

การตกผลึกลำดับส่วนและพิกัดเอกลักษณะของไขที่ได้จากรำข้าว



นาย จันทเดช โหมยิตเจริญกุล

ศูนย์วิทยทรัพยากร

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

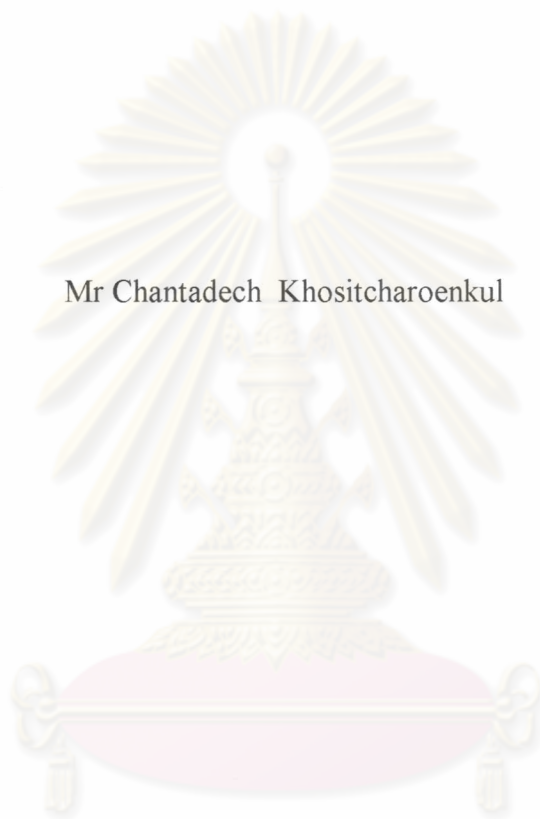
ปีการศึกษา 2548

ISBN 974-14-3380-8

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

FRACTIONAL CRYSTALLIZATION AND CHARACTERIZATION
OF RICE BRAN WAX

Mr Chantadech Khositcharoenkul



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

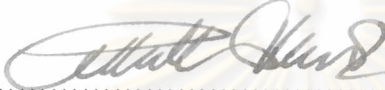
Faculty of Science
Chulalongkorn University

Academic Year 2005

ISBN 974-14-3380-8

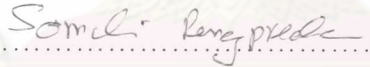
Thesis title Fractional Crystallization and Characterization of
Rice Bran Wax
By Mr Chantadech Khositcharoenkul
Field of study Petrochemistry and Polymer Science
Thesis Adviser Associate Professor Somchai Pengprecha, Ph. D.
Thesis Co-Advisor Associate Professor Supawan Tantayanon, Ph.D.

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

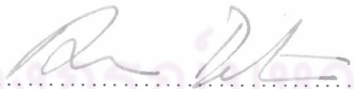

..... Dean of the Faculty of Science
(Professor Piamsak Menasveta, Ph.D.)


THESIS COMMITTEE


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


..... Thesis Advisor
(Associate Professor Somchai Pengprecha, Ph.D.)


..... Thesis Co-Advisor
(Associate Professor Supawan Tantayanon, Ph.D.)


..... Member
(Associate Professor Amorn Petsom, Ph.D.)


..... Member
(Associate Professor Wimonrat Trakarnpruk, Ph.D.)

จันทเดช โฆษิตเจริญกุล : การตกผลึกลำดับส่วนและพิกัดของเอกลักษณะของไขที่ได้จากรำข้าว. (FRACTIONAL CRYSTALLIZATION AND CHARACTERIZATION OF RICE BRAN WAX) อ. ที่ปรึกษา : รศ.ดร. สมใจ เฟิงปรีชา, อ. ที่ปรึกษาร่วม : รศ.ดร. ศุภวรรณ ตันตยานนท์, 72 หน้า. ISBN 974-14-3380-8.

การศึกษานี้มีเป้าหมายในการทำไขรำข้าวให้บริสุทธิ์ โดยดัดแปรเทคนิคการตกผลึกลำดับส่วนโดยใช้เทคนิค TREF ร่วมกับ Crystaf ซึ่งเป็นการตกผลึกไขรำข้าวบนทรายซึ่งถูกใช้เป็นตัวรองรับและใช้ตัวทำละลายเฮกเซนเป็นตัวทำละลาย เมื่อทำการตกผลึกสมบูรณ์ได้ทำการนำตัวทำละลายออกอย่างช้าๆ จากนั้นทำการชะด้วยตัวทำละลายเฮกเซนที่อุณหภูมิ 30, 40 และ 50 องศาเซลเซียส สามารถแยกไขรำข้าวได้รวม 4 แฟรงชันที่อุณหภูมิ 20, 30, 40 และ 50 องศาเซลเซียสตามลำดับ

การหาสมบัติทางกายภาพไขทุกแฟรงชัน โดยทำการทดสอบหาค่าสปอนนิฟิเคชัน แวลู, ค่าแอสซิด แวลู, ค่าไอ โอดีน แวลู และค่าจุดหลอมเหลว จากการศึกษาองค์ประกอบของไขที่ได้แต่ละแฟรงชัน ซึ่งทำการหาองค์ประกอบด้วยเทคนิค FT-IR และ GC-MS ซึ่งผลการทดสอบโดยเทคนิค FT-IR ได้ผลการทดลองโดยทุกแฟรงชันที่เป็นองค์ประกอบของไขรำข้าวประกอบด้วย ไขประเภทเอสเทอร์ ในส่วนของ GC-MS แสดงให้ทราบว่าองค์ประกอบทางเคมีส่วนใหญ่ของไขจากรำข้าวเป็นไขประเภทเอสเทอร์ และกรดไขมันอิสระ โดยการศึกษานี้ได้ผลสรุปว่าที่แฟรงชันที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส มีค่าแอสซิด แวลูอยู่ในช่วงระหว่าง 5.0-5.5 ซึ่งค่าที่ได้มีสมบัติดีกว่าไขที่จำหน่ายในเชิงพาณิชย์ซึ่งผ่านกระบวนการกลั่นแยกในสุญญากาศซึ่งจากการทดลองนี้ที่แฟรงชันที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสมีคุณสมบัติใกล้เคียงกับไขเชิงพาณิชย์สำหรับใช้กับอุตสาหกรรมเครื่องสำอางค์และยา

สาขาวิชา.....ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์. ลายมือชื่อนิสิต.....
 ปีการศึกษา.....2548..... ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....
 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

467222523 : MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE

KEY WORD: RICE BRAN WAX / CRYSTALLIZATION / SEPARATION

CHANTADECH KHOSITCHAROENKUL: FRACTIONAL
CRYSTALLIZATION AND CHARACTERIZATION OF RICE BRAN
WAX. THESIS ADVISOR: ASSOC. PROF. SOMCHAI PENGPRECHA,
Ph. D., THESIS CO-ADVISOR: ASSOC. PROF. SUPAWAN
TANTAYANON, Ph. D., 72 pp. ISBN 974-14-3380 -8.

This study is aimed to purify rice bran wax by the modified TREF with Crystaf technique. Sand was used as a solid support and hexane as a solvent in crystallization step. After crystallization was completed, the fraction in hexane was gently removed. Then, wax was eluted at various temperature i.e., 30, 40 and 50°C, with hexane to obtain four fractioned waxes, respectively.

The physical properties of all fractioned waxes were measured, i.e., saponification value, acid value, iodine value and drop melting point. The identification of the possible components in each fractioned wax was performed by FT-IR and GC-MS. The results of FT-IR indicated that all fractioned waxes were ester waxes. The GC-MS data showed the presence of free fatty acid and fatty acid esters in these fractioned waxes. Only fractioned wax eluted at 40 °C had acid value in the range of 5.0-5.5 which was better than the others and commercial refined wax. Accordingly, the fractioned wax eluted at 40 °C had high value and can be used in cosmetics and medicine industries.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Field of study : Petrochemistry and Polymer Science Student's signature... *Chantadech Khositcharoenkul*
Academic Year..... 2005..... Advisor's signature..... *Somchai Pengprecha*
Co-Advisor's signature..... *Supawan Tantayanon*

ACKNOWLEDGEMENTS

The author wishes to express his sincerest gratitude to his thesis advisor, Assoc. Prof. Dr. Somchai Pengpreecha and Assoc. Prof. Dr. Supawan Tantayanon for their helpful suggestions, constant encouragement and guidance throughout the course of this thesis. To Prof. Dr. Pattarapan Prasassarakich, Assist. Assoc. Dr. Amorn Petsom and Assoc. Prof. Dr. Wimonrat Trakarnpruk, the author is highly grateful for their valuable suggestions and advice as thesis examiners.

Special thanks are due to the Thai Vegetable Oil Co., Ltd. for their support for the research on rice wax. I am very appreciate the support and encouragement of Mr. Sutteerawat Samingprai. The assistance, fruitful discussions and supportive friendships of the students and staff of the Functional Polymer and Petrochemistry Research Lab at Chulalongkorn University is also gratefully appreciated.

Additionally, the author would like to thank the entire staff of the Central Instrument Facility (CIF), Mahidol University and his friends for their suggestions and support throughout this work.

Finally, I would like to express warmest thanks to my family for their care and supports through out the rigors and duration of study bringing it to a successful conclusion. Thanks are also due to those many friends who are not explicitly mentioned who contributed suggestions, and support throughout the researchs.

CONTENTS

	PAGE
ABSTRACT (in Thai).....	iv
ABSTRACT (in English).....	v
ACKNOWLEDGEMENTS.....	vi
CONTENTS.....	vii
LIST OF FIGURES.....	x
LIST OF TABLES.....	xi
ABBREVIATIONS.....	xii
CHAPTER I INTRODUCTION	
1.1 Introduction.....	1
1.2 Objectives and Scope of the Research.....	2
CHAPTER II THEORY AND LITERATURE REVIEW	
2.1 Waxes.....	5
2.1.1 Insect and Animal Waxes.....	6
2.1.2 Vegetable Waxes.....	7
2.1.3 Mineral Waxes.....	11
2.1.4 Synthetic Waxes.....	15
2.2 Analytical Techniques.....	19
2.2.1 Melting and Congealing Points.....	20
2.2.2 Hardness.....	21
2.2.3 Color.....	21
2.2.4 Oil Content.....	22
2.2.5 Viscosity.....	22
2.2.6 Acid Number.....	22
2.2.7 Saponification Number.....	22
2.2.8 Differential Scanning Calorimetry.....	23
2.2.9 Gas Chromatography.....	23
2.2.10 Gel Permeation Chromatography.....	24
2.2.11 Infrared Spectroscopy.....	24

	PAGE
2.2.12 Nuclear Magnetic Resonance	24
CHAPTER III EXPERIMENTAL	
3.1 Apparatus.....	25
3.2 Chemicals.....	25
3.3 Procedure.....	26
3.3.1 Preparing Inert Support.....	26
3.3.2 Wax crystallization Process with Crystaf	26
3.3.3 Wax Elution Process by TREF technique	27
3.4 Characterization of wax properties.....	27
3.4.1 Determination of Saponification Number (ASTM D1387)..	27
3.4.2 Determination of Acid Number (ASTM D1386).....	28
3.4.3 Determination of the Iodine Value of Fats and Oils (ASTM D5554).....	29
3.4.4 Determination of Drop Melting Point (ASTM 127).....	31
3.4.5 Determination of Wax by GC-MS.....	32
3.4.6 Determination of Wax by FT-IR	33
3.5 Choose the inert support	33
CHAPTER IV RESULT AND DICUSSION	
4.1 Crystallizations Process	35
4.1.1 Crystallization step with 500 μ m sand.....	35
4.2 Elution Process	35
4.2.1 500 μ m elution process with hexane.....	35
4.3 Investigation and Comparison of the Waxes Properties ..	36
4.3.1 The Refined Rice Bran Wax Specification.....	36
4.3.2 Physical Properties of rice wax fraction.....	38
4.3.3 The Distribution of Rice Bran Wax.....	39
4.3.4 FT-IR results.....	40
4.3.5 Determination of Wax by GC-MS.....	41
CHAPTER V CONCLUSION AND SUGGESTION	
5.1 Conclusion.....	45
5.2 Suggestion.....	46
REFERENCES.....	47

	PAGE
APPENDIX.....	49
APPENDIX A.....	50
APPENDIX B.....	56
APPENDIX C.....	68
VITA.....	72



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF FIGURES

	PAGE
Figure 1 Mechanism of TREF	4
Figure 1A FT-IR spectrum of the wax fraction eluted at 20 °C.	51
Figure 2A FT-IR spectrum of the wax fraction eluted at 30 °C.	52
Figure 3A FT-IR spectrum of the wax fraction eluted at 40 °C.	53
Figure 4A FT-IR spectrum of the wax fraction eluted at 50 °C.	54
Figure 5A FT-IR spectrum of the wax fraction.	55
Figure 1B GC-MS Spectrum of rice bran wax	57
Figure 2B GC-MS Spectrum of the wax fraction eluted at 20 °C	59
Figure 3B GC-MS Spectrum of the wax fraction eluted at 30°C	61
Figure 4B GC-MS Spectrum of the wax fraction eluted at 40°C	64
Figure 5B GC-MS Spectrum of the wax fraction eluted at 50°C	66



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF TABLES

		PAGE
Table 1	Typical properties of petroleum waxes	13
Table 3.1	The properties of wax	27
Table 4.1	Specification of Refined rice wax	37
Table 4.2	The physical properties of rice wax fraction	38
Table 4.3	The Distribution of rice bran wax	39
Table 4.4	The absorption assignments of 20 °C fraction wax.	43
Table 4.5	The absorption assignments of 30 °C fraction wax.	43
Table 4.6	The absorption assignments of 40 °C fraction wax.	44
Table 4.7	The absorption assignments of 50 °C fraction wax.	44
Table 4.8	The GC-MS result of wax fraction	45
Table 4.9	The GC-MS result of wax fraction at 20 °C	45
Table 4.10	The GC-MS result of wax fraction at 30 °C	46
Table 4.11	The GC-MS result of wax fraction at 40 °C	46
Table 4.12	The GC-MS result of wax fraction at 50 °C	46
Table 1C	Raw data for saponification value of wax	69
Table 2C	Raw data for Acid value of wax	70
Table 3C	The GC-MS result of wax fraction at 50 °C	71

ศูนย์วิทยทรัพยากร
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF ABBREVIATIONS

ASTM	=	American Society for Testing and Materials
°C	=	Degree Celcius
ml	=	Milliliter
Sp.Gr.	=	Specific Gravity
cm ⁻¹	=	Unit of wave number
%wt	=	Percent by weight
%yield	=	Percent yield
FAO	=	Food and Agriculture Organization
RBO	=	Rice Bran Oil
TREF	=	Temperature Rising Elution Fractionation
PE	=	Polyethylene
PP	=	Polypropylene
LLDPE	=	Linear Low-density Polyethylene
DSC	=	Differential Scanning Calorimeter
GC	=	Gas Chromatography
GPC	=	Gel Permeation Chromatography
RI	=	Refractive Index
DSC	=	Differential Scanning Calorimetry
IR	=	Infrared Spectroscopy
NMR	=	nuclear magnetic resonance
min	=	minute
µm	=	microliter
RIC	=	Reconstructed Ion Chromatogram