหภูมิ โดยปกติแกรมมาอะลูมินาประกอบด้วยกลุ่มของรูปที่ไม่สมดุลของอะลูมิเนียมออกไซด์ที่ถูกไฮดรอกซิลเลตไปบางส่วน (partially hydroxylate) มีสูตรโครงสร้างทั่วไปคือ Al₂O_(3-x)(OH)_{2x} เป็นของแข็งที่มีรูพรุนโดยใช้ความร้อนในการเผา (calcination) เพื่อเปลี่ยนแปลงสมบัติของตัวดูดซับ พื้นที่ผิวของแกรมมาอะลูมินาเป็นสารประกอบเชิงซ้อนของอะลูมิเนียม ออกซิเจนและอนุมูลไฮดรอกซิลรวมกัน ทำให้เกิดบริเวณที่เป็นกรด (acid site) และบริเวณที่เป็นเบส (basic site) แกรมมาอะลูมินาทางการค้ามีพื้นที่ผิวประมาณ 100-600 ตร.ม./กรัม

- เบนโทไนต์ (bentonite) [19]

เบนโทไนต์หรือแคลเซียมมอนต์มอริลโลไนต์ (calcium montmorillonite) เป็นดินเหนียวชนิดหนึ่ง ซึ่งอยู่ในกลุ่มสเมคไทต์ (smectite) ประกอบด้วยแร่ดินเหนียวชนิดมอนต์มอริลโลไนต์เป็นองค์ประกอบหลัก รองลงมาได้แก่ ซิลิกอนไดออกไซด์ เหล็กออกไซด์ แคลเซียมออกไซด์ และมีธาตุอื่นๆ ปนอยู่อีกประมาณ 10-20% เช่น เฟลด์สปาร์ ควอทซ์ แคลไซต์ เพนตัน เบนโทไนต์มีโครงสร้างเป็นแผ่นซ้อนกันเป็นชั้นๆ สูตรโครงสร้างทางเคมีทั่วไปคือ Ca_y(Al_{2-y}Mg_y)(Si₄O₁₀(OH)₂)·n(H₂O) เมื่อ y คือระดับความไม่สมบูรณ์ของสาร โครงสร้างเป็นแผ่นชนิด 2:1 ซึ่งหมายถึงในแต่ละชั้นประกอบด้วย 3 แผ่นซ้อนกัน เรียกอีกอย่างหนึ่งว่า หน่วยเซลล์ T-O-T ประกอบด้วย แผ่นซิลิกา (silica sheet, Si-O) มีรูปร่างเป็นแบบทรงสี่หน้า (tetrahedral) 2 แผ่น ประกบกับแผ่นอะลูมินา (alumina sheet,

Al-O-OH) มีรูปร่างเป็นแบบทรงแปดหน้า (octahedral) อยู่ตรงกลาง และเกาะยึดด้วยออกซิเจนร่วมกัน นอกจากนี้ในแผ่นซิลิกาจะเกิดการแทนที่ของประจุโดย อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (Al^{3+}) สามารถเข้าไปแทนที่ซิลิกาไฮดรอกไซด์ (Si^{4+}) ได้ และในแผ่นอะลูมินาเกิดการแทนที่ของประจุโดยเหล็กไฮดรอกไซด์ (Fe^{3+}) และแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ (Mg^{2+}) สามารถเข้าไปแทนที่อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (Al^{3+}) ได้ เนื่องจากไฮดรอกไซด์ที่เข้าไปแทนที่มีวาเลนซ์ที่ต่ำกว่า จึงมีประจุลบตกค้าง เมื่อเกิดการแทนที่มากขึ้น ทำให้โครงสร้างเบนโทไนต์เกิดเป็นประจุลบที่มีอำนาจมากขึ้น ส่งผลให้มีแรงผลักระหว่างชั้นดินเกิดเป็นช่องว่างในแต่ละชั้น (interlayer) ซึ่งช่องว่างระหว่างชั้นดินนี้จะมีประจุบวกของโมเลกุลของแคลเซียมและน้ำแทรกอยู่ เพื่อให้ประจุภายในดินมีความสมดุลกัน



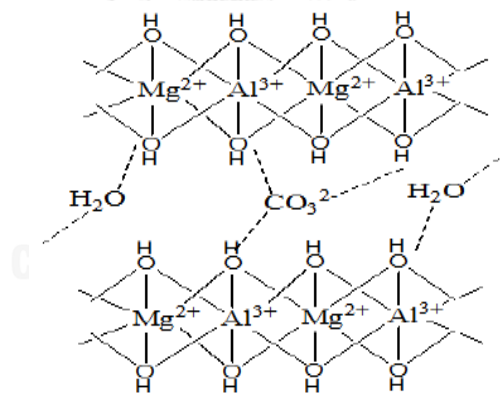
รูปที่ 2.12 โครงสร้างของเบนโทไนต์ [20]

- ดินฟอกสี (bleaching earth, BCE) [21-23]

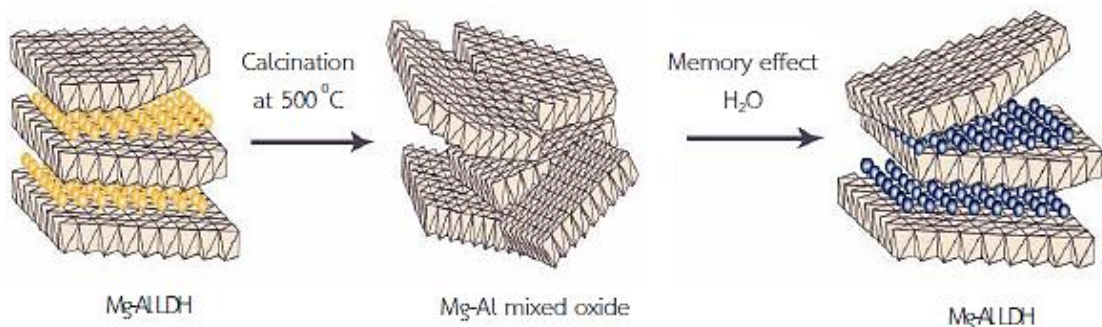
BCE จัดเป็นแร่ดินเหนียวชนิดเดียวกับเบนโทไนต์ แต่มีความสามารถในการบวมตัวในน้ำได้น้อยกว่า BCE ได้มาจากการกระตุ้นเบนโทไนต์ด้วยกรด (acid leaching) นิยมใช้กรดซัลฟิวริก กรดไนตริก ในปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้น อะตอมของอะลูมิเนียมจะเปลี่ยนตำแหน่ง ทำให้เกิดประจุลบขึ้น ไฮโดรเจนไฮดรอกไซด์ ซึ่งมีประจุบวกจะเคลื่อนเข้าไปเกาะกับประจุลบเพื่อให้เป็นกลาง จึงทำให้อะตอมของอะลูมิเนียมหลุดออกจากโครงสร้างของเบนโทไนต์ จากการกระตุ้นทางเคมีนี้ส่งผลให้ BCE มีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนที่เพิ่มขึ้น ทำให้มีสมบัติการดูดซับที่ดี นิยมใช้แร่ชนิดนี้ในการฟอกสี (decolorize)

- ไฮโดรทัลไซต์ [24, 25]

ไฮโดรทัลไซต์หรือแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเลเยอร์ไฮดรอกไซด์ (Mg-Al layered double hydroxide) มีสูตรโครงสร้างทางเคมีคือ $Mg_6Al_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$ โครงสร้างเริ่มแรกเป็นชั้นของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ ($Mg(OH)_2$) หรือเรียกว่า ชั้นบรูไซต์ (brucite layer) ที่มีการจัดเรียงตัวแบบทรงแปดหน้า (octahedral) ของแมกนีเซียมไอออน (Mg^{2+}) กับ ไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) เมื่ออะลูมิเนียมไอออน (Al^{3+}) เข้าไปแทนที่แมกนีเซียมไอออน (Mg^{2+}) เกิดเป็นชั้นแมกนีเซียม-อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ($Mg-Al-(OH)_x$) ทำให้ประจุโดยรวมของชั้นเป็นบวกจึงต้องมีการดุลประจุด้วยแอนไอออน (anion) ซึ่งโดยทั่วไปคือ คาร์บอเนตไอออน (CO_3^{2-}) นอกจากนี้ยังมีโมเลกุลน้ำอยู่ระหว่างชั้นโลหะไฮดรอกไซด์โดยยึดติดกันด้วยพันธะไฮโดรเจน (hydrogen bonding) ซึ่งช่องว่างที่มีแอนไอออนและน้ำอยู่เรียกว่า ช่องว่างระหว่างชั้น (interlayer) (รูปที่ 2.12) [16, 19] เมื่อเผาไฮโดรทัลไซต์ที่อุณหภูมิประมาณ 500 องศาเซลเซียส จะทำให้เกิดการสูญเสียของน้ำและการสลายตัวของคาร์บอเนตไอออน ส่งผลให้ชั้นบรูไซต์แตกออกเกิดเป็นโลหะออกไซด์ผสมของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม (Mg-Al mixed oxide) และหากได้รับความชื้นที่เหมาะสมจะกลับคืนเป็นโครงสร้างดับเบิลไฮดรอกไซด์อีกครั้งได้ (memory effect)



รูปที่ 2.13 โครงสร้างของ HTC



รูปที่ 2.14 การคืนโครงสร้างของ HTC (memory effect) [26]

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Mohamed และ Zaky [27] ศึกษาการแยกและสมบัติของไขผลึกจุลภาคของน้ำมันดิบปิโตรลาตัมจาก Suez และ Alexandria ผ่านเทคนิคการตกผลึกแบบหลายขั้น (multistage fractional crystallization) โดยใช้เฮกเซน (hexane) เป็นตัวทำละลายเดี่ยว ขั้นตอนการละลายใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไขคงที่เท่ากับ 4:1 แปรอุณหภูมิการตกผลึกที่ $-20-20^{\circ}\text{C}$ และขั้นตอนการล้างผลึกใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไขเท่ากับ 2:1 และใช้ระบบตัวทำละลายผสมของเฮกเซนกับเอทานอลบริสุทธิ์ (absolute ethanol) ตั้งแต่ 10-50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก โดยแปรอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไขในการละลายเท่ากับ 2:1-8:1 และอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไขในการล้างผลึกเท่ากับ 2:1-6:1 ขั้นสุดท้ายนำไขที่แยกได้ผ่านกระบวนการดูดซับด้วยแร่บอกไซต์ (bauxite) อีกครั้ง เพื่อเพิ่มความบริสุทธิ์ของไขให้สูงขึ้น จากการศึกษาพบว่าภาวะที่เหมาะสมสำหรับการแยกไขผลึกจุลภาคคือ การใช้ตัวทำละลายเฮกเซนในเอทานอล 30 และ 40 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก อัตราส่วนโดยน้ำหนักตัวทำละลายต่อไขในขั้นตอนการละลายเท่ากับ 4:1 อุณหภูมิในการตกผลึก 20°C และอัตราส่วนโดยน้ำหนักตัวทำละลายต่อไขในขั้นตอนการล้างผลึกเท่ากับ 2:1

คณะวิจัยของ Mohamed [28, 29] ศึกษาการแยกและสมบัติของไขดิบจาก El-Amieria ประเภทต่างๆ ผ่านเทคนิคการตกผลึกแบบขั้นเดียวที่อุณหภูมิห้อง โดยตัวทำละลายที่ใช้มีทั้งระบบเดี่ยว ได้แก่ เฮกเซน เมทิลไอโซบิวทิลคีโตน (methyl isobutyl ketone) ไดออกเซน (dioxane) เอทิลแอซีเตต (ethyl acetate) บิวทิลแอซีเตต (BTA) และระบบตัวทำละลายผสมของเมทิลเอทิลคีโตน - เบนซีน (benzene) - โทลูอิน (toluene) ในอัตราส่วน 60:20:20 ตามลำดับ อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไขในการละลายคงที่ที่ 4:1 และอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไขในการล้างผลึกเท่ากับ 2:1 พบว่า เฮกเซนและไดออกเซนไม่เหมาะสำหรับการตกผลึก เนื่องจากละลายน้ำมันที่อยู่ในไขได้ต่ำมาก และตัวทำละลายที่เหมาะสมสำหรับการแยกไขพาราฟินได้แก่ เมทิลไอโซบิวทิลคีโตน เอทิลแอซีเตต บิวทิลแอซีเตต และตัวทำละลายผสม ไซพาราฟินที่แยกจากไขดิบแต่ละประเภทมีสมบัติความต้านทานการเจาะทะลุ (needle penetration) จุดเริ่มกลับแข็งตัว (congealing point) และน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยใกล้เคียงกัน

Zaky และ Mohamed [8] ศึกษาการแยกและสมบัติของไขผลึกใหญ่และไขผลึกจุลภาคที่มีจุดหลอมเหลวสูงจากไขดิบ El-Amieria และน้ำมันดิบปิโตรลาตัม Alexandria ผ่านเทคนิคการตกผลึกแบบขั้นเดียว ตัวทำละลายที่ใช้คือ บิวทิลแอซีเตต เทอร์เทียรี-บิวทิลแอซีเตต (tert-BTA) และไซโคล-เฮกเซน (cyclohexane) ในขั้นตอนการละลายมีการแปรอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไขเท่ากับ 4:1-10:1 แปรอุณหภูมิในช่วง $20-40^{\circ}\text{C}$ และในขั้นตอนการล้างผลึกใช้

อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไซคงที่เท่ากับ 2:1 พร้อมทั้งนำไซที่แยกได้ไปผ่านการดูดซับแบบคอลัมน์ด้วยแร็บอกไซด์ (30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักเทียบกับน้ำหนักของไซ) เพื่อกำจัดองค์ประกอบที่ให้สีออกอีกครั้งหนึ่ง พบว่าการใช้บิวทิลแอซีเตตเป็นตัวทำละลาย อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไซในการละลายเท่ากับ 6:1-8:1 อุณหภูมิในการตกผลึก 40 °C และอัตราส่วนโดยน้ำหนักตัวทำละลายต่อไซในการล้างผลึกเท่ากับ 2:1 เป็นภาวะเหมาะสมที่สุดในการทำไซให้บริสุทธิ์ ซึ่งความต่างของไซผลึกขนาดใหญ่และไซผลึกจุลภาคคือ ปริมาณนอร์มัลพาราฟิน ความเป็นผลึก (crystallinities) สมบัติทางความร้อน (thermal characteristics) สัดส่วนความกิ่ง (degree of branching) และขนาดผลึก ข้อเสียของเทคนิคนี้คือใช้เวลาแยกไซนาน และสิ้นเปลืองตัวทำละลายมาก เนื่องจากต้องใช้ตัวทำละลายในการล้างผลึกอีกครั้งหนึ่ง

Mohamed [7] ศึกษาการแยกไซผลึกจุลภาคจากน้ำมันดิบปิโตรลาตัม Suez โดยเปรียบเทียบ 2 เทคนิค ได้แก่ เทคนิคการตกผลึกแบบชั้นเดียว โดยใช้บิวทิลแอซีเตตเป็นตัวทำละลาย ในขั้นตอนการละลายมีการแปรอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไซเท่ากับ 2:1-8:1 ตกผลึกอุณหภูมิห้อง และในขั้นตอนการล้างผลึกใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไซเท่ากับ 2:1 และเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลาย โดยใช้ไดเมทิลซัลฟอกไซด์ (dimethyl sulfoxide) ไดเมทิลแอซีทาไมด์ (dimethylacetamide) เมทิล-2-ไพโรลิโดน (*N*-methyl-2-pyrrolidone) เป็นตัวทำละลาย หลังจากนั้นนำไซที่แยกได้เทียบกับสมการ TAPPI-ASTM และข้อกำหนดไซปิโตรเลียม โดยใช้ค่าความหนืดและค่าดัชนีหักเหแสงเป็นเกณฑ์ในการจำแนกประเภทของไซ พบว่าเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายเหมาะสำหรับการสกัดแยกน้ำมันมากกว่าเทคนิคการตกผลึก และตัวทำละลายที่เหมาะสมกับการแยกไซผลึกจุลภาคคือ ไดเมทิลอะซีทาไมด์ และเมทิล-2-ไพโรลิโดน

Saber และคณะ [30] สังเคราะห์ตัวดูดซับสังกะสี-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (Zn-Al LDH) โดยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ของเกลือสังกะสีและเกลืออะลูมิเนียมที่อุณหภูมิ 40-90 °C และตัวดูดซับ Zn-Al LDH ที่สอดแทรกด้วยเกลือโซเดียมของฟีนิลอะโซเบนโซอิก (phenyl azobenzoic sodium salt) เพื่อตัดแปรพื้นผิวให้มีสมบัติไม่ชอบน้ำ (hydrophobic properties) และเพิ่มความสามารถในการดูดซับสารประกอบซัลเฟอร์และแอมโมเนีย ก่อนการดูดซับจะนำตัวดูดซับไปเผาที่ 120 °C นาน 2 ชั่วโมง ภาวะในการดูดซับคือ ปริมาณตัวดูดซับ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก อุณหภูมิ 90 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าตัวดูดซับ Zn-Al LDH สามารถลดปริมาณสารประกอบซัลเฟอร์และโมโนแอมโมเนียในไซดิบ และกำจัดสารประกอบไดแอโรแมติกได้อย่างสมบูรณ์ ในขณะที่ Zn-Al LDH ที่ผ่านการแทรกสอดด้วยสารประกอบอะโซมีประสิทธิภาพสูงในการดูดซับสารประกอบแอมโมเนียและสารประกอบซัลเฟอร์ออกจากน้ำมันดิบปิโตรลาตัม

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการแยกไขดิบให้มีความบริสุทธิ์ด้วยเทคนิคการตกผลึกและการสกัด

1. ไขดิบ (slack wax) เกรด 150SW จากทางบริษัท ไออาร์พีซี จำกัด (มหาชน)
2. นอร์มอลเฮปเทน (*n*-heptane) 99% (ACI Labscan)
3. บิวทิลแอซีเตต (butyl acetate, BTA) 99% (Carlo Erba)
4. เมทิลเอทิลคีโตน (methyl ethyl ketone, MEK) 99.5% (QRèC)
5. เมทิลไพโรลิดิโนน (*N*-methyl-2-pyrrolidinone, NMP) 99% (Acros)
6. ไดมethylแอซีตามิเด (*N,N*-dimethylacetamide, DMA) 99% (Carlo Erba)
7. แคลเซียมคลอไรด์ (anhydrous calcium chloride) (Ajex)

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการแยกไขดิบให้มีความบริสุทธิ์ด้วยเทคนิคการดูดซับ

1. ไขดิบ เกรด 150SW จากทางบริษัท ไออาร์พีซี จำกัด (มหาชน)
2. ซิลิกาเจล (silica gel)
3. อะลูมินา (alumina)
4. เบนโทไนต์ (bentonite)
5. ดินฟอกสี (bleaching earth, BCE)
6. ไฮโดรทัลไลต์ (Mg-Al LDH, HTC)
7. กรดแอซิติก (acetic acid glacial) (QRèC)
8. แก๊สไนโตรเจน (N₂) 99.99%

3.1.3 สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์ไขดิบและไขผลิตภัณฑ์

1. นอร์มัลเฮปเทน (*n*-heptane) 99% (ACI Labscan)
2. ไซโคลเฮกเซน (cyclohexane) 99%, GC grade (Fisher)
3. สารมาตรฐานนอร์พาราฟินผสม (*n*-paraffin mix C24, C28, C32, C36 standard for GC) (Sigma-Aldrich)
4. คลอโรฟอร์ม (*d*-chloroform) (Aldrich)

5. แนฟทาลีน (naphthalene)
6. ฟีนแอนทรีน (phenanthrene)
7. ไครซีน (chrysene)

3.2 ขั้นตอนการแยกไซดิบให้มีความบริสุทธิ์

3.2.1 การทำไซดิบให้บริสุทธิ์ด้วยตัวทำละลาย

3.2.1.1 การศึกษาผลของชนิดของตัวทำละลาย

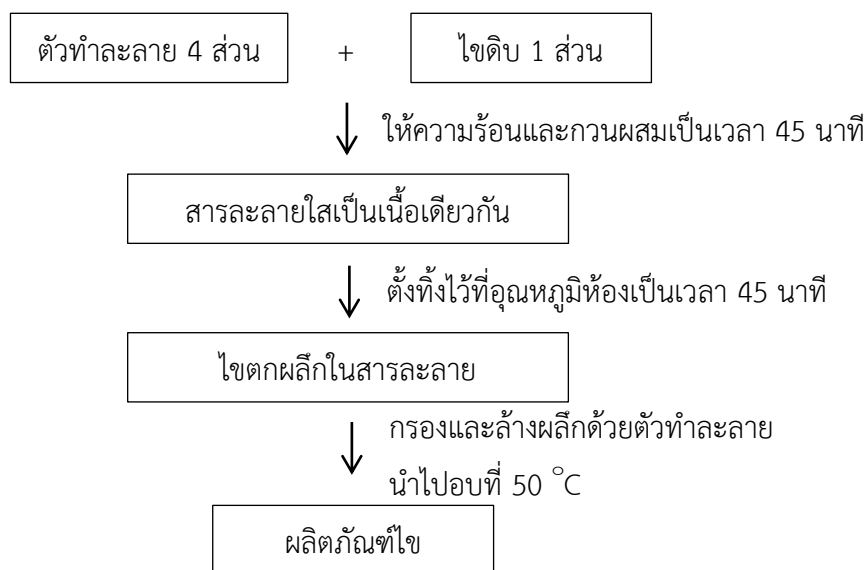
ตัวทำละลายที่ใช้มี 5 ชนิด ได้แก่ HPT, BTA, MEK, DMA และ NMP โดยในขั้นตอนการละลายใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไซดิบ (solvent/feed) เท่ากับ 4:1

ก) การตกผลึก

การตกผลึกเริ่มจากการกวนผสมไซดิบและตัวทำละลาย HPT, BTA และ MEK ที่อุณหภูมิต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.1 เป็นเวลา 45 นาที ตั้งสารละลายทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลาอีก 45 นาที จะเกิดการตกผลึกของไซไดออกมา หลังจากนั้นนำไปกรองสุญญากาศผ่านกระดาษกรอง WHATMAN เบอร์ 42 ล้างไซที่ได้ด้วยตัวทำละลายชนิดเดียวกันในอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไซดิบ (solvent/feed) เท่ากับ 2:1 ที่อุณหภูมิห้องโดยค่อยๆหยดทีละน้อย นำไซไปอบที่ 50 °C เป็นเวลา 10 นาที เพื่อไล่ตัวทำละลายที่ค้างในไซออก ส่วนสารละลายที่ผ่านกระดาษกรอง (filtrate) จะนำไประเหยแยกตัวทำละลายออกด้วยเครื่องระเหยแบบหมุน (rotary evaporator) ที่ความดัน 50 มิลลิบาร์ เป็นเวลา 30 นาที โดยอุณหภูมิที่ใช้ขึ้นกับชนิดของตัวทำละลาย สำหรับ heptane, BTA และ MEK อุณหภูมิในการระเหยคือ 70, 90 และ 50 °C ตามลำดับ

ตารางที่ 3.1 อุณหภูมิที่ใช้ในการละลายไซดิบด้วยตัวทำละลายแต่ละชนิด

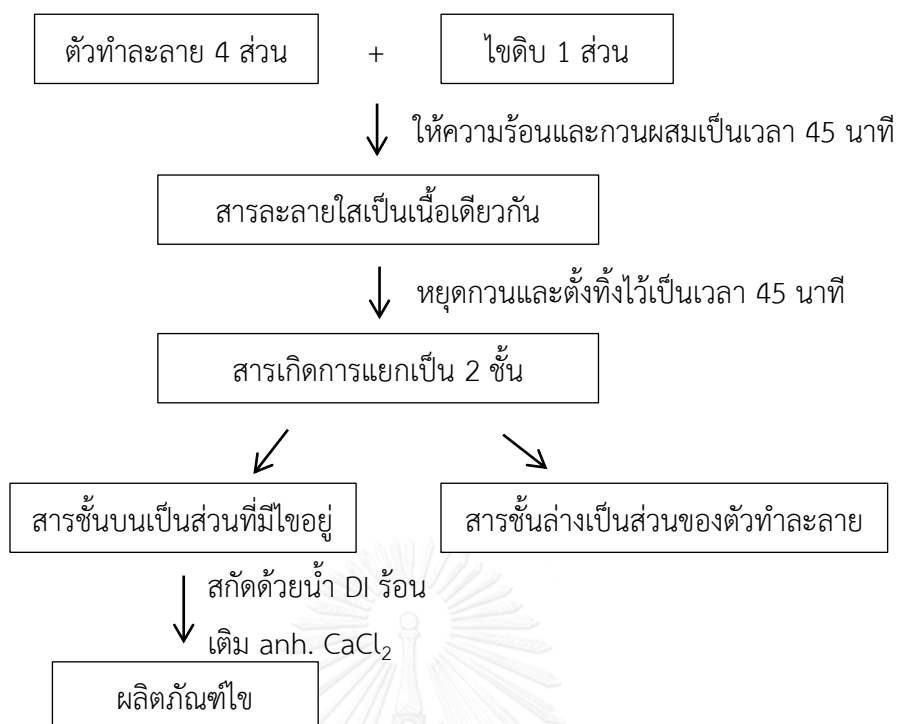
ตัวทำละลาย	HPT	BTA	MEK
อุณหภูมิ (°C)	60±2	90±2	50±2



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการตกผลึกโดยใช้ตัวทำละลายเดี่ยว

ข) การสกัดด้วยตัวทำละลาย

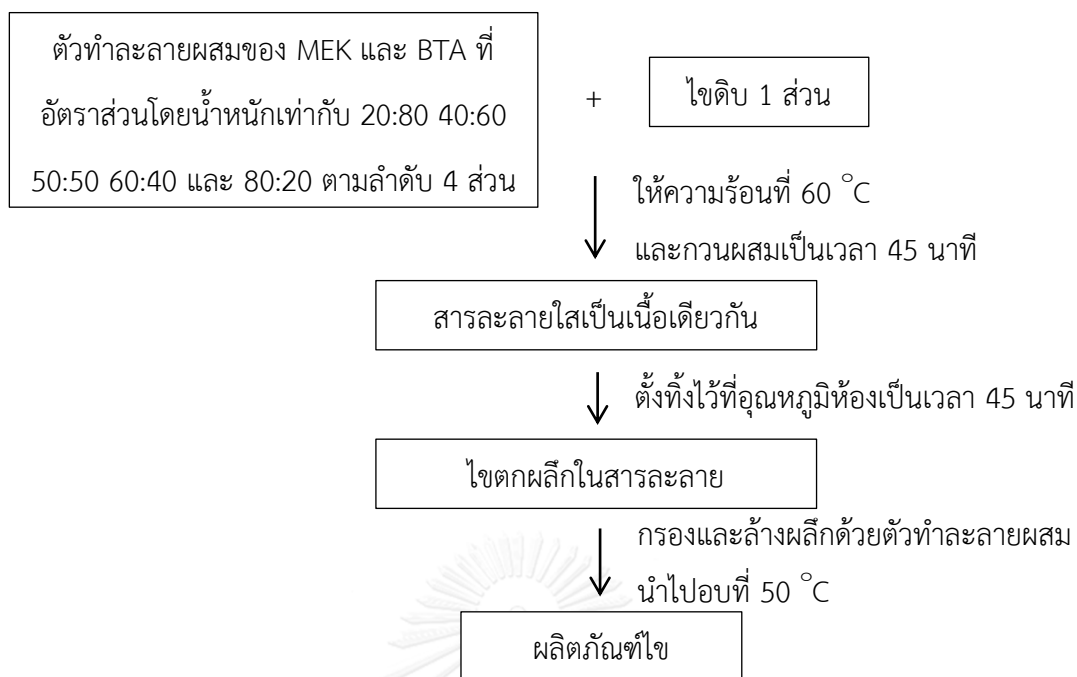
การทำไซดิบให้บริสุทธิ์ด้วยเทคนิคนี้ใช้ตัวทำละลาย 2 ชนิด ได้แก่ DMA และ NMP โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไซดิบเท่ากับ 4:1 การสกัดเริ่มจากการนำไซดิบผสมกับตัวทำละลายในขวดรูปชมพู่ และให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 90 °C พร้อมกวนของผสมเป็นเวลา 45 นาที จากนั้นหยุดกวนและตั้งสารละลายทิ้งไว้ที่อุณหภูมิดังกล่าวเป็นเวลาอีก 45 นาที สารละลายจะแยกออกเป็นสองชั้น นำปิเปตที่ผ่านการอุ่นให้ร้อนดูดสารชั้นล่าง (extract phase) ออกจนหมด และนำส่วนที่มีผลิตภัณฑ์ไซ (raffinate phase) ไปสกัด เพื่อกำจัดตัวทำละลายด้วยการเติมน้ำ DI (deionized water) ที่อุณหภูมิ 80 °C ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ทำการสกัดทั้งหมด 6 ครั้ง หรือจนกว่าสารชั้นล่างมีลักษณะใส เติม anhydrous calcium chloride เพื่อกำจัดน้ำ ส่วนสารชั้นล่าง (extract phase) จะนำไประเหยแยกตัวทำละลายออกโดยใช้เครื่องระเหยแบบหมุนที่อุณหภูมิ 130 และ 150 °C สำหรับ DMA และ NMP ตามลำดับ ความดัน 25 มิลลิบาร์ เป็นเวลา 60 นาที



รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการสกัดด้วยตัวทำละลาย

3.2.1.2 การศึกษาผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA

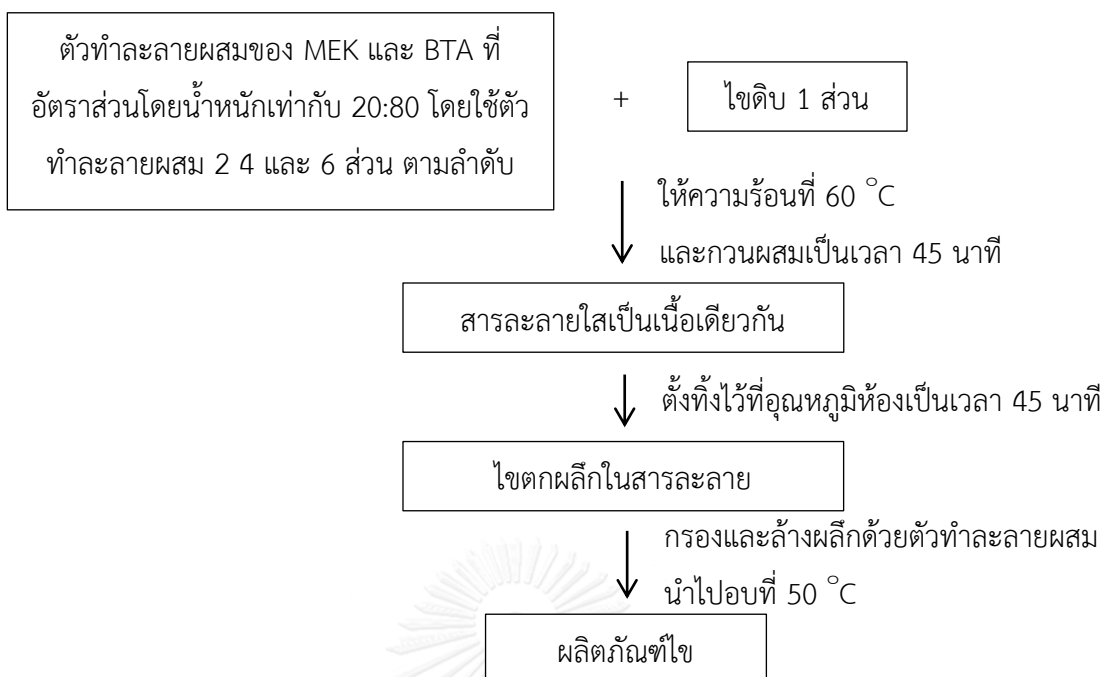
การเลือกใช้ตัวทำละลายทั้งสองชนิดนี้ในระบบตัวทำละลายผสม เพื่อเป็นการปรับสมบัติของไขให้ดีขึ้น โดยศึกษาผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK ต่อ BTA ที่อัตราส่วนต่างๆ ได้แก่ 20:80 40:60 50:50 60:40 และ 80:20 การตกผลึกเริ่มจากผสมตัวทำละลายผสมกับไซดิบในอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไซดิบเท่ากับ 4:1 ที่อุณหภูมิ 60 °C กวนผสมเป็นเวลา 45 นาที ตั้งสารละลายทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลาอีก 45 นาที จะเกิดการตกผลึกของไขออกมา หลังจากนั้นนำไปกรองสุญญากาศผ่านกระดาษกรอง WHATMAN เบอร์ 42 ไขที่ได้จะถูกล้างด้วยตัวทำละลายชนิดเดียวกันที่อุณหภูมิห้องในอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไข (solvent/feed) เท่ากับ 2:1 โดยค่อยๆหยดทีละน้อย นำไขไปอบที่ 50 °C เป็นเวลา 20 นาที เพื่อไล่ตัวทำละลายที่ค้างในไขออก ส่วนสารละลายที่ผ่านกระดาษกรอง (filtrate) จะนำไประเหยแยกตัวทำละลายออกด้วยเครื่องระเหยแบบหมุน ที่อุณหภูมิ 50 และ 90 °C ตามลำดับ ที่ความดัน 50 มิลลิบาร์ เป็นเวลา 40 นาที ตัวทำละลายที่แยกออกมาสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้



รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการตกผลึกโดยใช้ตัวทำละลายผสม

3.2.1.3 การศึกษาผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักตัวทำละลายผสมต่อไคลอโรฟิลล์

ในระบบนี้เลือกใช้ตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักเท่ากับ 20:80 และศึกษาผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไคลอโรฟิลล์ ที่อัตราส่วนต่างๆ ได้แก่ 2:1 4:1 และ 6:1 เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการแยกไคลอโรฟิลล์ การตกผลึกเริ่มจากผสมตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ในอัตราส่วนโดยน้ำหนักเท่ากับ 20:80 กับไคลอโรฟิลล์ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ ที่อุณหภูมิ 60 °C กวนผสมเป็นเวลา 45 นาที ตั้งสารละลายทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลาอีก 45 นาที จะเกิดการตกผลึกของไซออกมา หลังจากนั้นนำไปกรองสุญญากาศผ่านกระดาษกรอง WHATMAN เบอร์ 42 ไซที่ได้จะถูกล้างด้วยตัวทำละลายชนิดเดียวกันที่อุณหภูมิห้องในอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไซ (solvent/feed) เท่ากับ 2:1 โดยค่อยๆหยดทีละน้อย นำไซไปอบที่ 50 °C เป็นเวลา 20 นาที เพื่อไล่ตัวทำละลายที่ค้างในไซออก ส่วนสารละลายที่ผ่านกระดาษกรอง (filtrate) จะนำไประเหยแยกตัวทำละลายออกด้วยเครื่องระเหยแบบหมุน ที่อุณหภูมิ 50 และ 90 °C ตามลำดับ ที่ความดัน 50 มิลลิบาร์ เป็นเวลา 40 นาที ตัวทำละลายที่แยกออกมาสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้



รูปที่ 3.4 ขั้นตอนการตกผลึกโดยแปรอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไชติบ

3.2.2 การทำไชติบให้บริสุทธิ์ด้วยตัวดูดซับ

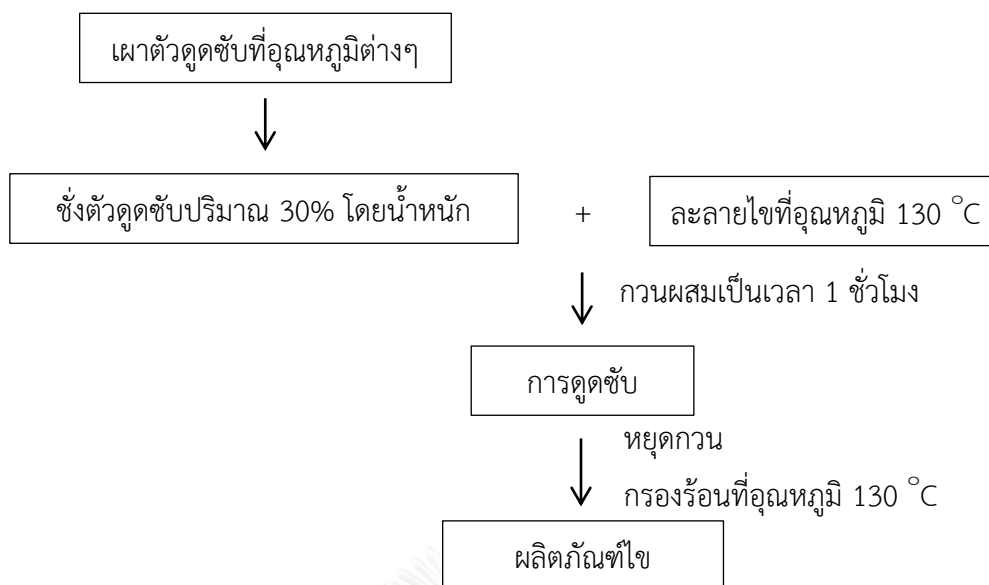
3.2.2.1 การศึกษาการดูดซับแบบแบตช์

(1) การศึกษาผลของชนิดของตัวดูดซับ

ตัวดูดซับที่ใช้มี 5 ชนิด ได้แก่ silica gel alumina bentonite BCE และ HTC โดยเริ่มจากการนำตัวดูดซับไปเผาที่อุณหภูมิต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.2 เพื่อไล่ความชื้นและองค์ประกอบที่ไม่พึงประสงค์ออก การดูดซับทำได้โดยการเติมตัวดูดซับปริมาณ 30% โดยน้ำหนัก ลงในไชติบอย่างช้าๆ ที่อุณหภูมิ 130 °C กวนผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมง หยุดกวนนำสารผสมไปกรองร้อนผ่านกระดาษกรอง WHATMAN เบอร์ 42 ที่อุณหภูมิดังกล่าว เพื่อแยกผลิตภัณฑ์ไซและตัวดูดซับออกจากกัน

ตารางที่ 3.2 อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเผาตัวดูดซับแต่ละชนิด

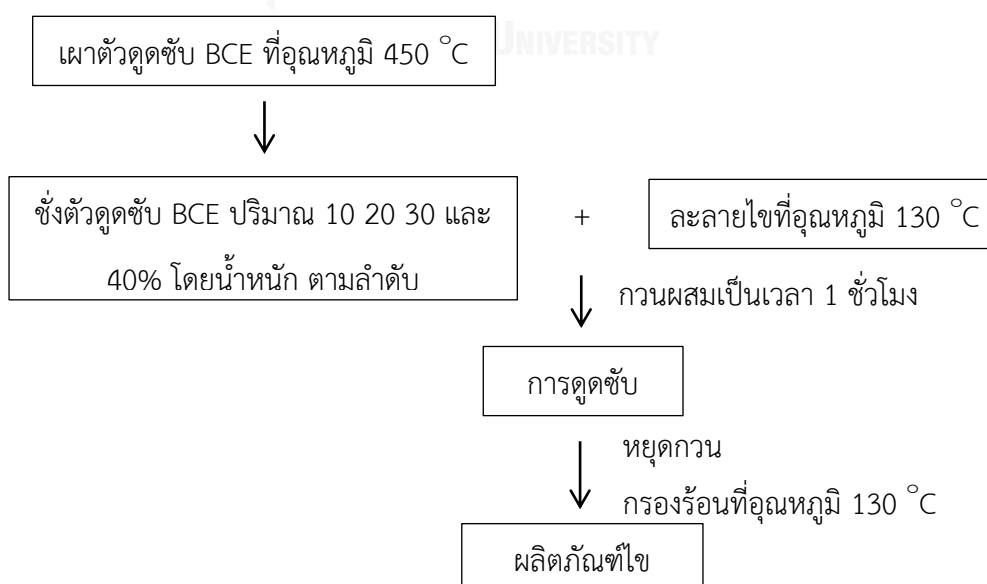
ตัวดูดซับ	Silica gel	Alumina	Bentonite	BCE	HTC
อุณหภูมิ (°C)	250	250	450	450	500
เวลา (ชั่วโมง)	2	2	2	2	5



รูปที่ 3.5 ขั้นตอนการดูดซับด้วยตัวดูดซับชนิดต่างๆ

(2) การศึกษาผลของปริมาณของตัวดูดซับ

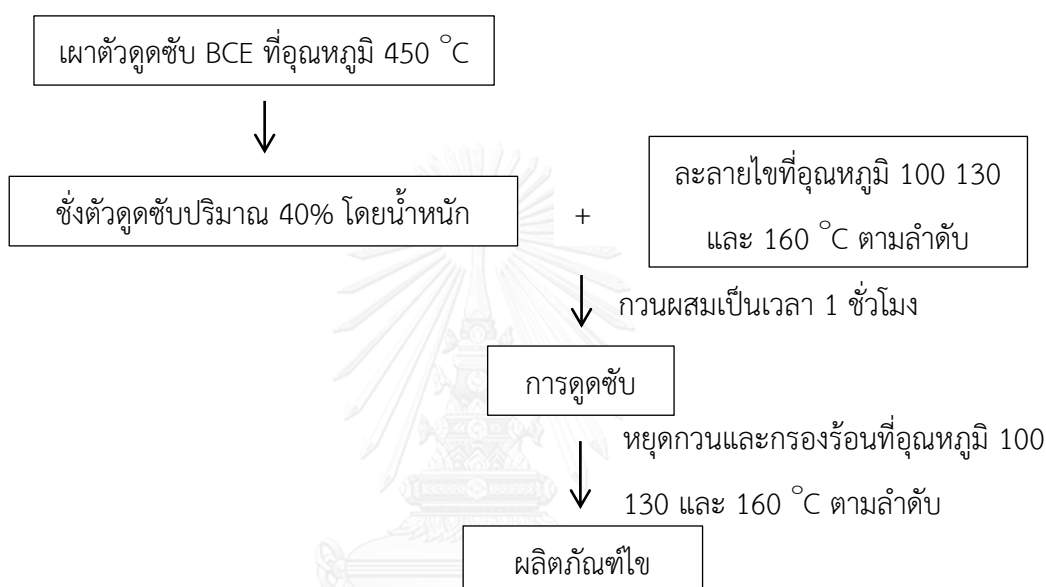
ในระบบนี้เลือกใช้ตัวดูดซับ BCE โดยเริ่มจากการนำตัวดูดซับไปเผาที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำการดูดซับโดยใช้ปริมาณของตัวดูดซับ BCE ต่างๆ ได้แก่ 10 20 30 และ 40% โดยน้ำหนัก เติมตัวทำดูดซับลงในไซดิบอย่างช้าๆ ที่อุณหภูมิ 130 °C กวนผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมง หยุดกวนนำสารผสมไปกรองร้อนผ่านกระดาษกรอง WHATMAN เบอร์ 42 ที่อุณหภูมิดังกล่าว เพื่อแยกผลิตภัณฑ์ไซและตัวดูดซับออกจากกัน



รูปที่ 3.6 ขั้นตอนการดูดซับโดยแปรปริมาณของตัวดูดซับ BCE

(3) การศึกษาผลของอุณหภูมิ

ในระบบนี้เลือกใช้ตัวดูดซับ BCE โดยนำไปเผาที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง การดูดซับใช้ปริมาณของตัวดูดซับคงที่เท่ากับ 40% โดยน้ำหนัก ทำการเติมตัวทำดูดซับลงในไซดิลอย่างช้าๆ โดยแปรอุณหภูมิที่ใช้ในการดูดซับ ได้แก่ 100 130 และ 160 °C กวนผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมง หยุดกวนนำสารผสมไปกรองร้อนผ่านกระดาษกรอง WHATMAN เบอร์ 42 ที่อุณหภูมิดังกล่าว เพื่อแยกผลิตภัณฑ์ไซและตัวดูดซับออกจากกัน



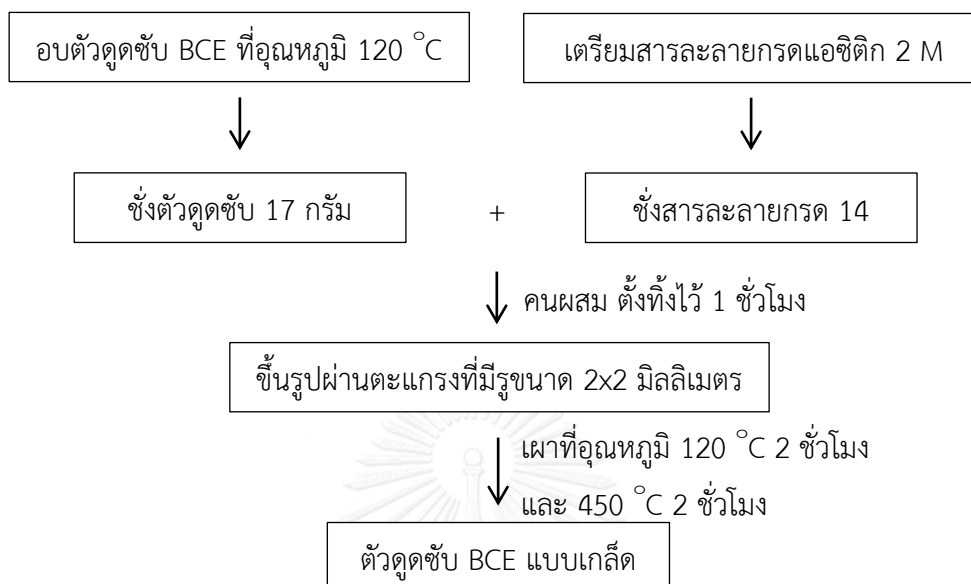
รูปที่ 3.7 ขั้นตอนการดูดซับด้วยตัวดูดซับชนิดต่างๆ

3.2.2.1 การศึกษาการดูดซับแบบคอลัมน์

(1) การขึ้นรูปตัวดูดซับ BCE

ตัวดูดซับ BCE มีอนุภาคขนาดเล็ก เมื่อนำไปบรรจุในคอลัมน์โดยตรงจะทำให้เกิดการอุดตันในระบบเกิดความดันตก (pressure drop) ดังนั้นจึงต้องทำการขึ้นรูปตัวดูดซับ BCE เพื่อเพิ่มช่องว่าง (void) ภายในคอลัมน์ เตรียมโดยนำตัวดูดซับ BCE ไปอบที่อุณหภูมิ 120 °C ทิ้งไว้ข้ามคืน และเตรียมสารละลายกรดแอสติกเข้มข้น 2 M ซังตัวดูดซับ BCE 17 กรัม จากนั้นทำการหยดกรด 14 กรัม ลงในตัวดูดซับโดยค่อยๆ หยดทีละน้อย คนให้ผสมเข้ากันจนมีลักษณะข้นเหนียว และตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำตัวดูดซับไปขึ้นรูปโดยผ่านตะแกรงที่มีรูขนาด 2x2 มิลลิเมตร นำไปเผาเป็นลำดับขั้นที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ 450 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้ตัวดูดซับ BCE

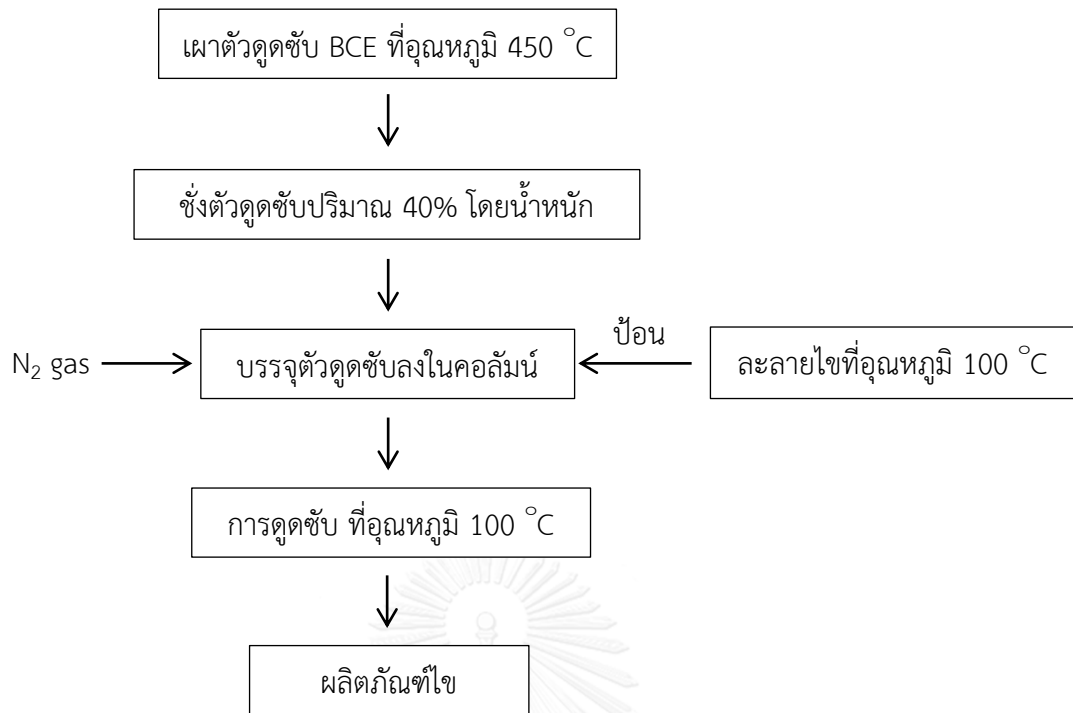
ที่มีลักษณะเป็นเกล็ด นำมาคัดขนาดอนุภาคด้วยการผ่านตะแกรงร่อน เก็บตัวดูดซับ BCE ใน โถดูดความชื้น



รูปที่ 3.8 ขั้นตอนการขึ้นรูปตัวดูดซับ BCE

(2) การศึกษาการดูดซับแบบคอลัมน์

เป็นการเลือกภาวะที่เหมาะสมที่สุดจากการดูดซับแบบแบตช์มาทำการศึกษาการดูดซับแบบคอลัมน์ เพื่อให้ไขแยกออกจากตัวดูดซับได้ดีขึ้น การดูดซับทำได้โดยละลายไซดิว 25 กรัม ที่อุณหภูมิ $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ และนำตัวดูดซับ BCE แบบเม็ด ซึ่งผ่านการเผาที่อุณหภูมิ $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 40% โดยน้ำหนัก บรรจุลงในคอลัมน์โดยมีรัศมี 2 เซนติเมตร ยาว 30 เซนติเมตร โดยใช้สำลีสูง 2 เซนติเมตรเป็นตัวรองรับ ให้ความร้อนแก่คอลัมน์ที่ $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยใช้ heater band พันรอบคอลัมน์และควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ด้วยตัวควบคุมอุณหภูมิ (temperature controller) จากนั้นเทไซดิวที่เป็นของเหลวให้ไหลผ่านคอลัมน์ที่บรรจุตัวดูดซับ BCE แบบเกล็ด พร้อมทั้งป้อนแก๊สไนโตรเจนเก็บผลิตภัณฑ์ไขที่ออกจากคอลัมน์ เพื่อนำไปวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและเคมี



รูปที่ 3.9 ขั้นตอนการดูดซับแบบคอลัมน์



รูปที่ 3.10 อุปกรณ์การดูดซับแบบคอลัมน์

3.3 เครื่องมือและเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและเคมีของไซติบและผลิตภัณฑ์ไซติบผ่านการทำให้บริสุทธิ์

3.3.1 การจำแนกชนิดสารอินทรีย์จากหมู่ฟังก์ชัน

การวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันในตัวอย่างไซติบเบื้องต้นสามารถใช้เทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) เป็นหนึ่งในเทคนิคทางด้านสเปกโตรสโกปีที่มีประสิทธิภาพในการจำแนกประเภทของสารอินทรีย์ สารอนินทรีย์ และพันธะเคมีในโมเลกุล รวมถึงสามารถบอกถึงปริมาณองค์ประกอบที่อยู่ในสารตัวอย่างที่ไม่ทราบชนิด โดยทำการตรวจวัดการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของตัวอย่างที่ความถี่ต่างๆ ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละพันธะ หรืออาจเรียกได้ว่าเป็นลายพิมพ์โมเลกุล (molecular fingerprint) เทคนิคนี้มีสภาพไว ใช้ระยะเวลาในการตรวจสอบน้อยกว่าเทคนิคอื่นๆ



รูปที่ 3.11 Fourier transform infrared spectrometer (FT-IR) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น Spectrum One

การเตรียมตัวอย่างเริ่มจากการบดตัวอย่างของแข็งประมาณ 1-2 มิลลิกรัม ผสมกับผงโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ประมาณ 100 มิลลิกรัม นำเข้าเครื่องอัด minipress จนได้แผ่นกลมแบนใสคล้ายแก้ว (disc) จากนั้นวางแผ่นตัวอย่างลงในที่ยึด (sample holder) แล้ววิเคราะห์ด้วยเครื่อง FTIR ในช่วงจำนวนคลื่น (wavenumber) $4400-400\text{ cm}^{-1}$

3.3.2 ดีกรีความเป็นกิ่ง (degree of branching) และ %การกำจัดแอรอแมติก (% aromatics removal)

การวิเคราะห์หาดีกรีความเป็นกิ่งและ %การกำจัดแอรอแมติกในตัวอย่างสามารถใช้เทคนิค Proton nuclear magnetic resonance spectroscopy ($^1\text{H-NMR}$) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการหาโครงสร้างของโมเลกุลและตรวจสอบปริมาณของแต่ละองค์ประกอบที่เปลี่ยนไปได้ โดยจำนวนนิวเคลียสที่สัมพันธ์กันในแต่ละตำแหน่งสามารถพิจารณาได้จากข้อมูลดังนี้

1. ตำแหน่งของสัญญาณ (positions of the signals) หรือ chemical shift เป็นข้อมูลที่สัมพันธ์กับสภาพแวดล้อมเชิงอิเล็กทรอนิกส์ (electronic environment) ของโปรตอนแต่ละกลุ่มองค์ประกอบ
2. ความเข้มของสัญญาณ (intensity of signals) หรือพื้นที่ใต้พีค เป็นข้อมูลที่สัมพันธ์กับจำนวนของโปรตอนแต่ละชนิด



รูปที่ 3.12 Nuclear magnetic resonance spectrometer (NMR 300 MHz) ยี่ห้อ Varian รุ่น INOVA

ตัวทำละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ $^1\text{H-NMR}$ เป็นตัวทำละลายที่ปราศจากน้ำและมีการแทนที่ H (proton) ด้วย D (deuterium) เพื่อป้องกันสัญญาณรบกวนจากตัวทำละลาย ตัวทำละลายที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ deuterated chloroform (CDCl_3) ในการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ ซึ่งตัวอย่างไซ 10 มิลลิกรัม ละลายด้วยตัวทำละลายคลอโรฟอร์ม 0.6 มิลลิลิตร ในหลอด NMR จากนั้นปิดหลอดด้วยจุกปิดและพันปลายหลอดด้วยพาราฟิน

โดยดีกรีของความเป็นกิ่งแสดงถึงความเป็นกิ่งของสายโซ่ไฮโดรคาร์บอน [31] ซึ่งมีความสัมพันธ์กับปริมาณของหมู่เมทิล (CH₃ content) ที่มีอยู่ในผลิตภัณฑ์ไซ สามารถคำนวณได้จากสมการที่ (3.1)

$$\text{Degree of branching} = \frac{A_{\text{methyl}}}{A_{\text{methine}} + A_{\text{methylene}}} \times 100 \quad \text{.....(3.1)}$$

เมื่อ A_{methyl} = พื้นที่ใต้พีคหมู่เมทิล

A_{methine} = พื้นที่ใต้พีคหมู่เมไธน์

$A_{\text{methylene}}$ = พื้นที่ใต้พีคหมู่เมทิลีน

%การกำจัดแอรอแมติก (%aromatics removal) [7]สามารถคำนวณได้จากสมการที่ (3.2)

$$\% \text{ Aromatics removal} = \frac{A_{\text{aromatic SW}} - A_{\text{aromatic W}}}{A_{\text{aromatic SW}}} \times 100 \quad \text{.....(3.2)}$$

เมื่อ $A_{\text{aromatic SW}}$ = พื้นที่ใต้พีคแอรอแมติกของไซดิบ

$A_{\text{aromatic W}}$ = พื้นที่ใต้พีคแอรอแมติกของผลิตภัณฑ์ไซ

3.3.3 องค์ประกอบของธาตุคาร์บอน ไฮโดรเจน ไนโตรเจน และซัลเฟอร์

การวิเคราะห์หาปริมาณธาตุของคาร์บอน ไฮโดรเจน ไนโตรเจน และซัลเฟอร์ในตัวอย่างสามารถใช้เทคนิค CHNS elemental analysis โดยอาศัยหลักการเผาตัวอย่างที่อุณหภูมิสูงภายใต้อากาศและออกซิเจน จนเกิดเป็นก๊าซผสมของ N₂, CO₂, H₂O และ SO₂ ซึ่งแก๊ส He จะเป็นตัวพาแก๊สเหล่านี้เข้าสู่ระบบตรวจวัด และวัดปริมาณธาตุด้วยเครื่องตรวจวัดชนิด thermal conductivity เทคนิคนี้สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งตัวอย่างที่เป็นของแข็งและของเหลว

ในการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ ซึ่งตัวอย่างไซ 2 มิลลิกรัมในแคปซูลดีบุก (tin capsule) ใส่ลงไปใน loading chamber และทำการวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุ ซึ่งใช้ซิสติน (cystine, (SCH₂CH(NH₂)CO₂H)₂) เป็นสารมาตรฐาน โดยมีองค์ประกอบของ C H N และ S เท่ากับ 29.99 5.03 11.66 และ 26.69% ตามลำดับ



รูปที่ 3.13 Elemental analyzer (EA) (CHNS/O Analyzer) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น PE2400 Series II

3.3.4 ปริมาณสารประกอบแอมโรแมติก

การวิเคราะห์หาปริมาณสารประกอบแอมโรแมติกในตัวอย่างสามารถใช้เทคนิค UV-VIS spectroscopy โดยอาศัยหลักการดูดกลืนรังสีของสารที่อยู่ในช่วงอัลตราไวโอเล็ต (ultraviolet, UV) และวิซิเบิล (visible, VIS) ในช่วงความยาวคลื่นประมาณ 190-1000 nm สารแต่ละชนิดสามารถดูดกลืนรังสีในช่วงความยาวคลื่นที่แตกต่างกัน โดยมีความสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดขององค์ประกอบที่อยู่ในตัวอย่าง ตัวอย่างเช่นสารประกอบที่ไม่อิ่มตัว (แอลคีน) และแอมโรแมติกที่มีระบบคอนจูเกตอยู่ ค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) ของสารตัวอย่างเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของสารประกอบหรือจำนวนโมเลกุลที่มีการดูดกลืนแสง ตามกฎของ Beer-Lambert ($A = \epsilon bc$) และความยาวคลื่นที่สารประกอบดูดกลืนแสงได้สูงสุดถูกเรียกว่า λ_{max} เทคนิคนี้สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ

การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ ซึ่งตัวอย่างไซ 6 มิลลิกรัม ละลายด้วยนอร์มอลเฮปเทน 10 มิลลิลิตร เทสารละลายใส่ในเซลล์ควอร์ต (quartz cuvette) และทำการวิเคราะห์หาปริมาณสารประกอบแอมโรแมติกด้วยเครื่อง UV-VIS spectrophotometer



รูปที่ 3.14 UV-VIS spectrophotometer ยี่ห้อ Jenway 7315

3.3.5 สี

การวิเคราะห์ค่าสีของไซด้วยเครื่องวัดสี color checker ในระบบ CIE Lab ซึ่งจะให้ค่าสีทั้งหมด 3 ค่า คือ L^* a^* b^* โดยแต่ละค่าจะบ่งบอกสีที่แตกต่างกันเป็นระบบสีแบบ 3 มิติ

โดยที่ ค่า L^* แสดงความสว่างของสี มีค่า 0-100

L^* มีค่าเท่ากับ 0 หมายถึง สีดำ/มืด (darkness)

L^* มีค่าเท่ากับ 100 หมายถึง สีขาว/สว่าง (lightness)

ค่า a^* แสดงความเป็นสีแดง-สีเขียว

+ a^* หมายถึง สีแดง (redness)

- a^* หมายถึง สีเขียว (greenness)

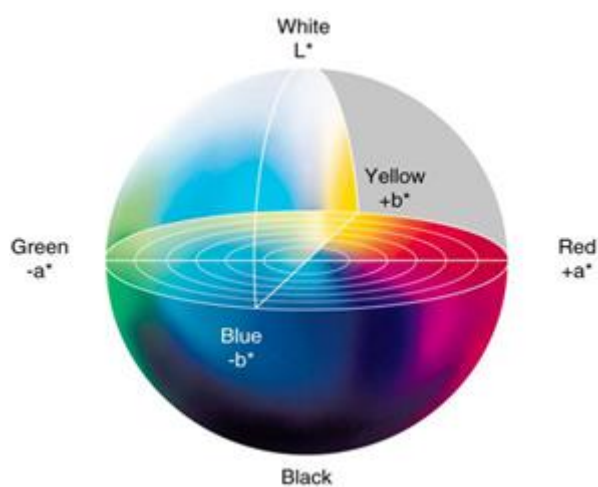
ค่า b^* แสดงความเป็นสีเหลือง-สีน้ำเงิน

+ b^* หมายถึง สีเหลือง (yellowness)

- b^* หมายถึง สีน้ำเงิน (blueness)

การคำนวณหาค่าความแตกต่างของค่าสีในระบบ CIE Lab ใช้สมการของ CIE ΔE_{ab} ดังแสดงในสมการที่ (3.3)

$$\Delta E_{ab} = ((\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2)^{1/2} \quad \dots\dots\dots(3.3)$$



รูปที่ 3.15 ระบบการวัดสี CIE Lab ในรูป 3 มิติ



รูปที่ 3.16 Color checker ยี่ห้อ Nippon Denshoku รุ่น NR-11

ก่อนการวัดสีทุกครั้งต้องทำการปรับมาตรฐานเครื่องด้วยแผ่นสีขาวและแผ่นสีดำตามลำดับ แล้วจึงทำการวัดสีตัวอย่าง การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ค่าสี ละลายไขที่อุณหภูมิ 90 °C เกล่งในถ้วยอะลูมิเนียมจนเต็ม ทิ้งไว้ให้เย็น และจึงนำไปวัดด้วยเครื่องวัดสี โดยทำการวัดซ้ำและหาค่าเฉลี่ยสี

3.3.6 ขนาดผลึก (crystallite size) และดีกรีของความเป็นผลึก (degree of crystallinity)

การวิเคราะห์หาขนาดผลึกและดีกรีของความเป็นผลึกของตัวอย่างสามารถใช้เทคนิค X-ray diffraction spectroscopy ซึ่งเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์แบบไม่ทำลายตัวอย่าง (non-destructive method) โดยใช้หลักการของ Bragg's law หรือ $2d \sin\theta = n\lambda$ ในการคำนวณค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆกัน ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน เพื่อระบุวิวัฒนาการของโครงสร้างของสารตัวอย่าง

การวิเคราะห์โครงสร้างของตัวดูดซับและไซ สามารถวัดได้โดยใช้แหล่งกำเนิดแสง X-ray เป็น Cu K α โดยใช้ความยาวคลื่น 1.5406 อังสตรอม ใช้กำลังไฟฟ้า 40 กิโลวัตต์ และกระแสไฟฟ้า 40 มิลลิแอมแปร์ และใช้มุม 2θ ตั้งแต่ 5 องศา ถึง 80 องศา การหาโครงสร้างของสารตัวอย่างสามารถนำมาเปรียบเทียบกับ XRD patterns ของสารมาตรฐานในเครื่องได้

ขนาดผลึก (crystallite size) ของไซ สามารถคำนวณได้จากสมการของ Scherrer [32] ดังแสดงในสมการที่ (3.4)

$$L_{hkl} = \frac{K\lambda}{B \cos\theta} \quad \dots\dots\dots(3.4)$$

- เมื่อ
- K = ค่าคงที่ของ Scherrer
 - λ = ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ (0.154 nm)
 - θ = มุมแบรกก์ (องศา)
 - B = ความกว้างที่ความสูงครึ่งหนึ่งของพีค (ดีกรี)

ดีกรีของความเป็นผลึก (degree of crystallinity) ของไซ [32] สามารถคำนวณได้จากสมการที่ (3.5)

$$\% \text{ Crystallinity} = \frac{A_{110} + A_{200}}{A_{amorphous} + A_{110} + A_{200}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3.5)$$

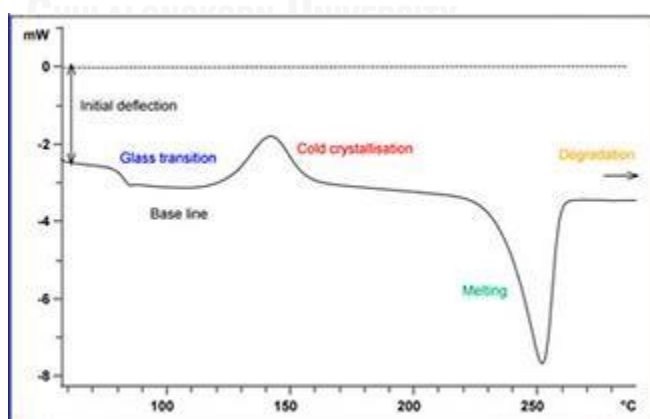
- เมื่อ
- A_{110} = พื้นที่ใต้พีคระนาบ 110 ของผลึก
 - A_{200} = พื้นที่ใต้พีคระนาบ 200 ของผลึก
 - $A_{amorphous}$ = พื้นที่ใต้พีคของวัฏภาคอสัณฐาน (amorphous phase)



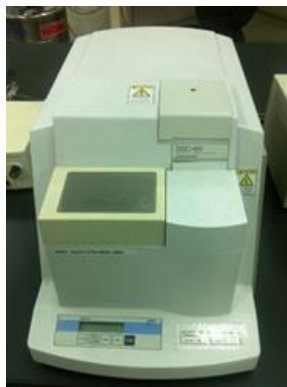
รูปที่ 3.17 X-ray diffractometer (XRD) ยี่ห้อ Bruker รุ่น D8 Advance

3.3.7 สมบัติทางความร้อน

การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน ตัวอย่างเช่น อุณหภูมิการหลอมเหลว (melting temperature) และจุดเริ่มกลับแข็งตัว (congealing point) สามารถใช้เทคนิค Differential scanning calorimetry (DSC) เป็นการวัดการเปลี่ยนแปลงค่าพลังงานความร้อนของตัวอย่างเมื่อได้รับความร้อนเทียบกับสารอ้างอิง ซึ่งเป็นกรดอะลูมิเนียมเปลา การเปลี่ยนแปลงทางกายภาพและทางเคมีของตัวอย่างจะเกี่ยวข้องกับกระบวนการดูดความร้อนและการคายความร้อน (endothermic and exothermic processes)



รูปที่ 3.18 สมบัติทางความร้อน



รูปที่ 3.19 Differential scanning calorimeter (DSC) ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น DSC-60

การเตรียมตัวอย่างทำได้โดยชั่งไซประมาณ 5 มิลลิกรัมลงในภาชนะอะลูมิเนียม (aluminium pan) นำไปวางลงในเครื่อง ทำการทดสอบโดยเริ่มให้ความร้อนช่วงอุณหภูมิ 30-140 °C ที่อัตรา 10 °C/นาที แล้วให้อุณหภูมิคงที่ไว้อีก 2 นาที (isothermal) หลังจากนั้นทำการลดอุณหภูมิลงจาก 140-30 °C ด้วยอัตรา 10 °C/นาที ขั้นสุดท้ายให้ความร้อนครั้งที่สองจาก 30-140 °C ที่อัตรา 10 °C/นาที โดยทดสอบภายใต้สภาวะไนโตรเจนที่อัตราการไหล 20 มิลลิตร/นาที

3.3.8 ปริมาณไนโตรเจน (nitrogen content)

การวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนในตัวอย่างใช้เทคนิค Boat-inlet chemiluminescence (ASTM D 5762-05) ทำได้โดยชั่งตัวอย่างไฮโดรคาร์บอนบน sample boat ที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำเข้าสู่ combustion tube ที่อุณหภูมิสูง ใช้อากาศและออกซิเจนช่วยในการเผาไหม้ ทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันระหว่างสารประกอบไนโตรเจนและออกซิเจนเกิดเป็นก๊าซผสมของไนโตรเจนออกไซด์ (NO_x) น้ำที่เกิดขึ้นถูกกำจัดออกโดยใช้ anhydrous magnesium perchlorate การตรวจวัดอาศัยกระบวนการปลดปล่อยพลังงาน (emission) ที่เกิดจากโมเลกุลของก๊าซผสมถูกกระตุ้นโดยปฏิกิริยาเคมีแล้วกลับลงสู่ระดับพลังงานปกติ พร้อมกับปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปของพลังงานแสงเรียกว่า การเกิด chemiluminescence พลังงานแสงที่เกิดขึ้นสามารถตรวจวัดได้โดยโฟโตมัลติพลายเออร์

สารละลายมาตรฐานเข้มข้น (500 ng nitrogen/ μL) เตรียมได้จากการชั่งอะคริดีน (acridine) 0.64 กรัม ใส่ในขวดปริมาตร 100 มิลลิตร จากนั้นเติมไซลีน (xylene) เป็นตัวทำละลายจนถึงขีดระบุปริมาตร สำหรับ calibration standards ที่มีความเข้มข้นเท่ากับ 1, 5, 10, 50 และ 100 ng nitrogen/ μL ได้จากการนำสารละลายมาตรฐานเข้มข้นมาเจือจาง การเตรียมสารละลายตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ทำได้โดยการนำตัวอย่างมาเจือจางในไซลีนด้วยอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวอย่างต่อไซลีน เท่ากับ 1:5

3.3.9 ปริมาณซัลเฟอร์ (sulfur content)

การวิเคราะห์หาปริมาณซัลเฟอร์ในตัวอย่างสามารถใช้เทคนิค Energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometry (ASTM D4294-03) ซึ่งเป็นการยิงรังสีเอ็กซ์จากแหล่งกำเนิดให้ตกกระทบบนตัวอย่าง รังสีเอ็กซ์จะทำให้อิเล็กตรอนวงในของอะตอมของธาตุหลุดออกไป อิเล็กตรอนวงถัดมาจะเข้ามาแทนที่และคายพลังงานส่วนเกินออกมาในลักษณะของเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์ โดยค่าพลังงานเฉพาะของตัวของธาตุนั้นบ่งบอกในเชิงคุณภาพ ส่วนความเข้มข้นของเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์ที่เกิดขึ้นบ่งบอกในเชิงปริมาณ ซึ่งความเข้มข้นของเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์สามารถนำไปเทียบกับ calibration standards เพื่อหา %ความเข้มข้นโดยน้ำหนักของซัลเฟอร์

Calibration standards ทำได้โดยเตรียมสารมาตรฐานหลักที่มีความเข้มข้นของซัลเฟอร์ 0.1 และ 5% โดยน้ำหนัก ใช้ di-*n*-butyl sulfide (DBS) เป็นสารมาตรฐาน และ white mineral oil เป็นสารเมทริกซ์ สัดส่วนของสารทั้งสองแสดงดังตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.3 องค์ประกอบของสารมาตรฐานหลัก

Sulfur content (mass %)	Mass of matrix dilution (g)	Mass of di- <i>n</i> -butyl sulfide (g)
5	48.6	14.4
0.1	43.6	0.200

สารละลายมาตรฐานซัลเฟอร์เตรียมขึ้นโดยการเจือจางสารมาตรฐานหลักและเมทริกซ์ ที่มีความเข้มข้นของซัลเฟอร์ 2 ช่วง ได้แก่ 0.002-0.1 และ 0.1-5 %โดยน้ำหนัก เพื่อนำมาทำกราฟมาตรฐาน ความเข้มข้นของซัลเฟอร์ในสารตัวอย่างสามารถคำนวณได้จากสมการที่ (3.6)

$$S = \frac{(DSB \times S_{DBS}) + (MO \times S_{MO})}{(DBS + MO)} \dots\dots\dots(3.6)$$

- เมื่อ
- S = % โดยน้ำหนักของซัลเฟอร์มาตรฐานที่เตรียมไว้
 - DBS = น้ำหนักที่แท้จริงของ DBS (กรัม)
 - MO = น้ำหนักที่แท้จริงของ white mineral oil (กรัม)
 - S_{DBS} = % โดยน้ำหนักของซัลเฟอร์ใน DBS (โดยทั่วไป = 21.91%)
 - S_{MO} = % โดยน้ำหนักของซัลเฟอร์ใน white mineral oil

3.3.10 ปริมาณน้ำมัน (oil content)

การวิเคราะห์หาปริมาณน้ำมัน (oil content) ทำตามวิธีมาตรฐาน ASTM D721-06 โดยมีขั้นตอนอย่างคร่าวดังนี้ ละลายตัวอย่างไขด้วย MEK และนำไปอุ่นใน steam bath พร้อมทั้งกวนให้ผสมเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นตักตะกอนไขที่อุณหภูมิต่ำ $-32\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($-25\text{ }^{\circ}\text{F}$) และนำไปกรอง ปริมาณน้ำมันที่ได้จากการกรองหาได้โดยนำไประเหย MEK ออก และชั่งน้ำหนักสารที่เหลืออยู่

ปริมาณน้ำมันในตัวอย่างไขสามารถคำนวณได้จากสมการที่ (3.7)

$$\text{Oil in wax, weight\%} = (100 \text{ AC} / (\text{BD})) - 0.15 \quad \dots\dots\dots(3.7)$$

เมื่อ A = น้ำหนักของน้ำมันที่เหลือ (กรัม)

B = น้ำหนักของตัวอย่างไข (กรัม)

C = น้ำหนักของตัวทำละลาย (กรัม)

D = น้ำหนักของตัวทำละลายที่ระเหย (กรัม)

0.15 = average factor correcting สำหรับการละลายไขในตัวทำละลายที่ $-32\text{ }^{\circ}\text{C}$

3.3.11 ความหนืดคิเนมาติก (kinematic viscosity)

การวิเคราะห์หาความหนืดคิเนมาติกทำตามวิธีมาตรฐาน ASTM D445 เป็นตัวบ่งชี้สมบัติความต้านทานการไหลของผลิตภัณฑ์ไขเหลว ซึ่งทำให้เกิดการเปลี่ยนรูปจากการกระทำของความเค้นเฉือนหรือความเค้นภายนอก และอาจจะถูกพิจารณาให้เป็นตัวชี้วัดความเสียดทานของไหลได้ ความหนืดคิเนมาติกวิเคราะห์ได้จากเครื่องวัดความหนืดชนิด glass capillary โดยการวัดเวลาที่ตัวอย่างไขไหลจากจุดเริ่มต้นจนถึงจุดสิ้นสุดโดยให้ไหลลงอย่างอิสระภายใต้แรงโน้มถ่วง ที่อุณหภูมิต่ำ $100\text{ }^{\circ}\text{C}$

ความหนืดคิเนมาติกสามารถคำนวณได้จากสมการที่ (3.8)

$$\text{ความหนืดคิเนมาติก} = C/t \quad \dots\dots\dots(3.8)$$

ซึ่ง C = ค่าคงที่การสอบเทียบมาตรฐานของเครื่องวัดความหนืด (mm^2/s)

t = เวลาในการไหล (s)

3.3.12 สีของไซปิโตรเลียม

การวิเคราะห์สีของไซปิโตรเลียมทำตามวิธีมาตรฐาน ASTM D1500-04a เป็นการวัดสีของตัวอย่างในภาชนะทดสอบเทียบกับ colored glass disks ที่มีค่าในช่วง 0.5-8.0 ตัวอย่างไซเตรียมได้ โดยให้ความร้อนที่เพียงพอเพื่อให้ไขกลายเป็นของเหลว แต่ไม่ควรให้ความร้อนสูงเกินไป เนื่องจากอาจทำให้เกิดออกซิเดชันซึ่งส่งผลให้สีของตัวอย่างไซเปลี่ยนแปลงไป

การรายงานค่าสีแบ่งออกเป็น 3 กรณี

- ค่าสีของตัวอย่างตรงกับ standard glass จะรายงานเป็นค่าตัวเลข
- ค่าสีของตัวอย่างอยู่ระหว่างสีมาตรฐาน 2 ค่า และตัวอย่างมีสีน้อยกว่าสีมาตรฐานนั้น จะระบุเป็น “L” หรือ “<”
- ค่าสีของตัวอย่างอยู่ระหว่างสีมาตรฐาน 2 ค่า และตัวอย่างมีสีมากกว่าสีมาตรฐานนั้น จะระบุเป็น “D” หรือ “>”

3.3.13 ดัชนีหักเหแสง (refractive index, RI)

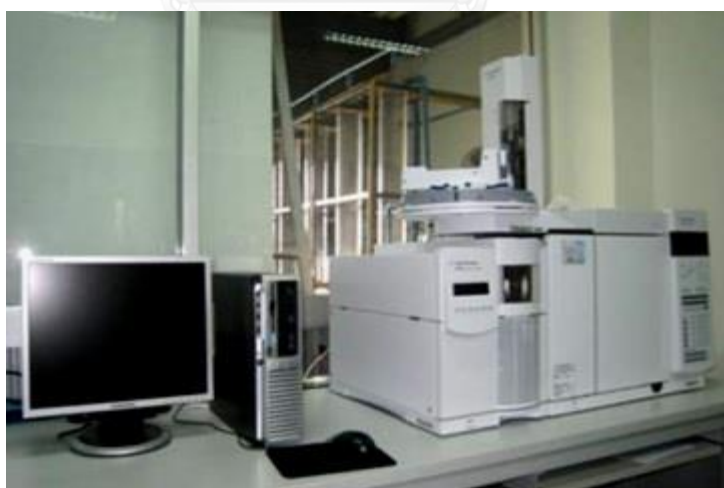
การวิเคราะห์หาดัชนีหักเหแสงของตัวอย่างทำตามวิธีมาตรฐาน ASTM D1747 แสดงค่ามุมของแสงที่หักเหไปเมื่อแสงส่องกระทบไข เมื่อแสงตกผ่านตัวกลางที่มีความหนาแน่นต่างกันจะเกิดการหักเหของแสง ค่าดัชนีหักเหของไขจะสัมพันธ์กับองค์ประกอบและโครงสร้างของชนิดโมเลกุล ค่าดัชนีหักเหแสงจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อตัวอย่างไขมีองค์ประกอบที่มีโครงสร้างพันธะคอนจูเกตหรือปริมาณสารแอโรแมติกเพิ่มมากขึ้น ดังนั้นค่าดัชนีหักเหแสงสามารถบ่งบอกชนิดขององค์ประกอบที่มีอยู่ในตัวอย่างไขได้ การตรวจสอบค่าดัชนีหักเหแสง สามารถทำได้ 2 ระบบ คือ ระบบการส่องผ่านของแสง (transparent) และระบบการสะท้อนของแสง (reflection)

3.3.14 องค์ประกอบไฮโดรคาร์บอน

การวิเคราะห์หาองค์ประกอบไฮโดรคาร์บอนผสมในตัวอย่างสามารถใช้เทคนิค Gas chromatography (GC) โดยสารตัวอย่างถูกระเหยให้กลายเป็นไอที่อุณหภูมิหนึ่งแล้วผ่านเข้าไปยังคอลัมน์ที่บรรจุด้วยเฟสคงที่ (stationary phase) โดยอาศัยการพาไปของเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) หรือ carrier gas องค์ประกอบของสารผสมที่มีความสามารถในการเคลื่อนที่และการกระจายตัวผ่านเฟสคงที่ต่างกันจะแยกออกจากกัน ภาวะของ GC ที่ใช้ในการวิเคราะห์สรุปไว้ในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 ภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟในการวิเคราะห์หองค์ประกอบพาราฟิน

Operating condition	Value
Column name	HP-5 cross-linked 5% phenyl methyl siloxane
Column length	30 m
Column ID.	0.32 mm
Film Thickness	0.25 μm
Carrier gas	Helium
Back pressure	22 psi
Injection volume	1 μL
Column initial temperature	100 $^{\circ}\text{C}$
Ramp rate	6 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$
Column final temperature	320 $^{\circ}\text{C}$
Holding time	40 min
Detector type	FID
Detector temperature	375 $^{\circ}\text{C}$
Sample preparation	0.1 g of wax / 10 mL of cyclohexane



รูปที่ 3.20 Gas chromatograph (GC) ยี่ห้อ Agilent รุ่น 6890N

3.3.15 สัณฐานวิทยา

การวิเคราะห์สัณฐาน (morphology) แสดงถึงลักษณะพื้นผิว ขนาด และรูปร่างของตัวอย่าง ไซและตัวดูดซับ สามารถใช้เทคนิค Scanning electron microscopy (SEM) อาศัยการกราดลำ อิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิด (electron gun) ไปบนพื้นผิวตัวอย่าง ทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิของ ตัวอย่างออกมาและเครื่องจะจับสัญญาณ ถูกแปรผลเป็นภาพ



รูปที่ 3.21 Scanning electron microscope (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6610LV

การเตรียมตัวอย่างไซเตรียมได้โดยทำการหัก (fracture) ไซเป็นชิ้น เพื่อดูภาพผลึกแบบ ตัดขวาง (cross section) และติดด้านที่ไม่ต้องการศึกษาบนภาดรอง (stub) ด้วยเทปกาว ส่วนตัวดูด ซับมีลักษณะเป็นผง เตรียมโดยนำไปโรยติดบนภาดรอง และใช้ลูกโป่งยางเป่า เพื่อไม่ให้ตัวดูดซับเกาะ กันเป็นกลุ่ม จากนั้นจึงนำไปฉาบเคลือบทองบนผิวของตัวอย่างก่อนนำเข้าเครื่องวิเคราะห์ที่ กำลังขยายต่างๆ

3.3.16 พื้นที่ผิวจำเพาะและความพรุน

การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรรูพรุน และขนาดของรูพรุนของตัวดูดซับ สามารถใช้ เทคนิค N_2 adsorption-desorption measurement ใช้วัดการดูดซับและคายแก๊สไนโตรเจนที่ อุณหภูมิ $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ ซึ่งจะเป็นการดูดซับทางกายภาพแบบหลายชั้น กล่าวคือ โมเลกุลของตัวดูดซับ สามารถจับในบริเวณพื้นผิวของตัวดูดซับและสามารถดูดซับซ้อนทับโมเลกุลไปเรื่อยๆจนกว่าจะเต็มรู พรุนของตัวดูดซับ การวิเคราะห์ใช้ตัวดูดซับประมาณ 0.1 กรัม โดยไล่ความชื้นและสารระเหยอื่นๆที่ อุณหภูมิ $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และทำการเติมแก๊สไนโตรเจนด้วยอัตราการไหล 20 มิลลิลิตร/

นาที่ โดยเครื่องจะวัดปริมาณแก๊สไนโตรเจนและความดันย่อยที่เปลี่ยนแปลงในตัวดูดซับ เพื่อใช้คำนวณด้วยวิธีของ Brunauer-Emmett-Teller (BET) ดังสมการที่ (3.9)

$$\frac{P}{V(P_0-P)} = \frac{1}{V_m c} + \frac{c-1}{V_m c} \left(\frac{P}{P_0} \right) \quad \text{.....(3.9)}$$

เมื่อ P_0 = ความดันไออิ่มตัวของแก๊สที่ถูกดูดซับ ที่อุณหภูมิของการดูดซับ

P = ความดันรวม

V = ปริมาตรของแก๊สที่ถูกดูดซับที่ความดัน P

V_m = ปริมาตรของแก๊สที่ถูกดูดซับในการดูดซับแบบชั้นเดียว

c = ค่าคงที่ ซึ่งสัมพันธ์กับความร้อนของการดูดซับ

$$C = e^{(\Delta H_{ads} - \Delta H_{cond})/RT}$$

หากพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $P/V(P_0-P)$ กับ P/P_0 จะได้กราฟเส้นตรง ซึ่งสามารถคำนวณหาพื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area, S_g) ของตัวดูดซับได้จากสมการที่ (3.10)

$$S_g = \frac{V_m}{0.0224} \times 6.023 \times 10^{23} \times \alpha \quad \text{.....(3.10)}$$

เมื่อ α = พื้นที่ผิวที่ถูกปกคลุมด้วยตัวถูกดูดซับต่อ 1 โมเลกุล (ตารางเมตร)



รูปที่ 3.22 Surface area and porosity analyzer ยี่ห้อ Micromeritics รุ่น ASAP 2020

3.3.17 การสลายตัวทางความร้อน

การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนของตัวอย่างไขและตัวดูดซับที่ผ่านการดูดซับด้วยเทคนิค Thermogravimetric/differential thermal analysis (TG/DTA) เป็นวัดการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิและน้ำหนัก เพื่อหาปริมาณของสารที่สลายตัว ซึ่งตัวอย่างประมาณ 5 มิลลิกรัมบนภาดตัวอย่างและทำการวิเคราะห์โดยทำการเพิ่มอุณหภูมิในอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ที่อุณหภูมิ 30 ถึง 1000 °C ภายใต้ไนโตรเจนที่อัตราการไหล 50 มิลลิลิตรต่อนาที



รูปที่ 3.23 Thermogravimetric analyzer ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น 851e

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 สมบัติทางกายภาพและเคมีของไซดิบเกรด 150 SW

รูปที่ 4.1 แสดงลักษณะทางกายภาพและสีของไซดิบ พบว่าไซดิบเริ่มต้นมีลักษณะเป็นของแข็ง เหนียวสีเหลืองเข้ม ไม่มีกลิ่น และเมื่อพิจารณาถึงค่าสีที่วิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดสี color checker ในระบบ CIE Lab พบว่า ไซดิบมีค่าความสว่างเพียง 61 และมีค่า b^* ที่เป็นค่าบวกค่อนข้างสูง ซึ่งแสดงว่า ไซดิบมีสีเหลืองมาก ตารางที่ 4.1 แสดงสมบัติทางกายภาพและเคมีของไซดิบ พบว่า ไซดิบเกรด 150SW มีค่าสีเท่ากับ L2.5 ความหนืดคิเนมาติก $18.28 \text{ mm}^2/\text{s}$ ปริมาณน้ำมัน 11.03 wt.%, ปริมาณไนโตรเจน 273 ppmw ปริมาณซัลเฟอร์ 0.281 wt.% และค่าดัชนีหักเหแสง 1.458 แสดงให้เห็นว่าไซดิบยังมีองค์ประกอบของสิ่งปนเปื้อนอยู่มาก



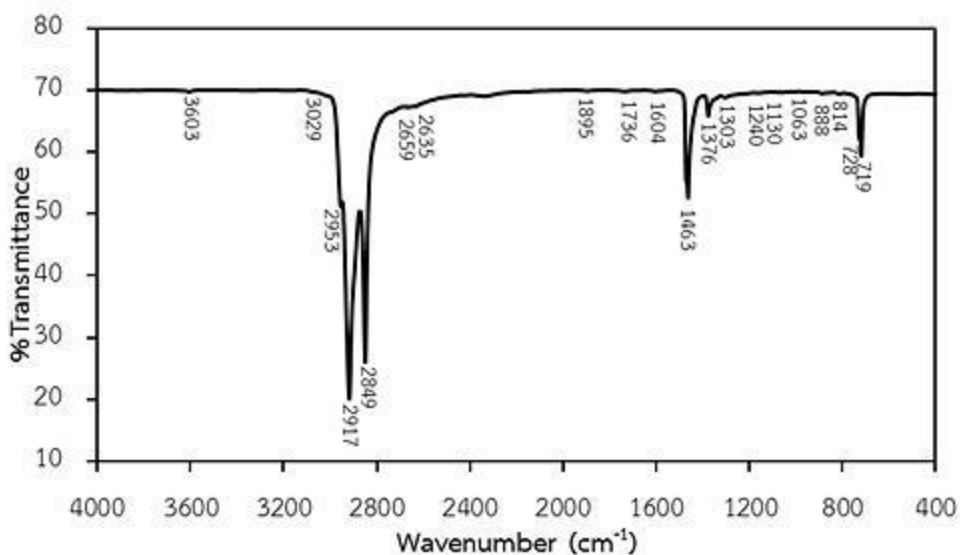
L^*	61
a^*	2
b^*	35

รูปที่ 4.1 ลักษณะทางกายภาพและค่าสีของไซดิบ เกรด 150SW

ตารางที่ 4.1 สมบัติทางกายภาพและเคมีของไซดิบเกรด 150SW ที่วิเคราะห์ตามวิธีมาตรฐาน ASTM

Properties	Test method	Unit	Result
ASTM color	ASTM D1500	-	L2.5
Kinematic viscosity @100 °C	ASTM D445	mm^2/s	18.28
Oil content	ASTM D721	wt.%	11.03
Total nitrogen	ASTM D5762	ppmw	273
Sulfur content	ASTM D4294	wt.%	0.281
Refractive index	ASTM D1747	-	1.458

เทคนิค Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) นำมาใช้ในการวิเคราะห์หา หมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างของไซดิบ แสดงดังรูปที่ 4.2 พบว่า ในไซดิบมีองค์ประกอบหลักของ ไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ยาว ประกอบด้วยนอร์มอลพาราฟิน ไอโซพาราฟินและไซโคลพาราฟิน ซึ่งพบ แถบการดูดกลืนที่จำนวนคลื่น 2953, 2917 และ 2849 cm^{-1} แสดงถึง sp^3 C-H stretching ของ แอลเคน แถบการดูดกลืนที่จำนวนคลื่น 1463 และ 1376 cm^{-1} แสดงถึง C-H bending ของหมู่ CH_2 และ CH_3 ตามลำดับ และที่จำนวนคลื่น 728 และ 719 cm^{-1} แสดงแอลเคนสายโซ่ยาว นอกจากนี้ยังพบสารประกอบแอโรแมติกต่างๆ แสดงแถบการดูดกลืนที่จำนวนคลื่น 3029 cm^{-1} และ 1895, 1736 และ 1604 cm^{-1} เป็นการสั่นของ C-H stretching และส่วนลายนิ้วมือ (fingerprint region) ของสารประกอบแอโรแมติกตามลำดับ ทั้งนี้ยังพบ O-H stretching ของฟีนอลที่จำนวนคลื่น 3603 cm^{-1} สารประกอบแอโรแมติกที่มีหมู่แทนที่ 1 และ 2 หมู่ แสดงการดูดกลืนที่ 888 และ 814 ตามลำดับ ขณะที่จำนวนคลื่น 2659 และ 2635 cm^{-1} เป็นการดูดกลืนของ N-H stretching ของ กลีเอมีน และที่จำนวนคลื่น 1303, 1240, 1130 และ 1063 cm^{-1} เป็นการดูดกลืนของ C-N stretching หรือหมู่ซัลฟอกไซด์ แสดงถึงไซดิบมีสารประกอบที่มีไนโตรเจน และซัลเฟอร์เป็น องค์ประกอบ [33, 34] ซึ่งสารประกอบเหล่านี้เป็นสิ่งปนเปื้อนที่มีอยู่ในไซดิบ

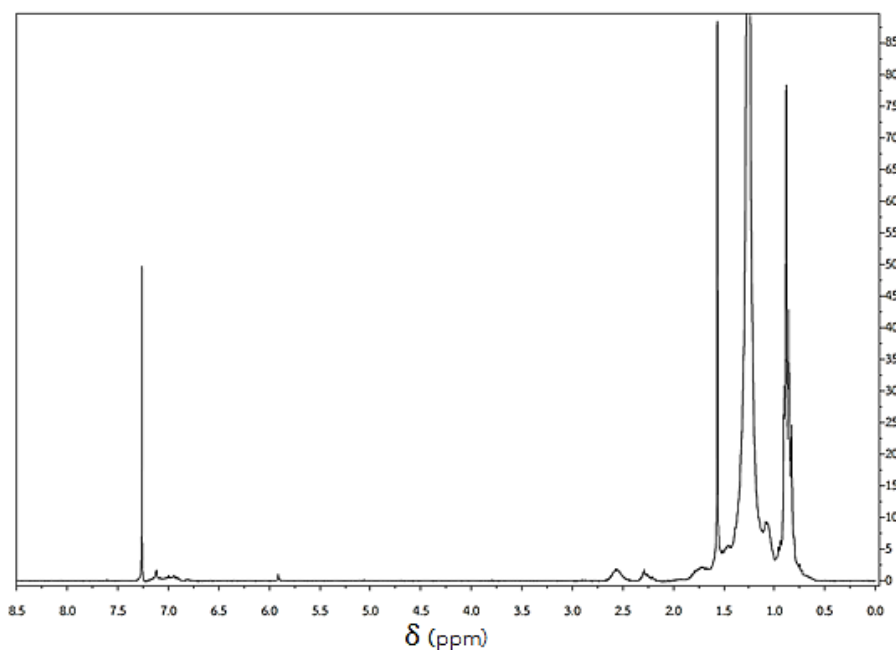


รูปที่ 4.2 สเปกตรัม FTIR ของไซดิบ เกรด 150SW

ตารางที่ 4.2 สรุปหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญและการแปลผลจากสเปกตรัม FTIR ที่แสดงในรูปที่ 4.2

จำนวนคลื่น (cm^{-1})	หมู่ฟังก์ชัน	รายละเอียด
3600-3400	O-H stretching	ฟีนอล
3050-3000	C-H stretching	แอโรแมติก
3000-2800	C-H stretching	หมู่ CH_3 , CH_2 และ CH ของ alkane
3300-2600	N-H stretching	เกลือเอมีน (R_2NH_2^+ , R_3NH^+)
2000-1600	C-H (fingerprint region)	Phenyl Ring Substitution Overtones
1600	C=C stretching	แอโรแมติก
1475-1450	C-H bending (asymmetric)	หมู่ CH_2
1380-1375	C-H bending (symmetric)	CH_3 Umbrella Deformation (Double-isopropyl, t-butyl)
1350-1000	C-N stretching/ S=O	เอมีน/ ซัลฟอกไซด์ (โครงสร้างซัลเฟอร์)
900-860	C-H (deformation)	แอโรแมติก (หมู่แทนที่ 1 หมู่)
860-810	C-H (deformation)	แอโรแมติก (หมู่แทนที่ 2 หมู่)
730-675	C-H (out of plane bending)	Long chain alkane

$^1\text{H-NMR}$ สามารถอธิบายถึงองค์ประกอบต่างๆในไซดิลได้ แสดงดังรูปที่ 4.3 พบว่าสเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของไซดิลแสดง chemical shift ที่สำคัญดังนี้ องค์ประกอบของแอโรแมติก 6.81-7.12 ppm, แอลคีน 5.91 ppm, เบนซิลิก 2.21-2.6 ppm, การซ้อนทับของหมู่เมไธนและหมู่เมทิลีน 1.0-1.7 ppm และหมู่เมทิล 0.7-1.0 ppm จากข้อมูลดังกล่าวสามารถนำมาหาปริมาณหมู่เมทิลหรือดีกรีความเป็นกิ่งได้จากความสัมพันธ์ของพื้นที่ใต้พีคของหมู่เมทิลต่อพื้นที่ใต้พีครวมของหมู่เมไธนและหมู่เมทิลีน พบว่าไซดิลมีดีกรีความเป็นกิ่งเท่ากับ 12.22% นอกจากนี้ยังสามารถนำพื้นที่ใต้พีคของแอโรแมติกของไซดิลเริ่มต้นมาเทียบกับพื้นที่ของแอโรแมติกของผลิตภัณฑ์ไซท์แยกได้ เพื่อหา % การกำจัดแอโรแมติก ดังแสดงในส่วนถัดไป

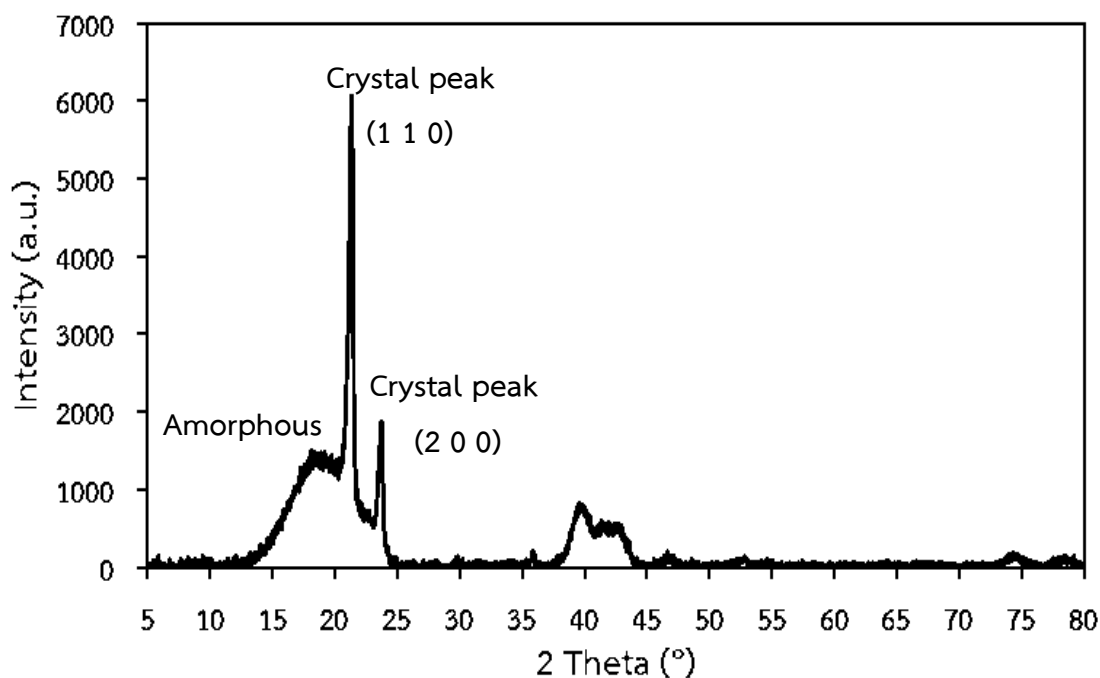


รูปที่ 4.3 สเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของไซติบ เกรด 150SW

ตารางที่ 4.3 สรุปตำแหน่ง chemical shift ที่สำคัญสำหรับโปรตอนชนิดต่างๆและการแปลผลจากสเปกตรัมที่แสดงในรูปที่ 4.3

องค์ประกอบ	ชนิดของโปรตอน	δ (ppm)
Primary aliphatic (methyl)	R-CH ₃	0.8-1.0
Secondary aliphatic (methylene)	R-CH ₂ -R	1.2-1.5
Tertiary aliphatic (methine)	R ₃ C-H	1.4-1.7
Primary benzylic	Ar-CH ₃	2.2-2.7
Vinylic	C=C-H	4.6-5.9
Aromatic	Ar-H	6.0-8.5
Chloroform (solvent)		7.26

รูปแบบ XRD ของไซติบแสดงในรูปที่ 4.4 พบพีคสำคัญที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 21.26° และ 23.64° งานวิจัยก่อนหน้านี้ระบุว่าพีคทั้งสองแสดงถึงระนาบผลึก (110) และ (200) ตามลำดับ [8] แสดงว่าไซติบมีความเป็นผลึก (crystallinity) ที่มีโครงสร้างแบบ orthorhombic กล่าวคือมีระยะห่างระหว่างอะตอม (space lattice) $a \neq b \neq c$ และมุมภายในผลึก $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ นอกจากนี้พบพีคที่มีลักษณะฐานกว้าง (broad) บริเวณ 2θ เท่ากับ 18.73° ซึ่งเป็นส่วนของไซติบที่เป็นอสัณฐาน (amorphous) [8, 32, 35] หรือมีการจัดเรียงโครงสร้างแบบไม่เป็นระเบียบ



รูปที่ 4.4 รูปแบบ XRD ของไคติบ

4.2 การทำไคติบให้บริสุทธิ์ด้วยตัวทำละลายชนิดต่างๆ

4.2.1 ผลของชนิดตัวทำละลาย

จากรูปที่ 4.5 แสดงภาพถ่ายและค่าสีของผลิตภัณฑ์ไคติบที่แยกได้จากตัวทำละลายชนิดต่างๆ พบว่า การใช้ HPT เป็นตัวทำละลาย ผลิตภัณฑ์ไคติบที่ได้มีสีเหลืองอ่อนมาก แข็งจนแทบไม่เหลือสภาพของไข กรณีที่ใช้ตัวทำละลาย MEK ผลิตภัณฑ์ไคติบที่ได้มีสีเหลืองอ่อนกว่าไคติบเริ่มต้น เนื้อไคติบยังคงมีความเหนียวและหนืดคล้ายไคติบ การใช้ BTA เป็นตัวทำละลายพบว่าผลิตภัณฑ์ไคติบที่ได้มีสีขาว เนื้อไคติบละเอียด เหนียวและมีความแข็งมากกว่าไคติบเริ่มต้น ในขณะที่การใช้ DMA และ NMP เป็นตัวทำละลาย พบว่าผลิตภัณฑ์ไคติบที่ได้มีสีเหลืองอ่อนกว่าไคติบเริ่มต้นเล็กน้อย เนื้อไคติบยังคงมีความเหนียวและหนืดคล้ายไคติบ เมื่อพิจารณาค่าสีในระบบ CIE Lab พบว่า ผลิตภัณฑ์ไคติบที่แยกได้จากตัวทำละลายทุกชนิดมีสีเหลืองอ่อนกว่าไคติบเริ่มต้น การทำไคติบให้บริสุทธิ์ด้วยตัวทำละลาย BTA จะได้ผลิตภัณฑ์ไคติบที่มีสีอ่อนลงมากที่สุด โดยดูจากค่า ΔE (L^* a^* b^* ประกอบกัน) ซึ่งมีค่าความต่างมากที่สุด และสีเหลืองมีแนวโน้มจางลง การใช้ HPT เป็นตัวทำละลาย แม้ว่าผลิตภัณฑ์ไคติบที่แยกได้จะมีค่าความสว่างที่เท่ากับผลิตภัณฑ์ไคติบที่แยกได้จากตัวทำละลาย BTA แต่ค่า b^* ที่แสดงถึงค่าสีเหลืองมีค่าที่สูงกว่าเล็กน้อย ในกรณีการใช้ DMA เป็นตัวทำละลาย ผลิตภัณฑ์ไคติบที่แยกได้มีค่าสีเหลืองและสว่าง ส่วนผลิตภัณฑ์ไคติบที่แยกได้จาก MEK และ NMP จะมีค่าความสว่างของสีที่เท่ากัน แต่เมื่อพิจารณาถึงค่า ΔE พบว่าผลิตภัณฑ์ไคติบที่แยกได้จาก NMP มีค่าสีที่แตกต่างจากไคติบน้อยที่สุด



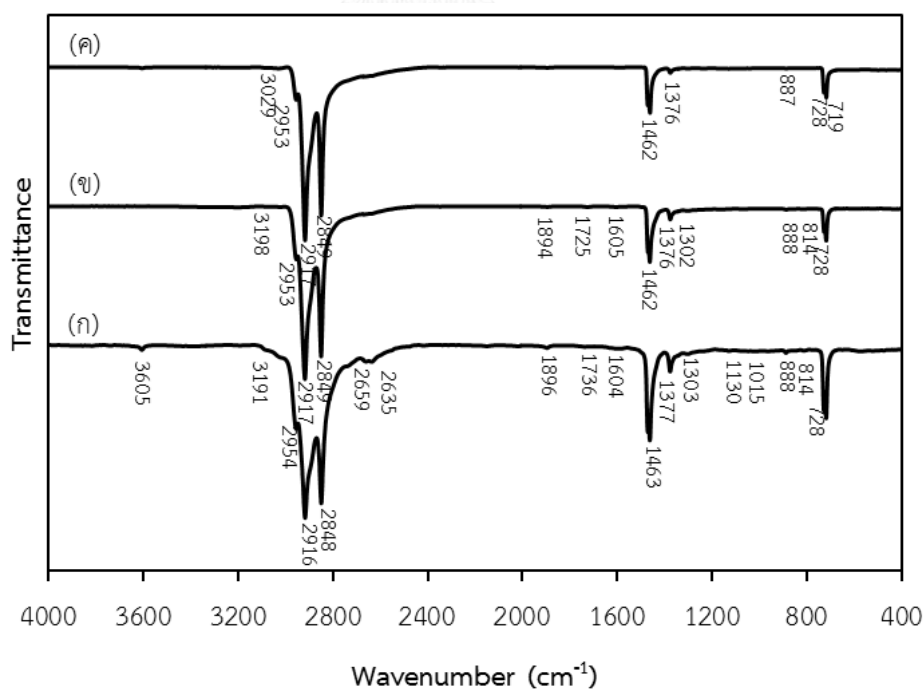
L*	61	68	65	68	69	65
a*	2	3	1	2	-2	-1
b*	25	31	31	28	31	26
ΔE		8.12	5.74	9.90	9.79	5.10
	(ก) ไซติบ	(ข) HPT	(ค) MEK	(ง) BTA	(จ) DMA	(ฉ) NMP

รูปที่ 4.5 ค่าสีของไซติบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ใน crystallized phase และ raffinate phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกและการสกัดด้วยตัวทำละลาย ตามลำดับ

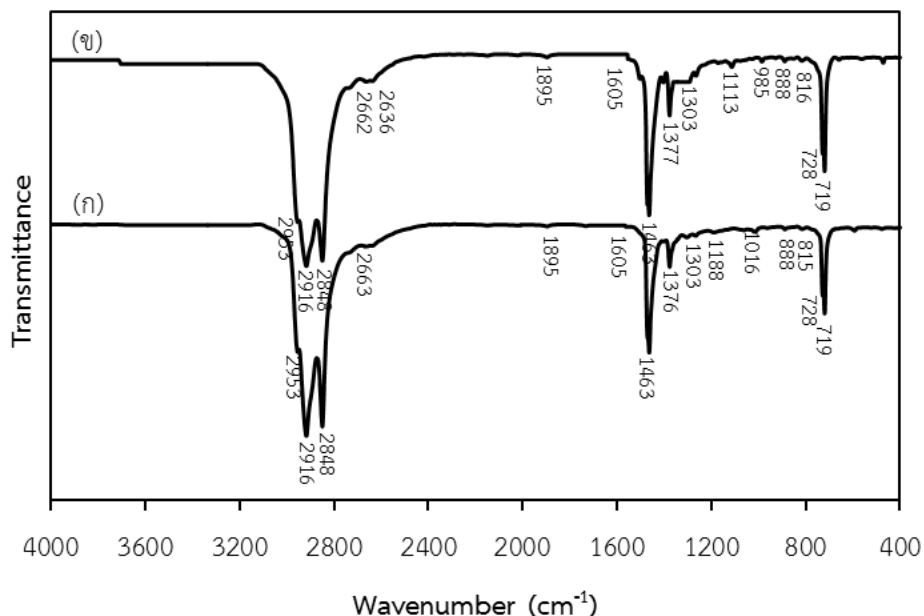
เทคนิค Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) นำมาใช้ในการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ใน crystallized phase และ raffinate phase จากเทคนิคการตกผลึกและการสกัดด้วยตัวทำละลายชนิดต่างๆ (รูปที่ 4.6 และ 4.7) พร้อมทั้งพิสูจน์ตัวทำละลายที่อาจเหลืออยู่ในผลิตภัณฑ์ไซ พบว่า ผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากตัวทำละลายทุกชนิด มีแถบการดูดกลืนของ sp^3 C-H stretching ของแอลเคน, C-H bending ของหมู่ CH_2 และ CH_3 และแอลเคนสายโซ่ยาว การใช้ HPT เป็นตัวทำละลาย (รูปที่ 4.6ก) พบว่าสเปกตรัมของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกแสดงแถบการดูดกลืนที่คล้ายกับไซติบ (รูปที่ 4.2) นั้นหมายความว่าผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จาก HPT ยังมีสิ่งปนเปื้อนเหลืออยู่ค่อนข้างมาก และไม่สามารถบอกได้แน่นอนว่ามีตัวทำละลาย HPT เหลืออยู่ในผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้หรือไม่ เนื่องจากแถบของตัวทำละลายปรากฏดังนี้ หมู่ CH_3 ของแอลเคน ที่ประมาณ $2959, 2873, 1466$ และ 1378 cm^{-1} และแถบการดูดกลืน $-CH_2-$ ของแอลเคน ที่ประมาณ $2926, 2853, 720\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งแถบดังกล่าวอาจเกิดการซ้อนทับกับแถบ C-H ของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ใน crystallized phase ส่วนการใช้ MEK เป็นตัวทำละลาย (รูปที่ 4.6ข) พบว่าสเปกตรัมของผลิตภัณฑ์ไซแสดงการดูดกลืนของหมู่ฟังก์ชันของเอมีนหรือหมู่ซัลฟอกไซด์ที่น้อยลง ทั้งยังไม่พบแถบการดูดกลืนที่แสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของเกลือเอมีน และแถบการดูดกลืนของ MEK เนื่องจากไม่พบ

แถบของตัวทำละลาย MEK ดังนี้ ที่จำนวนคลื่น 1715 cm^{-1} และ overtone ที่ 3400 cm^{-1} แสดงถึง หมู่คาร์บอนิล (C=O) stretching ของคีโตน และจำนวนคลื่นที่ 1408 cm^{-1} แสดงถึง $\text{CH}_2\text{-CO}$ scissor bending ส่วนการใช้ BTA เป็นตัวทำละลาย (รูปที่ 4.6ค) พบว่าผลิตภัณฑ์ไซท์แยกได้ ไม่พบแถบการดูดกลืนของส่วนปลายนิ้วมือของแอร์เมติก เกลือเอมีน สารประกอบเอมีนหรือหมู่ซัลฟอกไซด์ และสารประกอบแอร์เมติกที่มีหมู่แทนที่ 2 หมู่ นอกจากนี้ยังพบว่าไม่มีตัวทำละลาย BTA เหลืออยู่ในไซท์แยกได้ เนื่องจากไม่พบแถบของตัวทำละลายที่จำนวนคลื่น 1742 cm^{-1} และ overtone 3482 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงหมู่คาร์บอนิล (C=O) stretching ของเอสเทอร์ และที่จำนวนคลื่น 1364, 1241 และ 1048 cm^{-1} แสดงถึง $\text{CH}_3\text{-CO}$ scissor bending C-C(O)-C stretching และ C-O stretching ของเอสเทอร์ ตามลำดับ

ในกรณีการใช้ DMA และ NMP เป็นตัวทำละลาย (รูปที่ 4.7) พบว่าสเปกตรัมของผลิตภัณฑ์ไซท์แสดงแถบดูดกลืนบริเวณปลายนิ้วมือของแอร์เมติกที่ลดลง และผลิตภัณฑ์ไซท์ทั้งสองไม่พบแถบการดูดกลืนของตัวทำละลายและน้ำเหลืออยู่ในผลิตภัณฑ์ โดยพิจารณาที่จำนวนคลื่น 3433 cm^{-1} แสดงถึงหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) stretching ของน้ำและ N-H stretching ของเอมีน และจำนวนคลื่นที่ประมาณ 1670-1640 และ $1640\text{-}1550\text{ cm}^{-1}$ แสดงถึงหมู่คาร์บอนิล (C=O) ของเอมีน และหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) bending ของน้ำและ N-H bending ของเอมีนซ้อนทับกัน ตามลำดับ

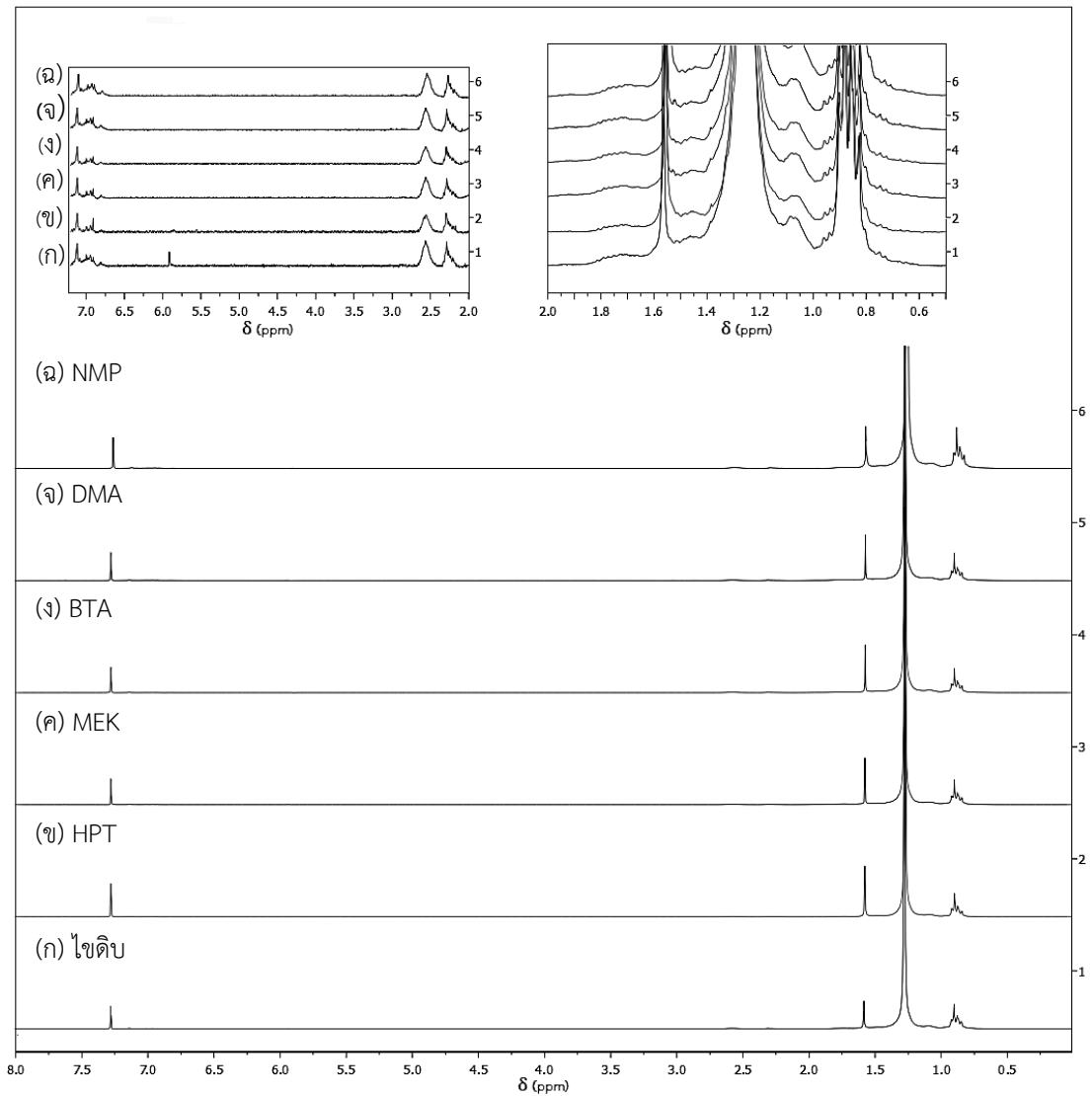


รูปที่ 4.6 สเปกตรัม FTIR ผลิตภัณฑ์ไซท์แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลาย (ก) HPT (ข) MEK และ (ค) BTA



รูปที่ 4.7 สเปกตรัม FTIR ผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้ใน raffinate phase โดยใช้เทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลาย (ก) DMA และ (ข) NMP

รูปที่ 4.8 แสดงสเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายต่างๆ พบว่า ผลิตภัณฑ์ไซท์ที่ได้จากการตกผลึกใน BTA มีองค์ประกอบของแอรโม่ติก เบนซิลิกและแอลคีนที่ลดลงอย่างชัดเจน และมีสัดส่วนของหมู่เมทิลีนเพิ่มขึ้น แสดงว่าผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้มีองค์ประกอบของไฮโดรคาร์บอนชนิดแอลเคนที่มีสายโซ่เพิ่มขึ้น ในกรณีของผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้ใน raffinate phase ผ่านเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลาย พบว่ามีปริมาณขององค์ประกอบแอรโม่ติก เบนซิลิก และหมู่เมทิลเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ ดังนั้น BTA เป็นตัวทำละลายที่ดีที่สุดสำหรับการแยกแอรโม่ติกออกจากไซดิบ และทำให้ผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้มีองค์ประกอบของแอลเคนสายโซ่ตรงเพิ่มมากขึ้น

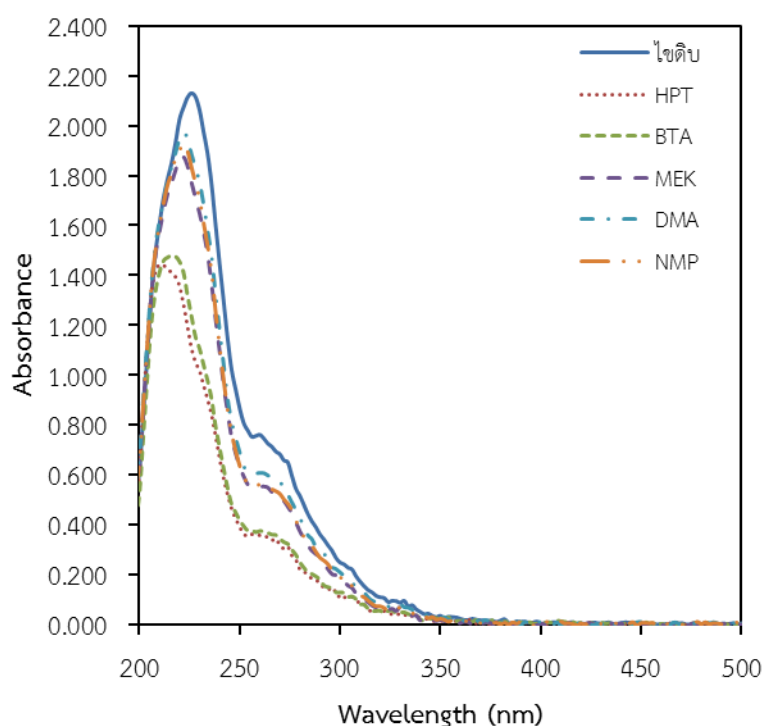


รูปที่ 4.8 สเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของ (ก) ไซติบ ผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลาย (ข) HPT (ค) MEK และ (ง) BTA และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ใน raffinate phase โดยใช้เทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลาย (จ) DMA และ (ฉ) NMP

รูปที่ 4.9 แสดงสเปกตรัมการดูดกลืนแสง UV ของไซติบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ผ่านเทคนิคและภาวะต่างๆ พบว่าไซติบแสดงค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) สูงที่สุดและมีความยาวคลื่นที่เกิดการดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{max}) เท่ากับ 266 nm จากการวิเคราะห์สารมาตรฐานแอมโรแมติก 3 ชนิดที่มีจำนวนวงเบนซีนต่างกัน ได้แก่ แนฟทาลีน พีแนนทริน และโครซีน พบว่า λ_{max} เท่ากับ 218 250 และ 266 nm ตามลำดับ (ภาคผนวก) แสดงให้เห็นว่าสารประกอบแอมโรแมติกที่มีระบบ

คอนจูเกตและพันธะไพ (π bond) มาก ค่า λ_{\max} จะเลื่อนไปด้านขวาหรือเรียกว่า red shift ดังนั้นไฮดิบน่าจะมียองค์ประกอบแอมโรแมติกในปริมาณมากทั้งชนิดที่มีวงเบนซีน 1 2 และ 3 วง

ภายหลังการทำไฮดิบให้บริสุทธิ์ผ่านเทคนิคตกผลึกและการสกัดด้วยตัวทำละลาย ผลิตภัณฑ์ไฮที่ได้แสดงค่าการดูดกลืนแสงลดลง ซึ่งแสดงถึงความเป็นแอมโรแมติก (aromaticity) ของไฮที่ลดลงจากสเปกตรัมในรูปที่ 4.9 เมื่อเรียงลำดับค่าการดูดกลืนแสงของผลิตภัณฑ์ไฮจากมากไปน้อย จะได้ว่า ไฮดิบ > DMA > NMP > MEK > BTA \approx HPT (ตารางที่ 4.4) ดังนั้น BTA จึงเป็นตัวทำละลายที่ดีในการกำจัดสารประกอบแอมโรแมติกผ่านเทคนิคการตกผลึก



รูปที่ 4.9 สเปกตรัม UV-VIS ของ (ก) ไฮดิบ และผลิตภัณฑ์ไฮที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลาย (ข) HPT (ค) MEK และ (ง) BTA และผลิตภัณฑ์ไฮที่แยกได้ใน raffinate phase โดยใช้เทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลาย (จ) DMA และ (ฉ) NMP

ตารางที่ 4.4 ความยาวคลื่นที่เกิดการดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{\max}) และค่าการดูดกลืนแสงของไซติบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากไซติบโดยใช้เทคนิคการตกผลึกและการสกัดด้วยตัวทำละลายชนิดต่างๆ

Sample	λ_{\max} (nm)	Absorbance
ไซติบ	226	2.131
ผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้โดยใช้ตัวทำละลาย		
HPT	210	1.443
MEK	222	1.875
BTA	216	1.480
DMA	222	1.972
NMP	222	1.928

ตารางที่ 4.5 สรุปผลได้และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ไซ พบว่าผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้โดยใช้ HPT เป็นตัวทำละลายสามารถกำจัดสารประกอบแอรโม่ติกได้ประมาณ 53% แต่มีผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซน้อยที่สุดและมีปริมาณไนโตรเจนและซัลเฟอร์ที่ใกล้เคียงไซติบเริ่มต้น แสดงว่าส่วนของไซที่ตกผลึกออกมาจะเป็นส่วนที่มีสิ่งปนเปื้อนค่อนข้างมาก (พวกมีขี้) ขณะที่ไซส่วนใหญ่และสารประกอบแอรโม่ติกที่เป็นไฮโดรคาร์บอน (พวกที่ไม่มีขี้) จะละลายอยู่ในตัวทำละลาย เนื่องจาก HPT เป็นตัวทำละลายที่ไม่มีขี้ ดังนั้น HPT จึงไม่เหมาะสมในการทำไซติบให้บริสุทธิ์ด้วยเทคนิคการตกผลึก ในกรณีของ MEK BTA DMA และ NMP พบว่าตัวทำละลายที่มีขี้เหล่านี้ สามารถละลายสิ่งปนเปื้อนที่มีขี้ชนิดต่างๆออกได้ การใช้ MEK จะสามารถแยกน้ำมันออกจากไซติบได้ และให้ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซค่อนข้างมาก ช่วยลดปริมาณไนโตรเจนและซัลเฟอร์และสารประกอบแอรโม่ติกได้ การใช้ BTA เป็นตัวทำละลายกึ่งมีขี้ ซึ่งมีความสามารถเหนี่ยวนำโมเลกุลที่ไม่มีขี้ให้เกิดความเป็นขี้ได้ระดับหนึ่ง ส่งผลให้ได้ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซเท่ากับ 51.5% และลดปริมาณไนโตรเจนและซัลเฟอร์เหลือเพียง 0.08% และ 0.07% ตามลำดับ และกำจัดแอรโม่ติกได้ทั้งที่มีองค์ประกอบเป็นไฮโดรคาร์บอนและเฮเทอโรอะตอมมากถึง 70.37% ส่งผลให้ผลิตภัณฑ์ไซมีสัดส่วนของปริมาณคาร์บอนและไฮโดรเจนที่สูงขึ้น นอกจากนั้นพบว่าดีกรีความเป็นกึ่งลดลงมากที่สุด แสดงว่าผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้มีองค์ประกอบไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ตรงเพิ่มมากขึ้น กรณีการสกัดไซติบด้วยตัวทำละลาย DMA และ NMP จะให้ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซ ปริมาณไนโตรเจนและซัลเฟอร์ใกล้เคียงกับการใช้ BTA เป็นตัวทำละลาย แต่มีประสิทธิภาพต่ำในการกำจัดแอรโม่ติก เนื่องจากตัวทำละลาย DMA และ NMP มีสภาพขี้สูงจึงสามารถละลายสารประกอบแอรโม่ติกได้เฉพาะที่มีเฮเทอโรอะตอมเป็นองค์ประกอบ ดังนั้น MEK และ BTA จึงเป็นตัวทำละลายที่เหมาะสมในการแยกไซติบให้บริสุทธิ์มากขึ้นผ่านเทคนิคการตกผลึก ทั้งในแง่ของผลได้และสมบัติของผลิตภัณฑ์ไซที่ได้

ตารางที่ 4.5 ผลได้ (yield on crude) และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ที่ได้แยกจากไขดิบผ่านเทคนิคการตกผลึกและการสกัดด้วยตัวทำละลายชนิดต่างๆ ในระบบตัวทำละลายเดี่ยว

Characteristics	Slack wax grade 150 SW	Wax fractions isolated using different solvents					
		Fractional crystallization technique			Solvent extraction technique		
		HPT	MEK	BTA	DMA	NMP	
Yield on crude, wt.%	100	88.6	51.6	57.9	51.4		
Carbon content, wt.%	84.56	85.81	85.73	85.80	85.72		
Hydrogen content, wt.%	14.79	13.95	14.12	14.02	14.04		
Nitrogen content, wt.%	0.20	0.12	0.08	0.08	0.07		
Sulfur content, wt.%	0.25	0.12	0.07	0.09	0.10		
Molecular type composition							
Degree of branching (%CH ₃ content)	12.22	11.20	10.34	11.99	11.95		
% Aromatics removal	-	53.33	70.37	17.50	17.95		

ภาวะที่ใช้: อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไขดิบในการละลาย = 4:1; อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไขดิบในการล้างผลึก = 2:1

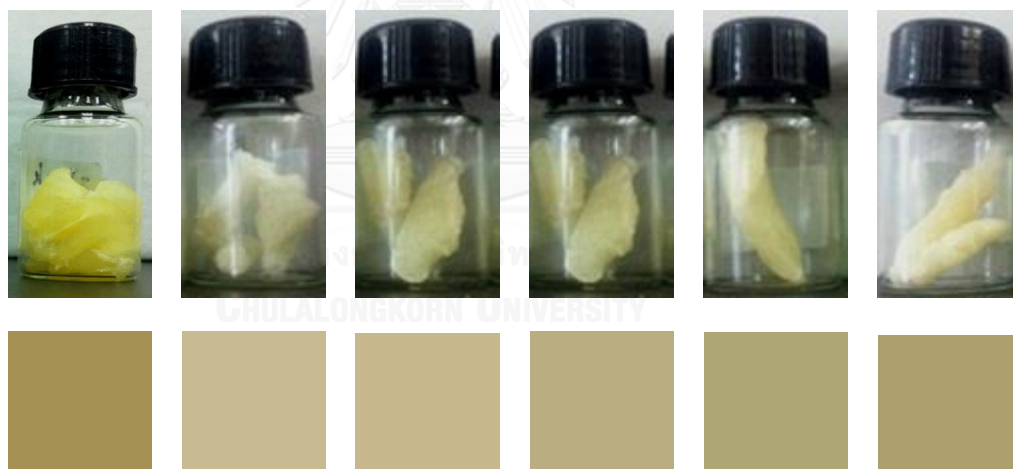
4.2.2 ผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA

รูปที่ 4.10 แสดงภาพถ่ายและค่าสีของผลิตภัณฑ์ไข เมื่อสัดส่วนของ BTA เพิ่มมากขึ้น ลักษณะของเนื้อไขจะแข็งและมีสีขาวมากขึ้นเป็นลำดับ และในทางกลับกันเมื่อใช้ปริมาณของ MEK มากขึ้น ทั้งสีและเนื้อของผลิตภัณฑ์ไขจะคล้ายกับไขที่แยกได้จากการใช้ MEK เป็นตัวทำละลายเดี่ยว

เมื่อพิจารณาจากค่าสีในระบบ $L^* a^* b^*$ สีของผลิตภัณฑ์ไขที่แยกได้ใน crystallized phase ด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนต่างๆ สามารถเรียงลำดับจากสีเข้มไปยังสีอ่อนได้ดังนี้

สีเข้ม \longrightarrow สีอ่อน
Slack wax > 80:20 > 60:40 > 50:50 > 40:60 > 20:80

โดยสังเกตได้ว่าการเพิ่มสัดส่วนของ BTA มากขึ้น ค่าความสว่าง (L^*) และค่า ΔE ที่แสดงถึงความแตกต่างของค่าสีของไขดิบกับผลิตภัณฑ์ไขจะมีค่าที่สูงขึ้นเป็นลำดับ ในขณะที่ค่า b^* ที่แสดงสีเหลืองมีแนวโน้มลดลง แสดงให้เห็นว่า ผลิตภัณฑ์ไขมีสีที่อ่อนลง



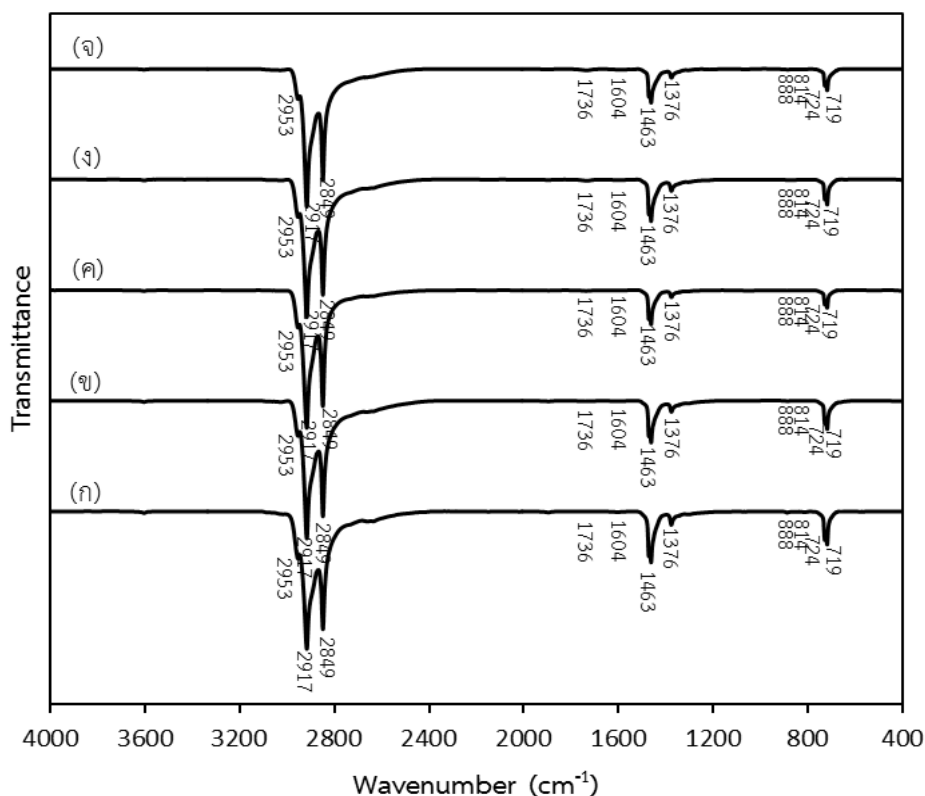
L^*	61	76	75	71	68	66
a^*	2	-1	1	-1	-2	0
b^*	35	22	24	24	26	28
ΔE		20.07	17.83	15.17	12.08	8.83

(ก) ไขดิบ (ข) 20:80 (ค) 40:60 (ง) 50:50 (จ) 60:40 (ฉ) 80:20

รูปที่ 4.10 ค่าสีของไขดิบและผลิตภัณฑ์ไขที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK:BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ

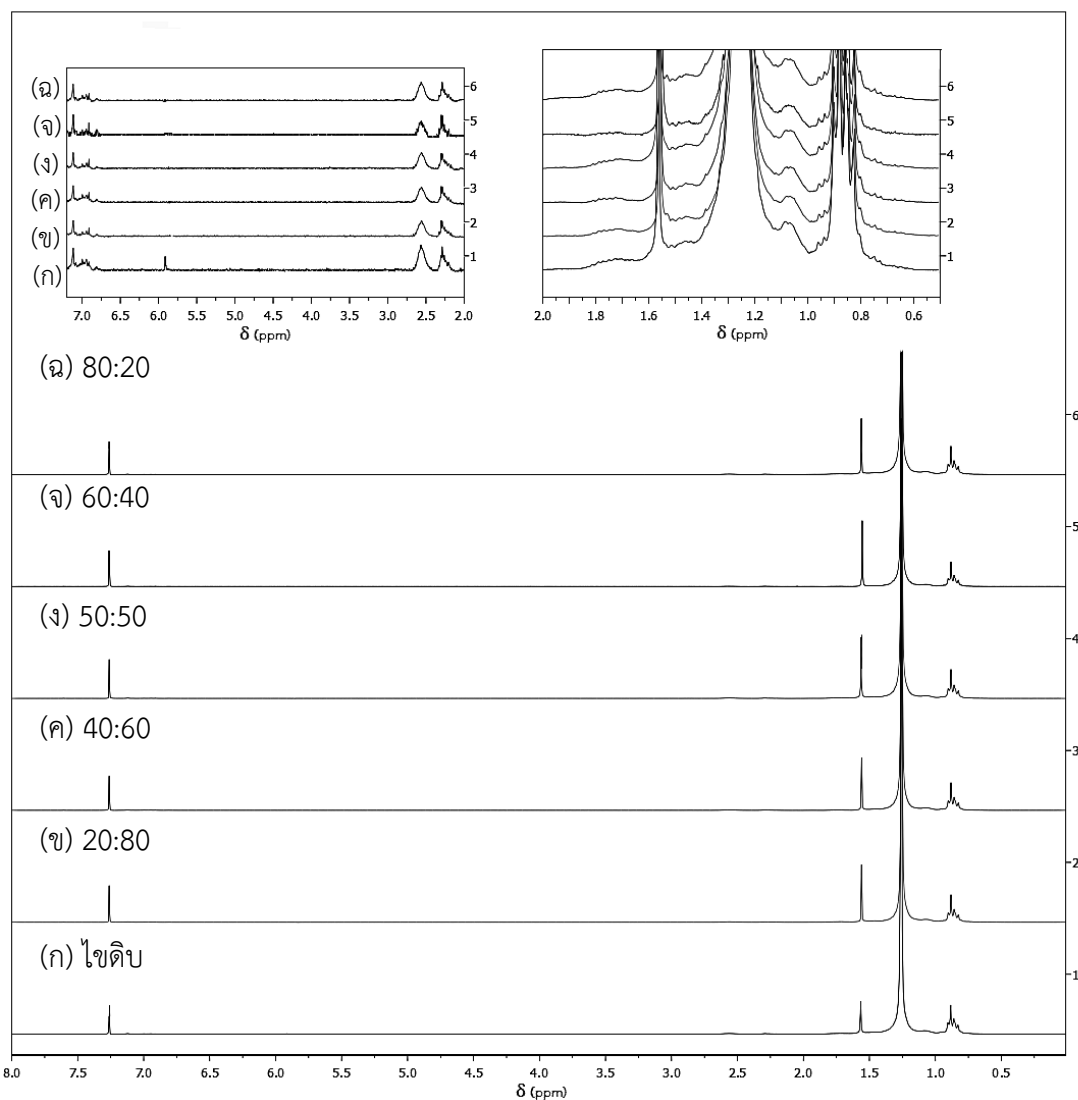
รูปที่ 4.11 แสดงสเปกตรัม FTIR ของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ พบว่าผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ใน crystallized phase ด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนต่างๆ จะพบแถบของหมู่ฟังก์ชันที่คล้ายคลึงกัน ได้แก่ แถบการดูดกลืนที่จำนวนคลื่น 2953, 2917 และ 2849 cm^{-1} แสดงถึง sp^3 C-H stretching ของแอลเคน ที่จำนวนคลื่น 1463 และ 1376 cm^{-1} แสดงถึง C-H bending ของหมู่ CH_2 และ CH_3 ตามลำดับ และที่จำนวนคลื่น 724 และ 719 cm^{-1} แสดงแอลเคนสายโซ่ยาว ซึ่งหมู่ฟังก์ชันเหล่านี้แสดงถึงผลิตภัณฑ์ไซมีไฮโดรคาร์บอนที่มีสายโซ่ยาว และพบบริเวณลายนิ้วมือของสารประกอบแอโรแมติก ที่จำนวนคลื่น 1736 และ 1604 cm^{-1} นอกจากนี้ยังมีสารประกอบแอโรแมติกที่มีหมู่แทนที่ 1 และ 2 หมู่ แสดงการดูดกลืนที่ 888 และ 814 cm^{-1} ตามลำดับ

ทั้งนี้ในสเปกตรัม FTIR ของผลิตภัณฑ์ไซเหล่านี้ไม่ปรากฏแถบการดูดกลืนของตัวทำละลาย MEK และ BTA แสดงว่า ไม่มีตัวทำละลายทั้งสองเหลืออยู่ในไซที่แยกได้ โดยตัวทำละลาย MEK พิจารณาที่จำนวนคลื่น 1715 cm^{-1} และ overtone ที่ 3400 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงหมู่คาร์บอนิล (C=O) stretching ของคีโตน และที่จำนวนคลื่น 1408 cm^{-1} แสดงถึง CH_2 -CO scissor bending ในขณะที่ตัวทำละลาย BTA พิจารณาที่จำนวนคลื่น 1742 cm^{-1} และ overtone ที่ 3482 cm^{-1} แสดงถึงหมู่คาร์บอนิล (C=O) stretching ของเอสเทอร์ และที่จำนวนคลื่น 1364 1241 และ 1048 cm^{-1} แสดงถึง CH_3 -CO scissor bending C-C(O)-C stretching และ C-O stretching ของเอสเทอร์ ตามลำดับ



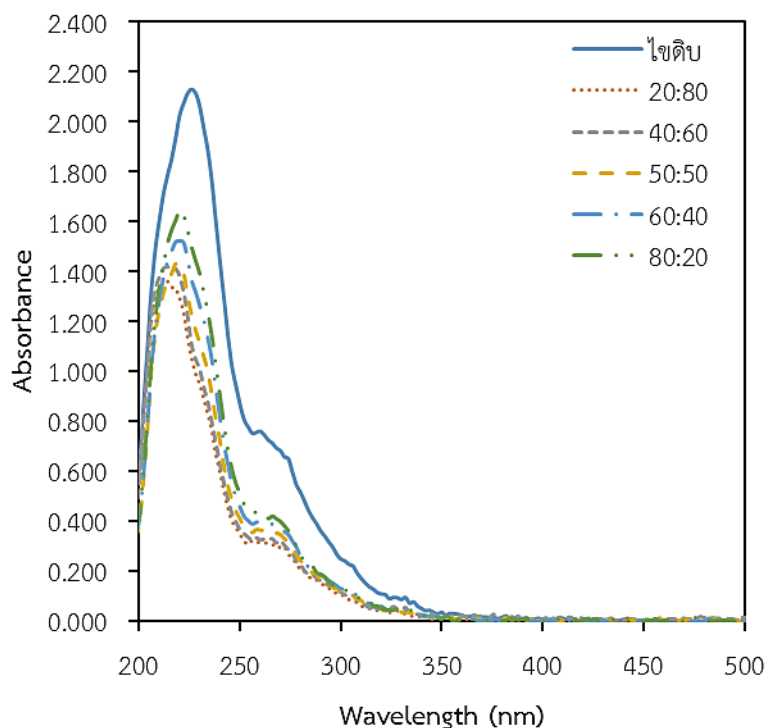
รูปที่ 4.11 สเปกตรัม FTIR ของผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ (ก) 20:80 (ข) 40:60 (ค) 50:50 (ง) 60:40 และ (จ) 80:20

จากรูปที่ 4.12 แสดงสเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของไซท์ดิบและผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ พบว่าผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 มีองค์ประกอบของแอรโม่ติก ($\delta = 6.0-7.25$ ppm) และเบนซิลิก ($\delta = 2.2-2.7$ ppm) ที่น้อยที่สุด และไม่พบองค์ประกอบของแอลคีน แสดงให้เห็นว่าระบบตัวทำละลายผสมที่อัตราส่วนนี้สามารถกำจัดองค์ประกอบชนิดแอรโม่ติกและแอลคีนได้ดี



รูปที่ 4.12 สเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของ (ก) ไซติบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ (ข) 20:80 (ค) 40:60 (ง) 50:50 (จ) 60:40 และ (ฉ) 80:20

จากการศึกษาผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA ในตัวทำละลายผสมที่มีผลต่อการดูดกลืนแสงของผลิตภัณฑ์ (รูปที่ 4.13) พบว่า ค่าการดูดกลืนแสงของผลิตภัณฑ์ไซลดลงตามลำดับ ดังนี้ ไซติบ > 80:20 > 60:40 > 50:50 > 40:60 > 20:80 ซึ่งผลการทดลองเหล่านี้สอดคล้องกับการกำจัดแอมติคที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ (ตารางที่ 4.8) และสเปกตรัมของผลิตภัณฑ์ไซที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์ทุกตัวแสดงการเลื่อนของ ค่า λ_{max} ไปด้านซ้าย (ตารางที่ 4.6) หรือเรียกว่า blue shift แสดงว่าองค์ประกอบแอมติคที่เหลืออยู่ในไซมีโครงสร้างแบบคอนจูเกตและพันธะไพลดลง



รูปที่ 4.13 สเปกตรัม UV-VIS ของ (ก) โพลีอิมิด และผลิตภัณฑ์โพลีอิมิดที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ (ข) 20:80 (ค) 40:60 (ง) 50:50 (จ) 60:40 และ (ฉ) 80:20

ตารางที่ 4.6 ความยาวคลื่นที่เกิดการดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{\max}) และค่าการดูดกลืนแสงของโพลีอิมิดและผลิตภัณฑ์โพลีอิมิดที่แยกได้จากโพลีอิมิดผ่านเทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ

Sample	λ_{\max} (nm)	Absorbance
โพลีอิมิด	226	2.131
ผลิตภัณฑ์โพลีอิมิดที่แยกได้โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA		
20:80	214	1.362
40:60	214	1.420
50:50	218	1.431
60:40	220	1.523
80:20	220	1.645

ตารางที่ 4.7 เปรียบเทียบขนาดผลึกและดีกรีความเป็นผลึกของไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกจากไซดิบผ่านเทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนต่างๆ ที่อุณหภูมิ 60 °C พบว่า พีคระนาบ (100) และ (200) ของผลิตภัณฑ์ไซที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์แล้วยังตำแหน่ง 2θ ที่มากขึ้นเล็กน้อยเมื่อเทียบกับตำแหน่งพีคของไซดิบ จากหลักการของ Bragg's law ($n\lambda = 2d\sin\theta$) ตำแหน่ง 2θ ที่มากขึ้น แสดงถึงระยะห่างระหว่างระนาบ (d spacing) ของผลึกที่ลดลง ดังนั้นผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้โดยใช้ตัวทำละลายผสมที่ทุกอัตราส่วนจึงมีขนาดผลึกที่เล็กลงเมื่อเทียบกับไซดิบเริ่มต้น การตกผลึกส่งผลให้ผลิตภัณฑ์ไซมีดีกรีความเป็นผลึกสูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัด นอกจากนี้ยังพบว่าดีกรีความเป็นผลึกของผลิตภัณฑ์ไซมีค่าสูงขึ้นอย่างมีนัยสำคัญเมื่อใช้สัดส่วนของ BTA ในตัวทำละลายผสมมากขึ้น การใช้ตัวทำละลายผสมในอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 จะให้ผลิตภัณฑ์ไซที่มีดีกรีความเป็นผลึกสูงที่สุด (52.15%) ความเป็นผลึกที่สูงขึ้นน่าจะเป็นผลจากตัวทำละลายผสมสามารถละลายสิ่งปนเปื้อนต่างๆในไซดิบ และลดปริมาณสารประกอบแอโรแมติกและองค์ประกอบไฮโดรคาร์บอนที่เป็นโซ่กิ่งได้ ดังกล่าวแล้วในผลของดีกรีความเป็นกิ่งและการกำจัดแอโรแมติกที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ ทำให้ผลิตภัณฑ์ไซมีสัดส่วนองค์ประกอบของนอร์มอลพาราฟินมากขึ้น จึงเกิดการจัดเรียงตัวในแต่ละหน่วยเซลล์ได้แน่นและเป็นระเบียบมากยิ่งขึ้น และได้ผลึกไซที่มีขนาดเล็กและดีกรีความเป็นผลึกสูงขึ้น

ตารางที่ 4.7 ขนาดผลึกและดีกรีความเป็นผลึกของไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ

Sample	2θ		FWHM		Crystallite size (nm)		Degree of crystallinity (%)
	(1 1 0)	(2 0 0)	(1 1 0)	(2 0 0)	(1 1 0)	(2 0 0)	
ไซดิบ	21.260	23.646	0.351	0.411	25.58	24.36	15.58
ผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA							
20:80	21.624	24.009	0.351	0.371	25.61	23.30	52.15
40:60	21.664	24.030	0.437	0.467	20.58	19.31	48.94
50:50	21.778	24.141	0.469	0.516	19.17	17.63	45.65
60:40	21.640	23.996	0.416	0.453	21.59	19.92	45.20
80:20	21.731	24.090	0.484	0.478	20.42	18.87	42.81

ตารางที่ 4.8 แสดงผลได้และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้จากการแปรอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสม MEK:BTA พบว่าผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้สูงขึ้นตามสัดส่วนของ MEK ในตัวทำละลายผสมที่มากขึ้น แต่เมื่อพิจารณาผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมที่มีต่อองค์ประกอบธาตุในผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้ พบว่า การใช้ตัวทำละลายผสมที่มีสัดส่วนของ BTA สูง จะทำให้ผลิตภัณฑ์ไซท์ที่มีปริมาณไนโตรเจนและซัลเฟอร์ลดลงอย่างเห็นได้ชัด และมีองค์ประกอบคาร์บอนและไฮโดรเจนที่เพิ่มขึ้น จากผลการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนและซัลเฟอร์ตามวิธีมาตรฐาน ASTM พบว่า ผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้มีแนวโน้มการลดลงของปริมาณไนโตรเจนและซัลเฟอร์เช่นเดียวกัน ผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้จากตัวทำละลายผสมที่ทุกอัตราส่วนต่างก็มีค่าลดลงเมื่อเทียบกับไซท์เริ่มต้น เป็นที่น่าสังเกตว่าการใช้ตัวทำละลายผสมที่มีสัดส่วนของ BTA สูงในการแยกไซท์ด้วยการตกผลึก จะได้ผลิตภัณฑ์ไซท์ที่มีปริมาณน้ำมันและแอโรแมติกลดลง รวมทั้งค่าดัชนีหักเหแสงและดรรชนีความเป็นกึ่งลดลงอย่างมีนัยสำคัญ ค่าดัชนีหักเหแสงที่ลดลงเป็นผลสอดคล้องกับปริมาณแอโรแมติกในผลิตภัณฑ์ไซท์ที่ลดลง แม้ว่าอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK: BTA ที่ 20:80 จะให้ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซท์ต่ำที่สุด แต่ผลิตภัณฑ์ไซท์ที่มีปริมาณไนโตรเจน ซัลเฟอร์ และน้ำมันที่ลดลงอย่างมาก สามารถกำจัดแอโรแมติกออกได้มาก พร้อมทั้งมีค่าดัชนีหักเหแสงที่ต่ำที่สุด แสดงว่าผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้นี้มีความบริสุทธิ์สูงและมีองค์ประกอบของไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ตรงมากที่สุด นอกจากนั้นเมื่อเปรียบเทียบสมบัติของผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้โดยใช้ BTA เป็นตัวทำละลายเดี่ยว (ตารางที่ 4.5) กับผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้โดยใช้ตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักเท่ากับ 20:80 (ตารางที่ 4.8) จะเห็นได้ว่าการผสม MEK ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการกำจัดสิ่งปนเปื้อนต่างๆในไซท์และลดดรรชนีความเป็นกึ่งของไซท์ได้มากกว่า ดังนั้นการใช้ตัวทำละลายผสมที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK: BTA เท่ากับ 20:80 จึงมีความเหมาะสมที่สุดสำหรับการทำไซท์ให้บริสุทธิ์ผ่านการตกผลึก

ตารางที่ 4.8 ผลได้ (yield on crude) และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการตกผลึกด้วยทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA ต่างๆ

Characteristics	Slack wax grade 150 SW	Wax fractions isolated using different weight ratios of MEK:BTA				
		20:80	40:60	50:50	60:40	80:20
Yield on crude, wt.%	100	64.6	66.3	69.2	70.0	71.7
Carbon content, wt.%	84.56	85.99	85.57	85.57	85.64	85.94
Hydrogen content, wt.%	14.79	13.99	14.00	14.05	14.02	13.86
Nitrogen content, wt.%	0.20	0.00	0.07	0.10	0.09	0.10
Sulfur content, wt.%	0.25	0.00	0.04	0.05	0.06	0.09
ASTM methods						
Total nitrogen (ASTM D5762), ppmw	273	128	127	129	130	135
Sulfur content (ASTM D4294), wt.%	0.281	0.107	0.129	0.133	0.153	0.166
Oil content, wt.%	11.03	0.85	0.79	1.21	1.28	1.32
Kinematic viscosity, 98.9 °C, mm ² /s	18.28	17.30	18.70	16.32	17.80	18.70
Color (ASTM D1500-04a)	L2.5	L2.0	L2.0	L2.0	L2.0	L2.0
Refractive index, 98.9 °C	1.458	1.449	1.451	1.451	1.452	1.452
Molecular type composition						
Degree of branching (%CH ₃ content)	12.22	10.07	10.10	10.38	10.76	11.00
% Aromatics removal	-	70.37	65.02	62.89	53.11	50.20

ภาวะที่ใช้: อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไขดิบในการละลาย = 4:1; อุณหภูมิ = 60 °C;

อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายต่อไขดิบในการล้างผลึก = 2:1

4.2.3 ผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไขดิบ

รูปที่ 4.14 แสดงภาพถ่ายและค่าสีของผลิตภัณฑ์ไขที่แยกได้ใน crystallized phase ด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนัก 20:80 เมื่ออัตราส่วนของตัวทำละลายผสมต่อไขดิบเพิ่มขึ้น ลักษณะของเนื้อไขจะแข็งและมีสีขาวมากขึ้นเป็นลำดับ ความแข็งของไขจะขึ้นกับปริมาณน้ำมันที่เหลืออยู่ในผลิตภัณฑ์ไข ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองตามวิธีมาตรฐาน ASTM (ตารางที่ 4.12) เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไขดิบต่างๆ สามารถเรียงลำดับจากสีเข้มไปยังสีอ่อนได้ดังนี้: Slack wax > 2:1 > 4:1 > 6:1 เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบค่าสี L^* และ b^* เป็นหลัก พบว่า สีเหลือง (b^*) มีแนวโน้มลดลง เมื่อเพิ่มอัตราส่วนในการละลายสูงขึ้น ในกรณีของค่าความสว่าง (L^*) พบว่า ผลิตภัณฑ์ไขที่แยกได้โดยใช้อัตราส่วนในการละลายเท่ากับ 4:1 และ 6:1 มีค่าความสว่างที่เท่ากัน และเมื่อเทียบค่าความต่างของสีไขดิบกับสีของผลิตภัณฑ์ไขที่เปลี่ยนไป (ΔE) พบว่า ผลิตภัณฑ์ไขที่แยกได้โดยใช้อัตราส่วนในการละลายเท่ากับ 6:1 มีค่าสีที่แตกต่างจากไขดิบมากที่สุด เท่ากับ 22.14

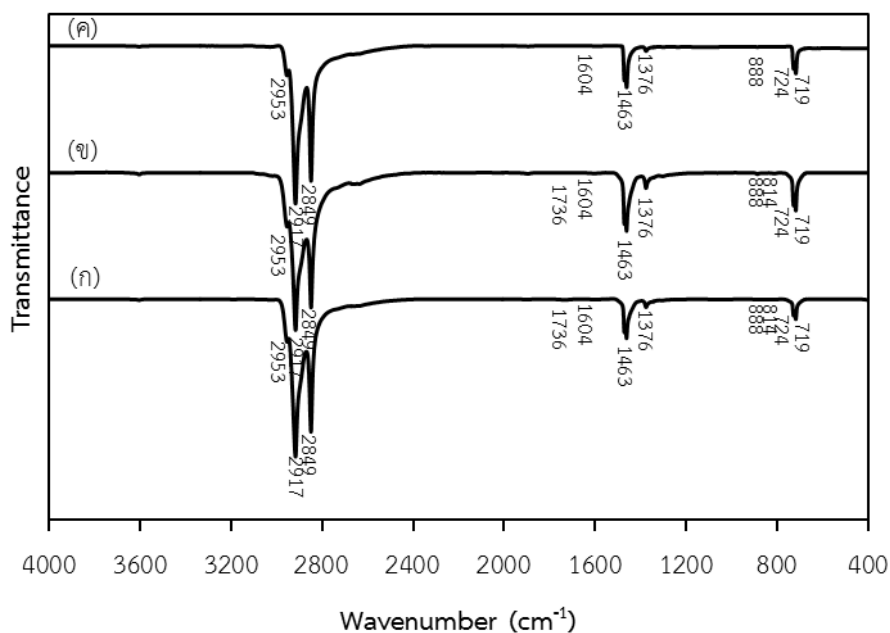


L^*	61	68	76	76
a^*	2	-2	-1	-1
b^*	35	25	22	19
ΔE		12.84	20.07	22.14
	(ก) ไขดิบ	(ข) 2:1	(ค) 4:1	(ง) 6:1

รูปที่ 4.14 ค่าสีของไขดิบและผลิตภัณฑ์ไขที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไขดิบต่างๆ

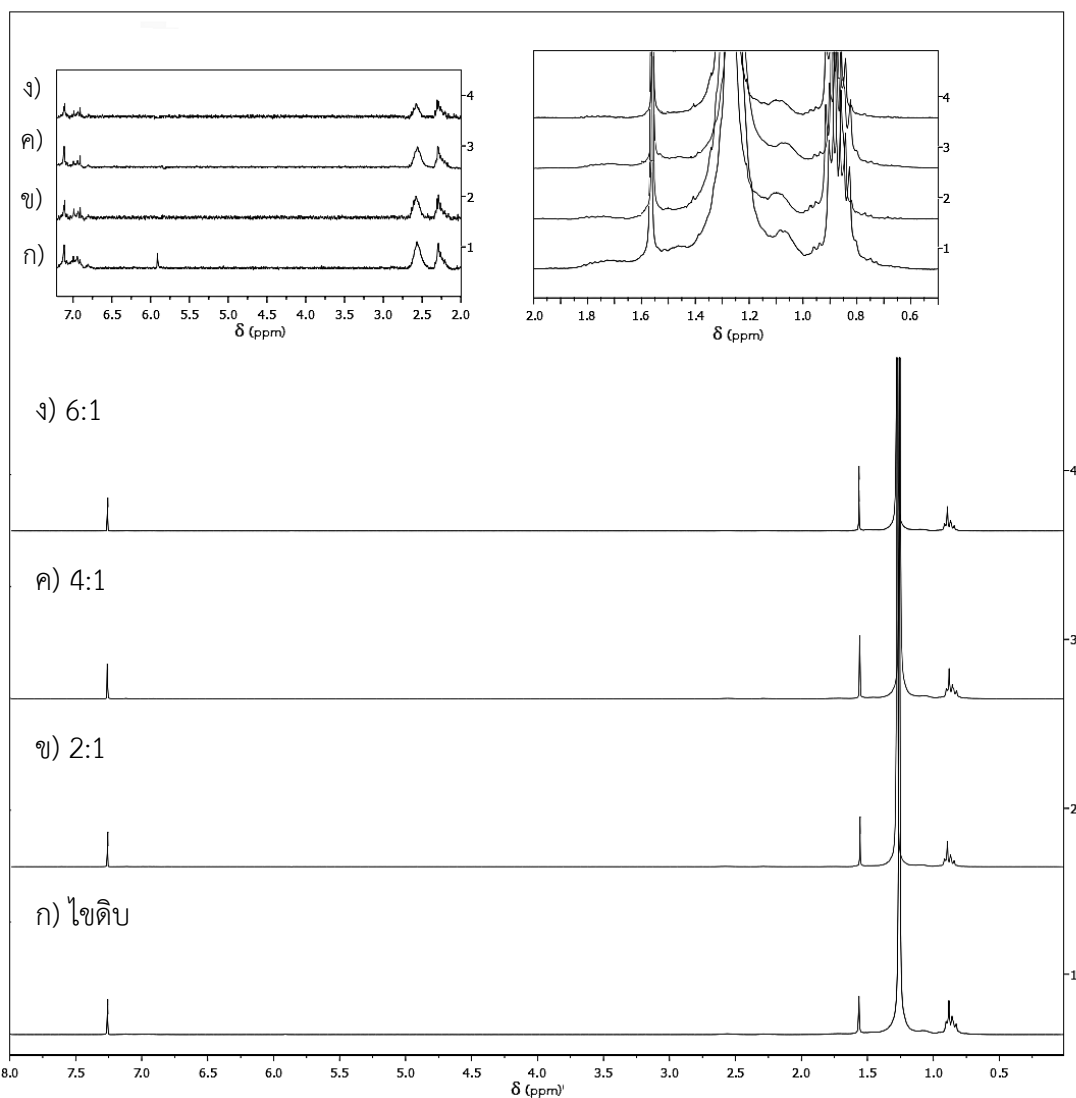
จากรูปที่ 4.15 แสดงสเปกตรัม FTIR ผลิตรัณฑ์ไขที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไขดิบต่างๆ พบว่าสเปกตรัมของ FTIR ของผลิตรัณฑ์ไขที่แยกได้จากทุกอัตราส่วนในการละลายยังคงพบแถบของหมู่ฟังก์ชันหลักที่คล้ายคลึงกัน ได้แก่ แถบการดูดกลืนที่จำนวนคลื่น 2953 2917 และ 2849 cm^{-1} แสดงถึง sp^3 C-H stretching ของแอลเคน ที่จำนวนคลื่น 1463 และ 1376 cm^{-1} แสดงถึง C-H bending ของหมู่ CH_2 และ CH_3 ตามลำดับ และที่จำนวนคลื่น 724 และ 719 cm^{-1} แสดงแอลเคนสายโซ่ยาว ซึ่งหมู่ฟังก์ชันเหล่านี้แสดงถึงผลิตรัณฑ์ไขมีไฮโดรคาร์บอนที่มีสายโซ่ยาว การใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA (20:80) ต่อไขดิบเท่ากับ 6:1 ไม่พบแถบการดูดกลืนสารประกอบแอโรแมติกที่มีหมู่แทนที่ 2 หมู่ ที่ 814 cm^{-1} และพบบริเวณลายนิ้วมือของสารประกอบแอโรแมติกลดลง

ทั้งนี้ในสเปกตรัม FTIR ของผลิตรัณฑ์ไขเหล่านี้ไม่ปรากฏแถบการดูดกลืนของตัวทำละลาย MEK และ BTA แสดงว่า ไม่มีตัวทำละลายทั้งสองเหลืออยู่ในไขที่แยกได้ โดยตัวทำละลาย MEK พิจารณาที่จำนวนคลื่น 1715 cm^{-1} และ overtone ที่ 3400 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงหมู่คาร์บอนิล (C=O) stretching ของคีโตน และที่จำนวนคลื่น 1408 cm^{-1} แสดงถึง CH_2 -CO scissor bending ในขณะที่ตัวทำละลาย BTA พิจารณาที่จำนวนคลื่น 1742 cm^{-1} และ overtone ที่ 3482 cm^{-1} แสดงถึงหมู่คาร์บอนิล (C=O) stretching ของเอสเทอร์ และที่จำนวนคลื่น 1364 1241 และ 1048 cm^{-1} แสดงถึง CH_3 -CO scissor bending C-C(O)-C stretching และ C-O stretching ของเอสเทอร์ ตามลำดับ



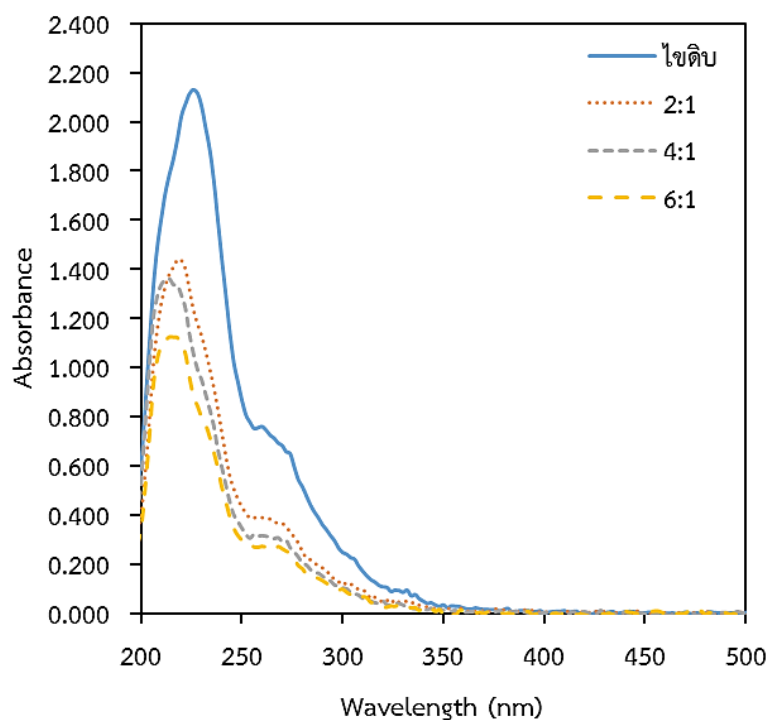
รูปที่ 4.15 สเปกตรัม FTIR ผลึกภัณฑ์ไซท์แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเท่ากับ (ก) 2:1 (ข) 4:1 และ (ค) 6:1

รูปที่ 4.16 แสดงสเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ผลึกภัณฑ์ไซท์แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบต่าง พบว่า การใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA (20:80) ต่อไซดิบเท่ากับ 6:1 ทำให้ได้ผลึกภัณฑ์ไซท์ที่มีปริมาณขององค์ประกอบแอรโม่ติกและเบนซิลิกเหลือน้อยที่สุด และไม่พบองค์ประกอบของแอลคีน แสดงให้เห็นว่าการใช้ปริมาณตัวทำละลายผสมในการตกผลึกเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ตัวทำละลายมีประสิทธิภาพในการกำจัดแอรโม่ติกออกจากผลึกภัณฑ์ไซท์ได้มากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลของการกำจัดแอรโม่ติกในตารางที่ 4.12



รูปที่ 4.16 สเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของ (ก) ไชติบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไชติบเท่ากับ (ข) 2:1 (ค) 4:1 และ (ง) 6:1

การเพิ่มอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ต่อไชติบ ส่งผลให้ค่าการดูดกลืนแสงลดลงเป็นลำดับ (รูปที่ 4.17) ซึ่งผลการทดลองเหล่านี้สอดคล้องกับการกำจัดแโรแมติกที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ (รูปที่ 4.16) นอกจากนี้จะเห็นได้ว่าสเปกตรัมของผลิตภัณฑ์ไซที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์ทุกตัวแสดงการเลื่อนของ ค่า λ_{max} ไปด้านซ้าย (ตารางที่ 4.9) แสดงว่าองค์ประกอบแโรแมติกที่เหลืออยู่ในไซมีโครงสร้างแบบคอนจูเกตและพันธะไพลด์ลง หรืออาจกล่าวอีกนัยหนึ่งว่าสารประกอบแโรแมติกที่มีวงเบนซีนหลายวงถูกกำจัดออกไปได้มาก



รูปที่ 4.17 สเปกตรัม UV-VIS ของ (ก) ไชติบ และผลิตภัณฑ์ไชที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไชติบเท่ากับ (ข) 2:1 (ค) 4:1 และ (ง) 6:1

ตารางที่ 4.19 ความยาวคลื่นที่เกิดการดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{\max}) และค่าการดูดกลืนแสงของไชติบ และผลิตภัณฑ์ไชที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไชติบต่างๆ

Sample	λ_{\max} (nm)	Absorbance
ไชติบ	226	2.131
ผลิตภัณฑ์ไชที่แยกได้โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไชติบ		
2:1	218	1.439
4:1	214	1.362
6:1	214	1.125

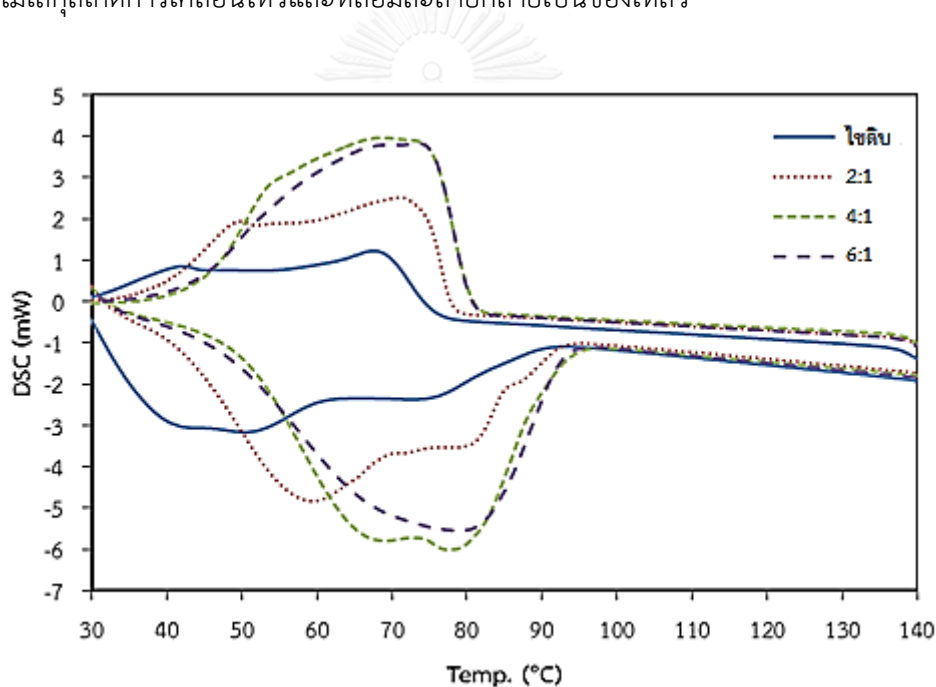
ตารางที่ 4.10 เปรียบเทียบขนาดผลึกและตึกรึความเป็นผลึกของไซติบและผลิตรัณที่ไซที่แยกจากไซติบผ่านเทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซติบต่างๆ พบว่าผลิตรัณที่ไซที่แยกได้โดยใช้สัดส่วนของตัวทำละลายผสม MEK และ BTA (20:80) มากขึ้น ผลึกของไซจะมีขนาดเล็กลงอย่างมีนัยสำคัญเมื่อเทียบกับไซติบเริ่มต้น พร้อมทั้งมีค่าตึกรึความเป็นผลึกที่มากขึ้นอย่างชัดเจน แสดงถึงโมเลกุลของไซมีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบมากขึ้น ในแต่ละหน่วยเซลล์มีองค์ประกอบที่มีโครงสร้างคล้ายกัน จัดเรียงตัวเป็นแบบแผนมากขึ้นและทำให้ผลึกมีความหนาแน่นสูง ทั้งนี้อาจเกิดจากในผลิตรัณที่ไซมีสารประกอบแอรอแมติกและองค์ประกอบไฮโดรคาร์บอนโซ่กิ่งที่ลดลง ดังกล่าวในผลของการกำจัดแอรอแมติกและตึกรึความเป็นกิ่งที่วิเคราะห์ได้จากเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ สรุปได้ว่าการละลายไซในอัตราส่วนโดยน้ำหนักเท่ากับ 6:1 ทำให้ได้ผลิตรัณที่ไซมีความเป็นผลึกมากที่สุด เท่ากับ 61.13%

ตารางที่ 4.10 ขนาดผลึกและตึกรึความเป็นผลึกของไซติบและผลิตรัณที่ไซที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซติบต่างๆ

Sample	2θ		FWHM		Crystallite size (nm)		Degree of crystallinity (%)
	(1 1 0)	(2 0 0)	(1 1 0)	(2 0 0)	(1 1 0)	(2 0 0)	
ไซติบ	21.260	23.646	0.351	0.411	25.58	24.36	15.58
ผลิตรัณที่ไซที่แยกได้จากอัตราส่วนโดยของตัวทำละลายผสมต่อไซติบต่างๆ							
2:1	21.371	23.739	0.358	0.426	25.08	23.39	46.70
4:1	21.624	24.009	0.351	0.371	25.61	23.30	52.15
6:1	21.693	24.061	0.396	0.473	22.67	19.07	61.13

รูปที่ 4.18 แสดงกราฟ DSC บ่งบอกถึงการเปลี่ยนสถานะของไซ เช่น ช่วงการหลอมเหลว จุดหลอมเหลว จุดเริ่มแข็งตัว เป็นต้น พบว่าไซติบและผลิตรัณที่ไซที่แยกได้จากการแปรอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซติบมีช่วงการหลอมเหลวแตกต่างกันอย่างชัดเจน สังเกตได้ว่าไซติบมีการหลอมเหลวในช่วงอุณหภูมิที่ต่ำและมีช่วงหลอมเหลวที่ค่อนข้างกว้าง แสดงถึงในไซติบมีองค์ประกอบของพาราฟินที่มีน้ำหนักโมเลกุลที่แตกต่างกัน รวมถึงมีสิ่งปนเปื้อนค่อนข้างมาก เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซติบ พบว่าผลิตรัณที่ไซที่แยกได้มีช่วงหลอมเหลวที่

สูงขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ และมีช่วงการหลอมเหลวที่แคบลง ช่วงการหลอมเหลวลักษณะต่างๆ สามารถบอกถึงความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์ไซโตได้ กล่าวคือผลิตภัณฑ์ไซโตที่แยกได้โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซโตเท่ากับ 6:1 สังเกตได้ว่าพีคการหลอมเหลวมีลักษณะแหลม (sharp) ขึ้นแสดงถึงผลิตภัณฑ์ไซโตที่มีช่วงการหลอมเหลวที่แคบลง ทั้งนี้เป็นผลมาจากผลิตภัณฑ์ไซโตมีองค์ประกอบของพาราฟินที่มีน้ำหนักโมเลกุลใกล้เคียงกันมากและเหลือสิ่งปนเปื้อนอยู่น้อย ทำให้ผลิตภัณฑ์ไซโตมีความบริสุทธิ์สูง จากตารางที่ 4.11 แสดงอุณหภูมิการหลอมเหลวและจุดเริ่มแข็งตัวเป็นวันของไซโตและผลิตภัณฑ์ไซโต พบว่า เมื่อเพิ่มสัดส่วนของตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA (20:80) มากขึ้น ผลิตภัณฑ์ไซโตที่แยกก็มีจุดหลอมเหลวและจุดเริ่มแข็งตัวเป็นวันที่สูงขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ เป็นผลจากผลิตภัณฑ์ไซโตมีองค์ประกอบของพาราฟินที่มีน้ำหนักโมเลกุลที่สูงขึ้น จึงต้องใช้อุณหภูมิที่สูงขึ้น เพื่อให้สายโซ่โมเลกุลเกิดการเคลื่อนไหวและหลอมละลายกลายเป็นของเหลว



รูปที่ 4.18 กราฟ DSC ของ (ก) ไซโต และผลิตภัณฑ์ไซโตที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซโตเท่ากับ (ข) 2:1 (ค) 4:1 (ง) 6:1

ตารางที่ 4.11 อุณหภูมิการหลอมเหลวและจุดเริ่มแข็งตัวเป็นวุ้นของไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบต่างๆ

Sample	T _m (°C)	Congealing point (°C)
ไซดิบ	50.40	75.49
ผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากอัตราส่วนโดยของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบต่างๆ		
2:1	59.47	77.91
4:1	77.46	80.49
6:1	79.07	80.43

ตารางที่ 4.12 แสดงผลได้และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการแปรอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบในขั้นตอนการละลาย พบว่า การเพิ่มอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบ ส่งผลให้ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซลดลงอย่างเห็นได้ชัด โดยเฉพาะอย่างยิ่งการใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักในการละลายเท่ากับ 6:1 พบว่าผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซเหลือเพียง 53.0% เนื่องจากเมื่อเพิ่มปริมาณตัวทำละลายผสม ซึ่งเป็นตัวทำละลายที่มีขี้ ส่งผลให้เกิดการละลายของสารประกอบเฮเทอโรอะตอมได้เพิ่มขึ้น ไซบางส่วนจึงตกผลึกแยกจากตัวทำละลายได้น้อยลง ผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเท่ากับ 2:1 ยังคงมีไนโตรเจนและซัลเฟอร์เหลืออยู่ ขณะที่ผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเท่ากับ 4:1 และ 6:1 ไม่พบไนโตรเจนและซัลเฟอร์ ส่งผลให้มีสัดส่วนของปริมาณคาร์บอนและไฮโดรเจนที่เพิ่มขึ้น เมื่อพิจารณาปริมาณไนโตรเจนและซัลเฟอร์ที่วิเคราะห์ตามวิธีมาตรฐาน ASTM พบว่าการเพิ่มอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบสูงขึ้น ปริมาณไนโตรเจนและซัลเฟอร์ในผลิตภัณฑ์ไซมีแนวโน้มลดลงเช่นกัน การใช้ปริมาณตัวทำละลายผสมต่อไซดิบในอัตราส่วนโดยน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นยังช่วยลดปริมาณน้ำมันและแอมโรแมติก ค่าสี ค่าดัชนีหักเหแสง และตึกรึความเป็นกึ่งอย่างมีนัยสำคัญ ดังนั้นหากใช้ความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์ไซเป็นเกณฑ์ในการพิจารณาสามารถสรุปได้ว่า อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเท่ากับ 6:1 เป็นอัตราส่วนการละลายที่เหมาะสมที่สุดในการทำไซดิบให้บริสุทธิ์ผ่านเทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA (20:80) เนื่องด้วยผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้มีค่าสีลดลงอย่างชัดเจน (L1.5) รวมถึงมีปริมาณไนโตรเจน ซัลเฟอร์ แอมโรแมติกและน้ำมันเหลือน้อยที่สุด นอกจากนี้พบว่าผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากทุกอัตราส่วนการละลายเป็นไซประเภทไซผลึกจุลภาค โดยพิจารณาจากค่าดัชนีหักเหแสงและความหนืด ซึ่งเป็นไปตามข้อกำหนดมาตรฐาน TAPPI-ASTM คือ ผลิตภัณฑ์ไซทุกตัวมีค่าดัชนีหักเหแสงที่คำนวณได้จากสมการมากกว่าค่าดัชนีหักเหแสงที่วัดได้จริง และมีความหนืดที่มากกว่า 10 เซนติสโตรก

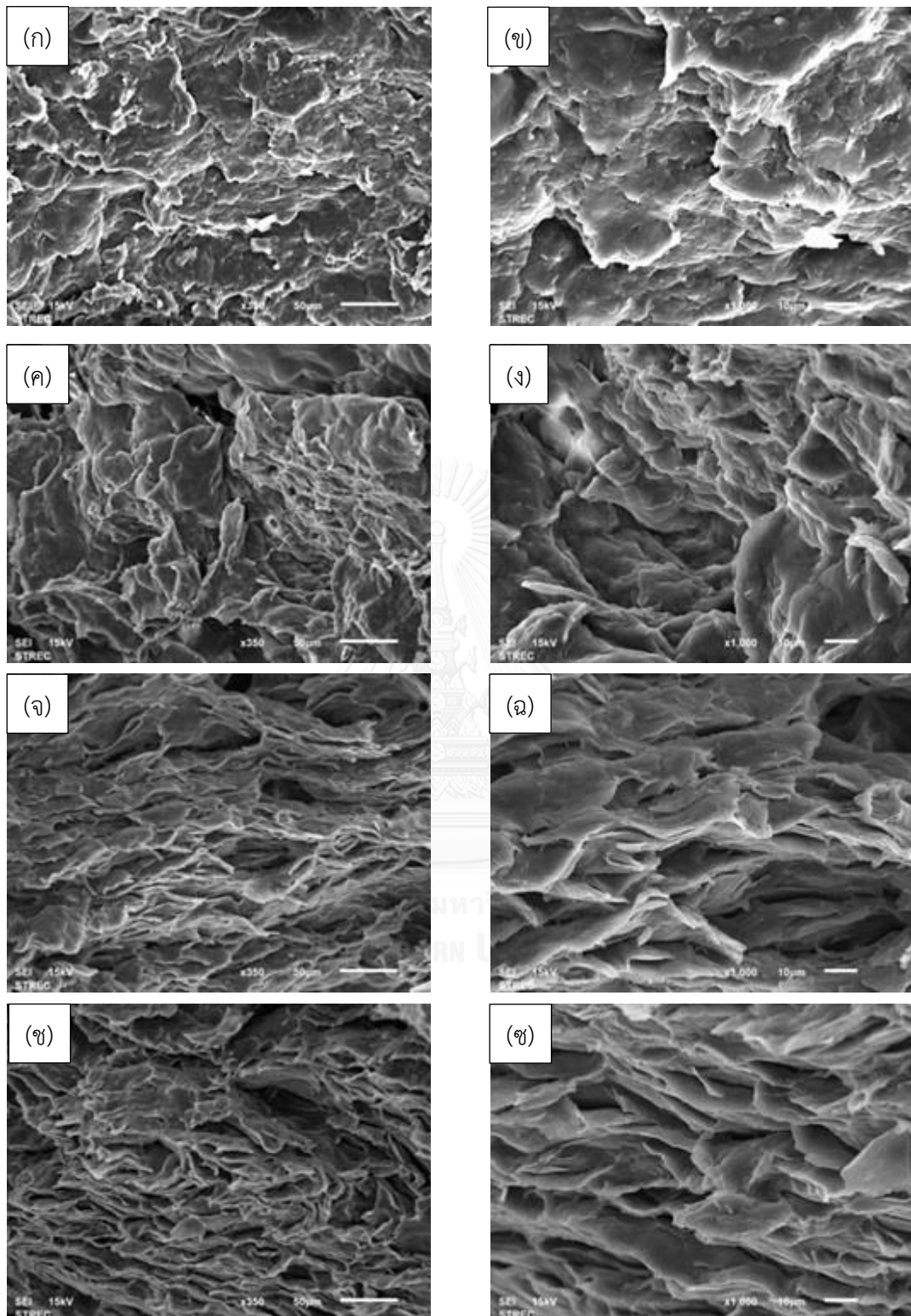
ตารางที่ 4.12 ผลได้และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ที่แยกจากไซตึบผ่านเทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนัก 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซตึบต่างๆ

Characteristics	Slack wax grade 150 SW	Wax fractions isolated using different dilution solvent ratios (solvent/feed by weight)		
		2:1	4:1	6:1
Yield on crude, wt. %	100	72.1	64.6	53.0
Congealing point, °C	75.49	77.91	80.49	80.43
Carbon content, wt. %	84.56	85.27	85.99	85.59
Hydrogen content, wt. %	14.79	13.87	13.99	14.14
Nitrogen content, wt. %	0.20	0.07	0.00	0.00
Sulfur content, wt. %	0.25	0.02	0.00	0.00
ASTM methods				
Total nitrogen (ASTM D5762), ppmw	273	130	128	111
Sulfur content (ASTM D4294), wt. %	0.281	0.162	0.107	0.102
Oil content, wt. %	11.03	1.06	0.85	0.80
Kinematic viscosity, 98.9 °C, mm ² /s	18.28	14.75	17.30	14.47
Color (ASTM D1500-04a)	L2.5	L2.0	L2.0	L1.5
Refractive index, 98.9 °C	1.458	1.450	1.449	1.446
Refractive index by TAPPI-ASTM equation	1.432	1.433	1.434	1.434
Type of wax		Microcrystalline wax		
Molecular type composition				
Degree of branching (%CH ₃ content)	12.22	10.40	10.07	9.63
% Aromatics removal	-	68.05	70.37	87.88

ภาวะที่ใช้: อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA = 20:80; อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซตึบในการละลาย = 4:1; อุณหภูมิ = 60 °C; อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซตึบในการล้างผลึก = 2:1

รูปที่ 4.19 แสดงภาพถ่าย SEM พบว่าไซดิบมีลักษณะพื้นผิวที่จับตัวกันแน่น ไม่พบการจัดเรียงอนุภาคที่เป็นระเบียบ เนื่องจากไซดิบยังมีปริมาณน้ำมันค่อนข้างสูงและองค์ประกอบไฮโดรคาร์บอนหลายชนิดปะปนกันอยู่ ทำให้ไม่สามารถสังเกตส่วนที่เป็นผลึกได้ชัดเจน การใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเท่ากับ 2:1 (รูปที่ 4.19ค และ ง) พบว่ามีลักษณะคล้ายกับไซดิบ แต่สังเกตได้ว่าการจับตัวกันหลวมกว่า และเริ่มเห็นสัญญาณที่เป็นแผ่นเรียงทับกัน เมื่อมีการเพิ่มอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเท่ากับ 4:1 และ 6:1 พบว่าผลิตภัณฑ์ใหม่มีผลึกที่มีลักษณะเป็นแผ่นเรียงซ้อนกันอย่างชัดเจน [36] โดยการจัดเรียงจะเป็นระเบียบมากขึ้น เป็นผลจากเมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเพิ่มขึ้น สามารถกำจัดแอมโรแมติกและน้ำมันออกได้มาก ซึ่งให้ผลที่สอดคล้องกับตารางที่ 4.12 ทำให้มีส่วนที่เป็นอสัณฐานน้อยลง ผลิตภัณฑ์ใหม่มีองค์ประกอบที่เป็นนอร์มอลพาราฟินมากขึ้น นอกจากนี้ยังมีองค์ประกอบพาราฟินโซ่กิ่งที่ลดลง ส่งผลให้มีโอกาสเกิดการจัดเรียงตัวเป็นผลึกได้ชัดเจนและเป็นระเบียบมากขึ้น ซึ่งผลการทดลองเหล่านี้สอดคล้องกับตึกรีของความเป็นผลึกที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD (ตารางที่ 4.10)



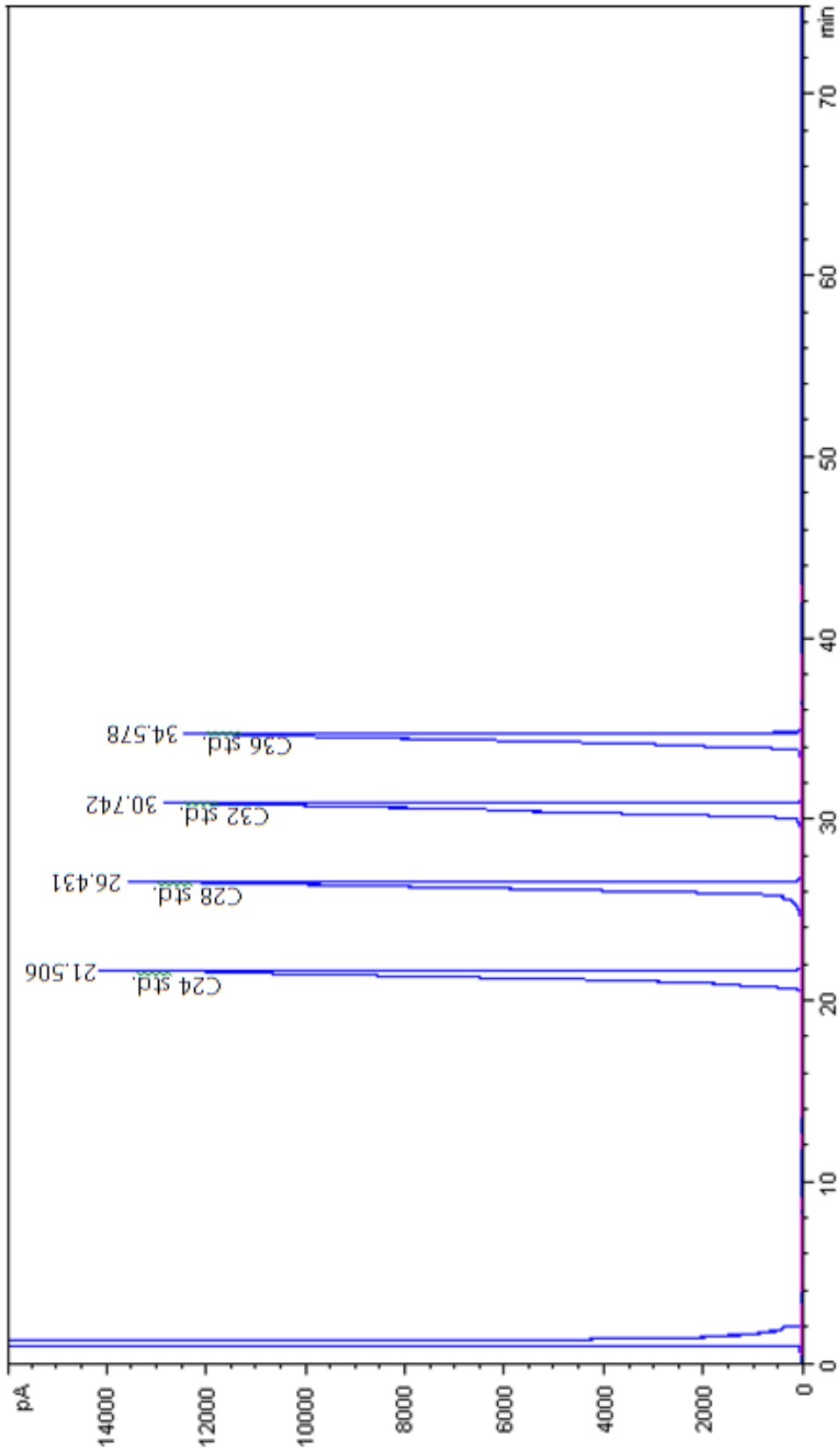


รูปที่ 4.19 ภาพถ่าย SEM ของ (ก และ ข) ไคติน และผลิตภัณฑ์ไคทีที่แยกได้ใน crystallized phase โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไคตินเท่ากับ (ค และ ง) 2:1 (จ และ ฉ) 4:1 และ (ช และ ซ) 6:1 โดยใช้กำลังขยาย 350 และ 1000 เท่า

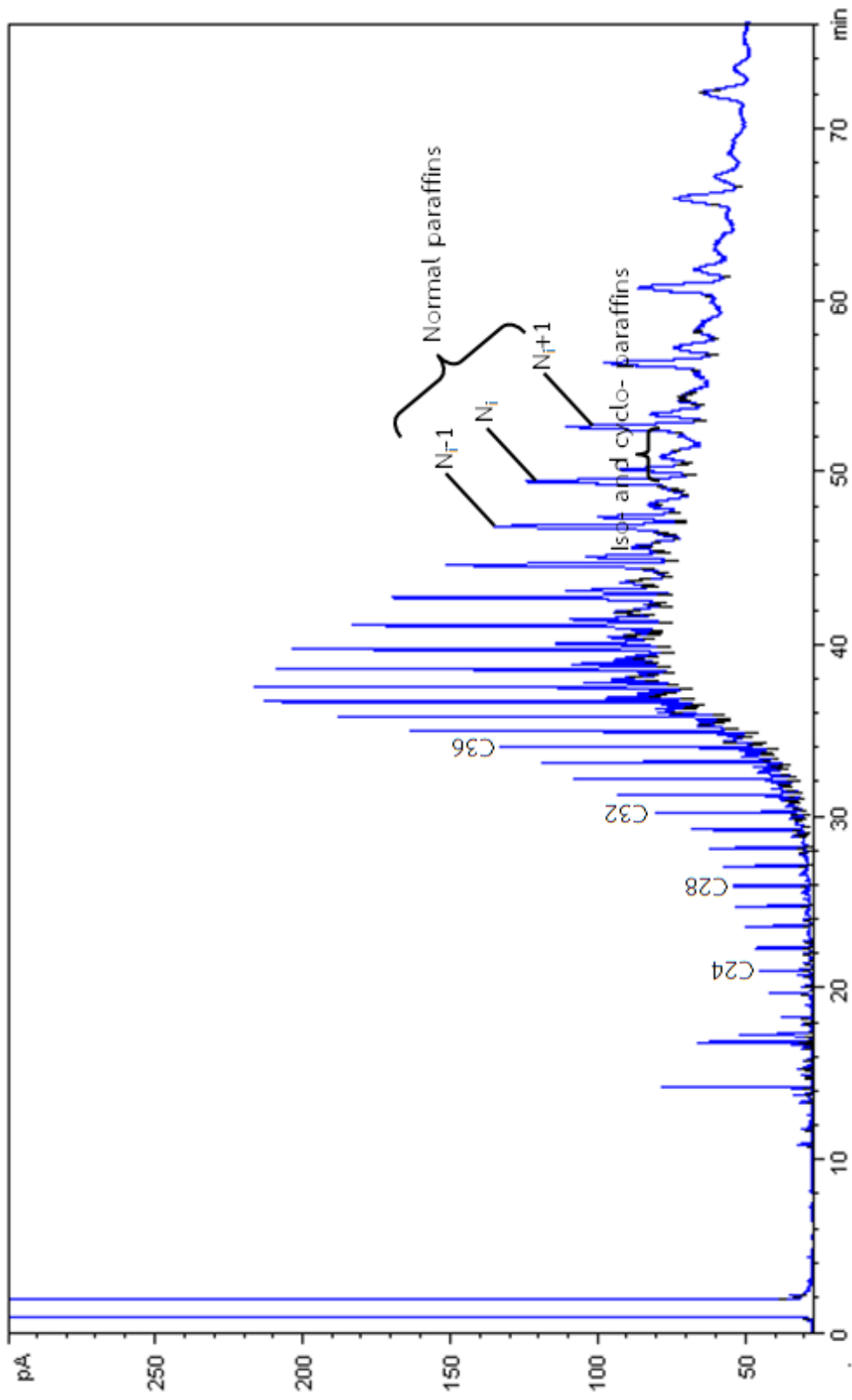
เนื่องจากผลิตภัณฑ์ไซที่แยกจากไซดิบผ่านเทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเท่ากับ 6:1 มีปริมาณองค์ประกอบของสิ่งปนเปื้อนต่างๆเหลือน้อยที่สุด และมีสีอ่อนที่สุด ดังนั้นจึงนำไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซนี้มาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC เพื่อจำแนกและเปรียบเทียบองค์ประกอบทั้งในแง่ชนิดและปริมาณของสารประกอบพาราฟินที่มีโครงสร้างโมเลกุลต่างๆกัน โดย GC จะแยกองค์ประกอบในไซดิบตามจุดเดือดของสารประกอบนั้นๆ ซึ่งจุดเดือดของพาราฟินมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อมวลโมเลกุลหรือจำนวนคาร์บอนเพิ่มขึ้น สำหรับพาราฟินที่มีจำนวนคาร์บอนเท่ากันแต่มีโครงสร้างโมเลกุลต่างกัน เช่น แบบโซ่ตรง (normal paraffins) แบบโซ่กิ่ง (branched/iso-paraffins) และแบบวง (cycloparaffins) พบว่า จุดเดือดเรียงลำดับได้ดังนี้ นอร์มอลพาราฟิน > ไอโซพาราฟิน > ไซโคลพาราฟิน

รูปที่ 4.20 แสดงโครมาโทแกรมของสารมาตรฐานนอร์มอลพาราฟินที่ใช้ในการระบุชนิดของพาราฟินที่เป็นองค์ประกอบในไซ สารมาตรฐานนี้ประกอบด้วยพาราฟิน 4 ชนิด ได้แก่ *n*-tetracosane (C24), *n*-octacosane (C28), *n*-dotriacontane (C32) และ *n*-hexatriacontane (C36) ซึ่งเกิดการแยกที่ retention time เท่ากับ 21.506, 26.431, 30.742 และ 34.578 นาที ตามลำดับ จะสังเกตได้ว่าแต่ละพีคมีระยะห่าง retention time เท่าๆกัน และ retention time เพิ่มขึ้นตามจำนวนคาร์บอนของสารมาตรฐานพาราฟินที่เพิ่มขึ้น ทำให้สามารถเทียบ retention time ของแต่ละพีคและระบุชนิดขององค์ประกอบพาราฟินในโครมาโทแกรมของไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซได้ (รูปที่ 4.21 และ 4.22 ตามลำดับ) พีคของนอร์มอลพาราฟินจะมีความเข้มสูงเนื่องจากเป็นองค์ประกอบหลักในไซ ส่วนพีคเล็กๆที่อยู่ด้านหน้าของพีคนอร์มอลพาราฟิน แต่ละพีคจะถือว่าเป็นองค์ประกอบ ไอโซ- และ ไซโคลพาราฟินที่มีจำนวนคาร์บอนเท่ากัน

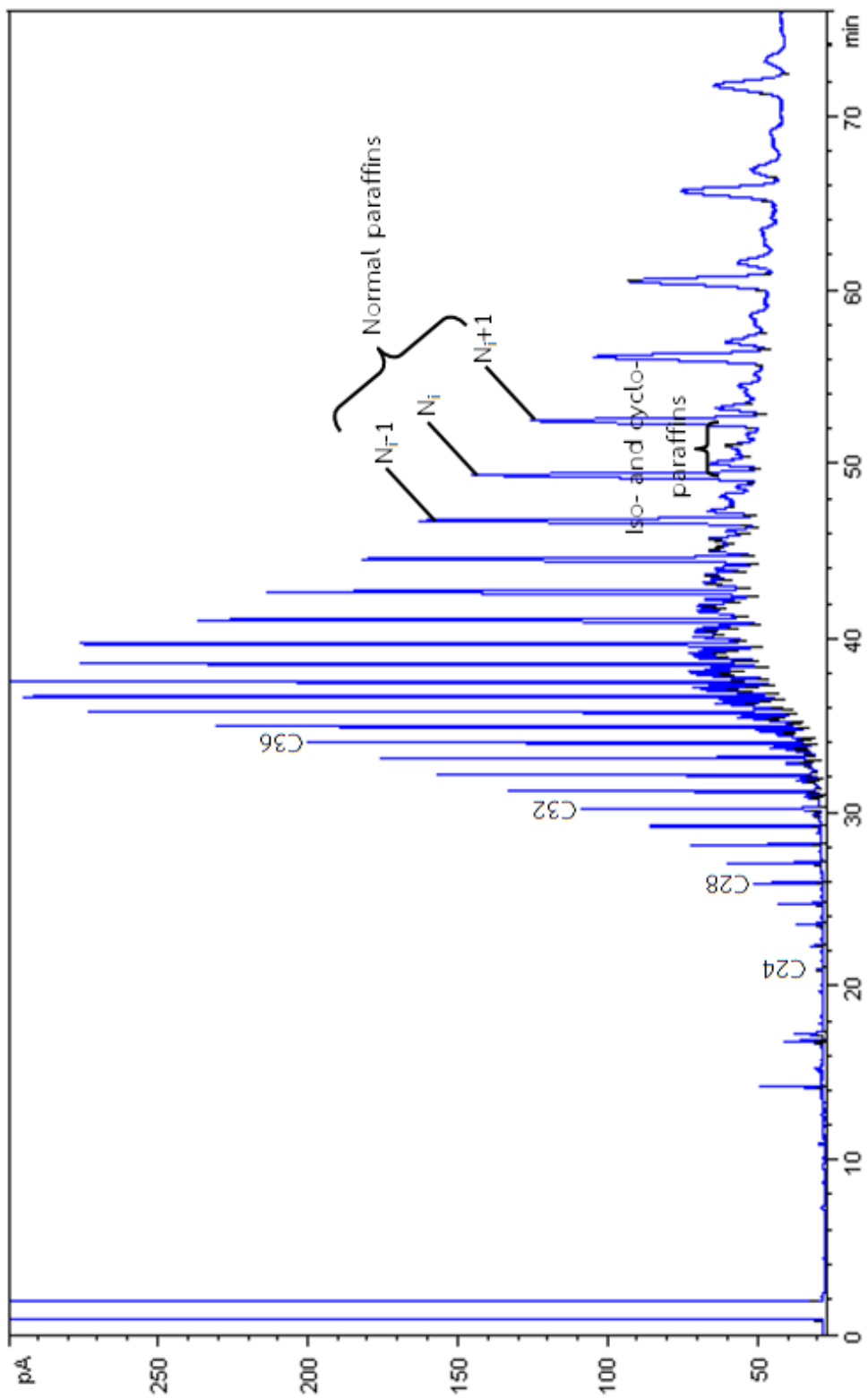
รูปที่ 4.23 เปรียบเทียบการกระจายจำนวนคาร์บอนของไซดิบกับผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ พบว่าไซดิบมีองค์ประกอบไฮโดรคาร์บอนที่มีจำนวนคาร์บอนต่ำกว่า 23 ค่อนข้างมาก ซึ่งสมมติฐานว่าเป็นองค์ประกอบของน้ำมัน เมื่อไซดิบผ่านการทำให้บริสุทธิ์ด้วยการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MRK:BTA เท่ากับ 20:80 และอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเท่ากับ 6:1 พบว่าองค์ประกอบไซในช่วงจำนวนคาร์บอนต่ำกว่า 23 ลดน้อยลง ซึ่งสอดคล้องกับองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ไซที่มีปริมาณน้ำมันลดลง (ตารางที่ 4.12) นอกจากนี้พบว่าการกระจายจำนวนคาร์บอนที่มากกว่า 45 เพิ่มขึ้นอย่างชัดเจน แสดงให้เห็นว่าผลิตภัณฑ์ไซมีสัดส่วนขององค์ประกอบพาราฟินโมเลกุลขนาดใหญ่มากขึ้น



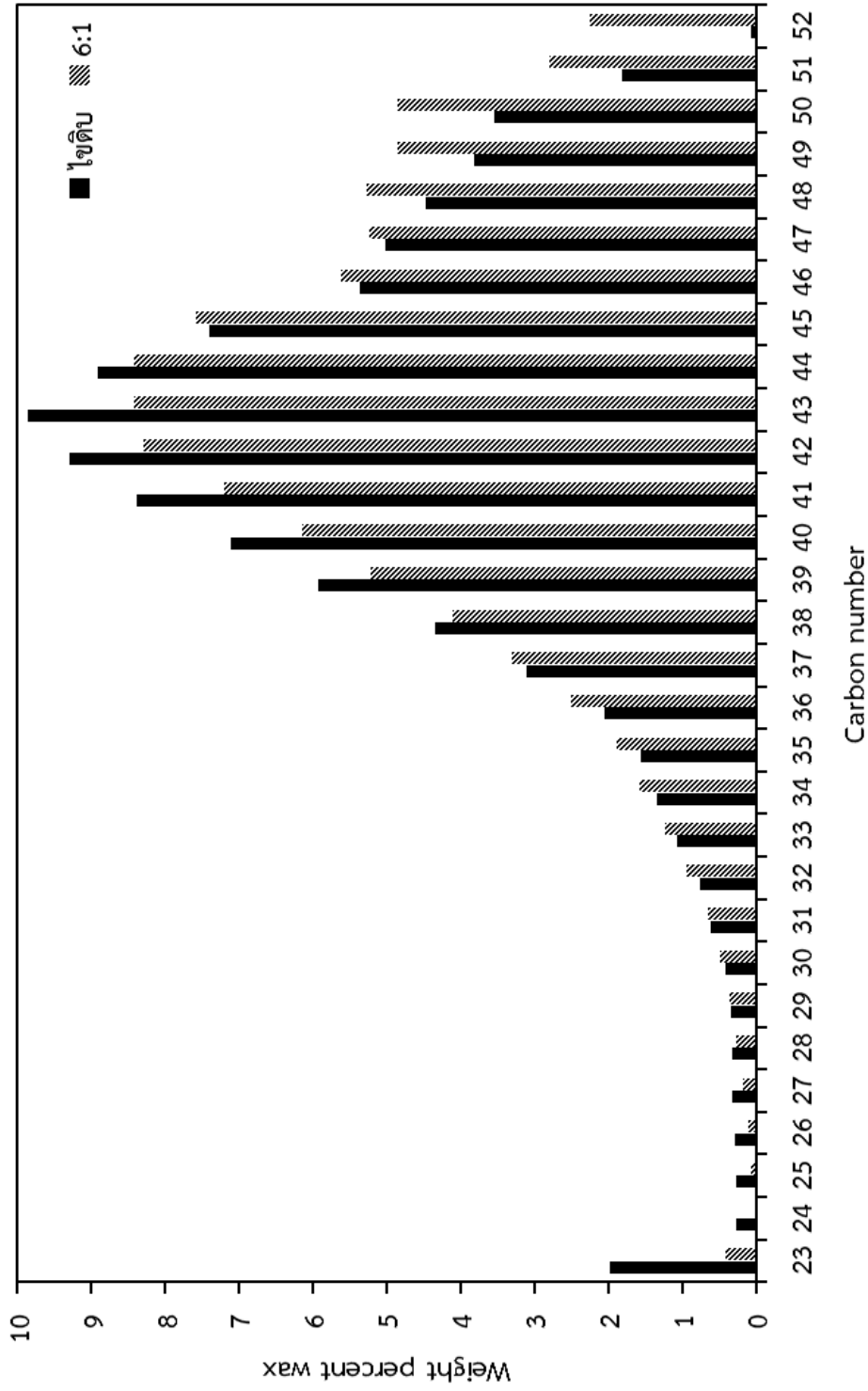
รูปที่ 4.20 โค้ดมาโทแกรมของสารมาตรฐานออร์มอลพาราฟิน



รูปที่ 4.21 โครมาโทแกรมของไฮโดย



รูปที่ 4.22 โครมาโทแกรมของผลิตภัณฑ์ไฮโดรแครกกิ้งที่ใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้ตัวร่อนน้ำมันของตัวทำละลายผสมต่อไอดีบเท่ากับ 6:1



รูปที่ 4.23 การกระจายจำนวนคาร์บอนขององค์ประกอบไฮโดรคาร์บอนในโซเดียมคาร์บอเนตที่แยกจากโซเดียมโดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อโซเดียมเท่ากับ 6:1

ตารางที่ 4.13 เปรียบเทียบชนิดและปริมาณองค์ประกอบพาราฟินของไขดิบและผลิตภัณฑ์ไขจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC โดยแบ่งตามโครงสร้างโมเลกุลอย่างคร่าวเป็น 2 ชนิด ได้แก่ นอร์มอลพาราฟิน และ ไอโซพาราฟินรวมกับไซโคลพาราฟิน พบว่า ไขดิบมีสัดส่วนของนอร์มอลพาราฟินและ ไอโซพาราฟิน + ไซโคลพาราฟิน ไม่แตกต่างกันมากนัก เมื่อนำไขดิบมาผ่านการทำให้มีความบริสุทธิ์โดยใช้ตัวทำละลายผสมที่อัตราส่วนโดยน้ำหนัก MEK:BTA เท่ากับ 20:80 และละลายไขด้วยอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 6:1 พบว่าผลิตภัณฑ์ไขมีสัดส่วนของนอร์มอลพาราฟินเพิ่มขึ้นมาก ขณะที่ ไอโซพาราฟินและไซโคลพาราฟิน ลดน้อยลง ดังนั้นเทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA นอกจากจะช่วยเพิ่มความบริสุทธิ์ของไขโดยกำจัดสิ่งปนเปื้อนต่างๆแล้ว องค์ประกอบพาราฟินในไขยังสามารถก่อผลึกและเกิดจัดเรียงโมเลกุลใหม่ได้ ดังนั้นการตกผลึกสามารถใช้ในการคัดแยกองค์ประกอบพาราฟินต่างๆในไขดิบได้ จึงเป็นวิธีที่น่าสนใจสำหรับการผลิตไขประเภท microcrystalline wax

ตารางที่ 4.13 องค์ประกอบของไขดิบและผลิตภัณฑ์ไขที่แยกจากไขดิบโดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไขดิบเท่ากับ 6:1

Molecular type composition	Sample	
	Slack wax	Dilution solvent ratio of 6:1
n-paraffins content, wt.%	55.00	74.26
iso- and cyclo-paraffins content, wt.%	45.00	25.74
Ratio of iso- and cyclo-paraffins/n-paraffins	0.81	0.35

4.3 สมบัติทางกายภาพและเคมีของตัวดูดซับ

4.3.1 ลักษณะทางกายภาพของตัวดูดซับ

จากรูปที่ 4.24 พบว่าตัวดูดซับชนิดซิลิกาเจลและอะลูมินามีลักษณะคล้ายคลึงกัน โดยเป็นเม็ดขนาดเล็กละเอียด ไม่จับตัวกันเป็นก้อน ในกรณีของตัวดูดซับชนิดเบนโทไนต์และ BCE มีลักษณะเป็นผงของแข็งสีเทา และสีส้มอ่อนตามลำดับ และตัวดูดซับชนิด HTC เป็นผงของแข็งละเอียด สีขาว ลักษณะคล้ายแป้ง



รูปที่ 4.24 ลักษณะทางกายภาพของตัวดูดซับ (ก) ซิลิกาเจล (ข) อะลูมินา (ค) เบนโทไนต์ (ง) BCE และ (จ) HTC

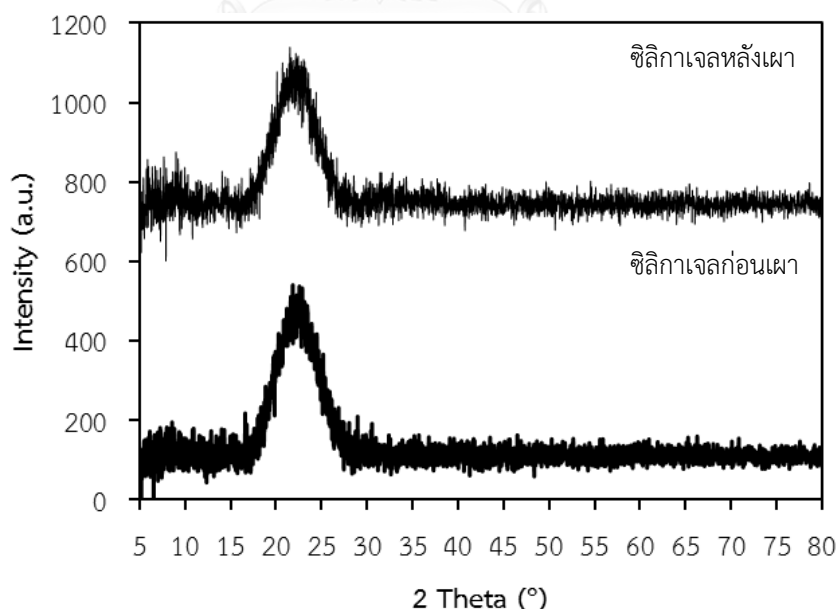
4.3.2 โครงสร้างผลึกของตัวดูดซับ

รูปที่ 4.25 แสดงรูปแบบ XRD ของซิลิกาเจล พบว่าซิลิกาเจลก่อนและหลังการมีโครงสร้างแบบออสติฐานที่เหมือนกัน ซึ่งพบพีคที่ตำแหน่ง $2\theta = 23^\circ$ ขณะที่อะลูมินาก่อนการเผา (รูปที่ 4.26) มีวัฏภาคผสมของบอฮีไมต์ (boehmite, $\text{AlO}(\text{OH})$) พบพีคที่ตำแหน่ง $2\theta = 14.3^\circ 28.1^\circ 38.3^\circ 49.1^\circ 51.8^\circ 55.5^\circ 61.6^\circ 64.2^\circ$ และ 72.1° แกมมา-อะลูมินา ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) พบที่ตำแหน่ง $2\theta = 42.7^\circ 46^\circ$ และ 67.5° และวัฏภาคปนเปื้อนเล็กน้อย [37, 38] และเมื่อเผาอะลูมินาที่อุณหภูมิ 250°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง วัฏภาคอะลูมินาหลักยังคงเดิม แต่วัฏภาคปนเปื้อนหายไป

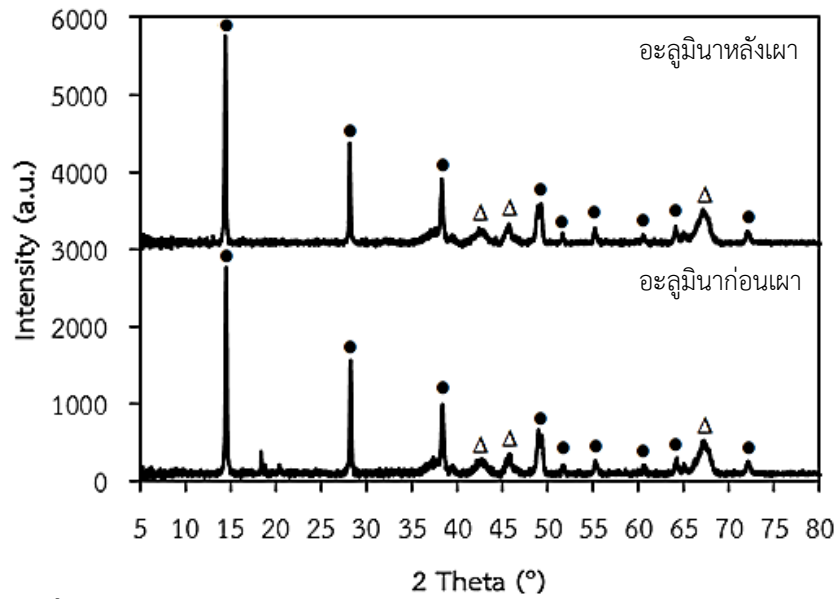
จากรูปที่ 4.26 พบว่าเบนโทไนต์ก่อนเผา แสดงรูปแบบ XRD ที่ประกอบด้วย แรมมอนต์มอริลโลไนต์ (montmorillonite) เป็นหลัก ซึ่งพบพีคที่ตำแหน่ง $2\theta = 6.2^\circ 19.8^\circ 35^\circ$ และ 62° นอกจากนี้ยังพบแร่ธาตุต่างๆปะปนรวมอยู่ เช่น คริสโตแบไลต์ (cristobalite) เฟลด์สปาร์ (feldspar) ควอทซ์ (quartz) แคลไซต์ (calcite) [39] และเมื่อเผาเบนโทไนต์ที่อุณหภูมิ 450°C เป็น

เวลา 2 ชั่วโมง พบว่าพีคหลักของมอนต์มอริลโลไนต์ที่ตำแหน่ง $2\theta = 6.2^\circ$ (เบนโทไนต์ก่อนเผา) เกิดการเลื่อนไปยังตำแหน่ง 2θ ที่มากขึ้น ($2\theta = 9.4^\circ$) แสดงถึงระยะห่างระหว่างชั้นของเบนโทไนต์ที่ลดลง (หลักการของ Bragg's law ($n\lambda = 2d\sin\theta$)) ซึ่งเกิดจากการสูญเสียน้ำในช่องว่างระหว่างชั้น (interlayer) ขณะที่ตัวดูดซับ BCE (รูปที่ 4.27) ได้จากการกระตุ้นเบนโทไนต์ด้วยกรด จากรูปแบบ XRD ของ BCE ก่อนเผา พบว่าลักษณะของแร่มอนต์มอริลโลไนต์ (montmorillonite) และแร่ธาตุต่างๆ เช่นเดียวกับเบนโทไนต์ แต่สังเกตได้ว่าพีคมอนต์มอริลโลไนต์มีความเข้มลดลงเมื่อเทียบกับตัวดูดซับเบนโทไนต์ เป็นผลจากการกรดไปทำลายโครงสร้างของดิน และเมื่อเผา BCE ที่อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าพีคหลักของมอนต์มอริลโลไนต์เลื่อนไปยังตำแหน่งที่มี 2θ เพิ่มขึ้นเช่นเดียวกับเบนโทไนต์ ซึ่งพบที่ตำแหน่ง $2\theta = 9.5^\circ$ เกิดจากการสูญเสียน้ำในช่องว่างระหว่างชั้น ทำให้ระยะห่างระหว่างชั้นของดิน BCE ลดลง

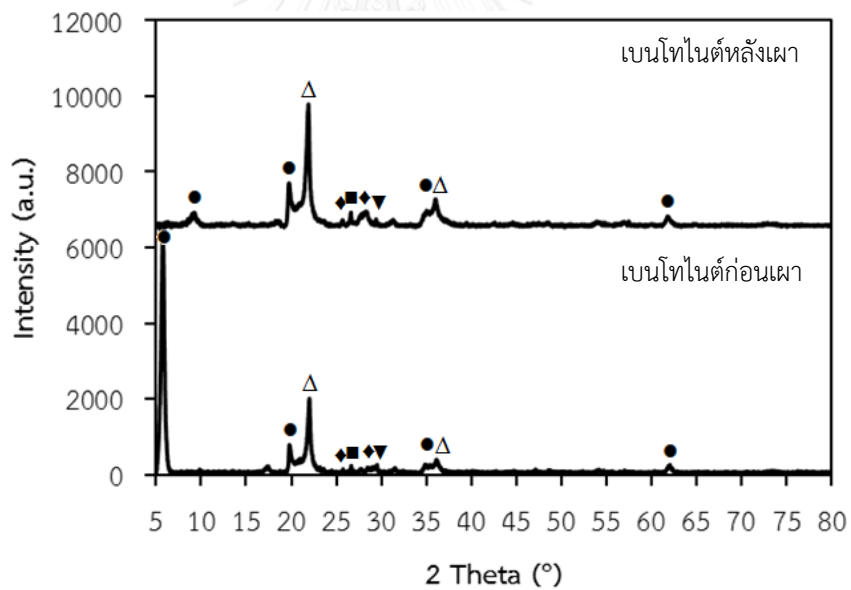
จากรูปที่ 4.28 พบว่าตัวดูดซับ HTC แสดงรูปแบบ XRD ของแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์หรือไฮโดรทัลไซต์ (Mg-Al LDH) ซึ่งพบพีคที่ตำแหน่ง $2\theta = 11.8^\circ, 23.6^\circ, 35^\circ, 39.5^\circ, 47.5^\circ, 61.1^\circ$ และ 62° [25, 40] และเมื่อทำการเผา HTC ที่อุณหภูมิ 500°C ตัวดูดซับ HTC จะเกิดการเปลี่ยนวิวัฒนาการจากแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์เป็นออกไซด์ผสมของแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม



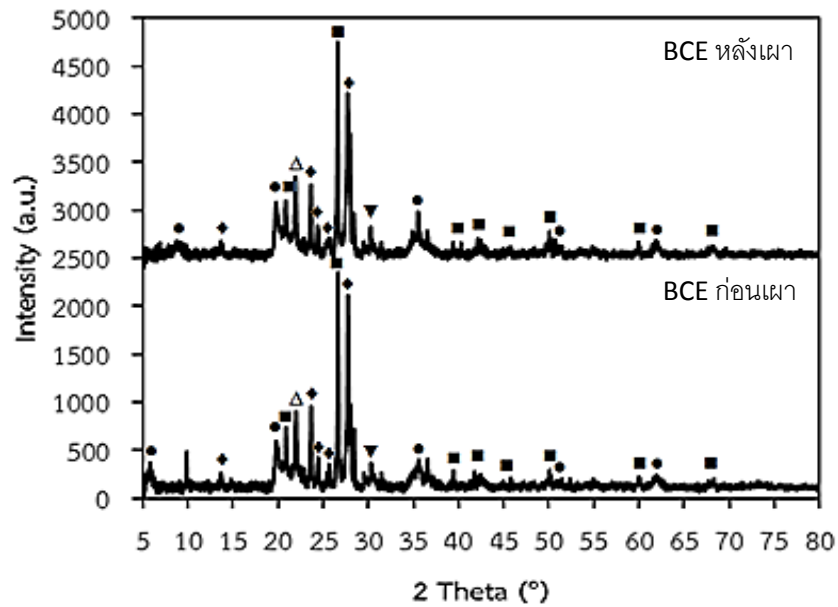
รูปที่ 4.25 รูปแบบ XRD ของซิลิกาเจลก่อนและหลังการเผาที่อุณหภูมิ 250°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



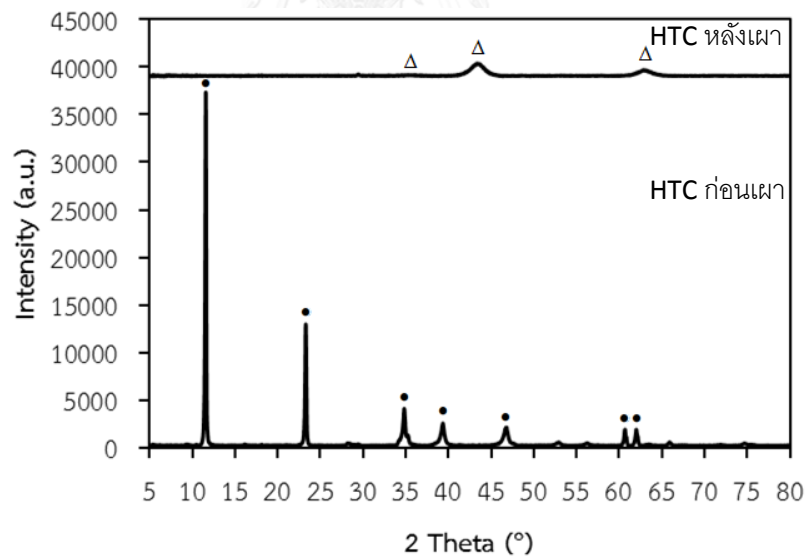
รูปที่ 4.26 รูปแบบ XRD ของอะลูมินาก่อนและหลังการเผาที่อุณหภูมิ 250 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (สัญลักษณ์ ● = boehmite; Δ = gamma-alumina)



รูปที่ 4.27 รูปแบบ XRD ของเบนโทไนต์ก่อนการเผาและหลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (สัญลักษณ์ ● = montmorillonite; Δ = cristobalite; ◆ = feldspar; ■ = quartz; ▼ = calcite)



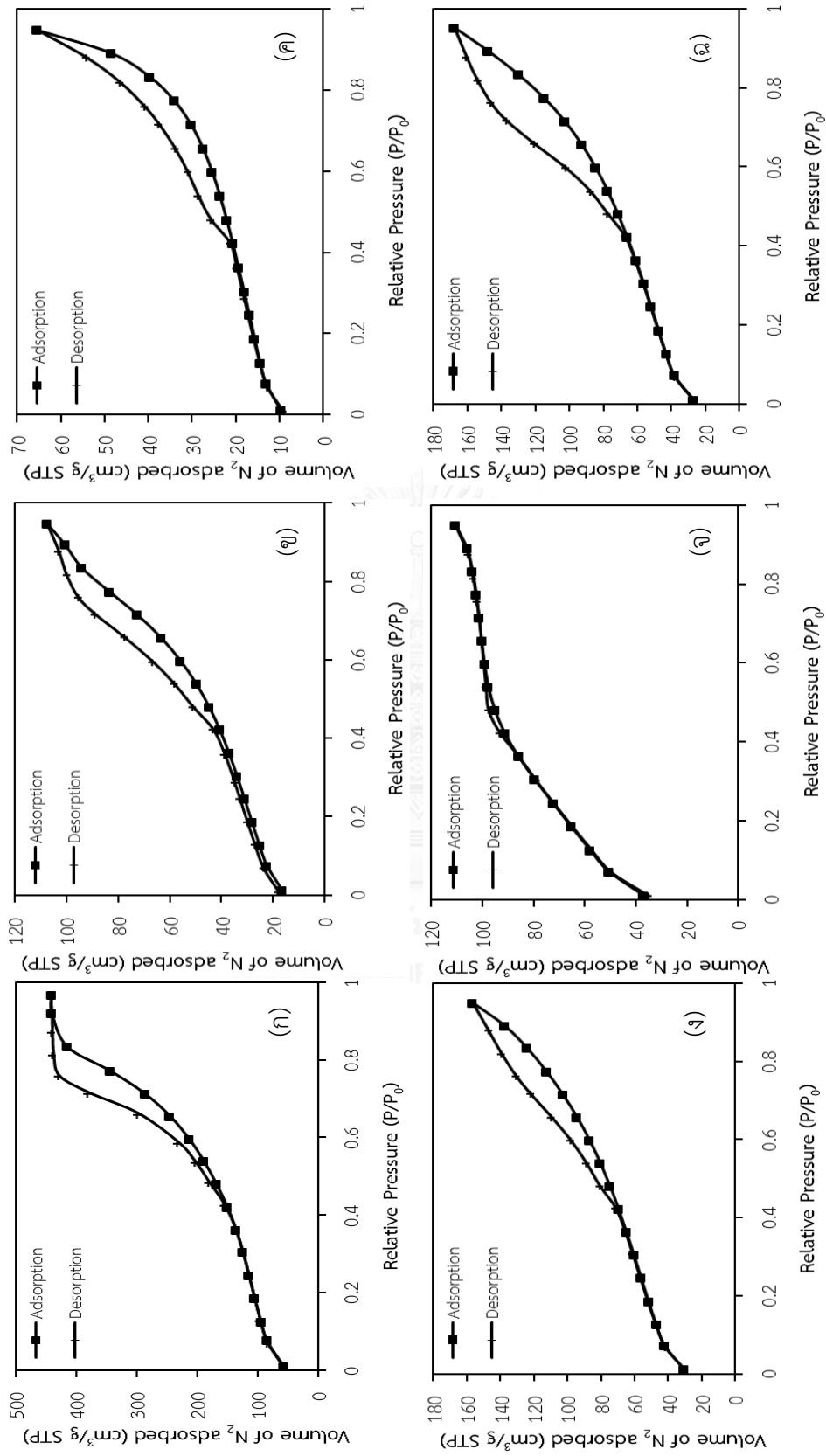
รูปที่ 4.28 รูปแบบ XRD ของ BCE ก่อนการเผาและหลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (สัญลักษณ์ ● = montmorillonite; Δ = cristobalite; ◆ = feldspar; ■ = quartz; ▼ = calcite)



รูปที่ 4.29 รูปแบบ XRD ของ HTC ก่อนการเผาและหลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง (สัญลักษณ์ ● = Mg-Al LDH; Δ = Mg-Al mixed oxied)

4.3.3 พื้นที่ผิวและความพรุนของตัวดูดซับ

จากรูปที่ 4.30 แสดงรูปร่างไอโซเทิร์มของการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนของตัวดูดซับ พบว่าตัวดูดซับทุกชนิดมีไอโซเทิร์มของการดูดซับแบบที่ IV ที่มีวงฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) ตามการจำแนกของ IUPAC ซึ่งเป็นลักษณะของวัสดุที่มีรูพรุนขนาดกลาง โดยวงฮิสเทอรีซิสเกิดจากการควบแน่นของแก๊สไนโตรเจนเป็นของเหลวภายในรูพรุนขนาดกลาง การเกิดวงฮิสเทอรีซิสที่มีรูปร่างต่างกัน แสดงให้เห็นถึงรูปร่างและขนาดรูพรุนของตัวดูดซับที่แตกต่างกัน โดยทั่วไปปริมาตรการดูดซับแก๊สไนโตรเจน (N_2 adsorbed volume) ที่ $P/P_0 \approx 1$ จะมีความสอดคล้องกับปริมาตรรูพรุนของตัวดูดซับ และปริมาตรการดูดซับแก๊สไนโตรเจนที่ P/P_0 ในช่วง 0.1-0.2 จะมีผลสอดคล้องกับพื้นที่ผิวบีอีที (ตามนิยามของสมการ BET) พบว่าซิลิกาเจลสามารถดูดซับแก๊สไนโตรเจนได้มากที่สุด แสดงถึงปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิวที่มาก ขณะที่ BCE HTC อะลูมินา และเบนโทไนต์ มีความจุการดูดซับ (adsorption capacity) แก๊สลดลงตามลำดับ แสดงว่าตัวดูดซับดังกล่าวมีปริมาตรรูพรุนที่ลดลงเช่นเดียวกัน เมื่อพิจารณารูปร่างและขนาดวงฮิสเทอรีซิส พบว่า HTC มีขนาดรูพรุนที่ใกล้เคียงกันมากที่สุด เนื่องจากมีรูปร่างของวงฮิสเทอรีซิสที่ค่อนข้างแคบและมีความสมมาตร นอกจากนี้พบว่า HTC เกิดวงฮิสเทอรีซิสที่ตำแหน่ง P/P_0 ต่ำที่สุด แสดงให้เห็นว่า HTC มีขนาดรูพรุนที่เล็กที่สุด ขณะที่ BCE (ขึ้นรูป) มีรูปร่างของวงฮิสเทอรีซิสที่กว้างและไม่สมมาตร แสดงถึง BCE (ขึ้นรูป) มีขนาดรูพรุนที่ไม่สม่ำเสมอ นอกจากนี้พบว่า BCE (ขึ้นรูป) มีขนาดวงฮิสเทอรีซิสที่กว้างกว่า BCE เนื่องจาก BCE (ขึ้นรูป) มีขนาดอนุภาคใหญ่กว่า ส่งผลให้มีช่องว่างระหว่างอนุภาค (interparticle void) ขนาดใหญ่ จึงมีความสามารถในการกักเก็บแก๊สไนโตรเจนได้มาก ทำให้เกิดการคายแก๊สที่ถูกดูดซับออกมาได้ยากกว่า



รูปที่ 4.30 ไอโซเทอรัมการดูดซับและคายการคายแก๊สไนโตรเจนของตัวดูดซับ (ก) ซิลิกาเจล (ข) อะลูมินา (ค) เบนโทไนต์ (ง) BCE (จ) HTC และ (ฉ) BCE (ขึ้นรูป)

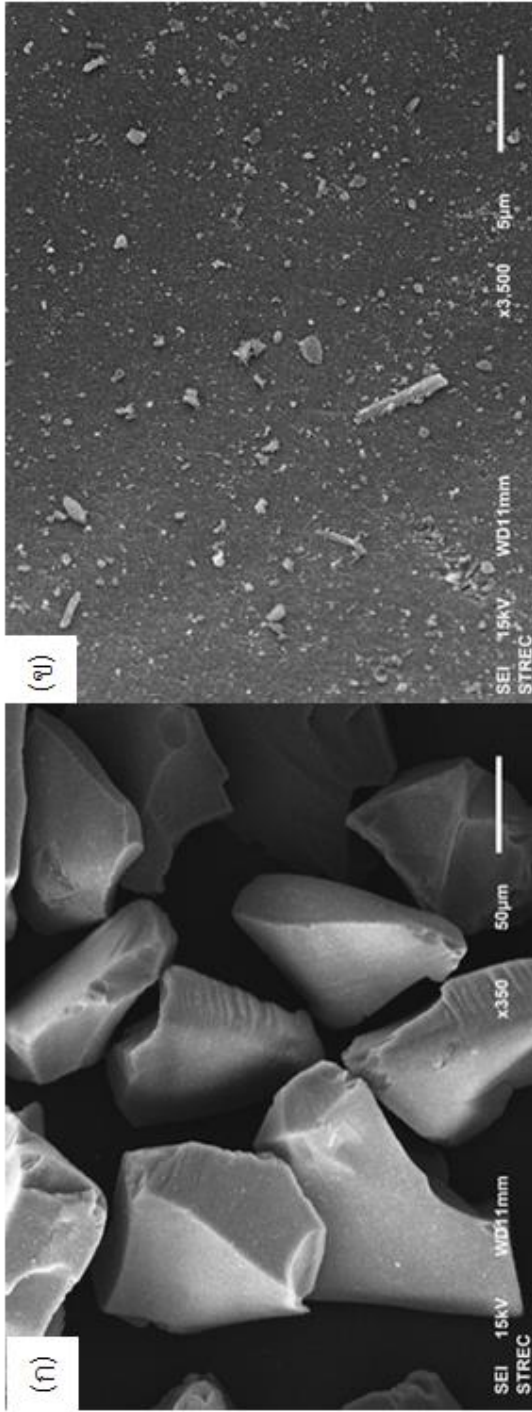
ตารางที่ 4.14 แสดงพื้นที่ผิวจำเพาะและความพรุนของตัวดูดซับชนิดต่างๆ พบว่าซิลิกาเจลมีพื้นที่ผิวป้อนีทีและปริมาตรรูพรุนสูงที่สุด ขณะที่อะลูมินามีพื้นที่ผิวป้อนีทีและปริมาตรรูพรุนค่อนข้างต่ำ อาจเป็นผลมาจากอะลูมินายังไม่แปรสภาพเป็นวัฏภาคของแกมมา-อะลูมินาอย่างสมบูรณ์ และพบองค์ประกอบของบอฮีไมต์ในรูปแบบ XRD (รูปที่ 4.26) แต่ยังมีขนาดรูพรุนเฉลี่ยที่ใกล้เคียงกับซิลิกาเจล เบนโทไนต์มีพื้นที่ผิวป้อนีทีและปริมาตรรูพรุนต่ำที่สุด แต่เมื่อพิจารณาถึง BCE ซึ่งได้จากการกระตุ้นเบนโทไนต์ด้วยกรด ทำให้ชั้นอะลูมินาในโครงสร้างเบนโทไนต์ถูกละลายออกไป ส่งผล BCE มีปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิวเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับเบนโทไนต์ โดยพื้นที่ผิวป้อนีทีและปริมาตรรูพรุนของ BCE เพิ่มขึ้นเป็น $178 \text{ m}^2/\text{g}$ และ $0.21 \text{ cm}^3/\text{g}$ ตามลำดับ และเมื่อนำตัวดูดซับ BCE มาขึ้นรูปเป็นเกล็ด ซึ่งเป็นการกีดกันอนุภาคของ BCE เข้าด้วยกัน ทำให้เกิดเป็นโครงข่ายรูพรุนระหว่างอนุภาคของตัวดูดซับ (interparticle void) ส่งผลให้ตัวดูดซับมีปริมาตรและขนาดรูพรุนที่มากขึ้น อีกส่วนหนึ่งอาจเป็นผลจากองค์ประกอบในโครงสร้างผลึกบางส่วน เช่น อะลูมิเนียม เหล็ก ถูกละลายไปโดยกรดที่ใช้ในการขึ้นรูป ในขณะที่ HTC มีขนาดรูพรุนเล็กที่สุด เป็นผลจาก HTC มีขนาดอนุภาคที่เล็กมาก ซึ่งให้ผลที่สอดคล้องกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM

ตารางที่ 4.14 พื้นที่ผิวจำเพาะและความพรุนของตัวดูดซับชนิดต่างๆ

Adsorbent	BET surface area (m^2/g)	Average pore volume (cm^3/g)	Average pore size (Å)
Silica gel	385	0.68	58
Alumina	105	0.16	59
Bentonite	53	0.08	56
BCE	178	0.21	48
HTC	239	0.16	27
BCE (ขึ้นรูป)	173	0.26	60

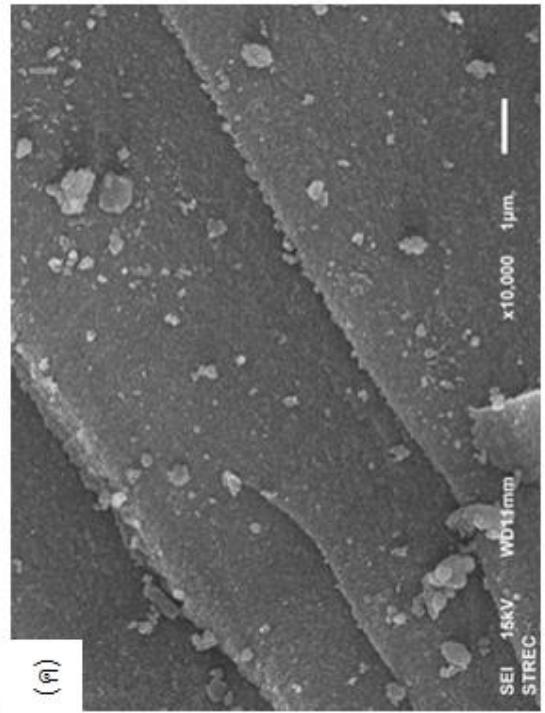
4.3.4 สัณฐานวิทยาของตัวดูดซับ

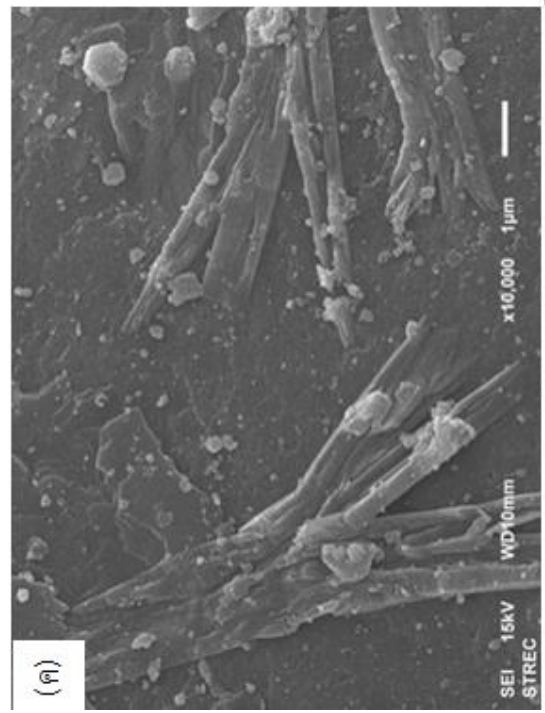
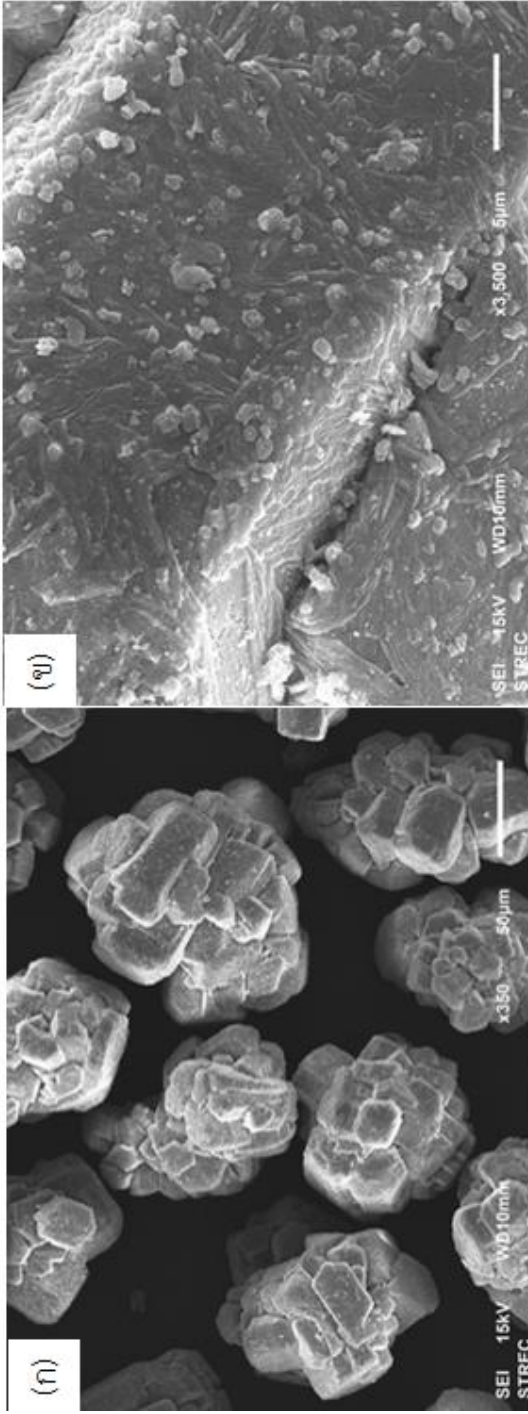
รูปที่ 4.31 แสดงภาพถ่าย SEM ของซิลิกาเจล มีลักษณะเป็นอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ รูปทรงไม่แน่นอน ผิวลักษณะเช่นนี้เหมือนลูกบดหรือผ่านการลดขนาด ขณะที่อะลูมินา (รูปที่ 4.32) มีลักษณะอนุภาคทรงเหลี่ยมขนาดประมาณ 30-40 μm อนุภาคเหล่านี้เกาะกลุ่มกันเป็นทรงกลมคล้ายบอล พื้นผิวของอะลูมินาไม่เป็นเนื้อเดียวกัน เนื่องจากประกอบด้วยวัฏภาคอะลูมินาหลายวัฏภาคตั้งอริบายไว้ในผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD (รูปที่ 4.26) รูปที่ 4.33 แสดงภาพถ่าย SEM ของเบนโทไนต์ เมื่อใช้กำลังขยายต่ำสังเกตเห็นว่าอนุภาคของตัวดูดซับมีขนาดและรูปร่างไม่แน่นอน แต่เมื่อเพิ่มกำลังขยายพบว่าอนุภาคมีลักษณะที่เป็นแผ่นใหญ่ซ้อนกันเป็นชั้นๆ พื้นผิวของแต่ละแผ่นค่อนข้างเรียบ และจัดเรียงตัวเป็นอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ขึ้น ตัวดูดซับ BCE (รูปที่ 4.34) มีลักษณะอนุภาคที่เป็นแผ่นเล็กๆเรียงซ้อนกัน และมีพื้นผิวที่ขรุขระมากขึ้น การกระจายขนาดอนุภาคกว้างกว่าเบนโทไนต์ แสดงถึงการจัดเรียงตัวที่ไม่เป็นระเบียบ ซึ่งเกิดจากโครงสร้างบางส่วนถูกทำลายในขั้นตอนล้างด้วยกรด อนุภาค HTC (รูปที่ 4.35) มีขนาดเล็กกว่าตัวดูดซับชนิดอื่นๆ โดยมีอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 30-40 nm เมื่อเพิ่มกำลังขยายพบว่าอนุภาคเหล่านี้มีลักษณะเป็นเกล็ดขนาดเล็กเกาะรวมกันเป็นกลุ่ม (nanoparticle aggregates) อย่างหลวมๆ [41] ลักษณะเช่นนี้จึงส่งผลให้ HTC มีพื้นที่ผิวจำเพาะที่สูง



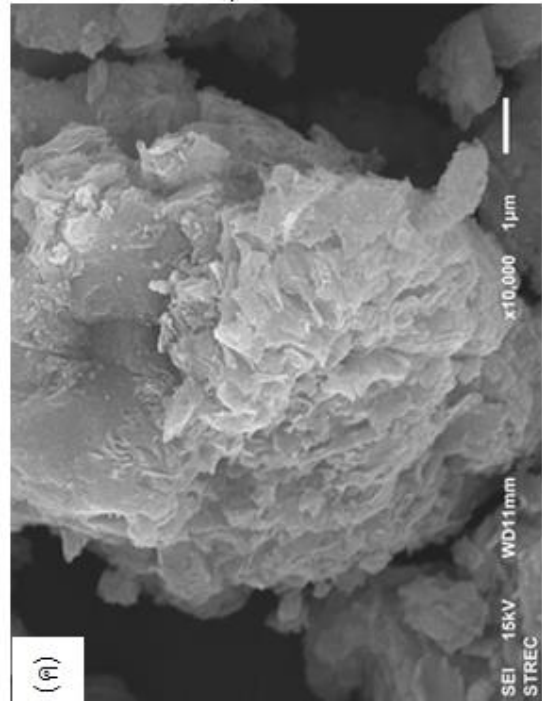
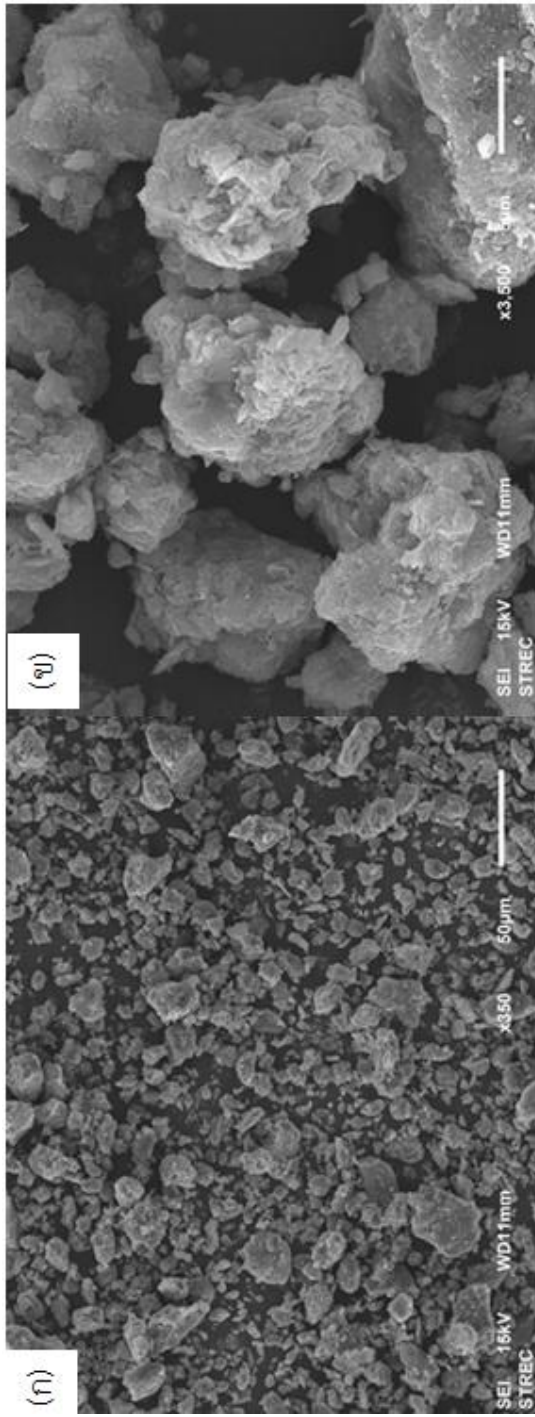
รูปที่ 4.31 ภาพถ่าย SEM ของซิลิกาเจล ที่กำลังขยาย

(ก) 350 เท่า (ข) 3,500 เท่า และ (ค) 10,000 เท่า

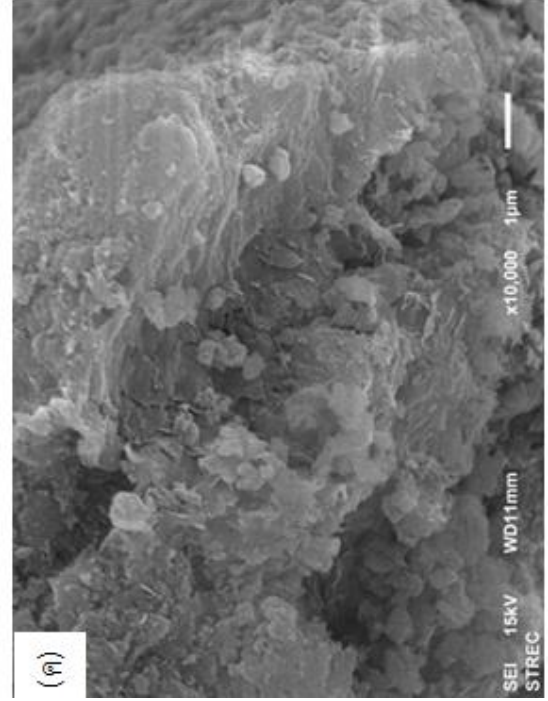
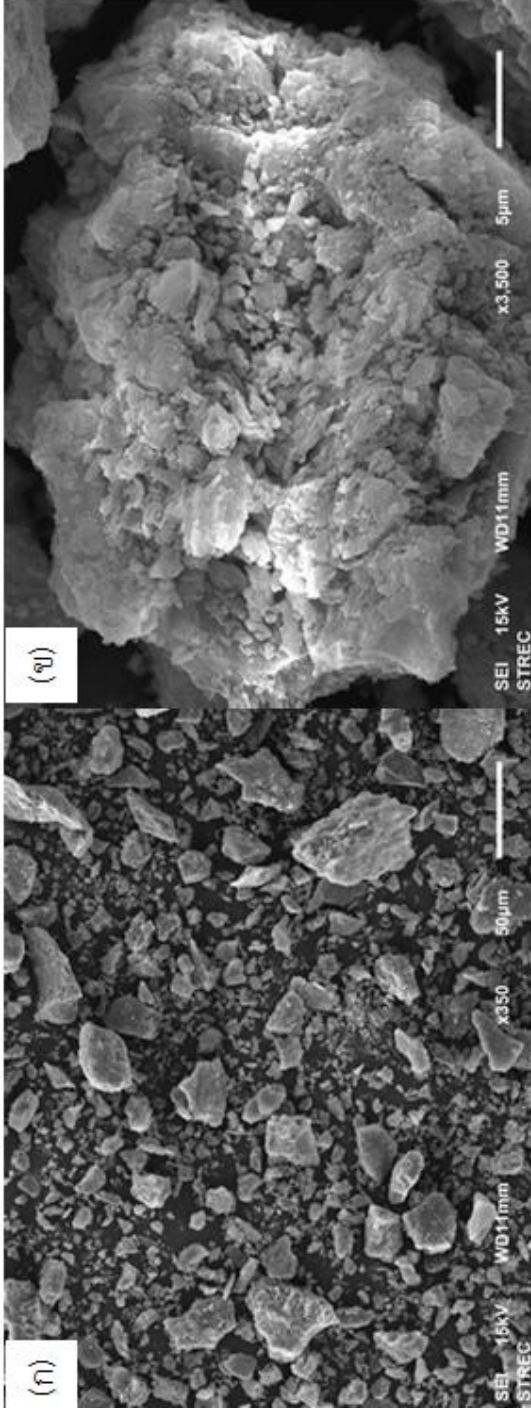




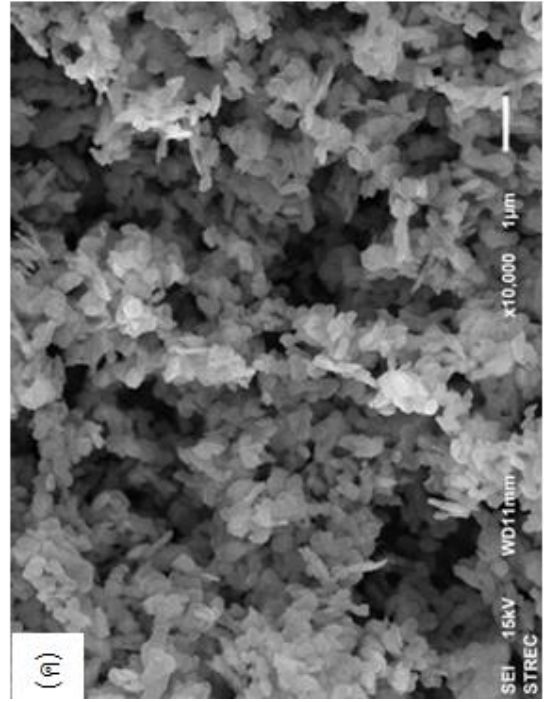
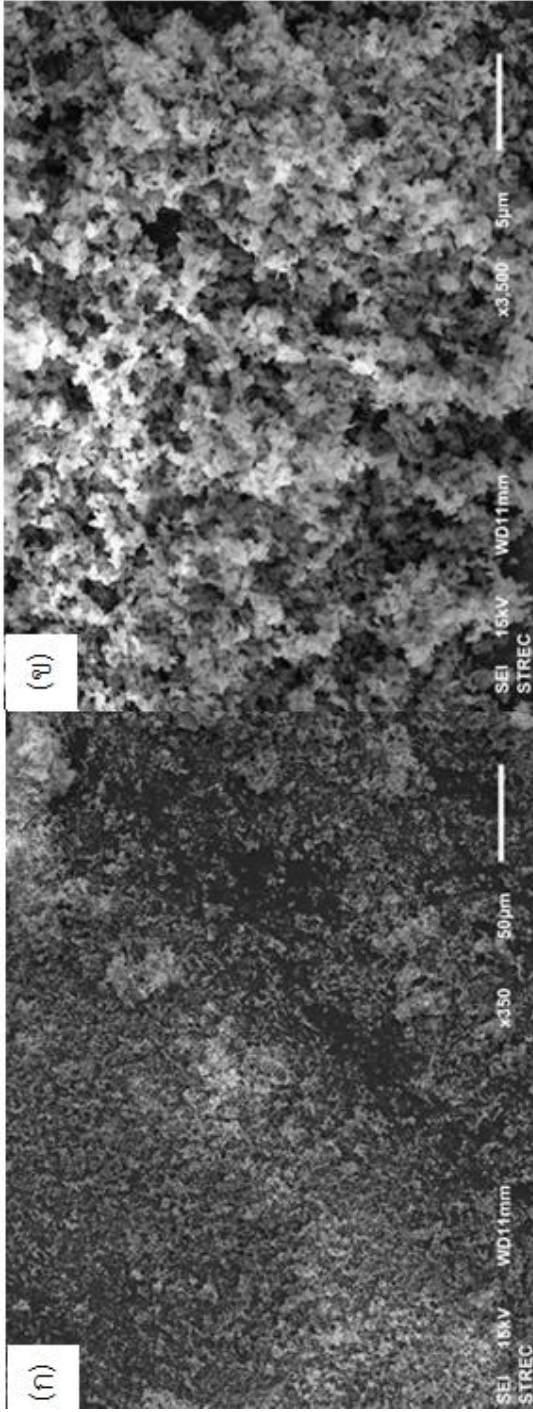
รูปที่ 4.32 ภาพถ่าย SEM ของอะลูมินา ที่กำลังขยาย (ก) 350 เท่า (ข) 3,500 เท่า และ (ค) 10,000 เท่า



รูปที่ 4.33 ภาพถ่าย SEM ของเบนโทไนต์ ที่กำลังขยาย (ก) 350 เท่า (ข) 3,500 เท่า และ (ค) 10,000 เท่า



รูปที่ 4.34 ภาพถ่าย SEM ของ BCE ที่กำลังขยาย (ก) 350 เท่า (ข) 3,500 เท่า และ (ค) 10,000 เท่า



รูปที่ 4.35 ภาพถ่าย SEM ของ HTC ที่กำลังขยาย (ก) 350 เท่า (ข) 3,500 เท่า และ (ค) 10,000 เท่า

4.4 ผลของการทำไชดิบให้บริสุทธิ์ด้วยเทคนิคดูดซับในระบบแบตซ์

4.4.1 ผลของชนิดของตัวดูดซับ

รูปที่ 4.36 แสดงภาพถ่ายและค่าสีของผลิตภัณฑ์ไชที่แยกได้จากการดูดซับด้วยตัวดูดซับชนิดต่างๆ จากการทดลองพบว่าผลิตภัณฑ์ไชที่แยกได้จากตัวดูดซับทุกชนิดมีลักษณะของเนื้อไชที่คล้ายกับไชดิบเริ่มต้น แต่มีสีที่อ่อนกว่า จากการมองด้วยตาเปล่าพบว่าผลิตภัณฑ์ไชที่แยกได้จากการดูดซับด้วย HTC มีสีค่อนข้างขาวและมีความสว่างมากที่สุด ส่วนผลิตภัณฑ์ไชที่แยกได้จากการดูดซับด้วยซิลิกาเจล มีสีค่อนข้างเข้มมากที่สุด แต่เมื่อพิจารณาค่าสีจากระบบ CIE Lab พบว่า ผลิตภัณฑ์ไชที่ผ่านการดูดซับด้วย HTC มีความสว่างมากที่สุด และสังเกตได้ว่ามีค่า a^* เป็นลบที่สูง ซึ่งแสดงถึงผลิตภัณฑ์ไชมีสีโทนขาวอมเขียว ส่วนผลิตภัณฑ์ไชที่ผ่านการดูดซับด้วยเบนโทไนด์และ BCE มีความสว่างของไชรองลงมา แสดงว่าผลิตภัณฑ์ไชมีสีที่โทนขาวอมเหลือง การใช้ซิลิกาเจลเป็นตัวดูดซับ เห็นได้ว่าผลิตภัณฑ์ไชแสดงค่าความสว่างน้อยที่สุด จึงมีสีเข้มที่สุด เมื่อพิจารณาค่า ΔE พบว่าผลิตภัณฑ์ที่แยกได้จากตัวดูดซับเบนโทไนด์ BCE และ HTC ให้ค่าสีที่แตกต่างจากไชดิบมาก

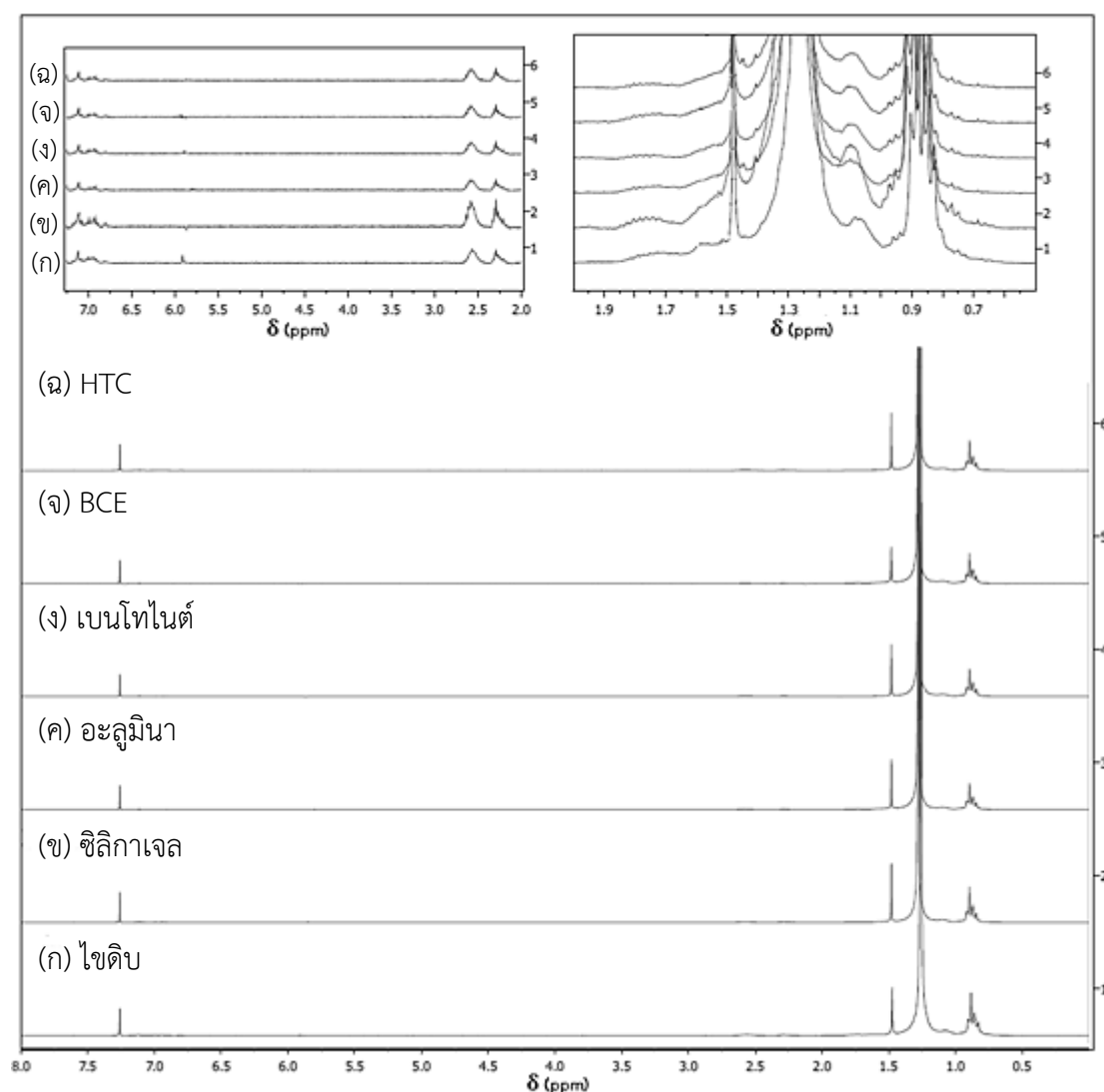


L*	61	70	73	77	77	78
a*	2	-2	-5	-4	-5	-7
b*	35	23	20	18	20	23
ΔE		15.52	20.44	24.10	23.02	22.67

(ก) ไชดิบ (ข) ซิลิกาเจล (ค) อะลูมินา (ง) เบนโทไนด์ (จ) BCE (ฉ) HTC

รูปที่ 4.36 ค่าสีของไชดิบและผลิตภัณฑ์ไชที่แยกได้จากการดูดซับด้วยตัวดูดซับชนิดต่างๆ ในปริมาณ 30 % โดยน้ำหนักเทียบกับไชดิบ ที่อุณหภูมิ 130 °C

รูปที่ 4.37 แสดงสเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วยตัวดูดซับชนิดต่างๆ พบว่าผลิตภัณฑ์ไซที่ผ่านการดูดซับทุกตัวไม่พบองค์ประกอบของแอลคีน เมื่อพิจารณาที่ตำแหน่ง chemical shift ที่ 2.21-2.6 ppm ซึ่งแสดงถึงองค์ประกอบของเบนซิลิก เห็นได้ว่าผลิตภัณฑ์ไซที่ผ่านการดูดซับด้วยซิลิกาเจลยังมีองค์ประกอบของเบนซิลิกที่มากเมื่อเทียบกับผลิตภัณฑ์ไซที่ผ่านการดูดซับจากตัวดูดซับอื่นๆ และการใช้ตัวดูดซับ BCE และ HTC ทำให้ไซผลิตภัณฑ์มีองค์ประกอบแโรแมติกและเบนซิลิกที่น้อยที่สุด ($\delta = 6.0-7.25, 2.2-2.7$ ppm)



รูปที่ 4.37 สเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วยตัวดูดซับ (ข) ซิลิกาเจล (ค) อะลูมินา (ง) เบนโทไนด์ (จ) BCE และ (ฉ) HTC ในปริมาณ 30 % โดยน้ำหนักเทียบกับไซดิบ ที่อุณหภูมิ 130 °C

จากตารางที่ 4.15 แสดงผลได้และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ไซท์แยกจากไซดิบผ่านการดูดซับด้วยตัวดูดซับชนิดต่างๆ พบว่าการใช้อะลูมินาเป็นตัวดูดซับ ให้ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซท์สูงที่สุด ตัวดูดซับชนิดนี้มีความสามารถกำจัดสารประกอบแอรโอมติกได้มากกว่า 50% แต่กำจัดองค์ประกอบประเภทเฮเทอโรอะตอม (heteroatom) เช่น ไนโตรเจนและซัลเฟอร์ ได้น้อยกว่าตัวดูดซับชนิดอื่นๆ การดูดซับองค์ประกอบเฮเทออะตอมได้น้อย เป็นผลมาจากสมบัติความพรุนของอะลูมินา ซึ่งพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนที่น้อย และการแสดงความเป็นกรดลิวอิส (Lewis acid) ของแกมมา-อะลูมินา เนื่องจากผลของความเกะกะ (steric hindrance) ขณะเดียวกัน -OH ของบอร์ไมต์ จะเกิดการดูดซับได้โดยเกิดพันธะไฮโดรเจนกับสารประกอบที่มี S N และ O เป็นองค์ประกอบ การใช้ซิลิกาและเบนโทไนต์เป็นตัวดูดซับจะสามารถแยกสารประกอบไนโตรเจนและซัลเฟอร์ออกได้ในปริมาณที่ใกล้เคียงกัน ทั้งนี้เป็นผลจากการมีหมู่ -OH เหมือนกันและมีความเป็นกรด (acidity) ที่ใกล้เคียงกัน ทั้งนี้เห็นได้ว่าการใช้เบนโทไนต์เป็นตัวดูดซับสามารถกำจัดแอรโอมติกได้น้อยมาก เป็นผลเนื่องจากเบนโทไนต์มีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนที่น้อยที่สุด เมื่อพิจารณาถึงการใช้ตัวดูดซับ BCE พบว่าผลิตภัณฑ์ไซท์มีปริมาณไนโตรเจนและซัลเฟอร์และสารประกอบแอรโอมติกลดลงอย่างชัดเจน เป็นผลจากการมีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนมากขึ้นในขั้นตอนการล้างด้วยกรด มีหมู่ -OH ที่พื้นที่ผิวตัวดูดซับมากขึ้น ซึ่งสามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนกับสารประกอบไนโตรเจน ซัลเฟอร์และแอรโอมติกที่มีเฮเทอโรอะตอมเป็นองค์ประกอบได้ ในขณะที่สารประกอบแอรโอมติกที่เป็นไฮโดรคาร์บอนถูกดูดซับได้โดยเกิดอันตรกิริยาไพ-ไพ สแตกกิง (π - π stacking) กับแอรโอมติกที่ถูกดูดซับไว้กับ -OH ของตัวดูดซับ ทำให้มีปริมาณแอรโอมติกในผลิตภัณฑ์ไซท์ลดลง กรณีการใช้ HTC เป็นตัวดูดซับ จะให้ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซท์น้อยที่สุด ส่วนหนึ่งเป็นผลจากตัวดูดซับนี้มีอนุภาคขนาดเล็กมาก ทำให้ไซต์ติดกับตัวดูดซับ นอกจากนี้พบว่า HTC มีประสิทธิภาพในการแยกสารประกอบแอรโอมติกได้มากถึง 59.62% และช่วยลดปริมาณไนโตรเจนและซัลเฟอร์ได้

ตารางที่ 4.15 ผลได้และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ไซท์แยกจากไซดิบผ่านการดูดซับด้วยตัวดูดซับชนิดต่างๆ

Characteristics	Slack wax grade 150 SW	Wax fractions isolated using different adsorbents				
		Silica gel	Alumina	Bentonite	BCE	HTC
Yield on crude, wt. %	100	48.8	61.9	44.7	46.4	30.6
Carbon content, wt. %	84.56	84.98	85.53	85.59	85.21	85.81
Hydrogen content, wt. %	14.79	14.09	14.12	13.97	13.58	13.83
Nitrogen content, wt. %	0.20	0.07	0.10	0.04	0.06	0.09
Sulfur content, wt. %	0.25	0.11	0.15	0.15	0.07	0.10
Degrees of branching (%CH ₃ content)	12.22	10.68	10.52	10.62	10.52	10.68
% Aromatics removal	-	53.33	54.29	48.39	58.62	59.62

ภาวะที่ใช้: ปริมาณตัวดูดซับ 30% โดยน้ำหนักเทียบกับไซดิบ; อุณหภูมิ 130 °C

4.4.2 ผลของปริมาณของตัวดูดซับ

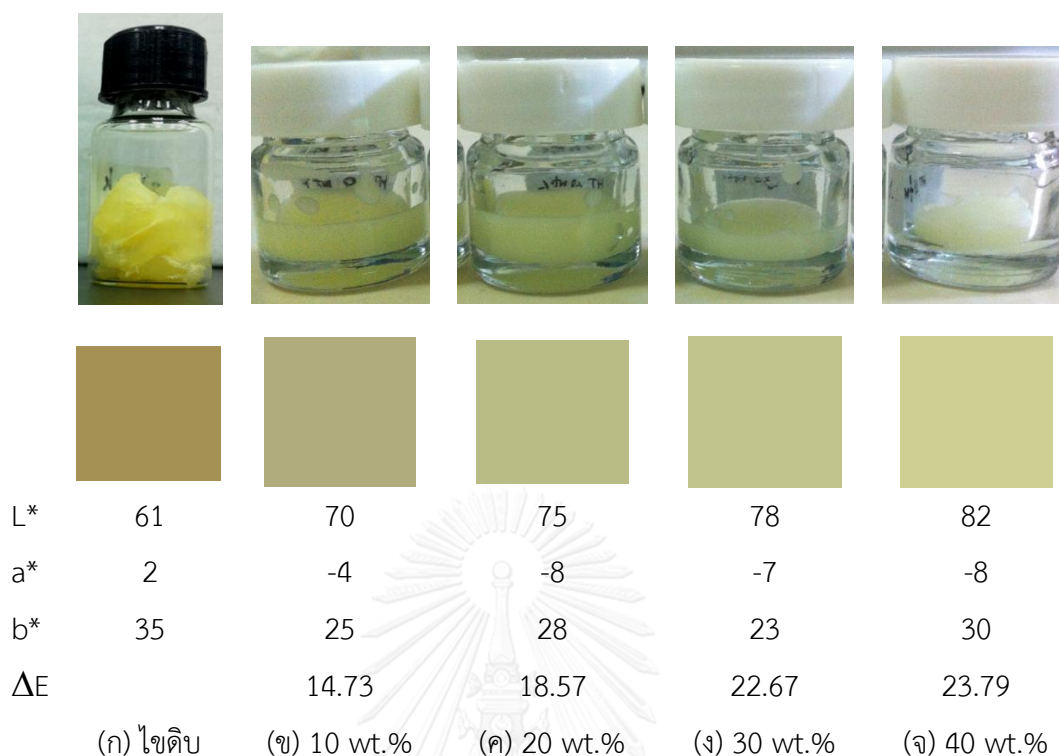
จากการทดลองพบว่าไซดิบที่ผ่านการดูดซับด้วย BCE และ HTC มีสีที่อ่อนกว่าสีไซดิบเริ่มต้น รูปที่ 4.37 และ รูปที่ 4.38 แสดงภาพถ่ายและค่าสีของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จาก BCE และ HTC ในปริมาณต่างๆ การมองด้วยตาเปล่าพบว่าการใช้ด้วย BCE และ HTC เป็นตัวดูดซับที่ปริมาณ 40 % โดยน้ำหนัก ผลิตภัณฑ์ไซมีสีค่อนข้างขาวมากที่สุด การใช้ปริมาณตัวดูดซับเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้มีสีอ่อนลงอย่างเป็นแนวโน้ม เมื่อพิจารณาค่าสีพบว่า เมื่อปริมาณตัวดูดซับ BCE และ HTC เพิ่มขึ้น ค่า L^* ซึ่งแสดงถึงความสว่างสี และค่า ΔE แสดงถึงค่าสีที่เปลี่ยนแปลงไปเทียบกับไซดิบจะมีค่าเพิ่มมากขึ้นเป็นลำดับ บ่งบอกถึงผลิตภัณฑ์ที่แยกได้มีความสว่างมากขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ เมื่อเทียบการใช้ปริมาณตัวดูดซับที่เท่ากัน พบว่าผลิตภัณฑ์ไซที่ได้จากการใช้ HTC เป็นตัวดูดซับ จะมีค่าสีที่สว่าง (L^*) และโทนสีเขียว ($-a^*$) ที่มากกว่าผลิตภัณฑ์ที่แยกได้ด้วย BCE อาจเป็นผลจากผลิตภัณฑ์ไซมีองค์ประกอบแอมโรแมติก 2 และ 3 วงเหลือน้อย ทำให้เกิดการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นต่ำลง จึงเห็นผลิตภัณฑ์ไซเป็นโทนสีเหลืองอ่อนอมเขียว



L^*	61	67	68	77	82
a^*	2	-2	-2	-5	-5
b^*	35	21	21	20	32
ΔE		15.75	16.15	23.02	22.34

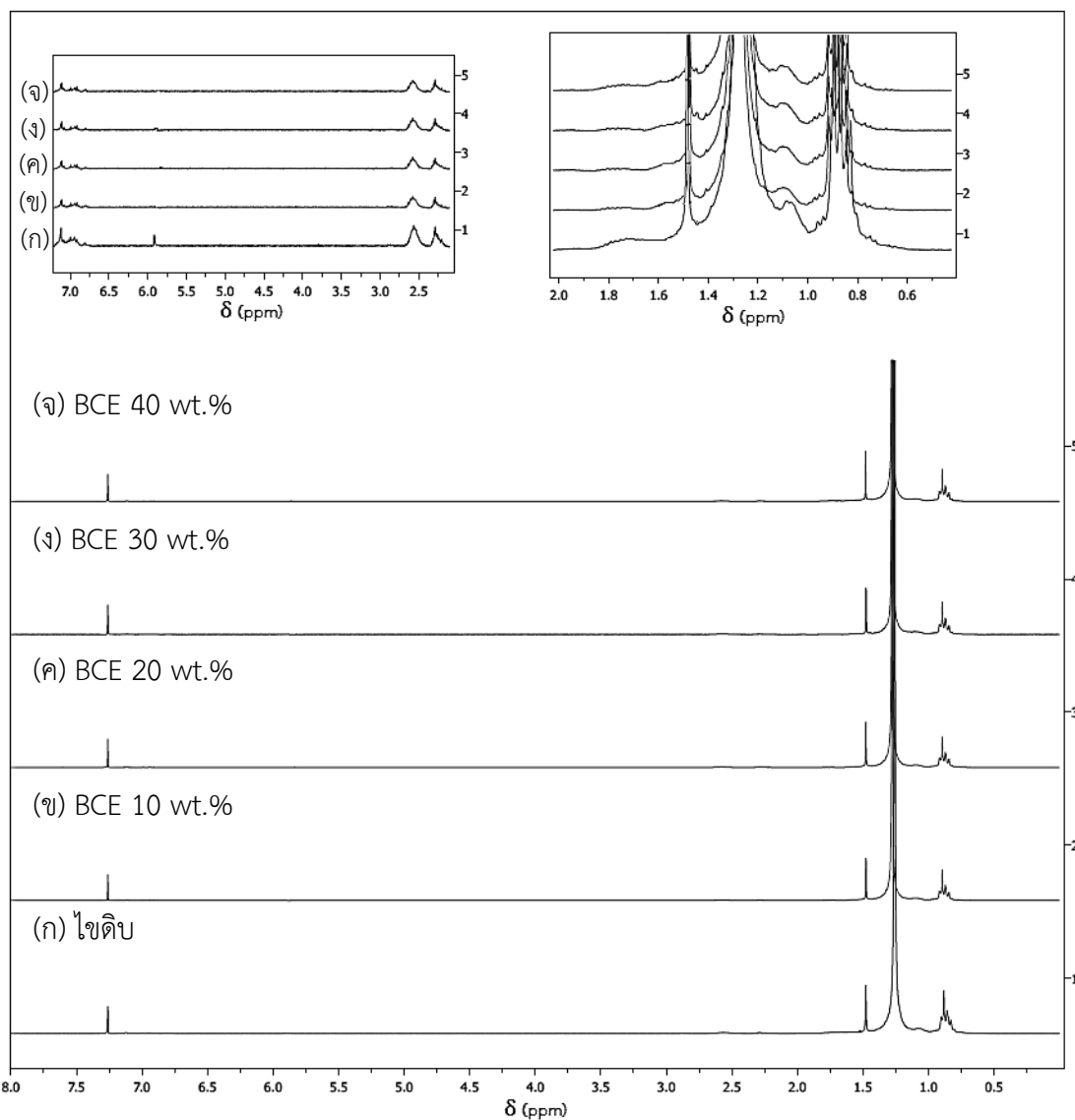
(ก) ไซดิบ (ข) 10 wt.% (ค) 20 wt.% (ง) 30 wt.% (จ) 40 wt.%

รูปที่ 4.38 ค่าสีของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย BCE ในปริมาณ (ข) 10 % โดยน้ำหนัก (ค) 20 % โดยน้ำหนัก (ง) 30 % โดยน้ำหนัก และ (จ) 40 % โดยน้ำหนักเทียบกับไซดิบ ที่อุณหภูมิ 130 °C

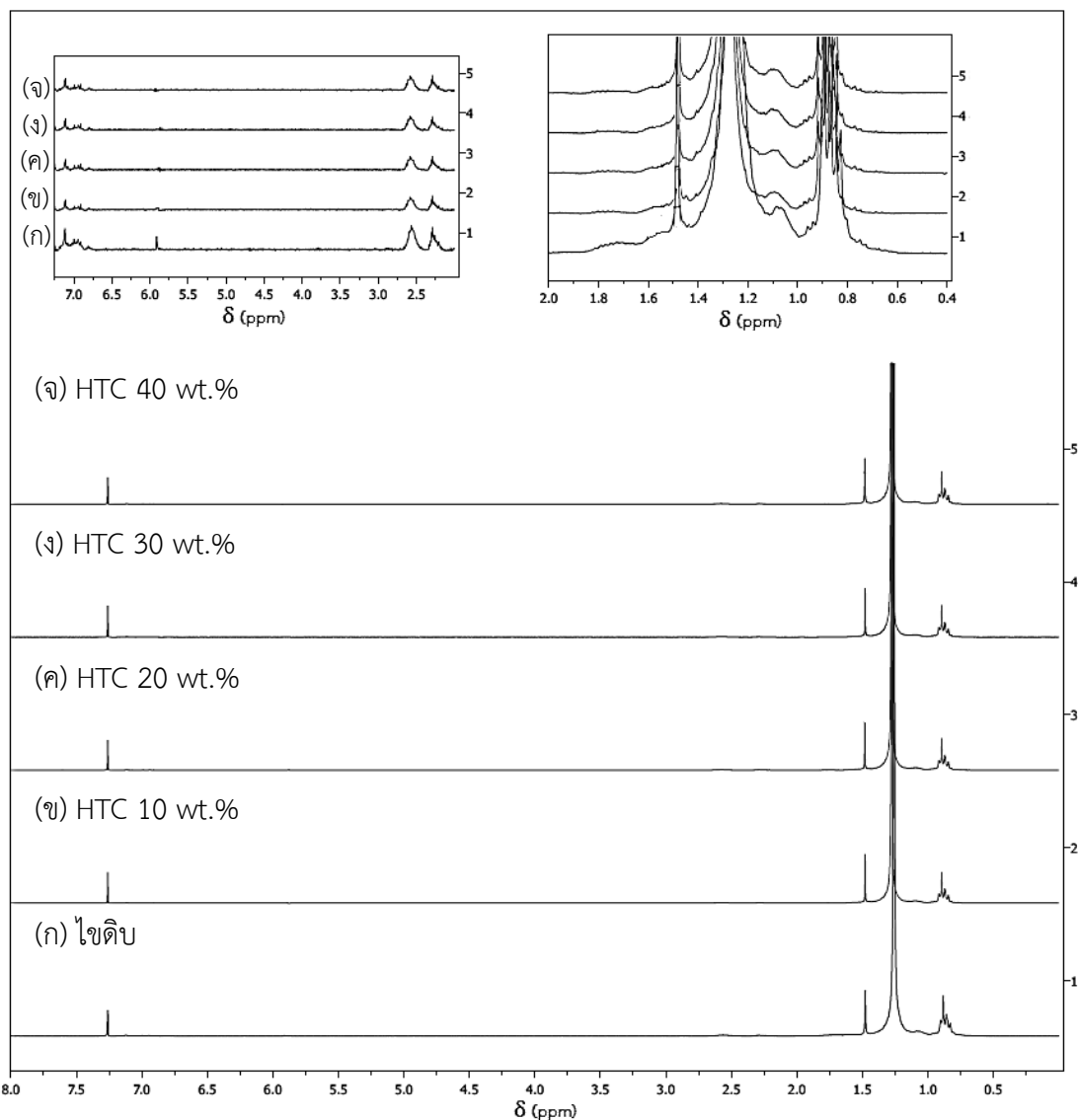


รูปที่ 4.39 ค่าสีของ (ก) ไชติบ และผลิตภัณฑ์ไชที่แยกได้จากการดัดด้วย HTC ในปริมาณ (ข) 10 %โดยน้ำหนัก (ค) 20 %โดยน้ำหนัก (ง) 30 %โดยน้ำหนัก และ (จ) 40 %โดยน้ำหนักเทียบกับไชติบ ที่อุณหภูมิ 130 °C

รูปที่ 4.40 และ 4.41 แสดงสเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของไชติบและผลิตภัณฑ์ไชที่แยกได้จากการดัดด้วย BCE และ HTC ในปริมาณต่างๆ พบว่าสเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของผลิตภัณฑ์ไชไม่พบองค์ประกอบของแอลคีน ($\delta = 5.91$ ppm) เหลืออยู่ในไช และมีองค์ประกอบแอมโรแมติกและเบนซิลิกที่ chemical shift เท่ากับ 6.81-7.25 และ 2.21-2.7 ppm ตามลำดับ ลดลงมากเมื่อเทียบกับไชติบเริ่มต้น (รูปที่ 4.40ก และ 4.41ก) แสดงให้เห็นว่า การใช้ปริมาณตัวดัดของ BCE และ HTC เพียงเล็กน้อย ก็สามารถกำจัดองค์ประกอบแอลคีนและแอมโรแมติกในไชติบให้ลดลงได้ ส่วนการเพิ่มปริมาณตัวดัด ก็จะส่งผลให้ตัวดัดมีการกำจัดองค์ประกอบแอมโรแมติกและเบนซิลิกได้มากขึ้น



รูปที่ 4.40 สเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของ (ก) ไช้ดิบ และผลิตภัณฑ์ไช้ที่แยกได้จากการดัดซึบด้วย BCE ในปริมาณ (ข) 10 %โดยน้ำหนัก (ค) 20 %โดยน้ำหนัก (ง) 30 %โดยน้ำหนัก และ (จ) 40 %โดยน้ำหนักเทียบกับไช้ดิบ ที่อุณหภูมิ $130\text{ }^{\circ}\text{C}$

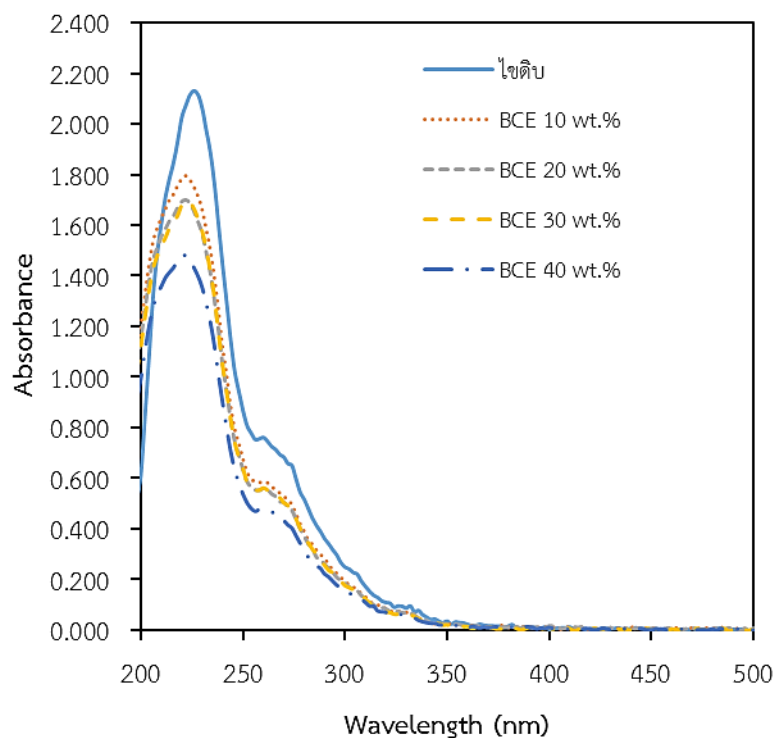


รูปที่ 4.41 สเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของ (ก) ไชติบ และผลิตภัณฑ์ไชที่แยกได้จากการดัดด้วย HTC ใน ปริมาณ (ข) 10 % โดยน้ำหนัก (ค) 20 % โดยน้ำหนัก (ง) 30 % โดยน้ำหนัก และ (จ) 40 % โดย น้ำหนักเทียบกับไชติบ ที่อุณหภูมิ $130\text{ }^\circ\text{C}$

รูปที่ 4.42 แสดงสเปกตรัมการดูดกลืนแสง UV ของไชติบและผลิตภัณฑ์ไชที่แยกได้จากตัว ดัดด้วย BCE ที่ปริมาณต่างๆ พบว่าไชติบแสดงค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ความยาวคลื่นเท่ากับ 266 nm ขณะที่ผลิตภัณฑ์ไชที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์ด้วยตัวดัดด้วย BCE แสดงการดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{max}) เท่ากับ 222 nm สังเกตได้ว่าค่า λ_{max} เลื่อนไปทางด้านขวา แสดงให้เห็นถึงผลิตภัณฑ์ไชมี องค์ประกอบแอมโรแมติกที่ลดลง จากตารางที่ 4.16 เมื่อเรียงลำดับค่าการดูดกลืนแสงของผลิตภัณฑ์ไช จากมากไปน้อย จะได้ว่า ไชติบ > 10 wt.% > 20 wt.% > 30 wt.% > 40 wt.% ซึ่งผลการทดลอง นี้ให้ผลที่สอดคล้องกับการกำจัดแอมโรแมติกที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ (ตารางที่ 4.18) เมื่อ

พิจารณารูปที่ 4.42 และตารางที่ 4.17 แสดงให้เห็นว่าผลิตภัณฑ์ไซที่ผ่านการดูดซับด้วย HTC ที่ปริมาณต่างๆ การใช้ปริมาณ HTC ที่เพิ่มขึ้น ส่งผลให้การดูดกลืนแสงของสารประกอบที่มีระบบคอนจูเกตที่มีอยู่ในผลิตภัณฑ์ไซลดลงได้อย่างชัดเจนเมื่อเทียบกับการใช้ BCE ในการดูดซับ โดยพบว่า เมื่อมีการใช้ปริมาณ HTC เพิ่มมากขึ้น เป็นที่น่าสนใจว่าการดูดซับโดยใช้ HTC ปริมาณ 40 %โดยน้ำหนัก ผลิตภัณฑ์ไซที่ได้มีสเปกตรัมการดูดกลืนในช่วงความยาวคลื่น 220-250 นาโนเมตรที่ลดลงอย่างเห็นได้ชัดเจน อาจเป็นไปได้ว่าการใช้ HTC ปริมาณ 40 %โดยน้ำหนัก สามารถกำจัดสารที่โครงสร้างประกอบด้วยแอมโรแมติกที่มี 2 และ 3 วงได้มาก ค่า λ_{\max} ของผลิตภัณฑ์ไซจึงน้อยลงอย่างชัดเจน มี λ_{\max} เท่ากับ 206 นาโนเมตร แสดงให้เห็นว่าในผลิตภัณฑ์ไซยังมีสารที่มีโครงสร้างประกอบด้วยแอมโรแมติกชนิด 1 วง เหลืออยู่

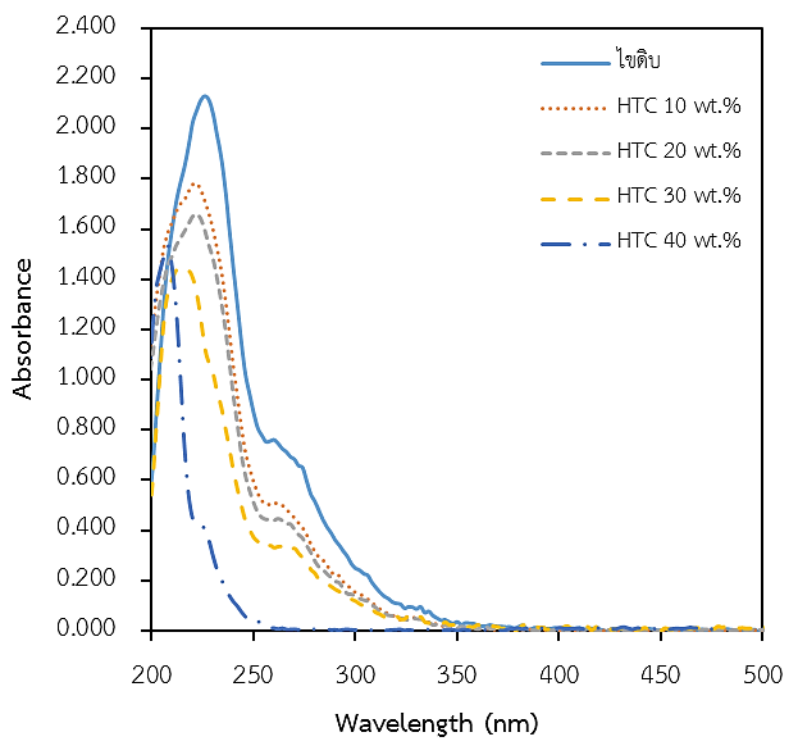
ตารางที่ 4.18 แสดงผลได้และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกจากไซดิบผ่านการดูดซับด้วย BCE และ HTC ที่ปริมาณต่างๆ พบว่าในการดูดซับเมื่อใช้ปริมาณของตัวดูดซับมากขึ้น ผลให้ของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ลดลง โดยเฉพาะการใช้ HTC เป็นตัวดูดซับ เมื่อเพิ่มปริมาณการดูดซับเท่ากับ 40 %โดยน้ำหนัก ผลให้ผลิตภัณฑ์ไซลดลงเหลือเพียง 25.2 %โดยน้ำหนัก อาจเป็นผลมาจากอนุภาคของ HTC มีขนาดเล็กมาก จึงทำให้กรองผลิตภัณฑ์ไซแยกออกมาได้ยาก นอกจากนี้สังเกตได้ว่าการแปรปริมาณของตัวดูดซับเพิ่มขึ้น พบว่าผลิตภัณฑ์ไซมีปริมาณไนโตรเจนและซัลเฟอร์ และแอมโรแมติกที่ลดลงอย่างเป็นแนวโน้ม ในขณะที่ผลของดีกรีความเป็นกึ่งจะมีค่าที่ใกล้เคียงกัน เมื่อเทียบดีกรีความเป็นกึ่งของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับและการตกผลึก พบว่าผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการตกผลึกยังคงมีดีกรีของความเป็นกึ่งที่น้อยกว่าการดูดซับ เนื่องจากการตกผลึกในตัวทำละลายโมเลกุลของไซจะเกิดการจัดเรียงตัวใหม่ ทำให้มีองค์ประกอบไซที่มีความเป็นไซตรงมากกว่า ดังนั้นเมื่อพิจารณาถึงองค์ประกอบโดยรวม การใช้ตัวดูดซับ BCE 40 %โดยน้ำหนักจึงมีความเหมาะสมที่สุดในการศึกษาปัจจัยต่อไปมากที่สุด เนื่องจากที่ภาวะนี้ให้ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซที่มากกว่าการใช้ HTC ที่ปริมาณเท่ากัน ในขณะที่ผลิตภัณฑ์ไซมีปริมาณสิ่งปนเปื้อนเหลืออยู่ใกล้เคียงกัน



รูปที่ 4.42 สเปกตรัม UV-VIS ของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย BCE ใน ปริมาณต่างๆ ที่อุณหภูมิ 130 °C

ตารางที่ 4.18 ความยาวคลื่นที่เกิดการดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{\max}) และค่าการดูดกลืนแสงของไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วยตัวดูดซับ BCE ที่ปริมาณต่างๆ

Sample	λ_{\max} (nm)	Absorbance
ไซดิบ	226	2.131
ผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้โดยใช้ BCE ปริมาณ		
10 wt.%	222	1.795
20 wt.%	222	1.700
30 wt.%	222	1.693
40 wt.%	222	1.480



รูปที่ 4.43 สเปกตรัม UV-VIS ของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย HTC ใน ปริมาณต่างๆ ที่อุณหภูมิ 130 °C

ตารางที่ 4.19 ความยาวคลื่นที่เกิดการดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{\max}) และค่าการดูดกลืนแสงของไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วยตัวดูดซับ HTC ที่ปริมาณต่างๆ

Sample	λ_{\max} (nm)	Absorbance
ไซดิบ	226	2.131
ผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้โดยใช้ HTC ปริมาณ		
10 wt.%	220	1.782
20 wt.%	220	1.660
30 wt.%	214	1.445
40 wt.%	206	1.534

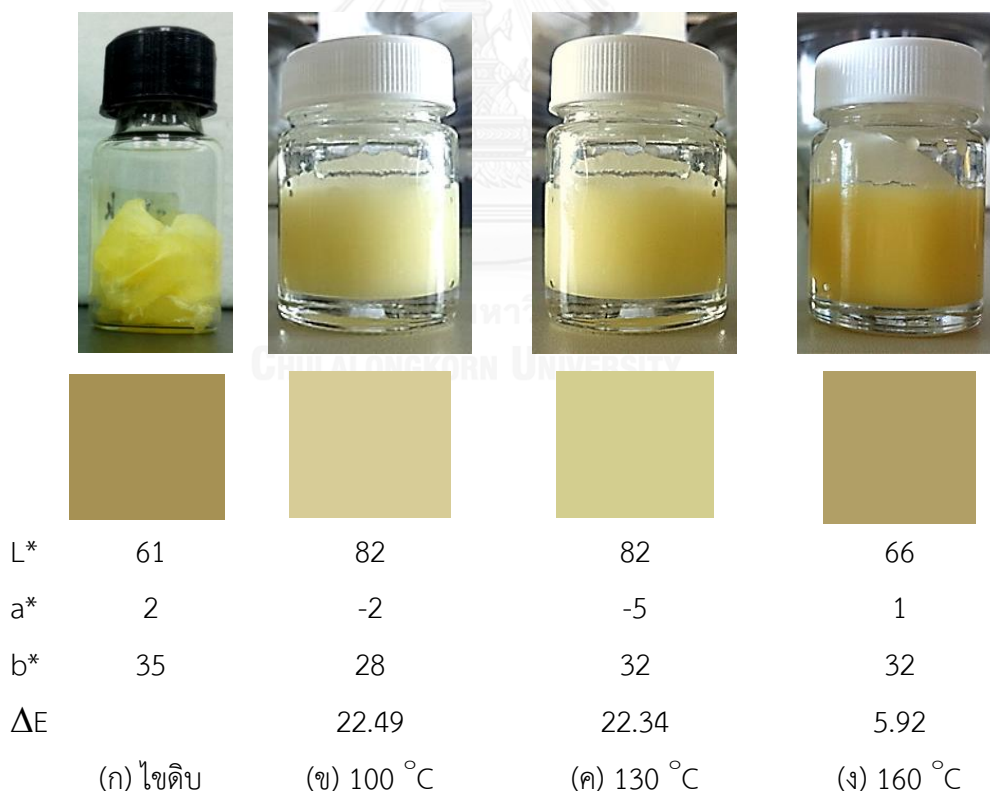
ตารางที่ 4.20 ผลได้และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ที่ได้แยกจากไฮดิบผ่านการดูดซับด้วย BCE และ HTC ที่ปริมาณต่างๆ

Characteristics	Slack wax grade 150 SW	Wax fractions isolated using different weight of adsorbents							
		BCE				HTC			
		10 wt.%	20 wt.%	30 wt.%	40 wt.%	10 wt.%	20 wt.%	30 wt.%	40 wt.%
Yield on crude, wt.%	100	60.9	51.6	46.4	43.9	57.9	40.2	30.6	25.2
Carbon content, wt.%	84.56	85.48	85.60	85.21	85.81	85.51	85.48	85.81	85.73
Hydrogen content, wt.%	14.79	13.95	13.93	13.58	13.89	13.87	13.94	13.83	13.93
Nitrogen content, wt.%	0.20	0.13	0.11	0.06	0.01	0.11	0.09	0.09	0.00
Sulfur content, wt.%	0.25	0.17	0.16	0.07	0.03	0.17	0.14	0.10	0.05
Degrees of branching (96CH ₃ content)	12.22	12.02	11.80	10.52	10.36	11.91	11.68	10.68	10.75
% Aromatics removal	-	54.55	59.09	58.62	68.18	54.54	59.62	63.64	70.01

ภาวะที่ใช้ อุณหภูมิ 130 °C

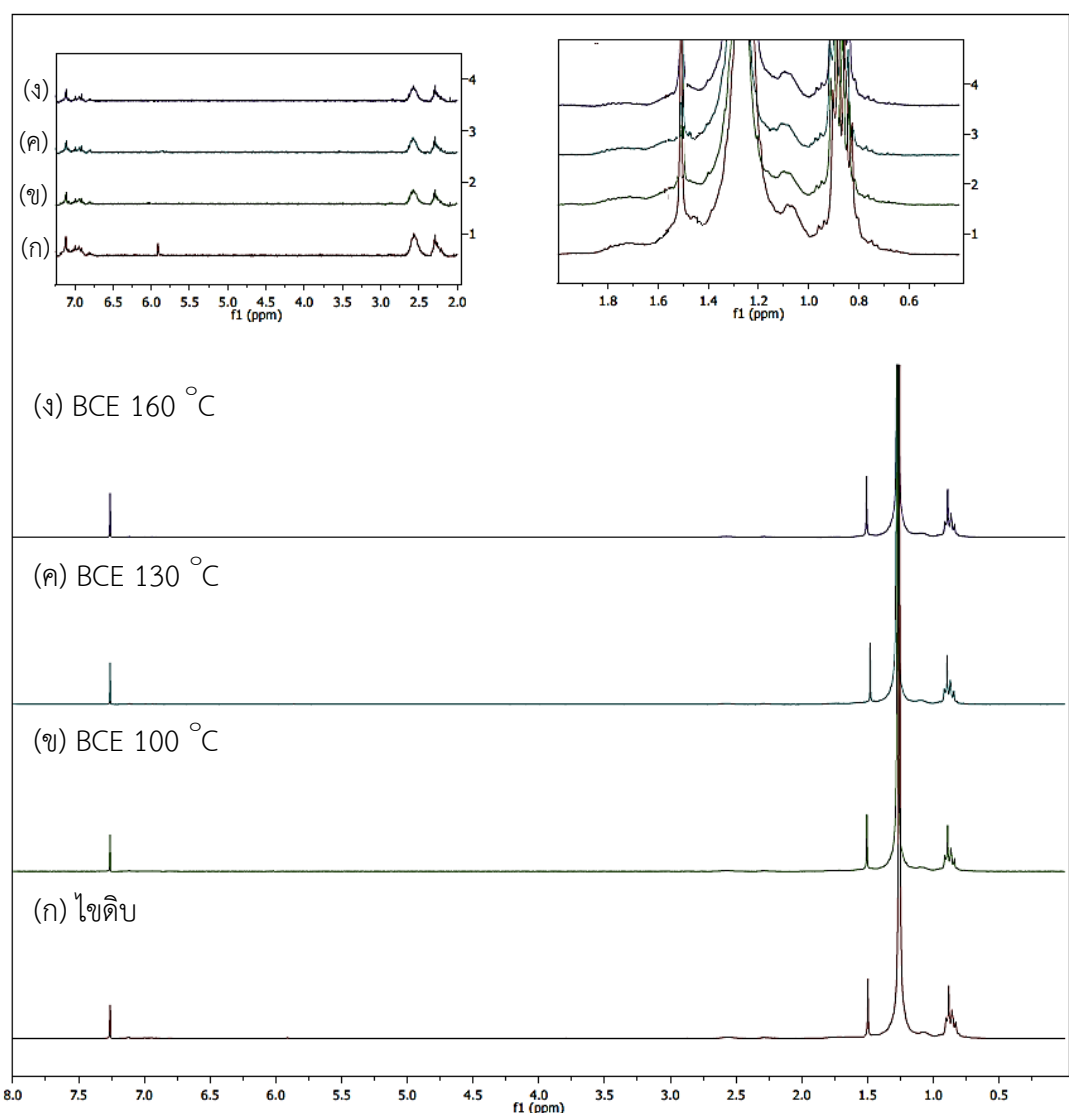
4.4.3 ผลของอุณหภูมิแบบแบดซ์

รูปที่ 4.44 แสดงภาพถ่ายและค่าสีของไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย BCE ปริมาณ 40 % โดยน้ำหนักเทียบกับไซดิบ ที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่าผลิตภัณฑ์ไซมีลักษณะของเนื้อไซที่คล้ายกับไซดิบเริ่มต้น แต่มีสีอ่อนกว่า จากการมองด้วยตาเปล่าพบว่าการใช้อุณหภูมิจากการดูดซับต่ำสุด ผลิตภัณฑ์ไซมีสีอ่อนที่สุด และกลับมีสีเข้มมากขึ้นเมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิของการดูดซับ เมื่อพิจารณาค่าสี พบว่า ในการดูดซับที่อุณหภูมิเท่ากับ 100 และ 130 °C ผลิตภัณฑ์ไซมีค่าความสว่าง (L^*) และค่า ΔE ที่ใกล้เคียงกัน แต่การใช้อุณหภูมิในการดูดซับที่ 100 °C ผลิตภัณฑ์ไซมีสีเหลืองที่น้อยกว่าการใช้อุณหภูมิในการดูดซับที่ 130 °C ในขณะที่การดูดซับที่อุณหภูมิ 160 °C พบว่าผลิตภัณฑ์ไซมีสีเหลืองที่เข้มขึ้น ค่าความสว่างลดลงอย่างชัดเจน และมีค่าสีที่แตกต่างจากไซดิบเล็กน้อย นั่นเป็นผลจากการใช้อุณหภูมิที่สูงเกินไป ส่งผลให้ประสิทธิภาพการดูดซับลดลง เกิดการออกซิเดชันของสารประกอบที่มีองค์ประกอบของพันธะคู่หรือแอโรแมติกไนไซ ทำให้สีของผลิตภัณฑ์ไซมีสีที่เข้มขึ้น ไม่เสถียร



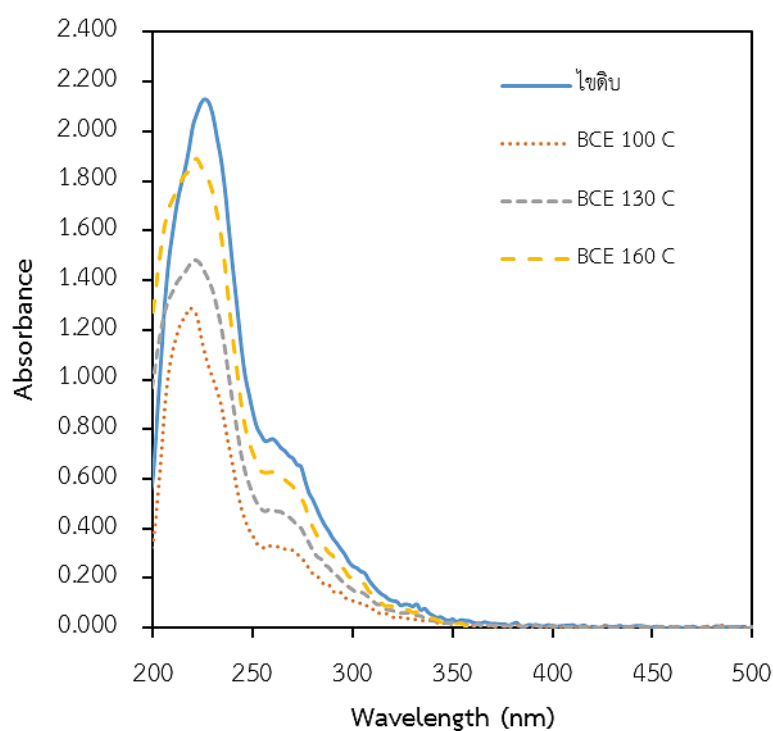
รูปที่ 4.44 ค่าสีของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย BCE ปริมาณ 40 % โดยน้ำหนักเทียบกับไซดิบ ที่อุณหภูมิ (ก) 100 °C (ข) 130 °C และ (ค) 160 °C

รูปที่ 4.45 แสดงสเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย BCE ปริมาณ 40 % โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิต่างๆ ให้เห็นว่าผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วยภาวะเหล่านี้ ไม่พบองค์ประกอบของแอลคีนเหลืออยู่ และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการดูดซับ พบว่าสเปกตรัมของผลิตภัณฑ์ไซที่ตำแหน่ง chemical shift เท่ากับ 6.81-7.25 ppm ซึ่งแสดงถึงองค์ประกอบแอรโม่ติกมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.45 สเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย BCE ปริมาณ 40 % โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ (ข) 100 °C (ค) 130 °C และ (ง) 160 °C

รูปที่ 4.46 แสดงสเปกตรัมการดูดกลืนแสง UV ของไซติบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย BCE ปริมาณ 40 % โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่าการดูดซับที่อุณหภูมิเท่ากับ 130 และ 160 °C การดูดกลืนที่เกิดจากสารประกอบแอมโรแมติกที่เป็นองค์ประกอบอยู่ในไซ แสดงการดูดกลืนแสงสูงสุด เท่ากับ 222 nm ขณะที่ลดอุณหภูมิในการดูดซับลงที่อุณหภูมิ 100 °C สเปกตรัมของผลิตภัณฑ์ไซแสดงการดูดกลืนแสงสูงสุดจะเลื่อนไปทางด้านซ้าย พร้อมทั้งให้ค่าการดูดกลืนแสงที่ลดลง แสดงถึงผลิตภัณฑ์ไซมีองค์ประกอบแอมโรแมติกหรือพันธะไพที่ลดลง ดังนั้นอาจกล่าวได้ว่าการใช้อุณหภูมิในการดูดซับที่สูงขึ้น ทำให้ประสิทธิภาพในการดูดซับแอมโรแมติกออกจากตัวดูดซับลดลง ส่งผลให้ค่าการดูดกลืนแสงมีค่าเพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.46 สเปกตรัม UV-VIS ของ (ก) ไซติบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย BCE ปริมาณ 40 % โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ (ข) 100 °C (ค) 130 °C และ (ง) 160 °C

ตารางที่ 4.19 ความยาวคลื่นที่เกิดการดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{\max}) และค่าการดูดกลืนแสงของไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับด้วย BCE ปริมาณ 40 % โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิต่างๆ

Sample	λ_{\max} (nm)	Absorbance
ไซดิบ	226	2.131
ผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ด้วย BCE ที่อุณหภูมิ		
100 °C	218	1.287
130 °C	222	1.480
160 °C	222	1.889

จากตารางที่ 4.20 พบว่า การเพิ่มอุณหภูมิของการดูดซับ ผลิตภัณฑ์ไซมีผลได้เพิ่มขึ้น พร้อมทั้งมีปริมาณไนโตรเจนและซัลเฟอร์เพิ่มขึ้น กล่าวได้ว่าการเพิ่มอุณหภูมิส่งผลให้ BCE มีประสิทธิภาพในการดูดซับลดลง ทั้งนี้เกิดจากการดูดซับบนพื้นผิว BCE เป็นการดูดซับด้วยแรงอย่างอ่อนๆ เช่น แสงวามเดออร์วาลส์ หรือพันธะไฮโดรเจน ส่งผลให้เกิดการคายของตัวถูกดูดซับได้ง่าย เป็นที่น่าสนใจว่าการดูดซับที่อุณหภูมิ 100 °C ผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ไม่พบปริมาณไนโตรเจนและซัลเฟอร์ พร้อมทั้งมีปริมาณของคาร์บอนที่เพิ่มขึ้น และมีดีกรีความเป็นกึ่งเท่ากับ 10.44% และเมื่อพิจารณาถึงการกำจัดแอรโม่ติกในผลิตภัณฑ์ไซ พบว่า การดูดซับโดยใช้อุณหภูมิที่ต่ำลง ทำให้สามารถกำจัดแอรโม่ติกออกไปได้มากขึ้น ซึ่งให้ผลการทดลองที่สอดคล้องกับการลดลงขององค์ประกอบแอรโม่ติกที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ (รูปที่ 4.45) การแยกไซให้บริสุทธิ์ด้วยการดูดซับ พบว่าผลิตภัณฑ์ไซมีลักษณะเนื้อไขนึ่มและยังคงมีองค์ประกอบของพาราฟินเช่นเดียวกับไซดิบ ไม่สามารถคัดแยกองค์ประกอบพาราฟินได้ แต่การดูดซับจะกำจัดสารประกอบไนโตรเจน ซัลเฟอร์ และแอรโม่ติกออกได้

ตารางที่ 4.20 ผลได้และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ไขที่แยกจากไขดิบผ่านการดูดซับด้วย BCE ปริมาณ 40 %โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิต่างๆ

Characteristics	Slack wax grade 150 SW	Wax fractions isolated using different temperature		
		100 °C	130 °C	160 °C
Yield on crude, wt. %	100	41.0	43.9	45.3
Carbon content, wt. %	84.56	85.88	85.81	85.78
Hydrogen content, wt. %	14.79	14.05	13.89	14.10
Nitrogen content, wt. %	0.20	0.00	0.01	0.06
Sulfur content, wt. %	0.25	0.00	0.03	0.00
Degrees of branching (%CH ₃ content)	12.22	10.44	10.36	10.31
% Aromatics removal	-	78.89	68.18	42.42

ภาวะที่ใช้: ปริมาณตัวดูดซับ BCE 40 %โดยน้ำหนักเทียบกับไขดิบ

4.5 ผลของการทำไซดิบให้บริสุทธิ์ด้วยเทคนิคดูดซับในระบบคอลัมน์

การดูดซับแบบคอลัมน์ สามารถแยกผลิตภัณฑ์ไซออกจากตัวดูดซับได้อย่างสมบูรณ์ ซึ่งเป็นการปรับปรุงผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซให้เพิ่มขึ้น ตัวดูดซับ BCE ที่นำมาใช้มีลักษณะเป็นแบบเกล็ดโดยผ่านการขึ้นรูป เพื่อลดความดันตกในระบบคอลัมน์ขณะทำการดูดซับ โดยเลือกใช้ภาวะที่มีความเหมาะสมที่สุดจากการศึกษาการดูดซับแบบแบตช์ คือ ใช้ปริมาณตัวดูดซับ BCE 40 % โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 100 °C การทดลองด้วยระบบนี้เป็นการทำซ้ำ 2 ครั้ง เพื่อดูความเที่ยงตรงของผลิตภัณฑ์ไซที่ผ่านการดูดซับ จากการทดลองพบว่าผลิตภัณฑ์ไซเริ่มออกจากคอลัมน์นาที่ที่ 15 และใช้เวลาในการแยกไซทั้งหมดเป็นเวลา 60 นาที ผลิตภัณฑ์ไซที่ได้มีเนื้อไขนึ่ง และเหนียวคล้ายไซดิบเริ่มต้น จากรูปที่ 4.47 เห็นได้ว่าผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ทั้งสองครั้งมีสีที่ใกล้เคียงกัน เมื่อพิจารณาค่าสีที่วัดได้ พบว่าค่า b^* มีความเป็นสีเหลืองที่เท่ากัน ส่วนค่า L^* a^* และ ΔE มีค่าต่างกันเพียงเล็กน้อยเท่านั้น ทั้งนี้เป็นผลจากผลิตภัณฑ์ไซทั้งสองเหลือปริมาณไนโตรเจน ซัลเฟอร์ และแอมโรแมติกใกล้เคียงกัน ดังแสดงในตารางที่ 4.21 นอกจากนี้ยังพบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการดูดซับแบบคอลัมน์ให้ค่าสีที่ใกล้เคียงกับผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการดูดซับแบบแบตช์มาก (รูปที่ 4.44ก)



L^*	61	82	81
a^*	2	-1	-2
b^*	35	25	25
ΔE		23.45	22.72

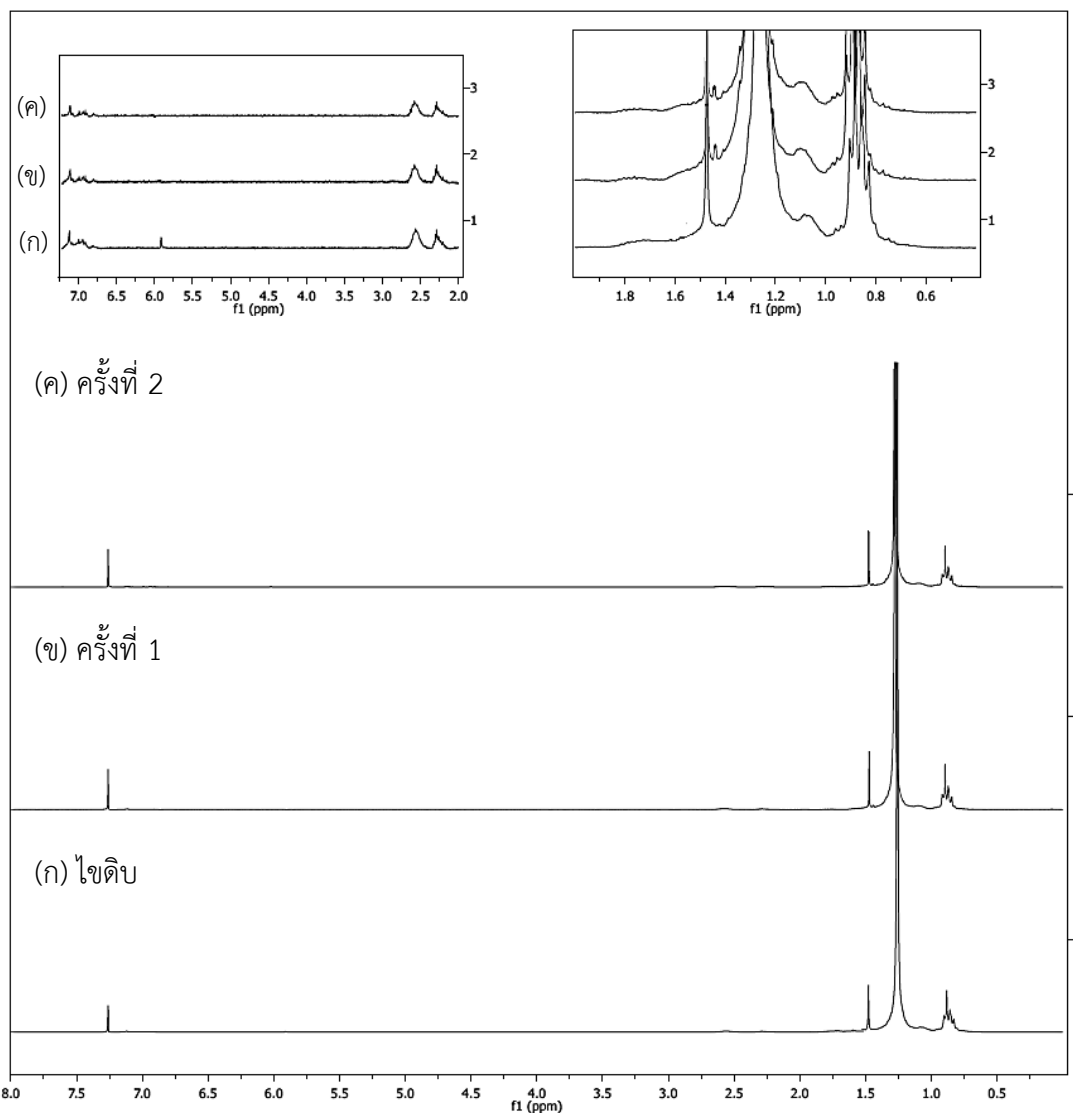
(ก) ไซดิบ

(ข) ครั้งที่ 1

(ค) ครั้งที่ 2

รูปที่ 4.47 ค่าสี (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับแบบคอลัมน์ด้วย BCE ปริมาณ 40 % โดยน้ำหนักเทียบกับไซดิบ ที่อุณหภูมิ 100 °C (ข) ครั้งที่ 1 และ (ค) ครั้งที่ 2

รูปที่ 4.48 แสดงสเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของไซดิบและผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับแบบคอลัมน์ด้วย BCE ปริมาณ 40 % โดยน้ำหนักเทียบกับไซดิบ ที่อุณหภูมิ $100\text{ }^\circ\text{C}$ พบว่าผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้ ไม่พบองค์ประกอบของแอลคีนอยู่เช่นเดียวกับการดูดซับแบบแบตช์ที่ภาวะเดียวกัน (รูปที่ 4.45) และพบองค์ประกอบของแอมโรแมติกและเบนซิลิกที่ลดลงเมื่อเทียบกับไซดิบเริ่มต้น



รูปที่ 4.48 สเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของ (ก) ไซดิบ และผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับแบบคอลัมน์ด้วย BCE ปริมาณ 40 % โดยน้ำหนักเทียบกับไซดิบ ที่อุณหภูมิ $100\text{ }^\circ\text{C}$ (ข) ครั้งที่ 1 และ (ค) ครั้งที่ 2

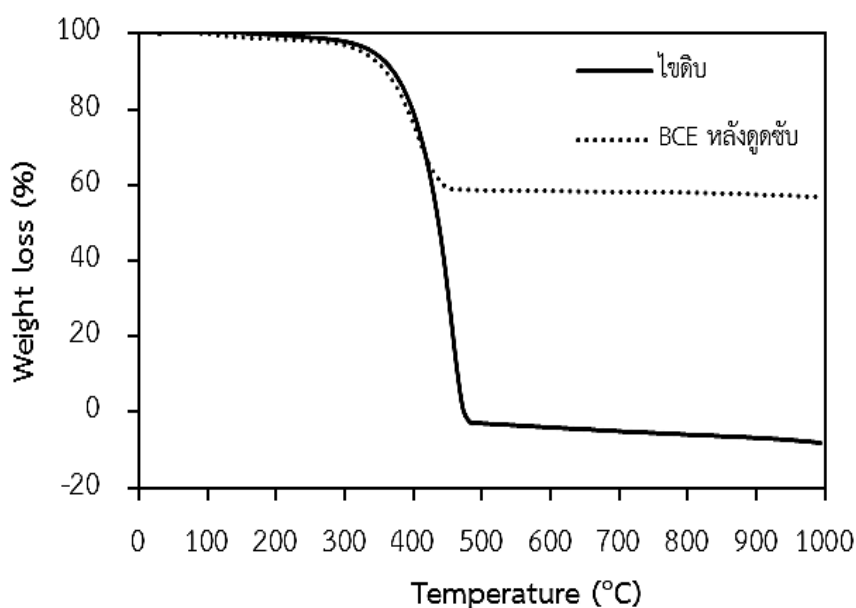
ตารางที่ 4.21 แสดงผลได้และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้จากการดูดซับแบบคอลัมน์ด้วยตัวดูดซับ BCE ปริมาณ 40 % โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 100 °C พบว่าในการดูดซับครั้งที่ 1 ให้ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซท์เท่ากับ 63.4% เป็นที่น่าสนใจว่าผลิตภัณฑ์ไซท์ไม่พบปริมาณของไนโตรเจนและซัลเฟอร์ นอกจากนี้สามารถกำจัดสารประกอบแอมโรแมติกได้มากถึง 75.76% และมีดีกรีความเป็นกิ่งที่ลดลง ขณะที่การดูดซับในครั้งที่ 2 ให้ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซท์เท่ากับ 65.0% ผลิตภัณฑ์ไซท์ไม่พบปริมาณของซัลเฟอร์ และมีปริมาณไนโตรเจนที่เหลืออยู่ปริมาณเล็กน้อย มีดีกรีความเป็นกิ่งเท่ากับ 10.36% แต่มีสารประกอบแอมโรแมติกที่เหลืออยู่ในผลิตภัณฑ์ไซท์มากกว่าการดูดซับครั้งที่ 1 อาจกล่าวได้ว่าการดูดซับครั้งที่ 1 และ 2 สมบัติของผลิตภัณฑ์ไซท์ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

ตารางที่ 4.21 ผลได้และสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้จากการดูดซับแบบคอลัมน์ด้วยตัวดูดซับ BCE ปริมาณ 40 % โดยน้ำหนักเทียบกับไซท์ดิบ ที่อุณหภูมิ 100 °C

Characteristics	Slack wax grade	Wax fractions isolated	
	150 SW	No.1	No. 2
Yield on crude, wt.%	100	63.4	65.0
Carbon content, wt.%	84.56	85.88	85.82
Hydrogen content, wt.%	14.79	14.09	14.05
Nitrogen content, wt.%	0.20	0.00	0.03
Sulfur content, wt.%	0.25	0.00	0.00
Degrees of branching (%CH ₃ content)	12.22	10.44	10.36
% Aromatics removal	-	75.76	72.73

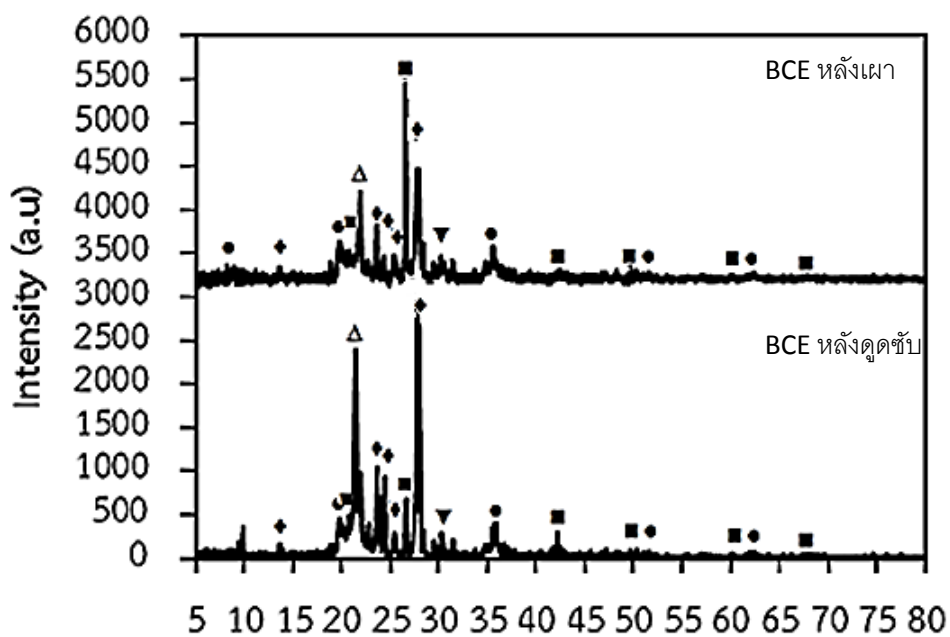
4.6 การศึกษาลักษณะของตัวดูดซับหลังการใช้งาน

รูปที่ 4.49 แสดงการสลายตัวทางความร้อนของไซดิบ พบว่า เกิดการสลายตัวในช่วงอุณหภูมิ 240-480 °C ขณะที่การสลายตัวทางความร้อนของตัวดูดซับ BCE ที่ผ่านการดูดซับ พบว่ามีการสูญเสียน้ำหนักในช่วงอุณหภูมิ 220-460 °C เป็นการสลายตัวของไซที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของ BCE น้ำหนักของไซที่สูญเสียในช่วงนี้ประมาณ 42% ดังนั้นน้ำหนักของไซที่ถูกดูดซับมีผลที่สอดคล้องกับผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากการดูดซับ



รูปที่ 4.49 รูปแบบการสลายตัวทางความร้อนของ (ก) ไซดิบ และ (ข) BCE หลังผ่านการดูดซับ

จากรูปที่ 4.50 แสดงรูปแบบ XRD ของตัวดูดซับ BCE ที่ผ่านการใช้งานดูดซับ ไม่พบพีคที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 6° ซึ่งแสดงถึงความเป็นชั้นของตัวดูดซับ BCE นั้นแสดงให้เห็นว่าโมเลกุลหรือองค์ประกอบของตัวถูกดูดซับไม่สามารถเข้าไปยึดเกาะในระหว่างชั้น (interlayer) ของ BCE ได้ และเมื่อนำตัวดูดซับที่ใช้แล้วไปเผาที่อุณหภูมิ 600 °C เพื่อดูการเปลี่ยนแปลงขององค์ประกอบของตัวดูดซับ พบว่า ตัวดูดซับ BCE มีรูปแบบ XRD ที่คล้ายกับตัวดูดซับก่อนนำไปใช้งาน (รูปที่ 4.28)



รูปที่ 4.50 รูปแบบ XRD ของ BCE หลังผ่านการดูดซับและหลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 600 °C (สัญลักษณ์ ● = montmorillonite; Δ = cristobalite; ◆ = feldspar; ■ = quartz; ▼ = calcite)

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

ในการศึกษานี้เป็นการหาภาวะที่เหมาะสมในการแยกไซให้มีความบริสุทธิ์มากขึ้น โดยใช้เทคนิคการตกผลึกและการดูดซับ เพื่อปรับปรุงคุณภาพของไซดิบสำหรับนำไปใช้ประโยชน์ด้านต่างๆ จากการศึกษาปัจจัยและตัวแปรต่างๆ ที่ส่งผลกระทบต่อประสิทธิภาพของการแยกไซ

- เทคนิคการตกผลึกสามารถแยกผลิตภัณฑ์ไซจากไซดิบได้ดีกว่าเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลาย เนื่องจากสามารถแยกน้ำมัน สารประกอบไนโตรเจน ซัลเฟอร์และแอมโมเนียออกจากไซดิบได้ดีกว่า พบว่าการใช้ MEK และ BTA เป็นตัวทำละลายในเทคนิคการตกผลึก ทำให้สามารถแยกไซให้บริสุทธิ์ได้ดีมากขึ้น เนื่องจากการใช้ MEK เป็นตัวทำละลายสามารถแยกน้ำมันออกจากไซดิบได้และให้ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซที่สูง ในขณะที่การใช้ BTA เป็นตัวทำละลาย ทำให้ผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้จากไซดิบมีสีที่อ่อนลงมากเมื่อเทียบกับสีของไซดิบ
- การใช้ตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักต่างๆผ่านการตกผลึกเป็นการปรับปรุงประสิทธิภาพของตัวทำละลายให้ดีขึ้นและเป็นการลดขั้นตอนในการทำไซดิบให้บริสุทธิ์ เป็นที่น่าสนใจว่า การตกผลึกไซโดยใช้ตัวทำละลายผสมของ MEK:BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักเท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเท่ากับ 6:1 เป็นภาวะที่มีความเหมาะสมที่สุด สามารถแยกผลิตภัณฑ์ไซได้เป็นไซลิก จุลภาค และสีอ่อนมาก (L1.5) พบปริมาณไนโตรเจนและซัลเฟอร์เพียง 111 ppmw และ 0.102% สารประกอบแอมโมเนียถูกกำจัดออกไปได้ 87.88% ส่งผลให้ค่าสีและค่าดัชนีหักเหแสงมีค่าลดลงอย่างชัดเจน นอกจากนี้ผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้พบดิกิริความเป็นกึ่งเพียง 9.63% และมีดิกิริความเป็นผลึกมากถึง 61.13% ซึ่งมีผลที่สอดคล้องกับการวิเคราะห์องค์ประกอบไฮโดรคาร์บอนด้วยเทคนิค GC พบว่าผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้มีปริมาณนอร์มอลพาราฟินเท่ากับ 74.26% และมีปริมาณของไอโซพาราฟินและไซโคลพาราฟินเพียง 25.74% กล่าวได้ว่าเมื่อมีสัดส่วนของนอร์มอลพาราฟินที่มากขึ้น ส่งผลให้ผลิตภัณฑ์ไซมีความเป็นผลึกที่มากขึ้น ผลึกจัดเรียงตัวกันแน่น ทำให้ผลึกมีขนาดเล็กลง
- การดูดซับโดยใช้ตัวดูดซับชนิดต่างๆ พบว่าการใช้ BCE และ HTC เป็นตัวดูดซับที่ดีที่สุด ผลิตภัณฑ์ที่แยกได้มีปริมาณไนโตรเจน ซัลเฟอร์ และสารประกอบแอมโมเนียที่ใกล้เคียงกัน นอกจากนี้ผลิตภัณฑ์ไซยังมีสีที่อ่อนลงอย่างมาก ทั้งนี้อาจเป็นผลเนื่องจากการมีหมู่ฟังก์ชัน -OH และมีพื้นที่ผิวจำเพาะมากสำหรับตัวดูดซับ BCE ทำให้สารประกอบที่มีขั้วต่างๆสามารถยึดติดกับ BCE ได้ด้วยแรงอ่อนๆ หรืออาจเกิดพันธะไฮโดรเจน กรณีของ HTC เป็นตัวดูดซับ

ที่มีพื้นผิวจำเพาะมากและพื้นผิวแสดงความเป็นลบของแมกนีเซียมออกไซด์ อาจจะสามารถดูดซับกับสารประกอบที่มีความเป็นบวกได้

- การใช้ตัวดูดซับ BCE ปริมาณ 40 %โดยน้ำหนัก ทำการดูดซับแบบแบตช์ที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าเป็นภาวะที่มีความเหมาะสมที่สุดในการทำไ้ให้บริสุทธิ์ด้วยการดูดซับ ผลิตภัณฑ์ที่มีสีอ่อนที่สุด ไม่พบปริมาณไนโตรเจนและซัลเฟอร์เหลืออยู่ และมีปริมาณแอโรแมติกเพียงเล็กน้อย เป็นผลเนื่องจาก BCE มีหมู่ฟังก์ชัน -OH และมีพื้นที่ผิวจำเพาะมาก ส่งผลให้สารประกอบที่มีขั้วต่างๆสามารถยึดติดกับพื้นผิว BCE ได้ด้วยการเกิดพันธะไฮโดรเจน แรงยึดเหนี่ยวแบบอ่อน ขณะที่แอโรแมติกจะถูกยึดติดกับแอโรแมติกที่มีเฮเทอโรอะตอมด้วยอันตรกิริยาไพ-ไพ สแตกกิง
- การดูดซับแบบแบตช์และการดูดซับแบบคอลัมน์ให้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์ที่ใกล้เคียงกันอย่างมีนัยสำคัญ
- การใช้เทคนิคการตกผลึก จะทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์ที่ค่อนข้างสูง ขณะที่ผลิตภัณฑ์ที่แยกได้จากการดูดซับจะมีลักษณะเนื้อไขที่นุ่มคล้ายไข่ดิบเริ่มต้น เนื่องจากการตกผลึกสามารถกำจัดน้ำมันออกจากผลิตภัณฑ์ไขได้มาก
- ผลิตภัณฑ์ไขที่แยกได้จากการตกผลึก จะมีโครงสร้างของพาราฟินที่เปลี่ยนแปลงไป เนื่องจากการตกผลึกก่อให้เกิดการจัดเรียงตัวใหม่ของโมเลกุลไข พร้อมทั้งสามารถกำจัดสารประกอบที่มีขั้วต่างๆได้ ขณะที่ผลิตภัณฑ์ไขที่แยกได้จากการดูดซับยังคงมีโครงสร้างของพาราฟินที่เหมือนไขดิบ แต่จะมีเพียงแค่ปริมาณไนโตรเจน ซัลเฟอร์และแอโรแมติกเท่านั้นที่ลดลง

ข้อเสนอแนะ

- ศึกษาการทำไขดิบให้บริสุทธิ์ด้วยเทคนิคการดูดซับแบบคอลัมน์ในปัจจัยต่างๆ เช่น ผลของปริมาณตัวดูดซับ อุณหภูมิ ความยาวของคอลัมน์ เป็นต้น
- ศึกษาไอโซเทิร์มและจลนศาสตร์การดูดซับ (adsorption isotherm and kinetics)
- ศึกษาการนำตัวดูดซับกลับมาใช้ซ้ำ

รายการอ้างอิง

1. Williams, D.F., *Chemistry & Manufacture of Cosmetics*. 2 ed. Vol. 3.
2. Speight, J.G., *The Refinery of the Future*. Deasphalting and Dewaxing Processes. 2010: Elsevier Inc.
3. Lynch, T.R., *Process Chemistry of Lubricant Based Stocks*. 2008, U.S.A.: CRC Press.
4. ปราโมชย์ ไชยเวช และ นุรักษ์ กฤษตานุรักษ์, *Petroleum Technology*. Millenium ed. 2543: สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
5. Bai, Y. and Q. Bai, *Subsea Engineering Handbook*. Wax and Asphaltenes. 2010: Elsevier Inc.
6. Edwards, Y. and P. Redelius, *Rheological effects of waxes in bitumen*. Energy Fuels, 2003. **17**(3): p. 511–520.
7. Mohamed, N.H., *Competitive study on separation and characterization of microcrystalline waxes using two deoiling techniques*. Fuel Processing Technology, 2012. **96**: p. 116–122.
8. Zaky, M.T. and N.H. Mohamed, *Comparative study on separation and characterization of high melting point macro- and micro-crystalline waxes*. Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers, 2010. **41**: p. 360–366.
9. Totten, G.E., *Fuels and Lubricants Handbook: Technology Properties Performance and Testing*. Petroleum Waxes, ed. G.A. Mansoori, H.L. Barnes, and G.M. Webster. U.S.A.: ASTM International.
10. Hobson, G.D., *Modern Petroleum Technology*. 5 ed. 1984, New York: John Willery.
11. *Solutions*. Available from: http://hrsbstaff.ednet.ns.ca/benoitn/chem12/solutions/notes/notes_solutions.htm.
12. Clark, A., *The Theory of Adsorption and Catalysis*. 1970, New York: Academic Press.
13. Walter, J. and J.R. Weber, *Adsoption processes*. The University of Michigan: U.S.A. p. 375-392.

14. Seiichi, K., T. Ishikawa, and I. Abe, *Science of Adsorption*. 2003, Maruzen Publishers Inc. p. 28-30.
15. Kumar, V. *Adsorption Equilibria and Regeneration*. 2012; Available from: <http://www.slideshare.net/VivekKumar36/adsorption-regenerationvivek-kumarneeri>.
16. นพิตา หิณชีระนนันท์ และ ชวลิต งามจรัสศรีวิชัย, *Catalyst Technology*. 1 ed. 2556, กรุงเทพฯ: โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
17. Rouquerol, F., J. Rouquerol, and K. Sing, *Adsorption by Powder & Porous Solid*. 1999, Academic Press: London.
18. Mons, S. *Surface structure of silica gel*. 2007; Available from: http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Schematic_silica_gel_surface.png.
19. Karapinar, N. and R. Donat, *Adsorption behaviour of Cu²⁺ and Cd²⁺ onto natural bentonite*. *Desalination* 2009. **249**: p. 123–129.
20. Trauger, R.J. *The structure properties and analysis of bentonite in geosynthetic clay liners*. in *The 8th GRI Conference*. 1994. Philadelphia.
21. Barrios, M.S. and L.V.F. Gonzhlez, *Acid activation of a palygorskite with HCl: Development of physico-chemical, textural and surface properties*. *Applied Clay Science*, 1995. **10**: p. 247-258.
22. Christidis, G.E., P.W. Scott, and A.C. Dunham, *Acid activation and bleaching capacity of bentonites from the islands of Milos and Chios Aegean Greece*. *Applied Clay Science*, 1997. **12**: p. 329-347.
23. Novakovic, T. and L. Rozic, *Synthesis and characterization of acid-activated Serbian smectite clays obtained by statistically designed experiments*. *Chemical Engineering Journal*, 2008. **137**: p. 436–442.
24. Li, F. and X. Duan, *Applications of layered double hydroxide, in layered double hydroxides*. Springer, 2006: p. 193-223.
25. Prescott, H., *Application of calcined Mg–Al hydrotalcites for Michael additions: an investigation of catalytic activity and acid–base properties*. *Journal of Catalysis*, 2005. **234**(1): p. 119-130.

26. Roelofs, J.C., et al., *The thermal decomposition of Mg–Al hydrotalcites: effects of interlayer anions and characteristics of the final structure*. Chemistry-A European Journal, 2002. **8**(24): p. 5571-5579.
27. Mohamed, N.H. and M.T. Zaky, *Separation of microcrystalline waxes from local crude petrolatums using solvent–antisolvent mixtures*. Petroleum Science and Technology, 2004. **22**: p. 1553–1569.
28. Mohamed, N.H., et al., *Separation of paraffin wax using solvent fractionation*. Petroleum Science and Technology, 2008. **26**: p. 562–574.
29. Zaky, M.T., N.H. Mohamed, and A.S. Farag, *Separation of different paraffin wax grades using two comparative deoiling techniques*. Fuel Processing Technology, 2007. **88**: p. 913–920.
30. Saber, O., N. Hefny, and A.A.A. Jaafari, *Improvement of physical characteristic of petroleum waxes by using nano-structured materials*. Fuel Processing Technology, 2011. **92**: p. 946-951.
31. Agrawal, K.M. and G.C. Joshi, *Microcrystalline Waxes. 1. Investigations on the structure of waxes by proton nuclear magnetic resonance spectroscopy*. Journal of Chemical Technology Biotechnology, 198. **31**: p. 93-696.
32. Borthakur, A. and M.K. Sarmah, *High molecular weight waxes from short path distillates of vacuum residue*. Fuel Processing Technology, 2011. **92**: p. 2360–2365.
33. Suna, Z. and Y. Zhang, *Preparation and thermal energy storage properties of paraffin/calcined diatomite composites as form-stable phase change materials*. Thermochimica Acta, 2013. **558**: p. 16-21.
34. Yoon, S. and S.D. Bhatt, *Separation and characterization of bitumen from Athabasca oil sand*. The Korean Journal of Chemical Engineering, 2009. **26**(1): p. 64-71.
35. Lu, X. and P. Redelius, *Compositional and structural characterization of waxes isolated from bitumens*. Energy and Fuels, 2006. **20**: p. 653-660.

36. Park, B.G. and C.S. Ha, *The properties of oil-wax gels with changing lattice structure of wax crystal*. *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, 2012. **569**: p. 143-150.
37. Meor, Y.M.S. and M. Masliana, *Synthesis of alumina using the solvothermal method*. *The Malaysian Journal of Analytical Sciences*, 2007. **11**(1): p. 262-268.
38. Tettenhorst, R. and D.A. Hofmann, *Crystal chemistry of boehmite*. *Clays and Clay Minerals*, 1980. **28**(5): p. 373-380.
39. Li, J., C. Wang, and Z. Yang, *Decolorization of biopetroleum and analysis of colored components*. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 2008. **47**(14): p. 4924-4928.
40. Xie, W., H. Peng, and L. Chen, *Calcined Mg-Al hydrotalcites as solid base catalysts for methanolysis of soybean oil*. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 2006. **246**(2): p. 24-32.
41. Wang, Q., et al., *Morphology and composition controllable synthesis of Mg-Al-CO₃ hydrotalcites by tuning the synthesis pH and the CO₂ capture capacity*. *Applied Clay Science*, 2012. **55**: p. 18-26.




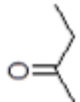
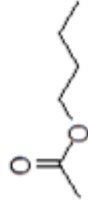
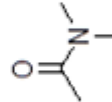
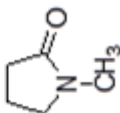
ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ภาคผนวก ก

สมบัติของตัวทำละลายที่ใช้ในการตกผลึกและการสกัด

ตารางที่ ก สมบัติทางกายภาพของตัวทำละลายชนิดต่างๆ

Solvent	Heptane	MEK	BTA	DMA	NMP
Molecular formula					
Molar mass (g/mol)	100.20	72.11	116.16	87.12	99.13
Density (g/cm ³)	0.6795	0.805	0.88	0.943	1.033
Boiling point (°C)	98	79.64	127	165	202
Polarity index	0.1	4.7	3.9	6.5	6.7

ภาคผนวก ข

การดูดซับแบบคอลัมน์

การเตรียมสารละลายกรดแอซิติค ความเข้มข้น 2 โมลาร์ ปริมาตร 25 มิลลิลิตร สำหรับใช้ในการ
ขั้นรูปตัวดูดซับ BCE

ข้อมูลที่ระบุบนขวดสารเคมี กำหนด

มวลโมเลกุล CH_3COOH 60.05 กรัม/โมล

ความหนาแน่น 1.049 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร

%โดยน้ำหนัก 99.8%

$$\text{จาก } \rho = \frac{m}{V}$$

เมื่อ ρ คือ ความหนาแน่นของสาร (หน่วย กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)

m คือ น้ำหนักของสาร (หน่วย กรัม)

V คือ ปริมาตรของสาร (หน่วย ลูกบาศก์เซนติเมตร)

ดังนั้น สารละลาย 100 กรัม จะมีปริมาตร $\frac{100}{1.049} = 95.33$ ลูกบาศก์เซนติเมตร

$$\text{จาก } \text{mol} = \frac{g}{MW.}$$

%โดยน้ำหนักของกรดเท่ากับ 99.8% แสดงว่า สารละลาย 100 กรัม มี CH_3COOH 99.8 กรัม

หาจำนวนโมล $\text{CH}_3\text{COOH} = \frac{99.8}{60.05} = 1.66$ โมล

ดังนั้น ในสารละลาย 1,000 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะมี $\text{CH}_3\text{COOH} = \frac{1.66 \times 1000}{95.33} = 17.4$ โมล

ความเข้มข้นของสารละลาย CH_3COOH เท่ากับ 17.4 โมลาร์

การเตรียมสารละลาย CH_3COOH เข้มข้น 2 โมลาร์ ปริมาตร 25 มิลลิลิตร

$$\text{จาก } C_1V_1 = C_2V_2$$

เมื่อ C_1 คือ ความเข้มข้นของ CH_3COOH เริ่มต้น

V_1 คือ ปริมาตรของ CH_3COOH เริ่มต้น

C_2 คือ ความเข้มข้นของ CH_3COOH ที่เจือจางได้

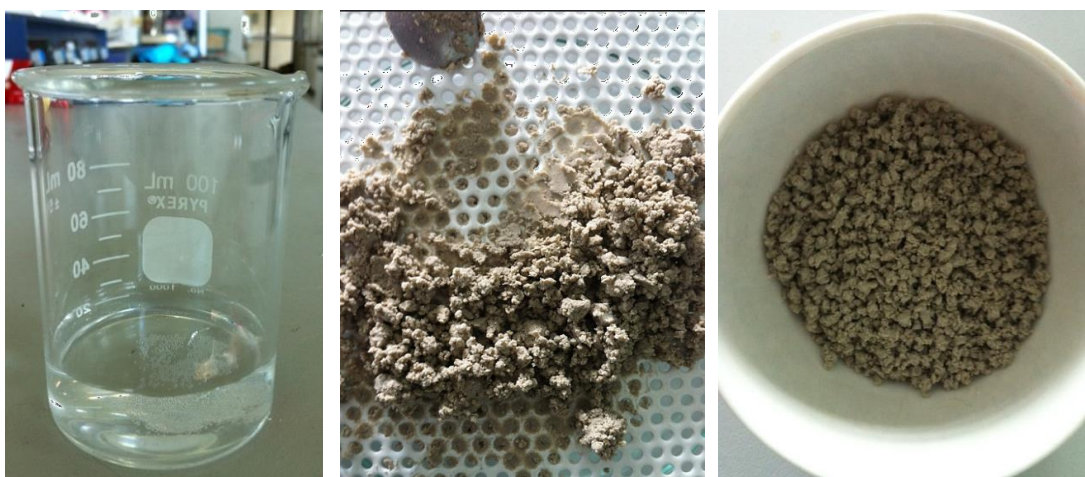
V_2 คือ ปริมาตรของ CH_3COOH ที่เจือจางได้

$$\text{ดังนั้น } 17.4 \times V_1 = 2.0 \times 25$$

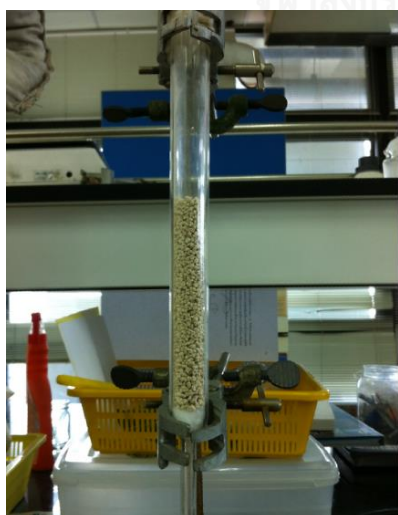
$$V_1 = 2.87 \text{ มิลลิลิตร}$$

เพราะฉะนั้นการเตรียมสารละลาย CH_3COOH เข้มข้น 2 โมลาร์ ปริมาตร 25 มิลลิลิตร

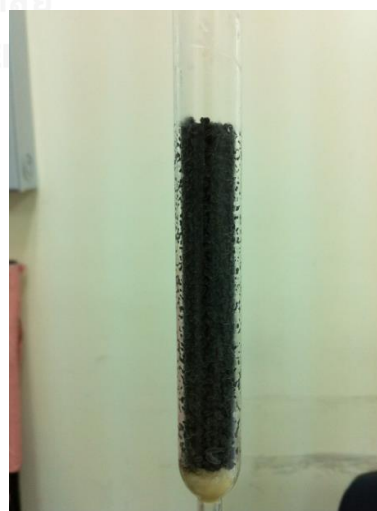
ทำได้โดยใช้ CH_3COOH ปริมาตร 2.87 มิลลิลิตร และเติมน้ำลงในขวดปริมาตรจนครบ 25 มิลลิลิตร



รูปที่ ข.1 การขึ้นรูปตัวดูดซับ (ก) กรดแอซติก 2 โมลาร์ (ข) ตะแกรงขึ้นรูป (ค) ตัวดูดซับ BCE ผ่านการขึ้นรูป



(ก)



(ข)

รูปที่ ข.2 ตัวดูดซับ BCE ผ่านการขึ้นรูป (ก) ก่อนดูดซับ และ (ข) หลังดูดซับ

ภาคผนวก ค

การคำนวณผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซ

หา %ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซ

$$= \frac{\text{น้ำหนักของผลิตภัณฑ์ไซ (กรัม)}}{\text{น้ำหนักของไซดิบเริ่มต้น (กรัม)}} \times 100$$

ตารางที่ ค.1 ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกจากไซดิบผ่านเทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายชนิดต่างๆ

Type of solvent	Weight of solvent (g)	Weight of slack wax (g)	Weight of crystallized phase (g)	Weight of remaining phase (g)	Total weight (g)	Yield ^a (wt.%)
HPT	120.177	30.043	8.109	21.890	29.999	27.0
	120.118	30.030	7.778	22.040	29.818	25.9
	120.105	30.025	8.005	21.893	29.898	26.7
	120.004	30.010	7.900	22.043	29.943	26.3
	120.047	30.014	7.994	21.956	29.950	26.6
ค่าเฉลี่ย						26.5
SD						0.42
MEK	120.180	30.044	25.725	4.080	29.805	85.6
	120.085	30.017	21.640	7.734	29.374	72.1
	120.025	30.007	24.567	5.231	29.798	81.9
	120.010	30.003	24.006	5.973	29.979	80.0
	120.008	30.002	22.012	7.985	29.997	73.4
ค่าเฉลี่ย						78.6
SD						5.72

ตารางที่ ค.1 ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไขที่แยกจากไขดิบผ่านเทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายชนิดต่างๆ (ต่อ)

Type of solvent	Weight of solvent (g)	Weight of slack wax (g)	Weight of crystallized phase (g)	Weight of remaining phase (g)	Total weight (g)	Yield ^a (wt.%)
BTA	120.030	30.006	13.620	16.264	29.884	45.4
	120.067	30.008	11.370	18.600	29.970	37.9
	120.039	30.010	11.973	17.937	29.910	39.9
	120.001	30.001	12.466	17.524	29.990	41.6
	120.014	30.005	12.894	17.069	29.963	43.0
ค่าเฉลี่ย						41.6
SD						2.87

ตารางที่ ค.2 ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไขที่แยกจากไขดิบผ่านเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายชนิดต่างๆ

Type of solvent	Weight of solvent (g)	Weight of slack wax (g)	Weight of raffinate phase (g)	Weight of extract phase (g)	Total weight (g)	Yield ^a (wt.%)
DMA	120.005	30.001	17.364	12.606	29.970	57.9
	120.012	30.004	17.791	12.201	29.992	59.3
	120.026	30.006	17.296	11.447	28.743	57.6
	120.093	30.025	18.288	11.713	30.001	60.1
	120.103	30.030	18.904	11.011	29.915	63.0
ค่าเฉลี่ย						59.6
SD						2.17
NMP	120.125	30.070	15.440	14.578	30.018	51.4
	120.001	30.000	14.945	14.934	29.879	49.8
	120.147	30.049	15.061	14.905	29.966	50.1
	120.084	30.026	15.003	14.996	29.999	45.0
	120.093	30.030	14.897	15.103	30.000	49.6
ค่าเฉลี่ย						49.2
SD						2.44

ตารางที่ ค.3 ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไขที่แยกจากไขดิบโดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ

Solvent mixture ratio MEK:BTA (by weight)	Weight of solvent (g)	Weight of slack wax (g)	Weight of crystallized phase (g)	Weight of remaining phase (g)	Total weight (g)	Yield ^a (wt.%)
20:80	120.012	30.003	18.507	11.321	29.828	61.2
	120.010	30.003	20.310	9.629	29.939	67.7
	120.005	30.001	19.354	10.432	29.786	64.5
ค่าเฉลี่ย						64.5
SD						3.25
40:60	120.016	30.004	19.518	10.415	29.933	65.1
	120.004	30.001	20.190	9.796	29.986	67.3
	120.002	30.001	20.002	9.991	29.993	66.7
ค่าเฉลี่ย						66.4
SD						1.14
50:50	120.016	30.004	22.003	8.002	30.005	73.3
	120.031	30.008	20.370	9.150	28.520	67.9
	120.031	30.015	19.924	10.090	30.014	66.4
ค่าเฉลี่ย						69.2
SD						3.63
60:40	120.002	30.001	21.475	8.621	30.096	71.6
	120.010	30.002	21.546	7.940	29.486	71.8
	120.009	30.003	20.024	9.843	29.867	66.7
ค่าเฉลี่ย						70.0
SD						2.89
80:20	120.001	30.000	21.934	7.986	29.920	73.1
	120.015	30.004	21.001	9.080	30.081	70.0
	120.080	30.003	21.586	8.468	30.054	72.0
ค่าเฉลี่ย						71.7
SD						1.57

ตารางที่ ค.4 ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกจากไซดิบโดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80

Dilution solvent ration (S/F by weight)	Weight of solvent (g)	Weight of slack wax (g)	Weight of crystallized phase (g)	Weight of remaining phase (g)	Total weight (g)	Yield ^a (wt.%)
2:1	120.083	30.046	21.554	8.357	29.911	71.7
	120.020	30.020	22.634	7.327	29.961	75.4
	120.017	30.008	21.592	8.408	30.000	72.0
ค่าเฉลี่ย						73.0
SD						2.06
4:1	120.012	30.003	18.507	11.321	29.828	61.2
	120.010	30.003	20.310	9.629	29.939	67.7
	120.005	30.001	19.354	10.432	29.786	64.5
ค่าเฉลี่ย						64.5
SD						3.25
6:1	120.092	30.015	15.703	14.302	30.005	52.3
	120.097	30.001	15.953	13.946	29.899	53.2
	120.046	30.013	16.388	13.464	29.852	54.6
ค่าเฉลี่ย						53.4
SD						1.16

ตารางที่ ค.5 ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไขที่แยกจากไขดิบผ่านการดูดซับด้วยตัวดูดซับชนิดต่างๆ

Type of adsorbent	Adsorbent wt. %	Wax (g)	Adsorbent (g)	Isolated wax (g)	Yield wt. %
Silica gel	30	20.009	6.008	9.400	47.0
		20.000	6.002	9.765	48.8
		20.000	6.001	10.120	50.6
ค่าเฉลี่ย					48.3
SD					
Alumina	30	20.006	6.007	13.956	69.8
		20.003	6.002	10.795	54.0
		20.001	6.000	12.380	61.9
ค่าเฉลี่ย					61.9
SD					7.90
Bentonite	30	20.001	6.001	7.923	39.6
		20.005	6.002	9.971	49.8
		20.005	6.004	8.942	44.7
ค่าเฉลี่ย					44.7
SD					5.10
BCE	30	20.002	6.001	9.189	45.9
		20.003	6.009	9.662	48.3
		20.002	6.002	9.001	45.0
ค่าเฉลี่ย					46.4
SD					1.71
HTC	30	20.002	6.002	6.390	31.9
		20.006	6.005	5.602	28.0
		20.001	6.000	6.380	31.9
ค่าเฉลี่ย					30.6
SD					1.84

ตารางที่ ค.6 ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไขที่แยกจากไขดิบผ่านการดูดซับด้วยตัวดูดซับ BCE และ HTC ด้วย ปริมาณต่างๆ

Type of adsorbent	Adsorbent wt. %	Wax (g)	Adsorbent (g)	Isolated wax (g)	Yield wt. %
BCE	10	20.004	2.001	11.758	58.8
		20.005	2.003	12.191	60.9
		20.000	2.001	12.600	63.0
ค่าเฉลี่ย					60.9
SD					2.10
BCE	20	20.002	4.006	10.319	51.6
		20.004	4.002	10.256	51.3
		20.009	4.003	10.385	51.9
ค่าเฉลี่ย					51.6
SD					0.30
BCE	30	20.002	6.001	9.189	45.9
		20.003	6.009	9.662	48.3
		20.002	6.002	9.001	45.0
ค่าเฉลี่ย					46.4
SD					1.71
BCE	40	20.003	8.008	8.813	44.1
		20.005	8.002	8.762	43.8
		20.000	8.001	8.760	43.8
ค่าเฉลี่ย					43.9
SD					0.17

ตารางที่ ค.6 ผลได้ของผลิตภัณฑ์ไขที่แยกจากไขดิบผ่านการดูดซับด้วยตัวดูดซับ BCE และ HTC ด้วย ปริมาณต่างๆ (ต่อ)

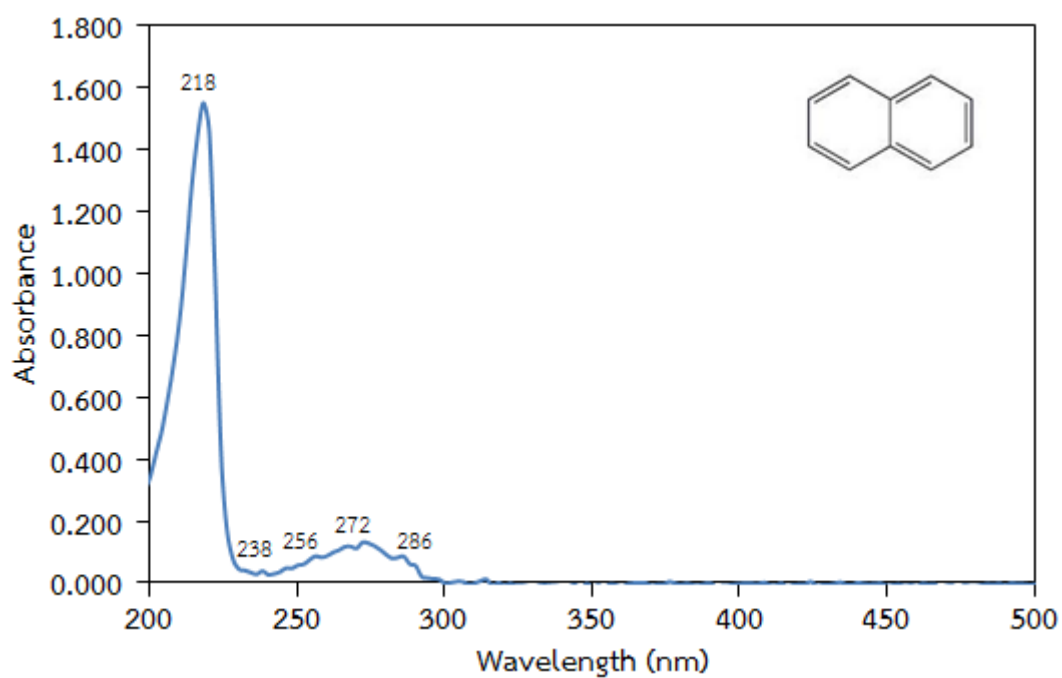
Type of adsorbent	Adsorbent wt. %	Wax (g)	Adsorbent (g)	Isolated wax (g)	Yield wt. %
HTC	10	20.003	2.003	11.900	59.5
		20.007	2.003	11.588	57.9
		20.004	2.006	11.262	56.3
ค่าเฉลี่ย					57.9
SD					1.60
HTC	20	20.006	4.006	8.048	40.2
		20.003	4.002	7.765	38.8
		20.008	4.003	8.323	41.6
ค่าเฉลี่ย					40.2
SD					1.40
HTC	30	20.002	6.002	6.390	31.9
		20.006	6.005	5.602	28.0
		20.001	6.000	6.380	31.9
ค่าเฉลี่ย					30.6
SD					1.84
HTC	40	20.001	8.006	4.652	23.3
		20.002	8.002	4.558	22.8
		20.001	8.003	5.900	29.5
ค่าเฉลี่ย					25.2
SD					3.73

ตารางที่ ค.7 ผลได้ผลิตภัณฑ์ไขที่แยกจากไขดิบผ่านการดูดซับด้วยตัวดูดซับ BCE ปริมาณ 40% โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิต่างๆ

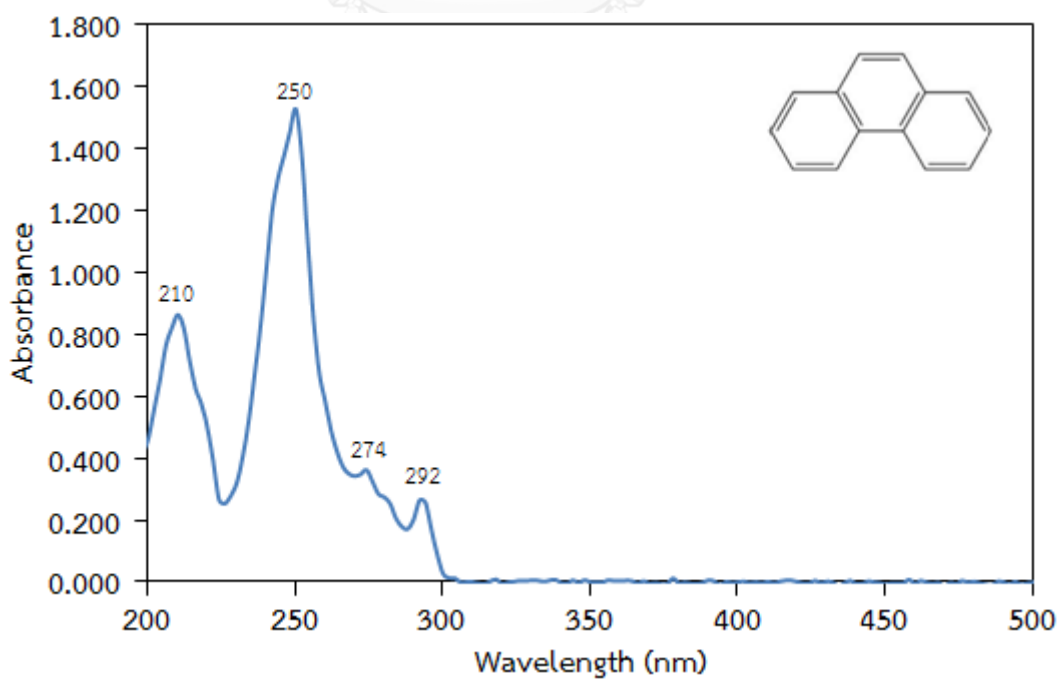
Type of adsorbent	Temperature (°C)	Wax (g)	Adsorbent (g)	Isolated wax (g)	Yield wt.%
BCE	100	20.001	2.001	9.040	45.2
		20.005	2.004	8.982	44.9
		20.000	2.004	9.160	45.8
ค่าเฉลี่ย					45.3
SD					0.46
BCE	130	20.003	8.008	8.813	44.1
		20.005	8.002	8.762	43.8
		20.000	8.001	8.760	43.8
ค่าเฉลี่ย					43.9
SD					0.17
BCE	160	20.002	8.002	8.361	41.8
		20.006	8.007	7.762	38.8
		20.002	8.000	8.481	42.4
ค่าเฉลี่ย					41.0
SD					1.93

ภาคผนวก ง

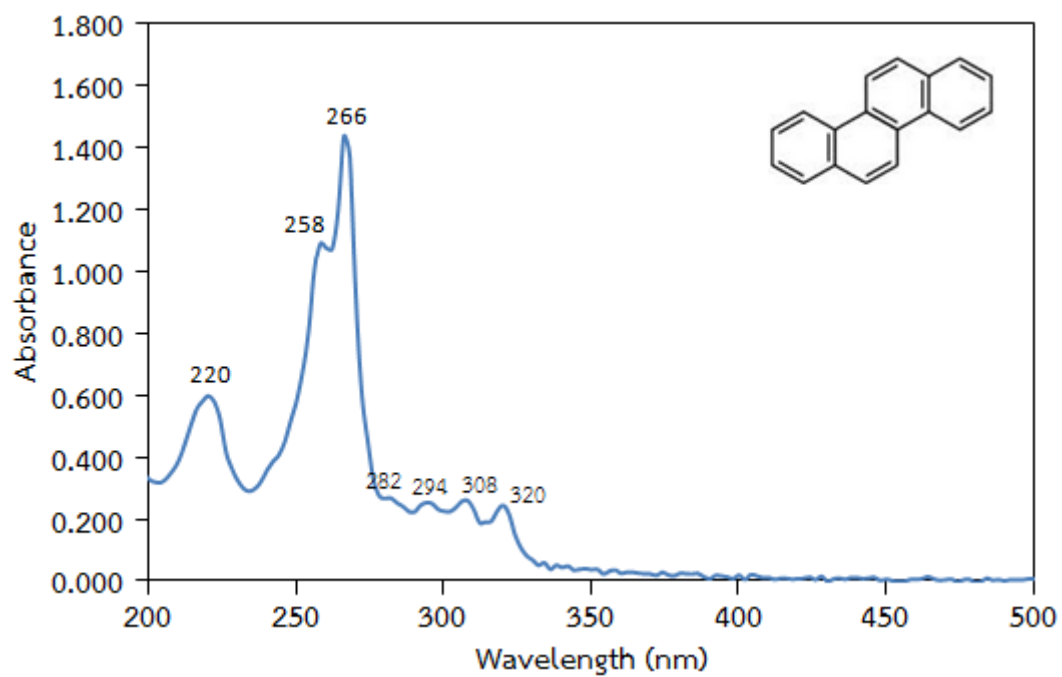
สารมาตรฐานแอโรแมติกสำหรับUV-VIS spectroscopy



รูปที่ ง.1 สเปกตรัม UV-VIS ของสารมาตรฐานแนฟทาลีน



รูปที่ ง.2 สเปกตรัม UV-VIS ของสารมาตรฐานฟิแนนทรีน

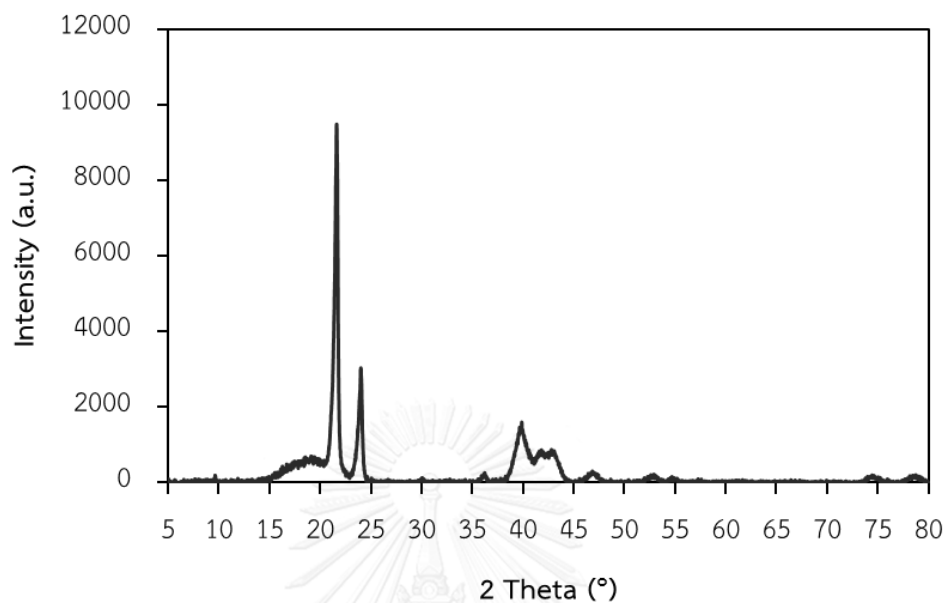


รูปที่ ง.3 สเปกตรัม UV-VIS ของสารมาตรฐานโครซีน

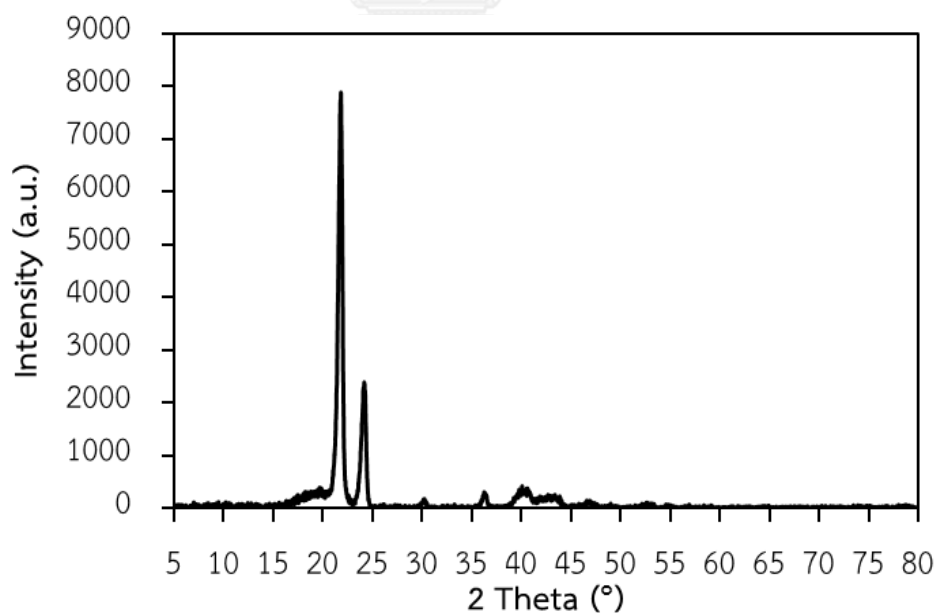


ภาคผนวก จ

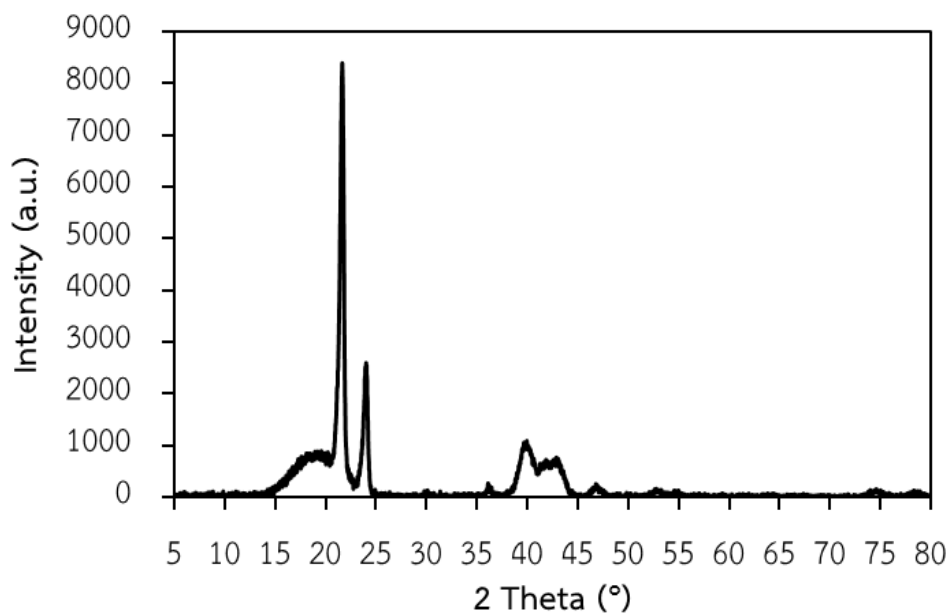
รูปแบบ XRD ของผลิตภัณฑ์ไซ



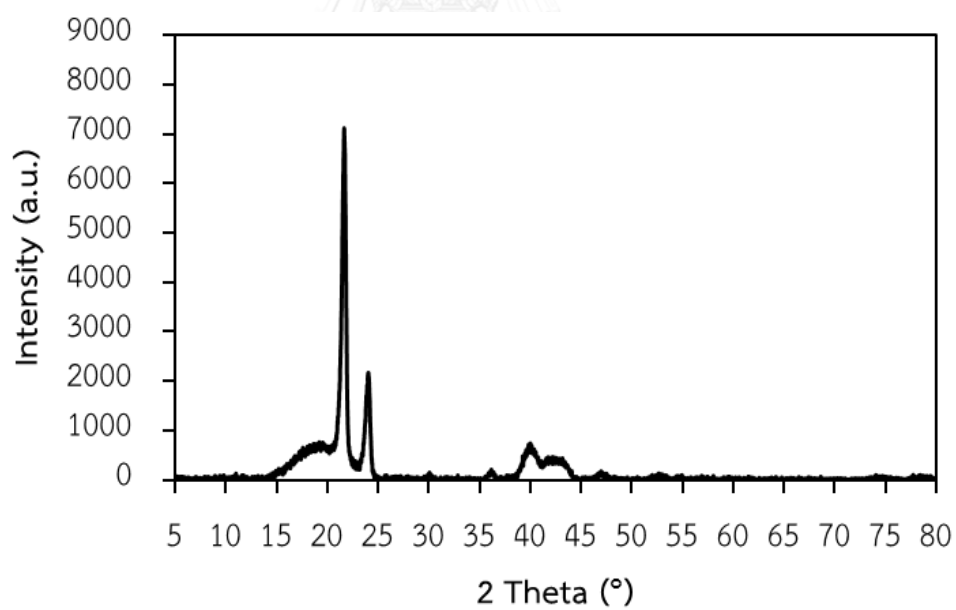
รูปที่ จ.1 รูปแบบ XRD ของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80



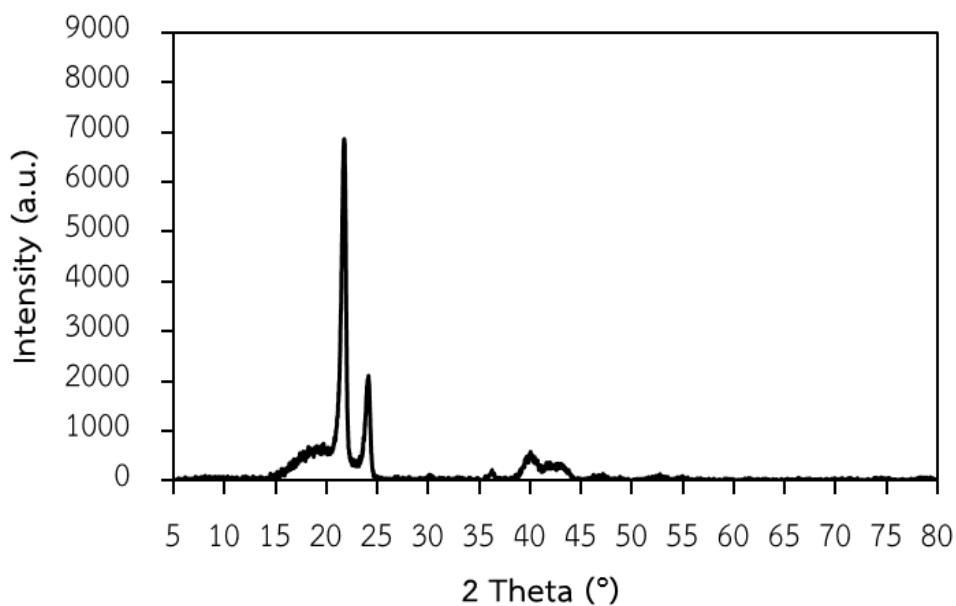
รูปที่ จ.2 รูปแบบ XRD ของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 40:60



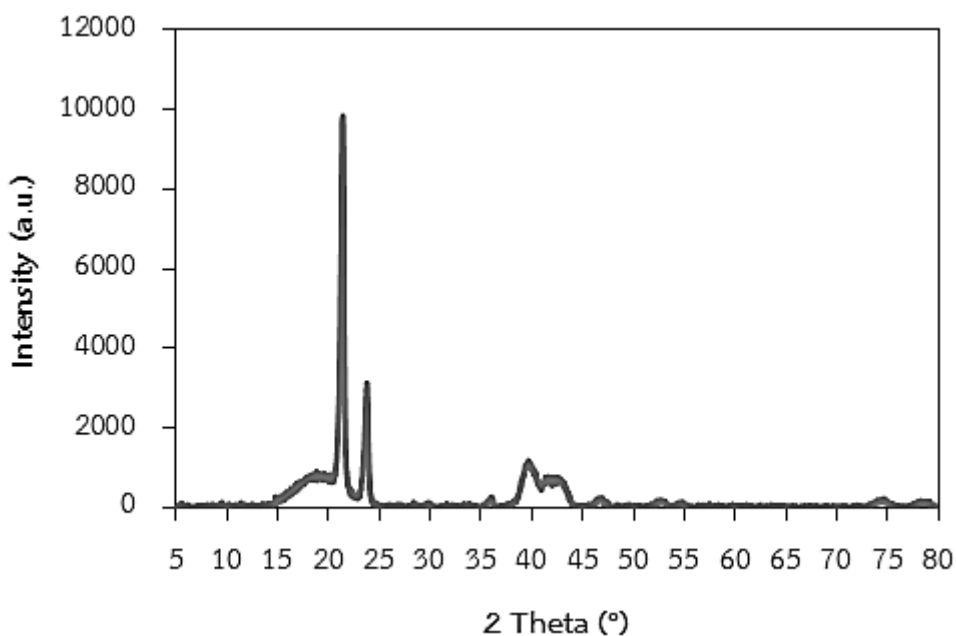
รูปที่ จ.3 รูปแบบ XRD ของผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 50:50



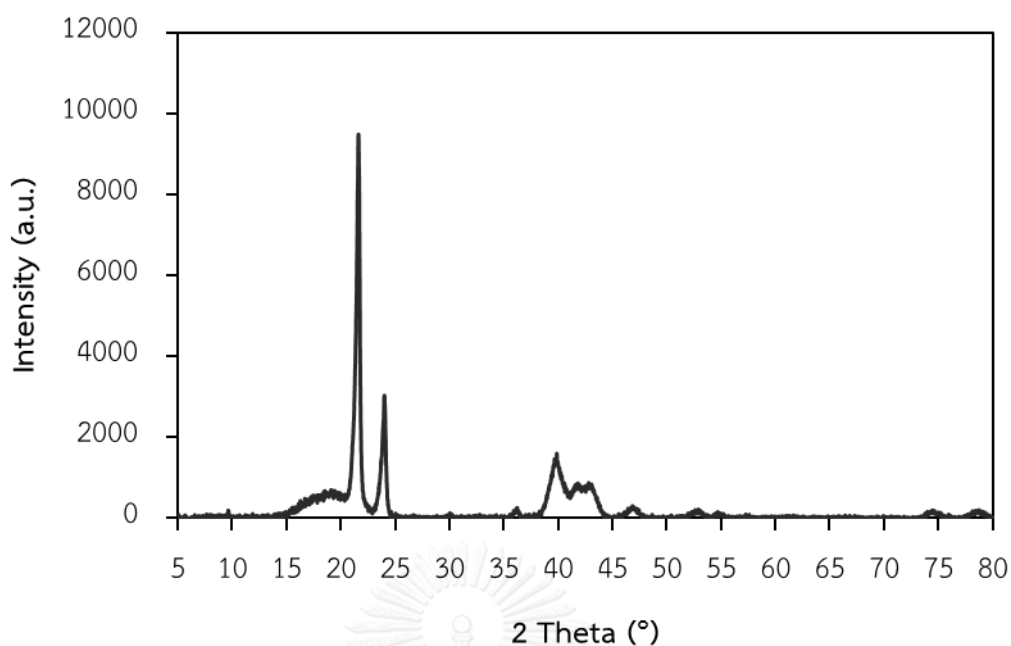
รูปที่ จ.4 รูปแบบ XRD ของผลิตภัณฑ์ไซท์ที่แยกได้โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 60:40



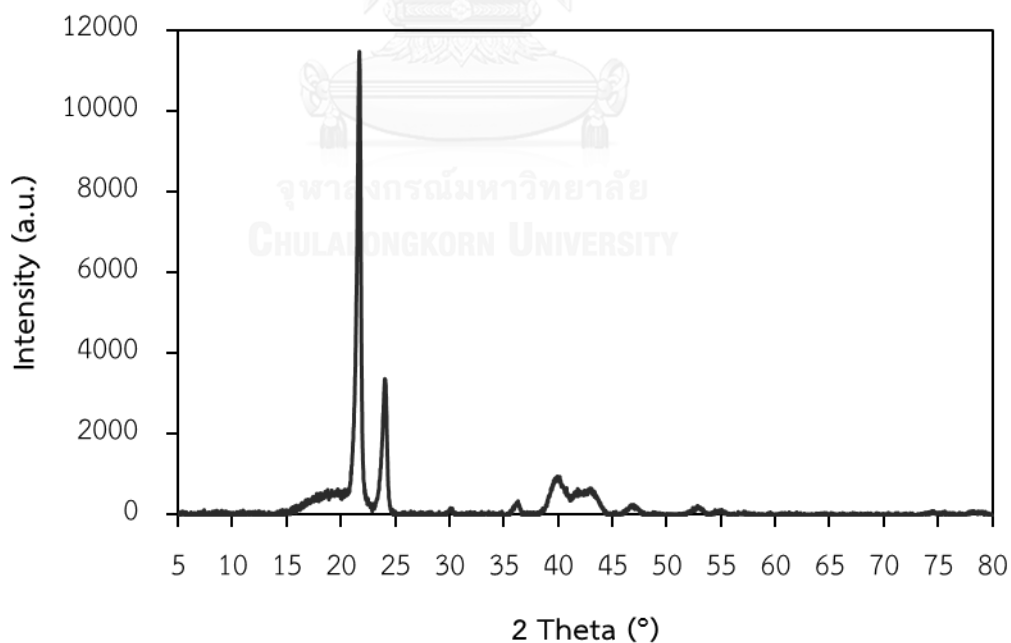
รูปที่ จ.5 รูปแบบ XRD ของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 80:20



รูปที่ จ.6 รูปแบบ XRD ของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเท่ากับ 2:1



รูปที่ จ.7 รูปแบบ XRD ของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเท่ากับ 4:1



รูปที่ จ.8 รูปแบบ XRD ของผลิตภัณฑ์ไซที่แยกได้โดยใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมของ MEK และ BTA ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ MEK:BTA เท่ากับ 20:80 เมื่อใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวทำละลายผสมต่อไซดิบเท่ากับ 6:1

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวธีรภรณ์ สุญราช เกิดวันที่ 19 พฤษภาคม 2533 ที่จังหวัดลำปาง สำเร็จการศึกษาปริญญาตรีวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ปีการศึกษา 2555 และเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2555 และได้เข้าร่วมเสนอผลงานประชุมทางวิชาการระดับชาติ ของ 23rd International Symposium on Chemical Reaction Engineering (ISCRE 23) and 7th Asia-Pacific Chemical Reaction Engineering Symposium (APCRE 7) วันที่ 7-10 กันยายน 2557 ที่ โรงแรมเซ็นทารา แกรนด์ กรุงเทพฯ ประเทศไทย ชื่อผลงานที่นำเสนอ “Purification of Slack Wax by Crystallization and Solvent Extraction”

