

การแยกสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลออกจากไวท์มิเนอรัลลอยด์  
ด้วยการออกซิเดชันและไฮโดรไลซิส



นางสาว นฤมล เจริญตรา

สถาบันวิทยบริการ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2544

ISBN 974-03-0411-7

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

SEPARATION OF THE ALUMINIUM ALKYL COMPOUND FROM WHITE MINERAL OIL  
VIA OXIDATION AND HYDROLYSIS

MISS NARUMON CHAREONTRA

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Engineering in Chemical Engineering

Department of Chemical Engineering

Faculty of Engineering

Chulalongkorn University

Academic Year 2001

ISBN 974-03-0411-7



นฤมล เจริญศุภรา : การแยกสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลออกจากไวท์มินเนอรัลออยล์ด้วยการออกซิเดชันและไฮโดรไลซิส. (SEPARATION OF THE ALUMINIUM ALKYL COMPOUND FROM WHITE MINERAL OIL VIA OXIDATION AND HYDROLYSIS)  
อ. ที่ปรึกษา : อาจารย์ ดร. วิทย์ สุนทรนันท์, 74 หน้า. ISBN 974-03-0411-7.

ในการแยกสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลออกจากไวท์มินเนอรัลออยล์โดยทำการออกซิเดชันสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลด้วยอากาศเพื่อเปลี่ยนรูปของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลให้เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ แล้วจึงทำการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริก เพื่อเปลี่ยนสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟตเพื่อจะได้สามารถแยกตัวออกจากน้ำมันได้โดยง่ายนั้น การควบคุมสภาวะการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันเป็นสิ่งที่สำคัญมากที่สุด การศึกษานี้พบว่าเพื่อให้ได้สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์มากที่สุด การออกซิเดชันควรดำเนินการในช่วงเวลาที่สั้นและความเร็วรอบในการปั่นกวนต่ำ รวมถึงปราศจากการกระตุ้นจากการให้ความร้อน ในกรณีที่ปฏิกิริยาออกซิเดชันเกิดขึ้นอย่างรุนแรงจะเกิดผลิตภัณฑ์ร่วมในรูปสารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรต ซึ่งนอกจากสารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรตจะไม่ทำปฏิกิริยากับกรดซัลฟูริก (ในสภาวะอุณหภูมิปกติ) ทำให้ไม่เกิดเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟตตามที่ต้องการแล้ว ยังสามารถรวมตัวกันเกิดเป็นสารประกอบพอลิไฮเดรตที่มีโครงสร้างขนาดใหญ่ (ในสภาวะที่อุณหภูมิสูงหรือเมื่อปล่อยทิ้งไว้เป็นระยะเวลาานาน) เป็นผลให้ประสิทธิภาพของการกำจัดสารประกอบอะลูมิเนียมโดยการไฮโดรไลซิสต่ำลง นอกจากนี้การเติมไอโซโพรพานอลเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการออกซิเดชันกลับส่งผลทางลบต่อการไฮโดรไลซิส ทำให้ประสิทธิภาพการแยกโดยรวมต่ำลงเช่นกัน

## สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา วิศวกรรมเคมี  
สาขาวิชา วิศวกรรมเคมี  
ปีการศึกษา 2544

ลายมือชื่อนิสิต.....  
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....

# # 4170664421 : MAJOR CHEMICAL ENGINEERING

KEYWORD: ALUMINIUM ALKYL / WHITE MINERAL OIL / OXIDATION / HYDROLYSIS

NARUMON CHAREONTRA : SEPARATION OF THE ALUMINIUM ALKYL

COMPOUND FROM WHITE MINERAL OIL VIA OXIDATION AND HYDROLYSIS.

THESIS ADVISOR : WIT SOONTARANUN, Ph.D., 74 pp. ISBN 974-03-0411-7

In the separation of aluminium alkyl compound from white mineral oil by oxidizing the aluminium alkyl compound with air to transform aluminium alkyl compound into aluminium alkoxide, and then hydrolyzing with sulfuric acid to change aluminium alkoxide into aluminium sulfate which can readily be separated from white mineral oil, the control over the oxidizing condition is critical in obtaining highest yield of aluminium alkoxide. The oxidation stage should be performed for short period of time and at low speed of agitation and also without activation from heat. In the case of intense oxidation, the by-product in the form of aluminium hydrate results. The aluminium hydrate does not react with sulfuric acid (at normal temperature) to produce the desired product, but conversely it can form a polyhydrate compound (at high temperature or at prolonged time), resulting in the decline of separation efficiency. Moreover, the addition of isopropanol to enhance the efficiency of oxidation stage has adversely affected the hydrolysis resulting in a lower overall effectiveness of separation.

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Department Chemical Engineering

Student's signature.....

Field of study Chemical Engineering

Advisor's signature.....

Academic year 2001

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยความช่วยเหลือจากหลายๆท่าน ผู้วิจัยขอขอบพระคุณอาจารย์ ดร. วิทย์ สุนทรนันท์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ เป็นอย่างสูงสำหรับการให้คำปรึกษาและแนะนำสิ่งที่เป็นประโยชน์ในการวิจัย

ขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร. วิวัฒน์ ตัณฑะพานิชกุล ประธานกรรมการผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. เดชา ฉัตรศิริเวช และ อาจารย์ ดร. วรัญ แต่ไพสิฐพงษ์ กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ซึ่งได้เสนอข้อคิดเห็นที่เป็นประโยชน์และแก้ไข เพิ่มเติมส่วนที่บกพร่องของงานวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ ที่ได้สนับสนุนให้ทุนอุดหนุนการวิจัย และบริษัท เอ็มซีโพลีเมอร์ จำกัด ที่ให้การสนับสนุนสารตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง รวมถึงภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่กรุณาให้ความช่วยเหลือในเรื่องเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

งานวิจัยนี้คงไม่สำเร็จลุล่วงไปได้เลย ถ้าปราศจากการสนับสนุนทางการศึกษาจากคุณพ่อ คุณแม่ และน้อง ซึ่งเป็นกำลังใจและให้คำปรึกษาตลอดจนให้ความช่วยเหลือในทุกด้าน อีกทั้งพี่ๆ เพื่อนๆ น้องๆ ทุกคนที่คอยเป็นกำลังใจและให้ความช่วยเหลือตลอดมา จนทำให้ผู้วิจัยทำงานวิจัยสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

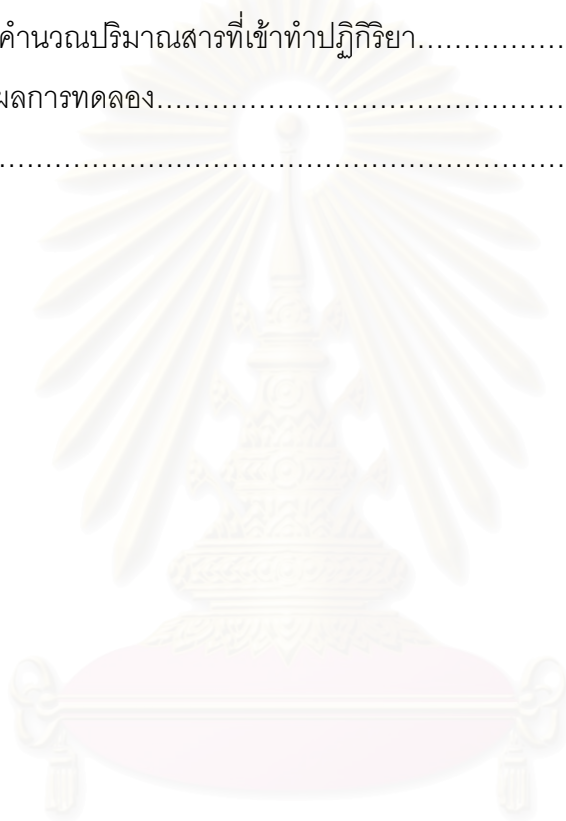
# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูปภาพ.....	ฎ
คำอธิบายสัญลักษณ์.....	ฒ
บทที่	
1. บทนำ	
1.1 ความเป็นมา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	4
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	4
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ.....	4
1.5 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	5
2. ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
2.1 ไทโทมิเนอรัลลอยด์.....	6
2.1.1 การแบ่งประเภทและสมบัติทางกายภาพของ ไทโทมิเนอรัลลอยด์.....	6
2.1.2 ลักษณะการใช้งานและประโยชน์.....	7
2.1.3 คุณสมบัติของไทโทมิเนอรัลลอยด์.....	7
2.1.3.1 ค่าความถ่วงจำเพาะ.....	7
2.1.3.2 ความหนืด.....	8
2.1.3.3 สีของน้ำมัน.....	8
2.1.4 ขั้นตอนการผลิตไทโทมิเนอรัลลอยด์.....	9
2.2 สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิล.....	13
2.2.1 การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation) ของ สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิล.....	14

2.2.2	การเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) ของ สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์.....	14
2.3	งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
2.3.1	งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการออกซิไดซ์ สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิล.....	16
2.3.2	งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการไฮโดรไลซ์ สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์.....	19
3.	วิธีดำเนินการวิจัย	
3.1	สารตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง.....	21
3.1.1	ไวท์มิเนอร์ลอลอยด์บริสุทธิ์.....	21
3.1.2	ไวท์มิเนอร์ลอลอยด์จากโรงงาน.....	21
3.2	อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	23
3.3	ขั้นตอนการทดลอง.....	24
3.3.1	ขั้นตอนการไฮโดรไลซิสน้ำมันที่ได้จากทางโรงงาน	24
3.3.2	ขั้นตอนการออกซิเดชันสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิล.....	24
3.3.3	ขั้นตอนการไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์.....	25
3.3.4	ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์.....	25
4.	ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล.....	26
4.1	การไฮโดรไลซิส.....	26
4.1.1	ระยะเวลาการไฮโดรไลซิส.....	27
4.1.2	ปริมาณกรดซัลฟูริก.....	29
4.2	การออกซิเดชัน.....	31
4.2.1	ระยะเวลาการออกซิเดชัน.....	31
4.2.2	ความเร็วรอบการปั่นกวน.....	38
4.2.3	อุณหภูมิ.....	41
4.2.4	ปริมาณไอโซโพรพานอล.....	45
5.	สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	
5.1	สรุปผลการทดลอง.....	49
5.2	ข้อเสนอแนะ.....	50
	รายการอ้างอิง.....	51



ภาคผนวก.....	54
ก. อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	55
ข. วิธีการวิเคราะห์	
ข.1 การวิเคราะห์หาปริมาณของอะลูมิเนียมในไวท์มิเนอร์ล้อยด์.....	56
ข.2 การหาค่าความหนืดแบบจลน์.....	59
ข.3 การหาค่าความถ่วงจำเพาะโดยใช้ไฮโดรมิเตอร์.....	62
ค. วิธีการคำนวณปริมาณสารที่เข้าทำปฏิกิริยา.....	65
ง. ตารางผลการทดลอง.....	67
ประวัติผู้เขียน.....	74



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 สมบัติทางกายภาพของไวมิเนอรัลลอยด์ชนิดที่ใช้ในแก๊สขักรวม และชนิดที่ใช้ในอุตสาหกรรม .....	7
3.1 สมบัติไวมิเนอรัลลอยด์บริสุทธิ์.....	21
3.2 สมบัติไวมิเนอรัลลอยด์จากโรงงานที่ผ่านการกรอง.....	22
4.1 ร้อยละปริมาตรของเจลที่เกิดขึ้นในน้ำมันที่ทำการออกซิเดชัน ที่ระยะเวลาการกวน และความเร็วรอบการปั่นกวนต่างๆ และทำการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริกปริมาตร 2 มิลลิลิตร เป็นระยะเวลา 60 นาที.....	36
4.2 ร้อยละปริมาตรของเจลที่เกิดขึ้นในน้ำมันที่ทำการออกซิเดชัน ที่ระยะเวลาการกวน และความเร็วรอบการปั่นกวนต่างๆ รวมถึงทำการ เติมไอโซโพรพานอล 0.2 มิลลิลิตรและทำการไฮโดรไลซิสด้วย กรดซัลฟูริกปริมาตร 2 มิลลิลิตรเป็นระยะเวลา 60 นาที.....	48
ง.1 ผลการทดลองร้อยละการลดลงของอะลูมิเนียมเทียบกับเวลา ที่ใช้ในการกวนขณะทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน ที่ความเร็วการกวนต่างๆ เมื่อทำการออกซิเดชัน ที่อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการไหลอากาศ 10 มิลลิลิตรต่อวินาที และทำการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร.....	67
ง.2 ผลการทดลองร้อยละการลดลงของอะลูมิเนียมเทียบกับเวลา ในการกวนขณะทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส และที่ปริมาณกรดซัลฟูริกต่างๆ.....	69
ง.3 ผลต่างอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นสูงสุดและอุณหภูมิที่เริ่มต้น กับเวลาที่ใช้ในการกวนขณะทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ที่ความเร็ว รอบการกวนต่างๆขณะออกซิเดชัน.....	70

## สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
1.1	กระบวนการผลิตพอลิโพรพิลีน.....	2
1.2	การแยกชั้นของผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากการไฮโดรไลซิส.....	3
2.1	กระบวนการผลิตไวท์มีเนอร์ล้อยัลส์โดยการทำให้ Acid treatment.....	11
2.2	กระบวนการผลิตไวท์มีเนอร์ล้อยัลส์โดยการทำให้ Hydrotreatment.....	12
2.3	โครงสร้างสารประกอบไตรอัลคิลอะลูมิเนียมที่อยู่ในรูปของไดเมอร์ โดย R เป็นหมู่อัลคิล.....	13
3.1	เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง.....	23
4.1	ผลของระยะเวลาการไฮโดรไลซิสต่อร้อยละอะลูมิเนียมที่ลดลง โดยทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ที่ความเร็วรอบการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที .....	28
4.2	ผลของระยะเวลาการไฮโดรไลซิสน้ำมันต่อร้อยละอะลูมิเนียมที่ลดลง โดยทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสน้ำมันเพียงอย่างเดียวด้วย กรดซัลฟูริก 1 และ 2 มิลลิลิตร ที่ความเร็วรอบการกวน 200 รอบต่อนาที .....	29
4.3	ผลของระยะเวลาการออกซิเดชันต่อร้อยละอะลูมิเนียมที่ลดลง โดยทำการออกซิเดชันที่อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการไหลอากาศ 10 มิลลิลิตรต่อวินาที ความเร็วการปั่นกวน 100 รอบต่อนาที และต่อด้วยการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้กรด ซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ด้วยความเร็วรอบการกวน 200 รอบต่อนาที ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 60 นาที .....	32
4.4	ผลของระยะเวลาการออกซิเดชันต่อร้อยละอะลูมิเนียมที่ลดลง โดยทำการออกซิเดชันที่อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการไหลอากาศ 10 มิลลิลิตรต่อวินาที ความเร็วการปั่นกวน 100 รอบต่อนาที และต่อด้วยการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้กรด ซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ด้วยความเร็วรอบการกวน 200 รอบต่อนาที ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 90 นาที .....	32

รูปที่	หน้า	
4.5		
ลักษณะน้ำมันเมื่อทำการออกซิเดชันเป็นเวลา $A_{100} = 15$ , $B_{100} = 30$ , $C_{100} = 60$ และ $D_{100} = 90$ นาที ที่ความเร็วรอบ การปั่นกววน 100 รอบต่อนาที ต่อด้วยการไฮโดรไลซิส โดยใช้กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ความเร็วรอบการกววน 200 รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 60 นาที.....		34
4.6		
ลักษณะน้ำมันเมื่อทำการออกซิเดชันเป็นเวลา $A_{200} = 15$ , $B_{200} = 30$ , $C_{200} = 60$ และ $D_{200} = 90$ นาที ที่ความเร็วรอบ การปั่นกววน 200 รอบต่อนาที ต่อด้วยการไฮโดรไลซิส โดยใช้กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ความเร็วรอบการกววน 200 รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 60 นาที.....		35
4.7		
ลักษณะน้ำมันเมื่อทำการออกซิเดชันเป็นเวลา $A_{300} = 15$ , $B_{300} = 30$ , $C_{300} = 60$ และ $D_{300} = 90$ นาที ที่ความเร็วรอบ การปั่นกววน 300 รอบต่อนาที ต่อด้วยการไฮโดรไลซิส โดยใช้กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ความเร็วรอบการกววน 200 รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 60 นาที.....		35
4.8		
โครงสร้างของสารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรต.....		36
4.9		
ผลของความเร็วรอบการปั่นกววนของการออกซิเดชันต่อ ร้อยละอะลูมิเนียมที่ลดลง โดยทำการออกซิเดชันที่อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการไหลอากาศ 10 มิลลิลิตรต่อวินาที เป็นเวลา 60 นาที และต่อด้วยการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ด้วยความเร็วรอบการกววน 200 รอบต่อนาที ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 60 นาที .....		38
4.10		
ผลของความเร็วรอบการปั่นกววนของการออกซิเดชันต่อ ร้อยละอะลูมิเนียมที่ลดลง โดยทำการออกซิเดชันที่อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการไหลอากาศ 10 มิลลิลิตรต่อวินาที เป็นเวลา 90 นาที และต่อด้วยการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ด้วยความเร็วรอบการกววน 200 รอบต่อนาที ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 60 นาที .....		39

รูปที่	หน้า
4.11	40
<p>ลักษณะน้ำมันเมื่อทำการออกซิเดชันที่ความเร็วรอบการปั่นกวน <math>C_{100} = 100</math>, <math>C_{200} = 200</math> และ <math>C_{300} = 300</math> รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 60 นาที ต่อด้วยการไฮโดรไลซิสโดยใช้ กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ด้วยความเร็วรอบการกวน 200 รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 60 นาที.....</p>	
4.12	40
<p>ลักษณะน้ำมันเมื่อทำการออกซิเดชันที่ความเร็วรอบการปั่นกวน <math>D_{100} = 100</math>, <math>D_{200} = 200</math> และ <math>D_{300} = 300</math> รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 90 นาที ต่อด้วยการไฮโดรไลซิสโดยใช้ กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ด้วยความเร็วรอบการกวน 200 รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 60 นาที.....</p>	
4.13	41
<p>ผลของอุณหภูมิระยะเวลาการออกซิเดชันต่อร้อยละอะลูมิเนียม ที่ลดลง โดยทำการออกซิเดชันที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ที่อัตราการไหลอากาศ 10 มิลลิลิตรต่อวินาที ความเร็วการปั่นกวน 100 รอบต่อนาที และต่อด้วยการ ไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้กรดซัลฟูริก 1 มิลลิลิตร ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 60 นาที .....</p>	
4.14	42
<p>ลักษณะของน้ำมันเมื่อทำการออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ที่อัตราการไหลอากาศ 10 มิลลิลิตรต่อวินาที ความเร็วการปั่นกวน 100 รอบต่อนาที เป็นเวลา <math>A = 15</math>, <math>B = 60</math> และ <math>C = 90</math> นาที และต่อด้วยการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้กรดซัลฟูริก 1 มิลลิลิตร ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 60 นาที .....</p>	
4.15	43
<p>ผลของอุณหภูมิและระยะเวลาการออกซิเดชันต่อร้อยละอะลูมิเนียม ที่ลดลง โดยทำการออกซิเดชันที่อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการไหลอากาศ 10 มิลลิลิตรต่อวินาที ความเร็วการปั่นกวน 100 รอบต่อนาที และต่อด้วยการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้องและ ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดซัลฟูริก 1 มิลลิลิตร ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 60 นาที .....</p>	

รูปที่	หน้า
4.16	44
<p>ผลของระยะเวลาการไฮโดรไลซิสต่อคุณสมบัติของน้ำมัน            โดยทำการออกซิเดชันที่อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการไหลอากาศ            10 มิลลิลิตรต่อวินาที ความเร็วการปั่นกววน 200 รอบต่อนาที            เป็นเวลา 30 นาที และต่อด้วยการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้อง            โดยใช้กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 60 นาที            ด้วยความเร็วรอบการกววน 200 รอบต่อนาที.....</p>	
4.17	46
<p>ผลของระยะเวลาการออกซิเดชันต่อร้อยละอะลูมิเนียมที่ลดลง            โดยทำการออกซิเดชันที่อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการไหลอากาศ            10 มิลลิลิตรต่อวินาที ความเร็วการปั่นกววน 200 รอบต่อนาที            และทำการเติมไอโซโพรพานอล 0.2 มิลลิลิตร            และต่อด้วยการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้กรดซัลฟูริก            2 มิลลิลิตร ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 90 นาที .....</p>	
4.18	47
<p>ลักษณะของน้ำมันเมื่อทำการออกซิเดชันที่อุณหภูมิห้อง            เป็นระยะเวลา 90 นาที ที่อัตราการไหลอากาศ 10 มิลลิลิตรต่อวินาที            ความเร็วการปั่นกววน 200 รอบต่อนาที และทำการเติม            ไอโซโพรพานอล 0.2 มิลลิลิตร และต่อด้วยการไฮโดรไลซิส            ที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร            ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 60 นาที (ขวดที่ 1 ไม่เติมไอโซโพรพานอล            ขวดที่ 2 เติมไอโซโพรพานอล ).....</p>	
4.19	47
<p>โครงสร้างสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่เกิดการพอลิคอนเดนเซชัน.....</p>	
ข.2.1	60
<p>แสดงตำแหน่งของเครื่องมือวัดความหนืดแบบ BS/U-tube.....</p>	
ข.3.1	63
<p>การอ่านสเกลจากไฮโดรมิเตอร์ในของเหลวโปร่งใส.....</p>	

## คำอธิบายสัญลักษณ์

r = อัตราการเกิดปฏิกิริยา

f = ฟังก์ชัน

C = ความเข้มข้น

T = อุณหภูมิ

P = ความดัน



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

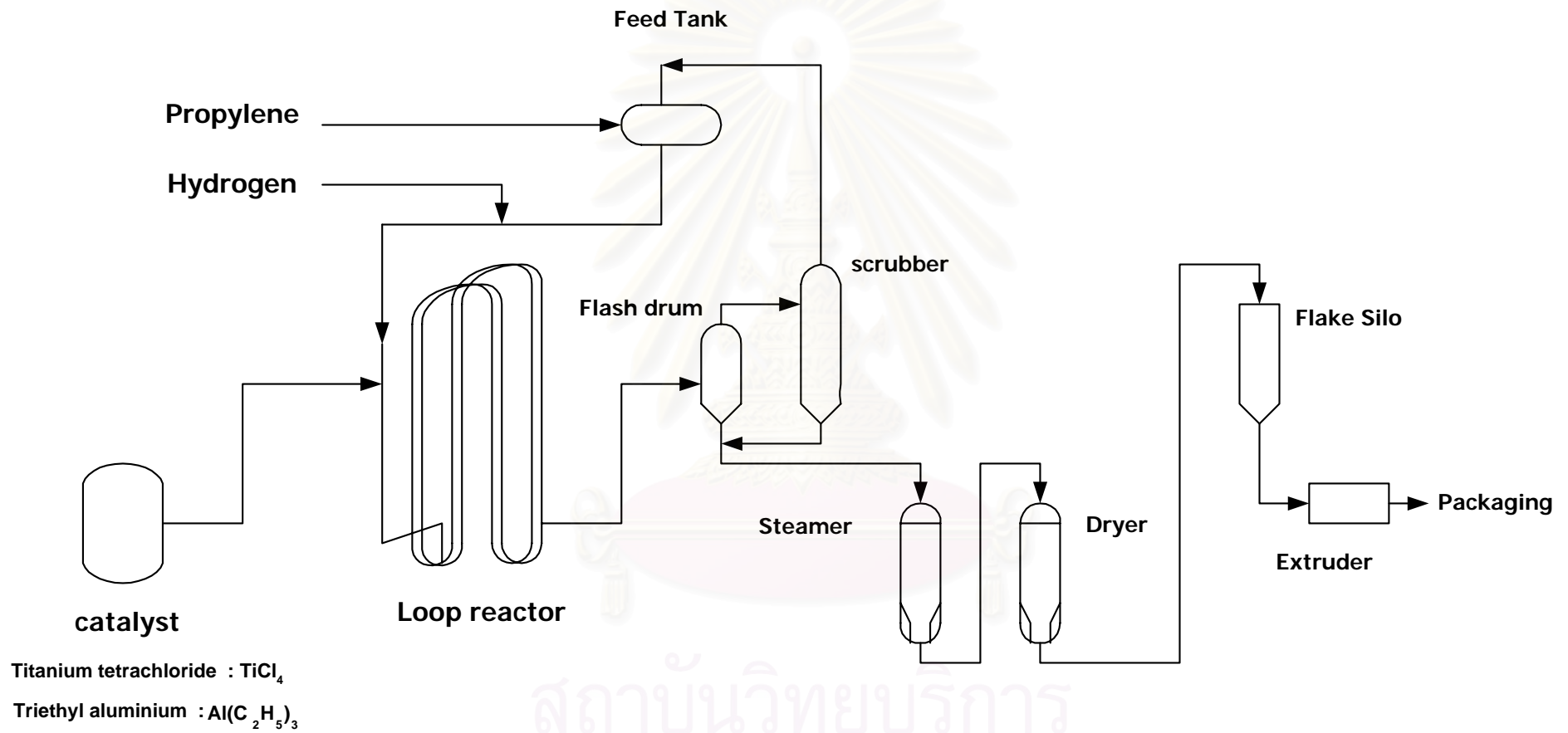
# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมา

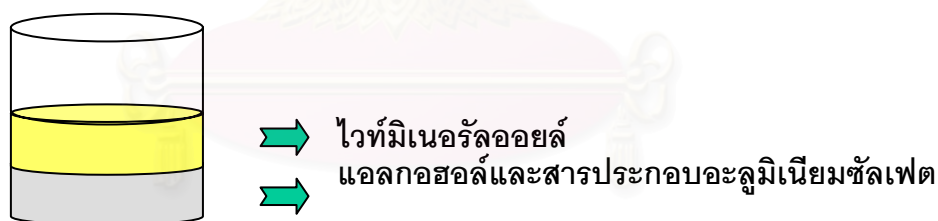
การผลิตพอลิโพรพิลีน (Polypropylene) ดังแสดงในรูปที่ 1.1 เป็นการผลิตแบบต่อเนื่องโดยที่สารเข้าทำปฏิกิริยาอยู่ในสถานะของเหลวซึ่งประกอบด้วยโพรพิลีนโมโนเมอร์ (Propylene monomer) และไฮโดรเจน (Hydrogen) และโดยทั่วไปจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นสารประกอบไทเทเนียม (Titanium compound) และตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมที่เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิล (Aluminium alkyl compound) [1] เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาการเกิดเป็นพอลิเมอร์ (Polymerization) ผลิตภัณฑ์พอลิโพรพิลีนจะถูกแยกออก ส่วนโพรพิลีนซึ่งเป็นสารตั้งต้นที่เหลืออยู่จะถูกหมุนเวียนกลับไปใช้ใหม่ในกระบวนการ อย่างไรก็ตามจำเป็นต้องทำการแยกสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลที่เหลือจากปฏิกิริยาการเกิดเป็นพอลิเมอร์ออกจากโพรพิลีนเสียก่อน ซึ่งเป็นการทำโพรพิลีนให้บริสุทธิ์ก่อนนำกลับไปใช้ใหม่ โดยใช้ตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนเป็นตัวดูดซึม ตัวอย่างเช่น ไวท์มินเนอรัลออยล์ (White mineral oil) แต่เนื่องจากสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลมีความไวในการทำปฏิกิริยากับอากาศและน้ำ ทำให้ไวท์มินเนอรัลออยล์ที่หมุนเวียนภายในระบบหอดูดซึม ถูกควบคุมให้มีความเข้มข้นของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลอยู่ในปริมาณที่ต่ำ เพื่อป้องกันอันตรายที่เกิดจากการระเบิดและลัดไฟ นั่นคือเมื่อความเข้มข้นของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลในไวท์มินเนอรัลออยล์มีค่าใกล้เคียงระดับที่กำหนด (ประมาณร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก) จะต้องมีการถ่ายไวท์มินเนอรัลออยล์ที่มีสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลออกบางส่วนและเติมไวท์มินเนอรัลออยล์ใหม่เข้าไป ส่วนไวท์มินเนอรัลออยล์ที่ถูกถ่ายออกมาจะถูกบำบัดขั้นต้นด้วยการเติมอากาศ เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิล กลายเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ (Aluminium alkoxide compound) ที่มีความดันไอต่ำกว่าและระเหยได้ยากกว่าสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิล แล้วจึงส่งไปเพื่อทำการบำบัดอย่างเหมาะสมต่อไป ซึ่งจะเห็นได้ว่าไวท์มินเนอรัลออยล์ถูกใช้เป็นตัวทำละลายสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลเพียงอย่างเดียว ดังนั้นหากสามารถแยกสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ออกจากไวท์มินเนอรัลออยล์ได้ จะมีความเป็นไปได้ในการนำไวท์มินเนอรัลออยล์กลับมาใช้ใหม่ และช่วยลดมลพิษต่อสิ่งแวดล้อมจากการลดปริมาณไวท์มินเนอรัลออยล์ที่ต้องทำการบำบัด





รูปที่ 1.1 กระบวนการผลิตพอลิโพรพิลีน [22]

ในปัจจุบันยังไม่พบเทคโนโลยีที่เกี่ยวข้องโดยตรงกับการแยกสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลออกจากไวท์มิเนอร์ลออยล์ แต่เทคโนโลยีที่อาจนำมาประยุกต์ใช้ได้และเป็นที่ยอมรับกันมานานแล้วสำหรับนักวิจัย คือ การสังเคราะห์แอลกอฮอล์ (Alcohol) ที่มีโครงสร้างโมเลกุลซับซ้อน เช่น ออกทานอล (Octanol) โดเดคานอล (Dodecanol) เป็นต้น โดยเริ่มต้นจากการสังเคราะห์สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลให้มีโครงสร้างของหมู่อัลคิลเหมือนกันกับโครงสร้างของโมเลกุลของแอลกอฮอล์ที่ต้องการ จากนั้นจึงทำการออกซิไดซ์สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลดังกล่าวให้กลายเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ ซึ่งเมื่อไฮโดรไลซ์สารดังกล่าวต่อไปจะได้ผลิตภัณฑ์แอลกอฮอล์ตามต้องการ [3-5] ประเด็นหลักของแนวทางการผลิตแอลกอฮอล์ดังกล่าวที่จะสามารถนำมาประยุกต์ใช้กับการแยกสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลออกจากไวท์มิเนอร์ลออยล์อยู่ที่ว่าสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลที่ถูกเปลี่ยนสภาพเป็นอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ เมื่อถูกไฮโดรไลซ์ด้วยสารละลายที่มีน้ำเป็นตัวทำละลายเช่น กรดซัลฟูริก กรดซัลฟิวรัส น้ำ เป็นต้น ผลิตภัณฑ์ที่ได้คือแอลกอฮอล์และสารประกอบอะลูมิเนียม (คือ อะลูมิเนียมซัลเฟต (Aluminium sulfate) หากใช้กรดกำมะถัน (Sulfuric acid) ในขั้นตอนการไฮโดรไลซิส [5] ) จะละลายอยู่ในวัฏภาคที่เป็นน้ำทั้งคู่ (ซึ่งเสมือนเป็นการสกัดสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลออกจากไวท์มิเนอร์ลออยล์) ดังแสดงในรูปที่ 1.2 ซึ่งจะทำให้ไวท์มิเนอร์ลออยล์มีความบริสุทธิ์มากยิ่งขึ้นและอาจนำกลับไปใช้หมุนเวียนในหอดูดซึมได้อีก



รูปที่ 1.2 การแยกชั้นของผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากการไฮโดรไลซิส

## 1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

ศึกษาความเป็นไปได้ในการแยกสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลออกจากไวท์มิเนอร์ล ออยล์ด้วยการออกซิเดชันและไฮโดรไลซิส

## 1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ศึกษาวิธีการออกซิเดชันของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลที่มีความเข้มข้นไม่เกิน 7,000 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมในไวท์มิเนอร์ล ออยล์ด้วยอากาศ ที่อุณหภูมิไม่เกิน 150 องศาเซลเซียส โดยใช้ไอโซโพรพานอลที่มีปริมาณไม่เกินร้อยละ 20 โดยน้ำหนักของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลเข้าช่วยในการเกิดปฏิกิริยา
2. ศึกษาวิธีการไฮโดรไลซิสของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลออกไซด์ที่มีความเข้มข้นไม่เกิน 7,000 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมในไวท์มิเนอร์ล ออยล์ด้วยกรดซัลฟูริก ที่มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของกรดซัลฟูริกต่อสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลออกไซด์ในอัตราส่วนไม่เกิน 50 ต่อ 1 และเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่ำกว่า 100 องศาเซลเซียส

## 1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

จากการศึกษาความเป็นไปได้ในทางเทคนิคในการแยกสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลด้วยการออกซิเดชันและไฮโดรไลซิส ยังผลให้เกิด

1. แนวทางการแยกสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลออกจากไวท์มิเนอร์ล ออยล์ เพื่อนำไวท์มิเนอร์ล ออยล์กลับมาใช้ใหม่
2. การลดปริมาณของเสียที่เป็นอันตราย (Hazardous waste)
3. ผลิตภัณฑ์ที่เป็นผลพลอยได้ อันได้แก่ แอลกอฮอล์ และอะลูมิเนียมซัลเฟต

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## 1.5 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

1. สํารวจและคํานวณข้อมูลของงานที่เกี่ยวข้อง
2. วิเคราะห์ปริมาณของอะลูมิเนียมรวมที่อยู่ในรูปของอะลูมิเนียมอัลคิลและอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ในไวท์มิเนอร์ล้อยลต์ที่ได้จากโรงงานอุตสาหกรรม
3. ออกแบบและจัดสร้างอุปกรณ์การทดลอง รวมถึงปรับปรุงให้สามารถทำงานได้อย่างเหมาะสมระหว่างทำการทดลอง
4. ทำการทดลองเพื่อศึกษา
  - 4.1 วิธีการออกซิเดชันของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลที่มีความเข้มข้นไม่เกิน 7,000 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมในไวท์มิเนอร์ล้อยลต์ด้วยอากาศ ที่อุณหภูมิไม่เกิน 150 องศาเซลเซียส โดยการใช้ไอโซไพรพานอลที่มีปริมาณไม่เกินร้อยละ 20 โดยน้ำหนักของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลเข้าช่วยในการเกิดปฏิกิริยา
  - 4.2 วิธีการไฮโดรไลซิสของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่มีความเข้มข้นไม่เกิน 7,000 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมในไวท์มิเนอร์ล้อยลต์ด้วยกรดซัลฟูริก ที่มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของกรดซัลฟูริกต่อสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ในอัตราส่วนไม่เกิน 50 ต่อ 1 และเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่ำกว่า 100 องศาเซลเซียส
5. วิเคราะห์ผลการวิจัย
6. สรุปงานวิจัย

## บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

### 2.1 ไวท์มินเนอรัลออยล์ (White mineral oil)

ไวท์มินเนอรัลออยล์หรือไวท์ออยล์ (White oil) เป็นของผสมไฮโดรคาร์บอนที่มีลักษณะเป็นของเหลวใส ไม่มีสี หรือสีอ่อนมาก รวมถึงไม่มีกลิ่น [6] ในการผลิตไวท์มินเนอรัลออยล์สามารถผลิตได้จากการนำผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการกลั่นน้ำมันปิโตรเลียม ซึ่งมีจุดเดือดใกล้เคียงกับน้ำมันหล่อลื่น มาทำการกลั่นลำดับส่วนเพื่อแยกสารประกอบซัลเฟอร์ สารประกอบไนโตรเจน สารประกอบออกซิเจน สารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา และสารประกอบอะโรมาติก ซึ่งเป็นสารปนเปื้อนที่มีผลต่อการใช้งานไวท์มินเนอรัลออยล์ในอุตสาหกรรมออก [7]

#### 2.1.1 การแบ่งประเภทและสมบัติทางกายภาพของไวท์มินเนอรัลออยล์

ไวท์มินเนอรัลออยล์ที่ใช้กันทั่วไปสามารถแบ่งตามลักษณะการใช้งานได้เป็น 2 ประเภท [7] คือ

(1) ชนิดที่ใช้ในเภสัชกรรม (Pharmaceutical grade) จะมีลักษณะใส ไม่มีสี กลิ่นและรส ไวท์มินเนอรัลออยล์ชนิดนี้จะใช้เป็นส่วนผสมในการทำยา หรือสามารถใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร ดังนั้นไวท์มินเนอรัลออยล์ชนิดนี้จึงต้องผ่านมาตรฐานของ USP (The US Pharmacopeia)

(2) ชนิดที่ใช้ในอุตสาหกรรม (Technical grade) จะมีลักษณะใส ไม่มีสี หรือสีอ่อนมาก ไวท์มินเนอรัลออยล์ชนิดนี้ใช้ในอุตสาหกรรมสิ่งทอ อุตสาหกรรมพลาสติก เป็นต้น

สมบัติทางกายภาพ (Physical properties) ของไวท์มินเนอรัลออยล์แต่ละชนิด แสดงดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของไวท์มิเนอรัลลอยด์ชนิดที่ใช้ในเภสัชกรรมและชนิดที่ใช้ในอุตสาหกรรม [7]

คุณสมบัติ	ชนิดที่ใช้ในเภสัชกรรม (Pharmaceutical grade)	ชนิดที่ใช้ในอุตสาหกรรม (Technical grade)
ค่าความถ่วงจำเพาะ ที่ 15.6 °C/15.6 °C	0.845 – 0.905	0.869 – 0.885
ความหนืดแบบจลน์ ที่ 40 °C (cSt)	38.1	64.50 – 69.70
สีของน้ำมัน (Saybolt Color Unit)	+ 30	+ 20

### 2.1.2 ลักษณะการใช้งานและประโยชน์

ไวท์มิเนอรัลลอยด์ถูกใช้อย่างกว้างขวางโดยเฉพาะชนิดที่ใช้ในอุตสาหกรรม (Technical grade) ถูกใช้ในอุตสาหกรรมเกี่ยวกับพลาสติกโดยใช้เป็นตัว extender และ plasticizer สำหรับในอุตสาหกรรมสิ่งทอไวท์มิเนอรัลลอยด์ถูกใช้เป็นน้ำมันหล่อลื่นของเครื่องจักร ในกระบวนการผลิต นอกจากนี้ยังใช้ในอุตสาหกรรมเครื่องหนัง อุตสาหกรรมกระดาษ ใช้เคลือบเงา รวมถึงเป็นสารที่ใช้ทาภายในตัวแบบ (mould) เพื่อให้สามารถถอดแบบได้ง่าย เป็นต้น สำหรับไวท์มิเนอรัลลอยด์ชนิดที่ใช้ในเภสัชกรรม สามารถนำไปใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร โดยเป็นสารหล่อลื่นในเครื่องจักร ใช้ในอุตสาหกรรมผลิตเครื่องสำอางค์โดยใช้เป็นตัวพื้นฐานในการทำครีม ลิปสติก เป็นต้น และในอุตสาหกรรมที่เกี่ยวข้องกับการทำยา ไวท์มิเนอรัลลอยด์ชนิดนี้ถูกใช้เป็นส่วนผสมในการผลิตยาหม่อง ยาขี้ผึ้ง เป็นต้น [7]

### 2.1.3 คุณสมบัติของไวท์มิเนอรัลลอยด์

#### 2.1.3.1 ค่าความถ่วงจำเพาะ (Specific gravity)

ค่าความถ่วงจำเพาะของน้ำมันเป็นอัตราส่วนของความหนาแน่นของน้ำมันต่อด้วยความหนาแน่นของน้ำที่อุณหภูมิค่าหนึ่ง โดยอุณหภูมิมาตรฐานสำหรับการหาค่าความถ่วงจำเพาะ คือที่ 15.6 องศาเซลเซียส หรือ 60 องศาฟาเรนไฮต์ ในการหาค่าความถ่วงจำเพาะสามารถหาได้โดยอ่านค่าจากไฮโดรมิเตอร์ สำหรับค่าความถ่วง

จำเพาะของน้ำมันสามารถแสดงถึงการปนเปื้อนของน้ำมันเมื่อเปรียบเทียบกับน้ำมันที่บริสุทธิ์หรือน้ำมันที่ไม่ได้ผ่านการใช้งานได้ [7,25]

### 2.1.3.2 ความหนืด (Viscosity)

ค่าความหนืดเป็นการวัดค่าความต้านทานการไหลเนื่องจากแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุล ค่าความหนืดจะสัมพันธ์กับอุณหภูมิ โดยจะมีค่าลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นและเมื่อความดันลดลง การเปลี่ยนแปลงค่าความหนืดของน้ำมันจะมีผลต่อสภาพการใช้งานของน้ำมัน เครื่องมือที่ใช้ในการวัดค่าความหนืดของน้ำมัน คือ Viscometer โดยทั่วไปความหนืดของน้ำมันแบ่งเป็นความหนืดแบบ Saybolt Universal และแบบจลน์ (Kinematic) โดยค่าความหนืดแบบจลน์เป็นค่าความหนืดที่ใช้กันอย่างแพร่หลาย และสามารถวัดได้จากการจับเวลาการไหลของน้ำมันในหลอด capillary ที่อุณหภูมิมาตรฐาน คือที่ 40 องศาเซลเซียส หรือ 100 องศาฟาเรนไฮต์ [7,33]

### 2.1.3.3 สีของน้ำมัน

ไวท์มิเนอรัลออยล์เป็นน้ำมันที่ไม่มีสีหรือมีสีอ่อนมาก ซึ่งสีของน้ำมันสามารถวัดโดยใช้ Saybolt color ซึ่งเป็นค่าที่แสดงความลึกของคอลัมน์ซึ่งเปรียบเทียบกับแผ่นแก้วมาตรฐาน ค่า Saybolt color มีค่าอยู่ในช่วง +30 ซึ่งเป็นค่าแสดงสีของน้ำมันที่อ่อนสุด จนถึง -16 ซึ่งเป็นค่าแสดงสีของน้ำมันที่เข้มที่สุด ถ้าน้ำมันมีสีเข้มและมีค่า Saybolt color ต่ำกว่า -16 สามารถวัดสีของน้ำมันได้โดยใช้ Visual color ซึ่งค่าดังกล่าวเป็นการเปรียบเทียบการทะลุผ่านของแสงหลอดไฟโดยใช้ชุดแผ่นแก้วมาตรฐาน ค่านี้จะมีค่าอยู่ระหว่าง 0 ซึ่งแสงสามารถผ่านได้ ไปจนถึง 8 ซึ่งแสงไม่สามารถผ่านได้ ค่า Visual color ต่ำสุดแสดงว่าสีของน้ำมันอ่อนที่สุด สีของน้ำมันสามารถแสดงถึงคุณภาพของน้ำมัน และแสดงถึงการปนเปื้อนของน้ำมันที่เกิดขึ้นได้ [7,28]

### 2.1.4 ขั้นตอนการผลิตไวท์มิเนอร์ลออยล์ [7]

โดยทั่วไปกระบวนการผลิตไวท์มิเนอร์ลออยล์มี 2 กระบวนการ คือ Acid treatment และ Hydrotreatment

ในขั้นตอนแรกของการผลิตไวท์มิเนอร์ลออยล์ของทั้งสองกระบวนการ ต้องทำการแยกส่วนที่เป็นโมเลกุลเบาออก เช่น ก๊าซโซลีน (Gasoline), แนพทา (Naphtha), เคโรซีน (Kerosene) เป็นต้น ออกจากน้ำมันโดยใช้การกลั่นลำดับส่วน ถ้าน้ำมันดิบที่ใช้มีส่วนประกอบของไข (Wax) ให้ทำการแยกไขออกโดยใช้ตัวทำละลาย เช่น เมทิลเอทิลคีโตน (Methyl ethyl ketone), เมทิลไอโซบิวทิลคีโตน (Methyl iso-butyl ketone) หรือ โทลูอีน (Toluene) เป็นต้น ซึ่งจะได้น้ำมันที่มีจุด pour point ต่ำกว่า  $-15$  องศาเซลเซียส

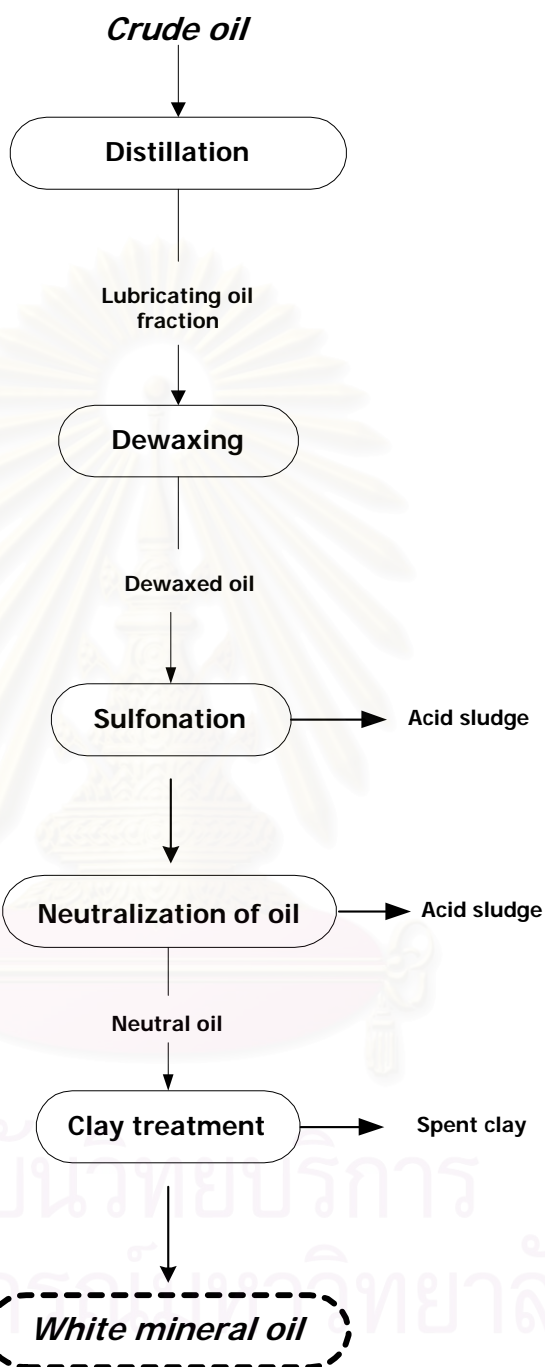
ในการผลิตไวท์มิเนอร์ลออยล์แบบแรก คือ การทำ Acid treatment ดังรูปที่ 2.1 กระบวนการนี้เป็นการแยกสารประกอบอะโรมาติกที่ไม่อิ่มตัวและไม่เสถียรออก ซึ่งสารประกอบดังกล่าวเป็นส่วนที่ไม่บริสุทธิ์ของน้ำมัน กระบวนการนี้จะเกี่ยวข้องกับการแยกไขออกจากน้ำมันด้วยโดยใช้สารประกอบที่มีสภาพเป็นกรด เช่น กรดซัลฟิวริก ก๊าซโซลีนซัลเฟอร์ไตรออกไซด์ (Gasoline sulfur trioxide) และ โอเลียม (Oleum) ในหลายขั้นตอนของกระบวนการ เมื่อสารประกอบดังกล่าวนี้เข้าทำปฏิกิริยาจะทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการขึ้น คือ ตะกอนน้ำมันที่มีสภาพเป็นกรด (Acid sludge) ดังนั้นจึงต้องทำการแยกตะกอนน้ำมันออกก่อนและนำไปผ่านขั้นตอนของการทำให้น้ำมันเป็นกลาง (Neutralization step) ซึ่งขั้นตอนของการทำให้เป็นกลางโดยการใช้สารละลายแอลกอฮอล์ของโซเดียมไฮดรอกไซด์จะทำให้กรดซัลฟอนิก (Sulfonic acid) ที่ละลายอยู่ในน้ำมันซึ่งเกิดจากขั้นตอนแรก ถูกเปลี่ยนให้อยู่ในรูปเกลือของโซเดียม สำหรับน้ำมันที่ถูกทำให้เป็นกลางแล้วจึงนำมาผ่านตัวกรอง Activated Bleaching Earth ได้เป็นไวท์มิเนอร์ลออยล์ตามต้องการ กระบวนการผลิตไวท์มิเนอร์ลออยล์โดยการทำ Acid treatment นี้จะลงทุนค่อนข้างสูง และได้ผลิตภัณฑ์คุณภาพค่อนข้างต่ำ รวมถึงวิธีการนี้ไม่เหมาะกับการผลิตโดยใช้น้ำมันที่ได้จากการกลั่นน้ำมันปิโตรเลียมซึ่งมีความหนืดค่อนข้างสูง



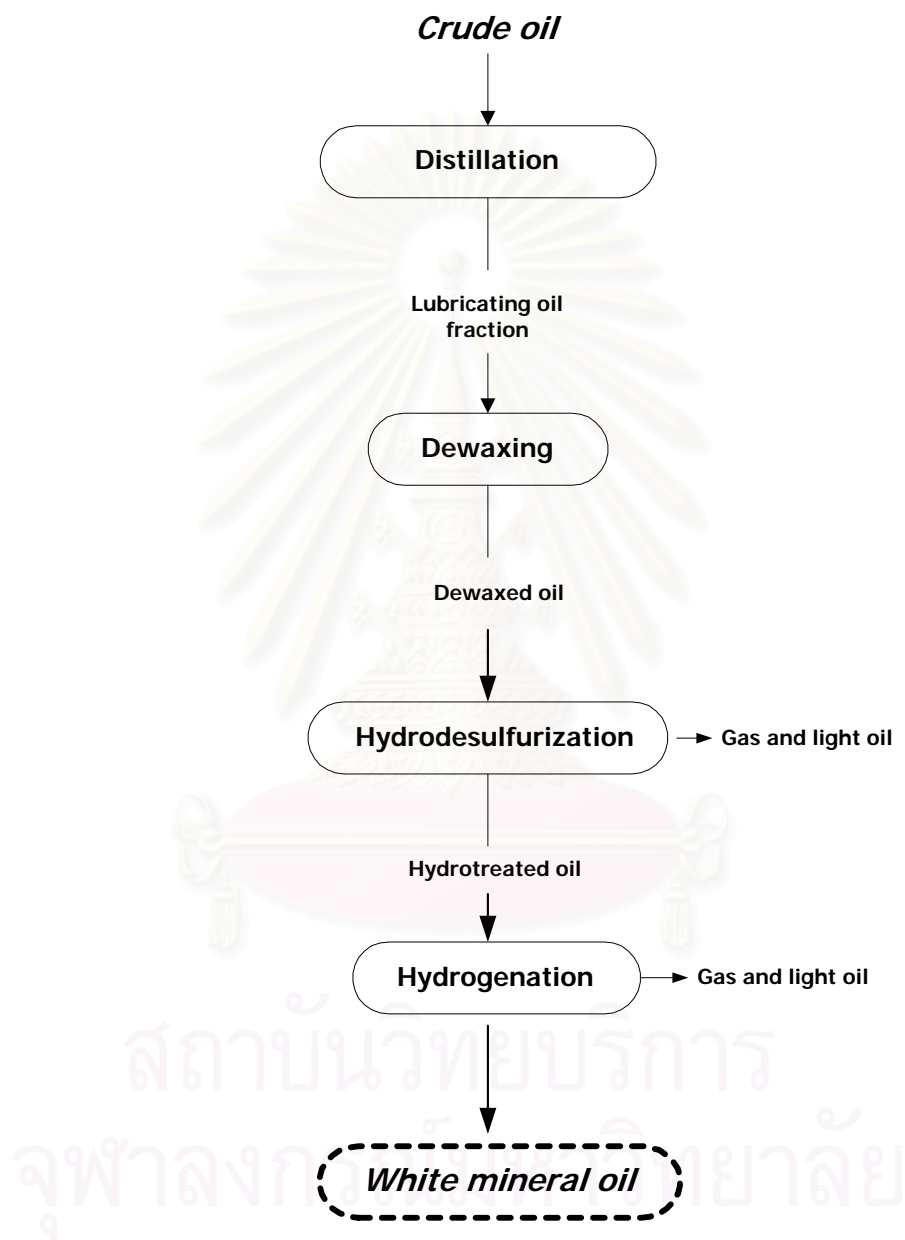
สำหรับอีกกระบวนการหนึ่งในการผลิตไวท์มิเนอร์ลออยล์ คือ Hydrotreatment ดังรูปที่ 2.2 กระบวนการนี้จะช่วยลดปัญหาของเสียด (ตะกอนน้ำมัน) ที่ถูกปล่อยทิ้งและปัญหาสิ่งแวดล้อม นอกจากนี้วิธีการนี้ยังเหมาะสมกับน้ำมันที่ได้จากการกลั่นน้ำมันปิโตรเลียม ซึ่งมีความหนืดค่อนข้างสูง โดยในขั้นตอนแรกนำน้ำมันที่ได้จากการกลั่นน้ำมันปิโตรเลียมและแยกไขออกจากน้ำมันแล้ว มาผ่านขั้นตอน Hydrodesulfurization ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งในขั้นตอนนี้เป็นการแยกไฮโดรเจนซัลไฟด์ (Hydrogen sulfide) ออก หลังจากนั้นทำการแยกสารประกอบที่มีจุดเดือดต่ำออก เพื่อให้ได้น้ำมันที่มีค่าการระเหยและค่าความหนืดตามต้องการ ในขั้นตอนที่สองของกระบวนการนี้คือ Hydrogenation ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา เพื่อแยกสารประกอบไฮโดรคาร์บอนชนิดอะโรมาติกที่อิ่มตัวออกให้หมดได้เป็นไวท์มิเนอร์ลออยล์ตามต้องการ สำหรับการผลิตไวท์มิเนอร์ลออยล์จากกระบวนการนี้เหมาะสำหรับการผลิตไวท์มิเนอร์ลออยล์ชนิดที่ใช้ในแก๊สซากรวม ซึ่งมีคุณภาพที่สูง



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 2.1 กระบวนการผลิตไวท์มินเนอรัลออยล์โดยการทำ Acid treatment [7]

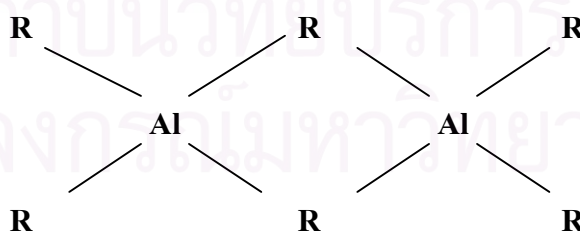


รูปที่ 2.2 กระบวนการผลิตไวท์มินเนอรัลออยล์โดยการทำให้ Hydrotreatment [7]

## 2.2 สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิล (Aluminium alkyl compound)

สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลถูกใช้อย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมพลาสติก โดยใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปฏิกิริยาการเกิดเป็นพอลิเมอร์ ซึ่งได้แก่ สารประกอบไตรอัลคิลอะลูมิเนียม ( $R_3Al$ ), สารประกอบไดอัลคิลอะลูมิเนียมเฮไลด์ ( $R_2AlX$ ) ( โดย X เป็นเฮไลด์), สารประกอบอัลคิลอะลูมิเนียมไดเฮไลด์ ( $RAiX_2$ ), สารประกอบอัลคิลอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ ( $R_2AlOR'$  และ  $RAi(OR')_2$ ) เป็นต้น [8] และจากคุณสมบัติของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลที่เป็นสารประกอบที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยาโดยเฉพาะอย่างยิ่งกับอากาศและน้ำ จึงทำให้สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลทำปฏิกิริยาได้ดีกับออกซิเจนและสามารถถูกติดไฟได้เมื่อสัมผัสกับอากาศ [9] ดังนั้นในการเก็บรักษาสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลจึงควรเก็บไว้ในตัวทำละลายซึ่งไม่ติดไฟเมื่อสัมผัสอากาศ เช่น ตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนอิ่มตัวแบบอะโรมาติก ซึ่งสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลสามารถละลายและไม่ทำปฏิกิริยากับตัวทำละลายดังกล่าว [8]

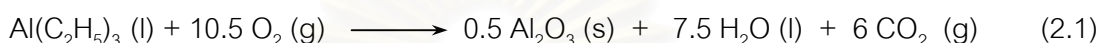
สารประกอบไตรอัลคิลอะลูมิเนียม (Trialkylaluminium compound) มีสถานะเป็นของเหลวไม่มีสี สารประกอบนี้เมื่อมีน้ำหนักโมเลกุลต่ำจะอยู่ในรูปของไดเมอร์ (Dimer) ของสารประกอบอัลคิลโซ่ตรง ดังรูปที่ 2.3 สารประกอบไตรอัลคิลอะลูมิเนียมที่สำคัญในอุตสาหกรรม ได้แก่ ไตรเอทิลอะลูมิเนียม ( $Al(C_2H_5)_3$ ) มีลักษณะเป็นของเหลวที่อุณหภูมิห้อง มีโครงสร้างเป็นแบบไดเมอร์ (Dimeric structure) มีความหนาแน่น 0.832 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร และมีจุดเดือด 194 องศาเซลเซียส สารประกอบไตรเอทิลอะลูมิเนียมนี้ถูกใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตพอลิเมอร์ของกระบวนการซีเกลแนททาพอลิเมอร์ไรเซชัน (Ziegler-Natta Polymerization) [10]



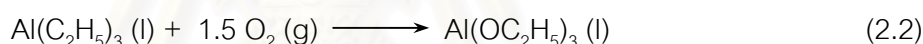
รูปที่ 2.3 โครงสร้างสารประกอบไตรอัลคิลอะลูมิเนียมที่อยู่ในรูปของไดเมอร์ โดย R เป็นหมู่อัลคิล [8]

### 2.2.1 การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation) ของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิล

ตามปกติปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิล เช่น สารประกอบไตรเอทิลอะลูมิเนียม ( $\text{Al}(\text{C}_2\text{H}_5)_3$ ) ในสมการที่ (2.1) จะเป็นปฏิกิริยาที่รุนแรงและเป็นปฏิกิริยาคายความร้อน โดยพบว่าที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารประกอบไตรเอทิลอะลูมิเนียม 1 กิโลกรัมโดยสมบูรณ์ จะคายความร้อนเท่ากับ 45,196 กิโลจูล [11]



แต่สามารถลดความรุนแรงของการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้ภายใต้สภาวะควบคุม เช่น ทำการออกซิไดซ์สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลที่เจือจางในตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอน ซึ่งนอกจากจะลดความรุนแรงของการออกซิเดชันแล้ว ยังเป็นผลให้เกิดผลิตภัณฑ์ที่เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์แทน ดังแสดงในสมการที่ (2.2)

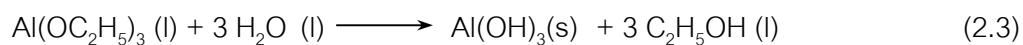


นอกจากนี้ในขั้นตอนของการออกซิเดชันแบบไม่รุนแรงอาจเกิดผลิตภัณฑ์อื่นนอกเหนือจากสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ขึ้นได้ เช่น สารประกอบคาร์บอนิล (Carbonyl) อัลดีไฮด์ (Aldehyde) เอสเทอร์ (Ester) เป็นต้น [12] ซึ่งทำให้เกิดปัญหาการปนเปื้อนของผลิตภัณฑ์ รวมถึงทำให้เกิดความยุ่งยากในการแยกสารปนเปื้อนออก ดังนั้นจึงควรควบคุมขั้นตอนการออกซิเดชันให้มีประสิทธิภาพในการเกิดเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์มากที่สุด

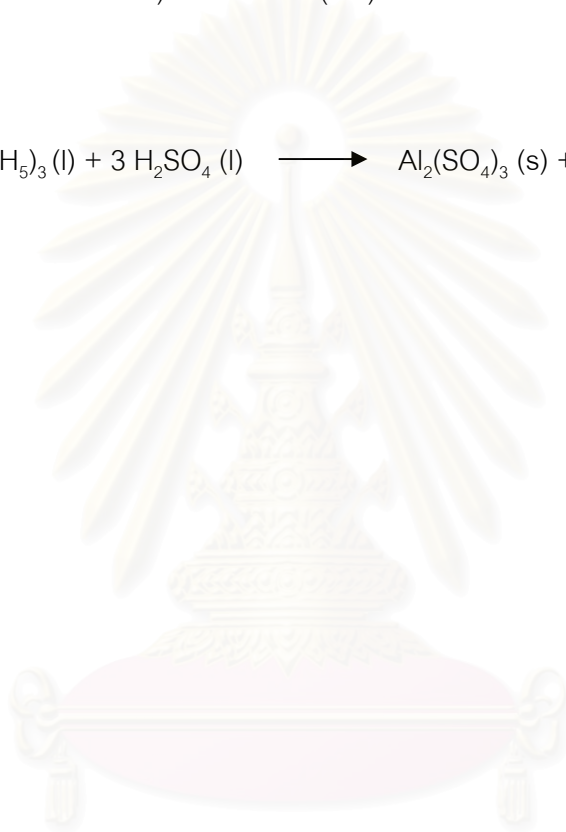
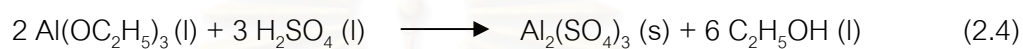
### 2.2.2 การเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) ของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์

การเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ เช่น สารประกอบอะลูมิเนียมเอทอกไซด์ ( $\text{Al}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ ) จะได้ผลิตภัณฑ์คือแอลกอฮอล์และสารประกอบอะลูมิเนียม โดยสารที่นิยมใช้ในการไฮโดรไลซิสของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ ได้แก่ น้ำกรดซัลฟริก (Sulfuric acid) และกรดซัลฟูรัส (Sulfurous acid) ซึ่งสารเหล่านี้จะทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ที่เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมต่างกัน เช่น กระบวนการไฮโดรไลซิสโดยใช้น้ำ จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นแอลกอฮอล์และสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) ดังสมการที่ (2.3) ซึ่งสาร

ประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เกิดขึ้นจะอยู่ในรูปของเจล ทำให้เกิดปัญหาในการแยกแอลกอฮอล์ และสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ [13]



ส่วนกระบวนการไฮโดรไลซิสโดยใช้กรดซัลฟูริก ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะอยู่ในรูปของเกลือของอะลูมิเนียม (อะลูมิเนียมซัลเฟต) ดังสมการที่ (2.4) ซึ่งสามารถทำการแยกผลิตภัณฑ์ออกจากกันได้ง่ายกว่า [13]



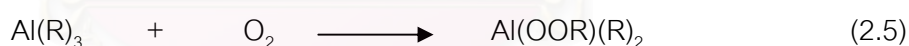
สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## 2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

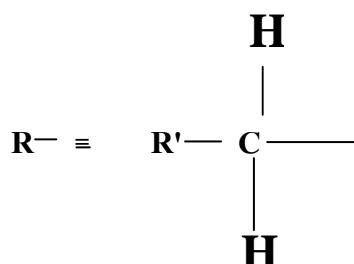
งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิล ส่วนใหญ่เป็นงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการผลิตแอลกอฮอล์จากสารดังกล่าว ซึ่งสามารถแบ่งเป็น

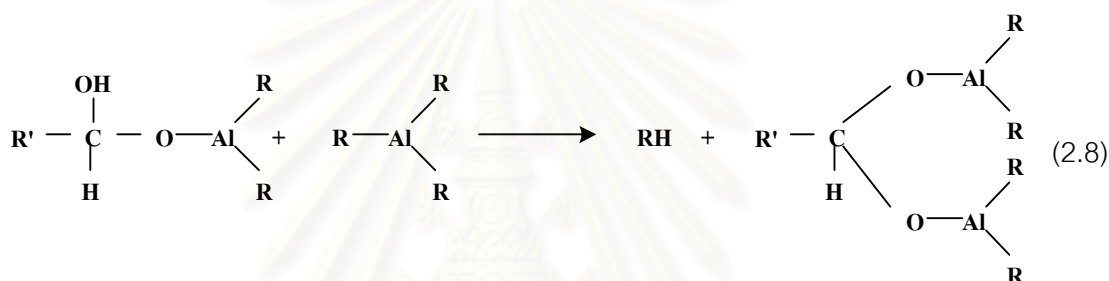
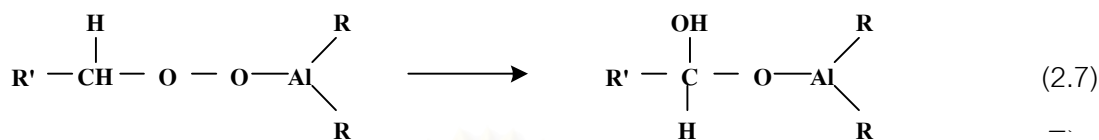
### 2.3.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการออกซิไดซ์สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิล

ในการออกซิไดซ์สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลเพื่อให้ได้เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตแอลกอฮอล์ สามารถทำปฏิกิริยาออกซิเดชันได้โดยไม่ต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา โดยหมู่อัลคิลหมู่ที่ 1 และ 2 จะถูกออกซิไดซ์ได้ง่ายในขณะที่หมู่อัลคิลหมู่ที่ 3 จะเกิดปฏิกิริยาได้ยาก [14] รวมถึงอาจทำให้เกิดผลิตภัณฑ์อื่นนอกเหนือจากสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ หลังจากทำการออกซิเดชันสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลไปประมาณร้อยละ 50 - 60 โดยน้ำหนักของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลทั้งหมด เช่น ในการออกซิไดซ์สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลด้วยอากาศ ที่อุณหภูมิในช่วง 0 ถึง 50 องศาเซลเซียส จะเกิดผลิตภัณฑ์ที่เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์รวมอยู่กับสารประกอบอินทรีย์ เช่น สารประกอบคาร์บอนิล เอสเทอร์ เป็นต้น [12,15] โดยทั่วไปการออกซิเดชันสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลเป็นดังสมการที่ (2.5) และ (2.6) ซึ่งสอดคล้องกับการออกซิเดชันของสารประกอบอินทรีย์ของโลหะ (Metalorganic) เช่น สารประกอบโบรอนอัลคิล



การเกิดอัลดีไฮด์และสารประกอบไฮโดรคาร์บอนสามารถอธิบายได้โดยการเกิด thermal decomposition ของเปอร์ออกไซด์ (peroxide : Al-O-O) ดังสมการที่ (2.7) ถึง (2.9) กำหนดให้





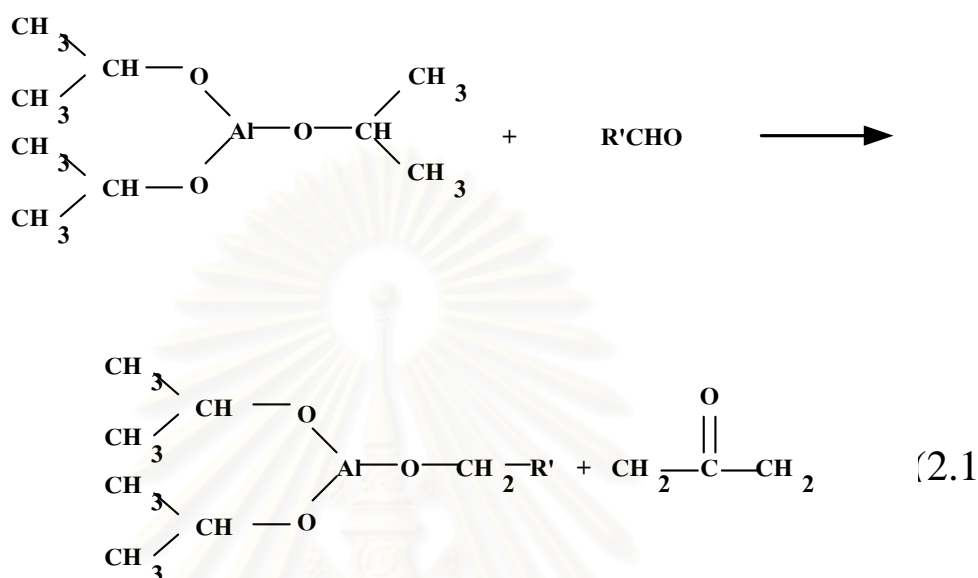
ซึ่งอัลดีไฮด์ที่เกิดขึ้นสามารถเปลี่ยนเป็นเอสเทอร์ (ตามปฏิกิริยา Tishchenko) และเป็นสารประกอบคาร์บอนิลไม่อิ่มตัว (ตามปฏิกิริยา Aldol Condensation) [16]

และเพื่อเป็นการปรับปรุงกระบวนการออกซิเดชันให้มีประสิทธิภาพสูงขึ้น จึงได้มีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเข้าช่วยในการเกิดปฏิกิริยา ได้แก่ การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาออกแกโนไทเทเนท (Organo titanate catalyst) เช่น Tetra-isopropoxy titanium,  $\text{Ti}(\text{n-C}_4\text{H}_9\text{O})_4$ ,  $\text{Ti}(\text{i-C}_3\text{H}_7\text{O})_4$  เป็นต้น เติมเข้าไปในระบบขณะที่สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลถูกออกซิไดซ์ไปประมาณร้อยละ 70 โดยน้ำหนักของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลทั้งหมด [17] หรือขณะที่หมู่อัลคิลสองหมู่แรกของสารประกอบอะลูมิเนียมได้ถูกเปลี่ยนเป็นหมู่อัลคอกไซด์ หรืออาจทำการ



ปรับปรุงขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันโดยทำปฏิกิริยาออกซิเดชันใน 2 ขั้นตอน ในขั้นตอนแรกจะทำการออกซิไดซ์สารประกอบอะลูมิเนียมด้วยอากาศ ซึ่งจะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันเพียงบางส่วนโดยทำให้หมู่อัลคิลสองหมู่แรกเปลี่ยนเป็นหมู่อัลคอกไซด์ และในขั้นตอนนี้จะไม่ทำให้เกิดผลิตภัณฑ์อื่นนอกเหนือจากสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ ส่วนในขั้นตอนที่ 2 ซึ่งเป็นช่วงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันลดลงซึ่งอาจต้องใช้เวลาานาน 2.5-4 ชั่วโมงในการทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันอย่างสมบูรณ์ ดังนั้นจึงทำการออกซิไดซ์ต่อด้วยอากาศและเติมตัวเร่งปฏิกิริยาของสารประกอบไทเทเนียมและสารประกอบโคบอลต์ โดยสารประกอบไทเทเนียม เช่น ไทเทเนียมเตตระคลอไรด์ (Titanium tetrachloride) จะช่วยลดปริมาณของผลิตภัณฑ์อื่นนอกเหนือจากสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ แต่จะทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันลดลง ดังนั้นจึงเติมสารประกอบโคบอลต์ เช่น โคบอลต์แนฟเทเนท (Cobalt naphthenate) เพื่อเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน แต่ในการปรับปรุงปฏิกิริยาออกซิเดชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาอาจทำให้เกิดการปนเปื้อนของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น เช่น เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมเตตระคลอไรด์ในขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน จะส่งผลให้ผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริกมีสารปนเปื้อนของคลอไรด์ (Chloride) และไทเทเนียม (Titanium) รวมอยู่กับอะลูมิเนียมซัลเฟต ซึ่งทำให้ยากต่อการกำจัด [12,14]

นอกจากการปรับปรุงกระบวนการออกซิเดชันสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลด้วยการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาแล้ว ยังสามารถปรับปรุงได้โดยการเติมไอโซโพรพานอล (Isopropanol) [19] ประมาณร้อยละ 5-10 โดยน้ำหนักของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิล เข้าไปในของผสมที่ทำการออกซิเดชันสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลไปแล้วประมาณร้อยละ 80 ถึง 90 โดยน้ำหนักของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลทั้งหมด หรือเติมไอโซโพรพานอลเมื่อตรวจพบผลิตภัณฑ์ร่วม เช่น อัลดีไฮด์ ในของผสมจากขั้นตอนการออกซิเดชันสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิล โดยไอโซโพรพานอลที่เติมเข้าไปจะเข้าทำปฏิกิริยากับสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิล ทำให้เกิดเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมไอโซโพรพอกไซด์และเข้าทำปฏิกิริยากับอัลดีไฮด์ที่เกิดขึ้นได้เป็นอะซิโตน (Acetone) ดังสมการที่ (2.10) และเพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยาระหว่างอะซิโตนและของผสมเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการ จึงควรทำการกำจัดอะซิโตนที่เกิดขึ้นออกจากของผสมโดยให้ความร้อนแก่ของผสมทำให้อะซิโตนระเหยออกไป จากการปรับปรุงด้วยวิธีการข้างต้นพบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการออกซิเดชันจะมีปริมาณของผลิตภัณฑ์นอกเหนือจากสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ลดลง และทำให้ได้ปริมาณของแอลกอฮอล์เพิ่มขึ้นจากขั้นตอนการไฮโดรไลซิสด้วยน้ำกรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid) กรดซัลฟูริก (Sulfuric acid) หรือกรดซัลฟูรัส (Sulfurous acid) [16]



### 2.3.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์

การไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ด้วยน้ำ จะทำให้เกิดผลิตภัณฑ์เป็นแอลกอฮอล์และสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (Aluminium hydrate) ที่มีลักษณะเป็นเจล อยู่ระหว่างชั้นของแอลกอฮอล์ด้านบนและชั้นของน้ำทางด้านล่าง จึงได้มีการศึกษาปรับปรุงขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสให้มีประสิทธิภาพสูงขึ้น ได้แก่ การใช้แอลกอฮอล์ที่มีมวลโมเลกุลค่อนข้างต่ำในการสกัดแยกแอลกอฮอล์และสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ [4] เช่น ใช้ของเหลวผสมระหว่างนอร์มอลบิวทานอล (n-butanol) และน้ำในอัตราส่วนโดยปริมาตรของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ต่อนอร์มอลบิวทานอลเป็น 1 : (0.6-2) : (0.7-4.5) เข้าทำการไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ พบว่าแอลกอฮอล์ที่เกิดขึ้นจะละลายอยู่ในบิวทานอลทันที และจะเคลื่อนที่ไปอยู่ด้านบนของบิวทานอล ส่วนสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีลักษณะเป็นเจลจะดูดซึมแอลกอฮอล์บางส่วน ซึ่งเมื่อเคลื่อนที่ผ่านชั้นของบิวทานอลลงมาจะทำให้แอลกอฮอล์ถูกแยกออกไป แล้วจึงทำการกรองแยกสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ หรืออาจทำการปรับปรุงโดยเปลี่ยนสารเข้าทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเป็นสารประเภทเกลือ [3] ได้แก่ เกลือ

ของแอมโมเนีย เกลือของโซเดียม กรดไฮโดรคลอริก กรดซัลฟูริก กรดฟอสฟอริก กรดซัลฟูรัส [13] เป็นต้น ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150-250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30-60 นาที จะทำให้เกิดแอลกอฮอล์แยกชั้นอยู่ด้านบนและชั้นของสารละลายของเกลือแยกชั้นอยู่ด้านล่างโดยมีสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์อยู่ในชั้นล่าง ซึ่งสามารถแยกสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ออกจากสารละลายของเกลือด้วยการกรองหรือตกตะกอน นอกจากนี้ N.D. Guzick และ J.H. McCarthy [5] ได้ทำการศึกษาหาเทคนิคที่เหมาะสมในการไฮโดรไลซ์สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ โดยให้สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์และกรดซัลฟูริกในอัตราส่วน 1 ต่อ 5 โดยน้ำหนักผ่าน Centrifugal pump reactor-contactor ทำให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส และส่งไปยังถังพักเพื่อแยกวัฏภาคแอลกอฮอล์ออกไป แล้วทำการเติมกรดซัลฟูริกอีกครั้งในถังพักที่ 2 เพื่อให้เกิดกระบวนการไฮโดรไลซิสอย่างสมบูรณ์ หลังจากนั้นทำการปรับสภาพแอลกอฮอล์ด้วยแอมโมเนียไฮดรอกไซด์ (Ammonium hydroxide) หรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide) วิธีดังกล่าวสามารถป้องกันการเกิดเจลของสารประกอบอะลูมิเนียมที่เป็นผลิตภัณฑ์ได้ รวมถึงช่วยลดการสูญเสียแอลกอฮอล์ที่ถูกดูดซับอยู่ในเจล



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

#### 3.1 สารตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง

สารตัวอย่างหลักที่ใช้ในการทดลอง คือ ไวท์มีเนอรัลลอยด์ที่ผ่านการใช้งานเป็นตัวดูดซับสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลในกระบวนการผลิตเม็ดพลาสติกโพลิโพรพิลีน

##### 3.1.1 ไวท์มีเนอรัลลอยด์บริสุทธิ์

ไวท์มีเนอรัลลอยด์บริสุทธิ์ที่โรงงานใช้จะมีลักษณะเป็นของเหลวใส ไม่มีสี และกลิ่น มีสมบัติดังตารางที่ 3.1 ซึ่งน้ำมันที่ใช้เป็นชนิดที่ใช้ในเภสัชกรรม (Pharmaceutical grade)

ตารางที่ 3.1 สมบัติไวท์มีเนอรัลลอยด์บริสุทธิ์

สมบัติ	ผลการทดสอบ	วิธีทดสอบ
ความต้วงจำเพาะ	0.863 @ 40°C/15.6 °C	ดูภาคผนวก ข.
ความหนืด	64.5 - 69.7 cSt @ 40 °C	
ปริมาณอะลูมิเนียม	340 – 360 SUS @ 100 °F	
สีของน้ำมัน	0 mg/kg น้ำมัน + 30 Saybolt color	

##### 3.1.2 ไวท์มีเนอรัลลอยด์ที่ใช้แล้วจากโรงงาน

ไวท์มีเนอรัลลอยด์จากโรงงานมีลักษณะเป็นของเหลวขุ่นสีขาว ความหนืดค่อนข้างมากเนื่องจากการปนเปื้อนของอนุภาคขนาดเล็กของโพลิโพรพิลีนเป็นจำนวนมาก สมบัติของน้ำมันภายหลังการกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 4 (ซึ่งมีขนาดรูพรุนประมาณ 20 – 25 ไมครอน) แสดงได้ในตารางที่ 3.2 (วิธีทดสอบดังภาคผนวก ข.)

ตารางที่ 3.2 สมบัติของไวมินเนอรัลลอยด์ที่ใช้แล้วจากโรงงานที่ผ่านการกรอง

สมบัติ	ผลการทดสอบ
ความถ่วงจำเพาะ	0.873 @ 40°C/15.6°C
ความหนืด	79.10 cSt @ 40 °C 367 SUS @ 100 °F
ปริมาณอะลูมิเนียม	7,179 mg/kg น้ำมัน

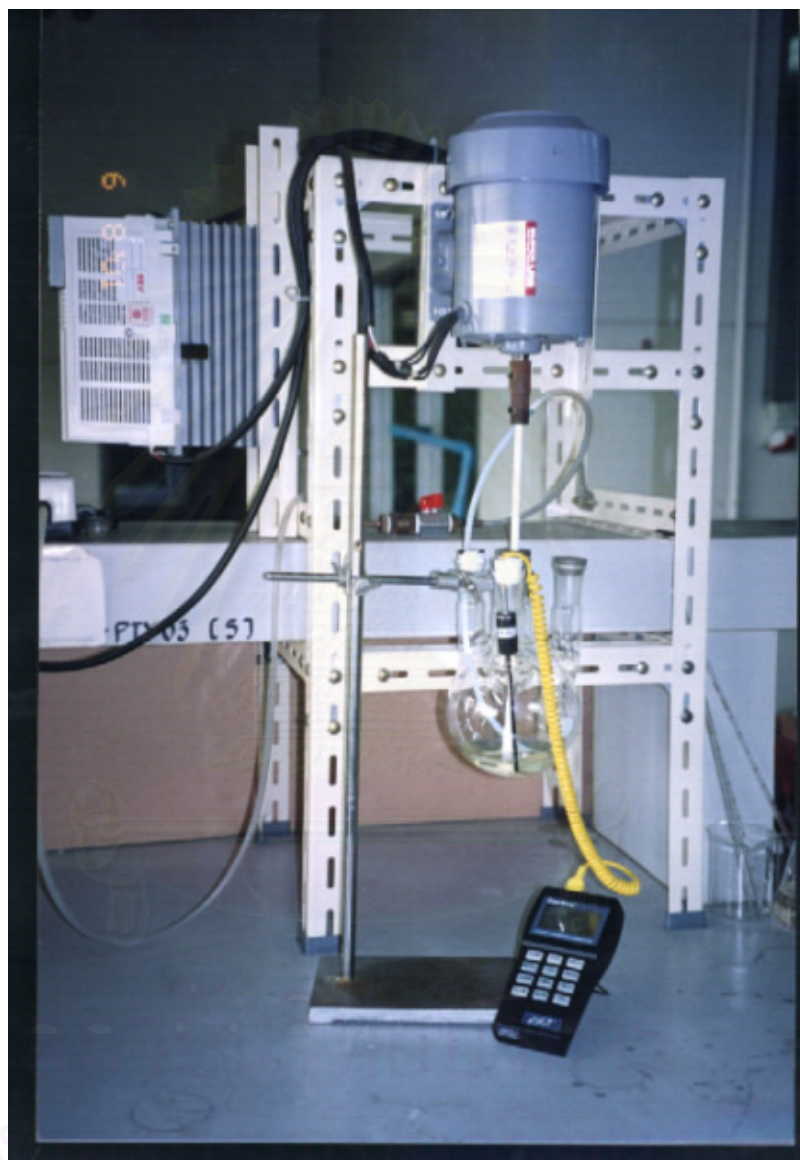
เมื่อเปรียบเทียบสมบัติระหว่างไวมินเนอรัลลอยด์จากโรงงานที่ผ่านการกรองกับไวมินเนอรัลลอยด์บริสุทธิ์ พบว่าไวมินเนอรัลลอยด์ที่ใช้แล้วจากโรงงานจะมีทั้งความถ่วงจำเพาะและความหนืดที่สูงกว่า ทั้งนี้เป็นผลจากปริมาณสารประกอบอะลูมิเนียมที่เจือปนอยู่และการปนเปื้อนของอนุภาคพอลิโพรพิลีนที่มีขนาดเล็กพอที่จะหลุดรอดจากการกรองได้

นอกจากนี้ยังพบว่าตัวอย่างที่ได้จากโรงงานมีน้ำเจือปนอยู่ โดยสังเกตได้จากเมื่อทำการทดสอบเบื้องต้นด้วยการนำตัวอย่างน้ำมันมาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส (หมายเหตุ: จุดเดือดของน้ำ 100 องศาเซลเซียส และไวมินเนอรัลลอยด์บริสุทธิ์มีจุดเดือด 293 องศาเซลเซียส) เป็นเวลา 30 นาที ในอุปกรณ์การกลั่น จะพบหยดน้ำที่เกิดจากการกลั่นตัวของไอระเหยจกน้ำมันเกาะอยู่ที่คอขวดก้นกลม ซึ่งคาดว่าน้ำที่เจือปนนี้เกิดจากการที่ตัวอย่างน้ำมันที่ใช้ในการวิจัยถูกออกซิไดซ์ด้วยอากาศจากทางโรงงาน ทำให้สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลส์ส่วนหนึ่งถูกออกซิไดซ์อย่างสมบูรณ์ และเปลี่ยนรูปเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมออกไซด์ และมีน้ำเป็นผลิตภัณฑ์ร่วม ดังสมการที่ 4.3 ดังนั้นจึงทำให้น้ำมันตัวอย่างที่ใช้ในการวิจัยนี้มีส่วนผสมของน้ำปนอยู่

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### 3.2 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลองแสดงในภาคผนวก ก. และประกอบเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการทดลองดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

### 3.3 ขั้นตอนการทดลอง

#### 3.3.1 ขั้นตอนการไฮโดรไลซิสน้ำมันที่ได้จากทางโรงงาน

นำตัวอย่างน้ำมันจากทางโรงงานที่ผ่านการกรองจำนวน 100 มิลลิลิตร บรรจุลงในขวดก้นกลมพร้อมอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.1 มาทำการไฮโดรไลซิสเพียงอย่างเดียว ด้วยกรดซัลฟูริกมีความเข้มข้น 98 เปอร์เซ็นต์ ปริมาตร 2 มิลลิลิตร ที่ความเร็วรอบการกวนคงที่ 200 รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 15, 30, 60, 90 และ 180 นาที เพื่อหาระยะเวลาที่ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์เข้าสู่สมดุล ซึ่งสภาวะดังกล่าวจะถูกนำไปใช้ในการพิจารณาผลการเปลี่ยนแปลงของปฏิกิริยาออกซิเดชันต่อไป

#### 3.3.1 ขั้นตอนการออกซิเดชันสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิล

ในส่วนแรกเป็นการนำไวท์มิเนอรอลออยล์จากโรงงานที่ผ่านการกรองมาผ่านขั้นตอนการออกซิเดชันด้วยอากาศ เพื่อเปลี่ยนสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์

นำตัวอย่างน้ำมันที่ผ่านการกรองจำนวน 100 มิลลิลิตร บรรจุลงในขวดก้นกลมพร้อมอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.1

ทำการบันทึกค่าอุณหภูมิเริ่มต้นของน้ำมัน จากนั้นปรับเครื่องปรับความเร็วรอบของใบพัดกวนให้มีความเร็วรอบตามต้องการ (โดยในการทดลองนี้จะทำการปั่นกวนที่ความเร็วรอบเท่ากับ 100, 200 และ 300 รอบต่อนาที ตามลำดับ) และทำการเปิดเครื่องพ่นอากาศ โดยให้อากาศที่ไหลเข้าไปในขวดก้นกลมมีอัตราการไหลคงที่เท่ากับ 10 มิลลิลิตรต่อวินาที แล้วทำการกวนน้ำมันเป็นเวลา 15, 30, 60 และ 90 นาที ตามลำดับ เมื่อครบตามเวลาที่กำหนดให้นำท่อพ่นอากาศออก แล้วจึงเริ่มขั้นตอนการไฮโดรไลซิส

ในกรณีที่มีการเติมไอโซโพรพานอลในขั้นตอนการออกซิเดชัน ทำการเติมสารดังกล่าวในปริมาณเท่ากับ 0.2 มิลลิลิตรเมื่อทำการออกซิเดชันสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลไปเป็นเวลา 2 ใน 3 ของเวลาทั้งหมดที่ใช้ในการออกซิเดชันในแต่ละการทดลอง กล่าวคือ เมื่อกำหนดให้ทำการกวนน้ำมันเป็นเวลาทั้งหมด 15, 30, 60 และ 90 นาที จะทำการเติมไอโซโพรพานอลหลังจากทำการออกซิเดชันไปแล้วเป็นเวลา 10, 20, 40 และ 60 นาที ตามลำดับ

### 3.3.2 ขั้นตอนการไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์

น้ำมันที่ได้จากขั้นตอนการออกซิเดชันนำมาผ่านขั้นตอนการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริก ซึ่งทำให้สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ทำปฏิกิริยาได้เป็นสารประกอบอะลูมิเนียม ซัลเฟต

โดยนำน้ำมันที่ผ่านขั้นตอนการออกซิเดชันแล้วมาเติมกรดซัลฟูริกความเข้มข้น 98 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ปริมาตร 1 หรือ 2 มิลลิลิตร แล้วแต่รูปแบบการทดลอง ตามลำดับ แล้วทำการกวนที่ความเร็วรอบของใบพัดกวน 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 15, 30, 60 และ 90 นาที ตามลำดับ ให้ทำการบันทึกค่าอุณหภูมิสูงสุดขณะทำการไฮโดรไลซิส รวมถึงอุณหภูมิสิ้นสุดของการทดลอง

### 3.3.3 ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์

เมื่อทำการไฮโดรไลซิสเสร็จสิ้นแล้ว ทำการเทน้ำมันและตะกอนทั้งหมดลงในกระบอกตวงเพื่อวัดปริมาตรน้ำมันที่เหลืออยู่ และปล่อยให้ตะกอนตกลงด้านล่างของกระบอกตวง น้ำมันด้านบนเก็บในภาชนะปิด เพื่อนำไปวิเคราะห์ปริมาณอะลูมิเนียมที่คงเหลืออยู่ในน้ำมันตามวิธีในภาคผนวก ข ต่อไป และนำเสนอในรูปแบบกราฟความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละโดยน้ำหนักของอะลูมิเนียมที่ลดลงกับตัวแปรต่างๆในการทดลอง โดยปริมาณอะลูมิเนียมที่ลดลงสามารถคำนวณได้จากผลต่างระหว่างปริมาณอะลูมิเนียมที่วิเคราะห์จากน้ำมันที่ไม่ได้ผ่านการทำปฏิกิริยาและปริมาณอะลูมิเนียมที่วิเคราะห์จากน้ำมันที่ผ่านขั้นตอนการทดลอง ซึ่งปริมาณอะลูมิเนียมที่ลดลงจากน้ำมันจะอยู่ในรูปของสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟตที่สามารถตกตะกอนและแยกตัวออกจากน้ำมันได้

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



## บทที่ 4

### ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล

จากการศึกษาการแยกสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลออกจากไวท์มิเนอร์อัลลอยด์ ด้วยการออกซิเดชัน เพื่อเปลี่ยนสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลให้เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์แล้วจึงทำการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริก เราอาจแบ่งการพิจารณาออกเป็นสองขั้นตอนหลัก คือ การออกซิเดชันและการไฮโดรไลซิส ซึ่งในขั้นตอนแรกจะทำการพิจารณาในส่วนของการไฮโดรไลซิส โดยทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสน้ำมันที่ผ่านการกรองเพียงอย่างเดียว โดยไม่ผ่านขั้นตอนการออกซิเดชัน เพื่อแสดงให้เห็นถึงปริมาณสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่มีอยู่ในน้ำมันจากทางโรงงานที่สามารถทำปฏิกิริยาได้เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟต รวมถึงสภาวะการไฮโดรไลซิสที่เหมาะสมเพื่อนำไปใช้ในการพิจารณาผลของการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นในการออกซิเดชันสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิล ในส่วนที่สองเป็นการศึกษาผลของสภาวะการออกซิเดชันต่อการเปลี่ยนสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลไปเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์

#### 4.1 การไฮโดรไลซิส

จากการทดลองโดยนำน้ำมันที่ผ่านการกรองมาผ่านขั้นตอนไฮโดรไลซิส จะทำให้สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่ผสมอยู่ในน้ำมันถูกไฮโดรไลซ์ด้วยกรดซัลฟูริกได้เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟตตกตะกอนลงมา ดังสมการที่ (4.1) [13]



โดยตะกอนที่เกิดขึ้นจะมีลักษณะเป็นเม็ดสีน้ำตาล และตกตะกอนลงมาเมื่อหยุดการกวน ทำให้สามารถแยกสารประกอบอะลูมิเนียมออกจากน้ำมันในรูปของสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟต ซึ่งเมื่อทำการทดสอบความเข้มข้นของอะลูมิเนียมที่คงเหลือในน้ำมันภายหลังการไฮโดรไลซิสก็จะพบว่ามีความต่ำลงในทุกกรณี โดยอะลูมิเนียมที่ลดลงจะอยู่ในรูปของสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟตที่สามารถตกตะกอนได้ ในการศึกษาการไฮโดรไลซิสนี้ได้แบ่งปัจจัยที่ทำการศึกษาออกเป็น

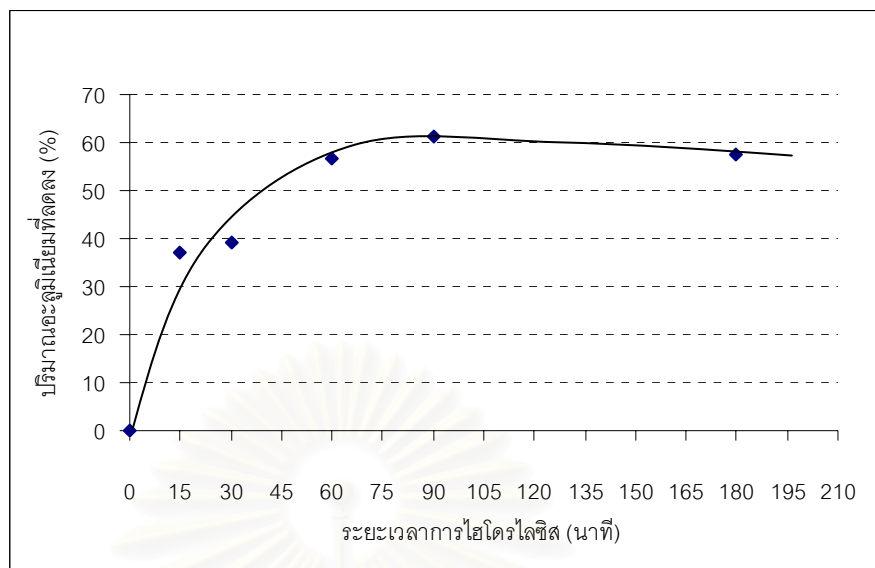
#### 4.1.1 ระยะเวลาการไฮโดรไลซิส

สำหรับการศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการกวนของปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ได้ทำการไฮโดรไลซีน้ำมันจากทางโรงงานเพียงขั้นตอนเดียว ด้วยการเติมกรดซัลฟูริกความเข้มข้นร้อยละ 98 โดยน้ำหนักในปริมาณเท่ากับ 2 มิลลิลิตรในน้ำมันจำนวน 100 มิลลิลิตร ซึ่งปริมาณกรดซัลฟูริกที่เติมในน้ำมันเป็นปริมาตรที่พอดีกับการเกิดปฏิกิริยา โดยสมมติว่าอะลูมิเนียมทั้งหมดอยู่ในรูปของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ตามการคำนวณจากปริมาณมวลสารสัมพันธ์ (ดูวิธีการคำนวณในภาคผนวก ค. ) และทำการไฮโดรไลซิสด้วยความเร็วรอบการกวน 200 รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 15, 30, 60, 90, และ 180 นาที ตามลำดับ จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาการไฮโดรไลซิสกับปริมาณอะลูมิเนียมที่ลดลง ดังรูปที่ 4.1 พบว่าร้อยละอะลูมิเนียมที่ลดลงซึ่งเป็นผลจากการตกตะกอนของสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟตจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วในช่วงแรก เนื่องจากโดยทั่วไปอัตราการเกิดปฏิกิริยา (r) เป็นฟังก์ชันกับความเข้มข้น (C), อุณหภูมิ (T) และความดัน (P)

$$r = f(C,T,P) \quad (4.2)$$

ซึ่งในระบบดังกล่าวอัตราการเกิดปฏิกิริยาจะสัมพันธ์กับความเข้มข้นของกรดซัลฟูริกและสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ โดยในระยะแรกกรดซัลฟูริกจะเข้าทำปฏิกิริยากับสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ด้วยอัตราการเกิดปฏิกิริยาอย่างรวดเร็ว และทำให้เกิดตะกอนของสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟตแยกตัวออกมา ส่งผลให้ปริมาณอะลูมิเนียมในน้ำมันลดลงอย่างรวดเร็ว

และเมื่อระยะเวลาการไฮโดรไลซิสเพิ่มสูงขึ้นมากกว่า 60 นาที เป็นผลให้ร้อยละการลดลงของอะลูมิเนียมเริ่มคงที่ เนื่องจากเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสนานพอให้ปฏิกิริยาระหว่างสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์และกรดซัลฟูริกเข้าสู่สมดุล



รูปที่ 4.1 ผลของระยะเวลาการไฮโดรไลซิสต่อร้อยละอะลูมิเนียมที่เหลือ โดยทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ที่ความเร็วรอบการปั่นกววน 200 รอบต่อนาที

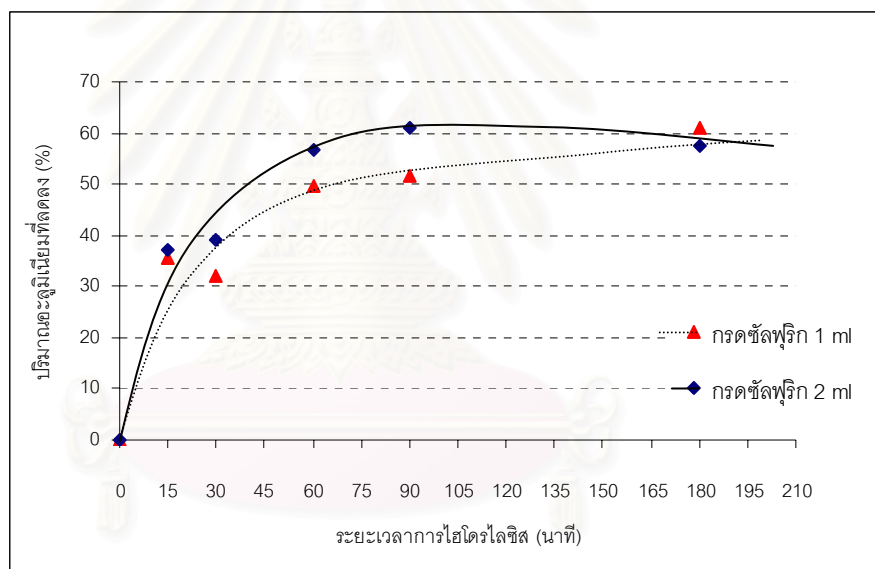
ผลการทดลองพบว่า มีเพียงร้อยละ 60 ของสารประกอบอะลูมิเนียมที่ถูกแยกออกจากน้ำมันโดยการไฮโดรไลซิสและตกตะกอนในรูปของสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟต การที่สารประกอบอะลูมิเนียมส่วนที่เหลือไม่ถูกแยกออก เนื่องจากมีความเป็นไปได้ว่าในน้ำมันจากทางโรงงานมีปริมาณของสารประกอบอะลูมิเนียมในรูปของอัลคอกไซด์ประมาณร้อยละ 60 ของปริมาณอะลูมิเนียมทั้งหมดที่วิเคราะห์ได้จากน้ำมัน ซึ่งสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่พบเกิดจากทางโรงงานได้มีการออกซิเดชันน้ำมันก่อนนำส่งออกจากโรงงาน เพื่อป้องกันอันตรายจากสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่อาจเกิดปฏิกิริยารุนแรงกับอากาศ เป็นผลให้สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์เปลี่ยนเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์และเข้าทำปฏิกิริยากับกรดซัลฟูริกได้ ส่วนปริมาณอะลูมิเนียมที่เหลืออยู่ในน้ำมันอาจเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่เหลือจากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันจากทางโรงงาน รวมถึงอาจเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรตซึ่งเกิดจากการรวมตัวของอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์และน้ำที่ปนเปื้อนในน้ำมันตัวอย่าง [22] (ดังสมการที่ 4.3)



เกิดเป็นสารประกอบไฮดรตซึ่งมีลักษณะเป็นเจล และสามารถสังเกตพบในน้ำมันที่ผ่านการทดลองและได้ทิ้งไว้เป็นระยะเวลาประมาณ 3 เดือน

#### 4.1.2 ปริมาณกรดซัลฟูริก

ในการศึกษาผลของปริมาณกรดซัลฟูริกที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ในน้ำมัน โดยนำน้ำมันที่ผ่านการกรองมาเติมกรดซัลฟูริกปริมาณ 1 และ 2 มิลลิลิตร ตามลำดับ แล้วทำการกวนด้วยความเร็วรอบคงที่ 200 รอบต่อนาที ได้ผลดังรูปที่ 4.2 และตารางผลการทดลองที่ ง.2 โดยพบว่า อัตราการเกิดปฏิกิริยาเมื่อใช้กรดซัลฟูริก 1 มิลลิลิตรจะต่ำกว่าในกรณีที่ใช้กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร แต่ปริมาณกรดที่ต่างกันไม่ส่งผลต่อปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้เมื่อเข้าสู่สมดุล ดังจะเห็นได้จากปริมาณการลดลงของอะลูมิเนียมที่เกิดจากการตกตะกอนในรูปของสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟตจะใกล้เคียงกันเมื่อทำปฏิกิริยาเป็นระยะเวลานานๆ



รูปที่ 4.2 ผลของระยะเวลาการไฮโดรไลซิสน้ำมันต่อร้อยละอะลูมิเนียมที่ลดลง โดยทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสน้ำมันเพียงอย่างเดียวด้วยกรดซัลฟูริก 1 และ 2 มิลลิลิตร ที่ความเร็วรอบการกวน 200 รอบต่อนาที

เนื่องจากโดยทั่วไปอัตราการเกิดปฏิกิริยาเป็นฟังก์ชันกับความเข้มข้น อุณหภูมิ และความดัน ดังสมการที่ 4.2 ซึ่งในปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์นี้ อัตราการเกิดปฏิกิริยาจะเป็นฟังก์ชันกับความเข้มข้นของกรดซัลฟูริก เมื่อปริมาณกรดซัลฟูริกที่เข้าทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นจึงมีผลทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นเช่นกัน และทำให้เกิดเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟตตกตะกอนแยกออกจากน้ำมันได้เพิ่มขึ้น

และเมื่อระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเพิ่มขึ้น ปริมาณอะลูมิเนียมจะใกล้เคียงกัน โดยมีความเป็นไปได้ว่าปริมาณสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่มีอยู่จะสมมูลกับกรดซัลฟูริก 1 มิลลิลิตร ซึ่งหมายความว่า การใช้กรดในปริมาณที่มากกว่า 1 มิลลิลิตร ทำให้มีกรดในระบบมากเกินไป ดังนั้นไม่ว่าจะเพิ่มปริมาณกรดเป็นเท่าใดก็ตาม ก็จะไม่ส่งผลต่อปริมาณของสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟตที่เกิดขึ้น และต่อปริมาณอะลูมิเนียมที่ลดลงจากการเกิดสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟตดังกล่าว



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## 4.2 การออกซิเดชัน

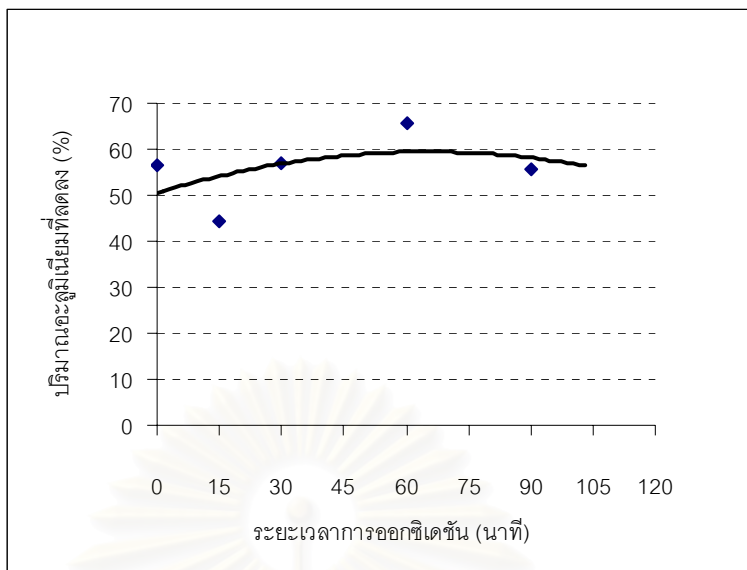
ถึงแม้ว่าในน้ำมันตัวอย่างจะมีสารประกอบอะลูมิเนียมในรูปของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์มากถึงประมาณร้อยละ 60 ของสารประกอบอะลูมิเนียมทั้งหมดแล้วก็ตาม การออกซิเดชันจะช่วยเปลี่ยนสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลให้กลายเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์เพิ่มมากขึ้น ตามสมการที่ 4.4



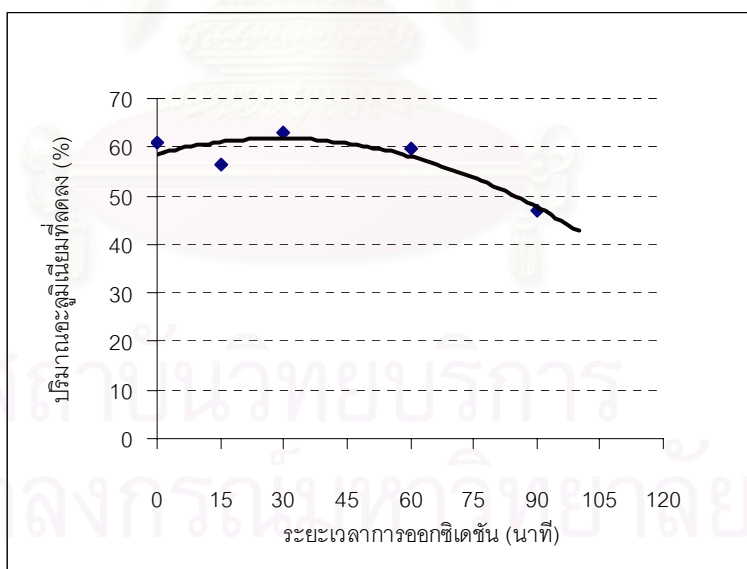
เนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่คาดว่าจะเกิดจากการออกซิเดชัน คือ สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์นั้นไม่สามารถทำการวัดปริมาณได้โดยตรงภายหลังการออกซิเดชัน เนื่องจากมีสภาพเป็นสารละลายในน้ำมัน ดังนั้นการทดลองนี้จึงอาศัยการไฮโดรไลซิสเพื่อเปลี่ยนสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ให้เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟตซึ่งสามารถตกตะกอนแยกออกจากน้ำมัน จากนั้นจึงวิเคราะห์ปริมาณอะลูมิเนียมที่ลดลงไป เพื่อบ่งบอกถึงปริมาณสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่เกิดจากการออกซิเดชัน

### 4.2.1 ระยะเวลาการออกซิเดชัน

ในการศึกษาผลของระยะเวลาที่ใช้ในการออกซิเดชันไวท์มินเนอร์ล้อยล์ โดยนำน้ำมันที่ผ่านการกรองจำนวน 100 มิลลิลิตร มาทำการออกซิเดชันด้วยการเติมอากาศ ด้วยอัตราเร็วการกวนคงที่ เป็นระยะเวลา 15, 30, 60 และ 90 นาที ตามลำดับ หลังจากนั้นจึงทำการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ที่ความเร็วรอบการกวนคงที่ 200 รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 60 นาที ที่อุณหภูมิห้อง จะพบว่าปริมาณอะลูมิเนียมที่ถูกกำจัดออกจากน้ำมันจากการตกตะกอนในรูปสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟตจะขึ้นกับเวลาที่ใช้ในการออกซิเดชัน โดยมีแนวโน้มที่เพิ่มสูงขึ้นเมื่อเพิ่มเวลาการออกซิเดชัน จากนั้นจะลดต่ำลงเมื่อทำการออกซิเดชันเป็นระยะเวลานานขึ้น ดังเห็นได้จากรูปที่ 4.3-4.4 และตาราง ที่ 1



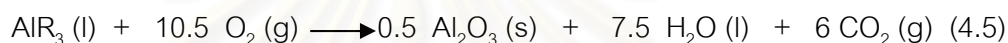
รูปที่ 4.3 ผลของระยะเวลาการออกซิเดชันต่อร้อยละอะลูมิเนียมที่เหลือ โดยทำการออกซิเดชันที่ อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการไหลอากาศ 10 มิลลิลิตรต่อวินาที ความเร็วการปั่นกวน 100 รอบต่อนาที และต่อด้วยการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ด้วยความเร็วรอบการ กวน 200 รอบต่อนาที ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 60 นาที



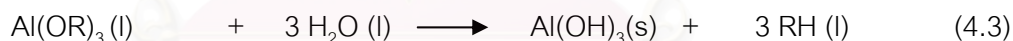
รูปที่ 4.4 ผลของระยะเวลาการออกซิเดชันต่อร้อยละอะลูมิเนียมที่เหลือ โดยทำการออกซิเดชันที่ อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการไหลอากาศ 10 มิลลิลิตรต่อวินาที ความเร็วการปั่นกวน 100 รอบต่อนาที และต่อด้วยการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ด้วยความเร็วรอบการ กวน 200 รอบต่อนาที ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 90 นาที

ตามปกติหากทำการป้อนอากาศเข้าสู่ระบบด้วยอัตราที่คงที่ ระยะเวลาของการออกซิเดชันที่นานขึ้นจะทำให้ออกซิเจนที่เข้าทำปฏิกิริยากับสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลมีปริมาณสูงขึ้น ปฏิกิริยาออกซิเดชันบางส่วนของออกซิเดชันกับสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิล (Partial oxidation) ดังสมการที่ (4.4) จะเกิดมากขึ้นซึ่งจะทำให้ปริมาณอะลูมิเนียมในน้ำมันลดลงหลังจากผ่านการไฮโดรไลซิส

อย่างไรก็ดีในการทดลองพบว่าผลการทดลองเป็นไปตามที่กล่าวมาข้างต้นเพียงช่วงต้นของการออกซิเดชันเท่านั้น เมื่อทำการออกซิเดชันเป็นระยะเวลานานจะส่งผลด้านลบต่อการเกิดสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากความเข้มข้นออกซิเจนมีมากขึ้นส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาร่วม คือ ปฏิกิริยาออกซิเดชันสมบูรณ์ (Fully oxidation) ของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลได้เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมออกไซด์และน้ำ [22] ดังสมการที่ (4.5)



ปฏิกิริยาตามสมการที่ (4.5) นอกจากเกิดผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมออกไซด์แล้ว ยังเกิดน้ำเป็นผลิตภัณฑ์ร่วมด้วย ซึ่งน้ำที่เกิดขึ้นสามารถเข้าทำปฏิกิริยากับสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ในน้ำมัน ทำให้เกิดเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งสามารถรวมตัวเกิดสภาพเป็นเจลขึ้นได้ [3,22] ดังสมการที่ (4.3)

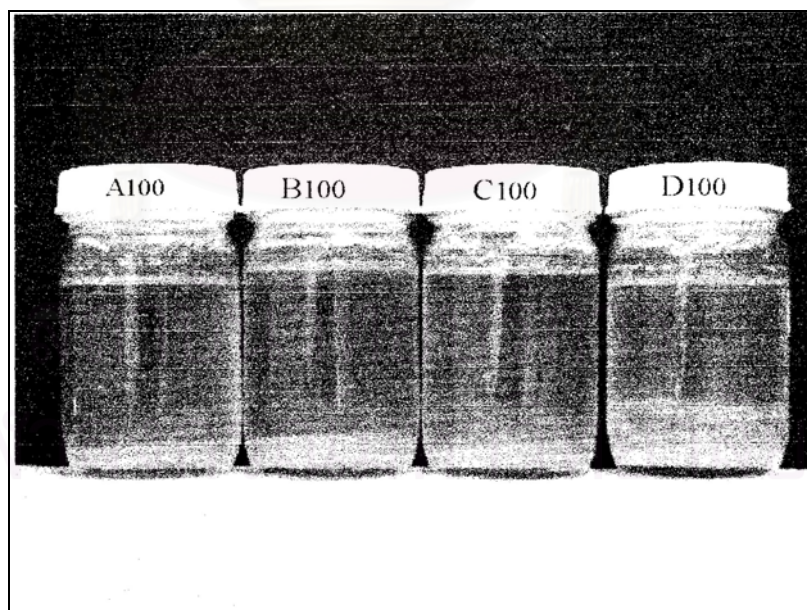


และเช่นเดียวกับการทดลองของ Zhong Qing Yu และ You Wei Du [19] ที่ได้ทำการศึกษากระบวนการเตรียมอนุภาคอะลูมินาขนาดเล็ก (ระดับนาโนเมตร) โดยนำสารประกอบอะลูมิเนียมเอทอกไซด์ (Aluminium ethoxide) ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างแผ่นอะลูมิเนียมและเอทิลแอลกอฮอล์ มาละลายในเฮปแทนซึ่งมีความเข้มข้น 0.1-0.2 โมลต่อลิตร หลังจากนั้นจึงทำการไฮโดรไลซิสด้วยการสเปรย์ไอน้ำที่มีขนาดอนุภาค 0.1 มิลลิตรปริมาณเล็กน้อยลงในภาชนะใส่ตัวอย่างที่มีการควบคุมอุณหภูมิขณะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ซึ่งวิธีการนี้เป็นกระบวนการไฮโดรไลซิสของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่มีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous) และได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีรูปแบบเป็นโมโนไฮดรอกไซด์ที่มีลักษณะอสัณฐาน รวมถึงจากการผลิตอะลูมินากัมมันต์ (Activated alumina) โดยนำไตรอัลคิลอะลูมิเนียมของกระบวนการ Ziegler ซึ่งผ่านการออกซิเดชันบางส่วน (Partial oxidation) ได้เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ และนำไปทำการไฮโดรไลซิสได้

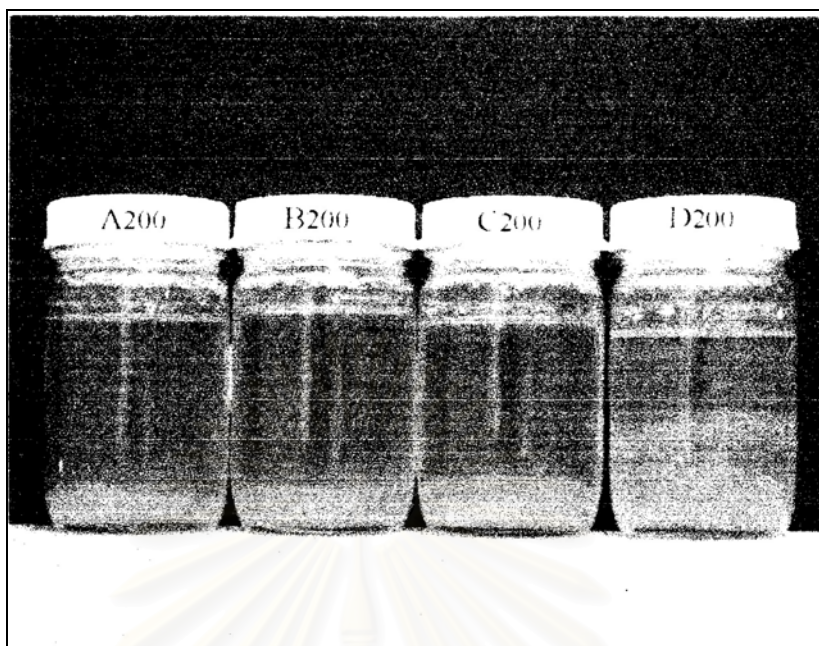


ผลิตภัณฑ์เป็นแอลกอฮอล์และโบไมท์ (Boehmite) หรือสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีรูปแบบเป็นโมโนไฮดรอกไซด์ [27]

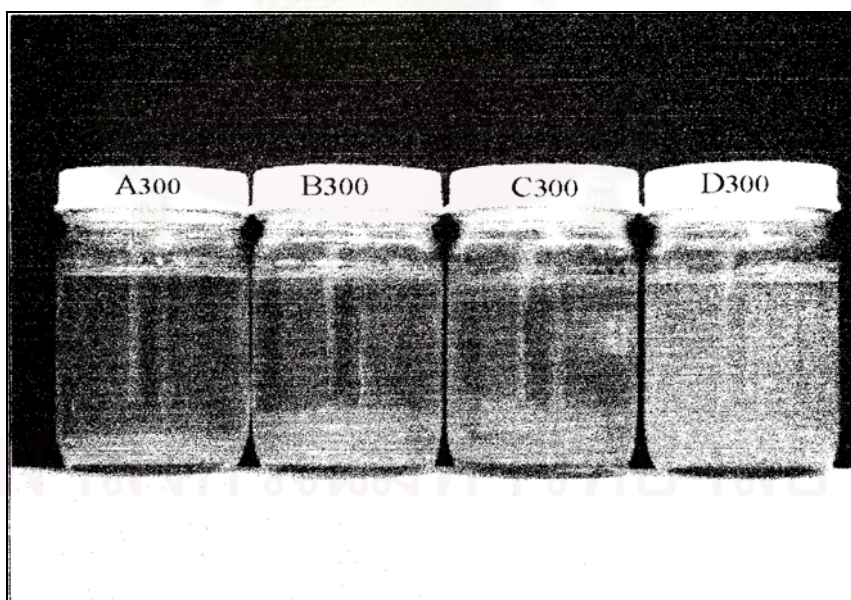
จากการศึกษาที่กล่าวถึง ซึ่งมีสภาวะที่ใช้ในการทดลองที่คล้ายคลึงกับสภาวะในงานวิจัยนี้ อาจกล่าวได้ว่าสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เกิดขึ้นในการทดลองนี้จากการเกิดปฏิกิริยาระหว่างน้ำที่ปนเปื้อนจากทางโรงงาน (ซึ่งเกิดจากการออกซิเดชันสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลไปบางส่วนเพื่อลดความรุนแรงของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลและทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ร่วมเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมออกไซด์และน้ำเจือปนในน้ำมัน) รวมถึงน้ำที่เกิดจากขั้นตอนการออกซิเดชันซึ่งเป็นปฏิกิริยาร่วม (ดังสมการที่ 4.5) ในการทดลองและสารประกอบอะลูมิเนียม อัลคอกไซด์ คาดว่าสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ได้จะมีรูปแบบเดียวกัน คือ มีรูปแบบเป็นอะลูมิเนียมโมโนไฮดรอกไซด์ ( $\text{AlO}(\text{OH})$ ) ซึ่งมีลักษณะอสัณฐานและไม่เสถียร และสามารถเปลี่ยนรูปเป็นอะลูมิเนียมไตรไฮดรอกไซด์ ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) ที่มีลักษณะเป็นคอลลอยด์ [20] ซึ่งสามารถสังเกตพบในตัวอย่างที่ผ่านการไฮโดรไลซิสและปล่อยให้ทิ้งไว้ในภาชนะปิด ซึ่งจะพบชั้นของเจลเกิดขึ้น ดังรูปที่ 4.5-4.7 และมีปริมาตรเจลที่เกิดขึ้นดังตารางที่ 4.1 เจลที่พบเกิดเนื่องจากการเชื่อมต่อกันของกลุ่มไฮดรอกซี (OH groups) ของสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ทำให้เกิดเป็นสารประกอบพอลิไฮดรอกไซด์ที่มีขนาดใหญ่ ดังรูปที่ 4.8 ซึ่งคล้ายกับผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาการเกิดเป็น พอลิเมอร์ [8,21] ทำให้เกิดเป็นเจลขึ้นอย่างช้าๆ



รูปที่ 4.5 ลักษณะน้ำมันเมื่อทำการออกซิเดชันเป็นเวลา  $A_{100} = 15$ ,  $B_{100} = 30$ ,  $C_{100} = 60$  และ  $D_{100} = 90$  นาที ที่ความเร็วรอบการปั่นกววน 100 รอบต่อนาที ต่อด้วยการไฮโดรไลซิสโดยใช้กรดซัลฟริก 2 มิลลิลิตร ความเร็วรอบการกววน 200 รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 60 นาที



รูปที่ 4.6 ลักษณะน้ำมันเมื่อทำการออกซิเดชันเป็นเวลา  $A_{200} = 15$ ,  $B_{200} = 30$ ,  $C_{200} = 60$  และ  $D_{200} = 90$  นาที ที่ความเร็วรอบการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที ต่อด้วยการไฮโดรไลซิสโดยใช้กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ความเร็วรอบการกวน 200 รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 60 นาที

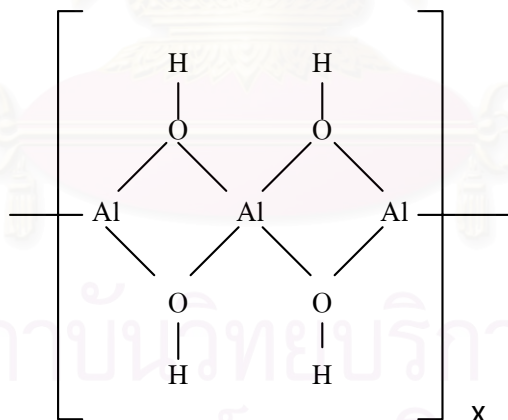


รูปที่ 4.7 ลักษณะน้ำมันเมื่อทำการออกซิเดชันเป็นเวลา  $A_{300} = 15$ ,  $B_{300} = 30$ ,  $C_{300} = 60$  และ  $D_{300} = 90$  นาที ที่ความเร็วรอบการปั่นกวน 300 รอบต่อนาที ต่อด้วยการไฮโดรไลซิสโดยใช้กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ความเร็วรอบการกวน 200 รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 60 นาที

ตารางที่ 4.1 ร้อยละปริมาตรของเจลที่เกิดขึ้นในน้ำมันเมื่อทำการออกซิเดชันที่ระยะเวลาการกวนและความเร็วรอบการปั่นกวนต่างๆ และทำการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริกปริมาตร 2 มิลลิลิตร ด้วยความเร็วรอบการกวน 200 รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 60 นาที

ระยะเวลาการปั่นกวนของ การออกซิเดชัน	ปริมาตรเจลที่เกิดขึ้น (ร้อยละ)		
	ความเร็วรอบการปั่น(รอบต่อนาที)		
	100	200	300
15 นาที	9.4	11.3	9.0
30 นาที	14.5	16.4	28.8
60 นาที	10.9	19.2	36.0
90 นาที	19.2	60.0	96.1

หมายเหตุ : ปริมาตรเจลที่เกิดขึ้นคำนวณจากชั้นความหนาของเจลที่เกิดขึ้นต่อความสูงทั้งหมดของน้ำมันในขวดเก็บสารตัวอย่างแล้วคิดเป็นร้อยละ



รูปที่ 4.8 โครงสร้างของสารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรต [21]

นอกจากนี้สารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรตที่เกิดขึ้น ซึ่งอยู่ในรูปของอะลูมิเนียมโมโนไฮดรอกไซด์ จะเกิดปฏิกิริยากับกรดซัลฟูริกได้น้อยกว่าสารประกอบสารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรตในรูปอื่น [29] จึงทำให้อะลูมิเนียมส่วนนี้ไม่ถูกเปลี่ยนให้เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟต อย่างไรก็ตามมีความเป็นไปได้ที่สารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรตสามารถเกิดปฏิกิริยากับกรดซัลฟูริก ได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟตในสภาวะที่มีการกระตุ้นอย่างสูง (ด้วยกรดซัลฟูริกเข้มข้นที่ร้อน) [30] รวมถึงสารประกอบอะลูมิเนียมออกไซด์ที่เกิดจากการออกซิเดชันในปฏิกิริยาร่วมสามารถรวมตัวกับน้ำได้เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรตผสมอยู่ในน้ำมัน ส่งผลให้การตกตะกอนสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟตลดลง

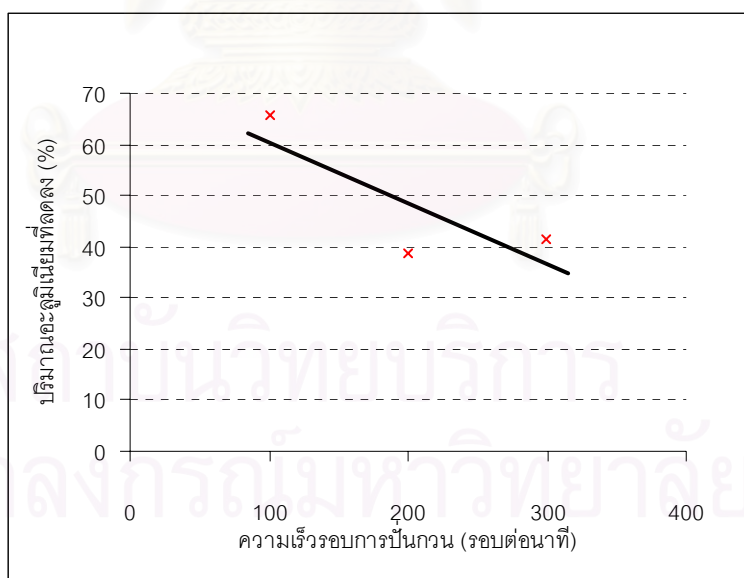
หลังจากที่เกิดการก่อตัวของเจลของสารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรตแล้ว น้ำมันจะมีความหนืดสูงขึ้นและมีลักษณะคล้ายวุ้นแข็ง ซึ่งเป็นอุปสรรคต่อการดำเนินการใดๆต่อไป



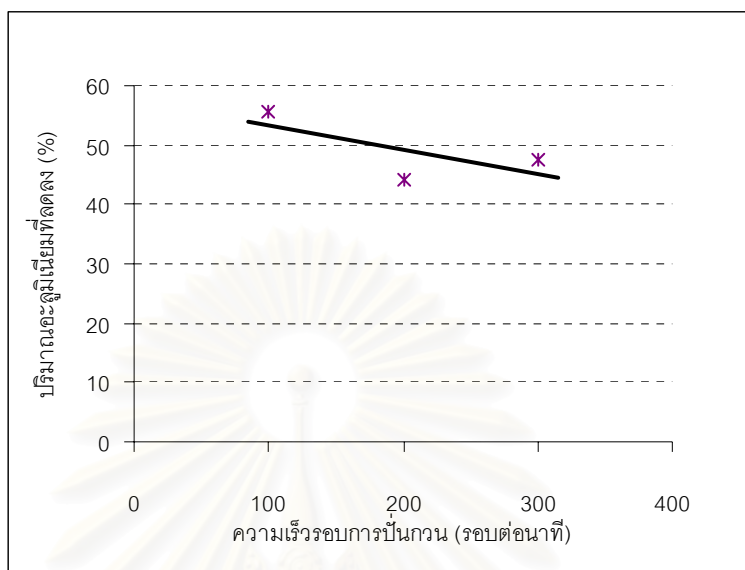
สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

#### 4.2.2 ความเร็วรอบการปั่นกวน

จากการทดลองโดยให้ระยะเวลาในการออกซิเดชันคงที่ และทำการทดลองที่ความเร็วรอบการปั่นกวนต่างๆกัน คือ 100, 200 และ 300 รอบต่อนาที หลังจากนั้นจึงทำการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ด้วยความเร็วรอบการกวน 200 รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 60 นาที ได้ผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 4.9-4.10 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเมื่อความเร็วรอบในการกวนขณะทำการออกซิเดชันเพิ่มขึ้น จะส่งผลให้ตะกอนของสารประกอบอะลูมิเนียมซิลิเกตที่พบภายหลังการไฮโดรไลซิสลดต่ำลง เนื่องจากเมื่อความเร็วการปั่นกวนสูง แรงเฉือนที่เพิ่มขึ้นในของเหลวจะทำให้ฟองอากาศแตกตัวมีขนาดเล็กลง ส่งผลให้พื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างก๊าซและของเหลวเพิ่มขึ้น เป็นผลให้อัตราการแพร่ของออกซิเจนเข้าไปในน้ำมันก็จะสูงขึ้นตาม ดังนั้นความเป็นไปได้ในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันสมบูรณ์ตามสมการที่ 4.5 จึงมีมากขึ้น ทำให้เกิดน้ำเป็นผลิตภัณฑ์และสามารถทำปฏิกิริยากับสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ได้เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรตซึ่งมีลักษณะเป็นเจล ดังนั้นสำหรับการปั่นกวนที่ความเร็วรอบสูงขึ้น ผลที่เกิดขึ้นจึงคล้ายกับการใช้เวลาในการออกซิเดชันที่มากขึ้น คือ จะทำให้ประสิทธิภาพการกำจัดอะลูมิเนียมลดลง

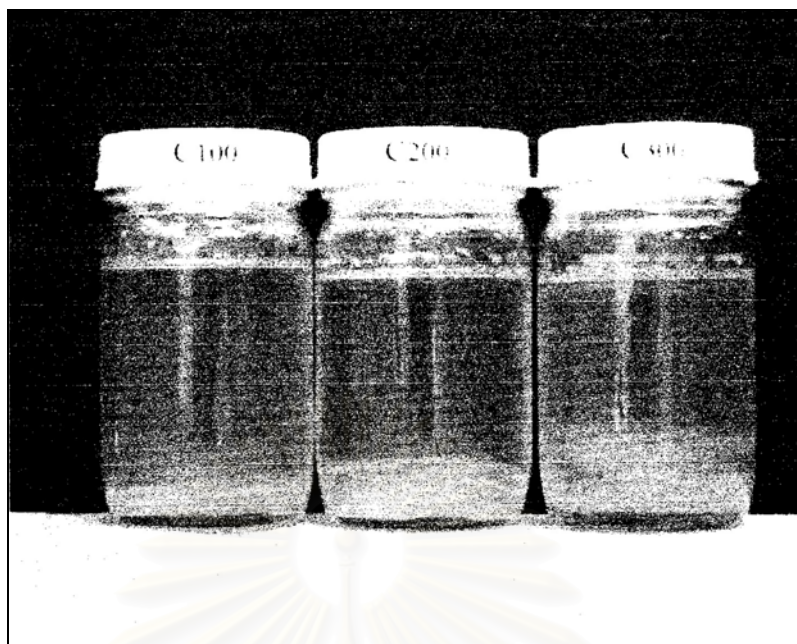


รูปที่ 4.9 ผลของความเร็วรอบการปั่นกวนของการออกซิเดชันต่อร้อยละอะลูมิเนียมที่ลดลง โดยทำการออกซิเดชันที่อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการไหลอากาศ 10 มิลลิลิตรต่อวินาที เป็นเวลา 60 นาที และต่อด้วยการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ด้วยความเร็วรอบการกวน 200 รอบต่อนาที ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 60 นาที

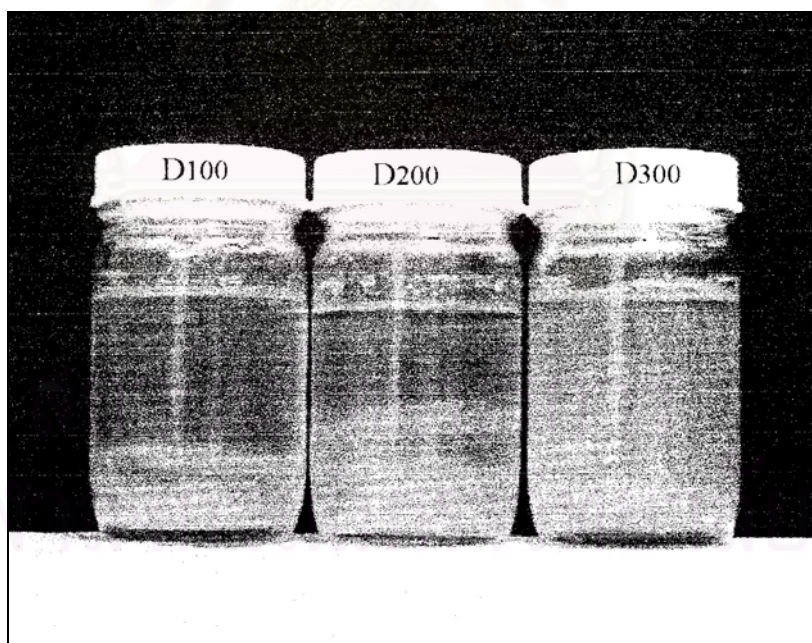


รูปที่ 4.10 ผลของความเร็วรอบการปั่นกวนของการออกซิเดชันต่อร้อยละอะลูมิเนียมที่ลดลง โดยทำการออกซิเดชันที่อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการไหลอากาศ 10 มิลลิลิตรต่อวินาที เป็นเวลา 90 นาที และต่อด้วยการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ด้วยความเร็วรอบการกวน 200 รอบต่อนาที ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 60 นาที

เมื่อทำการสังเกตน้ำมันภายหลังการไฮโดรไลซิส จะพบว่าชั้นเจลที่เกิดขึ้นในน้ำมันภายหลังจากการไฮโดรไลซิสอันเป็นผลจากการรวมตัวของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ และจะมีชั้นของเจลหนาขึ้นในตัวอย่างที่ใช้ความเร็วรอบในการปั่นกวนในระหว่างการออกซิเดชันที่สูง บ่งชี้ถึงแนวโน้มการเกิดสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มากขึ้น ดังรูปที่ 4.11 ถึง 4.12 (และตารางที่ 4.1)



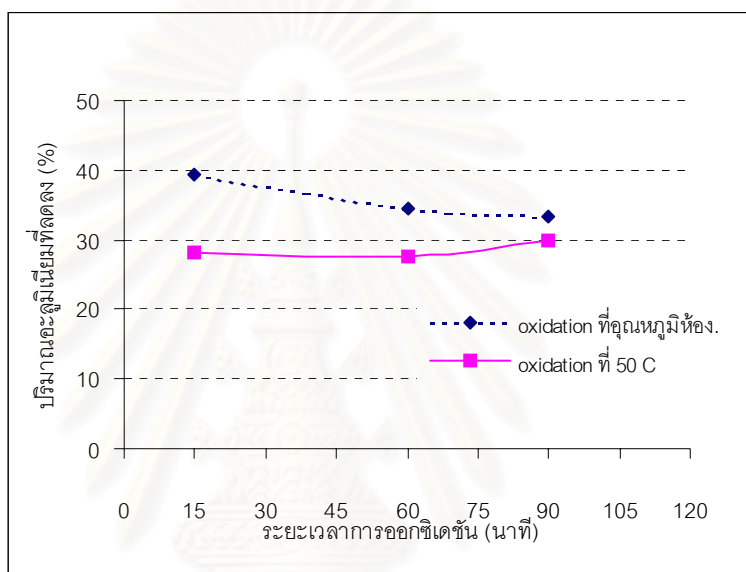
รูปที่ 4.11 ลักษณะน้ำมันเมื่อทำการออกซิเดชันที่ความเร็วรอบการปั่นกววน  $C_{100} = 100$ ,  $C_{200} = 200$  และ  $C_{300} = 300$  รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 60 นาที ต่อด้วยการไฮโดรไลซิสโดยใช้กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ด้วยความเร็วรอบการกววน 200 รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 60 นาที



รูปที่ 4.12 ลักษณะน้ำมันเมื่อทำการออกซิเดชันที่ความเร็วรอบการปั่นกววน  $D_{100} = 100$ ,  $D_{200} = 200$  และ  $D_{300} = 300$  รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 90 นาที ต่อด้วยการไฮโดรไลซิสโดยใช้กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ด้วยความเร็วรอบการกววน 200 รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 60 นาที

### 4.2.3 อุณหภูมิ

จากการศึกษาผลของอุณหภูมิขณะทำการออกซิเดชัน โดยทำการเพิ่มอุณหภูมิของน้ำมันขณะทำปฏิกิริยาออกซิเดชันเป็น 50 องศาเซลเซียส รวมถึงทำการปั่นกววนด้วยความเร็วรอบคงที่ หลังจากนั้นจึงทำการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริก 1 มิลลิลิตร ด้วยความเร็วรอบการกววน 200 รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 60 นาที พบว่าร้อยละอะลูมิเนียมที่ลดลงจะต่ำกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับทำการออกซิเดชันที่อุณหภูมิห้อง ดังรูปที่ 4.13



รูปที่ 4.13 ผลของอุณหภูมิและระยะเวลาการออกซิเดชันต่อร้อยละอะลูมิเนียมที่ลดลง โดยทำการออกซิเดชันที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ที่อัตราการไหลอากาศ 10 มิลลิลิตร ต่อวินาที ความเร็วการปั่นกววน 100 รอบต่อนาที และต่อด้วยการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้กรดซัลฟูริก 1 มิลลิลิตร ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 60 นาที

เนื่องจากปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลเป็นปฏิกิริยาแบบคายความร้อน [11] ดังนั้นการเพิ่มอุณหภูมิให้แก่ระบบจะส่งผลต่อค่าคงที่สมดุลและผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น โดยทำให้การเกิดปฏิกิริยาของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลไปเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ลดต่ำลง ซึ่งจากผลดังกล่าวเมื่อทำการไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ด้วยสภาวะเดียวกัน จึงทำให้ร้อยละอะลูมิเนียมที่ลดลงมีค่าต่ำกว่าปฏิกิริยาที่ไม่ได้มีการเพิ่มอุณหภูมิขณะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน

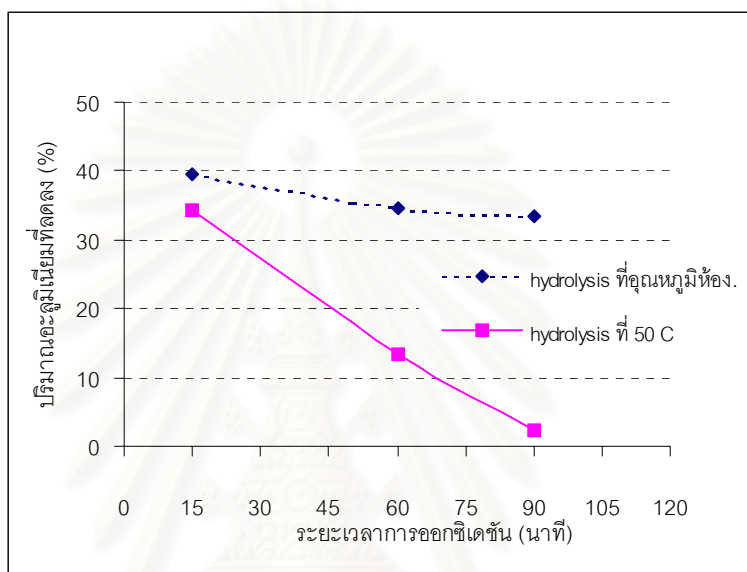


นอกจากนี้ความร้อนที่ให้แก่ระบบจะส่งผลถึงอุณหภูมิของน้ำที่เกิดปฏิกิริยากับ สารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์เกิดเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรตที่มีรูปแบบเป็น อะลูมิเนียมโมโนไฮดรอกไซด์ที่มีความเสถียรกว่าผสมรวมอยู่ในน้ำมัน เช่นเดียวกับการทดลองของ Yoldas.[20] ซึ่งได้ทำการศึกษาผลของอุณหภูมิของน้ำในช่วงอุณหภูมิ 20 – 80 องศาเซลเซียส ที่ เข้าทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสกับสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ พบว่าอุณหภูมิของน้ำมีผลต่อ รูปแบบของสารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรตที่เกิดขึ้น โดยการไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียม อัลคอกไซด์ด้วยน้ำที่มีอุณหภูมิสูงจะได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรตที่มีรูปแบบ เป็นโมโนไฮดรอกไซด์ที่เสถียร ซึ่งจะไม่สามารถเปลี่ยนรูปเป็นไตรไฮดรอกไซด์ได้ ดังนั้นจากรูปแบบ สารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรตที่เกิดขึ้นจึงมีผลทำให้สารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรตยังคงผสม อยู่ในน้ำมัน และทำให้ลักษณะของน้ำมันภายหลังการไฮโดรไลซิสมีปริมาณชั้นของเจลด่อนข้าง น้อย ดังรูปที่ 4.14



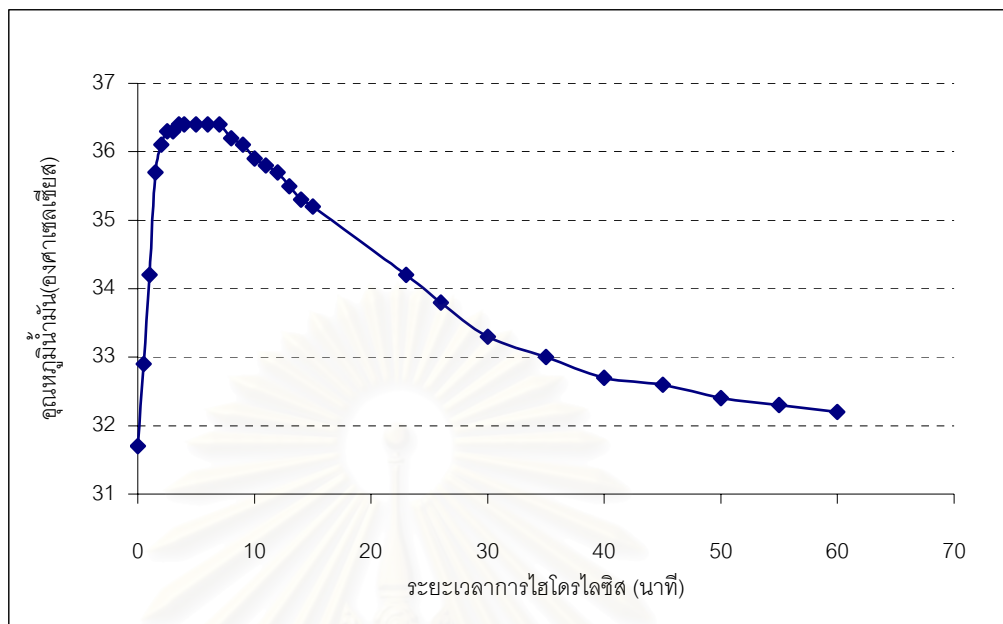
รูปที่ 4.14 ลักษณะของน้ำมันเมื่อทำการออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ที่อัตราการไหล อากาศ 10 มิลลิลิตรต่อวินาที ความเร็วการปั่นกวน 100 รอบต่อนาที เป็นเวลา  $A = 15$ ,  $B = 60$  และ  $C = 90$  นาที และต่อด้วยการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้กรดซัลฟูริก 1 มิลลิลิตร ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 60 นาที

นอกจากนี้ได้ทำการทดลองโดยนำน้ำมันที่ผ่านขั้นตอนการออกซิเดชันที่อุณหภูมิห้องมาทำการไฮโดรไลซิสโดยเพิ่มอุณหภูมิให้แก่น้ำมันขณะไฮโดรไลซิสเป็น 50 องศาเซลเซียส จะพบว่าประสิทธิภาพของการกำจัดอะลูมิเนียมจากน้ำมันจะลดต่ำลงเมื่อเปรียบเทียบกับปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิห้อง โดยจะพบการลดลงมากที่สุด ในกรณีที่ทำการออกซิเดชันเป็นระยะเวลาสั้นๆ ดังรูปที่ 4.15



รูปที่ 4.15 ผลของอุณหภูมิและระยะเวลาการออกซิเดชันต่อร้อยละอะลูมิเนียมที่ลดลง โดยทำการออกซิเดชันที่อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการไหลอากาศ 10 มิลลิลิตรต่อวินาที ความเร็วการปั่นกวน 100 รอบต่อนาที และต่อด้วยการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดซัลฟูริก 1 มิลลิลิตร ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 60 นาที

สำหรับเหตุผลของการลดต่ำลงของประสิทธิภาพการกำจัดอะลูมิเนียมออกจากน้ำมันโดยตกตะกอนในรูปของสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟต เกิดจากโดยทั่วไปในกระบวนการที่เกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมี จะทำให้เกิดการดูดหรือคายความร้อนออกจากระบบ ซึ่งการเพิ่มอุณหภูมิให้แก่ระบบจะส่งผลต่อค่าคงที่สมดุลและผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น โดยสำหรับปฏิกิริยาคายความร้อน เช่นที่เกิดขึ้นในการไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ (ดังรูปที่ 4.16 ที่ได้ทำการบันทึกอุณหภูมิขณะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ซึ่งกรดซัลฟูริกจะเข้าทำปฏิกิริยากับสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์และคายความร้อนออกมา) การเพิ่มอุณหภูมิของระบบจะส่งผลให้การเปลี่ยนสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ไปเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟตลดต่ำลง

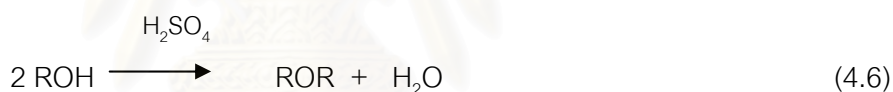


รูปที่ 4.16 ผลของระยะเวลาการไฮโดรไลซิสต่ออุณหภูมิของน้ำมัน โดยทำการออกซิเดชันที่อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการไหลอากาศ 10 มิลลิลิตรต่อวินาที ความเร็วการปั่นกววน 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที และต่อด้วยการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 60 นาที ด้วยความเร็วรอบการกววน 200 รอบต่อนาที

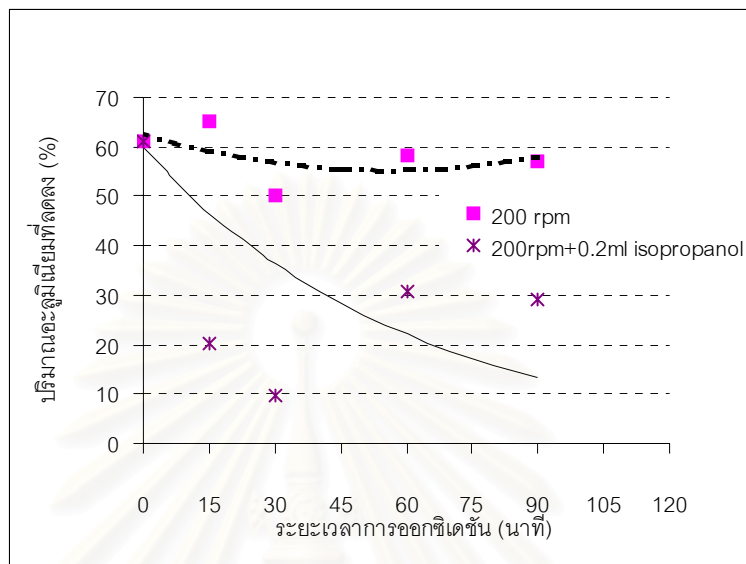
อย่างไรก็ดีจากผลการทดลองที่แสดงในรูปที่ 4.15 พบว่าปริมาณอะลูมิเนียมที่ลดลงจะลดลงอย่างรวดเร็วตามระยะเวลาที่ใช้ในการออกซิเดชันที่เพิ่มขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นถึงผลที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนของสารตั้งต้นต่อปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส กล่าวคือ ในตัวอย่างน้ำมันที่ผ่านการออกซิเดชันเป็นเวลานานจะมีสารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรตในสัดส่วนที่สูง ซึ่งในสภาวะอุณหภูมิปกติ สารประกอบดังกล่าวจะไม่รบกวนการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (และไม่เข้าทำปฏิกิริยา) [29] แต่เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น การรวมตัวของสารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรตเกิดเป็นโมเลกุลที่โครงสร้างขนาดใหญ่ (Gelation) [21] ซึ่งภายในโครงสร้างสามารถดูดซับของเหลวไว้ในปริมาณที่มาก จึงเป็นไปได้ที่กรดซัลฟูริกจะถูกดูดซับไว้ด้วยเช่นกัน เป็นผลให้ปริมาณกรดที่คงเหลือสำหรับการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสกับสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์มีน้อยลง ตามปริมาณที่เพิ่มขึ้นของสารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรตในน้ำมัน

#### 4.2.4 ปริมาณไอโซโพรพานอล

จากการศึกษาผลของการเติมไอโซโพรพานอลปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนักของสารประกอบอะลูมิเนียม หรือปริมาตร 0.2 มิลลิลิตร (ตั้งการคำนวณในภาคผนวก ค.) เข้าไปในน้ำมันเมื่อทำการออกซิเดชันไปประมาณ 2 ใน 3 ของระยะเวลาการออกซิเดชันทั้งหมด และเมื่อเสร็จสิ้นขั้นตอนการออกซิเดชันจึงนำไปผ่านขั้นตอนการไฮโดรไลซิส พบว่าปริมาณอะลูมิเนียมที่ลดลงจะต่ำกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณอะลูมิเนียมที่วิเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาออกซิเดชันที่ไม่มีการเติมไอโซโพรพานอลที่สภาวะเดียวกันดังรูปที่ 4.17 รวมถึงเมื่อพิจารณาลักษณะน้ำมันที่ได้ภายหลังการไฮโดรไลซิสจะพบชั้นของเจลเพิ่มมากขึ้นดังรูปที่ 4.18 และมีร้อยละปริมาตรของเจลที่เกิดขึ้นดังตารางที่ 4.2 ทั้งนี้คาดว่าส่วนหนึ่งเป็นผลจากการเติมไอโซโพรพานอลเข้าไปในระบบ ทำให้ปริมาณผลิตภัณฑ์นอกเหนือจากสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ลดลง และทำให้ปริมาณของแอลกอฮอล์จากขั้นตอนการไฮโดรไลซิสเพิ่มขึ้น ซึ่งแอลกอฮอล์ที่เกิดขึ้นนี้จะเกิดปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน (Dehydration) โดยมีกรดซัลฟูริกเป็นรีเอเจนต์ได้ผลิตภัณฑ์เป็นอีเทอร์และน้ำดังสมการที่ (4.6) [30]



และน้ำที่เกิดขึ้นจะเข้าทำปฏิกิริยากับสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ในน้ำมัน ได้เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรตที่มีลักษณะเป็นเจล นอกจากนี้อาจเป็นผลจากแอลกอฮอล์ที่เกิดขึ้นส่งผลให้เกิดการพอลิคอนเดนเซชัน (Polycondensation) ของสารประกอบอัลคอกไซด์ที่เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสไม่สมบูรณ์ ดังรูปที่ 4.19 ทำให้เกิดเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่มีโครงสร้างขนาดใหญ่ ซึ่งภายในโครงสร้างสามารถดูดซับน้ำมันได้ในปริมาณที่มาก ซึ่งจากผลดังกล่าวทำให้พบเจลมากกว่าปฏิกิริยาที่ไม่ได้ทำการเติมไอโซโพรพานอล [32]

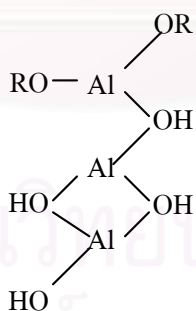


รูปที่ 4.17 ผลของระยะเวลาการออกซิเดชันต่อร้อยละยีสต์ที่ลดลง โดยทำการออกซิเดชันที่อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการไหลอากาศ 10 มิลลิลิตรต่อวินาที ความเร็วการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที และทำการเติมไอโซโพรพานอล 0.2 มิลลิลิตร และต่อด้วยการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 90 นาที

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.18 ลักษณะของน้ำมันเมื่อทำการออกซิเดชันที่อุณหภูมิห้อง เป็นระยะเวลา 90 นาที ที่ อัตราการไหลอากาศ 10 มิลลิลิตรต่อวินาที ความเร็วการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที และทำการเติมไอโซโพรพานอล 0.2 มิลลิลิตร และต่อด้วยการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้กรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 60 นาที (ขวดที่ 1 ไม่เติมไอโซโพรพานอล ขวดที่ 2 เติม ไอโซโพรพานอล )



รูปที่ 4.19 โครงสร้างสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่เกิดการพอลิคอนเดนเซชัน

ตารางที่ 4.2 ร้อยละปริมาณของเจลที่เกิดขึ้นในน้ำมันเมื่อทำการออกซีเดชันที่ระยะเวลาการกวนต่างๆ ด้วยความเร็วรอบการกวน 200 รอบต่อนาที รวมถึงทำการเติมไอโซโพรพานอล 0.2 มิลลิลิตรในน้ำมัน และทำการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริกปริมาณ 2 มิลลิลิตร ด้วยความเร็วรอบการกวน 200 รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 60 นาที

ระยะเวลาการปั่นกวนของ การออกซีเดชัน	ปริมาณเจลที่เกิดขึ้น เมื่อเติมไอโซโพรพานอล (ร้อยละ)	ปริมาณเจลที่เกิดขึ้น เมื่อไม่ได้เติมไอโซโพรพานอล (ร้อยละ)
15 นาที	15.1	11.3
30 นาที	34.0	16.4
60 นาที	60.0	19.2
90 นาที	96.2	60.0

หมายเหตุ : ปริมาณเจลที่เกิดขึ้นคำนวณจากชั้นความหนาของเจลที่เกิดขึ้นต่อความสูงทั้งหมดของน้ำมันในขวดเก็บสารตัวอย่างแล้วคิดเป็นร้อยละ

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการทดลอง

การทดลองแยกสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลออกจากไวท์มิเนอร์ล้อยล์ โดยทำการออกซิเดชันสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลด้วยอากาศเพื่อเปลี่ยนรูปสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลให้เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ ต่อจากนั้นจึงทำการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริก เพื่อเปลี่ยนสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟต ซึ่งสามารถแยกตัวออกจากร้ำมันได้ง่ายด้วยการตกตะกอน สามารถสรุปได้ดังนี้

1. ในตัวอย่างน้ำมันที่มีปริมาณสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ในสัดส่วนที่มากเมื่อเทียบกับสารประกอบอะลูมิเนียมในรูปอื่นๆเช่นที่ใช้ในการทดลองนี้ การออกซิเดชันน้ำมันควรดำเนินการในช่วงเวลาที่สั้นและความเร็วรอบในการปั่นกววนต่ำรวมถึงปราศจากการให้ความร้อน เนื่องจากสภาวะการเกิดปฏิกิริยาที่รุนแรงจะทำให้เกิดปฏิกิริยาร่วมของการออกซิเดชันได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมออกไซด์และน้ำซึ่งจะลดปริมาณของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ลง และน้ำที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาร่วมสามารถเข้าทำปฏิกิริยากับสารประกอบอะลูมิเนียมและได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรต ซึ่งมีลักษณะเป็นเจลผสมอยู่ในน้ำมันซึ่งส่งผลในด้านลบต่อการไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ด้วยกรดซัลฟูริก
2. การเติมไอโซโพรพานอลเข้าไปในระบบในช่วงการออกซิเดชัน โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อช่วยลดปริมาณผลิตภัณฑ์ข้างเคียงที่เกิดขึ้น แต่กลับส่งผลในด้านลบต่อการแยกสารประกอบอะลูมิเนียมออกจากน้ำมันในรูปของสารประกอบอะลูมิเนียมซัลเฟต ด้วยเหตุที่แอลกอฮอล์ที่เกิดขึ้นนี้อาจเกิดการดีไฮเดรชันและเกิดผลิตภัณฑ์เป็นน้ำและสามารถทำปฏิกิริยาต่อได้เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมไฮเดรตที่มีผลต่อการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริกเช่นกัน



## 5.2 ข้อเสนอแนะ

ควรทำการศึกษาเพิ่มเติมโดยให้ความร้อนแก่น้ำมันเพื่อกำจัดน้ำที่ผสมอยู่ออก แล้วจึงนำไปทำปฏิกิริยาออกซิเดชันและไฮโดรไลซิสต่อไป ซึ่งจะทำให้ปริมาณเจลของสารประกอบ อะลูมิเนียมไฮเดรตลดต่ำลง



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## รายการอ้างอิง

1. Department of Polymer Science. University of Southern Mississippi. Ziegler-Natta Vinyl Polymerization homepage. Available from:  
<http://www.psrc.usm.edu/macrog/ziegler.html>.
2. Grulke, E. A. Polymer process engineering. Prentice-Hall, 1994.
3. Kazuhumi, N., Kunio, N., and Hideki, M. Method for Separating Alcohols and Hydrated Alumina from Hydrolysts Products of Aluminum Alkoxides. *The United State Patent No. 3,647,374*, 1972.
4. Deutsche Erdol-Aktiengesellschaft. Process for the Hydrolysis of Aluminum Alkoxides. *The Great Britain Patent No. 1,068,566*. London: The Patent Office, 1964.
5. Guzick, N. D., and McCarthy, J. H. Alcohol Production. *The United State Patent No. 3,475,501*, 1969.
6. The US. Phamaceutical. Mineral oil. 23<sup>rd</sup> Ed., US pharmaceutical convention, 1995.
7. ธรรมนูญ หนูจักร. การผลิตน้ำมันขาวจากน้ำมันเตาใส่เบา. วิทยานิพนธ์ปริญญาามหาบัณฑิต ภาควิชาเคมีวิศวกรรม คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2538.
8. Kirk., and Othmer, D. F. Organometallic. Encyclopedia of chemical technology. New York: Interscience Encyclopedia, 1982.
9. Yamamoto, H. Organometallic Compounds. John Wiley & Sons, 1994.
10. Budavari, S. The Merck index : An Encyclopedia of chemical drugs and biologicals. 11<sup>th</sup> Ed. USA: Merck, 1989.
11. Albemarle Corporation. Product information homepage. Available from:  
<http://www.albermarle.com/alkylfrm.htm>.
12. Ethyl Corporation. A Process for the Treatment of Aluminium Alkyls. *The Great Britain Patent No. 1,147,497*. London: The Patent Office, 1967.
13. Kenneth, L. L., and Kobetaz, P. Process for hydrolyzing aluminum alkoxides using sulfurous acid. *The United State Patent No. 3,886,264*, 1975.
14. Cragg, H. J., and Nolen, D. A. Process of oxidizing aluminum alkyl. *The United State Patent No. 3,660,447*, 1972.

15. Conley, L. N., Slaughter, and Sims, L. L. Recovery of alcohol from by products of the oxidation of aluminum alkyl. *The United State Patent No. 3,394,195*, 1969.
16. Frank, H., and Donald, R. Production of aliphatic alcohol. *The United State Patent No. 3,257,468*, 1966.
17. Cox, W. L., Roberg, J. K., and Abazafian, A. N. Method of Oxidizing Aluminum Alkyls. *The United State Patent No. 5,430,165*, 1993.
18. Lundeen, A. J., and Yates, J. E. Production of Aluminium Trialkoxide and Aliphatic Alcohols. *The Great Britain Patent No. 1,144,390*. London: The Patent Office, 1967.
19. Yu, Z. G., and Du, Y. W. Preparation of nanometer-sized alumina whiskers. Journal of Material Research. Vol.13. No.11. (November 1998): 3017-3018.
20. Yoldas, B. E. Alumina Sol Preparation from Alkoxides. American Ceramic Society Bulletin. Vol.54. No.3. (1975): 289-290.
21. Harris, M. R., and Sing, K. S. W. The Surface Properties of Precipitated Alumina. J. of Apply Chemistry. 8 (September 1958): 586-589.
22. HMC polymers Co.,Ltd. Introduction of aluminum alkyl.
23. American Society for Testing and Materials. Standard Test Methods for Determination of Aluminum and Silicon in Fuel Oils by Ashing, Fusion, Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry, and Atomic Absorption Spectrometry. *ASTM D.5184-91*.
24. American Society for Testing and Materials. Standard Specifications and Operating Instructions for Glass Capillary Kinematic Viscometers. *ASTM D.446-97*.
25. American Society for Testing and Materials. Standard Practice for Density, Relative Density (Specific Gravity), or API Gravity of Crude Petroleum and Liquid Petroleum Products by Hydrometer Method. *ASTM D.1298-85*.
26. Perry, R. H., and Green, D. Perry Chemical Engineers' Handbook. 6<sup>th</sup> Ed. McGraw-Hill, 1984.
27. Downs, A. J. Chemistry of Aluminium, Gallium, Indium and Thallium. Blackie Academic & Professional, 1993.
28. American Society for Testing and Materials. Standard test method for Saybolt Color of petroleum products (Saybolt Chromometer Method). *ASTM D.156-94*.

29. Bartlett, N., and Dalitz, R. H. McGraw Hill Encyclopedia of Science and Technology. 7<sup>th</sup> Ed. Vol.1. McGraw Hill, 1992.
30. Remy, H., Anderson, J. S., and Kleinberg, J. Treatise on Inorganic Chemistry. Vol.1. Elsevier Publishing Company, 1956.
31. เกสร พะลัง. เคมีอินทรีย์. สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2541.
32. Chane-Ching, J. Y., and Klein, L. C. Hydrolysis in the Aluminum sec-Butoxide-Water-Isopropyl Alcohol System: Rheology and Gel Structure. Journal of American Ceramic Society. Vol.71. No.1. (1988): 83-85.
33. บริษัท เอสซี (ประเทศไทย) จำกัด มหาชน. น้ำมันเชื้อเพลิงและผลิตภัณฑ์หล่อลื่น. 2538.



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาคผนวก

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## ภาคผนวก ก.

### อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

#### อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. มอเตอร์พร้อมเครื่องปรับความเร็วรอบ ( ยี่ห้อ ABB รุ่น ACS 100 )
2. ใบพัดกวน (dual – blade paddle) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง  $2\frac{3}{8}$  นิ้ว ทำจากพอลิโพรพิลีน
3. เครื่องพ่นอากาศ
4. ท่อพ่นอากาศ ทำจาก PTFE เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.4 มิลลิเมตร และทำการเจาะรูที่ปลายท่อ
5. เครื่องวัดอุณหภูมิ ชนิดเทอร์โมคัปเปิล แบบ K (ยี่ห้อ Digi-Sense Model 91100-50 ความละเอียด 0.1 องศาเซลเซียส)
6. ขวดก้นกลม มีช่องเปิด 4 ทาง
7. กรวยกรอง (Buchner funnel)
8. กระดาษกรอง Whatman เบอร์ 4 ขนาด 20-25 ไมโครเมตร
9. บั๊มสุญญากาศ (Vacuum pump)
10. ปิเปต ขนาด 0.1, 0.2, 1 2 และ 5 มิลลิลิตร
11. นาฬิกาจับเวลา (ความละเอียด 0.01 วินาที)
12. กระบอกตวง (Graduated cylinder) ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

#### สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. กรดซัลฟูริก (Sulfuric acid) ความเข้มข้นร้อยละ 98 ยี่ห้อ APS Finechem ชนิด Analytical grade
2. ไฮโซโพรพานอล ยี่ห้อ APS Finechem ชนิด Analytical grade

## ภาคผนวก ข

### ข.1 การวิเคราะห์หาปริมาณของอะลูมิเนียมในไวท์มิเนอร์ลอลอยส์ [23]

#### อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. Atomic Absorption spectrometer รุ่น Spectra A300 ยี่ห้อ Varian
2. เครื่องปั่นกววน
3. เตาเผาแบบ muffle อุณหภูมิสูงสุด 1,200 องศาเซลเซียส ยี่ห้อ Carbonize
4. เตาอบ อุณหภูมิสูงสุด 200 องศาเซลเซียส ยี่ห้อ Memmert
5. กระบอกตวง ปริมาตร 100 มิลลิลิตร
6. ปิเปต (Pipettes) 10 มิลลิลิตร
7. ถ้วยทนความร้อน ปริมาตร 25 มิลลิลิตร
8. ขวดรูปชมพู่ (Volumetric Flask) 100 มิลลิลิตร
9. เตาไฟฟ้า ยี่ห้อ Jenway 100
10. ขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask) ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร

#### สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. น้ำกลั่น
2. Flux เป็นของผสมของ 90% โดยน้ำหนักของลิเทียมเตตระโบเรต (Lithium tetraborate) และ 10% โดยน้ำหนักของลิเทียมฟลูออไรด์ (Lithium fluoride)
3. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นร้อยละ 37 (Hydrochloric acid) ยี่ห้อ Merck ชนิด Analytical grade
4. สารละลายอะลูมิเนียมมาตรฐาน ใช้ในการทำ calibration curve
5. ของเหลวผสมระหว่างกรดทาร์ทาริก (Tartaric acid) (ยี่ห้อ APS Ajax Finechem ชนิด Analytical grade) และกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้นร้อยละ 37 (Hydrochloric acid) เตรียมโดยละลาย 5 กรัมของกรดทาร์ทาริกในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร เติมกรดไฮโดรคลอริก 40 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนของเหลวผสมมีปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร

## การเตรียมสารตัวอย่างก่อนทดสอบ

น้ำมันซึ่งใช้ในการทดสอบควรผสมเป็นเนื้อเดียวกัน โดยนำสารทดสอบซึ่งเก็บไว้ในเตาอบจนมีอุณหภูมิ 50-60 องศาเซลเซียส กวนด้วยความเร็วรอบค่อนข้างสูงเป็นเวลาประมาณ 5 นาที จนกระทั่งสารทดสอบผสมเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วจึงนำไปทดสอบต่อไป

## วิธีการทดลอง

1. ชั่งน้ำหนักของสารทดสอบในถ้วยกระเบื้อง โดยให้มีน้ำหนักไม่เกิน 50 กรัม
2. อุ่นสารทดสอบด้วยเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสในถ้วยกระเบื้องจนกระทั่งสารทดสอบแห้งและเหลือเพียงส่วนของคาร์บอนและเถ้า
3. นำสารทดสอบใส่ในเตาเผาแบบ muffle ที่อุณหภูมิ  $550 \pm 25$  องศาเซลเซียส จนกระทั่งคาร์บอนเผาไหม้หมดเหลือเพียงเถ้า
4. นำถ้วยกระเบื้องออกจากเตาเผาและรอจนกระทั่งอุณหภูมิลดลงเท่าอุณหภูมิห้อง เติมน้ำ 0.4 กรัมของ Flux ผสมเข้ากับเถ้า นำเข้าเตาเผาแบบ muffle อีกครั้งที่อุณหภูมิ  $925 \pm 25$  องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 นาที นำออกจากเตาและกวนผสมจนสารทดสอบเข้ากันกับ Flux แล้วนำเข้าเตาเผาแบบ muffle ที่อุณหภูมิเดิมเป็นเวลา 10 นาที
5. นำถ้วยกระเบื้องออกจากเตาเผา รอจนกระทั่งอุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิห้อง และเติมน้ำของเหลวผสมของกรดทาร์ทาริกและกรดไฮโดรคลอริก 50 มิลลิลิตร หลังจากนั้นอุ่นสารทดสอบด้วยเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียสเพื่อให้ละลายหมด
6. ปล่อยให้สารทดสอบเย็นลง และถ่ายสารทดสอบลงใน Flask เติมน้ำกลั่นจนกระทั่งมีปริมาตร 100 มิลลิลิตร ควรที่จะใช้น้ำกลั่นล้างถ้วยกระเบื้องหลายครั้งเพื่อให้แน่ใจสารทดสอบถูกถ่ายเทไปหมด ถ้าต้องการเก็บสารทดสอบที่ได้ไว้เป็นเวลานานควรถ่ายสารดังกล่าวลงในขวดพลาสติก (เนื่องจากกรดฟลูออโบริก (Fluoboric acid) ที่เกิดจาก Flux จะทำปฏิกิริยากับเครื่องแก้ว)
7. นำสารที่ได้ไปทดสอบหาปริมาณของอะลูมิเนียม ด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer โดยทำ Calibration curve ก่อนการวัด ซึ่งความเข้มข้นของอะลูมิเนียม (มิลลิกรัมอะลูมิเนียม/กิโลกรัมสารทดสอบ) สามารถคำนวณได้จาก



$$\text{อะลูมิเนียม} = (100 \cdot C) / M$$

โดย C คือ ความเข้มข้นของอะลูมิเนียม (มิลลิกรัม/ลิตร) ที่วัดได้จาก  
เครื่อง Atomic Absorption Spectrometer

M คือ มวลของสารทดสอบ (กรัม)



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## ข.2 การหาค่าความหนืดแบบจลน์ (Kinematic viscosity) [24]

### อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องมือวัดความหนืด (Viscometer แบบ BS/U – tube ขนาด E ยี่ห้อ Techno ผลิตในประเทศไทย)
2. อ่างควบคุมอุณหภูมิ (water bath หรือ oil bath) ยี่ห้อ Memmert
3. นาฬิกาจับเวลา (ความละเอียด 0.01 วินาที)
4. ปิเปต ขนาด 10 มิลลิลิตร
5. เทอร์โมมิเตอร์ สเกล 0 –100 องศาเซลเซียส
6. ลูกยาง

### วิธีการทดลอง

1. เติมน้ำมันที่ต้องการทดสอบลงในเครื่องมือวัดความหนืด โดยใช้ปิเปตดูดสารตัวอย่างใส่ในท่อด้าน C ( ดังรูปที่ ข.2.1 ) จนกระทั่งสารดังกล่าวสูงถึงระดับ G
2. นำเครื่องมือวัดความหนืด แช่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส โดยควรแช่เครื่องมือวัดความหนืดประมาณ 30 นาที เพื่อให้อุณหภูมิของสารตัวอย่างมีอุณหภูมิเท่าที่กำหนด (เนื่องจากอุณหภูมิของสารตัวอย่างที่ต่างกันจะมีผลต่อค่าความหนืดแบบจลน์ที่วัดได้)
3. นำลูกยางมาดูดสารตัวอย่างทางด้าน D ให้สารผ่านทางกระเปาะ B โดยให้มีระดับสูงกว่าจุด E ซึ่งเป็นจุดเริ่มต้นในการจับเวลาประมาณ 5 มิลลิเมตร หลังจากนั้นปล่อยลูกยางให้สารตัวอย่างไหลด้วยแรงโน้มถ่วง
4. ในการจับเวลา ให้เริ่มจับเมื่อสารตัวอย่างผ่านระดับ E จนกระทั่งถึงระดับ F (ถ้าเวลาในการไหลของสารตัวอย่างน้อยกว่า 200 วินาที ให้เปลี่ยนขนาดของเครื่องมือวัดความหนืด โดยให้มีเส้นผ่านศูนย์กลางของหลอดแก้วที่มีคอคอด (Capillary tube) เล็กกลง แล้วทำการทดลองซ้ำในข้อ 1-4)
5. ทำการทดลองซ้ำจากข้อ 1-4 แล้วนำเวลาที่วัดได้มาหาค่าเฉลี่ย เพื่อคำนวณค่าความหนืดแบบจลน์

6. ทำความสะอาดเครื่องมือวัดความหนืดโดยการล้างด้วยตัวทำละลายหลายๆครั้ง เพื่อล้างสารตัวอย่างภายในท่อให้หมด แล้วล้างด้วย volatile solvent หลังจากนั้นจึงทำให้แห้งด้วยอากาศร้อน

### การคำนวณค่าความหนืดแบบจลน์

ค่าความหนืดแบบจลน์ สามารถคำนวณได้จากสมการ

$$\nu = K \times t$$

โดย  $\nu$  = ค่าความหนืดแบบจลน์ (kinematic viscosity) ,  $\text{mm}^2/\text{s}$

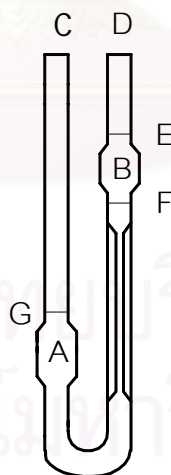
$K$  = ค่าคงที่ของเครื่องมือวัดความหนืด (viscometer constant) ,  $\text{mm}^2/\text{s}^2$

เครื่องมือวัดความหนืดแบบ BS/U – tube ขนาด E มีค่า  $K = 0.3 \text{ mm}^2/\text{s}^2$

และ  $t$  = เวลาในการไหล , วินาที

### หมายเหตุ

- รูปเครื่องมือวัดความหนืด



รูปที่ ข.2.1 ตำแหน่งของเครื่องมือวัดความหนืดแบบ BS/U-tube

- โดย
- A = กระเปาะใส่สารทดสอบ
  - B = กระเปาะจับเวลา
  - C = ท่อใส่สารทดสอบ
  - D = ท่อที่ใช้ในการดูดสารทดสอบ
  - E = จุดเริ่มต้นในการจับเวลา
  - F = จุดสิ้นสุดในการจับเวลา
  - G = ระดับในการเติมสารทดสอบ

2. ในการเลือกขนาดเครื่องมือวัดความหนืด ควรให้เวลาในการไหลของสารตัวอย่างในเครื่องมือวัดความหนืด อยู่ในช่วง 200 – 1,000 วินาที



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

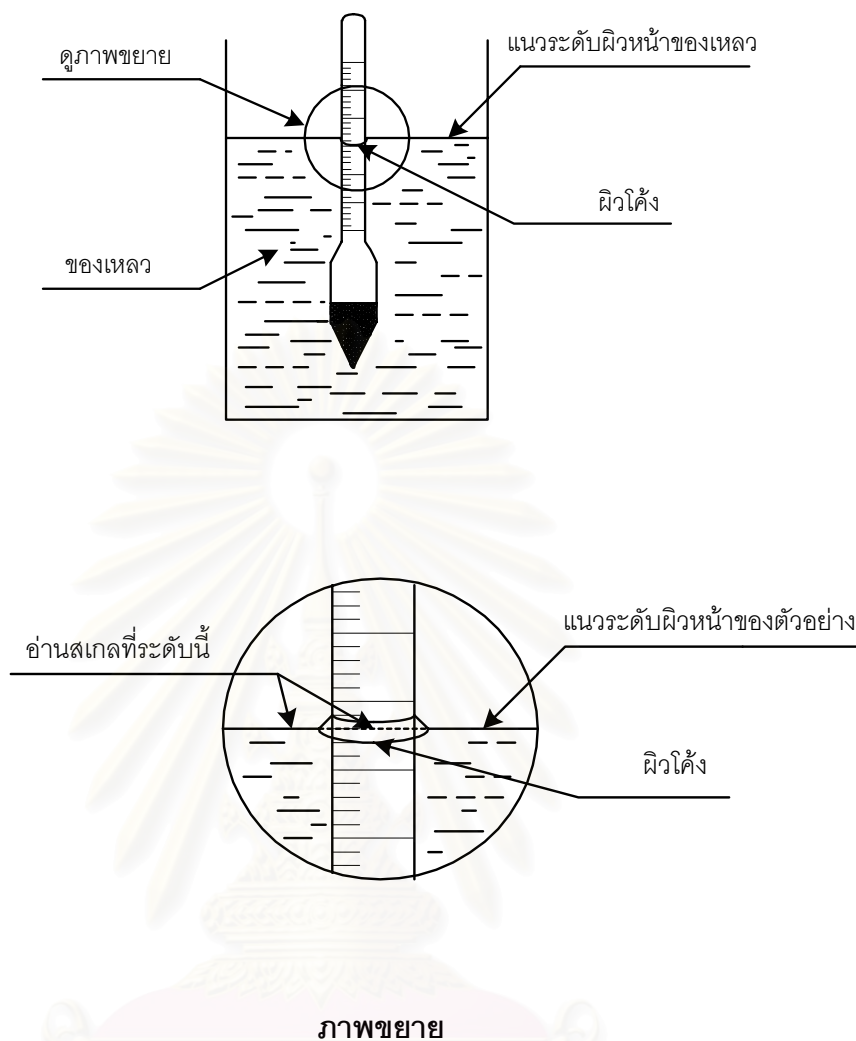
### ข.3 การหาค่าความถ่วงจำเพาะ (Specific gravity) โดยใช้ไฮโดรมิเตอร์ (Hydrometer) [25]

#### อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. ไฮโดรมิเตอร์ ชนิด BS718 M100 มีช่องสเกลระหว่าง 0.800 – 0.900 ความละเอียด 0.002 ยี่ห้อ T&A ผลิตในประเทศไทย
2. เทอร์โมมิเตอร์ สเกล 0 – 100 องศาเซลเซียส
3. กระจกตวง (cylinder) ควรมีเส้นผ่านศูนย์กลางภายในมากกว่าเส้นผ่านศูนย์กลางของไฮโดรมิเตอร์ อย่างน้อย 25 มิลลิเมตร
4. อ่างควบคุมอุณหภูมิ ยี่ห้อ Memmert

#### วิธีการทดลอง

1. ค่อยๆ เทสารตัวอย่างลงในกระจกตวง เพื่อหลีกเลี่ยงการเกิดฟองอากาศที่ผิวด้านบนและการระเหยของสารตัวอย่าง ถ้ามีฟองอากาศเกิดขึ้น ให้รอจนกระทั่งฟองอากาศลอยขึ้นมาที่ผิวหน้าของสารตัวอย่างก่อนและกำจัดฟองอากาศโดยแตะด้วยกระดาษกรองที่สะอาด
2. นำกระจกตวงที่บรรจุสารตัวอย่างแล้ววางในอ่างควบคุมอุณหภูมิ เพื่อปรับอุณหภูมิของสารตัวอย่าง ให้มีอุณหภูมิที่เหมาะสม (เนื่องจากน้ำมันที่ใช้ในการทดลองไม่ระเหยเป็นไอที่อุณหภูมิห้อง ดังนั้นอุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองอาจมากกว่าแต่ไม่เกิน 90 องศาเซลเซียส ในการทดลองนี้เลือกใช้อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสหรือ 100 องศาฟาเรนไฮต์)
3. ค่อยๆ ใส่ไฮโดรมิเตอร์ลงในกระจกตวง โดยควรระวังไม่ให้ก้านของไฮโดรมิเตอร์เหนือระดับที่อ่านเบื่อนสารทดสอบ เนื่องจากจะทำให้ผลการทดสอบผิดพลาดได้ และค่อยๆ กวนของเหลวด้วยเทอร์โมมิเตอร์เพื่อให้อุณหภูมิของสารตัวอย่างสม่ำเสมอ ทำการบันทึกอุณหภูมิแล้วนำเทอร์โมมิเตอร์ออกจากกระจกตวง
4. หลังจากนั้นค่อยๆ กดไฮโดรมิเตอร์เบาๆ ให้ก้านไฮโดรมิเตอร์จุ่มลงในของเหลวประมาณ 2 ช่องสเกลแล้วปล่อยมือ และเมื่อไฮโดรมิเตอร์หยุดนิ่งจึงอ่านค่าความถ่วงจำเพาะ ให้ละเอียดถึง 0.002 ระดับที่ได้ค่าถูกต้องที่สุดคือระดับที่ผิวหน้าของตัวอย่างตัดกับขีดสเกล เริ่มต้นโดยให้ระดับสายตาอยู่ต่ำกว่าระดับตัวอย่าง แล้วค่อยๆ เลื่อนระดับสายตาขึ้นจนเห็นผิวหน้าของสารตัวอย่างรอบก้านไฮโดรมิเตอร์เปลี่ยนจากวงรีเป็นเส้นตรงตัดกับขีดสเกลของไฮโดรมิเตอร์ อ่านสเกลที่ระดับนี้ดังรูป ข.3.1



รูปที่ ข.3.1 การอ่านสเกลจากไฮโดรมิเตอร์ในของเหลวโปร่งใส [25]

5. ภายหลังจากการอ่านค่าความถ่วงจำเพาะให้วัดอุณหภูมิของของเหลวอีกครั้ง ถ้าอุณหภูมิที่อ่านได้แตกต่างจากค่าครั้งแรกเกิน 0.5 องศาเซลเซียส (1 องศาฟาเรนไฮต์) ให้ทำการวัดค่าความถ่วงจำเพาะซ้ำอีกครั้ง

## หมายเหตุ

ความถ่วงจำเพาะ (Specific gravity) หมายถึง อัตราส่วนของมวลของของเหลวต่อมวลของน้ำกลั่นที่มีปริมาตรเท่ากัน ที่อุณหภูมิ 15.6 องศาเซลเซียส (60 องศาฟาเรนไฮต์) หรือ อัตราส่วนความหนาแน่นของของเหลวที่อุณหภูมิ 15.6 องศาเซลเซียสต่อความหนาแน่นของน้ำที่อุณหภูมิ 15.6 องศาเซลเซียส ซึ่งในการทดลองนี้ได้ทำการศึกษาค่าความถ่วงจำเพาะที่ 40 องศาเซลเซียสเทียบกับน้ำกลั่นที่มีปริมาตรเท่ากันที่อุณหภูมิ 15.6 องศาเซลเซียส เนื่องจากน้ำมันที่ใช้ในการทดลองไม่สามารถระเหยเป็นไอได้ที่อุณหภูมิห้อง จึงสามารถเลือกช่วงของอุณหภูมิที่ใช้ในการทดสอบได้ไม่เกิน 90 องศาเซลเซียส ตามความเหมาะสม

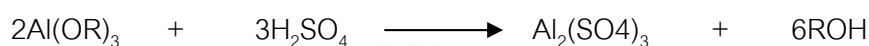


สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ค.

วิธีการคำนวณปริมาณสารที่ทำปฏิกิริยา

ในการคำนวณกรดซัลฟูริกที่เข้าทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส สามารถคำนวณได้จากสมการ



กำหนดให้

น้ำหนักโมเลกุลอะลูมิเนียม	27	กรัมต่อโมล
น้ำหนักโมเลกุลกรดซัลฟูริก	98	กรัมต่อโมล
ปริมาณอะลูมิเนียมในน้ำมัน	7179	มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม
ความหนาแน่นน้ำมัน	0.873	กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ที่ 40°C/15.6°C
ความหนาแน่นกรดซัลฟูริก 98%	1.84	กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ที่ 15.6°C/15.6°C

ปริมาณอะลูมิเนียม	2 x 27 g	ใช้กรดซัลฟูริก	3 x 98	g
ปริมาณอะลูมิเนียม	<u>7179</u> g/kg	ใช้กรดซัลฟูริก	<u>3 x 98 x 7179</u>	g/kg
	1000		2 x 27 x 1000	
			= 39.086	g/kg
หรือต้อง ใช้กรดซัลฟูริกความเข้มข้น 98%			= <u>39.086</u>	ml/kg
			1.84 x 0.98	
			= 21.676	ml/kg
			= <u>21.676</u> x 87.3 ml/100 ml of oil	
			1000	
			= 1.892	ml/100 ml of oil

ดังนั้นปริมาณกรดซัลฟูริกที่พอดีในการเกิดปฏิกิริยากับอะลูมิเนียมทั้งหมดในน้ำมัน 100 มิลลิลิตร คือ 1.892 มิลลิลิตร



การคำนวณปริมาณไอโซโพรพานอลที่ใช้ในปฏิกิริยาออกซิเดชัน ในการทดลองนี้  
ใช้ไอโซโพรพานอลไม่เกินร้อยละ 20 โดยน้ำหนักของสารประกอบอะลูมิเนียมรวม

ปริมาณอะลูมิเนียม	100	g	ใช้ไอโซโพรพานอล	20	g
ปริมาณอะลูมิเนียม	<u>7179</u>	g/kg	ใช้ไอโซโพรพานอล	<u>20 x 7179</u>	g/kg
	1000			100 x 1000	

$$= 1.436 \text{ g/kg}$$

หรือเทียบเท่า (ความหนาแน่นไอโซโพรพานอล  $0.785 \text{ g/cm}^3$ ) = 1.436 ml/kg

$$0.785$$

$$= 1.829 \text{ ml/kg}$$

$$= \frac{1.829 \times 87.3 \text{ ml/100 ml of oil}}{1000}$$

$$1000$$

$$= 0.160 \text{ ml/100 ml of oil}$$

ดังนั้นปริมาณไอโซโพรพานอลร้อยละ 20 โดยน้ำหนักของสารประกอบ  
อะลูมิเนียมรวม คือ 0.16 มิลลิลิตรต่อน้ำมัน 100 มิลลิลิตร

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ง.

ตารางผลการทดลอง

ตารางที่ ง.1 ผลการทดลองร้อยละการลดลงของอะลูมิเนียมเทียบกับเวลาที่ใช้ในการกวนขณะทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน ที่ความเร็วการกวนต่างๆ เมื่อทำการออกซิเดชัน ที่อุณหภูมิห้อง ที่อัตราการไหลอากาศ 10 มิลลิลิตรต่อนาที และการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริก 2 มิลลิลิตร

สภาวะการเกิดปฏิกิริยา (ความเร็วการกวนขณะออกซิเดชัน / เวลาการกวน ขณะออกซิเดชัน / เวลาการกวนไฮโดรไลซิส)	conc.(ppm)	dilute	น้ำหนัก(g)	concAl(mg/k g)	%Al ที่ลดลง
100/15/15	30.6	10	10.0137	3056.0	61.15
100/30/15	27.1	10	10.0123	2707.0	65.59
100/60/15	47.0	10	10.0367	4683.0	40.46
100/90/15	51.5	10	10.0046	5148.0	34.55
200/15/15	40.9	10	10.0103	4086.0	48.55
200/30/15	42.8	10	10.0218	4271.0	45.70
200/60/15	57.4	10	10.0084	5735.0	27.80
200/90/15	52.4	10	10.0137	5233.0	33.47
300/15/15	42.2	10	10.0080	4217.0	46.39
300/30/15	37.3	10	10.0102	3726.0	52.62
300/60/15	46.5	10	10.0205	4640.0	41.00
300/90/15	44.3	10	10.0305	4417.0	43.85
100/15/30	17.7	10	5.0006	3540.0	50.70
100/30/30	15.4	10	5.0178	3069.0	57.25
100/60/30	18.0	10	5.0237	3583.0	50.09
100/90/30	17.0	10	5.0179	3388.0	52.81
200/15/30	18.5	10	5.0194	3686.0	48.66
200/30/30	19.5	10	5.0238	3882.0	45.93
200/60/30	20.1	10	5.0219	4002.0	44.25
200/90/30	16.4	10	5.0210	3266.0	54.50
300/15/30	16.9	10	5.0269	3362.0	53.17
300/30/30	16.6	10	5.0135	3311.0	53.88

สภาวะการเกิดปฏิกิริยา (ความเร็วการกวนขณะออกซิเดชัน / เวลา กวน / เวลาการกวนขณะไฮโดรไลซิส)	conc.(ppm)	dilute	น้ำหนัก(g)	ConcAl(mg/k g)	%Al ที่ลดลง
300/60/30	18.0	10	5.0140	3590.0	50.00
300/90/30	18.3	10	5.0154	3649.0	49.18
100/15/60	48.1	10	10.0582	4782.0	44.50
100/30/60	37.4	10	10.0446	3723.0	56.79
100/60/60	29.8	10	10.0395	2968.0	65.55
100/90/60	38.5	10	10.0847	3818.0	55.69
200/15/60	35.9	10	10.0982	3555.0	58.74
200/30/60	37.8	10	10.0006	3780.0	56.13
200/60/60	53.4	10	10.0815	5297.0	38.52
200/90/60	48.4	10	10.0896	4797.0	44.32
300/15/60	43.0	10	10.0432	4282.0	50.31
300/30/60	44.8	10	10.0166	4473.0	48.09
300/60/60	45.5	10	10.0312	4536.0	41.60
300/90/60	45.5	10	10.0462	4529.0	47.43
100/15/90	37.8	10	10.0388	3765.0	56.30
100/30/90	31.9	10	10.0333	3179.0	63.10
100/60/90	34.8	10	10.0367	3467.0	59.76
100/90/90	45.9	10	10.0321	4575.0	46.90
200/15/90	30.2	10	10.0070	3018.0	64.97
200/30/90	43.2	10	10.0270	4308.0	50.00
200/60/90	35.9	10	10.0144	3585.0	58.39
200/90/90	37.0	10	10.0177	3693.0	57.13
300/15/90	34.9	10	10.0269	3481.0	59.60
300/30/90	53.2	10	10.0347	5302.0	38.47
300/60/90	46.3	10	10.0140	4624.0	46.34
300/90/90	37.8	10	10.0417	3764.0	56.31

ตารางที่ ง.2 ผลการทดลองเปอร์เซ็นต์การลดลงของอะลูมิเนียมเทียบกับเวลาในการกวนขณะทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส และที่ปริมาณกรดซัลฟูริกต่างๆ

สภาวะการเกิดปฏิกิริยา (ปริมาณกรดซัลฟูริก : มิลลิลิตร)	เวลาในการกวน ขณะไฮโดรไลซิส (min)	conc.(ppm)	dilute	น้ำหนัก(g)	concAl(mg/kg)	%Al ที่ลดลง
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1 ml.	15	23.2	10	5.0225	4619.0	35.66
	30	24.5	10	5.0374	4864.0	32.26
	60	18.1	10	5.0072	3615.0	49.65
	90	17.4	10	5.0184	3467.0	51.71
	180	14.1	10	5.0358	2800.0	61.00
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 2 ml.	15	22.6	10	5.0126	4509.0	37.20
	30	21.9	10	5.0017	4379.0	39.01
	60	15.6	10	5.0088	3115.0	56.62
	90	14.0	10	5.0177	2790.0	61.14
	180	15.3	10	5.0010	3059.0	57.39

ตารางที่ ง.3 ผลต่างอุณหภูมิสูงสุดและอุณหภูมิเริ่มต้นกับเวลาที่ใช้ในการกวนขณะทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ที่ความเร็วรอบการกวนต่างๆขณะออกซิเดชัน

(อุณหภูมิเริ่มต้น :  $t(s)$  อุณหภูมิสูงสุด :  $t(h)$  อุณหภูมิสิ้นสุดปฏิกิริยา :  $t(f)$  หน่วย องศาเซลเซียส)

สภาวะการเกิดปฏิกิริยา (ความเร็วการกวนขณะออกซิเดชัน / เวลา กวนขณะออกซิเดชัน / เวลาการกวน ไฮโดรไลซิส / ปริมาณกรดซัลฟูริก)	$t(s)$	$t(h)$	$t(f)$	$t(h) - t(s)$	$t(f) - t(s)$
100/15/15/1	31.3	33.9	33.0	2.6	1.7
100/30/15/1	27.9	29.9	29.0	2.0	1.1
100/60/15/1	29.0	32.3	31.0	3.3	2.0
100/90/15/1	27.0	29.8	29.0	2.8	2.0
200/15/15/1	27.4	30.3	29.2	2.9	1.8
200/30/15/1	31.5	34.9	33.7	3.4	2.2
200/60/15/1	28.9	31.6	30.0	2.7	1.1
200/90/15/1	28.4	32.4	31.1	4.0	2.7
300/15/15/1	30.3	33.2	33.5	2.9	3.2
300/30/15/1	30.3	33.3	31.2	3.0	0.9
300/60/15/1	29.9	32.8	31.8	2.9	1.9
300/90/15/1	29.4	33.8	32.7	4.4	3.3
100/15/60/1	30.4	33.8	31.5	3.4	1.1
100/30/60/1	29.1	31.0	29.3	1.9	0.2
100/60/60/1	30.8	34.8	32.1	4.0	1.3
100/90/60/1	30.6	33.9	31.6	3.3	1.0
200/15/60/1	31.5	34.9	32.7	3.4	1.2
200/30/60/1	29.3	32.7	29.7	3.4	0.4
200/60/60/1	31.2	34.8	32.4	3.6	1.2
200/90/60/1	33.1	36.1	33.9	3.0	0.8
300/15/60/1	31.7	34.7	32.5	3.0	0.8
300/30/60/1	28.1	32.3	29.1	4.2	1.0
300/60/60/1	32.1	36.1	33.2	4.0	1.1
300/90/60/1	33.3	35.8	33.3	2.5	0.0
100/15/90/1	30.8	34.1	31.8	3.3	1.0
100/30/90/1	28.7	32.0	29.7	3.3	1.0
100/60/90/1	31.5	34.9	32.7	3.4	1.2

สภาวะการเกิดปฏิกิริยา (ความเร็วการกวนขณะออกซิเดชัน / เวลา กวนขณะออกซิเดชัน / เวลาการกวนขณะ ไฮโดรไลซิส / ปริมาณกรดซัลฟูริก)	t (s)	t (h)	t (f)	t(h) - t(s)	t(f) - t (s)
100/90/90/1	32.3	35.9	33.2	3.6	0.9
200/15/90/1	32.9	36.1	33.4	3.2	0.5
200/30/90/1	29.4	33.1	30.6	3.7	1.2
200/60/90/1	30.3	34.0	32.0	3.7	1.7
200/90/90/1	31.8	35.5	33.2	3.7	1.4
300/15/90/1	33.0	36.3	33.4	3.3	0.4
300/30/90/1	30.6	33.9	31.0	3.3	0.4
300/60/90/1	31.4	35.6	33.0	4.2	1.6
300/90/90/1	32.9	36.9	34.8	4.0	1.9
100/15/15/2	32.7	37.4	36.3	4.7	3.6
100/30/15/2	33.7	37.7	36.7	4.0	3.0
100/60/15/2	34.2	38.2	37.3	4.0	3.1
100/90/15/2	31.6	35.9	35.2	4.3	3.6
200/15/15/2	31.8	36.2	34.9	4.4	3.1
200/30/15/2	32.2	36.9	35.5	4.7	3.3
200/60/15/2	32.3	36.4	35.7	4.1	3.4
200/90/15/2	32.5	36.4	35.7	3.9	3.2
300/15/15/2	30.4	35.4	33.8	5.0	3.4
300/30/15/2	31.2	35.9	34.9	4.7	3.7
300/60/15/2	31.4	36.3	35.1	4.9	3.7
300/90/15/2	30.8	35.7	33.8	4.9	3.0
100/15/30/2	30.8	35.6	32.4	4.8	1.6
100/30/30/2	31.3	36.1	32.9	4.8	1.6
100/60/30/2	31.9	37.1	34.2	5.2	2.3
100/90/30/2	33.2	37.7	35.3	4.5	2.1
200/15/30/2	33.8	38.7	35.5	4.9	1.7
200/30/30/2	31.5	36.2	33.1	4.7	1.6
200/60/30/2	31.5	36.2	33.5	4.7	2.0
200/90/30/2	30.8	35.4	32.3	4.6	1.5
300/15/30/2	31.2	35.2	33.6	4.0	2.4
300/30/30/2	32.9	37.5	34.9	4.6	2.0

สภาวะการเกิดปฏิกิริยา (ความเร็วการกวนขณะออกซิเดชัน / เวลา กวนขณะออกซิเดชัน / เวลาการกวนขณะ ไฮโดรไลซิส / ปริมาณกรดซัลฟูริก)	t (s)	t (h)	t (f)	t(h) - t(s)	t(f) - t (s)
300/60/30/2	30.9	35.2	32.4	4.3	1.5
300/90/30/2	31.0	36.2	32.7	5.2	1.7
100/15/60/2	29.2	33.3	30.6	4.1	1.4
100/30/60/2	29.4	33.7	31.1	4.3	1.7
100/60/60/2	30.7	34.9	32.0	4.2	1.3
100/90/60/2	28.4	32.5	30.2	4.1	1.8
200/15/60/2	30.5	34.7	31.8	4.2	1.3
200/30/60/2	31.2	35.6	32.6	4.4	1.4
200/60/60/2	28.6	33.3	30.3	4.7	1.7
200/90/60/2	29.7	34.8	31.6	5.1	1.9
300/15/60/2	31.8	36.2	33.1	4.4	1.3
300/30/60/2	30.8	35.5	31.9	4.7	1.1
300/60/60/2	31.4	36.2	32.6	4.8	1.2
300/90/60/2	32.1	37.2	33.7	5.1	1.6
100/15/90/2	30.7	35.2	31.7	4.5	1.0
100/30/90/2	31.4	36.1	32.6	4.7	1.2
100/60/90/2	32.4	37.1	33.7	4.7	1.3
100/90/90/2	30.8	35.8	32.7	5.0	1.9
200/15/90/2	31.5	36.0	32.7	4.5	1.2
200/30/90/2	32.2	37.2	33.6	5.0	1.4
200/60/90/2	30.4	35.2	32.6	4.8	2.2
200/90/90/2	32.0	36.9	33.8	4.9	1.8
300/15/90/2	31.1	36.1	32.1	5.0	1.0
300/30/90/2	32.0	36.7	33.4	4.7	1.4
300/60/90/2	33.2	38.4	33.9	5.2	0.7
300/90/90/2	31.2	36.2	32.3	5.0	1.1
100/15/60/3	33.0	38.6	33.6	5.6	0.6
100/30/60/3	30.6	36.7	30.7	6.1	0.1
100/60/60/3	30.2	36.4	31.0	6.2	0.8
100/90/60/3	25.2	32.3	26.8	7.1	1.6
200/15/60/3	31.4	37.0	32.4	5.6	1.0

สภาวะการเกิดปฏิกิริยา (ความเร็วการกวนขณะออกซิเดชัน / เวลา กวนขณะออกซิเดชัน / เวลาการกวนขณะ ไฮโดรไลซิส / ปริมาณกรดซัลฟูริก)	t (s)	t (h)	t (f)	t(h) - t(s)	t(f) - t (s)
200/30/60/3	31.9	37.9	32.5	6.0	0.6
200/60/60/3	31.4	37.4	32.6	6.0	1.2
200/90/60/3	32.2	38.2	32.9	6.0	0.7
300/15/60/3	32.4	38.3	32.8	5.9	0.4
300/30/60/3	31.8	37.2	32.6	5.4	0.8
300/60/60/3	32.5	38.8	33.4	6.3	0.9
300/90/60/3	31.7	38.1	32.4	6.4	0.7
100/15/90/3	24.8	31.8	26.8	7.0	2.0
100/30/90/3	26.0	33.5	28.3	7.5	2.3
100/60/90/3	27.9	35.1	30.2	7.2	2.3
100/90/90/3	27.6	35.3	29.4	7.7	1.8
200/15/90/3	32.1	38.0	32.9	5.9	0.8
200/30/90/3	32.3	38.2	33.0	5.9	0.7
200/60/90/3	32.8	39.1	33.6	6.3	0.8
200/90/90/3	31.8	37.7	32.5	5.9	0.7
300/15/90/3	33.5	39.6	34.4	6.1	0.9
300/30/90/3	32.1	38.1	32.9	6.0	0.8
300/60/90/3	32.5	38.7	33.2	6.2	0.7
300/90/90/3	31.7	38.3	33.3	6.6	1.6

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



## ประวัติผู้เขียน

นางสาว นฤมล เจริญตรา เกิดเมื่อวันที่ 6 ธันวาคม 2519 ที่กรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาบัณฑิต จากภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปี พ.ศ. 2540 และได้ทำการศึกษาต่อในระดับปริญญาโท ที่ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปี พ.ศ. 2541



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย