

รูปแบบของผลิตภัณฑ์จากการไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์  
ที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างไตรเอทิลอะลูมิเนียมกับ  
เอทิลไดเอทานอลเอมีนในน้ำมันแร่ขาว



นางสาว พัชรา ภูผา

สถาบันวิทยบริการ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2545

ISBN 974-17-1736-9

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

FORMS OF HYDROLYSIS PRODUCTS OF ALUMINIUM ALKOXIDE PRODUCED FROM  
THE REACTION BETWEEN TRIETHYLALUMINUM AND  
ETHYLDIETHANOLAMINE IN THE WHITE MINERAL OIL

Miss Patchara Pupa

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 2002  
ISBN 974-17-1736-9

หัวข้อวิทยานิพนธ์      รูปแบบของผลิตภัณฑ์จากการไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียม  
อัลคอกไซด์ที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างไตรเอทิลอะลูมิเนียมกับเอทิล  
ไดเอทานอลเอมีนในน้ำมันแร่ขาว

โดย                              นางสาว พัชรา ภูผา  
สาขาวิชา                      วิศวกรรมเคมี  
อาจารย์ที่ปรึกษา              อาจารย์ ดร. วิทย์ สุนทรนันท์

คณะวิศวกรรมศาสตร์      จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย      อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์  
ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

.....      คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์  
(ศาสตราจารย์ ดร.สมศักดิ์ ปัญญาแก้ว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....      ประธานกรรมการสอบ  
(รองศาสตราจารย์ ดร.ธวัชชัย ชรินพานิชกุล)

.....      อาจารย์ที่ปรึกษา  
(อาจารย์ ดร.วิทย์ สุนทรนันท์)

.....      กรรมการ  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วิจิตรา จงวิศาล)

.....      กรรมการ  
(รองศาสตราจารย์ ดร. จิรกานต์ เมืองนาโพธิ์)

พัชรา ภูผา : รูปแบบของผลิตภัณฑ์จากการไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างไตรเอทิลอะลูมิเนียมกับเอทิลไดเอทานอลเอมีนในน้ำมันแร่ขาว. (Forms of Hydrolysis Products of Aluminium Alkoxide Produced from the Reaction between Triethylaluminum and Ethyldiethanolamine in the White Mineral Oil) อ.ที่ปรึกษา : อาจารย์ ดร. วิทย์ สุนทรนันท์, 147 หน้า. ISBN 974-17-1736-9

งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษารูปแบบของผลิตภัณฑ์จากการไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างไตรเอทิลอะลูมิเนียมกับเอทิลไดเอทานอลเอมีนในน้ำมันแร่ขาว ทั้งทางด้านปริมาณและคุณภาพวิเคราะห์ โดยใช้เทคนิค NMR FTIR AAS SEM เครื่องมือวิเคราะห์ขนาดอนุภาค และเครื่องมือวิเคราะห์สารอินทรีย์ โดยมีหัวข้อการวิเคราะห์คือ ปริมาณอะลูมิเนียมที่ลดลง ขนาดของอนุภาคและโครงสร้างผลึก ปริมาณน้ำมันที่ได้หลังการไฮโดรไลซิส และการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบในเฟสน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิส ตัวแปรที่ใช้ศึกษา คือ อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียม อุณหภูมิ รอบของการปั่นกวน และเวลา จากการทดลองพบว่าไม่มีปัจจัยใดเลยที่ส่งผลกระทบต่อลดลงของปริมาณอะลูมิเนียมในน้ำมันแร่ขาว เนื่องจากสารประกอบอะลูมิเนียมที่เกิดขึ้นหลังการไฮโดรไลซิสสามารถเกิดการรวมตัวกันเป็นโครงสร้างขนาดใหญ่ที่ตกตะกอนและแยกเฟสออกจากน้ำมันที่ให้การย้อนกลับของปฏิกิริยาต่ำมาก ซึ่งสอดคล้องกับการทดลองในส่วนของการศึกษาการเปลี่ยนองค์ประกอบในเฟสน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิส สำหรับขนาดของอนุภาคและโครงสร้างผลึกหลังการไฮโดรไลซิส และ ปริมาณน้ำมันที่ได้หลังการไฮโดรไลซิสจะขึ้นกับอุณหภูมิ การปั่นกวน และสัดส่วนน้ำต่ออะลูมิเนียมเป็นสำคัญ โดยปัจจัยต่างๆ เหล่านี้มีผลต่อผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น ที่อุณหภูมิต่ำ รอบการปั่นกวนสูง เวลาในการทำปฏิกิริยามาก และมีปริมาณน้ำมาก จะมีแนวโน้มการเกิดผลิตภัณฑ์ในรูปของอะลูมิเนียมไตรไฮดรอกไซด์ ซึ่งมีโครงสร้างผลึกขนาดเล็กที่เชื่อมโยงด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์และสามารถกระจายตัวในเฟสน้ำมันได้ง่าย ทำให้ประสิทธิภาพการแยกน้ำมันต่ำลงในขณะที่สภาวะอุณหภูมิสูง รอบการปั่นกวนต่ำ เวลาในการทำปฏิกิริยาน้อย และปริมาณน้ำน้อย จะมีแนวโน้มการเกิดผลิตภัณฑ์ที่รวมตัวเป็นอนุภาคขนาดใหญ่และแข็งแรงที่เกิดจากการเชื่อมโยงด้วยพันธะโควาเลนต์ สามารถแยกออกจากเฟสน้ำมันได้ง่ายกว่า

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา.....วิศวกรรมเคมี.....ลายมือชื่อนิสิต.....  
สาขาวิชา.....วิศวกรรมเคมี.....ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....  
ปีการศึกษา.....2545.....

# # 4270450521 : MAJOR CHEMICAL ENGINEERING

KEYWORD : WHITE MINERAL OIL / HYDROLYSIS / ALUMINIUM ALKOXIDE / ETHYL  
DIETHANOLAMINE / TRIETHYLALUMINUM

PATCHARA PUPA : FORMS OF HYDROLYSIS PRODUCTS OF ALUMINIUM  
ALKOXIDE PRODUCED FROM THE REACTION BETWEEN  
TRIETHYLALUMINUM AND ETHYLDIETHANOLAMINE IN THE WHITE  
MINERAL OIL. THESIS ADVISOR : WIT SOONTARANUN, Ph.D., 147 pp. ISBN  
974-17-1736-9

This research aimed at studying forms of hydrolysis products of aluminum alkoxide produced from the reaction between triethylaluminum and ethyldiethanolamine in the white mineral oil. The analysis in the study was accomplished both quantitatively and qualitatively, by the applications of NMR, FTIR, AAS, SEM, particle size analyzer, and CHNS/O analyzer. The analysis could be categorized into four aspects; namely, the reduction of aluminium content in oil, particle size and crystal lattice of hydrolysis products, oil content obtained after hydrolysis, and change in functional groups in oil after hydrolysis. Correspondingly, the following factors were investigated; mass ratio of water to aluminium, temperature, mixing speed, and time. According to the experiments, it was found that none of the stated factors had an effect in reducing the aluminium content in white mineral oil. Since after the hydrolysis, the aluminium compound could form to a larger lattice making it easy to separate from the oil phase after the hydrolysis which give low rate of reversible reaction. This was consistent with the results of the succeeding experiments where change in functional groups in oil phase after the hydrolysis was studied. As for the study of particle size and crystal lattice after hydrolysis, and oil content obtained from hydrolysis depends significantly on temperature, mixing speed and mass ratio of water to aluminium due to the occurrence of different form of products. At low temperature, high mixing speed, long reaction time and high water content, aluminium trihydroxide is formed whose lattice size is small and connected by Van der Waals' forces, and is able to distribute in oil phase. Therefore oil separation efficiency is low. On the other hand, at high temperature, low mixing speed, short reaction time and low water content, the products tend to form the larger and stronger particle size of covalent bonding which could be easier separated from oil phase.

Department.....Chemical Engineering.....Student's signature.....

Field of study....Chemical Engineering.....Advisor's signature.....

Academic year.....2002.....

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยความช่วยเหลือจากหลายๆท่าน ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ อาจารย์ ดร. วิทย์ สุนทรนันท์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ เป็นอย่างสูงสำหรับการให้คำปรึกษาที่มีคุณค่าต่อการพัฒนางานวิจัย การตรวจแก้ไขวิทยานิพนธ์ ตลอดจนเป็นต้นแบบของการพัฒนาความคิดและการเป็นนักวิจัยที่ดี

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.รัชชชัย ชรินพาณิชกุล ประธานกรรมการสอบผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วิจิตรา จงวิศาล และ รองศาสตราจารย์ ดร. จิรگانต์ เมืองนาโพธิ์ กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ซึ่งได้เสนอข้อคิดเห็นที่เป็นประโยชน์และแก้ไข เพิ่มเติมส่วนที่บกพร่องของงานวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณ ผศ. ดร. ธราธร มงคลศรี และนิสิตห้องวิจัยปิโตรเลียม สำหรับคำแนะนำและความช่วยเหลือในการใช้เครื่องมือวิเคราะห์ต่างๆ

ขอขอบพระคุณ บัณฑิตวิทยาลัย ที่ได้สนับสนุนให้ทุนอุดหนุนการวิจัย

ขอขอบคุณศูนย์เครื่องมือวิเคราะห์และห้องปฏิบัติการเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ห้องปฏิบัติการวิจัยชีวเคมี ที่เอื้อเพื่อเครื่องมือในการวิเคราะห์ข้อมูลที่เป็นประโยชน์สำหรับงานวิจัย

ขอบคุณมากๆ สำหรับ พี่ๆ เพื่อนๆ และ น้องๆ ห้องปฏิบัติการวิจัยสิ่งแวดล้อมและความปลอดภัย และห้องปฏิบัติการวิจัยชีวเคมี ที่ได้ให้กำลังใจ คำแนะนำ และ ความช่วยเหลือจนงานวิจัยสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

สุดท้ายนี้ ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา และขอบคุณทุกคนในครอบครัวที่คอยเป็นกำลังใจ และให้ความสนับสนุนทางการศึกษาตลอดมา จนกระทั่งงานวิจัยสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฎ
สารบัญรูป.....	ฏ
บทที่	
1. บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	1
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ.....	2
1.5 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	2
2. ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 น้ำมันแร่ขาว.....	4
2.2 อัลคานอลเอมีน.....	4
2.3 อะลูมิเนียมอัลคิล.....	5
2.4 อะลูมิเนียมอัลคอกไซด์.....	6
2.5 รูปแบบของสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์.....	6
2.6 สารละลายคอลลอยด์.....	14
2.7 การเกิดเจล.....	15
2.8 ทฤษฎี โซล-เจล.....	16
2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	19
3. วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	
3.1 สารตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง.....	26
3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	26
3.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบตัวอย่าง.....	
3.3.1 Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy (NMR).....	26
3.3.2 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR).....	27
3.3.3 Atomic Absorption Spectrometer (AAS).....	28



## สารบาญ (ต่อ)

	หน้า
3.3.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (Scanning Electron Microscope หรือ SEM).....	29
3.3.5 เครื่องมือวิเคราะห์ขนาดอนุภาค (Particle Size Analyzer).....	29
3.3.6 เครื่องมือวิเคราะห์สารอินทรีย์ (CHNS/O Analyzer).....	30
3.3.7 ไฮโดรมิเตอร์ (Hydrometer).....	30
3.3.8 วิสโคมิเตอร์ (Viscometer).....	31
3.4 ขั้นตอนการทดลอง.....	31
4. ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล	
4.1 ผลการวิเคราะห์น้ำมันตัวอย่าง.....	34
4.1.1 ความหนาแน่น.....	35
4.1.2 ความหนืด.....	35
4.1.3 ปริมาณอะลูมิเนียม.....	35
4.1.4 ปริมาณอินทรีย์สาร.....	36
4.1.5 ผลการวิเคราะห์โดยใช้ NMR.....	36
ก. ผลการทดสอบน้ำมันตัวอย่างด้วย $^{27}\text{Al-NMR}$ .....	36
ข. ผลการทดสอบน้ำมันตัวอย่างด้วย $^1\text{H-NMR}$ .....	39
4.1.6 ผลการวิเคราะห์โดยใช้ FTIR.....	42
4.2 การวิเคราะห์ผลของการไฮโดรไลซิส.....	48
4.2.1 อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียม.....	52
ก. ผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อปริมาณอะลูมิเนียมที่ลดลง.....	52
ข. ผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อขนาดของอนุภาคและโครงสร้างผลึก.....	57
ค. ผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อปริมาณน้ำมันที่ได้หลังการไฮโดรไลซิส.....	64
ง. ผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบในเฟสน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิส.....	69
4.2.2 อุณหภูมิ.....	71
ก. ผลของอุณหภูมิของปฏิกิริยาที่มีต่อปริมาณอะลูมิเนียมที่ลดลง.....	71



สารบาญ (ต่อ)

	หน้า
ข. ผลของอุณหภูมิที่มีต่อขนาดของอนุภาคและโครงสร้างผลึก	73
ค. ผลของอุณหภูมิที่มีต่อปริมาณน้ำมันที่ได้หลังการไฮโดรไลซิส.....	75
ง. ผลของอุณหภูมิของน้ำที่มีต่อการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบในเฟสน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิส.....	77
4.2.3 รอบของการปั่นกวน.....	79
ก. ผลของรอบการปั่นกวนที่มีต่อปริมาณอะลูมิเนียมที่ลดลง...	79
ข. ผลของรอบการปั่นกวนที่มีต่อขนาดของอนุภาคและโครงสร้างผลึก.....	81
ค. ผลของรอบการปั่นกวนที่มีต่อปริมาณน้ำมันที่ได้หลังการไฮโดรไลซิส.....	84
ง. ผลของรอบการปั่นกวนที่มีต่อการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบในเฟสน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิส.....	86
4.2.4 เวลา.....	88
ก. ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อปริมาณอะลูมิเนียมที่ลดลง.....	88
ข. ผลของเวลาที่มีต่อขนาดของอนุภาคและโครงสร้างผลึก.....	90
ค. ผลของเวลาที่มีต่อปริมาณน้ำมันที่ได้หลังการไฮโดรไลซิส..	92
ง. ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบในเฟสน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิส.....	94
5. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	95
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	97
รายการอ้างอิง.....	98
ภาคผนวก	
ก. วิธีการใช้งาน และการเตรียมสารเพื่อใช้บันทึก IR สเปคตรัม.....	103
ข. การวิเคราะห์หาความหนาแน่นของน้ำมัน.....	105
ค. การวิเคราะห์หาความหนืดของน้ำมัน.....	107
ง. 1. การวิเคราะห์หาปริมาณของอะลูมิเนียมในน้ำมันแร่ขาว.....	110
2. วิธีการใช้เครื่อง AAS.....	113

สารบาญ (ต่อ)

	หน้า
จ การคำนวณปริมาตรของน้ำมันที่ใช้ในการทดลอง.....	115
ฉ วิธีการใช้งาน Coulter และการเตรียมสารเพื่อวิเคราะห์ขนาดอนุภาค.....	118
ช ปริมาณของอะลูมิเนียมไตรเอทิลที่ถูกดูดซึมในน้ำมันแร่ขาว.....	120
ช ปริมาณของ EDEA ที่ผสมในน้ำมันตัวอย่างก่อนการดูดซับอะลูมิเนียม อัลคิล.....	121
ฅ การคำนวณปริมาณอัตราส่วนของธาตุจากร้อยละของธาตุที่ได้จากเครื่อง วิเคราะห์อินทรีย์สารและ AAS.....	122
ญ ร้อยละของสารประกอบอัลคอกไซดในน้ำมันตัวอย่าง.....	123
ฎ อัตราส่วนโดยมวลของน้ำและอะลูมิเนียมที่เข้าทำปฏิกิริยาโดยสมบูรณ์.....	126
ฎ ปริมาณสารที่เกิดและเหลือจากปฏิกิริยาและผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากการไฮโดร ไลซิส.....	127
ฐ การหาตำแหน่งพีคแสดงหมู่ฟังก์ชันของสารที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย FTIR.....	132
ฑ การหาร้อยละโดยมวลของเอทิลไดเอทานอลเอมีนที่เหลือจากการเข้าทำ ปฏิกิริยา.....	134
ฒ การหาอัตราส่วนอะตอมของน้ำมันแร่ขาวร่วมกับสารประกอบอัลคอกไซด...	137
ณ ตารางผลการทดลอง.....	138
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	147

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1	สูตรโมเลกุลและชื่อของไฮเดรตอะลูมินาที่ใช้กันทั่วไป..... 8
2.2	การละลายของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์..... 10
2.3	คุณสมบัติทางโครงสร้างของออกไซด์และไฮดรอกไซด์..... 12
2.4	เปรียบเทียบคุณสมบัติของอะลูมิเนียมโมโนไฮดรอกไซด์และไตรไฮดรอกไซด์..... 13
2.5	อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เกิดจากการตกตะกอนที่สภาวะต่างๆ..... 13
4.1	ผลการทดสอบคุณสมบัติของน้ำมันตัวอย่างเทียบกับน้ำมันแร่ชาวบริสุทธ์..... 34
4.2	ปริมาณอะลูมิเนียมในน้ำมันแร่ชาว เมื่อระยะเวลาในการวิเคราะห์ต่างกัน..... 35
4.3	แสดงค่าการจับสัญญาณ และการตีความหมายน้ำมันตัวอย่างที่ได้จาก $^1\text{H} - \text{NMR}$ 40
ท1	การหาพื้นที่ใต้กราฟในช่วงของเลขคลื่นที่แสดงถึงหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซี (-OH) ในเอทิลไดเอทานอลเอมีน เพื่อหาความสัมพันธ์เชิงเส้น และใช้ในการหาความเข้มข้นของเอทิลไดเอทานอลเอมีนในตัวอย่าง..... 134
ณ1	สัญลักษณ์แสดงสภาวะต่างๆ ที่ใช้ในการทดลอง..... 138
ณ2	ร้อยละของอะลูมิเนียมที่ลดลงของน้ำมันที่ได้หลังการไฮโดรไลซิสที่สภาวะในการทำปฏิกิริยาต่างๆ..... 139
ณ3	ร้อยละของของน้ำมันที่ได้คืนกลับมาเทียบกับน้ำมันเริ่มต้นหลังการไฮโดรไลซิสที่สภาวะในการทำปฏิกิริยาต่างๆ..... 140
ณ4	ข้อมูลขนาดของอนุภาคอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เกิดในเฟสของแข็งหลังการไฮโดรไลซิสที่สภาวะในการทำปฏิกิริยาต่างๆ เมื่อทำการทดสอบด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค..... 146

## สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1	ขั้นตอนการผลิตสารประกอบอะลูมิเนียมโดยมีสารเริ่มต้นเป็นบอกไซต์ (Bauxite) โดยกระบวนการเบเยอร์..... 8
2.2	สารประกอบอะลูมิเนียมที่มีหมู่ไฮดรอกไซด์เป็นตัวเชื่อมระหว่างอะตอมของอะลูมิเนียม..... 9
2.3	อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (a) เบเยอร์ $\alpha$ -ไตรไฮเดรต x 800 b) $\alpha$ -ไตรไฮเดรตผลึกเดี่ยว x 25,000 c) $\beta$ -ไตรไฮเดรต x 800 d) $\beta$ -โมนोไฮเดรตผลึกเดี่ยว x 25,000..... 11
2.4	แสดงคอลลอยด์ที่มีประจุ (ก) Positive sol (ข) Negative sol..... 15
2.5	กระบวนการผลิตโซล..... 19
4.1	แสดงพีคของการทดสอบสารประกอบอะลูมิเนียมในน้ำมันแร่ขาวด้วย $^{27}\text{Al}$ -NMR..... 37
4.2	พีคของการทดสอบสารด้วย $^1\text{H}$ -NMR ก) สารประกอบอะลูมิเนียมในน้ำมันแร่ขาว ข) น้ำมันแร่ขาว..... 39
4.3	พีค $^1\text{H}$ -NMR ของ เอทิลไดเอทานอลเอมีนปริสุทธ์..... 41
4.4	แสดงการดูดซับแสงของน้ำมันแร่ขาว สารประกอบอัลคอกไซด์ในน้ำมันตัวอย่าง และน้ำมันตัวอย่างเทียบกับน้ำมันแร่ขาว เมื่อทดสอบด้วย FTIR..... 42
4.5	แสดงการดูดซับแสง ของเอทิลไดเอทานอลเอมีนเมื่อทดสอบด้วย FTIR..... 44
4.6	ตัวอย่างโครงสร้างของอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่อยู่ในน้ำมันตัวอย่างเริ่มต้น ที่มีการสร้างพันธะเป็นแบบเพนตะโคออร์ดิเนต (Pentacoordinate) และเฮกซะโคออร์ดิเนต (Hexacoordinate)..... 45
4.7	โครงสร้างของอะลูมิเนียมไอโซโพรพอกไซด์ $(\text{Al}(\text{OPr}^i)_3)_3$ ที่อะลูมิเนียมมีการสร้างพันธะแบบเตตระโคออร์ดิเนต (Tetracoordinate) และมีโครงสร้างเป็นไตรเมอร์ริก (Trimeric)..... 46
4.8	ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิของระบบและเวลาที่ใช้ในการไฮโดรไลซิส เมื่อเวลารวมของการทำปฏิกิริยาทั้งหมด 15 นาที อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จำนวนรอบ 300 รอบต่อนาที โดยกราฟแต่ละสีแสดงถึงอัตราส่วนของน้ำในการเข้าทำปฏิกิริยาที่ต่างกัน ..... 48
4.9	ขั้นตอนการไฮโดรไลซิสสารประกอบอัลคอกไซด์ในน้ำมันแร่ขาวโดยใช้น้ำซึ่งในปฏิกิริยาจะมีฟองก๊าซเกิดขึ้นมากขึ้นกับจำนวนรอบในการปั่นกวน..... 49

## สารบาญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.10	50
4.11	53
	54
	55
	56
4.12	59
	60
	61
	62
4.13	63



## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.14	(ก) อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อร้อยละของน้ำมันที่ได้เทียบกับน้ำมันเริ่มต้น จากการไฮโดรไลซิสที่เวลา 15 นาที ที่ความเร็วรอบ 100 และ 200 รอบต่อนาที และที่อุณหภูมิต่างๆ.....	65
	(ข) อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อร้อยละของน้ำมันที่ได้เทียบกับน้ำมันเริ่มต้น จากการไฮโดรไลซิสที่ความเร็ว 300 รอบต่อนาที ที่เวลา 15 และ 20 นาทีและที่อุณหภูมิต่างๆ.....	66
	(ค) อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อร้อยละของน้ำมันที่ได้เทียบกับน้ำมันเริ่มต้น จากการไฮโดรไลซิสที่เวลา 30 นาที ที่ความเร็วรอบการปั่นกววน 100 และ 200 รอบต่อนาที และที่อุณหภูมิต่างๆ.....	67
	(ง) อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อร้อยละของน้ำมันที่ได้เทียบกับน้ำมันเริ่มต้น จากการไฮโดรไลซิสที่เวลา 30 นาที ความเร็ว 300 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิต่างๆ.....	68
4.15	ค่าการดูดซับแสงที่เกิดขึ้นที่ตำแหน่งเลขคลื่นซึ่งแสดงถึงองค์ประกอบต่างๆของสารประกอบอัลคอกไซด์ที่เหลือน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิส ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมต่างๆ ที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 15 นาที อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส และ จำนวนรอบ 100 รอบต่อนาที.....	69
4.16	อุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของอะลูมิเนียมที่ลดลงในเฟสน้ำมัน จากการไฮโดรไลซิสที่เวลา และความเร็วรอบต่างๆ.....	72
4.17	อุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อ โครงสร้างผลึกที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน สำหรับสารประกอบอะลูมิเนียมที่ผ่านการไฮโดรไลซิส โดยใช้อุณหภูมิต่างๆ กัน (ก) อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ขนาดขยายของกล้อง 7500 เท่า (ข) อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ขนาดขยายของกล้อง 2000 เท่า ที่เวลา 15 นาที จำนวนรอบ 200 รอบต่อนาที อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียม 10 ต่อ 1.....	74
4.18	อุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของน้ำมันที่ได้เทียบกับน้ำมันเริ่มต้น จากการไฮโดรไลซิสที่เวลา และความเร็วรอบต่างๆ.....	76
4.19	ค่าการดูดซับแสงที่เกิดขึ้นที่ตำแหน่งเลขคลื่นซึ่งแสดงถึงองค์ประกอบต่างๆของสารประกอบอัลคอกไซด์ที่เหลือน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิส ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาต่างๆกัน ที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 15 นาที จำนวนรอบ 300 รอบต่อนาที และอัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียม 50 ต่อ 1.....	77

### สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.20	80
4.21	82
4.22	83
4.23	85
4.24	86
4.25	89
4.26	91
4.27	93



### สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.28	ค่าการดูดซับแสงที่เกิดขึ้นที่ตำแหน่งเลขคลื่นซึ่งแสดงถึงองค์ประกอบต่างๆ ของสารประกอบอัลคอกไซด์ที่เหลือในเฟสน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิส ที่เวลาในการเข้าทำปฏิกิริยาต่างๆ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จำนวนรอบ 300 รอบต่อนาที และอัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียม 50 ต่อ 1.....	94
ท1	ความสัมพันธ์ระหว่างการดูดซับแสงและเลขคลื่นเมื่อความเข้มข้นของเอทิลไดเอทานอลเอมีนในน้ำมันแร่วามีการเปลี่ยนแปลงในช่วงร้อยละ 0 ถึง 100...	134
ท2	ความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่างความเข้มข้นของเอทิลไดเอทานอลเอมีนในน้ำมันแร่วากับค่าที่ได้จากการอินทิเกรตพื้นที่ภายใต้พีคของการดูดซับแสงในช่วงหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิลของเอทิลไดเอทานอลเอมีน.....	135
ณ1	ภาพแสดงการกระจายขนาดของอนุภาคอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เกิดในเฟสของแข็งหลังการไฮโดรไลซิสที่สภาวะในการทำปฏิกิริยาต่างๆ เมื่อทำการทดสอบด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค (Coulter).....	141

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมา

อะลูมิเนียมอัลคิลเป็นสารประกอบที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมการผลิตพอลิเมอร์ โดยเฉพาะอย่างยิ่งพอลิโอเลฟินส์ เช่น พอลิเอทิลีน และพอลิโพรพิลีน โดยทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาหรือเป็นสารช่วยในการพอลิเมอไรเซชัน เนื่องจากเป็นสารประกอบที่สามารถละลายได้ในตัวทำละลายอินทรีย์ได้ดี และด้วยความที่เป็นสารที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยากับออกซิเจนและน้ำ [1] เราจึงมักพบการใช้งานของสารประกอบอะลูมิเนียมดังกล่าว ในรูปของสารละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ เช่น เฮกเซน เฮปเทน และน้ำมันแร่ขาว (White mineral oil) ซึ่งนอกเหนือจากการใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ร่วมกับอะลูมิเนียมอัลคิลในกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแล้ว ตัวทำละลายอินทรีย์เหล่านี้ยังถูกใช้สำหรับการกำจัดหรือแยกสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลที่เหลือจากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันออกจากสารตั้งต้นอื่นๆอีกด้วย อันเป็นสาเหตุหนึ่งของการเกิดของเสียอันตรายจากกระบวนการผลิตพอลิโอเลฟินส์

ในปัจจุบันได้มีการเติมส่วนผสมของตัวทำละลายอินทรีย์ที่เป็นสารประกอบประเภทเอทานอลเอมีนซึ่งสามารถทำปฏิกิริยากับสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลได้ดี เกิดเป็นผลิตภัณฑ์ในรูปของสารประกอบอัลคอกไซด์ [2] โดยการเปลี่ยนรูปของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลในตัวทำละลายดังกล่าว ส่งผลให้สมบัติในการดูดซึมสารอะลูมิเนียมอัลคิลของตัวทำละลายอินทรีย์ดีขึ้น อย่างไรก็ตามวิธีการข้างต้นยังไม่ได้แก้ไขปัญหาคาของเสียที่เกิดขึ้นอย่างเบ็ดเสร็จ งานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นที่จะทำการศึกษารูปแบบของผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากการไฮโดรไลซิสสารประกอบอัลคอกไซด์ในตัวทำละลายอินทรีย์ คือน้ำมันแร่ขาวที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคิลคือไตรเอทิลอะลูมิเนียม (Triethylaluminum) และสารประกอบเอทานอลเอมีนคือเอทิลไดเอทานอลเอมีน (N-Ethyldiethanolamine, EDEA) โดยใช้น้ำ [3] เพื่อใช้ผลการศึกษานี้เป็นแนวทางในการแยกสารประกอบอะลูมิเนียม [4] ออกจากตัวทำละลายอินทรีย์ต่อไป ซึ่งหากเป็นผลสำเร็จ จะสามารถหมุนเวียนตัวทำละลายไปใช้ในกระบวนการผลิตได้อีก อันเป็นการลดของเสียทางหนึ่งด้วย

### 1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

ศึกษารูปแบบของผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากการไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่เป็นผลิตภัณฑ์ของปฏิกิริยาระหว่างไตรเอทิลอะลูมิเนียมและเอทิลไดเอทานอลเอมีนที่ละลายอยู่ในน้ำมันแร่ขาว

### 1.3 ขอบเขตของการวิจัย

ศึกษารูปแบบของผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากการไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ด้วยน้ำ ที่มีความเข้มข้นของอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ไม่เกิน 4,000 มิลลิกรัมต่อลิตรในน้ำมันแร่ขาว โดยมีขอบเขตของการศึกษาดังนี้

1. อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างน้ำต่ออะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ในช่วง 10 ต่อ 1 ถึง 50 ต่อ 1
2. อุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส อยู่ในช่วงอุณหภูมิห้อง ถึง 80 องศาเซลเซียส
3. ความเร็วรอบของการปั่นกวน อยู่ในช่วงความเร็ว 100 ถึง 300 รอบต่อนาที
4. ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา อยู่ในช่วงเวลา 1 – 30 นาที

### 1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

จากผลการศึกษารูปแบบของผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากการไฮโดรไลซิสสารประกอบของอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ในน้ำมันแร่ขาวด้วยน้ำ คาดว่าจะเกิดประโยชน์ดังนี้คือ

1. ทราบรูปแบบของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นหลังการไฮโดรไลซิส
2. ได้แนวทางการแยกสารประกอบของอะลูมิเนียมที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์กับเอทิลไดเอทานอลเอมีนออกจากน้ำมันแร่ขาว เพื่อนำน้ำมันแร่ขาวกลับมาใช้ใหม่

### 1.5 ขั้นตอนดำเนินงานวิจัย

1. สืบค้นและค้นคว้าข้อมูลของงานที่เกี่ยวข้อง
2. วิเคราะห์ปริมาณของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์และหาหมู่โครงสร้างของสารที่เป็นผลิตภัณฑ์ระหว่างไตรเอทิลอะลูมิเนียมกับเอทิลไดเอทานอลเอมีนในน้ำมันแร่ขาวที่ได้จากโรงงานอุตสาหกรรม
3. ตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของตัวอย่างจากโรงงาน ตัวอย่างเช่น ความหนืด และความหนาแน่น
4. ออกแบบและจัดสร้างอุปกรณ์ในการไฮโดรไลซิส
5. ทำการไฮโดรไลซิสสารประกอบอัลคอกไซด์ในน้ำมันแร่ขาวด้วยน้ำ ในสภาวะการทดลองต่างๆ คือ ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่อสารประกอบอะลูมิเนียมในช่วง 10 ต่อ 1 ถึง 500 ต่อ 1 โดยเกิดปฏิกิริยาในช่วงอุณหภูมิห้องถึง 80 องศาเซลเซียส และมีการปั่นกวนสาร ด้วยความเร็วในช่วง 50 ถึง 700 รอบต่อนาที ในช่วงเวลา 1 – 60 นาที

6. ทำการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น โดยพิจารณาจากลักษณะเฟสของสารที่เกิดขึ้น (เช่น คอลลอยด์ เจล ตะกอน ฯลฯ) และจำแนกผลิตภัณฑ์ดังกล่าวจากสมบัติต่างๆ เช่น ขนาดของอนุภาค ความหนาแน่น
7. ทดสอบหาหมู่โครงสร้างของสารที่เกิดขึ้นหลังไฮโดรไลซิส
8. ทดสอบปริมาณอะลูมิเนียมที่คงค้างในเฟสน้ำและน้ำมัน รวมทั้งสมบัติทางกายภาพอื่นๆ เพื่อประกอบการวิเคราะห์ข้างต้น
9. สรุปรงานวิจัยและเขียนวิทยานิพนธ์



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในการทดลองนี้สารประกอบอะลูมิเนียมในน้ำมันแร่ขาว เป็นสารที่ได้มาจากกระบวนการผลิตพอลิเอทิลีนที่ใช้อะลูมิเนียมอัลคิลเป็นตัวช่วยเร่งปฏิกิริยา โดยใช้อัลคานอลเอมีนในน้ำมันแร่ขาวเป็นตัวดูดซึม ดังนั้นจึงควรทราบทฤษฎีและการทำปฏิกิริยาที่เกี่ยวข้องกับน้ำมันแร่ขาว อัลคานอลเอมีนและสารประกอบอะลูมิเนียมใน 3 รูปแบบ คือ รูปแบบแรกเป็นอะลูมิเนียมอัลคิลในกระบวนการผลิตก่อนการดูดซึมด้วยน้ำมันแร่ขาว รูปแบบที่สองคือสารประกอบอะลูมิเนียมที่เป็นผลิตภัณฑ์ระหว่างอะลูมิเนียมอัลคิลกับอัลคานอลเอมีน รูปแบบที่สามเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมที่ผ่านการไฮโดรไลซิสแล้ว

#### 2.1 น้ำมันแร่ขาว (White Mineral Oil)

(CAS. Regis. NO. 8042-47-5) อาจเรียก เคย์ดอล (kaydol) นูจอล (nujol) หรือ น้ำมันพาราฟิน (paraffin oil) มีความหนาแน่นในช่วง 0.82 ถึง 0.87 เป็นของเหลวใส แต่อาจมีสีและกลิ่นเล็กน้อย ไม่ละลายในน้ำ และ แอลกอฮอล์ ละลายในเบนซีน คลอโรฟอร์ม และ อีเทอร์ ซึ่งได้มาจากอนุพันธ์ของปิโตรเลียม โดยทั่วไปมักใช้ในการหล่อลื่น และจุดประสงค์อื่นๆในกระบวนการผลิต เป็นน้ำมันที่ใช้ในการเป็นตัวทำละลายเพื่อไปดูดซึมอะลูมิเนียมอัลคิลที่เหลือในกระบวนการผลิตพอลิเมอร์ เพื่อป้องกันการทำปฏิกิริยาของอะลูมิเนียมอัลคิลกับออกซิเจนและน้ำซึ่งเป็นปฏิกิริยาที่รุนแรง และเนื่องจากอะลูมิเนียมอัลคิลเป็นสารประกอบที่สามารถละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ได้ดี จึงใช้น้ำมันแร่ขาวในการกำจัดหรือแยกสารที่เหลือจากปฏิกิริยาพอลิเมอร์แซนออกจากสารตั้งต้นอื่นๆ อีกด้วย

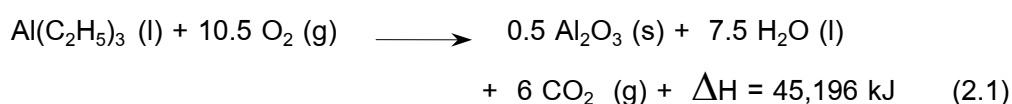
#### 2.2 อัลคานอลเอมีน (Alkanolamine)

เป็นกลุ่มของอะมิโนชนิดที่เป็นแอลกอฮอล์ โดยไนโตรเจนจะจับกับอะตอมของคาร์บอนที่เป็นของหมู่แอลกอฮอล์ เป็นของเหลวหนืดที่ละลายน้ำได้ และมีคุณสมบัติเป็นเบส โดยถ้าเป็นโมโนอัลคานอลเอมีนจะมีความเป็นเบสใกล้เคียงกับสารละลายแอมโมเนีย ในขณะที่ไดอัลคานอลเอมีนและไตรอัลคานอลเอมีนจะมีความเป็นเบสน้อยกว่าแอมโมเนีย หรือเมื่อเรียงตามลำดับความเป็นเบส คือ โมโน > ได > ไตรอัลคานอลเอมีน นอกจากนั้นยังมีคุณสมบัติคือส่วนใหญ่จะละลายได้ดีมากในตัวทำละลายมีขั้ว ไม่ละลายในตัวทำละลายไม่มีขั้ว และละลายได้

บ้างในเฮปแทน (n-Heptane) โดยอัลคานอลเอมีนจัดเป็นสารลดแรงตึงผิว (Surface active agent) เนื่องจากภายในโมเลกุลประกอบด้วยทั้งส่วนที่มีขั้ว (Hydrophilic moiety) และส่วนที่ไม่มีขั้ว (Hydrophobic moiety) ซึ่งเป็นสายกิ่งของหมู่อัลคิล ทำให้อัลคานอลเอมีนสามารถกระจายตัวอยู่ระหว่างสองวัฏภาคที่มีคุณสมบัติของความเป็นขั้วที่แตกต่างกันคือ ระหว่างวัฏภาคของน้ำและน้ำมัน โดยนำไปใช้ประโยชน์ใช้ทำปฏิกิริยากับไขมันอิ่มตัวสายยาว (Long chain fatty acids) ที่อุณหภูมิห้องให้สบู่ของอัลคานอลเอมีนที่เป็นกลาง เรียกว่าอัลคานอลเอไมด์ (Alkanolamides) และมีลักษณะเหมือนขี้ผึ้งไม่มีรูปผลึก ซึ่งนำไปใช้ประโยชน์เป็นตัวที่ทำให้สารละลายแขวนลอยกระจายและคงตัวอยู่ในตัวกลาง (Emulsifiers) และมีการใช้ประโยชน์ในด้านเป็นตัวคะตะลิสต์ของกระบวนการผลิตยูรีเทน (Urethane Catalysts) ซึ่งจะใช้เพียงสารเดี่ยวหรือผสมกับสารอื่นในการผลิตยูรีเทนโฟม (Urethane foam) โดยจะไปช่วยทำให้เกิดฟองอากาศและทำให้เจลเกิดการแข็งตัว [35] นอกจากนี้ที่ใช้อย่างอื่นคือ ในรูปของสารละลายอัลคานอลเอมีน ซึ่งนำไปใช้ในกระบวนการที่มีไฮโดรคาร์บอนเป็นวัตถุดิบในโรงงาน โดยใช้ประโยชน์ในการแยกก๊าซเปรี้ยว (Acid gas) เช่น คาร์บอนไดออกไซด์ และ ไฮโดรเจนซัลไฟด์ ออกจากสายของไฮโดรคาร์บอนดิบ และให้ผลิตภัณฑ์เป็นเกลือ และชนิดที่ใช้อย่างอื่นคือเมทิลไดเอทานอลเอมีน (MDEA) ซึ่งมีประสิทธิภาพในการแยกก๊าซเปรี้ยวมากกว่าอัลคานอลเอมีนตัวอื่น นอกจากนี้ยังมีชื่ออื่นๆอีกเช่น Alkylolamide [36] สำหรับชนิดที่เป็นองค์ประกอบของสารประกอบอะลูมิเนียมในน้ำมันแร่ขาวที่ใช้ในกระบวนการดูดซึม คือเอทิลไดเอทานอลเอมีน (N-Ethyldiethanolamine CAS.NO. 139-87-7) ซึ่งมีความหนาแน่น 1.014 กรัมต่อมิลลิเมตรโดยมีปริมาณของเอทิลไดเอทานอลเอมีน ที่ถูกดูดซึมเข้าทำปฏิกิริยากับอะลูมิเนียมไตรเอทิลในน้ำมันแร่ขาวคิดเป็นร้อยละ 2.66 โดยน้ำหนัก (ภาคผนวก ก)

### 2.3 อะลูมิเนียมอัลคิล (Aluminium Alkyl)

ชนิดที่ใช้ในกระบวนการผลิตพอลิเมอร์เป็นอะลูมิเนียมไตรเอทิล (Aluminium triethyl; CAS No. 97-93-8 หรือ 15203-25-5) ซึ่งใช้เป็นคะตะลิสต์ร่วมในกระบวนการผลิตพอลิเอทิลีน (Polyethylene) คือใช้ร่วมกับไททาเนียมเตตระคลอไรด์ (TiCl<sub>4</sub>) โดยปฏิกิริยาที่ทำกับออกซิเจนจะเป็นปฏิกิริยาที่รุนแรง ดังนี้

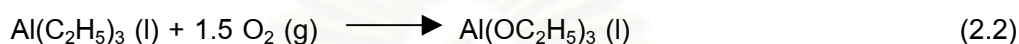




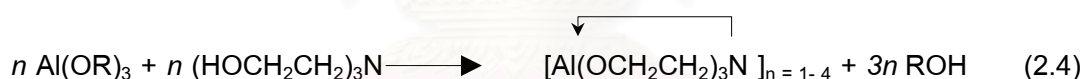
ดังนั้นในกระบวนการผลิตจึงใช้น้ำมันแร่ขาวผสมกับเอทิลไดเอทานอลเอมีนเป็นตัวดูดซึมอะลูมิเนียมไตรเอทิลเพื่อป้องกันการทำปฏิกิริยากับออกซิเจน ซึ่งพลังงานที่ได้จากปฏิกิริยาอาจทำให้เกิดการระเบิดได้

## 2.4 อะลูมิเนียมอัลคอกไซด์

อะลูมิเนียมอัลคอกไซด์เป็นผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างอะลูมิเนียมอัลคิลกับออกซิเจนโดยมีสมการการเกิดปฏิกิริยาดังนี้



นอกจากนี้สารประกอบซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างอะลูมิเนียมอัลคิลกับอัลคานอลเอมีนเช่น อะลูมาเทรน ซึ่งเกิดจากอะลูมิเนียมไตรอัลคิลกับ ไตรเอทานอลเอมีน ซึ่งมีอัลคอกซี (-OR) สามหมู่ ก็จัดเป็นอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ประเภทหนึ่งเช่นกัน โดยเกิดปฏิกิริยาสามารถเกิดได้ทั้งจากอะลูมิเนียมไตรเอทิล และอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ ดังสมการนี้



เมื่อ R แทนหมู่ อัลคิล

## 2.5 รูปแบบของสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

สารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์มีคุณสมบัติการละลาย คือ ละลายในสารละลาย  $\text{OH}^-$  และ  $\text{CO}_3^{2-}$  ของธาตุหมู่ 1A และกรดแก่ (Inorganic acid) ไม่ละลายในน้ำและแอลกอฮอล์ สารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ สามารถจัดตัวอยู่ในรูปแบบโมโนไฮดรอกไซด์หรือ ไตรไฮดรอกไซด์ ซึ่งในขั้นตอนการไฮโดรไลซิส การทำปฏิกิริยาระหว่างน้ำกับสารประกอบอัลคอกไซด์อาจจะสมบูรณ์หรือไม่ หรือมีรูปแบบของสารที่เกิดขึ้นอย่างไร ขึ้นกับสภาวะการทำปฏิกิริยา โดยเฉพาะอัตราส่วนของน้ำต่ออะลูมิเนียม [32] โดยอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่พบในธรรมชาติจะถูกเรียกว่าบอกไซต์ (Bauxite;  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{XH}_2\text{O}$ ) มีส่วนประกอบของ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  อยู่ร้อยละ



30 ถึง 75 และมีน้ำอยู่ร้อยละ 9 ถึง 31 นอกนั้นเป็นพวกแร่ในธรรมชาติชนิดอื่นๆ ซึ่งเมื่อมีการทำให้บริสุทธิ์ขึ้น จะอยู่ในรูปของอะลูมิเนียมออกไซด์ หรือไฮดรอกไซด์ดังในรูปที่ 2.1 ที่สามารถแบ่งโครงสร้างที่เกิดได้ดังนี้

- ไตรไฮดรอกไซด์
  - กิบบ์ไซต์ (Gibbsite;  $\alpha$ -Al(OH)<sub>3</sub>)
  - เบย์ไรท์ (Bayrite;  $\beta$ -Al(OH)<sub>3</sub>)
  
- โมโนไฮดรอกไซด์
  - โบฮีไมท์ (Boehmite;  $\alpha$ -AlO(OH))
  - ไดอะสปอร์ (Diaspore;  $\beta$ -AlO(OH))

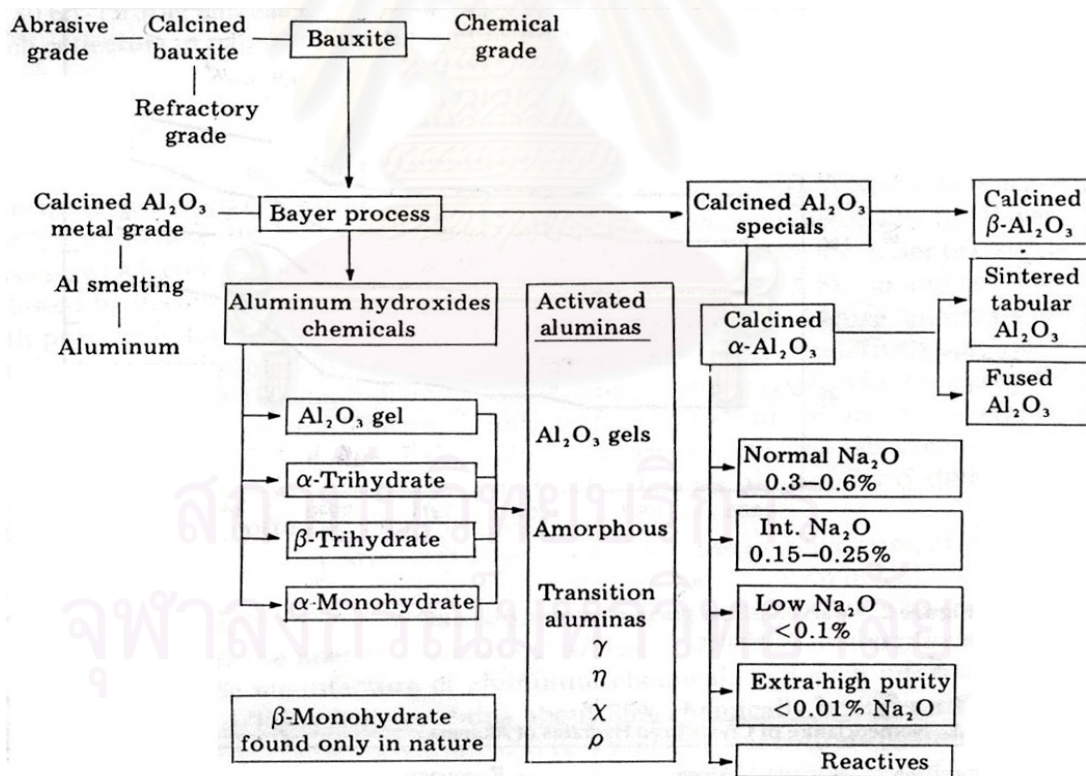
โครงสร้างที่มีสัญลักษณ์  $\alpha$  ซึ่งในที่นี้คือ กิบบ์ไซต์ และโบฮีไมท์ จะมีโครงสร้างเป็นลูกบาศก์ (Cubically packed structural forms) และเครื่องหมาย  $\beta$  เป็นโครงสร้างของเหลี่ยมหกหน้า (Hexagonally packed forms) ซึ่งคือ เบย์ไรท์ ไดอะสปอร์ และ คอรันด์ม [22] โดยที่ กิบบ์ไซต์ จัดเป็นโครงสร้างของโบฮีไมท์ที่มีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจากการทำปฏิกิริยาแล้ว ในขณะที่เบย์ไรท์เป็นโครงสร้างของไดอะสปอร์ที่มีการเปลี่ยนแปลงเช่นเดียวกัน ซึ่งทั้ง 4 รูปแบบเป็นการเรียกชื่อไฮดรอกไซด์ที่ถูกต้อง แต่โดยธรรมชาติทั่วไป มักอยู่ในรูปโครงสร้างของไฮดรอกไซด์ (Hydrated oxides) ดังนี้ (ดูตารางที่ 2.1 ประกอบ)

- กิบบ์ไซต์ อยู่ในรูป  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 3 H<sub>2</sub>O
- เบย์ไรท์ อยู่ในรูป  $\beta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 3 H<sub>2</sub>O
- โบฮีไมท์ อยู่ในรูป  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · H<sub>2</sub>O
- ไดอะสปอร์ อยู่ในรูป  $\beta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · H<sub>2</sub>O

ตารางที่ 2.1 สูตรโมเลกุลและชื่อของไฮดรตอะลูมินาที่ใช้กันทั่วไป

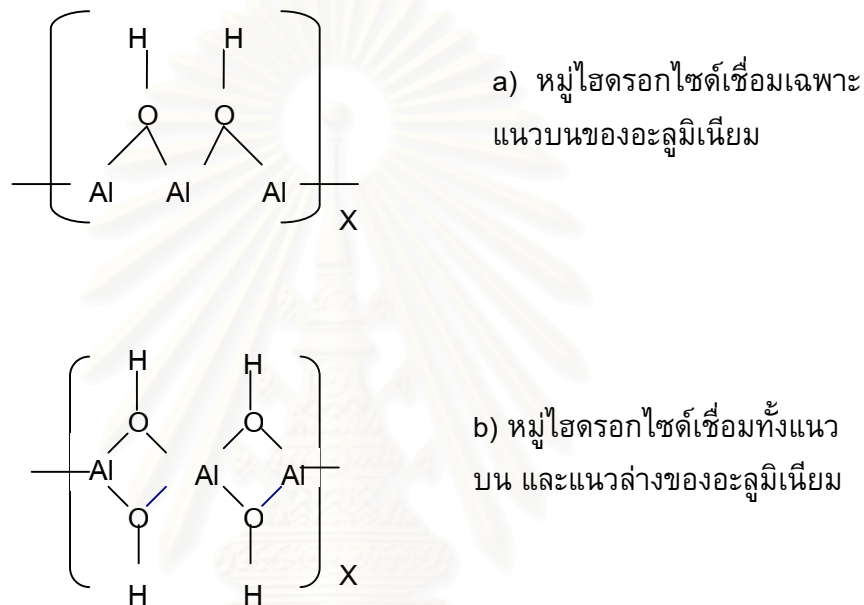
บริษัท Aluminum Company of America = Alcoa

สูตรโมเลกุล	ชื่อของ Alcoa	ชื่อของ European Symposium	CAS Regist. No.
Al(OH) <sub>3</sub>	$\alpha$ -alumina trihydrate	Hydrargillite or gibbsite	[14762-49-3]
	$\beta$ -alumina trihydrate	Bayerite	[20257-20-9] and [12252-72-1]
AlO(OH)	new $\beta$ -trihydrate	Nordstrandite	[13840-05-6]
	$\alpha$ -alumina monohydrate	Boehmite	[1318-23-6]
	$\beta$ -alumina monohydrate	Diaspore	[14457-84-2]



รูปที่ 2.1 ขั้นตอนการผลิตสารประกอบอะลูมิเนียมโดยมีสารเริ่มต้นเป็นบอกไซต์ (Bauxite) โดยกระบวนการเบเยอร์

เนื่องจากอะลูมิเนียม มีคุณสมบัติเป็นแอมโฟเทอริก (Amphoteric) ในธรรมชาติ ซึ่งจะ  
ทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเกิดอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ซึ่งทำปฏิกิริยากับกรดให้เกลือออกมา  
เกิดเป็นเกลืออะลูมิเนียม (Aluminum salts) หรืออะลูมิเนต (Aluminates) แต่ในขั้นตอนการ  
ไฮโดรไลซิส สารประกอบอะลูมิเนียมที่เกิดขึ้นอาจเกิดการรวมตัวของนิวเคลียสอะลูมิเนียม  
หลายๆตัวเข้าด้วยกัน (Polynucleate ions) โดยมีหมู่ฟังก์ชันอื่นรวมอยู่ เช่น มีหมู่ไฮดรอกไซด์  
เป็นตัวเชื่อมระหว่างนิวเคลียสหลายๆ ตัว เกิดสารประกอบดังในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 สารประกอบอะลูมิเนียม ที่มีหมู่ไฮดรอกไซด์เป็นตัวเชื่อมระหว่างอะตอมของอะลูมิเนียม

โดยโครงสร้างดังในรูปสามารถเกิดปฏิกิริยาแทนที่ด้วยน้ำ ( $H_2O$ ) ที่ตำแหน่งของ  
ไฮดรอกไซด์ หรือเมื่อมีปริมาณความเข้มข้นสูงๆ จะเกิดการรวมตัวกันเป็นโครงสร้างเจลได้ และ  
เมื่อน้ำหรือไฮดรอกไซด์ถูกแทนที่ด้วยประจุลบ จะทำให้เกิดไฮดรอกไซด์ (Hydrous oxide)  
ตกตะกอนออกมา ทั้งนี้ขึ้นกับเลขโคออร์ดิเนชัน (Coordination number; C.N.) และประจุที่มีอยู่

โดยคำว่า เจล จะใช้กับการเตรียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่มีรูปทรงอสัณฐาน หรือส่วน  
ใหญ่เป็นอสัณฐาน (Kirk-Othmer) ซึ่งได้มาจากสารละลายของเกลืออะลูมิเนียม หรืออะลูมิเนต  
ของธาตุหมู่ 1 นอกจากนั้นยังได้มาจากการไฮโดรไลซิสสารประกอบอัลคอกไซด์ โดย  
อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ชนิดนี้เป็นแอมโฟเทอริก ซึ่งมีการละลายต่ำมากในน้ำดังแสดงในตาราง  
ที่ 2.2 ดังนั้นจึงมีการปรับพีเอชเล็กน้อยทำให้เกิดการอิมตัวยิ่งยวดและเกิดการตกตะกอน  
(Precipitate) อย่างรวดเร็วเป็นตะกอนขนาดคอลลอยด์ที่มีความเป็นผลึกต่ำและชอบน้ำ

(Hydrophilic) ซึ่งเมื่อมีความเข้มข้นของอนุภาคคอลลอยด์ในสารละลายมากๆ จะเกิดการรวมตัวกัน (Coagulate) เป็นเจลได้ง่าย แต่อะลูมินาที่มีลักษณะเป็นเจล (Gelatinous alumina) ทุกตัวไม่จำเป็นจะต้องอยู่ในรูปแบบอสัณฐาน ทั้งนี้ขึ้นกับลักษณะของผลึกภายในโครงสร้างที่ได้มาจากการเตรียม โดยเจลจะประกอบด้วยผลึกของไตรไฮดรอกไซด์ หรือออกไซด์ไฮดรอกไซด์ (Kirk-Othmer) ซึ่งจะตรวจสอบว่าเป็นเจลชนิดใดได้ โดยใช้ XRD (X-Ray Diffraction) ทั้งนี้สามารถเกิดได้จากทั้ง โบอิมท์ เบย์ไรท์ กิบบ์ไซท์ และนอร์ดสแตนด์ไคท์

## ตารางที่ 2.2 การละลายของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

ประเภท	ประจุ	การละลายที่ 20° C	การละลายที่ 30° C
Al(OH) <sub>3</sub>	[Al <sup>3+</sup> ] x [OH <sup>-</sup> ]	1.25 x 10 <sup>-33</sup>	1.92 x 10 <sup>-32</sup>
AlO(OH)	[AlO <sub>2</sub> <sup>-</sup> ] x [H <sup>+</sup> ]	1.80 x 10 <sup>-13</sup>	1.34 x 10 <sup>-13</sup>

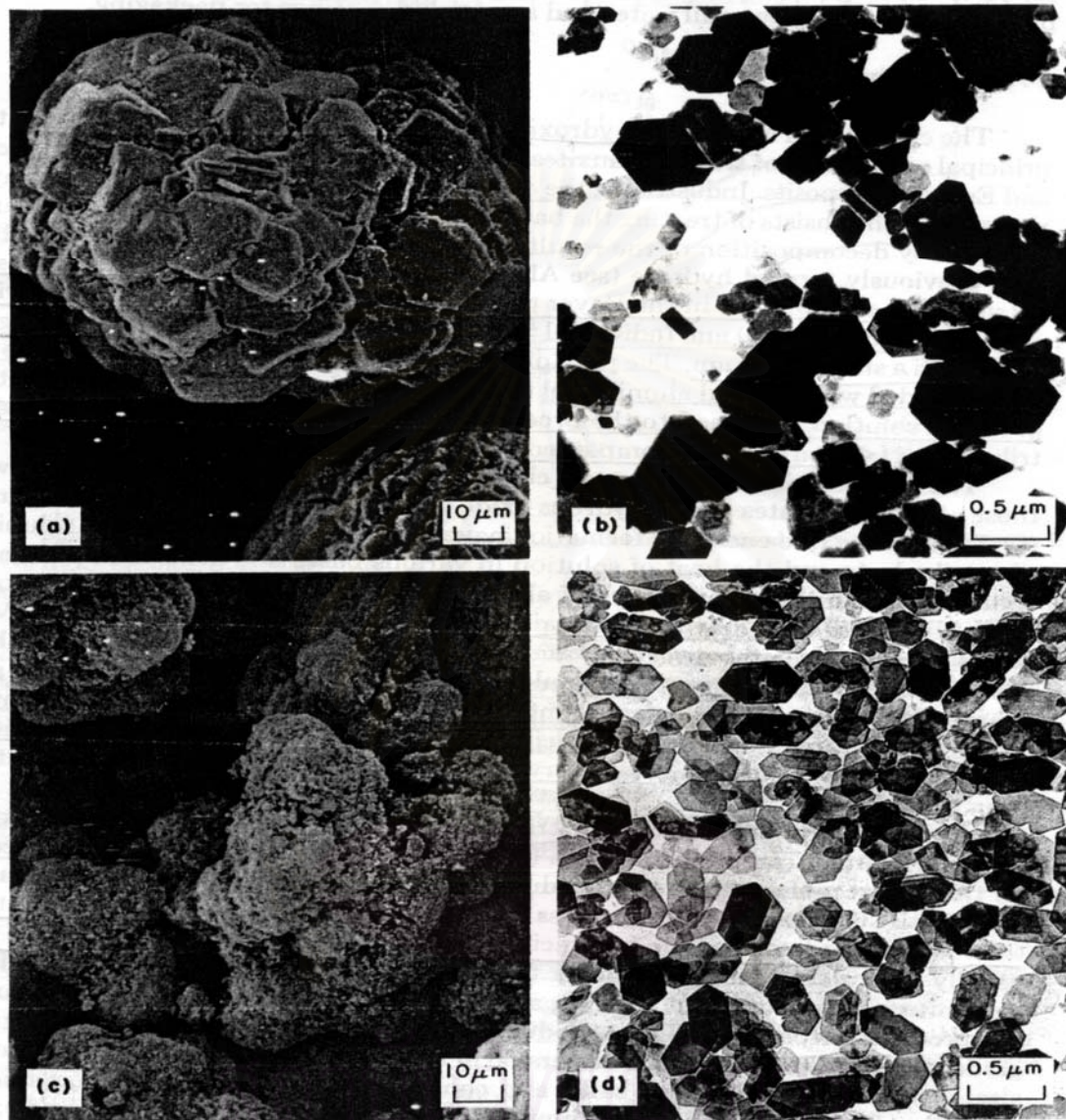
### 2.5.1 α-Alumina Trihydrate

α-อะลูมินาไตรไฮเดรตหรือกิบบ์ไซท์ที่ได้มาจากอะลูมิเนียมไตรไฮดรอกไซด์ที่ผ่านกระบวนการเบเยอร์ (Bayer process) ได้เป็นไตรไฮเดรต ซึ่งมีลักษณะเป็นก้อนกลมขนาด 50 ถึง 100 ไมครอน ที่เกิดจากผลึกเล็กๆรูปแท่ง (Tabular) มีรูปทรงโมโนคลินิก ถึงไตรคลินิกและผลึกทรงปริซึม (Prismatic crystal) ขนาด 5 ถึง 10 ไมครอน ที่รวมกันอยู่ ดังแสดงในรูปที่ 2.3 a) และ b) หรือเตรียมโดยตกตะกอนด้วยโซเดียมอะลูมิเนต แล้วล่อด้วยอะลูมินาเจลที่ผ่านการบ่ม แต่ถ้าปล่อยให้ตกตะกอนเอง (Self precipitation) จะได้ผลึกเป็นแผ่นบางๆ ขนาดเล็ก ซึ่งเล็กกว่า 1 ไมครอน ซึ่งมักจะมี β-ไตรไฮเดรตปนอยู่ด้วย ทั้งนี้ α-ไตรไฮเดรต จะมีน้ำล้อมรอบอยู่ร้อยละ 35 และมีความสามารถดูดซับประจุลบได้ดีมาก

### 2.5.2 β-Alumina Trihydrate

β-อะลูมินาไตรไฮเดรตคือเบย์ไรท์ ซึ่งขนาดปกติคือ 1 ไมครอน และเมื่อมีการรวมตัวจะมีขนาดอยู่ที่ประมาณ 30 ถึง 100 ไมครอน ดังแสดงในรูปที่ 2.3 c) โดยมีโครงสร้างเป็นเหลี่ยมแปดหน้า ที่โครงสร้างเกิดจากผิวของหมู่ไฮดรอกซิลซ้อนกัน 2 ชั้น โดยมีชั้นหนึ่งเรียงตัวเนื่องจากแรงอัดของชั้น 2 โดยจะเกิดในโครงสร้างผลึกเดี่ยวได้ยาก มักจะอยู่ในโครงสร้างไตรโกนอล (Trigonal) ที่มีรูปทรงเหมือนนาฬิกาทรายและมีความเสถียรเมื่อไม่มีอัลคาไลน์ไอออนปนอยู่ แต่ถ้ามีปนอยู่เบย์ไรท์จะเปลี่ยนแปลงแบบไม่ย้อนกลับไปอยู่ในรูปกิบบ์ไซท์ [22]





รูปที่ 2.3 อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (a) เบเยอร์  $\alpha$ -ไตรไฮเดรต x 800 b)  $\alpha$ -ไตรไฮเดรตผลึกเดี่ยว x 25,000 c)  $\beta$ -ไตรไฮเดรต x 800 d)  $\beta$ -โมโนไฮเดรตผลึกเดี่ยว x 25,000

### 2.5.3 $\alpha$ -Alumina Oxide Hydroxide

โบฮีไมท์ หรืออะลูมินาโมโนไฮดรอกไซด์ มีสูตรโมเลกุลคือ  $\text{AlOOH}$  เป็นผลึกที่มีโครงสร้างชัดเจน และสามารถเปลี่ยนจากออกไซด์ไฮดรอกไซด์ไปอยู่ในรูปโมโนไฮดรอกไซด์ได้ โดยผลึกของโบฮีไมท์จะเตรียมได้จากกระบวนการย่อยด้วยความร้อน (Hydrothermal digestion) เมื่อใช้สารเริ่มต้นของไตรไฮดรอกไซด์ในน้ำ ที่อุณหภูมิ 473 ถึง 523 เคลวิน หรือเตรียมได้จากกระบวนการโซล-เจล (Brinker, C.J. and Scherer, G.W.) [32] โดยการทำปฏิกิริยาระหว่างอัลคอกไซด์และน้ำเกิดผลิตภัณฑ์ขึ้นในสองรูปแบบคือ แบบสัณฐานและแบบอสัณฐานหรือโบฮีไมท์เทียมซึ่งมีความเป็นผลึกน้อย มีน้ำในผลึกเป็นอัตราส่วน 1.7  $\text{H}_2\text{O}/\text{Al}$  โบฮีไมท์ทั้งสองรูปแบบเมื่อได้รับความร้อนจะเกิดการกำจัดโมเลกุลน้ำและมีการจัดเรียงโมเลกุลใหม่ โดยเปลี่ยนวัฏภาคเป็น  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  ที่อุณหภูมิประมาณ 400-500 องศาเซลเซียส และหลังจากเผาจนถึงอุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส จะเกิดเป็น  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  โดยทั่วไปในโครงสร้างโบฮีไมท์ ออกซิเจนจะมีการจัดเรียงตัวรอบๆอะตอมอะลูมิเนียมเป็นทรงแปดเหลี่ยมที่เสียรูป (Distorted octahedral) ซึ่งจัดเรียงตัวเป็นชั้นขนาน โดยมีพันธะไฮโดรเจนเชื่อมระหว่างชั้น

ตารางที่ 2.3 คุณสมบัติทางโครงสร้างของออกไซด์และไฮดรอกไซด์

Mineral	Formula	Crystal system	Space group	Molecules per unit cell	Unit axis length, nm			Angle	Density, $\text{g}/\text{cm}^3$
					a	b	c		
gibbsite	$\text{Al}(\text{OH})_3$	monoclinic	$\text{C}_{2h}^5$	4	0.868	0.507	0.972	$94^\circ 34'$	2.42
gibbsite	$\text{Al}(\text{OH})_3$	triclinic		16	1.733	1.008	0.973	$94^\circ 10'$ $92^\circ 08'$ $90^\circ 0'$	
bayerite	$\text{Al}(\text{OH})_3$	monoclinic	$\text{C}_{2h}^5$	2	0.506	0.867	0.471	$90^\circ 16'$	2.53
nordstrandite	$\text{Al}(\text{OH})_3$	triclinic	$\text{C}_i^1$	4	0.875	0.507	1.024	$109^\circ 20'$ $97^\circ 40'$ $88^\circ 20'$	
boehmite	$\text{AlOOH}$	orthorhombic	$\text{D}_{2h}^{17}$	2	0.286	1.222	0.370		3.01
diaspore	$\text{AlOOH}$	orthorhombic	$\text{D}_{2h}^{16}$	2	0.439	0.942	0.284		3.44
corundum	$\text{Al}_2\text{O}_3$	hexagonal (rhomb.)	$\text{D}_{3d}^6$	2	0.475		1.299		3.98

ทั้งนี้ความสามารถในการเกิดผลึก ขนาดของอนุภาค และองค์ประกอบทางเคมีของอะลูมินาเจลจะมีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงของ อุณหภูมิ อัตราการตกตะกอน พีเอชสุดท้าย องค์ประกอบของไอออน ความเข้มข้นของสารเริ่มต้น และเวลาในการบ่ม แต่สุดท้ายทั้งเฟสของอสัณฐานและผลึกเทียม (Pseudo crystalline) จะมีการเปลี่ยนแปลงไปสู่โครงสร้างแบบเบย์ไรท์เมื่อมีการบ่ม (Aging) ที่พีเอชปานกลาง [32]

## 2.5.4 การเปรียบเทียบคุณสมบัติระหว่างอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ และไตรไฮดรอกไซด์

เพื่อที่จะเห็นความแตกต่างระหว่างโมเลกุลของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์สองชนิด คือ อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ และอะลูมิเนียมไตรไฮดรอกไซด์ จึงทำการเปรียบเทียบคุณสมบัติ ดังแสดงในตารางที่ 2.4 และ 2.5

ตารางที่ 2.4 เปรียบเทียบคุณสมบัติของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์และไตรไฮดรอกไซด์

คุณสมบัติ	ชนิด	AlO(OH)		Al(OH) <sub>3</sub>	
		โบฮีไมท์ ( $\alpha$ )	ไดอะสปอร์ ( $\beta$ )	กิบบ์ไซต์ ( $\alpha$ )	เบย์ไรท์ ( $\beta$ )
การแตกตัว		[AlO <sub>2</sub> ] <sup>-</sup> x [H <sup>+</sup> ]		[Al <sup>3+</sup> ] x [OH <sup>-</sup> ] <sup>3</sup>	
การละลายในน้ำ		มากกว่า		น้อยกว่า	
ผลึก		Orthorhombic		Monoclinic และ Triclinic	
โมเลกุล/unit cell		2		4 หรือ 16	2 หรือ 4
ความหนาแน่น (g/cm <sup>3</sup> )		มากกว่า		น้อยกว่า	
		3.01 (ผลึก) , 1.01 (โซล) [38]	3.44	2.42	2.53
ขนาดผลึก (ไมครอน)		มีความเป็นผลึกน้อยมาก		มีความเป็นผลึกมากกว่า	
* ผลึกเดี่ยว		10 nm [38]		5 ถึง 10 $\mu$ m	1 $\mu$ m
* กลุ่มของผลึก				50 ถึง 100	30 ถึง 100
ปริมาณน้ำที่เกาะรอบผลึก		ร้อยละ 15		ร้อยละ 35	

ตารางที่ 2.5 อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เกิดจากการตกตะกอนที่สภาวะต่างๆ [40]

(a) การตกตะกอนจากสารละลายกรดโดยใช้แอมโมเนีย

- (i) ในระบบเย็น เกิดอะลูมิเนียมออกไซด์ไฮเดรตแบบอสังฐาน
- (ii) จากสารละลายร้อน เกิดโบฮีไมท์ ( $\alpha$ -AlO(OH)) ซึ่งโดยทั่วไปจะมีอะลูมิเนียมออกไซด์ไฮเดรตแบบอสังฐานรวมอยู่ด้วย

(b) การตกตะกอนจากสารละลายอะลูมิเนียม (เช่น ผ่านสารเข้าไปในระบบคาร์บอนไดออกไซด์)

- (i) ตกตะกอนอย่างช้าๆ เกิดกิบบ์ไซต์ ( $\alpha$ -Al(OH)<sub>3</sub>)
- (ii) ตกตะกอนอย่างรวดเร็ว เกิดเบย์ไรท์ ( $\beta$ -Al(OH)<sub>3</sub>)



## 2.6 สารละลายคอลลอยด์ (Colloidal Solution)

เป็นสารละลายที่มีของเหลวเป็นตัวทำละลาย อาจแบ่งตามขนาดของอนุภาคเป็น 2 พวกคือ

1. สารละลายแท้ (True solution) หมายถึงสารละลายที่อนุภาคของตัวถูกละลายมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กกว่า  $10^{-7}$  เซนติเมตร เช่น สารละลายของ กรด เบส เกลือ แอลกอฮอล์ น้ำตาล
2. สารละลายคอลลอยด์ (Colloidal Solution) หมายถึงสารละลายที่อนุภาคของตัวถูกละลายมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ  $10^{-7}$  ถึง  $10^{-4}$  เซนติเมตร เช่น กำมะถันคอลลอยด์ (Colloidal sulfur) นํ้านม นํ้าสบู่ เป็นต้น

สารละลายคอลลอยด์เกิดจากอนุภาคของตัวถูกละลายฟุ้งกระจายอยู่ในตัวทำละลายหรือตัวกลาง (Medium) ซึ่งอาจเป็นเป็น แก๊ส ของเหลว หรือของแข็งบางชนิด อนุภาคคอลลอยด์บางชนิดมีขนาดใหญ่จนสามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า อนุภาคคอลลอยด์บางชนิดมีขนาดเล็กมากจนดูเหมือนกับเป็นสารละลายแท้ ต้องใช้กล้องจุลทรรศน์ช่วยจึงจะเห็นอนุภาคคอลลอยด์ เช่น นํ้าสบู่

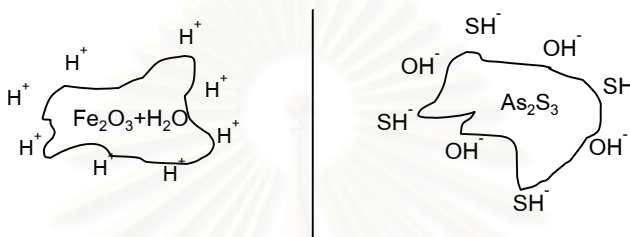
สารละลายคอลลอยด์อาจแบ่งตามสถานะของตัวทำละลายและสถานะของตัวถูกละลายได้ 4 ประเภท คือ

1. โซล (Sol หรือ Suspensoid) เกิดจากอนุภาคของแข็งฟุ้งกระจายอยู่ในตัวกลางที่เป็นของเหลว เช่น milk of magnesia ( $Mg(OH)_2$ ) ในน้ำ หรือ กำมะถันคอลลอยด์ ( $S_8$  ในน้ำเตรียมได้โดยหยด HCl ลงในสารละลาย  $(Na_2S_2O_3)$ )
2. อิมัลชัน (Emulsion หรือ Emulsoid) เกิดจากอนุภาคของเหลวชนิดหนึ่งฟุ้งกระจายในของเหลวอีกชนิดหนึ่ง เช่น นํ้านม (ไขมันในน้ำ) นํ้าสลัด (นํ้ามันพืชในนํ้าส้มสายชู)
3. เจล (Gel) เกิดจากอนุภาคของแข็งเรียงตัวกระจัดกระจายเป็นโครงตาข่ายทั่วๆ ไปในของเหลว ทั้งวิญภาคของแข็งและของเหลวจะต่อเนื่องกันไป เช่น เยลลี่ (Jelly) วุ้นหรือ เจลาติน (Gelatin)
4. ละอองลอย (Aerosol) เกิดจากอนุภาคของแข็งหรือของเหลวฟุ้งกระจายในแก๊ส เช่น ควัน (คาร์บอนในอากาศ) หมอก (นํ้าในอากาศ)

คอลลอยด์ส่วนใหญ่ที่พบเห็นหรือเกี่ยวข้องกับที่สำคัญ คือ โซล โดยปกติอนุภาคในคอลลอยด์จะฟุ้งกระจายทั่วไปในสารละลายไม่มีทิศทางที่แน่นอนหรือเคลื่อนที่แบบบราวเนียน โดยสารละลายคอลลอยด์จะไม่ตกตะกอน เพราะอนุภาคในคอลลอยด์กระทบหรือชนกันตลอด

เวลา และอนุภาคมีขนาดเล็กมวลงน้อย คอลลอยด์บางชนิดถึงแม้อนุภาคจะมีมวลงมากก็ไม่ตกตะกอนเพราะอนุภาคมีประจุเหมือนกัน อาจจะเป็นประจุบวกหรือลบก็ได้ เวลาอนุภาคเข้ามาชิดกันจะผลักรั้งกันและกัน

การที่คอลลอยด์บางชนิดมีประจุ เป็นเพราะอนุภาคคอลลอยด์ชนิดนั้นสามารถดูดอนุภาคอื่นที่มีประจุเข้ามาห้อมล้อมอนุภาคคอลลอยด์ไว้เช่น เฟอริกออกไซด์คอลลอยด์ในกรด  $H^+$  จะถูกดูดอยู่ตามผิวของอนุภาคเฟอริกออกไซด์ทำให้มีประจุบวก เรียกว่า Positive sol แต่ถ้าเป็นอาร์เซนีสซัลไฟด์คอลลอยด์ในเบส อนุภาคคอลลอยด์จะดูด  $OH^-$  และ  $SH^-$  ไว้ตามผิวทำให้มีประจุลบ เรียกว่า Negative sol ดังในรูป



รูปที่ 2.4 แสดงคอลลอยด์ที่มีประจุ (ก) Positive sol (ข) Negative sol

ถ้านำสารละลายคอลลอยด์ที่มีประจุไฟฟ้าต่างชนิดกันมาผสมกัน อำนาจประจุไฟฟ้าบวกและลบจะหักล้างกันหมดไป อนุภาคคอลลอยด์ทั้งสองจึงมีโอกาสเข้ามาชิดกันเป็นกลุ่มมีมวลงมากขึ้นจึงตกตะกอนดังนั้นจึงสามารถทำให้สารละลายคอลลอยด์ที่มีประจุไฟฟ้าตกตะกอนได้โดยเติมอิเล็กโทรไลต์ที่เหมาะสม

## 2.7 การเกิดเจล (Gelation)

การเกิดเจลมีลักษณะคือ ในระบบจะมีคลัสเตอร์ (Clusters คือกลุ่มของอนุภาคหลายๆตัวที่เกิดการรวมกลุ่มกัน) ที่โตขึ้นจากปฏิกิริยาคอนเดนเซชันของพอลิเมอร์ หรือเกิดจากการรวมตัว (Aggregation) อนุภาคหลายๆตัวเป็นคลัสเตอร์ จนกระทั่งคลัสเตอร์เกิดการชนกัน แล้วเกิดการจับตัวรวมกันได้เป็นคลัสเตอร์เดี่ยวที่มีขนาดใหญ่กว่าเดิม ซึ่งเรียกว่าเจล หากเป็นเจลที่เกิดจากการไฮโดรไลซิสของสารประกอบอะลูมิเนียมได้เป็นอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ สารตัวกลางที่เกิดขึ้นจะอยู่ในรูปของโซล ซึ่งเกิดจากการคอนเดนเซชันของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ เมื่อทำให้ระบบมีความเข้มข้นสูงขึ้น (อาจด้วยการระเหย) โซลจะเกิดการรวมตัวเป็นเจล แต่ทั้งนี้และทั้งนั้น การเกิดเจลไม่จำเป็นต้องพัฒนาขึ้นจากโซลเสมอไป โดยเฉพาะในกรณีที่มีปริมาณน้ำในระบบน้อยๆ

## 2.8 ทฤษฎี โซล-เจล

ระบบ โซล-เจล สามารถแบ่งออกเป็น 2 ชนิด ขึ้นอยู่กับขนาดของอนุภาคดังนี้ [32]

### - ระบบพอลิเมอร์

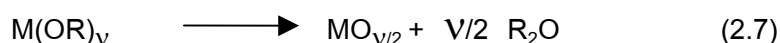
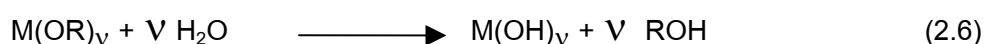
เป็นระบบที่ไม่มีอนุภาคเกาะตัวกันหนาแน่น (Dense colloidal particles) แต่มีการจับตัวกันเป็นกลุ่มของพอลิเมอร์ (Polymeric clusters) ขนาดน้อยกว่าหรือเท่ากับ 1 นาโนเมตร โดยเกิดพอลิเมอร์เจลที่เป็นมวลลักษณะยืดหยุ่นได้ซึ่งเกิดจากการเชื่อมโยงด้วยพันธะโควาเลนต์

### - ระบบพาร์ติคิวเลต

เป็นระบบที่มีขนาดอนุภาคที่เกาะตัวกันหนาแน่น (Dense particles) ใหญ่กว่า 1 นาโนเมตร (1 นาโนเมตรเป็นขอบล่างของสารที่มีลักษณะเป็นคอลลอยด์) ให้พาร์ติคิวเลตเจล ซึ่งเป็นมวลลักษณะยืดหยุ่นได้เกิดจากอนุภาคโซลเชื่อมโยงกันด้วยแรงที่ผิว (Surface force เช่น แรงแวนเดอร์วาลส์) เกิดเป็นโครงสร้าง (Network) ขึ้น

กระบวนการโซล-เจล มีโซล (Sol) เกิดจากอนุภาคของแข็งกระจายตัวอยู่ในตัวกลางที่เป็นของเหลว มีขนาดตั้งแต่  $10^{-5}$  ถึง  $10^2$  นาโนเมตร และเมื่ออนุภาคโซลเริ่มเกิดการรวมตัวกันก็จะทำให้อนุภาคมีขนาดใหญ่มากขึ้นเรื่อยๆ จนสามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า ขณะที่เกิดการรวมตัวสิ่งที่เราเห็นได้คือ เจล (Gel) โดยการเกิดเจลจะต้องผ่านกระบวนการ 2 อย่างคือ การเกิดสารละลายโซลด้วยการไฮโดรไลซิส และปฏิกิริยาการควบแน่น ดังนั้นการเตรียมสารละลายโซลจำเป็นต้องสร้างอนุภาคคอลลอยด์ขึ้นมาก่อน ซึ่งในการไฮโดรไลซิสสารประกอบอัลคอกไซด์ อาจมีการไฮโดรไลซิสที่สมบูรณ์ได้อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ หรือปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่ไม่สมบูรณ์ (Partial hydrolysis) ได้อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งมีพันธะอัลคอกไซด์หลงเหลืออยู่ดังปฏิกิริยาดังนี้

การไฮโดรไลซิสที่สมบูรณ์



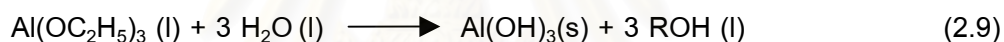
## การไฮโดรไลซิสบางส่วน

เมื่อ M เป็นโลหะที่มีประจุบวก V

R แทนหมู่อัลคิล ( $C_nH_{2n+1}$ )

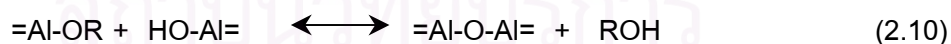


ซึ่งเมื่อทำปฏิกิริยากับน้ำแล้วจะได้โลหะออกไซด์และไฮดรอกไซด์ ที่ชอบน้ำ (Hydrophilic) ซึ่งเป็นสารละลายโซลนั่นเอง โดยในกรณีที่ทำปฏิกิริยาสมบูรณ์ ใช้น้ำที่ปริมาณมากเกินไป ผลลัพธ์สุดท้ายเป็นอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เป็นสารแขวนลอยมีลักษณะเป็นตะกอนขุ่น มีสมการการเกิดปฏิกิริยาดังนี้

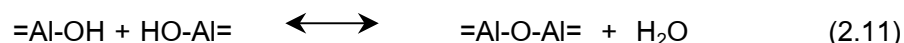


ต่อจากนั้นสารที่ได้หลังไฮโดรไลซิส ทั้งแบบสมบูรณ์และไม่สมบูรณ์จะสามารถเกิดปฏิกิริยาต่อ โดยอาจเป็นการไฮโดรไลซิสต่อ หรือปฏิกิริยาควบแน่น (Condensation reaction) ซึ่งมี 2 แบบ ดังนี้

ปฏิกิริยาควบแน่นแบบที่หนึ่งได้แอลกอฮอล์เป็นผลิตภัณฑ์



ปฏิกิริยาควบแน่นแบบที่สองได้น้ำเป็นผลิตภัณฑ์



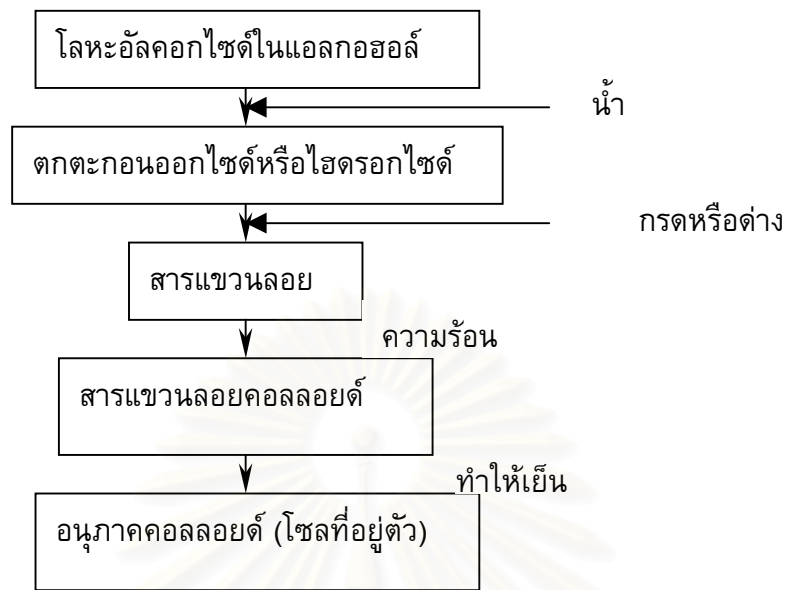
ซึ่งขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยาควบแน่น เริ่มต้นด้วยกลไกการแทนที่แบบนิวคลีโอฟิลิก (Nucleophilic substitution,  $S_N$ ) แล้วตามด้วยกลไกการเติมแบบนิวคลีโอฟิลิก (Nucleophilic addition,  $A_N$ ) จากนั้นเกิดการย้ายโปรตอนจากโมเลกุลที่ชนไปยังกลุ่มอัลคอกไซด์ ( $-OC_nH_{2n+1}$ ) หรือกลุ่มไฮดรอกโซ ( $-OH$ ) แล้วโมเลกุลของแอลกอฮอล์หรือ

โมเลกุลน้ำจะหลุดไป ซึ่งในภาวะโดยทั่วไป การเริ่มต้นของปฏิกิริยาควบแน่นจะเกิดขึ้นก่อนที่ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจะเสร็จสมบูรณ์ เนื่องจากน้ำและอัลคอกไซด์ไม่ละลายกัน แต่ถึงกระนั้น แอลกอฮอล์ที่เป็นผลิตภัณฑ์ข้างเคียง ที่เกิดในปฏิกิริยาทำให้สารตั้งต้นทั้งสองละลายเข้ากันได้ โดยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและควบแน่นจะเกิดต่อเนื่องกันและมีผลต่อเวลาในการเกิดเจล โดยปฏิกิริยาควบแน่นจะเป็นตัวควบคุมเวลาในการเกิดเจล ถ้าอัตราการเกิดปฏิกิริยาควบแน่นเร็ว จะทำให้เวลาในการเกิดเจลสั้น

ซึ่งสิ่งที่มีผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยาควบแน่นคือ [39]

1. ชนิดของสารตั้งต้น โดยอัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของอัลคอกไซด์จะลดลงเมื่อเพิ่มขนาดของกลุ่มอัลคอกไซด์ และเมื่อแทนที่กลุ่มอัลคอกไซด์ด้วยกลุ่มอัลคิล
2. อัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสภายใต้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดจะเพิ่มขึ้น และเมื่อใช้เบสจะลดลง แต่ทำให้อัตราเร็วการควบแน่นเพิ่มขึ้น
3. ตัวเร่งปฏิกิริยา
4. น้ำ ปริมาณน้ำที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาจะทำให้โครงสร้างของผลิตภัณฑ์ที่ได้เปลี่ยนไป คือถ้ามีปริมาณน้ำมากจะทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเร็วขึ้น และมีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาควบแน่น คือ ปริมาณน้ำมากขึ้น จะไปลดความเข้มข้นของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ในสารละลายและทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาควบแน่นลดลงและส่งผลให้เวลาในการเกิดเจลเพิ่มขึ้น
5. ตัวทำละลาย เติมน้ำลงไปเพื่อทำหน้าที่ป้องกันการแยกชั้นในช่วงแรกของปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส และในบางกรณีมีประโยชน์ต่อการควบคุมการเกิดเจล คือยังมีตัวทำละลายมากจะนำไปสู่การรวมตัวของพอลิเมอร์ได้ง่าย และยังนำไปสู่การเกิดปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน หรือดีพอลิเมอร์ไรเซชัน
6. อุณหภูมิ มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสหรือพอลิเมอร์ไรเซชัน ภายใต้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรด เมื่อเพิ่มอุณหภูมิจะทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเพิ่มขึ้นเท่ากับอัตราการเกิดปฏิกิริยาควบแน่น โดยจะเพิ่มกึ่งกำนให้กับสายโซ่ของพอลิเมอร์ ทำให้เกิดเจลเร็วขึ้น

สำหรับในระบบโซล-เจลแบบพาร์ทีคิวเลต โซลในระบบเกิดจากการไฮโดรไลซิสอัลคอกไซด์ของโลหะ ซึ่งจะได้ตะกอนของไฮดรอกไซด์ หรือออกไซด์ของโลหะที่แขวนลอยในรูปโซลที่อยู่ตัว ซึ่งการแขวนลอยทำได้โดยการเติมกรดหรือด่างลงในสารละลายเพื่อทำให้เกิดชั้นของประจุที่ผิวอนุภาคโซลดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 กระบวนการผลิตโซล

## 2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์และอะลูมิเนียมออกไซด์ ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ ในรูปแบบต่างๆ จากการไฮโดรไลซิสอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ มีดังนี้

### 2.9.1 M. R. Harris & K. S. W. SING, 1958 [10]

ทำการเตรียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (Precipitated Alumina) จากสารเริ่มต้น อะลูมิเนียมไอโซโพรพอกไซด์ ซึ่งผ่านขั้นตอนการเตรียมเจลของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ดังนี้

- Homogeneous Condition :

ผสมสารละลายอัลคอกไซด์ 5% โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ในไอโซโพรพานอล กับ สารละลายน้ำ 5% น้ำหนักต่อปริมาตร ในไอโซโพรพานอลปริมาตรเท่ากัน เขย่า 1 นาที จะทำให้เกิดคอลลอยด์ เมื่อทิ้งไว้จะเกิดเจลในเวลาประมาณ 2 นาที



- Heterogeneous Condition :

ผสมสารละลายอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ 20 % น้ำหนักต่อปริมาตรในเบนซีนกับน้ำปริมาณเท่ากัน แล้วทำการกวนด้วยความเร็วสูงประมาณ 5 นาที ซึ่งสารประกอบที่ได้จะถูกแยกด้วยกระบวนการเหวี่ยงแยกและทำให้บริสุทธิ์ จนได้ผลิตภัณฑ์สุดท้ายในรูปเจล

### 2.9.2 Weingaertner Ernst et al.,1964 [4]

ทำการเตรียมอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ชนิดผง (หรือเรียกว่าอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์) โดยไฮโดรไลซิสอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ด้วยสารละลายของนอร์มัลบิวทานอลกับน้ำ ที่ช่วงอุณหภูมิ 65-93 องศาเซลเซียส โดยอัตราส่วนที่เหมาะสมคือ อัลคอกไซด์ต่อน้ำต่อนอร์มัลบิวทานอล เท่ากับ 1 ต่อ (0.6-2) ต่อ (0.7-4.5) ซึ่งจะได้คอลลอยด์ของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ในน้ำซึ่งต้องมีการเหวี่ยงแยกหรือกรองแยกออกมา แล้วทำให้แห้ง

### 2.9.3 Kazuhumi Nomura et al., 1972 [9]

ทำการไฮโดรไลซิสสารอัลคอกไซด์ที่มีจำนวนคาร์บอน 4-20 อะตอม โดยเติมสารประเภทเกลือของสารประกอบ โซเดียม โปแตสเซียม และแอมโมเนียม ในอัตราส่วน 0.1-5 โมลต่อ 1 โมลของอัลคอกไซด์ และใช้น้ำอัตราส่วนมากกว่าหรือเท่ากับอัตราส่วนโดยโมลของปฏิกิริยา ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิควบคุม 150-230 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30-60 นาที จะได้ผลิตภัณฑ์ที่แยกออกเป็น 2 เฟส คือเป็นเฟสของแอลกอฮอล์ด้านบนและเฟสสารละลายของสารประกอบโซเดียม (หรือโปแตสเซียม หรือแอมโมเนียม) ที่มีอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ตกตะกอนอยู่

### 2.9.4 Bulent E. Yoldas, 1973 [6]

ทำการทดลองเปรียบเทียบการไฮโดรไลซิส โดยใช้น้ำที่อุณหภูมิสูง (80 องศาเซลเซียส) และต่ำ (20 องศาเซลเซียส) ที่อัตราส่วนโดยโมลของน้ำต่ออัลคอกไซด์ เป็น 200 ต่อ 1 ซึ่งได้ผลิตภัณฑ์เป็นอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ในรูปเจลที่มีความเสถียรขึ้นกับอุณหภูมิของน้ำที่ใช้ โดยได้ทำการตรวจสอบโครงสร้างของสารที่ได้โดยการวิเคราะห์หาปริมาณของอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminium Oxide) ที่ได้จากการเผา (Pyrolysis) โดยพิจารณา ดังนี้

2.9.4.1 มีปริมาณของอะลูมิเนียมออกไซด์ 85 % แสดงว่าโครงสร้างเป็นโมโนไฮดรอกไซด์ (Monohydroxide;  $\text{AlO}(\text{OH})$ )



2.9.4.2 มีปริมาณของอะลูมิเนียมออกไซด์ 65 % แสดงว่าโครงสร้างเป็นไตรไฮดรอกไซด์ (Trihydroxide;  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) ซึ่งสามารถสรุปได้ว่า

- เมื่อไฮโดรไลซิสด้วยน้ำร้อน

จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นโมโนไฮดรอกไซด์ในรูปแบบโบฮีไมท์ (Boehmite ;  $\alpha\text{-AlO}(\text{OH})$ ) ที่มีความเสถียร

- เมื่อไฮโดรไลซิสด้วยน้ำเย็น

จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นโมโนไฮดรอกไซด์ (Monohydroxide) แบบอสังฐาน ซึ่งเมื่อทำการบ่ม (Heat treatment) ที่อุณหภูมิห้อง ผลิตภัณฑ์จะเปลี่ยนไปอยู่ในรูป ไตรไฮดรอกไซด์ (Trihydroxide) แบบเบย์ไรท์ (Bayrite;  $\beta\text{-Al}(\text{OH})_3$ ) และเมื่อบ่มที่อุณหภูมิมากกว่า 80 องศาเซลเซียส จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นโมโนไฮดรอกไซด์แบบโบฮีไมท์ (Boehmite ;  $\alpha\text{-AlO}(\text{OH})$ ) โดยแอลกอฮอล์ที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาจะมีผลยับยั้งการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างได้ หรือกล่าวได้ว่าสารประกอบจะไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างในแอลกอฮอล์บริสุทธิ์

### 2.9.5 Bulent E. Yoldas, 1975 [11]

ทำการไฮโดรไลซิสอัลคอกไซด์ที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส โดยใช้ปริมาณมากเกินพอ (อัตราส่วนโดยโมล น้ำต่ออัลคอกไซด์ เป็น 100 ต่อ 1) และมีการกวนอย่างรุนแรง 15-20 นาที บนแผ่นให้ความร้อน (Hot plate) ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์เป็นอะลูมิเนียมโมโนไฮดรอกไซด์ ที่สามารถสร้างพันธะเปปไตต์ (Peptization) ได้ แล้วเติมกรด (ไฮโดรคลอริก หรือ ไนตริก หรือ เปอร์คลอริก หรือ อะซีติก หรือ ฟอรั่มิก) อัตราส่วนโดยโมลของกรดต่ออัลคอกไซด์อย่างน้อย 0.03-0.1 ต่อ 1 แล้วบ่มที่อุณหภูมิสูงกว่า 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นเจล (gel of the sol) ที่แยกออกได้ และสามารถนำไปผ่านกระบวนการไพโรไลซิส (Pyrolysis) ได้ อะลูมิเนียมออกไซด์ โดยถ้าการทดลองใช้น้ำที่อุณหภูมิห้องเข้าทำปฏิกิริยาจะได้ ไตรไฮดรอกไซด์ของอะลูมิเนียม (หรือ Bayrite;  $\beta\text{-Al}(\text{OH})_3$ ) ซึ่งไม่สามารถทำปฏิกิริยากับกรดเกิดผลิตภัณฑ์ที่ต้องการได้

### 2.9.6 Bulent E. Yoldas, 1976 [12]

ทำการเตรียมอะลูมิเนียมออกไซด์ (Activated alumina) โดยผ่านขั้นตอนการเกิดเจลของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ โดยใช้อะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่มีคาร์บอน 1-24 อะตอม และใช้อัตรา

ส่วนโดยโมลของน้ำต่ออัลคอกไซด์ เป็น 70-200 ต่อ 1 และมีการเติมกรดที่สร้างพันธะเปปไทด์ในอัตราส่วนโดยโมล 0.03-0.25 ต่อ 1 ซึ่งจะได้สารละลายใสออกมา แล้วบ่มด้วยความร้อนมากกว่า 80 องศาเซลเซียส กวนเป็นเวลา 15 นาที จนเกิดคอลลอยด์ที่ใส จึงไปตั้งทิ้งที่อุณหภูมิห้องให้เกิดเจล โดยถ้าใช้น้ำน้อยกว่า 8 โมลจะได้เจลที่ไม่ใส และที่อุณหภูมิห้องน้อยกว่า 60 องศาเซลเซียส จะเกิดโมโนไฮดรอกไซด์ที่ไม่เสถียร นอกจากนั้นถ้าใช้อัตราส่วนโดยโมลของน้ำต่ออัลคอกไซด์เป็น 8-20 ต่อ 1 ก็สามารถทำให้เกิดเจลได้ โดยไม่ต้องผ่านขั้นตอนการเกิดสารละลาย

### 2.9.7 Marcel Astier and Kenneth S. W. Sing, 1980 [13]

เตรียมอะลูมิเนียมออกไซด์เจลที่มีความพรุน โดยไฮโดรไลซิสอะลูมิเนียมเซกบิวไทเลต ( $C_4H_9O)_3Al$  ด้วยปริมาณน้ำที่จำกัดเป็น 2 ส่วน คือ 1 เท่า และ 6 เท่าของอัตราส่วนโมล ในตัวกลางแอลกอฮอล์ (Propane-2-ol) ดังนี้

- กรณีน้ำ 6 เท่า จะใช้น้ำ 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิห้องกับอะลูมิเนียมเซกบิวไทเลต 15 กรัมในแอลกอฮอล์ 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- กรณีน้ำ 1 เท่า จะใช้น้ำ 3.3 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิห้องกับอะลูมิเนียมเซกบิวไทเลต 15 กรัมในแอลกอฮอล์ (Propane-2-ol) ในสารละลายทั้งหมด 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร

หลังจากนั้นนำสารจากทั้ง 2 ปฏิกิริยาไปเติมแอลกอฮอล์ (Propane-2-ol) 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วตั้งทิ้งไว้ ก่อนนำไปเหวี่ยงแยกและอบแห้งที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ได้อะลูมิเนียมออกไซด์เจลที่มีความพรุน โดยมีข้อจำกัดว่ากรณีใช้น้ำ 6 เท่า จะทำการอบด้วยความร้อนไม่เกิน 740 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลานาน ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีรูพรุนขนาดกลางถึงใหญ่ ที่มีพื้นผิวมาก และขนาดค่อนข้างคงที่ โดยสำหรับน้ำ 1 เท่า จะมีความหลากหลายของขนาดแต่ได้พื้นที่พื้นผิวมากเช่นกัน

### 2.9.8 David L. Segal, 1985 [14]

ไฮโดรไลซิส อะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ชนิด อะลูมิเนียมเซกบิวทอกไซด์หรืออะลูมิเนียมไฮโซ-โพรพอกไซด์ โดยใช้น้ำที่อุณหภูมิ 16-22 องศาเซลเซียส และอัตราส่วนโมลของน้ำต่ออะลูมิเนียมใกล้เคียงกับค่า 3 ต่อ 1 กวนเป็นเวลา 5 นาทีซึ่งจะให้อะลูมิเนียมไตรไฮดรอกไซด์ ( $Al(OH)_3$ ) ชนิดที่ไปสร้างพันธะเปปไทด์ต่อได้ในรูปของแข็งที่ผสมในของเหลวข้น (Paste) และสามารถทำให้แห้งเป็นผงที่อุณหภูมิห้อง (22 องศาเซลเซียส) ได้ นอกจากนั้นถ้านำไปผสมน้ำ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วกวนและให้ความร้อนที่ 100 องศาเซลเซียส จะได้ของเหลวข้นสี

ขาว (White paste) ออกมาซึ่งสามารถทำปฏิกิริยาต่อกับกรดไนตริก 4 โมลาร์ที่อัตราส่วนโดยโมล 0.27 ต่อ 1 จนสีขาวหมดไปและกลายเป็นสารที่มีความหนืด และความหนาแน่น 1.2 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งถ้าเอาไปทำให้แห้ง (Drying) ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส จะได้เจลใส ซึ่งสามารถกระจายในน้ำได้ (Redispersible)

### 2.9.9 Duane J. Lewis and William H. McNeese , 1988 [15]

ศึกษาการสังเคราะห์ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ โดยมีสารเริ่มต้นเป็นอะลูมิเนียมไตรอัลคิลแอลกอฮอล์และน้ำที่ปริมาณมากเกินพอ โดยการทำให้ปฏิกิริยาจะเกิดในเครื่องปฏิกรณ์เพียง 1 ตัว โดยในขั้นแรกอะลูมิเนียมอัลคิลจะทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์ที่มีคาร์บอน 4-12 อะตอมในเฟสอินทรีย์ (Organic phase) เกิดเป็นอัลคอกไซด์ ซึ่งจะถูกไฮโดรไลซิสในเฟสน้ำ (Aqueous phase) ได้คอลลอยด์ของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ที่มีอะลูมิเนียมออกไซด์ 12% โดยน้ำหนัก และเกิดแอลกอฮอล์ในเฟสอินทรีย์ ซึ่งจะได้อะลูมิเนียมออกไซด์ออกมาโดยใช้การอบแห้งด้วยการสเปรย์ (Spray dry)

### 2.9.10 J-Y. Chane-Ching and Lisa C. Klein, 1988 [16]

ทำการเตรียมเจลของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์โดยศึกษาผลของปริมาณน้ำและปริมาณของไอโซ-โพรพานอล ที่มีผลต่อความหนืดของสาร โดยไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียสแล้วเขย่าเป็นเวลา 15 วินาที แล้ววัดความหนืด ซึ่งสรุปได้ว่า

- ค่าความหนืดที่มาก
    - : เกิดจากพอลิคอนเดนเซชัน (Polycondensation) ของสารที่ถูกไฮโดรไลซิสบางส่วนหรือไม่สมบูรณ์
    - : กรณีอัตราส่วนโดยโมลของ น้ำ ต่อ อัลคอกไซด์ สูงมากกว่าค่าอัตราส่วนจากสมการ และแอลกอฮอล์มาก ได้สารละลายที่มีลักษณะเป็นพอลิเมอร์
  - ค่าความหนืดที่น้อย
    - : เกิดจากการไฮโดรไลซิสสารทั้งหมด (Clusters)
- โดยการเกิดเจลจะลดลงเมื่ออัตราส่วนของน้ำที่ใช้มีค่ามาก และการอบที่ใช้เวลาน้อยลง

ซึ่งจากงานวิจัยที่เกี่ยวข้องจะพบว่า การไฮโดรไลซิสด้วยน้ำ สามารถดำเนินการโดยใช้ น้ำกลั่นอย่างเดี่ยว หรือ น้ำผสมแอลกอฮอล์ หรือ น้ำผสมสารประกอบของเกลือ ที่ตัวแปรต่างกันไป ซึ่งจะให้ผลิตภัณฑ์ในรูปแบบต่างๆ

### 2.9.11 J. R. Tobias Johnson and Itai Panas [33]

การดูดซับน้ำ และไฮโดรไลซิสบนโมเลกุลของอะลูมิเนียม ชนิด ออกไซด์และไฮดรอกไซด์ โดยพิจารณาจากอัตราการละลายน้ำต่อการเกิดโครงสร้างแบบกลุ่มก้อน พบว่าเมื่อโครงสร้างเริ่มต้นเป็น  $AlO(OH)$  หรือ  $Al_2O_3$  ซึ่งมีพันธะ  $Al=O$  และ  $Al-O-Al$  จะมีความไวปฏิกิริยากับน้ำที่สูง โดยจะมีผลิตภัณฑ์สุดท้ายอยู่ในรูป  $Al(OH)_3$  และไดเมอร์  $Al_2(OH)_6$  โดยเมื่อมีการเติมน้ำต่อไปให้กับ  $Al(OH)_3$  จะใช้แบบจำลองการละลายขนาดเล็ก (Micro solvation) โดยลักษณะก้อนของ  $Al(OH)_3 \cdot nH_2O$  ที่เกิดขึ้นมี 2 แบบคือ แบบแรกเป็น คู่ไอออนของ  $Al(OH)_4^- / H_3O^+$  โดยที่แกนของประจุบวกจะจัดโครงสร้างแบบมีพันธะร่วม 4 พันธะที่สมมาตร แบบที่สองเป็นอะลูมิเนียมที่สร้างพันธะร่วม 6 พันธะ ทำให้เกิดประจุลบที่แกนกลาง โดยโครงสร้างทั้งสองจะเป็นระบบของ  $Al(OH)_3 \cdot 6H_2O$  แต่ในสภาพที่เป็นกลาง  $Al(OH)_3$  จะเกิดการสร้างพอลิเมอร์มากกว่าที่จะเป็นโครงสร้างเดี่ยว ซึ่งผลของการจัดโครงสร้าง จะสื่อให้เห็นถึงการละลายทางเคมีของ อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ซึ่งเป็นแอมโฟเทอริกภายใต้สภาวะกรดหรือเบส และทำให้ได้โครงสร้างขนาดใหญ่ขึ้น

### 2.9.12 J.D. Kubicki and S.E. Apitz [34]

หาสมมติฐานสำหรับแบบจำลองปฏิกิริยาการดูดซับบนผิวของอะลูมิเนียมออกไซด์และออกไซด์ไฮดรอกไซด์ โดยพบว่าการเติมไฮโดรเจนที่ตำแหน่งพันธะไฮดรอกไซด์ที่อยู่ระหว่างอะลูมิเนียม 2 อะตอม จะทำให้เกิดการแตกออกของพันธะ  $Al-(OH_2)-Al$  แต่ในกรณีของหมู่ไฮดรอกไซด์ที่อยู่ปลายพันธะ เมื่อมีการให้หรือเสียไฮโดรเจนในพันธะไฮดรอกไซด์ จะไม่มีการเปลี่ยนค่าโคออร์ดิเนต และจะไม่มีการแตกออกของพันธะ

### 2.9.13 Yu, Z. K. and Du, Y. W. [42]

ทำการเตรียมอะลูมินาชนิดเป็นเส้น (Alumina whiskers) ขนาดเป็นนาโนเมตร โดยผ่านขั้นตอนการเผาอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์แห้งที่อุณหภูมิสูง (Calcination) โดยอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้เตรียมจากการไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียมอีทอกไซด์ในสารละลาย

เฮปแทน(อะลูมิเนียมอีทอกไซด์ เตรียมจากปฏิกิริยาระหว่างอะลูมิเนียมฟอยล์และเอทิลแอลกอฮอล์ที่มีไอโอดีนผสมอยู่) แล้วนำไปละลายในเฮปแทนที่ความเข้มข้น 0.1-0.2 โมลต่อลิตร น้ำที่ใช้จะทำให้เป็นผลอยโดยผ่านหัวฉีดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.1 มิลลิเมตร และเป็นไอภายใต้ความดัน  $1.27-1.31 \times 10^5$  ปาสคาล โดยภาชนะแก้วที่ทำการบรรจุเฮปแทนจะต้องถูกควบคุมอุณหภูมิโดยการแช่ในน้ำที่อุณหภูมิห้องเพื่อป้องกันการเพิ่มอุณหภูมิอย่างรวดเร็วในขั้นตอนการไฮโดรไลซิส และช่วยลดการเป็นไอของเฮปแทน โดยได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันมากกว่าการเตรียมด้วยวิธีที่มีการใช้กรดหรือเบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยส่วนที่ตกตะกอนจะเปลี่ยนไปอยู่ในรูปผงของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เมื่อมีการเก็บไว้ในสุญญากาศภายใต้การควบคุมอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ที่เวลานานพอ โดยผลที่ได้จาก XRD แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างที่เกิดขึ้นเป็นแบบออสถูราน ซึ่งเมื่อนำไปเผา ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส โดยมีอากาศเข้าในระบบได้เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นอะลูมินาขนาด 2-4 นาโนเมตร



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



## บทที่ 3

### วิธีดำเนินการวิจัย

#### 3.1 สารตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง

1. น้ำมันตัวอย่าง เป็นส่วนผสมของน้ำมันน้ำมันแร่ขาวกับเอทิลไดเอทานอลเอมีน ที่ผ่านการใช้งานเป็นตัวดูดซับอะลูมิเนียมออกไซด์ในกระบวนการผลิตเม็ดพลาสติกพอลิโพรพิลีน
2. น้ำมันแร่ขาวบริสุทธิ์ ชนิดที่ใช้ทางเภสัชกรรม (Pharmaceutical grade)
3. น้ำกลั่น จากศูนย์เครื่องมือวิเคราะห์ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

#### 3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. ขวดรูปชมพู่ขนาด 500 มิลลิลิตร
2. กระบอกตวง (Graduated cylinder) ปริมาตร 100 มิลลิลิตร
3. เทอร์โมคัปเปิล แบบ K (ยี่ห้อ Digi-Sense Model 91100-50) ความละเอียด 0.1 องศาเซลเซียส
4. ไบโกลานแบบ 2 ใบ (Dual - blade paddle) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 3/8 นิ้ว ทำจากวัสดุพอลิโพรพิลีน
5. มอเตอร์สำหรับปรับความเร็วรอบของไบโกลาน (ยี่ห้อ ABB รุ่น ACS 100)
6. Water Bath ชนิดปรับอุณหภูมิได้
7. นาฬิกาจับเวลา

#### 3.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบสารตัวอย่าง

##### 3.3.1 Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy (NMR)

NMR เป็นเครื่องมือทางสเปกโทรสโกปี (Spectroscopy) เป็นเทคนิคที่ศึกษาเกี่ยวกับนิวเคลียสของธาตุที่มีสมบัติของแม่เหล็ก ตลอดจนสภาวะข้างเคียง รอบนิวเคลียสนั้น ๆ เทคนิคนี้มีประโยชน์มากในการศึกษาสูตรโครงสร้างและสมบัติทางเคมีของสาร อีกทั้ง ยังไม่ทำลายสารตัวอย่าง ดังนั้นจึงนำสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์แล้วกลับมาใช้ใหม่ได้ เครื่อง NMR สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้งที่อยู่ในรูปของสารละลาย หรือ ของแข็ง



สำหรับการทดลองนี้จะทำการทดลองในสภาพสารละลายที่มีตัวทำละลายคือน้ำมันแร่ขาวโดยทำการทดสอบอะลูมิเนียมในน้ำมันด้วย  $^{27}\text{Al-NMR}$  และ  $^1\text{H-NMR}$  (เครื่อง JEOL (JNM-A500) ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย) ที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้ ดิวเทอเรตคลอโรฟอร์ม ( $\text{CDCl}_3$ ; Chloroform- $d_1$  deuteration) เป็นตัวทำละลาย โดยทำการวัดค่าการดูดซับของอะลูมิเนียมได้ที่ความถี่ 130.20 MHz ความกว้างของคลื่น 52.083 kHz โดยเวลาของการอ่านข้อมูล 0.3146 วินาที จำนวนครั้งในการสแกน 1,000 ครั้ง โดยการหาปริมาณวิเคราะห์จะอินทิเกรตพื้นที่ใต้พีคที่ตำแหน่ง หรือ ช่วงค่า Chemical Shift ของหมู่ฟังก์ชันที่ต้องการ

### 3.3.2 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

FTIR เป็นผลิตภัณฑ์ของ Nicolet Magna-IR<sup>TM</sup> Spectrometer 750 โดยใช้ Software ของ Omnic 1.20 ในการวิเคราะห์ผล โดยเป็นเครื่องของศูนย์เครื่องมือวิเคราะห์ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ใช้ในการวิเคราะห์ ตรวจสอบ พิสูจน์ และศึกษาเกี่ยวกับโมเลกุลของสาร ซึ่งอาจอยู่ในสถานะของแข็ง ของเหลว หรือ ก๊าซก็ได้ โดยเป็นเทคนิคที่ใช้คุณสมบัติเกี่ยวกับการเกิดการสั่น (Vibration) และการหมุน (Rotation) ของโมเลกุลที่ต่างกัน โดยใช้แสงอินฟราเรดซึ่งเป็นช่วงหนึ่งของสเปกตรัมของการแผ่รังสีแม่เหล็กไฟฟ้า เป็นตัวส่งสัญญาณ โดยเมื่อโมเลกุลดูดกลืนแสง IR โมเลกุลจะถูกกระตุ้น (excite) เป็นโมเลกุลที่มีพลังงานสูงกว่าอยู่ที่สภาวะพื้น โดยมีพลังงานเปลี่ยนแปลงอยู่ในราว 2-10 kcal/mole ซึ่งเป็นพลังงานพอที่จะทำให้โมเลกุลเกิดการสั่น (Vibration) หรือเกิดการหมุน (Rotation) เท่านั้น มีเลขคลื่น (Wave numbers) อยู่ในช่วง 12,800 ถึง  $10\text{ cm}^{-1}$  หรือมีช่วงความยาวคลื่นจาก 0.78 ถึง 1,000 ไมโครเมตร ( $\mu\text{m}$ ) โดยช่วงความยาวคลื่นที่นิยมใช้ เป็นช่วงกลางอินฟราเรด คือจาก 4,000 ถึง  $400\text{ cm}^{-1}$  หรือ 2.5 ถึง 25 ไมโครเมตร โดยที่นิยมนำมาใช้ทางด้านคุณภาพวิเคราะห์ โดยนำมาใช้ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของสารที่สนใจ ซึ่งจำเป็นต้องมีค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) ของสารมาตรฐาน เป็นตัวเปรียบเทียบกับตัวอย่างที่จะทำการตรวจสอบ ในการทดลองนี้จะมีการกำหนดค่าดังนี้

จำนวนครั้งในการสแกน (Numbers of sample scans) : 32

ความสามารถในการแยกจุดออกจากกัน (Resolution) : 4.000

ความละเอียดของจุดจากการสแกน (Gain) : Autogain

ความเร็วในการอ่านค่า (Mirror velocity) : 0.6329

ขนาดของช่องรับแสง (Aperture) : 100

ตัวจับสัญญาณ (Detector) : DTGS (ดิวเทอเรตไตรโกลซีนซัลเฟต)

ชนิดของช่องใส่สาร (Beam splitter) : KBr

ชนิดของแสงที่ใช้ (Source) : IR  
 วิธีที่ใช้ในการทดสอบ (Sampling technique) : Standard

การทดสอบการดูดกลืนแสงของสารที่จะทดสอบในกรณีเป็นสารละลาย มีวิธีคือ จะต้องหาสารที่เป็นตัวทำละลายและวัดค่าการดูดซับแสงเอาไว้เพื่อเป็นมาตรฐาน แล้วหลังจากนั้นถ้าต้องการทดสอบสารชนิดใดๆในตัวทำละลายมาตรฐานนี้ สามารถทำได้โดยให้มีการลบค่ามาตรฐานการดูดซับนั้นออกไป และเหลือเฉพาะการดูดซับแสงของสารที่ละลายอยู่ภายใน

### 3.3.3 Atomic Absorption Spectrometer (AAS)

AAS (ผลิตภัณฑ์ของ UNICAM ทำการวิเคราะห์ที่ศูนย์เครื่องมือวิเคราะห์ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย) ใช้วิเคราะห์ธาตุพวกโลหะหนัก ระดับ 1 ส่วนในล้านส่วน (ppm) ในตัวอย่างที่เป็นสารละลาย ทำการวิเคราะห์โดยใช้กระแสไฟฟ้าผ่านหลอดลำแสงคาโทด (Hollow Cathode Lamp) ที่ประกอบด้วยขั้วแอโนด 1 ขั้ว และขั้วคาโทดแบบกลวงอีก 1 ขั้ว ซึ่งจะหุ้มไว้ในปลอกแก้วที่บรรจุแก๊สอาร์กอนหรือนีออนที่มีความดัน 7.5 มิลลิบาร์ (10 ทอร์) เมื่อให้เกิดความต่างศักย์ไฟฟ้า 150-500 โวลต์ กับอิเล็กโทรด แก๊สที่บรรจุอยู่ภายในจะเกิดการแตกตัวกลายเป็นไอออน หลังจากนั้นจะเกิดการชนกับขั้วคาโทดอย่างรุนแรง จึงปล่อยและเกิดการกระตุ้นของสารประกอบโลหะขึ้น การปล่อยอะตอมของโลหะออกมานั้น เรียกว่า "sputtering" เมื่ออะตอมโลหะที่ถูกกระตุ้นนั้นตกกลับลงมาอยู่ที่สถานะพื้น (ground state) จะปล่อยแสงที่มีความยาวคลื่นเฉพาะกับธาตุนั้นออกมา ถ้าให้กระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้นเลยจุดที่เหมาะสม sputtering ก็จะมีมากขึ้น แต่การกระตุ้น (excited) นั้นตกกลับลงมาอยู่ที่สถานะพื้น จะปล่อยแสงที่มีความยาวคลื่นเฉพาะกับธาตุนั้นออกมา ถ้าให้กระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้นเลยจุดที่เหมาะสม sputtering ก็จะมีมากขึ้น แต่การกระตุ้นจะเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย จึงทำให้มีกลุ่มอะตอมที่อยู่ในสถานะพื้นอยู่รอบๆขั้วคาโทด อะตอมกลุ่มนี้จะดูดซับแสงจากอะตอมที่ถูกกระตุ้น จึงทำให้ความเข้มของแสงที่ออกมาจากหลอดลดลง และ line width ของหลอดจะกว้างขึ้น โดยในการทดลองจะทดสอบอะลูมิเนียม จึงใช้หลอดคาโทดของอะลูมิเนียม (Al 13) ที่ใช้กับก๊าซอะเซทิลีนและไนตริส โดยใช้กระแสผ่านหลอด 8 มิลลิแอมป์ ความยาวคลื่น 309.3 นาโนเมตร ความละเอียดของการจับสัญญาณเมื่อพบธาตุคือ 0.4 ไมโครกรัมต่อไมโครลิตร ความกว้างของคลื่นเป็น 1 นาโนเมตร ใช้แรงดันไฟฟ้า 530 โวลต์ และการไหลของสารเข้าทดสอบเป็น 10 มิลลิลิตร ต่อ นาที ปรับไฟที่ใช้ในการทดสอบกระแสให้สูง 1.5 เซนติเมตร โดยเป็นรูปโคเนสสีแดง ระดับพลังงานเชื้อเพลิง (Fuel) ประมาณ 8 ส่วนตัวปรับก๊าซ เพื่อเข้าเผาไหม้ (Oxidant) เป็น 9 ถึง 10

ในการใช้งานจะต้องมีเครื่องมือประกอบดังนี้

- ตัวปรับกระแสไฟจ่าย (Stabilizer) เพื่อให้กระแสไฟที่จ่ายให้หลอดคาโทด มีความสม่ำเสมอ เพราะถ้ากระแสไม่สม่ำเสมอจะทำให้หลอดขาด
- ตัวดูดควัน (Hood) เพื่อดูดควันที่เกิดจากการเผาสารละลายให้เป็น ไอออน
- ปีกเกอร์ และน้ำกลั่น เพื่อใช้ในการล้างท่อดูดสาร

### 3.3.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (Scanning Electron Microscope หรือ SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ใช้เป็นรุ่น JSM - 6400 LV ซึ่งเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาลักษณะและวิเคราะห์รายละเอียดโครงสร้างขนาดเล็กของวัตถุ โดยศึกษาได้ถึงระดับนาโนเมตร ประกอบด้วยส่วนประกอบสำคัญๆ 3 ระบบคือ ระบบการผลิตลำอิเล็กตรอน ระบบการจับและถ่ายภาพต่อสัญญาณ ระบบการสร้างภาพ โดยให้ค่าความละเอียดการใช้งานที่สูญญากาศสูงสุดคือ 3.5 นาโนเมตร ขนาดขยายเป็น 10 ถึง 300,000 เท่า ความดันไฟฟ้าคือ 1 ถึง 40 กิโลโวลต์ และต้องมีการฉาบผิวด้วยทองคำ (Gold coating) ก่อนการทดสอบ

### 3.3.5 เครื่องมือวิเคราะห์ขนาดอนุภาค (Particle Size Analyzer)

เครื่องมือที่ใช้เป็นของ Coulter LS 230 ของห้องวิจัยชีวเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ซึ่งวัดขนาดอนุภาคในช่วง 0.4 ไมครอน ถึง 2,000 ไมครอน โดยใช้กับอุปกรณ์บรรจุสารเป็นแบบ Micro Volume Module ซึ่งบรรจุสารทดสอบปริมาตร 15 มิลลิลิตรหรือ 1 ถึง 50 มิลลิกรัม และเลือกสมการที่ใช้ในการคำนวณขนาดเป็นแบบ Fraunhofer Model สำหรับตัวอย่างจะเตรียมโดยให้มีการแตกตัวและแขวนลอยในสารละลายให้มากที่สุด เนื่องจากสารที่มีขนาดเล็กมักเกาะติดกันเป็นก้อนด้วยแรงไฟฟ้าสถิตย์หรือปฏิกิริยาทางเคมี ทำให้การวิเคราะห์ผิดพลาดได้ ดังนั้นนอกจากการเติม defloculant จะต้องทำให้สารแตกตัวได้ดียิ่งขึ้นก่อนการทดสอบโดยใช้ Ultrasonic Vibrator โดยตัวกลางแขวนลอย (Suspending medium) ควรมีความสมบัติดังนี้ คือ ไม่ละลายหรือเกิดปฏิกิริยากับอนุภาค ของเหลวควรต่อต้านการจับตัวเป็นก้อนของอนุภาค ความหนาแน่นของของเหลวควรน้อยกว่าความหนาแน่นของอนุภาค ความหนืดของของเหลวควรเหมาะสมเพื่อที่จะได้ใช้เวลาในการวิเคราะห์ไม่นานจนเกินไป ดังนั้นจึงใช้เอทานอลเป็นตัวกลางแขวนลอยเนื่องจากในงานของ Bulent E. Yoldas 1973 พบว่าสารประกอบอะลูมิเนียมจะไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างในแอลกอฮอล์บริสุทธิ์

### 3.3.6 เครื่องมือวิเคราะห์สารอินทรีย์ ( CHNS/O Analyzer)

เครื่องมือที่ใช้เป็นยี่ห้อ PE2400 Series II ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย วิธีวิเคราะห์คือ การเผาด้วยออกซิเจนบริสุทธิ์ที่อุณหภูมิสูง และวิเคราะห์ด้วยค่าเหนี่ยวนำความร้อนในเครื่อง GC (Pyrolysis in High-Purity Oxygen (Static-State Oxidation) Gas Chromatographically Separated by Frontal Analysis Quantitatively Detected by Thermal Conductivity Detector) ใช้วิเคราะห์หาปริมาณร้อยละโดยมวลของคาร์บอน ไฮโดรเจน ไนโตรเจน และ ออกซิเจน โดยช่วงตัวอย่างน้ำหนัก 1-3 มิลลิกรัมแล้วใส่ในแคปซูลดีบุกหรืออะลูมิเนียม แล้วเผาด้วยออกซิเจนที่ความร้อนสูงภายใต้สภาวะคงเดิม จนเมื่อเกิดการเผาไหม้หมดให้เพิ่มออกซิเจนเกินพอเพื่อให้ทั้งอินทรีย์และอนินทรีย์สารเกิดการเผาไหม้สมบูรณ์ แล้วเอาสารที่ได้จากการเผาไปผ่านสารละลายเพื่อให้เกิดสารในรูปแบบ คาร์บอนไดออกไซด์ (CO<sub>2</sub>) น้ำ (H<sub>2</sub>O) ไนโตรเจน (N) และ ไนโตรเจนออกไซด์ (N Oxides) แล้วผ่านแก๊สไปบนทองแดงเพื่อจับ (Scrubbing) เอาออกซิเจนที่เกินพอและลดออกไซด์ของไนโตรเจนให้อยู่ในรูปธาตุไนโตรเจน แล้วผ่านแก๊สเข้าไปในเครื่องผสมเพื่อให้เกิดสารผสมเนื้อเดียวที่อุณหภูมิและความดันคงที่ ผ่านสารผสมไปยังเครื่องจับแบบเหนี่ยวนำความร้อนสูงชนิด จับน้ำ (Water trap) เพื่อวัดค่าไฮโดรเจน จับคาร์บอนไดออกไซด์ (Carbon dioxide trap) และวัดไนโตรเจนโดยเปรียบเทียบกับฮีเลียม โดยออกซิเจนจะถูกแยกวัดโดยใช้การเผาในถ้วยคาร์บอนเคลือบแพลตตินัม และวัดในรูปคาร์บอนมอนอกไซด์

### 3.3.7 ไฮโดรมิเตอร์ (Hydrometer)

ใช้ในการวัดความหนาแน่นของสารตัวอย่างซึ่งเป็นการวัดความหนักเบาของน้ำมัน ถ้า น้ำมันหนักมาก (ความหนาแน่นมาก) ค่าความร้อนของน้ำมันต่อหน่วยน้ำหนักจะลดลง โดยทดสอบตามวิธี ASTM D 1298 โดยไฮโดรมิเตอร์มีลักษณะเป็นหลอดแก้วกลวงยาว ปลายล่างเป็นกระเปาะบรรจุเม็ดตะกั่วเพื่อถ่วงให้ไฮโดรมิเตอร์ลอยได้ในแนวตั้ง ส่วนก้านมีสเกลมาตรฐานสำหรับอ่านค่าความถ่วงจำเพาะ เมื่อต้องการวัดหาความถ่วงจำเพาะ ของของเหลวให้นำไฮโดรมิเตอร์ไปจุ่มลงในของเหลวที่ต้องการทราบค่า แล้วอ่านค่าสเกลบนก้านสเกล ณ ตำแหน่งขีดสเกลที่ตรงกับระดับผิวของเหลวนั้น ด้วยวิธีการดังกล่าวนี้จะเห็นว่าความเหมาะสมสำหรับการเลือกใช้คือ ของเหลวที่ต้องการทราบค่าต้องมีปริมาณมากพอ ที่จะทำให้ไฮโดรมิเตอร์ลอยในของเหลวโดยกระเปาะไฮโดรมิเตอร์ไม่สัมผัสกับภาชนะหรือกระบอกตวงที่บรรจุของเหลว และควรเลือกใช้สเกลของไฮโดรมิเตอร์ให้เหมาะสม โดยแต่ละรุ่นจะมีค่าสเกลอยู่ในขอบเขตต่างๆ กัน ควรเลือกใช้ให้เหมาะสม เช่น ในการทดลองนี้จะใช้สเกลในช่วง 0.800-0.900 และ 0.900-1.000 ซึ่งเป็นช่วงความหนืดของสารทดลอง

ในการใช้งานไฮโดรมิเตอร์จะต้องมีอุปกรณ์ต่างๆ ดังนี้ร่วมด้วย

- Hydrometer Jar
- แท่งแก้ว

### 3.3.8 วิสโคมิเตอร์ (Viscometer)

ใช้ในการวัดความหนืดของสารตัวอย่างซึ่งเป็นแรงต้านทานภายในตัวของน้ำมันต่อการไหลโดยถ้าน้ำมันใสจะไหลง่าย น้ำมันข้นจะไหลได้ช้า โดยมีหน่วยในการวัดความหนืดเป็น Kinematic Viscosity ตาม ASTM D 445 ค่าที่ได้รายงานเป็นหน่วยเซนติสโตก (cSt.) โดยใช้ Modified Ostwald Viscometers แบบ U-Tube ชนิด BS/U

## 3.4 ขั้นตอนการทดลอง

### 3.4.1 ทดสอบคุณสมบัติเบื้องต้นต่างๆของน้ำมันแร่ขาวบริสุทธิ์ดังนี้

- ทดสอบหมู่ฟังก์ชันด้วย FTIR (วิธีการทดสอบดูในภาคผนวก ก)
- หาปริมาณของอินทรีย์สารในน้ำมันตัวอย่างด้วย Elemental analyzer
- หาคความหนาแน่นด้วยไฮโดรมิเตอร์ (วิธีการทดสอบดูในภาคผนวก ข)
- ความหนืดด้วยวิสโคมิเตอร์ (วิธีการทดสอบดูในภาคผนวก ค)

### 3.4.2 ทดสอบคุณสมบัติเบื้องต้นต่างๆของน้ำมันตัวอย่างจากโรงงานดังนี้

- ทดสอบโครงสร้างด้วย H-NMR และ AI-NMR
- ทดสอบหมู่ฟังก์ชันด้วย FTIR
- หาปริมาณอะลูมิเนียมในน้ำมันตัวอย่างด้วย AAS (วิธีการทดสอบดูในภาคผนวก ง)
- หาปริมาณของอินทรีย์สารในน้ำมันตัวอย่างด้วย Elemental analyzer
- หาคความหนาแน่นด้วยไฮโดรมิเตอร์ และ
- ความหนืดด้วยวิสโคมิเตอร์

### 3.4.3 ขั้นตอนการไฮโดรไลซิสน้ำมันตัวอย่าง

#### 3.4.3.1 จัดชุดตัวแปรสำหรับการไฮโดรไลซิส ซึ่งแบ่งเป็น 4 ชุดการทดลองดังนี้



ชุดการทดลองที่ 1 กำหนดค่าคงที่คือ อุณหภูมิ รอบของการปั่นกววน และเวลา ตัวแปรคือ อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียม ในช่วงอัตราส่วนน้อยกว่าหรือเท่ากับ 50 : 1 แล้วจึงแบ่งช่วงการทดลองออกเป็น 5 ช่วง ดังนี้

- I  $r_1 = 10 : 1$
- II  $r_2 = 20 : 1$
- III  $r_3 = 30 : 1$
- IV  $r_4 = 40 : 1$
- V  $r_5 = 50 : 1$

ชุดการทดลองที่ 2 กำหนดค่าคงที่คือ อัตราส่วนของน้ำต่ออะลูมิเนียม รอบของการปั่นกววน และเวลา ตัวแปรคือ อุณหภูมิ ดังนี้

- I  $T_1 = 30$
- II  $T_2 = 50$
- III  $T_3 = 65$
- IV  $T_4 = 80$

ชุดการทดลองที่ 3 กำหนดค่าคงที่คือ อัตราส่วนของน้ำต่ออัลคอกไซด์ อุณหภูมิ และเวลา ตัวแปรคือ รอบของการปั่นกววน ดังนี้

- I  $\text{rpm}_1 = 100$
- II  $\text{rpm}_2 = 200$
- III  $\text{rpm}_3 = 300$

ชุดการทดลองที่ 4 กำหนดค่าคงที่คือ อัตราส่วนของน้ำต่ออัลคอกไซด์ อุณหภูมิ และรอบของการปั่นกววน ตัวแปรคือ เวลา ดังนี้

- I  $t_1 = 15$
- II  $t_2 = 20$
- III  $t_3 = 30$

3.4.3.2 เตรียมน้ำมันตัวอย่างกับน้ำที่อัตราส่วนที่กำหนด โดยใช้กระบอกลง (การคำนวณอัตราส่วนของสารตัวอย่างที่ใช้ในการไฮโดรไลซิส ดูจากภาคผนวก จ)

3.4.3.3 เเทน้ำมันในกระบอกลงลงในขวดแก้วรูปชมพู่ ขนาด 500 มิลลิลิตร

3.4.3.4 นำขวดรูปชมพู่ที่บรรจุน้ำมันแล้วติดตั้งกับขาตั้งเพื่อให้ความร้อนจาก Water bath ที่ตั้งอุณหภูมิคงที่ไว้แล้ว แล้วติดตั้งไปกววน เทอร์โมคัปเปิล



3.4.3.5 รอจนถึงอุณหภูมิที่กำหนด จึงเริ่มทำปฏิกิริยา โดยใช้เข็มฉีดยาแบบวัดปริมาตรได้ ดูดน้ำกลั่นที่ให้ความร้อนจนอุณหภูมิเท่ากับน้ำมันในขวดรูปชมพู่ แล้วเปิดมอเตอร์ให้ใบพัดหมุน ฉีดน้ำลงในขวดรูปชมพู่ กดนาฬิกาจับเวลา และบันทึกอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงขณะทำปฏิกิริยา

3.4.3.6 ให้สารทำปฏิกิริยาจนถึงเวลาที่กำหนดจึงหยุดการกวนสารและเทสารใส่ขวดแก้วเก็บตัวอย่าง

3.4.3.7 ตั้งทิ้งไว้ 15 วันจึงทำการแยกน้ำมันและตะกอนที่เกิดออกจากกัน วัดปริมาณน้ำมันที่ได้ และนำน้ำมันและตะกอนที่ได้ไปวิเคราะห์คุณสมบัติต่างๆ ดังนี้

- ทดสอบหมู่ฟังก์ชันของน้ำมัน และ อนุภาคในชั้นตะกอนด้วย FTIR
- หาปริมาณอะลูมิเนียมในน้ำมันด้วย AAS
- หาคความหนาแน่นของน้ำมันด้วยไฮโดรมิเตอร์ และ
- หาคความหนืดของน้ำมันด้วยวิสโคมิเตอร์
- หาขนาดอนุภาคสารในชั้นตะกอนด้วยเครื่องวิเคราะห์อนุภาค (วิธีการทดสอบดูในภาคผนวก ฉ)

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล

จากการศึกษารูปแบบของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นจากการไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียมในน้ำมันแร่ขาวด้วยน้ำ จะทดสอบคุณสมบัติซึ่งแบ่งเป็น 2 ส่วน คือ การทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพ และทางเคมี โดยทำการทดสอบกับน้ำมันแร่ขาวบริสุทธิ์ น้ำมันตัวอย่าง และส่วนประกอบของสารที่ได้หลังการไฮโดรไลซิส โดยการทดสอบคุณสมบัติต่างๆ มีดังนี้

#### คุณสมบัติทางกายภาพ

- ปริมาณของน้ำมันที่ได้หลังการไฮโดรไลซิส
- การวัดค่าความหนืดของน้ำมันตัวอย่างที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส
- การวัดค่าความหนาแน่นของน้ำมันตัวอย่างที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส
- การหาขนาดของสารที่ได้จาก Particle Analyzer
- การหารูปร่างของผลึกที่เกิดจากการไฮโดรไลซิสด้วย Scanning Electron Microscopy (SEM)

#### คุณสมบัติทางเคมี

- การทดสอบประเภทของธาตุที่อยู่ในสาร และการสร้างพันธะของธาตุ โดยใช้ NMR
- การวิเคราะห์หาหมู่โครงสร้างของสารโดยใช้ FTIR
- การวิเคราะห์หาปริมาณอะลูมิเนียมในน้ำมันโดยใช้ AAS
- การวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุที่อยู่ในน้ำมันโดยใช้เทคนิค Elemental Analyzer

### 4.1 ผลการวิเคราะห์น้ำมันตัวอย่าง

ตารางที่ 4.1 ผลการทดสอบคุณสมบัติของน้ำมันตัวอย่างเทียบกับน้ำมันแร่ขาวบริสุทธิ์

สมบัติ	ผลการทดสอบ	
	น้ำมันตัวอย่าง	น้ำมันแร่ขาวบริสุทธิ์
ความถ่วงจำเพาะ	0.8760	0.8742
ความหนืด	66.6 cSt @ 40 °C	64.5-69.7 cSt @ 40 °C
	348.1 SUS @ 100 °F	340-360 SUS @ 100 °F
ปริมาณอะลูมิเนียม	1.785 % โดยน้ำหนัก	0

#### 4.1.1 ความหนาแน่น

ความหนาแน่นของน้ำมันตัวอย่างที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส คือ 0.8760 กรัมต่อมิลลิลิตร ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับความหนาแน่นของน้ำมันแร่ชาวบริสุทธ์ คือ 0.8742 กรัมต่อมิลลิลิตร จะเห็นว่าน้ำมันตัวอย่างมีค่าความหนาแน่นมากกว่าน้ำมันแร่ชาวบริสุทธ์คิดเป็นร้อยละ 0.206 โดยที่ส่วนผสมของน้ำมันก่อนการดูดซึมประกอบด้วยน้ำมันแร่ชาวและเอทิลไดเอทานอลเอมีนที่มีความหนาแน่นคือ 1.014 กรัมต่อมิลลิลิตรส่วนอะลูมิเนียมไตรเอทิลมีความหนาแน่นเป็น 0.8350 กรัมต่อมิลลิลิตร โดยอะลูมิเนียมไตรเอทิลในการทำปฏิกิริยาจะถูกทำปฏิกิริยาจนหมดด้วยเอทิลไดเอทานอลเอมีน ซึ่งสามารถวิเคราะห์ได้จากลักษณะของคลื่น chemical shift จากการวิเคราะห์ด้วย  $^{27}\text{Al-NMR}$  ซึ่งให้ chemical shift ที่แสดงถึงการสร้างพันธะของอะลูมิเนียมกับสารอื่นอีก 6 พันธะ ที่มีเพียงตำแหน่งเดียว แต่รูปแบบของอะลูมิเนียมไตรเอทิลเป็นการสร้างพันธะของหมู่เอทิลกับอะลูมิเนียมเพียง 3 พันธะ ดังนั้นความหนาแน่นของน้ำมันตัวอย่างที่มากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับน้ำมันแร่ชาวจึงเกิดจากสารประกอบที่เกิดขึ้นที่ละลายอยู่ในน้ำมันแร่ชาว

#### 4.1.2 ความหนืด

ความหนืดของน้ำมันตัวอย่าง ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส คือ 66.6 เซ็นติสโตก เปรียบเทียบกับความหนืดของน้ำมันแร่ชาวบริสุทธ์ คือ 64.5-69.7 เซ็นติสโตก ที่ 40 องศาเซลเซียส ส่วนเอทิลไดเอทานอลเอมีนมีความหนืดเป็น 85.8 เซ็นติสโตก อะลูมิเนียมไตรเอทิลความหนืด เป็น 3.1 เซ็นติสโตก ดังนั้นน้ำมันแร่ชาวที่ผสมกับเอทิลไดเอทานอลเอมีน และผ่านกระบวนการดูดซึมอะลูมิเนียมไตรเอทิล จะมีความหนืดใกล้เคียงกับน้ำมันแร่ชาวบริสุทธ์เนื่องจากมีองค์ประกอบส่วนใหญ่เป็นน้ำมันแร่ชาวและมีองค์ประกอบส่วนน้อยเป็นของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ภายในน้ำมัน

#### 4.1.3 ปริมาณอะลูมิเนียม

ผลการวิเคราะห์ปริมาณอะลูมิเนียมในน้ำมันตัวอย่างด้วย AAS มีดังนี้

**ตารางที่ 4.2** ปริมาณอะลูมิเนียมในน้ำมันแร่ชาว เมื่อระยะเวลาในการวิเคราะห์ต่างกัน

วันที่ทดสอบ AAS	ค่าเฉลี่ยในช่วง สิงหาคม ถึง ตุลาคม 2544
ปริมาณอะลูมิเนียม (ส่วนในล้านส่วน)	17,853

ซึ่งจากผลการวิเคราะห์สามารถคำนวณเป็นปริมาณของอะลูมิเนียมไตรเอทิลที่ถูกดูดซึมเข้าทำปฏิกิริยากับเอทิลไดเอทานอลเอมีนในน้ำมันแร่ชาวคิดเป็นร้อยละ 7.55 โดยน้ำหนัก (วิธีการคำนวณดูในภาคผนวก ข)

#### 4.1.4 ปริมาณอินทรีย์สาร

ผลการวิเคราะห์โดยใช้ Elemental analyzer (CHNO/S Analyzer) จะบอกถึงค่าของคาร์บอน ไฮโดรเจน และออกซิเจน ส่วนอะลูมิเนียมได้มาจาก AAS และไนโตรเจนได้มาจากการคำนวณที่กำหนดให้สารทั้งหมดรวมกันเป็น 100 กรัม พบว่ามีองค์ประกอบของสารต่างๆดังนี้ (วิธีการคำนวณดูในภาคผนวก ฉ)

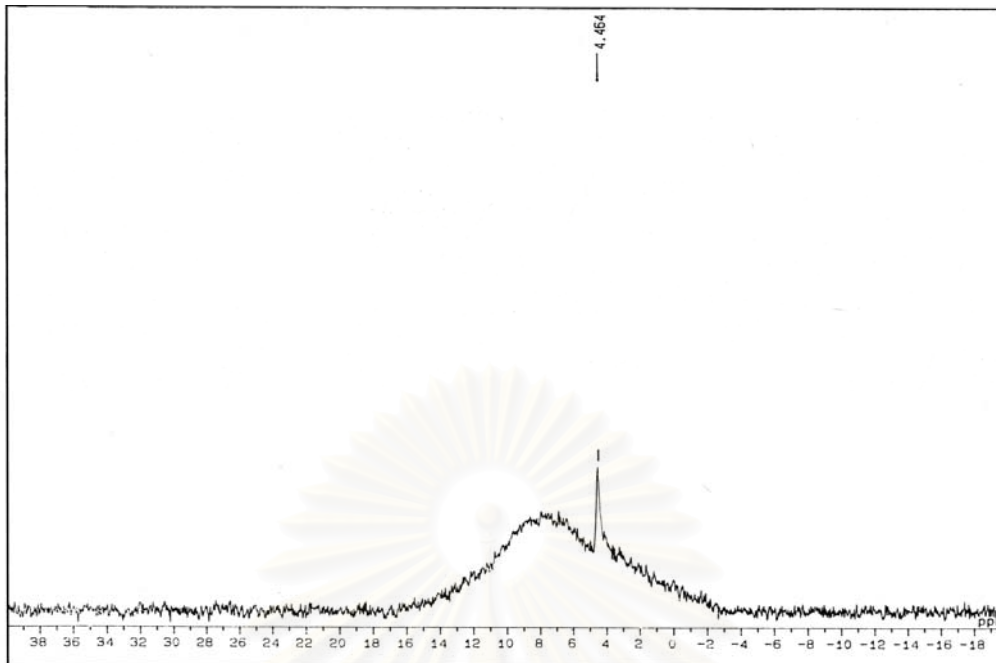
	คาร์บอน	: ไฮโดรเจน	: ออกซิเจน	: อะลูมิเนียม	: ไนโตรเจน
เมื่อเทียบเป็นร้อยละ	80.005	: 13.701	: 4.065	: 1.671	: 0.558
เทียบเป็นโมเลกุลดังนี้	333	: 680	: 13	: 3	: 2

ซึ่งจากการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจน ทำให้สามารถคำนวณเป็นร้อยละของเอทิลไดเอทานอลเอมีนในน้ำมันตัวอย่างเริ่มต้นได้คือคิดเป็นร้อยละ 5.31 โดยน้ำหนัก (วิธีการคำนวณดูในภาคผนวก ข) ซึ่งถ้าทำการคำนวณปริมาณของเอทิลไดเอทานอลเอมีนที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาได้ ก็จะทำให้หาปริมาณของเอทิลไดเอทานอลเอมีนที่เข้าทำปฏิกิริยาได้ ทำให้สามารถคาดเดาโครงสร้างโมเลกุลของสารประกอบที่เกิดขึ้นจากการทำปฏิกิริยาระหว่างเอทิลไดเอทานอลเอมีนกับอะลูมิเนียมไตรเอทิลได้โดยใช้ข้อมูลจากการวิเคราะห์ด้วย NMR และ FTIR ร่วมด้วย

#### 4.1.5 ผลการวิเคราะห์ โดยใช้ NMR

##### ก. ผลการทดสอบน้ำมันตัวอย่างด้วย $^{27}\text{Al-NMR}$

แสดงได้ดังรูปที่ 4.1 โดยที่ ค่าในแกนแนวนอน คือ ค่าการเคลื่อนที่หมุนฟังก์ชันของสาร (Chemical shift ( $\delta$  ; ppm)) เนื่องจากสภาวะแวดล้อมทางเคมีของโปรตอนที่อยู่ข้างเคียง ซึ่งเป็นการเปรียบเทียบระหว่างระยะห่างของพีคจากสารมาตรฐาน (Hz) กับความถี่ของสเปกโตรมิเตอร์ (MHz) ที่ใช้ในการตรวจจับสัญญาณความถี่ที่เกิดจากโครงสร้างของสารประกอบอะลูมิเนียม โดยค่าการเคลื่อนที่หมุนฟังก์ชันของสารที่ต่างกันจะแสดงถึงโครงสร้างของสารประกอบอะลูมิเนียมที่มีอะตอมเข้าสร้างพันธะ (Coordination Number ; CN) ต่างกันไป ทั้ง



รูปที่ 4.1 แสดงพีคของการทดสอบสารประกอบอะลูมิเนียมในน้ำมันแร่ขาวด้วย  $^{27}\text{Al}$ -NMR

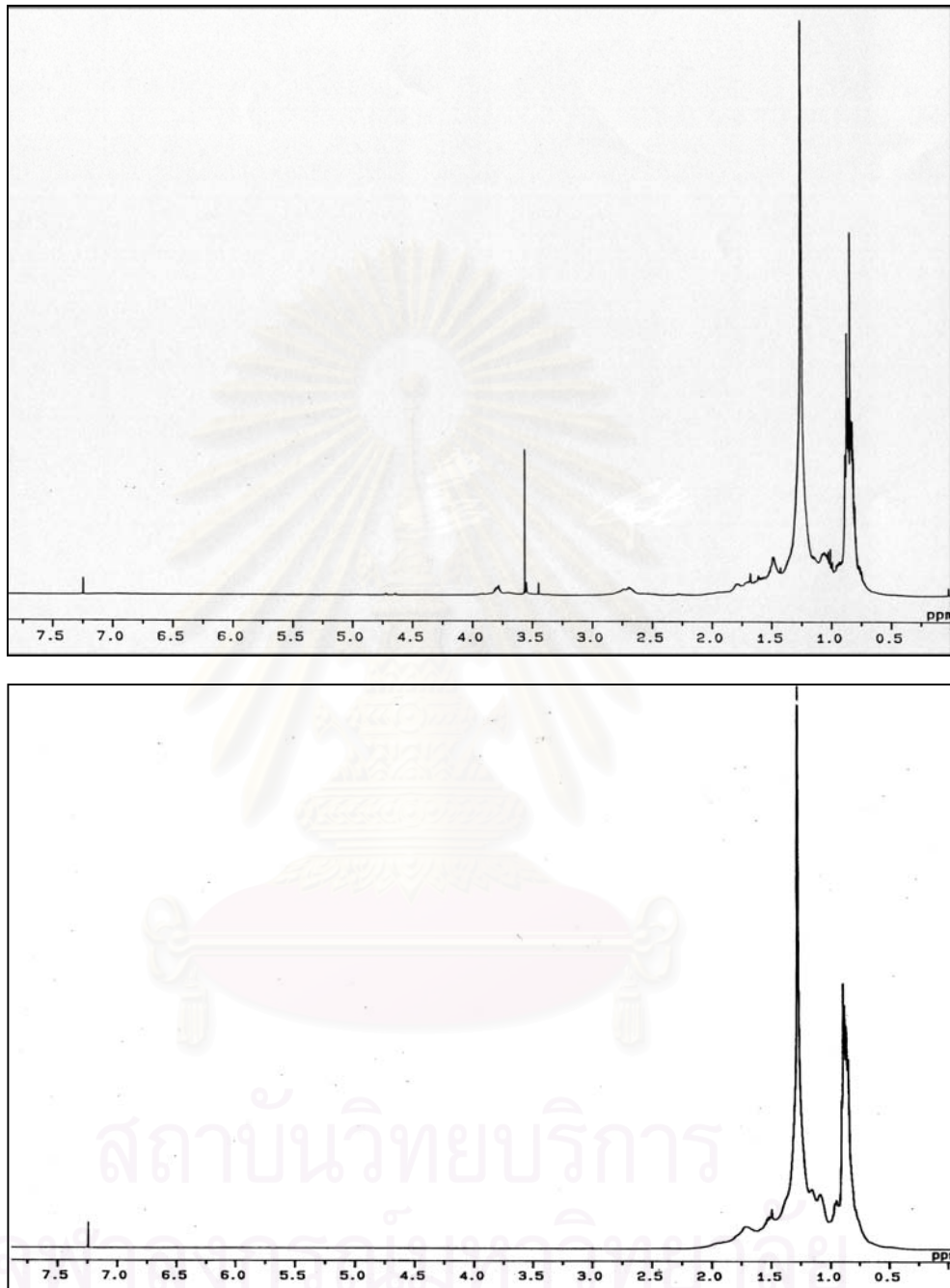
ทางด้านจำนวนและชนิดของอะตอม [21] โดยปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อค่าการเคลื่อนที่หมุนฟังก์ชันของสารคือค่าพลังงานดึงดูดอะตอมที่มีต่ออิเล็กตรอนภายในพันธะเคมี (Electronegativity ; EN) โดยจากผลการทดลองในช่วง  $-2$  ถึง  $16$  ppm เครื่องมือสามารถจับสัญญาณได้โดยเห็นได้ชัดที่ค่า  $4.464$  เป็นพีคเดี่ยว (Singlet) ซึ่งแสดงให้เห็นว่ามีอะตอมเพียงชนิดเดียวที่เข้าสร้างพันธะกับอะลูมิเนียม และจากสูตรการคำนวณจำนวนพีคที่เกิดจากการวัดค่า (Spin-Spin Splitting)  $2n + 1$  [31] เมื่อค่าของ  $n$  แทนอะตอมชนิดเดียวกันที่สร้างพันธะกับอะลูมิเนียม และ  $l$  แสดงถึงค่าการสปิน (Spin) ของธาตุที่มีการสร้างพันธะกับอะลูมิเนียม จากพีคที่มีลักษณะเป็นพีคเดี่ยวจะแทนค่า  $l$  ในสมการเป็นศูนย์ ซึ่งแสดงถึงธาตุที่มีเลขมวลและเลขอะตอมเป็นเลขคู่ ซึ่งจากสารเริ่มต้น ความเป็นไปได้ของอะตอมที่สร้างพันธะกับอะลูมิเนียมคือออกซิเจน เท่านั้น เนื่องจากจะทำให้ได้จำนวนพีคเป็น 1 โดยอะตอมของออกซิเจนมีพลังงาน EN มากกว่าคาร์บอน ทำให้มีความสามารถในการเข้าสร้างพันธะกับอะลูมิเนียมได้ดีกว่า ในขณะที่พันธะของอะลูมิเนียมกับคาร์บอนจะเกิดในโครงสร้างแบบให้พีคในช่วง chemical shift สูง และพันธะของอะลูมิเนียมกับคาร์บอนจะถูกทำลายที่อุณหภูมิสูงหรือในสารละลาย [21] ซึ่งพีคที่ค่า  $\delta$  น้อยๆแสดงถึงสารประกอบอะลูมิเนียมชนิดที่สร้างพันธะกับธาตุอื่นได้ 5 (Penta - Coordinate) และ 6 พันธะ (Hexa - Coordinate) ที่อยู่ในน้ำมันแร่ขาว ซึ่งในกรณีของ 5 พันธะจะสอดคล้องกับงานของ M.V. Giotto [23] และคณะที่ทำการทดสอบสาร MAPO-36 (เป็นสารที่เตรียมขึ้นโดยมี  $\text{Al}_2\text{O}_3$  เป็นสารเริ่มต้นตัวหนึ่ง) ซึ่งตรวจจับสัญญาณได้ที่ค่า  $6.5$  ppm และมีการตีความหมายของสัญญาณที่เกิดขึ้นเป็น 2 แบบคือ แบบแรก เป็นอะลูมิเนียมชนิดที่สร้างพันธะกับธาตุอื่นได้ 5



พันธะ และแบบที่สองคือ อะลูมิเนียมที่สร้างพันธะกับธาตุอื่นได้ 6 พันธะ ซึ่งตามธรรมชาติจะอยู่ในรูปของโบฮีไมท์เทียม (Pseudoboehmite) และในกรณี 6 พันธะสอดคล้องกับงานของ Jiri Pinkas [5] ที่ทำการทดสอบโครงสร้างสารประกอบอัลคอกไซด์ที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างอะลูมิเนียมไตรเอทิลกับไตรเอทานอลเอมีนด้วย  $^{27}\text{Al-NMR}$  ซึ่งสามารถจับสัญญาณ chemical shift ได้ที่ค่า 5.2 ppm ซึ่งเป็นของอะลูมิเนียมอะตอมชนิดเฮกซะโคออร์ดิเนต และที่ค่า 5.9 ppm จะอยู่ในรูป  $\text{AlO}_6$  ดังในงานของ P. Rehak และคณะ [25] และในงานของ K. F. Waldner และคณะ [28] ซึ่งทำการสังเคราะห์สารประกอบระหว่างอะลูมิเนียมและแมกนีเซียมสามารถจับสัญญาณ chemical shift ได้ที่ 7.18 ppm ซึ่งเป็นอะลูมิเนียมชนิดที่สร้างพันธะกับธาตุอื่นได้ 6 พันธะเช่นกัน โดยจะไม่มีอะลูมิเนียมชนิดที่สร้างพันธะกับสารอื่นได้ 3 พันธะหรือ 4 พันธะ พบอยู่ในน้ำมันตัวอย่างเลย เนื่องจากถ้ามีอะลูมิเนียมชนิดดังกล่าว จะต้องมีการจับสัญญาณ chemical shift ได้ที่ค่าในช่วง 250-300 ppm และ 150 ppm [19] ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าสารประกอบอะลูมิเนียมที่เกิดขึ้นในน้ำมันตัวอย่างจะเป็นสารประกอบอัลคอกไซด์ที่มีไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบที่มีอะลูมิเนียมสร้างพันธะได้ ทั้ง 5 และ 6 พันธะ โดยมีปฏิกิริยาระหว่างอะลูมิเนียมไตรเอทิลกับเอทิลไดเอทานอลเอมีน ดังนี้



ข. ผลการทดสอบน้ำมันตัวอย่างด้วย  $^1\text{H-NMR}$



รูปที่ 4.2 แสดงพีคของการทดสอบสารด้วย  $^1\text{H-NMR}$

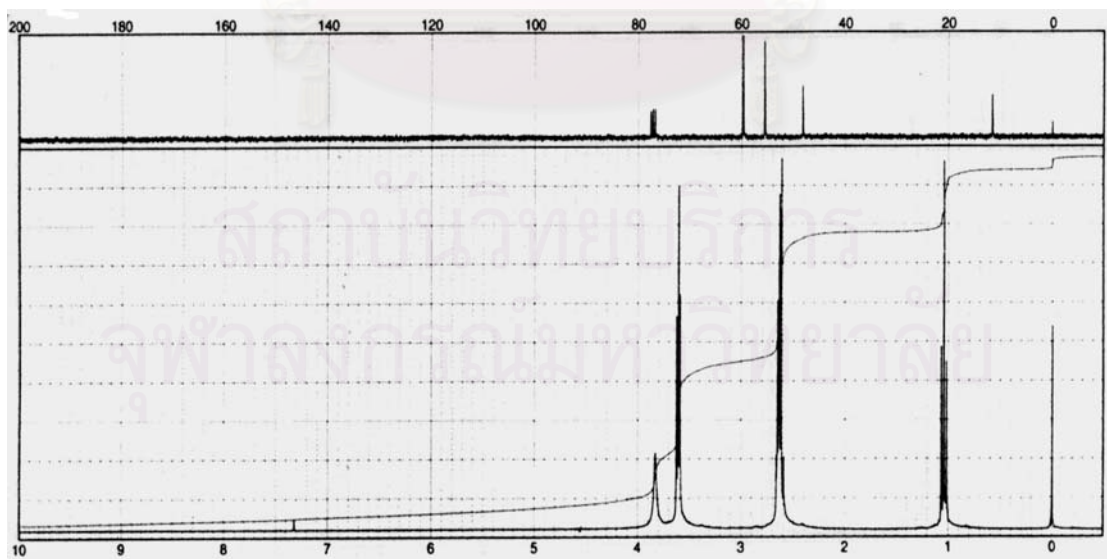
ก) สารประกอบอะลูมิเนียมในน้ำมันแร่ขาว ข) น้ำมันแร่ขาว

ตารางที่ 4.3 แสดงค่าการจับสัญญาณ และการตีความหมายน้ำมันตัวอย่างที่ได้จาก  $^1\text{H}$

- NMR

$\delta$ (ppm)	พันธะที่เกิดขึ้น	อ้างอิง	พื้นที่ใต้พีคของน้ำมันตัวอย่าง	
			เมื่อให้ตำแหน่ง 4.75 ppm เป็นตัวเทียบ	เมื่อให้น้ำมันแร่ขาวเป็นตัวเทียบ
(1) 0.7-0.9	-	$\text{CH}_3$ - และ	462.44	1.000
(2) 0.95-1.1	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O-Al}$ [27, 19] +เอทิลไดเอทานอลเอมีน	$-\text{CH}_2-$ ของน้ำ	36.9609	
(3) 1.1-1.4		มันแร่ขาว	706.69	
(4) 1.4-1.55		-	(จากรูปที่ 4.2 ข)	
(5) 1.6				
(6) 1.67				
(7) 2.1				
(8) 2.25-2.3	$-\text{CH}_2\text{-N=}$ ของเอทิลไดเอทานอลเอมีน	27	2.9002	0.0012
(9) 2.6-3.0	$-\text{CH}_2\text{-N=}$ ของเอทิลไดเอทานอลเอมีน รวมกับ $\text{CH}_2\text{-N=}$ ของสารประกอบอัลคอกไซด์	28, 26	44.3992	0.0204
(10) 3.45-3.5	$-\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-}$ ของเอทิลไดเอทานอลเอมีน	26	0.3917	0.0242
(11) 3.5-3.55			0.2146	
(12) 3.55-3.6	$-\text{CH}_2\text{-O-}$ ของเอทิลไดเอทานอลเอมีน	28, 26	4.005	
	$=\text{Al-O-CH}_2-$ ในสารประกอบอัลคอกไซด์ ที่เกิดการแทรกสอด		0.8328	
(13) 3.6-3.75	$-\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-}$ ของเอทิลไดเอทานอลเอมีน	26	1.9455	
(14) 3.75-3.9	$=\text{Al-O-CH}_2-$ ในสารประกอบอัลคอกไซด์	27, 19, 26	12.2480	
(15) 3.9-4.0	$-\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-}$ ในเอทิลไดเอทานอลเอมีน	19, 26	1.4430	
(16) 4.65	พันธะ OH ของเอทิลไดเอทานอลเอมีน	21, 27	1.0177	0.0004
(17) 4.75			1.000	0.0004
(18) 7.25	$\text{CDCl}_3$ เป็นตัวทำละลายที่ใช้ในการทดสอบ $^1\text{H-NMR}$	Standard	5.9174	0.0025

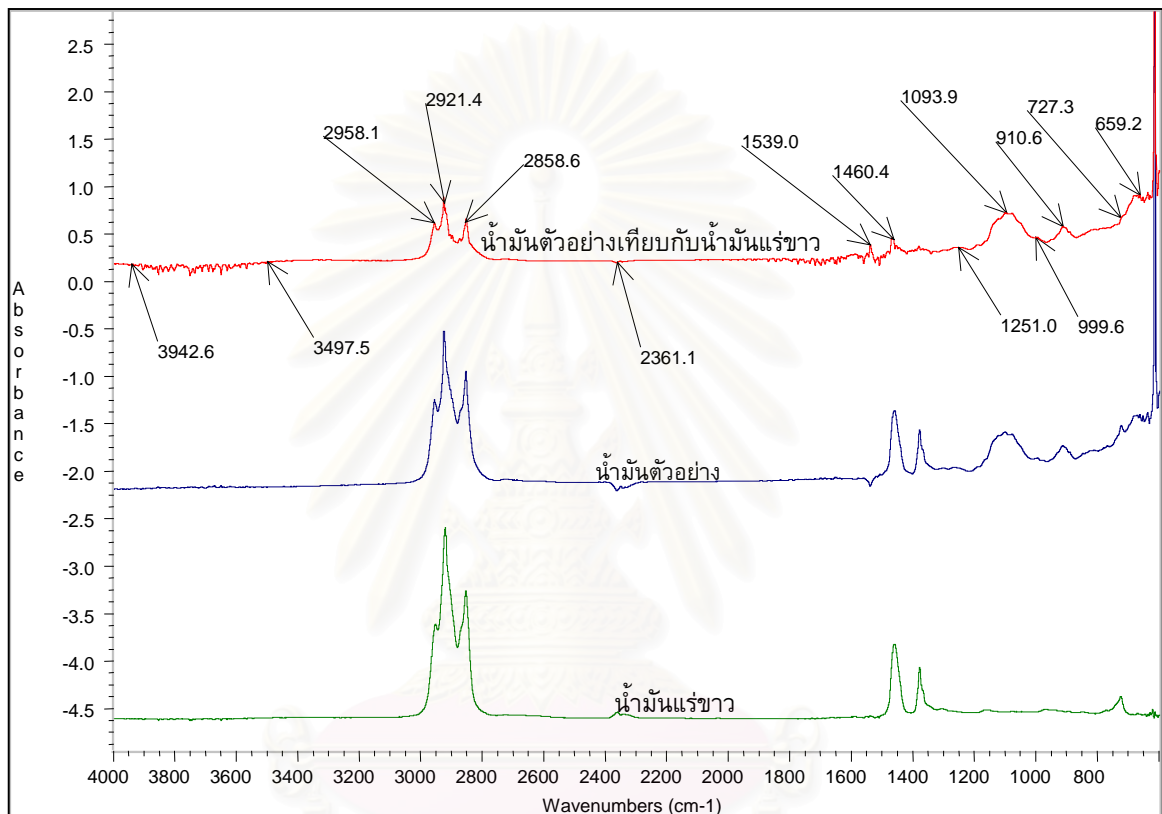
ผลการทดสอบน้ำมันตัวอย่าง และน้ำมันแร่ขาวด้วย  $^1\text{H-NMR}$  แสดงได้ดังรูปที่ 4.2 โดยมีการตีความหมายของสัญญาณที่ได้ แสดงในตารางที่ 4.3 โดยในช่วงค่า  $\delta$  เป็น 0.5 – 2.1 ppm เป็นตำแหน่ง chemical shift ที่เกิดจากน้ำมันแร่ขาว และส่วนหนึ่งมาจากโครงสร้างสารประกอบอัลคอกไซต์ในน้ำมันแร่ขาว และในช่วง chemical shift มากกว่า 2.1 เป็น chemical shift ที่เกิดจากไฮโดรเจนที่สร้างพันธะกับอะตอมของธาตุนั้นๆ ซึ่งเป็นโครงสร้างของสารประกอบอัลคอกไซต์และเอทิลไดเอทานอลเอมีนที่เหลืออยู่ในน้ำมันแร่ขาวดังในตารางที่ 4.3 โดยอัตราส่วนของพื้นที่ภายใต้พีคเมื่อเทียบกันจะแสดงถึงอัตราส่วนจำนวนอะตอมของไฮโดรเจนที่สร้างพันธะในรูปแบบต่างๆกัน โดยจากโครงสร้างของเอทิลไดเอทานอลเอมีนตามสูตรโมเลกุลพบว่า มีอัตราส่วนของไฮโดรเจนในพันธะ  $-\text{CH}_2-\text{N}=\text{}$  ต่อ  $-\text{CH}_2-\text{O}-$  ต่อ  $-\text{O}-\text{H}$  มีอัตราส่วนเป็น 3 ต่อ 2 ต่อ 1 ซึ่งเมื่อเทียบกับไตรเอทานอลเอมีน (Triethanolamine ; TEA) จะมีอัตราส่วนของไฮโดรเจนในพันธะ  $-\text{CH}_2-\text{N}=\text{}$  ต่อ  $-\text{CH}_2-\text{O}-$  เป็น 6 ต่อ 6 ซึ่งในงานของ Atitsa [18] ได้ให้ค่า  $\delta$  ของ  $-\text{CH}_2-\text{N}=\text{}$  และ  $-\text{CH}_2-\text{O}-$  ว่าเกิดที่ตำแหน่ง 2.65 และ 3.85 โดยมีปลายพีคของทั้ง 2 ตำแหน่ง แยกเป็น 3 พีคเล็ก ซึ่งการแยก (Splitting) ของปลายพีคขึ้นกับไฮโดรเจนแวดล้อม (n) ตัวที่ทำการวัด ซึ่งคำนวณการแยกจากสูตร  $n + 1$  ดังนั้นเอทิลไดเอทานอลเอมีนจะมีปลายพีคของทั้งสองตำแหน่ง แยกเป็น 3 พีคเช่นกัน แต่มีอัตราส่วนของ  $-\text{CH}_2-\text{N}=\text{}$  ต่อ  $-\text{CH}_2-\text{O}-$  เป็น 3 ต่อ 2 โดยจากตารางที่ 4.3 เราจะได้ว่าค่า  $\delta$  ที่แทนพันธะ  $-\text{CH}_2-\text{N}=\text{}$  จะอยู่ในช่วง 2.1 ถึง 3.0 และพันธะ  $-\text{CH}_2-\text{O}=\text{}$  จะอยู่ในช่วง 3.0 ถึง 4.0 โดยมีพันธะ  $-\text{OH}$  อยู่ที่ตำแหน่ง 4.65 และ 4.75 เป็นตัวเทียบ และเราจะหาปริมาณของ  $-\text{CH}_2-\text{N}=\text{}$  และ  $-\text{CH}_2-\text{O}-$  ที่แท้จริงได้เมื่อมีพีคการทดสอบ  $^1\text{H-NMR}$  ของเอทิลไดเอทานอลเอมีนบริสุทธิ์ดังในรูปที่ 4.3 เป็นตัวเปรียบเทียบและทำการทดสอบแบบปริมาณวิเคราะห์



รูปที่ 4.3 พีค  $^1\text{H-NMR}$  ของ เอทิลไดเอทานอลเอมีนบริสุทธิ์

#### 4.1.6 ผลการวิเคราะห์โดยใช้ FTIR

ผลของการทดสอบน้ำมันแร่ขาว น้ำมันตัวอย่างที่ใช้เป็นสารเริ่มต้น และน้ำมันตัวอย่างเทียบกับน้ำมันแร่ขาว แกนตามแนวนอนแสดงเลขคลื่น ( $\text{U}$ ;  $\text{cm}^{-1}$ ) และแกนตามแนวตั้งเป็นค่าการดูดซับแสง โดยมีการแยกเส้นฐาน (Baseline) ออกจากกันเพื่อให้เห็นข้อมูลได้ชัดเจน ซึ่งผลของการทดสอบเป็นดังแสดงในรูปที่ 4.4



รูปที่ 4.4 แสดงการดูดซับแสงของน้ำมันแร่ขาว สารประกอบอัลคอกไซด์ในน้ำมันตัวอย่าง และน้ำมันตัวอย่างเทียบกับน้ำมันแร่ขาว เมื่อทดสอบด้วย FTIR

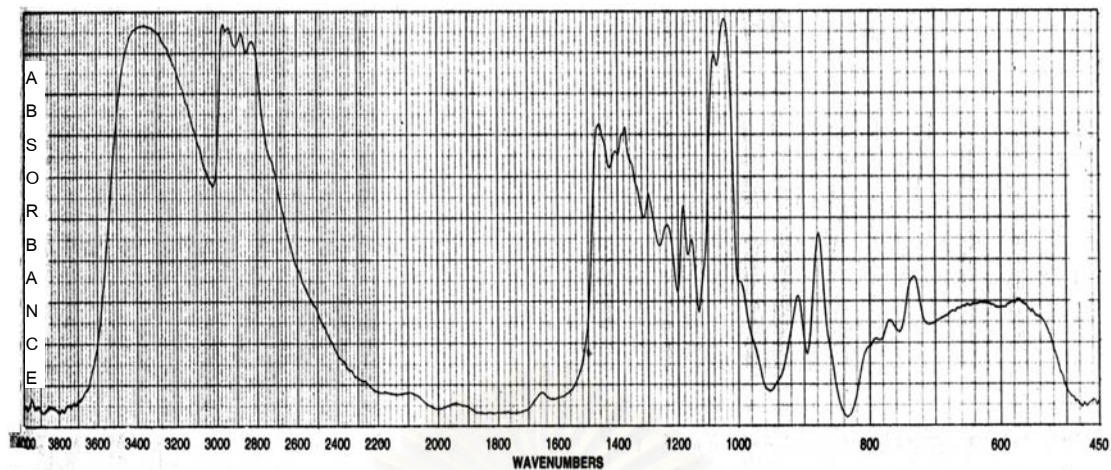
จากเส้นความโค้งการดูดซับแสงของสารประกอบอะลูมิเนียมในน้ำมันตัวอย่างแสดงให้เห็นถึงองค์ประกอบต่างๆในสารตัวอย่าง ดังนี้

- ที่  $3500\text{-}3100\text{ cm}^{-1}$  แสดงถึง O-H
- ที่  $3050\text{-}2800\text{ cm}^{-1}$  แสดงถึง C-H ของกลุ่มเมทิล ( $\text{CH}_3$ ) ซึ่งในช่วงเลขคลื่นนี้ น้ำมันแร่ขาวมีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดมาก
- ที่  $2500\text{-}2000\text{ cm}^{-1}$  แสดงถึงค่าเบี่ยงเบนของ O-H (Bending Mode)



- ที่  $1560-1310\text{ cm}^{-1}$  และ  $1270$  แสดงถึง  $\text{C-N}$  และ ค่าเบี่ยงเบนของ  $\text{O-H}$  รวมถึง  $\text{C-H}$  ของน้ำมันแร่ขาวซึ่งมีการดูดกลืนแสงขนาดปานกลางและมีการงอแบบไม่สมมาตร (Asymmetric deformation) โดยมีการดูดกลืนที่สำคัญๆ คือ  $1450$  และ  $1375\text{ cm}^{-1}$  ดังนี้
  - ที่  $1450\text{ cm}^{-1}$  แทน  $-\text{CH}_2-$  ซึ่งเป็น methylene group
  - ที่  $1375\text{ cm}^{-1}$  แทน  $-\text{CH}_3$  เป็น methyl group
- ที่  $1150-970\text{ cm}^{-1}$   $\text{Al-O-C}$  ของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ในน้ำมันหรือที่  $1000\text{ cm}^{-1}$  แทน  $\text{C-O}$  ของเอทิลไดเอทานอลเอมีน
- ที่  $935\text{ cm}^{-1}$  คือ  $\text{Al-O-Al}$  [24]
- ที่  $720\text{ cm}^{-1}$  คือ  $\text{C-H}$  ของน้ำมันแร่ขาวที่มีการดูดกลืนแสงน้อย
- ที่  $800-500\text{ cm}^{-1}$  แทน  $\text{Al-O}$  [30]

โดยในงานของ R.C. Mehrotra and A.K. Rai [24] ได้มีการระบุว่าพีคในช่วงของ  $1070$  ถึง  $1015$  เป็นพีคของพันธะ  $\text{Al-O-C}$  ซึ่งผลดังกล่าวมีความสอดคล้องกับค่าที่ตำแหน่งของ  $1150$  ถึง  $970\text{ cm}^{-1}$  ทำให้ทราบถึงโครงสร้างของน้ำมันแร่ขาว และสารประกอบในน้ำมันตัวอย่าง ดังนั้นหากต้องการวิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบที่เจือปนอยู่ในน้ำมัน จะต้องทำการจำแนกผลการดูดกลืนและโครงสร้างของน้ำมันออก ซึ่งทำได้โดยตัดค่าการดูดซับน้ำมันแร่ขาวออก เพื่อให้เห็นเฉพาะการดูดซับของสารที่อยู่ภายในเท่านั้น ดังในรูปที่ 4.4 ซึ่งเมื่อเทียบพีคของน้ำมันตัวอย่างกับน้ำมันตัวอย่างเมื่อใช้น้ำมันแร่ขาวเป็นตัวลบค่าการดูดกลืน จะมีบางพีคที่ลดต่ำลง ซึ่งก็คือพีคที่แสดงถึงความเป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนของน้ำมันแร่ขาวอันได้แก่พีคที่ตำแหน่ง  $3050-2800\text{ cm}^{-1}$  แสดงถึง  $\text{C-H}$  และที่ตำแหน่ง  $1560-1310\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งแสดงถึง ค่าเบี่ยงเบนของ  $\text{O-H}$  และหมู่  $\text{C-H}$  ที่ไม่สมมาตร ซึ่งทำให้ทราบว่าสารประกอบอะลูมิเนียมภายในน้ำมันตัวอย่างจะประกอบไปด้วยหมู่ฟังก์ชันคือ  $\text{O-H}$ ,  $\text{C-H}$ ,  $\text{C-N}$  และหมู่  $\text{CH}_3$  ที่ไม่สมมาตร

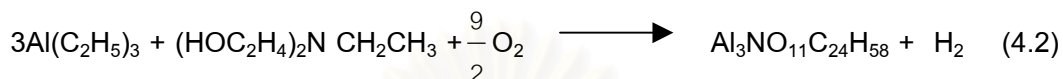


รูปที่ 4.5 แสดงการดูดซับแสง ของเอทิลไดเอทานอลเอมีนเมื่อทดสอบด้วย FTIR

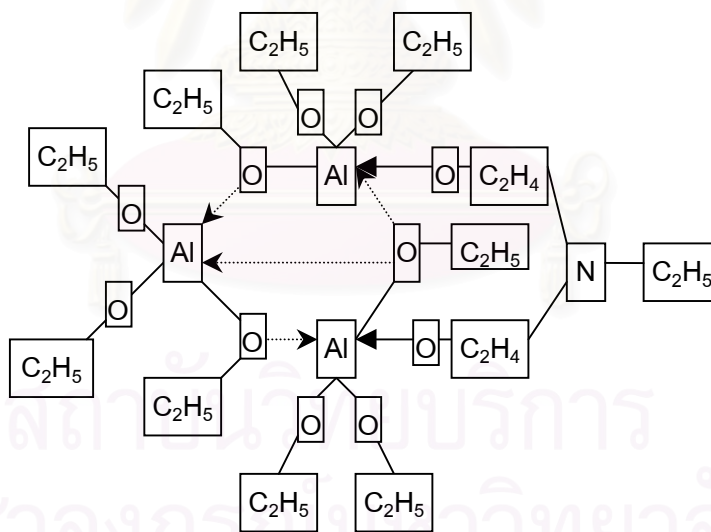
สำหรับค่าการดูดซับของเอทิลไดเอทานอลเอมีน ( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$ ) เป็นดังรูปที่ 4.5 ซึ่งจากรูปพบว่าพีคของน้ำมันตัวอย่างในรูปที่ 4.4 มีตำแหน่งของเลขคลื่นที่แสดงถึงหมู่ฟังก์ชันตรงกันกับพีคของเอทิลไดเอทานอลเอมีนทุกพีค ดังนั้น จึงต้องทำการพิสูจน์ว่าน้ำมันตัวอย่างที่ได้จากโรงงานมีเอทิลไดเอทานอลเอมีนหลงเหลืออยู่หลังการเข้าทำปฏิกิริยากับอะลูมิเนียมอัลคิลเกิดเป็นสารประกอบอัลคอกไซด์หรือไม่ โดยทำการทดสอบหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกไซด์ที่มีอยู่ในเอทิลไดเอทานอลเอมีน แต่ไม่มีในน้ำมันแร่ขาว ทั้งนี้การทดสอบเกิดขึ้นโดยตั้งสมมติฐาน 3 ข้อว่า (1) น้ำมันตัวอย่างที่ได้จากโรงงานมีสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ชนิดที่ไม่มีหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกไซด์อยู่ในโมเลกุลเป็นองค์ประกอบในน้ำมันตัวอย่าง ซึ่งจากสารเริ่มต้นที่มีสีเหลืองใส จะสรุปได้ว่าสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่เกิดขึ้นในน้ำมันแร่ขาวไม่มีการสร้างพันธะระหว่างอะลูมิเนียมและไฮดรอกไซด์ (Al-OH) ซึ่งจะให้สีขาวขุ่นเกิดขึ้น (2) น้ำมันตัวอย่างไม่มีน้ำปนอยู่ และ (3) พันธะไฮดรอกไซด์ที่พบในน้ำมันแร่ขาวมาจากส่วนประกอบของเอทิลไดเอทานอลเอมีนเท่านั้น ซึ่งผลจากการวิเคราะห์ปริมาณของไฮดรอกไซด์ในน้ำมันตัวอย่างจะสรุปได้ว่ามีเอทิลไดเอทานอลเอมีนร้อยละ 2.66 โดยน้ำหนัก ที่ไม่เข้าทำปฏิกิริยากับอะลูมิเนียมอัลคิลเป็นสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ (วิธีการคำนวณดูในภาคผนวก ๓) ซึ่งแสดงว่ามีการใช้เอทิลไดเอทานอลเอมีนในการสร้างสารประกอบอัลคอกไซด์ในน้ำมันแร่ขาวร้อยละ 2.64 และจากการแปลงค่าอัตราส่วนร้อยละของธาตุไปอยู่ในค่าอัตราส่วนของโมเลกุล (วิธีการคำนวณดูในภาคผนวก ๔) จะสามารถวิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบอัลคอกไซด์ที่อยู่ในน้ำมันแร่ขาวได้

ซึ่งจากผลการวิเคราะห์น้ำมันตัวอย่างในหัวข้อ 4.1.1–4.1.6 ได้ผลว่า สารประกอบที่เกิดขึ้นมีโครงสร้างแบบ Hexacoordinate หรือ Pentacoordinate ซึ่งในกรณีที่ปริมาณธาตุอะลูมิเนียม ออกซิเจน และไนโตรเจน ที่ได้จากการวิเคราะห์ เป็นองค์ประกอบของสารประกอบอัลคอกไซด์และเอทิลไดเอทานอลเอมีนที่อยู่ภายในตัวอย่างน้ำมัน จะสามารถวิเคราะห์ได้ว่าใน

ปฏิกิริยาเริ่มต้นจะมีออกซิเจนเป็นสารเจือปนอยู่เท่าไร เนื่องจากอัตราส่วนของอะลูมิเนียมเทียบกับไนโตรเจนต่อออกซิเจนเป็น 3 ต่อ 1 ต่อ 11 โดยที่อะลูมิเนียมจะได้ออกมาจากอะลูมิเนียมไตรเอทิลและไนโตรเจนจะได้ออกมาจากเอทิลไดเอทานอลเอมีนที่เข้าทำปฏิกิริยาเท่านั้น ดังนั้นอัตราส่วนออกซิเจนที่หายไปจึงเกิดจากออกซิเจน ซึ่งสมการที่เป็นไปได้ และการดุลหาผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นเป็นดังนี้



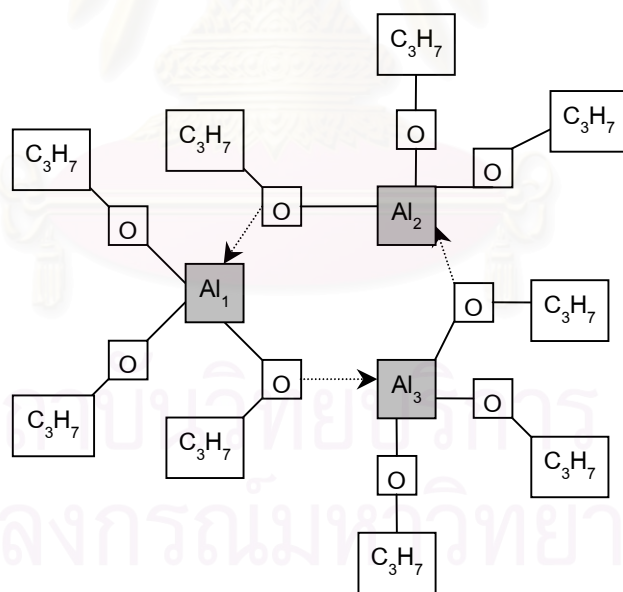
และเมื่อการเข้าทำปฏิกิริยาเป็นดังสมการที่ 4.2 จะสามารถบอกถึงโครงสร้างของสารประกอบอัลคอกไซด์ที่เกิดขึ้น ว่าเป็นสารประกอบชนิดสร้างพันธะกับอะลูมิเนียม 5 และ 6 พันธะ และมีพันธะต่างๆ สอดคล้องกับพื้นที่จากการอินทิเกรตและค่า Chemical shift ในตารางที่ 4.3 ดังนี้



**รูปที่ 4.6** ตัวอย่างโครงสร้างของอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่อยู่ในน้ำมันตัวอย่างเริ่มต้น ที่มีการสร้างพันธะเป็นแบบเพนตะโคออร์ดิเนต (Pentacoordinate) และเฮกซะโคออร์ดิเนต (Hexacoordinate)

จากรูปที่ 4.6 เมื่อเทียบพันธะที่เกิดขึ้นในสารประกอบอัลคอกไซด์กับเอทิลไดเอทานอลเอมีนที่เหลือกับค่าการจับสัญญาณที่ได้ในตารางที่ 4.3 โดยทำการอินทิเกรตพื้นที่ใต้พีคของสัญญาณโดยใช้ตำแหน่ง chemical shift ที่ 4.75 เป็นตัวเปรียบเทียบ จะพบว่าสามารถเทียบจำนวนอะตอมของไฮโดรเจนภายในพันธะกับพื้นที่ใต้พีคที่ทำการอินทิเกรตได้ทันที เนื่องจากน้ำหนักอะตอมของไฮโดรเจนมีค่าประมาณ 1 โดยที่ตำแหน่งที่ (16) และ (17) ในตารางที่ 4.3 จะแสดงถึงพันธะ  $-OH$  ของเอทิลไดเอทานอลเอมีนที่เหลือจากการเข้าทำปฏิกิริยา

จะเห็นว่าสารประกอบอัลคอกไซด์ที่เกิดขึ้นมีสูตรโมเลกุลเป็น  $Al_3NO_{11}C_{24}H_{58}$  โดยมีเอทิลไดเอทานอลเอมีนที่มีคุณสมบัติเป็นเบสอ่อนๆ เข้าทำปฏิกิริยาและเป็นองค์ประกอบในโครงสร้างด้วย ซึ่งการสร้างพันธะของอะลูมิเนียมที่มากกว่าค่าวาเลนซี (Valency เป็นจำนวนของอิเล็กตรอนวงนอกสุดที่สามารถสร้างพันธะได้) จัดเป็นโครงสร้างแบบอัลคอกไซด์บริดจ์ที่มีอะลูมิเนียม 3 ตัว สร้างพันธะเหมือนไตรเมอร์ (Alkoxy bridged trimeric) โดยการสร้างพันธะของอะลูมิเนียมกับออกซิเจนแบบนี้จะสอดคล้องกับงานของ V.J. Shiner และคณะ [37] ที่กล่าวถึงการเกิดสารประกอบอัลคอกไซด์ในสารละลาย ซึ่งจะเกิดอยู่ในรูปของไตรเมอร์ที่เป็นวงแหวนและจัดโครงสร้างอยู่ในรูปแบบที่สมมาตร ตัวอย่างเช่น โครงสร้างของอะลูมิเนียมไอโซโพรพอกไซด์  $Al(OPr^{iso})_3$  ชนิด ไตรเมอร์ริก (Trimeric) ดังในรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.7 โครงสร้างของอะลูมิเนียมไอโซโพรพอกไซด์  $(Al(OPr^{iso})_3)_3$  ที่อะลูมิเนียมมีการสร้างพันธะแบบเตตระโคออร์ดิเนต (Tetracoordinate) และมีโครงสร้างเป็นไตรเมอร์ริก (Trimeric)

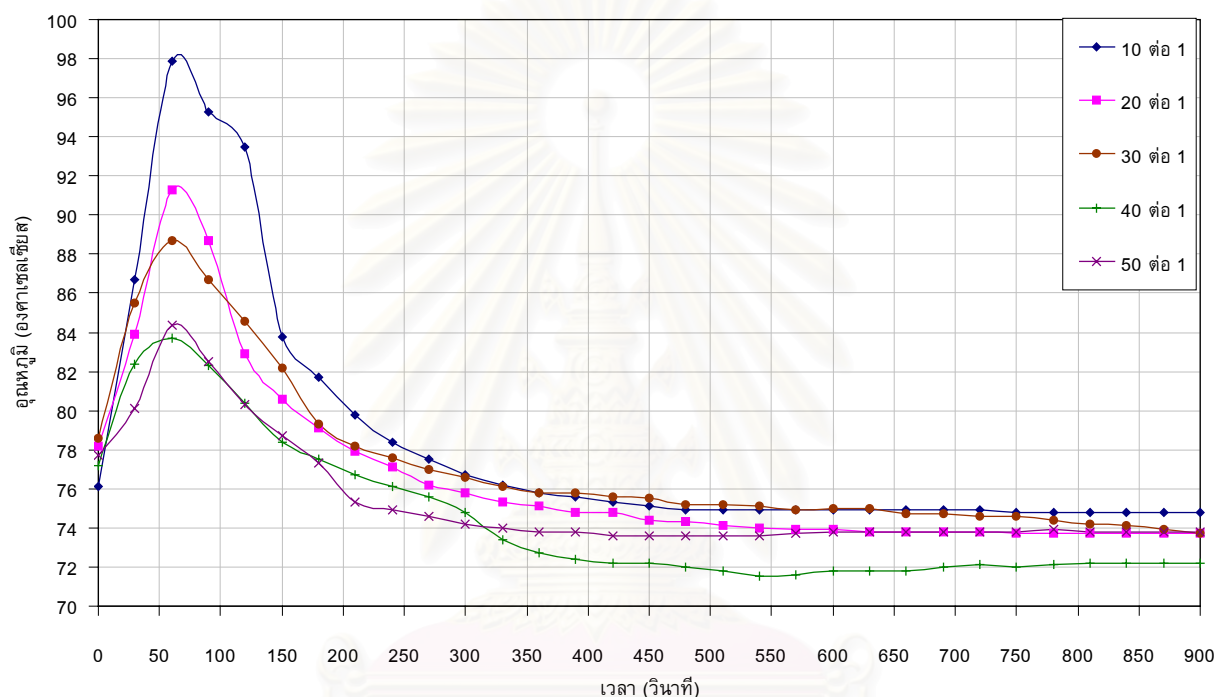
และสำหรับอะลูมิเนียมในโครงสร้าง 4.7 สามารถสร้างพันธะได้มากกว่าอะลูมิเนียมทั่วไป ( $Al^{3+}$ ) และมากกว่าอะลูมิเนียมในโครงสร้างที่ 4.8 ซึ่งอธิบายได้ว่าเกิดจากคุณสมบัติของเอทิลไดเอทานอลเอมีนที่มีคุณสมบัติเป็นเอมีนตติยภูมิ (Tertiary amine) และคุณสมบัติของแอลกอฮอล์ชนิดปฐมภูมิ (Primary alcohol) ซึ่งเอมีนมีคุณสมบัติเป็นตัวกลางในการทำให้เกิดการคีเลต (Chelating agent) [7] กับอะลูมิเนียม ซึ่งคุณสมบัติของตัวกลางในการคีเลต จะทำให้อะลูมิเนียมสามารถสร้างพันธะกับตัวกลางคีเลตได้มากกว่า 1 โมเลกุล แต่เนื่องจากโครงสร้างสารประกอบอัลคอกไซด์แบบไตรเมอร์ที่มีความเสถียรกว่า ทำให้ออกซิเจนของพันธะไฮดรอกซีที่ปลายโครงสร้างเอทิลไดเอทานอลเอมีน สร้างพันธะที่ 4 และ 5 กับอะลูมิเนียม หลังจากเกิดสารประกอบอะลูมิเนียมไตรอ็อกไซด์แล้ว โดยลักษณะการเข้าทำปฏิกิริยาเหมือนการเกิดสารประกอบอะลูมาเทรน (เป็นสารประกอบอัลคอกไซด์ประเภทหนึ่งซึ่งมีไฮดรอกซีเป็นองค์ประกอบ) ดังนี้ คือสารประกอบอัลคานอลเอมีนซึ่งมีพันธะไฮดรอกไซด์ (-OH) จะเข้าทำปฏิกิริยาโดยออกซิเจนจะเข้าสร้างพันธะกับอะลูมิเนียม และทำให้ไฮดรอกซีหลุดออกจากปลายสายของไฮดรอกไซด์ [24] ให้สารประกอบที่เกิดขึ้นมีโครงสร้างผสมระหว่างอัลคอกไซด์และอะลูมาเทรนดังโครงสร้างที่นำเสนอ ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าสารที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างเอทิลไดเอทานอลเอมีนและอะลูมิเนียมไตรเอทิลในน้ำมันแร่ขาวคือสาร  $Al_3NO_{11}C_{24}H_{58}$  และมีสมการเคมีของการเกิดสารประกอบในน้ำมันแร่ขาว ดังสมการที่ 4.2 โดยสารที่เกิดขึ้นมีโครงสร้างคล้ายสารประกอบอัลคอกไซด์ประเภทอะลูมิเนียมอ็อกไซด์เด่นชัดกว่าอะลูมาเทรนและเกิดการละลายในน้ำมันแร่ขาวได้

สำหรับความถูกต้องของสมการเคมีที่ (4.2) ตรวจสอบได้โดยทำการเปรียบเทียบร้อยละของอะลูมิเนียมในน้ำมันตัวอย่างในการทดสอบด้วย AAS และร้อยละของอะลูมิเนียมที่ได้จากการคำนวณกลับจากสมการ (4.2) ซึ่งแสดงไว้ในภาคผนวก ญ เมื่อคำนวณเป็นร้อยละของความผิดพลาดของการคำนวณสูตรโมเลกุลเมื่อเทียบกับค่าที่ได้จาก AAS คิดเป็นร้อยละ 4.189



## 4.2 การวิเคราะห์ผลของการไฮโดรไลซิส

ในขั้นตอนการไฮโดรไลซิสน้ำมันตัวอย่าง สารประกอบในน้ำมันจะทำปฏิกิริยากับน้ำ โดยเป็นปฏิกิริยาคายความร้อน ดังสังเกตได้จากการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิของระบบ (รูปที่ 4.8) ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ในหัวข้อ 4.1 ว่าสารประกอบในน้ำมันจะอยู่ในรูปของ  $\text{Al}_3\text{NO}_{11}\text{C}_{18}\text{H}_{42}$  (น้ำหนักโมเลกุลคือ 529.476 กรัมต่อโมล) ซึ่งจัดอยู่ในกลุ่มของสารประกอบ อะลูมิเนียมอัลคอกไซด์



รูปที่ 4.8 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิของระบบและเวลาที่ใช้ในการไฮโดรไลซิส เมื่อเวลารวมของการทำปฏิกิริยาทั้งหมด 15 นาที อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จำนวนรอบ 300 รอบต่อนาที โดยกราฟแต่ละสีแสดงถึงอัตราส่วนของน้ำในการเข้าทำปฏิกิริยาที่ต่างกัน

จากกราฟในรูปที่ 4.8 กราฟแต่ละสีแสดงถึงอัตราส่วนโดยมวลของน้ำที่เข้าทำปฏิกิริยา คือ 10 20 30 40 และ 50 ต่อ 1 โดยเมื่อพิจารณาความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิของระบบกับอัตราส่วนน้ำต่ออะลูมิเนียมจะเห็นว่า เมื่ออัตราส่วนของน้ำในการเข้าทำปฏิกิริยามากขึ้น อุณหภูมิของระบบจะลดลง ซึ่งมีสาเหตุมาจากการควบคุมปริมาตรรวมของระบบไว้ที่ 100 มิลลิลิตร ดังนั้นเมื่อเพิ่มอัตราส่วนของน้ำต่ออะลูมิเนียมในการเข้าทำปฏิกิริยาจึงส่งผลให้ปริมาณของสารประกอบอะลูมิเนียมลดลง การคายความร้อนจึงน้อยลง และเมื่อพิจารณาอุณหภูมิของระบบซึ่งแปรตามเวลาในการทำปฏิกิริยาพบว่า เมื่อเวลามากขึ้นอุณหภูมิของระบบจะเข้าสู่ค่าคงที่เหมือนก่อนการเริ่มปฏิกิริยา โดยปฏิกิริยาที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส จะเป็นดังนี้

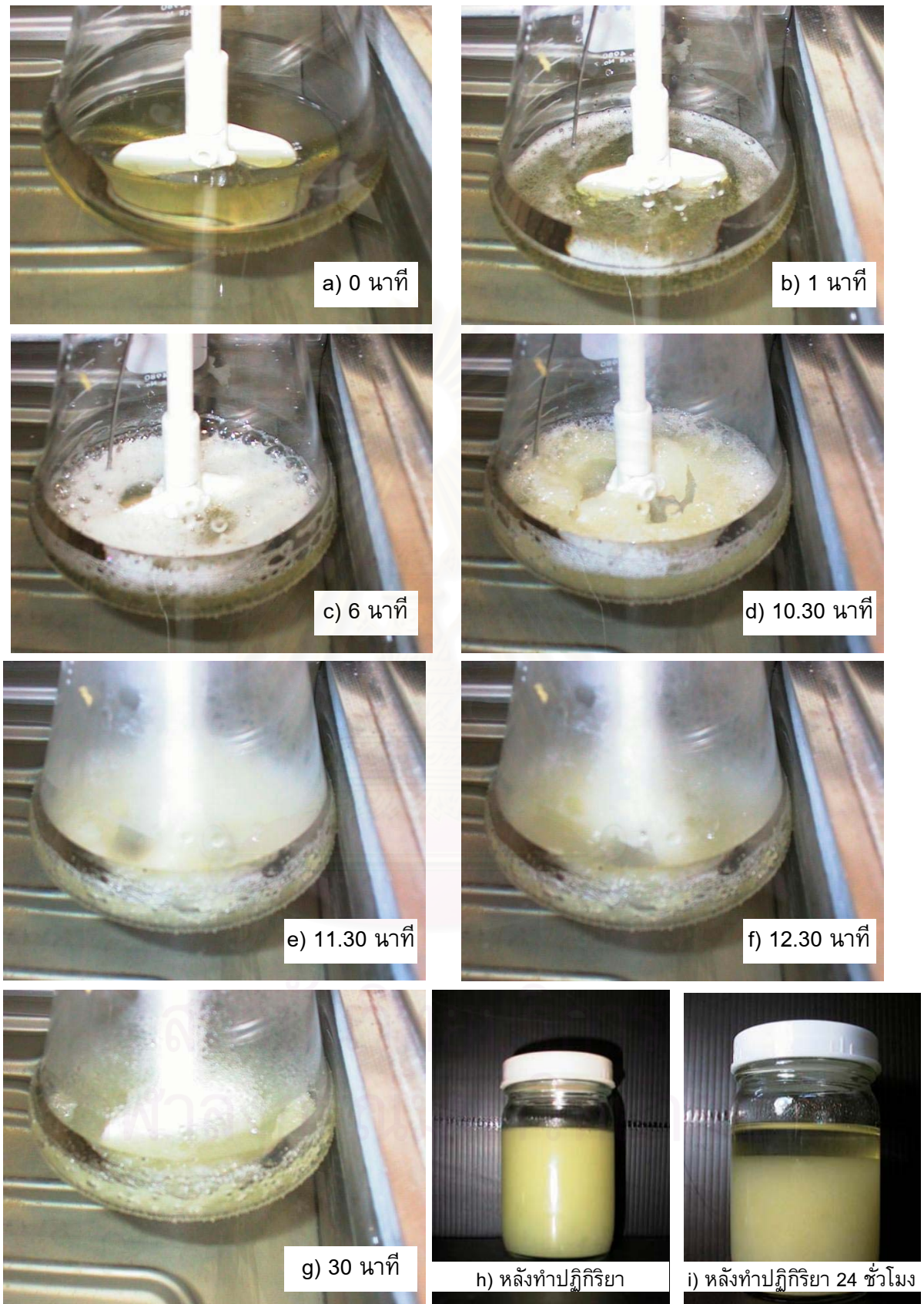


เมื่อคำนวณอัตราส่วนการเข้าทำปฏิกิริยาแบบสมบูรณระหว่างน้ำและอะลูมิเนียม พบว่า จะใช้อัตราส่วนโดยมวลของน้ำต่ออะลูมิเนียมคิดเป็น 2 ต่อ 1 (การคำนวณดูในภาคผนวก ก) ซึ่ง ในการทดลองได้มีการควบคุมปริมาตรรวมของสารไว้ที่ 100 มิลลิลิตร และทำการทดลองที่ อัตราส่วนของน้ำเกินพอทุกการทดลอง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่สมบูรณ์ จึงใช้อัตรา ส่วนโดยมวลของน้ำต่ออะลูมิเนียมเป็น 10 20 30 40 และ 50 ต่อ 1



**รูปที่ 4.9** ขั้นตอนการไฮโดรไลซิสสารประกอบอัลคอกไซด์ในน้ำมันแร่ขาวโดยใช้ น้ำ ซึ่งในปฏิกิริยาจะมีฟองก๊าซเกิดขึ้นเล็กน้อยขึ้นกับจำนวนรอบในการปั่นกววน

โดยในระหว่างการทำปฏิกิริยาทุกสภาวะจะมีฟองก๊าซเกิดขึ้นดังแสดงในรูปที่ 4.9 โดย ฟองก๊าซที่เกิดขึ้น คาดว่าเป็นผลจากเอทิลไดเอทานอลเอมีน ซึ่งเป็นสารประกอบหนึ่งในระบบที่ อาจคงเหลือจากการทำปฏิกิริยากับอะลูมิเนียมอัลคิลหรือเกิดขึ้นจากปฏิกิริยาตามสมการที่ 4.3 เอทิลไดเอทานอลเอมีนมีคุณสมบัติเป็นสารลดความตึงผิว โดยฟองอากาศจะมากขึ้นเมื่อเพิ่ม จำนวนรอบและอุณหภูมิ และจะลดลงเมื่ออัตราส่วนน้ำมากขึ้น โดยเกิดมากที่สุดในช่วงเวลา ต้นๆของทุกการทดลอง ก่อนที่จะตามด้วยขั้นตอนดังนี้คือ อุณหภูมิของระบบจะขึ้นสูงที่สุดเนื่อง จากหมู่อัลคอกซี (OR) ของสารประกอบอัลคอกไซด์ภายในน้ำมันแร่ขาวถูกทำปฏิกิริยาแทนที่ เกิดพันธะไฮดรอกซี ทำให้เกิดโครงสร้าง  $(\text{RO})_{3-n}\text{Al}(\text{OH})_n$  ซึ่งสามารถเกิดการคอนเดนเซชันได้ น้ำและแอลกอฮอล์เป็นผลิตภัณฑ์ข้างเคียงดังสมการที่ (2.10) และ (2.11) ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีโครง สร้างขนาดใหญ่ขึ้นดังในรูปที่ 4.10 (d) ซึ่งเมื่อมีการปั่นกววนต่อ อนุภาคขนาดใหญ่ที่เกิดขึ้นจะเกิด



รูปที่ 4.10 ตัวอย่างการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่สภาวะ เวลา 30 นาที อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส จำนวนรอบ 100 รอบต่อนาที อัตราส่วนโดยน้ำหนักน้ำต่อน้ำมัน 10 ต่อ 1



การเปลี่ยนแปลงต่อไปได้ โดยขึ้นกับสภาวะในการเข้าทำปฏิกิริยา และอุณหภูมิของระบบจะค่อยๆ ลดลงจนเท่ากับอุณหภูมิที่ควบคุม ซึ่งภาพแสดงการดำเนินไปของปฏิกิริยาเป็นดังรูปที่ 4.10

จากสมการที่ 4.3 หลังไฮโดรไลซิสจะเกิดเอทานอลขึ้นปริมาณหนึ่ง ซึ่งมีความสามารถละลายได้ในน้ำและสารที่ได้จะมีลักษณะต่างกันออกไปขึ้นกับสภาวะในการเข้าทำปฏิกิริยา โดยเมื่อตั้งสารทิ้งไว้จะเกิดการแยกตัวของสารตามความหนาแน่นออกเป็น 3 ส่วนโดยการแบ่งชั้นจะเกิดขึ้นไม่ชัดเจนคือ ส่วนบนเป็นน้ำมัน ส่วนกลางคือคอลลอยด์ของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ และด้านล่างคือน้ำ โดยชั้นน้ำจะสังเกตเห็นได้ชัดเจนเมื่อปริมาณน้ำในการเข้าทำปฏิกิริยาสูงๆ จากการสังเกตพบว่ารูปแบบของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นจากการไฮโดรไลซิส อาจแตกต่างกันไปตามสภาวะการทำปฏิกิริยา ซึ่งเกิดจากคุณลักษณะของสารประกอบอะลูมิเนียมคือ เมื่อละลายในน้ำ ไอออนของอะลูมิเนียมจะเป็นแอมโฟเทอริก (Amphoteric) ซึ่งสามารถจับตัวกับไอออนอื่นๆ ในน้ำ ไฮดรอกซิลไอออน เกิดสารประกอบเชิงซ้อนในรูปแบบที่มีทั้งสภาพเป็นกรดหรือเบสได้ โดยในการทดลองที่มีสารเริ่มต้นเป็น  $Al_3NO_{11}C_{24}H_{58}$  ซึ่งมีโครงสร้างส่วนใหญ่เป็นอัลคอกไซด์ เมื่อนำไปทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสถ้าปฏิกิริยาสมบูรณ์จะเกิดผลิตภัณฑ์เป็น อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ( $Al(OH)_3$ ) และในกรณีที่ทำปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์จะได้สารประกอบอะลูมิเนียมซึ่งมีทั้งพันธะไฮดรอกซีและอัลคอกซีซึ่งเมื่อมีการบ่มทิ้งไว้ (Aging) สุดท้ายจะได้ผลิตภัณฑ์เป็นอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์เช่นเดียวกัน[6]

ดังนั้นการวิเคราะห์ผลของการไฮโดรไลซิส จึงแบ่งตามสภาวะของการไฮโดรไลซิสเป็น

- อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่อสารประกอบอะลูมิเนียม
- อุณหภูมิ
- ความเร็วรอบของการปั่นกวน
- เวลาในการไฮโดรไลซิส

โดยพิจารณาส่วนประกอบ ดังนี้

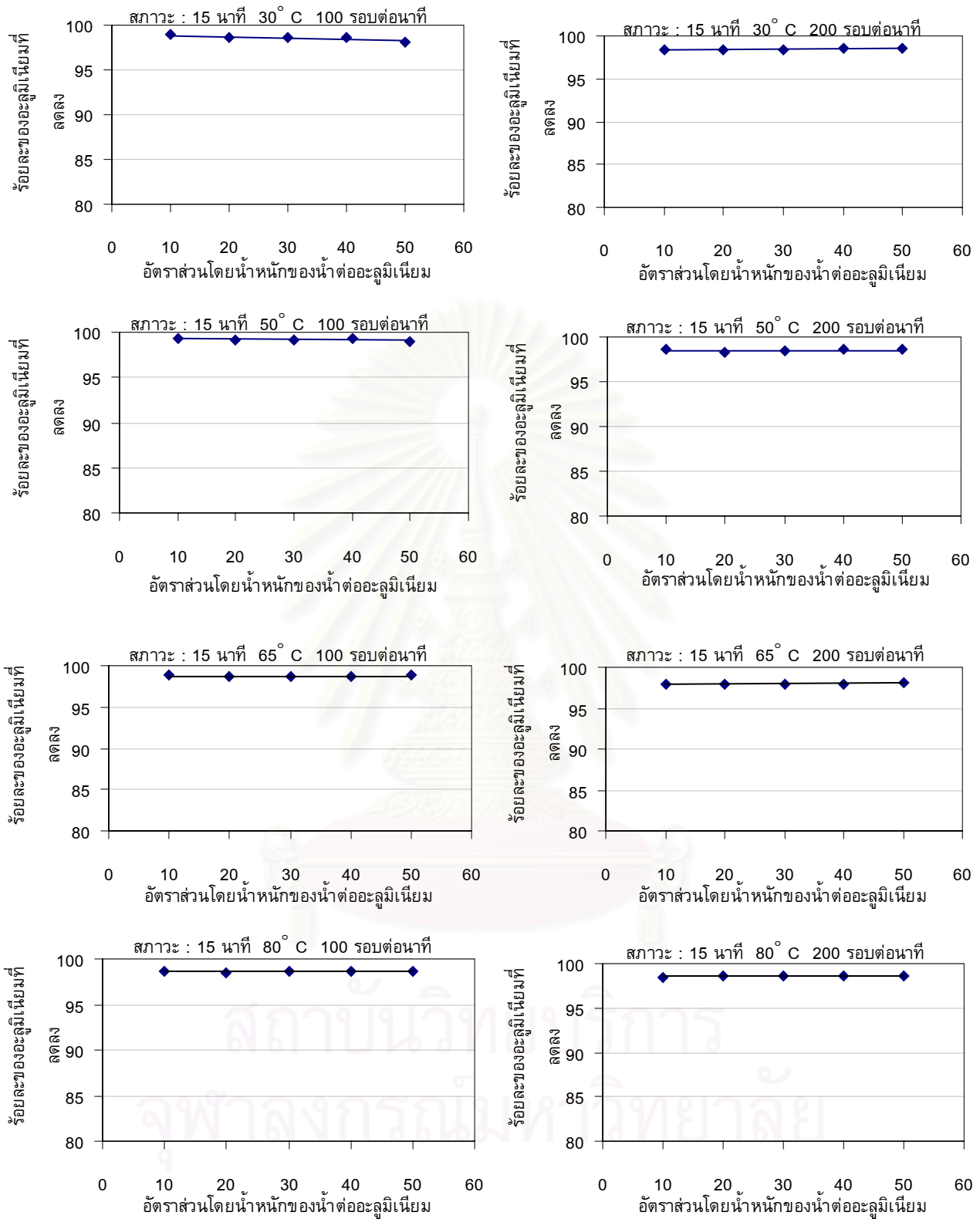
- ปริมาณอะลูมิเนียมในเฟสน้ำมันที่ลดลง
- ปริมาณน้ำมันภายหลังการไฮโดรไลซิส
- ขนาดของอนุภาค
- โครงสร้างของสารประกอบ

#### 4.2.1 อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียม

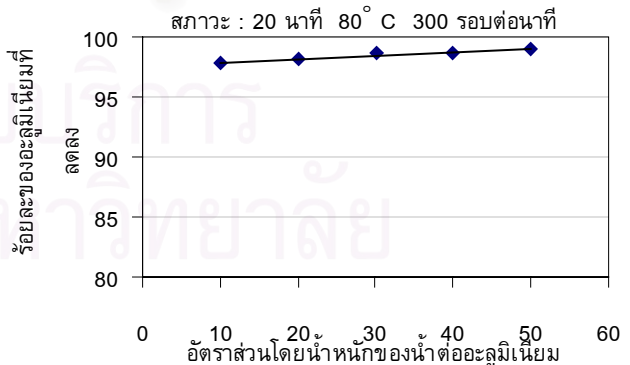
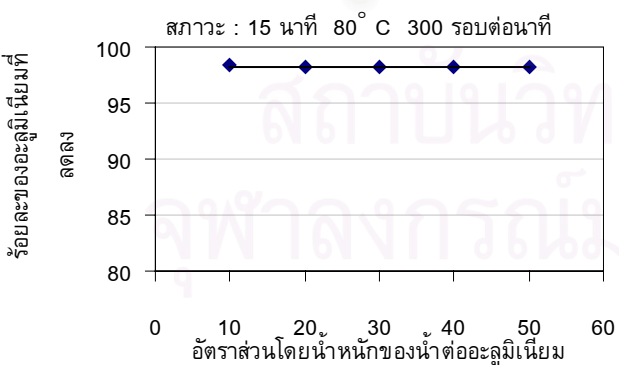
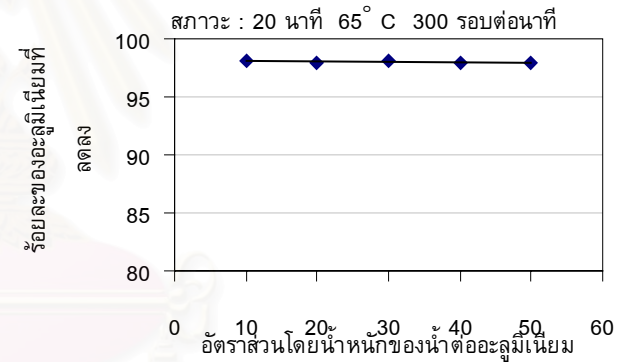
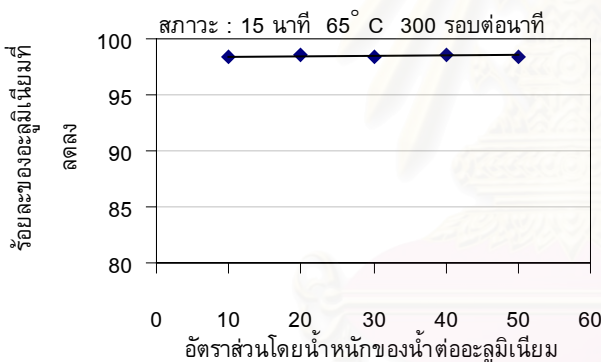
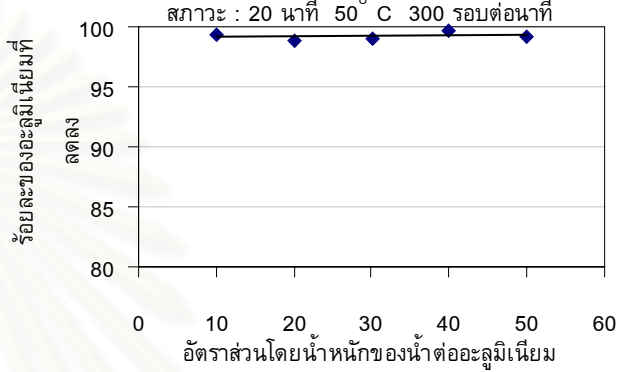
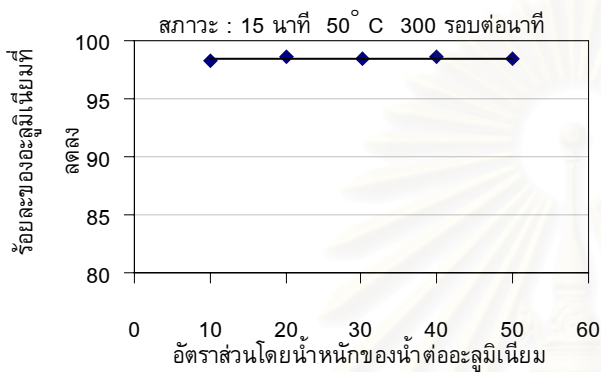
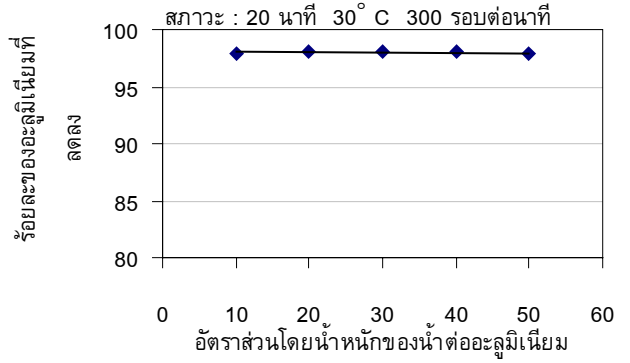
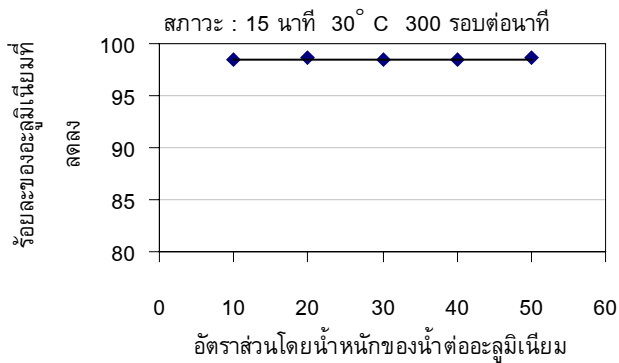
ก. ผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อปริมาณอะลูมิเนียมที่ลดลง

ภายหลังการไฮโดรไลซิส น้ำมันตัวอย่างจะถูกเก็บไว้ในภาชนะเป็นเวลา 48 ชั่วโมงเพื่อให้เกิดการแยกชั้นของน้ำและน้ำมันออกจากกัน จากนั้นทำการดึงตัวอย่างในชั้นน้ำมันเพื่อทดสอบหาปริมาณของอะลูมิเนียมที่คงเหลืออยู่ และทำการแปรผลในรูปของร้อยละของอะลูมิเนียมที่ลดลง โดยพิจารณาผลต่างของความเข้มข้นของอะลูมิเนียมในน้ำมันก่อนและหลังไฮโดรไลซิสต่อความเข้มข้นเริ่มต้นของอะลูมิเนียมในน้ำมัน ซึ่งจากรูปที่ 4.11 สรุปได้ว่า ที่สภาวะในการทดลองมีการควบคุมค่าคงที่คือ เวลาในการทำปฏิกิริยา อุณหภูมิ และจำนวนรอบในการปั่นกวาน เมื่ออัตราส่วนโดยมวลของน้ำต่ออะลูมิเนียมเพิ่มขึ้น ร้อยละของอะลูมิเนียมที่ลดลงในชั้นน้ำมันจากการไฮโดรไลซิสแทบจะไม่มีเปลี่ยนแปลง หรือมีการเปลี่ยนแปลงที่น้อยมากคือ มีความต่างกันไม่เกินร้อยละ 1.25 แสดงให้เห็นว่าการที่อัตราส่วนน้ำเพิ่มมากขึ้น ไม่มีผลหรือมีผลน้อยมากต่อสมดุลเคมีของการไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียม ทั้งนี้อาจเป็นเพราะคุณลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น ซึ่งไม่ว่าจะเป็นรูปแบบที่ถูกไฮโดรไลซิสสมบูรณ์ (Complete hydrolyzed form) เช่น อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) ซึ่งทุกหมู่อัลคอกซี (-OR) ของอะลูมิเนียมถูกแทนที่ด้วยไฮดรอกซิลไอออน (-OH) หรือ รูปแบบที่ถูกไฮโดรไลซิสบางส่วน (Partial hydrolyzed form) เช่น  $(\text{RO})_2\text{-Al-OH}$  หรือ  $(\text{RO})\text{-Al}(\text{OH})_2$  จะมีความสามารถในการรวมตัวเกิดโครงสร้างขนาดใหญ่และแยกตัวออกจากเฟสน้ำมัน ทำให้อัตราการผันกลับของปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสต่ำมาก ผลของปริมาณน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อสมดุลเคมีจึงไม่เด่นชัด

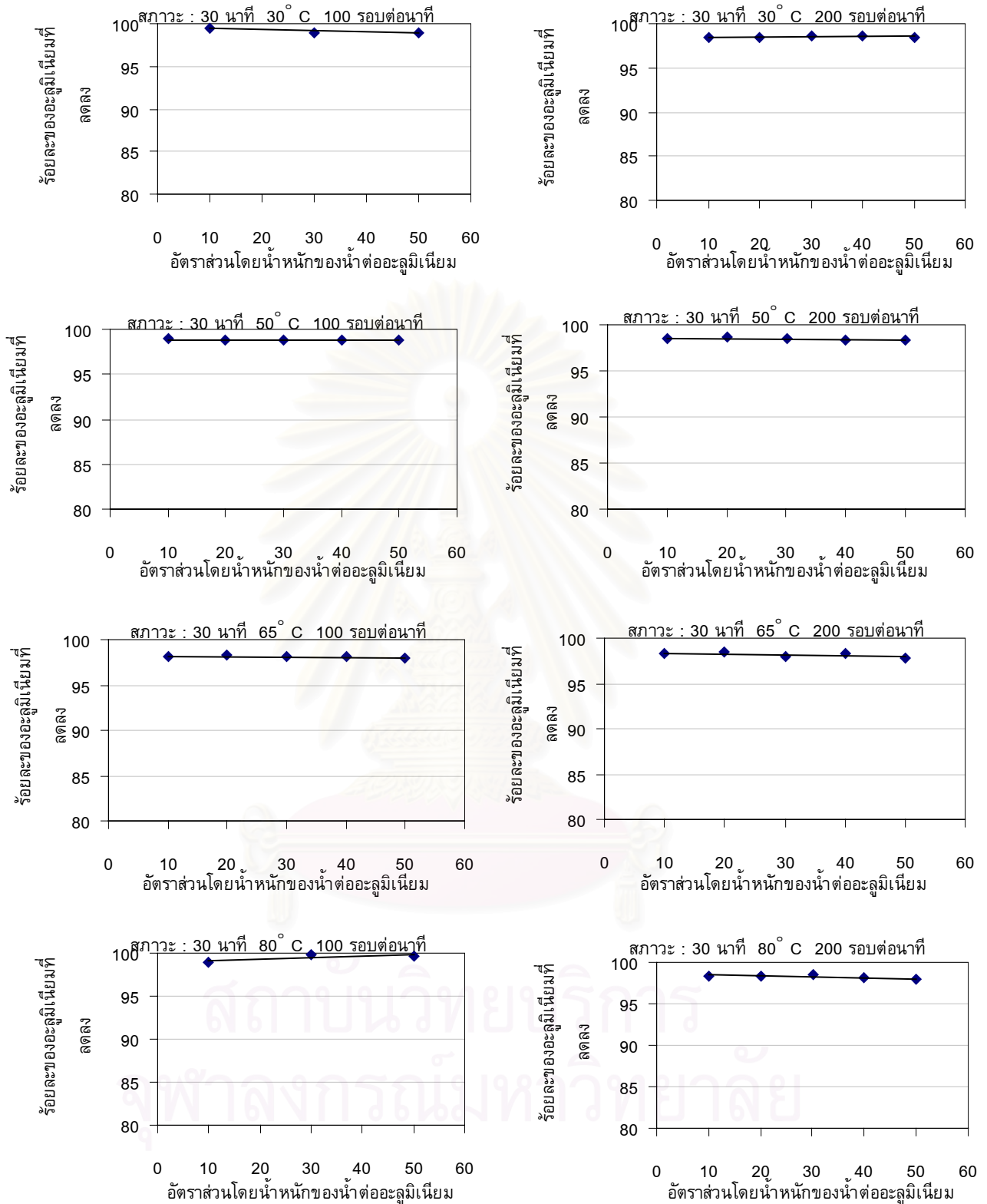




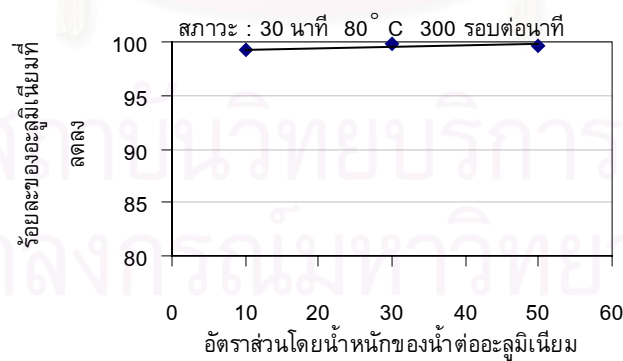
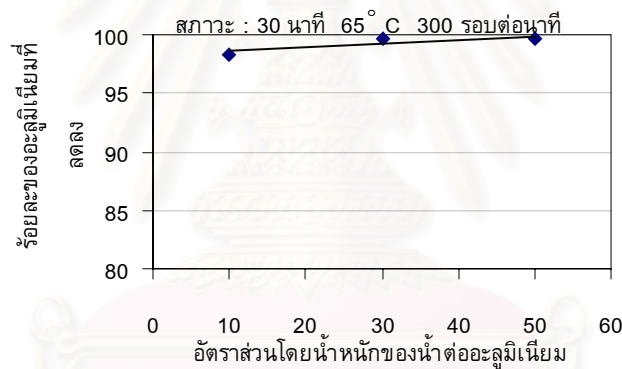
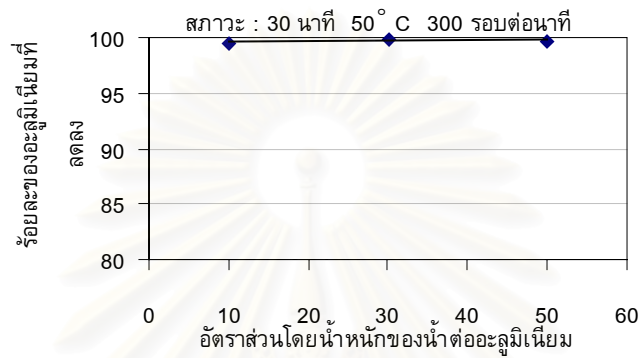
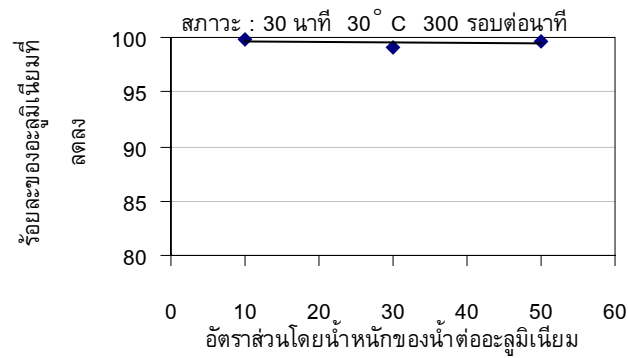
รูปที่ 4.11 (ก) อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อร้อยละของอะลูมิเนียมที่เหลือในเฟสน้ำมัน จากการไฮโดรไลซิสที่เวลา 15 นาที ความเร็วรอบการปั่น กวน 100 และ 200 รอบต่อนาที และ ที่อุณหภูมิต่างๆ



รูปที่ 4.11 (ข) อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อร้อยละของอะลูมิเนียมที่ลดลงในเฟสน้ำมัน จากการไฮโดรไลซิสที่ความเร็ว 300 รอบต่อนาที ที่เวลาและอุณหภูมิต่างๆ



รูปที่ 4.11 (ค) อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อร้อยละของอะลูมิเนียมที่ลดลงในเฟสน้ำนั้น จากการไฮโดรไลซิสที่เวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิและความเร็วรอบต่างๆ



รูปที่ 4.11 (ง) อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อร้อยละของอะลูมิเนียมที่ลดลงในเฟสน้ำมัน จากการไฮโดรไลซิสที่เวลา 30 นาที ความเร็ว 300 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิต่างๆ

ข. ผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อขนาดของอนุภาคและโครงสร้างผลึก

รูปที่ 4.12 แสดงผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อขนาดของอนุภาค สำหรับการไฮโดรไลซิสที่สภาวะต่างๆ ในกรณีที่ผลิตภัณฑ์ของแข็งที่เกิดขึ้นจากการไฮโดรไลซิสเกิดการรวมตัวกัน ไม่ว่าจะในรูปของเจลหรือกลุ่มของผลึกขนาดเล็ก ก่อนทำการวัดขนาดด้วยเครื่อง Coulter จะต้องทำการตีกระจายของแข็งดังกล่าวในตัวกลางเอทานอล เพื่อให้ได้ตัวอย่างที่มีสภาพคอลลอยด์กระจายตัวอย่างสม่ำเสมอในตัวกลาง ดังนั้นผลการวัดด้วยเครื่องวัดขนาดจะเป็นการบ่งชี้ขนาดของอนุภาคที่เป็นหน่วยขนาดเล็กที่สุดจากการไฮโดรไลซิส มากกว่าที่จะเป็นการวัดขนาดของโครงสร้างขนาดใหญ่ที่เกิดจากการรวมตัวกันของหน่วยย่อยๆ ข้างต้น อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาภาพถ่ายของอนุภาคที่เกิดขึ้นโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนประกอบ ดังแสดงในรูปที่ 4.13 พบว่า ผลิตภัณฑ์จากการไฮโดรไลซิสมีโครงสร้างแบบผลึก โดยผลึกมีขนาดตั้งแต่ 2 ไมครอนลงมา เมื่อเปรียบเทียบกับขนาดที่วัดได้จากเครื่องวัดขนาดที่มีค่าอยู่ในช่วง 2 ถึง 8 ไมครอน แสดงให้เห็นว่า การกระจายตัวของผลึกในตัวกลางมีความไม่สม่ำเสมอ อนุภาคส่วนใหญ่ยังคงมีสภาพการรวมตัวเป็นกลุ่มของผลึกอยู่ ซึ่งขึ้นกับสภาวะของการตีกระจายและความเข้มข้นของอนุภาค ดังนั้น ผลจากการวัดด้วยเครื่องวัดขนาดจึงอาจมีความคลาดเคลื่อนสูง เมื่อกลับมาพิจารณารูปร่างและขนาดของผลึกที่สังเกตได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน พบว่าขนาดของผลึกจะลดลงเมื่อเพิ่มอัตราส่วนของน้ำ ในกรณีที่ใช้อัตราส่วนน้ำต่ออะลูมิเนียมเท่ากับ 10 ต่อ 1 ผลึกจะมีขนาดใหญ่ (ประมาณ 2 ไมครอน) เมื่อเพิ่มอัตราส่วนน้ำเป็น 30 ต่อ 1 จะพบว่าขนาดของผลึกจะเล็กลงเหลือประมาณ 1 ไมครอน และต่ำกว่าหากเพิ่มอัตราส่วนน้ำต่อไปเป็น 50 ต่อ 1 ซึ่งทั้งสามอัตราส่วนต่างมีน้ำในปริมาณที่มากเกินไปในการไฮโดรไลซิสสารประกอบอะลูมิเนียม จึงไม่น่าจะส่งผลต่อลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น อย่างไรก็ตาม เมื่อคำนึงถึงความจริงที่ว่าสารประกอบของอะลูมิเนียมละลายอยู่ในเฟสน้ำมัน การเข้าทำการไฮโดรไลซิสของน้ำจึงขึ้นอยู่กับระดับการผสมเข้ากันระหว่างน้ำและน้ำมันและเวลาที่ใช้

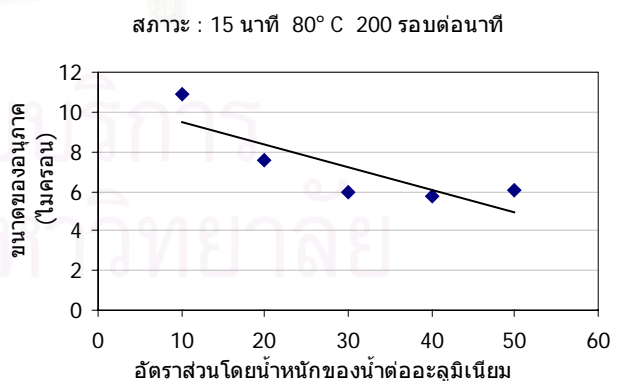
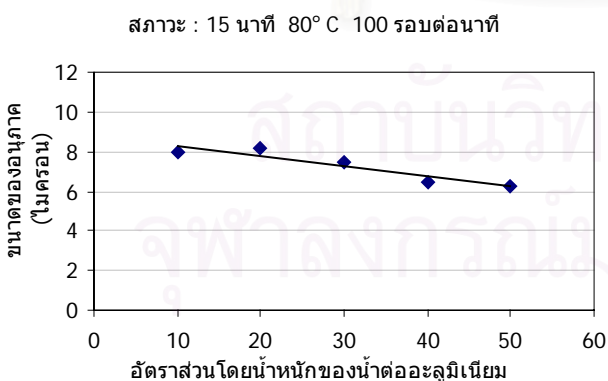
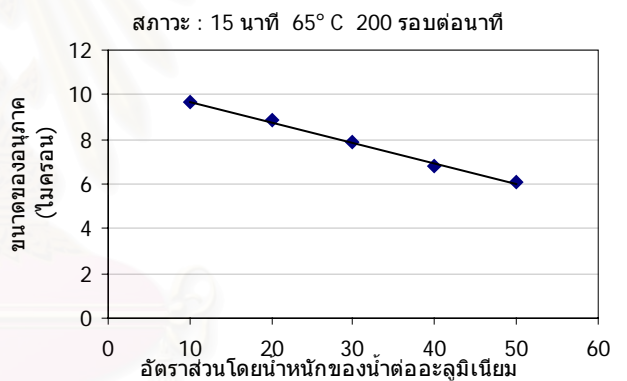
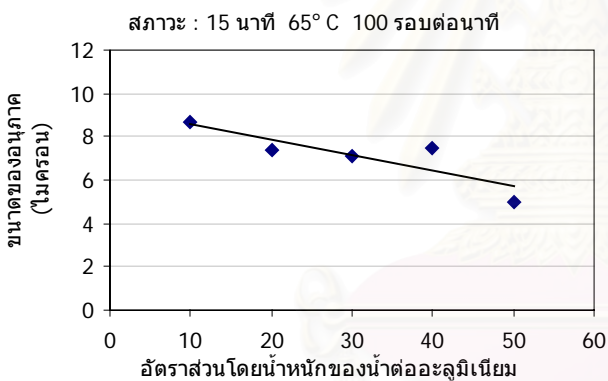
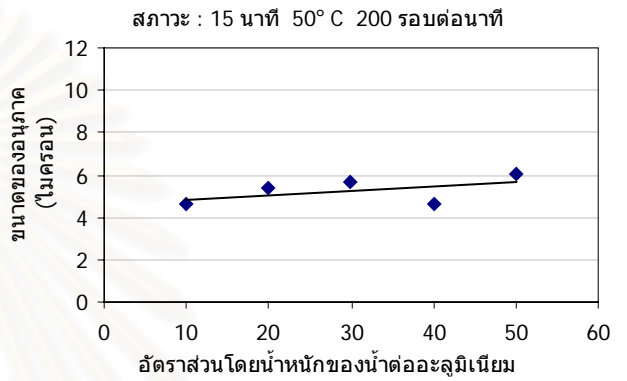
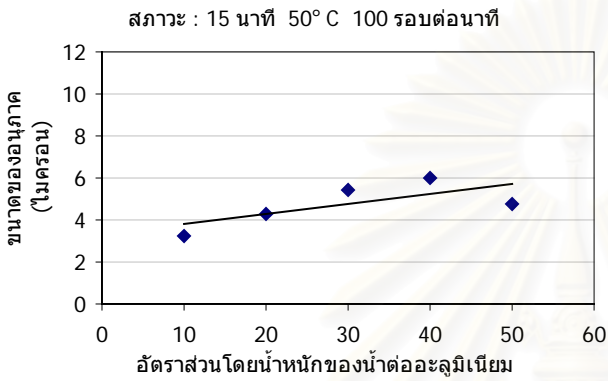
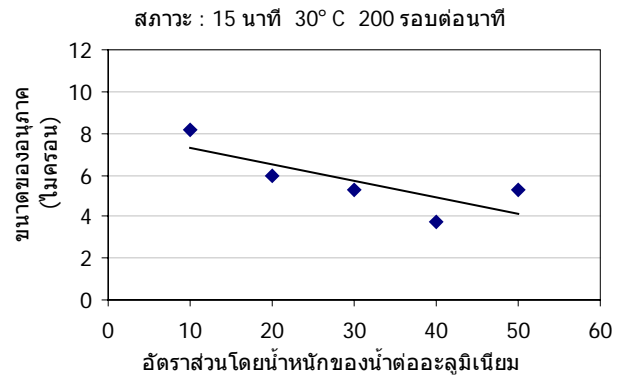
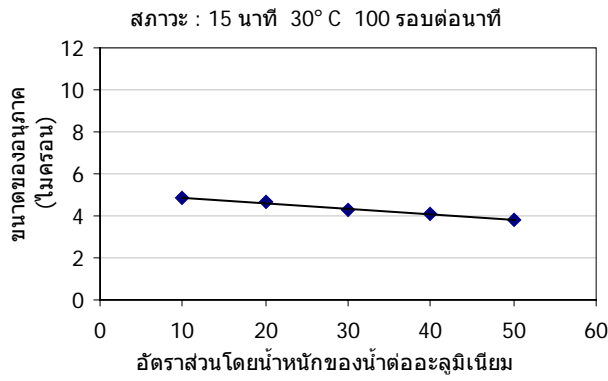
ที่อัตราส่วนน้ำต่ออะลูมิเนียมต่างๆ การที่จะให้เกิดการไฮโดรไลซิสโดยสมบูรณ์ของสารประกอบอะลูมิเนียมจำเป็นต้องใช้เวลาที่มากกว่าหรืออาศัยการปั่นกวนที่รุนแรงกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับสภาวะซึ่งมีอัตราส่วนของน้ำสูง ดังนั้นโอกาสในการพบผลิตภัณฑ์ในรูปที่ไฮโดรไลซิสบางส่วนจึงเกิดขึ้นได้มากกว่า การรวมตัวของสารประกอบดังกล่าวเป็นผลึกขนาดใหญ่ จะเกิดขึ้นผ่านกระบวนการคอนเดนเซชันเป็นหลัก ซึ่งเป็นปฏิกิริยาระหว่างหมู่อัลคอกไซด์ด้วยกันเองหรือระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลกับอัลคอกไซด์ เกิดพันธะอัลคอกโซ (AI-O-AI) เชื่อมต่อระหว่างอะตอมของอะลูมิเนียม ทำให้โครงสร้างผลึกมีความแข็งแรง เมื่อใช้อัตราส่วนของน้ำที่เพิ่มมากขึ้น ณ เวลาของการทำปฏิกิริยาเดียวกัน การไฮโดรไลซิสจะสมบูรณ์กว่า จึงอาจพบผลิตภัณฑ์ในรูปของไตรไฮดรอกไซด์ (AI(OH)<sub>3</sub>) ได้มาก ซึ่งการรวมของอะลูมิเนียมไตรไฮดรอกไซด์เป็นผลึก



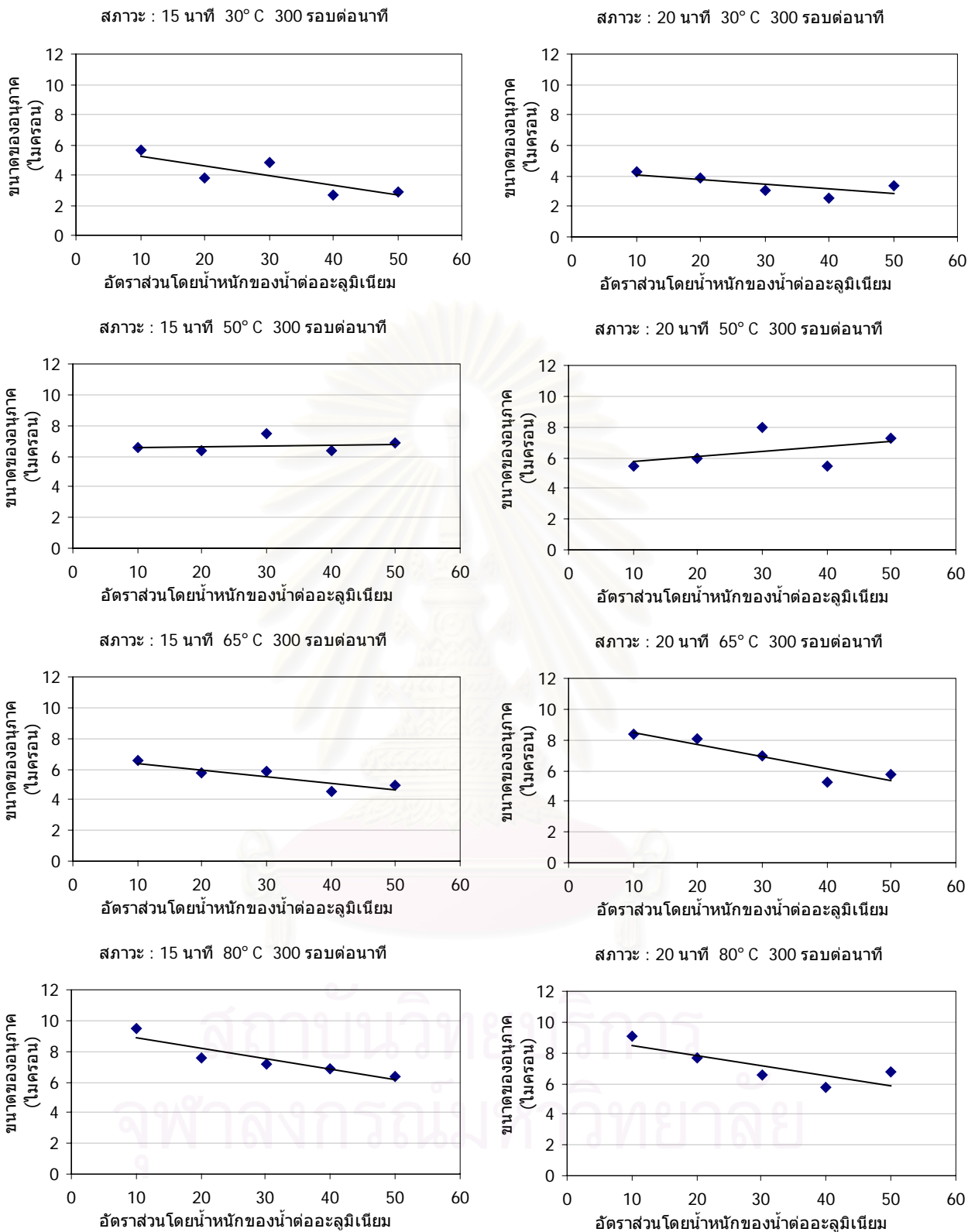
ขนาดใหญ่จะอาศัยการเชื่อมโยงด้วยโมเลกุลของน้ำ ซึ่งเป็นพันธะที่ยึดเหนี่ยวด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ โครงร่างผลึกจึงไม่แข็งแรงเท่าในกรณีแรก เมื่อมีการปั่นกวนในระหว่างการใช้ไฮโดรไลซิส ผลึกจึงแตกออกได้ง่ายทำให้ขนาดผลึกที่พบท้ายที่สุดมีขนาดเล็กกว่าผลึกที่เกิดจากการคอนเดนเซชัน



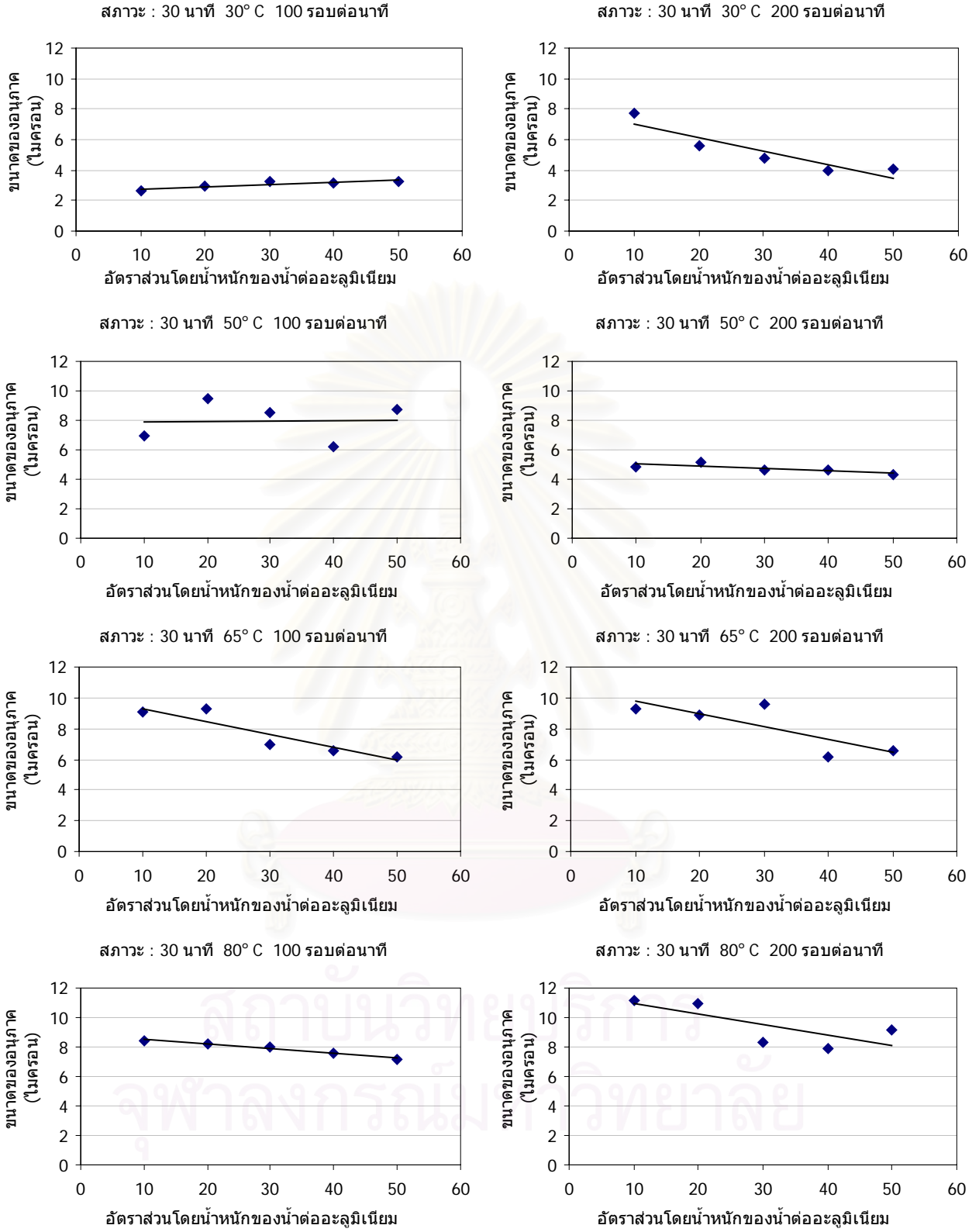
สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



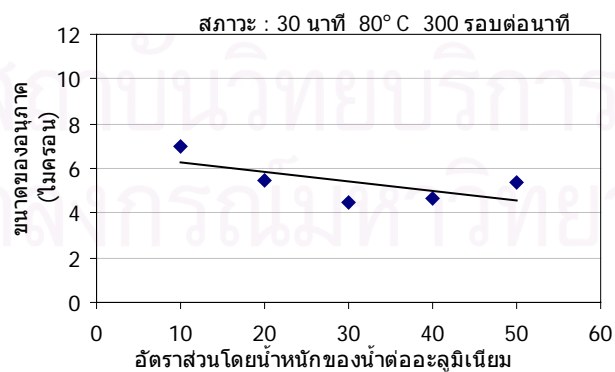
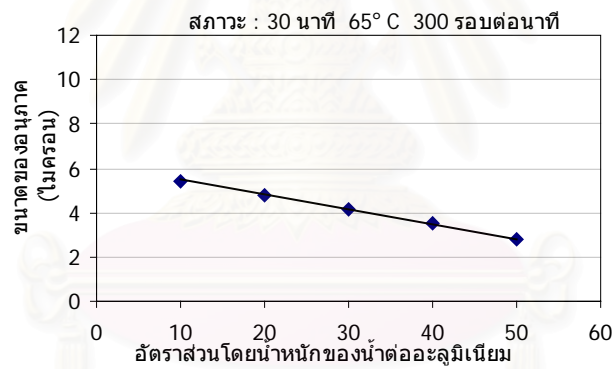
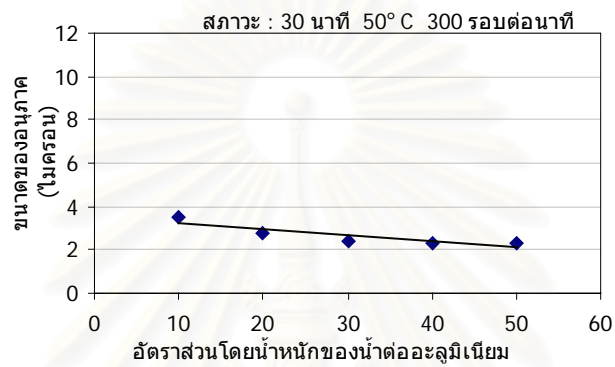
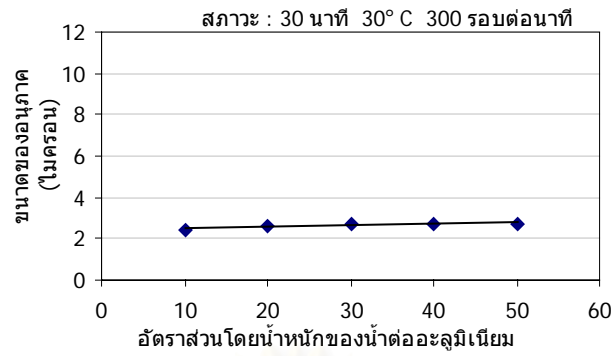
รูปที่ 4.12 (ก) อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อขนาดของอนุภาคที่เกิดขึ้นจากการไฮโดรไลซิสที่เวลา 15 นาที ที่ความเร็วรอบการปั่นกวน 100 และ 200 รอบต่อนาทีและอุณหภูมิต่างๆ



รูปที่ 4.12 (ข) อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อขนาดของอนุภาคที่เกิดขึ้นจากการไฮโดรไลซิสที่ความเร็ว 300 รอบต่อนาที ที่เวลาและอุณหภูมิต่างๆ

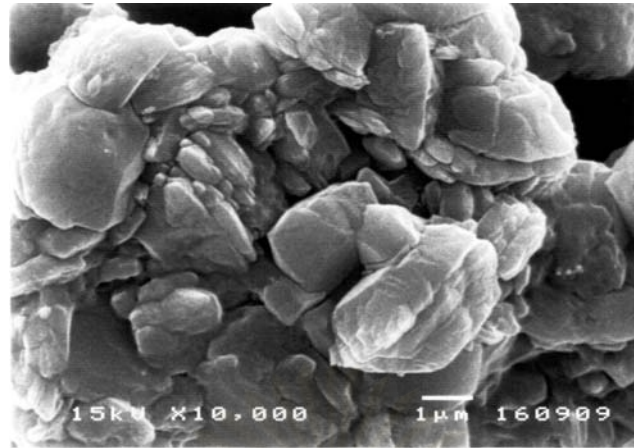


รูปที่ 4.12 (ค) อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อขนาดของอนุภาคที่เกิดขึ้นจากการไฮโดรไลซิสที่เวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิและความเร็วรอบต่างๆ

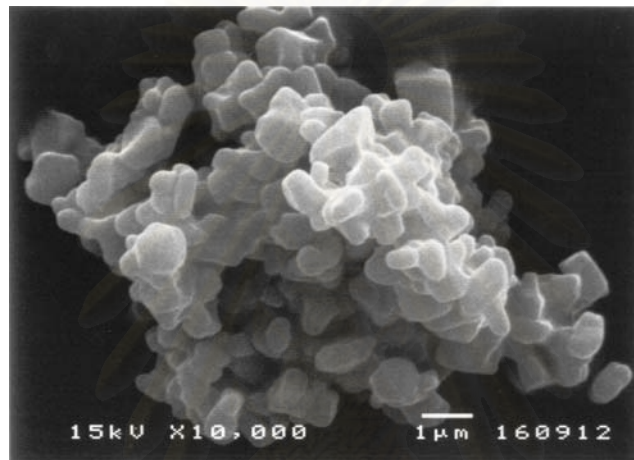


รูปที่ 4.12 (ง) อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อขนาดของอนุภาคที่เกิดขึ้น จากการไฮโดรไลซิสที่เวลา 30 นาที ความเร็ว 300 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิต่างๆ





(ก)



(ข)



(ค)

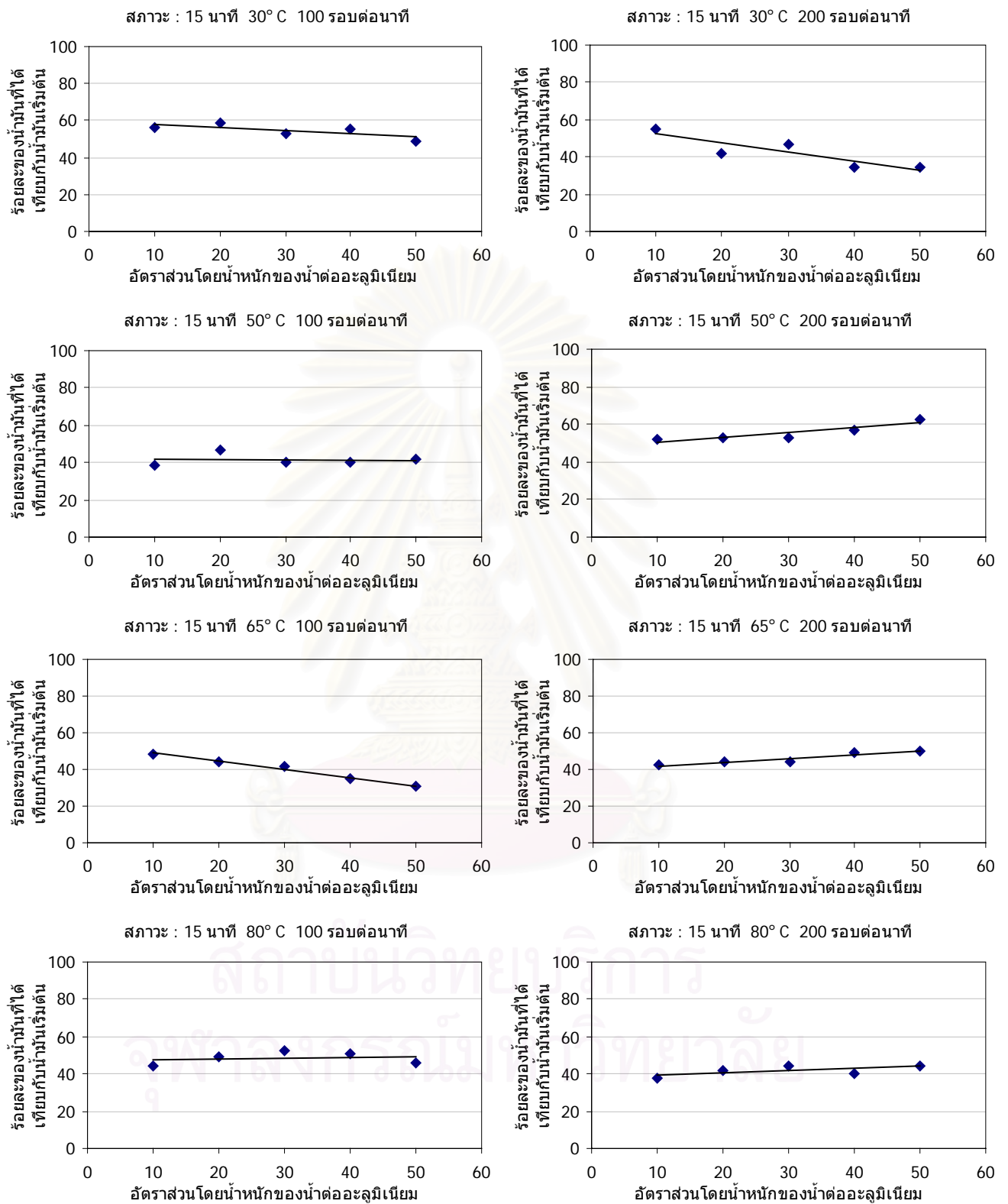
รูปที่ 4.13 อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อโครงสร้างผลึกที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนขนาดขยาย 10,000 เท่า สำหรับสารประกอบอะลูมิเนียมที่ผ่านการไฮโดรไลซิส โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียม ต่างๆ กัน (ก) 10 ต่อ 1 (ข) 30 ต่อ 1 (ค) 50 ต่อ 1 ที่เวลา 15 นาที อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส จำนวนรอบ 100 รอบต่อนาที

ค. ผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อปริมาณน้ำมันที่ได้หลังการไฮโดรไลซิส

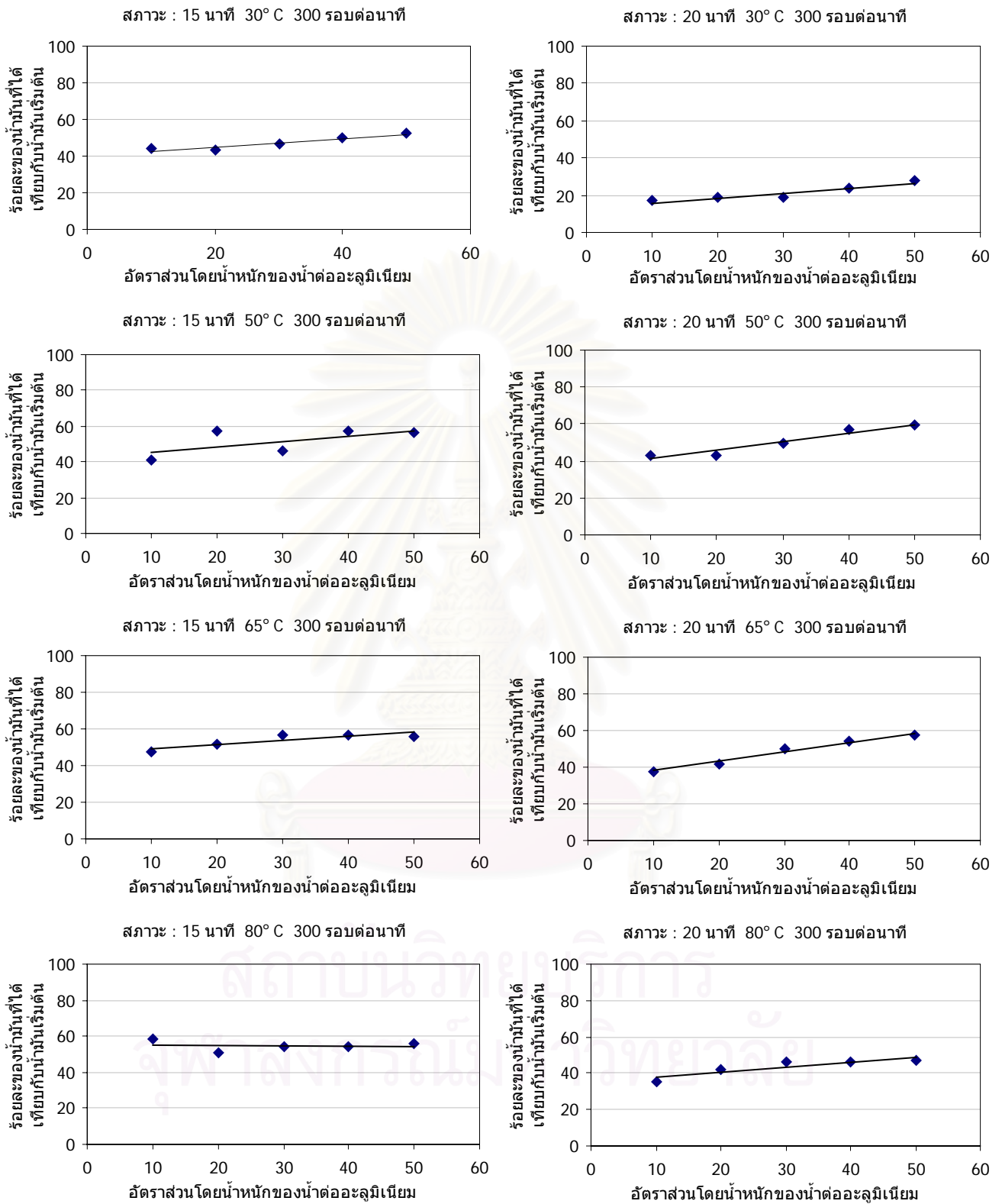
ด้วยความแตกต่างของลักษณะผลึกที่เกิดขึ้น เมื่อใช้อัตราส่วนน้ำต่ออะลูมิเนียมต่างๆ ทำให้คาดได้ว่าปริมาณน้ำมันที่แยกได้หลังการไฮโดรไลซิสก็จะแตกต่างกัน โดยโครงสร้างผลึกที่เกิดในกรณีที่ใช้อัตราส่วนน้ำมากเป็นโครงสร้างของอะลูมิเนียมชนิดไตรไฮดรอกไซด์[7] ที่มีขนาดเล็กเนื่องจากแรงที่ดึงดูดโมเลกุลประกอบกันขึ้นเป็นผลึกเป็นแรงแวนเดอร์วาลส์ที่ถูกละลายได้ง่าย และเนื่องจากคุณสมบัติของสารที่ชอบน้ำ (Hydrophilic) มีน้ำภายในโครงสร้างผลึกร้อยละ 35 อนุภาคจึงรวมตัวกันอยู่ในเฟสน้ำมากกว่า และทำให้สามารถแยกน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิสออกได้มากขึ้น ส่วนที่อัตราส่วนของน้ำน้อย สารที่เกิดมีการรวมตัวกันจากปฏิกิริยาคอนเดนเซชันสร้างพันธะโควาเลนต์ที่แข็งแรงเป็นโครงสร้างผลึกขนาดใหญ่ซึ่งมีช่องว่างเป็นโครงข่ายต่อเนื่องถึงกันภายใน ซึ่งสามารถดูดซับน้ำมันไว้ได้มาก ส่งผลให้น้ำมันที่แยกได้หลังการไฮโดรไลซิสมีปริมาณน้อยเมื่อเทียบกับที่อัตราส่วนของน้ำสูง



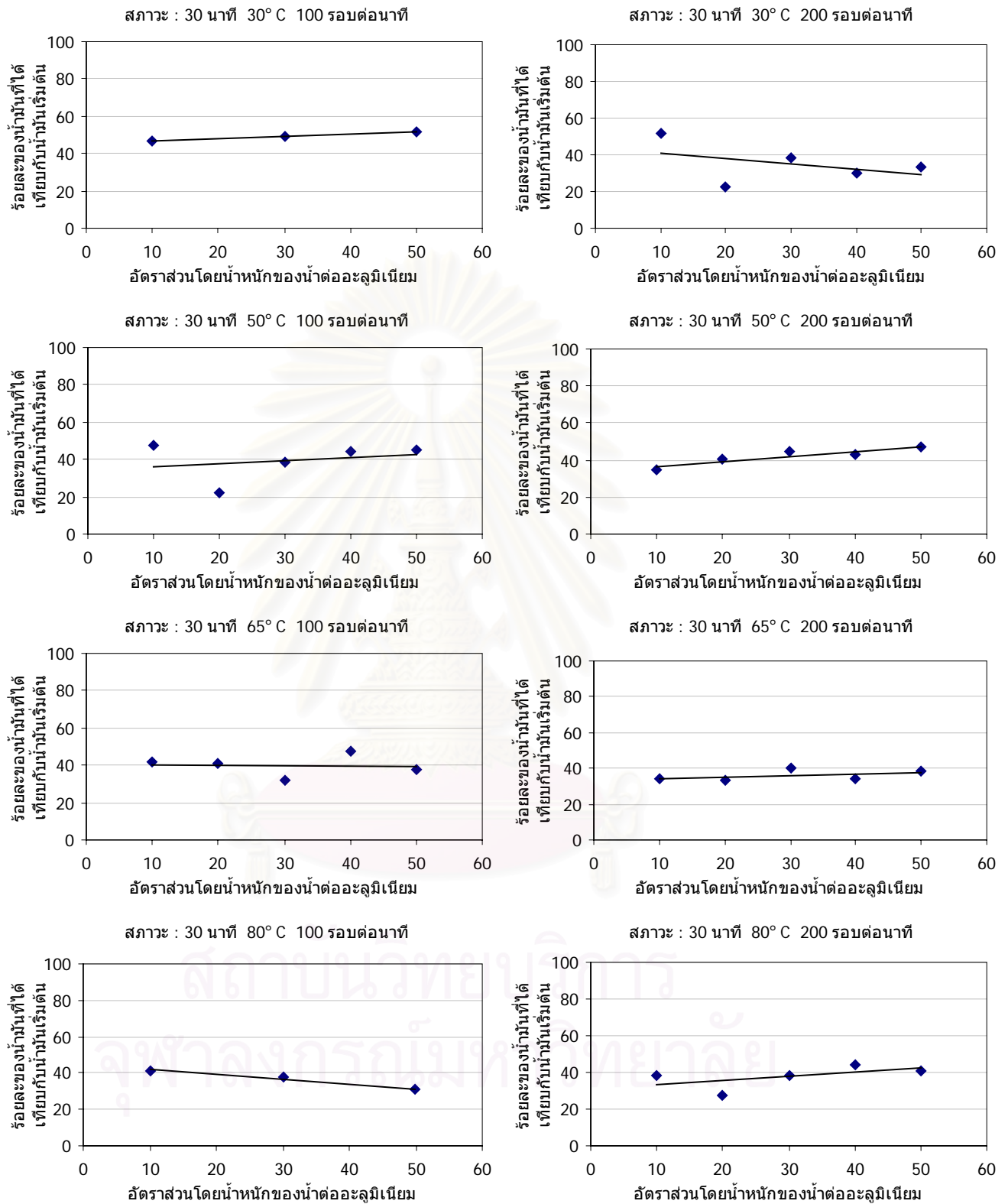
สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.14 (ก) อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อร้อยละของน้ำมันที่ได้เทียบกับน้ำมันเริ่มต้น จากการไฮโดรไลซิสที่เวลา 15 นาที ที่ความเร็วรอบ 100 และ 200 รอบต่อนาที และที่อุณหภูมิต่างๆ

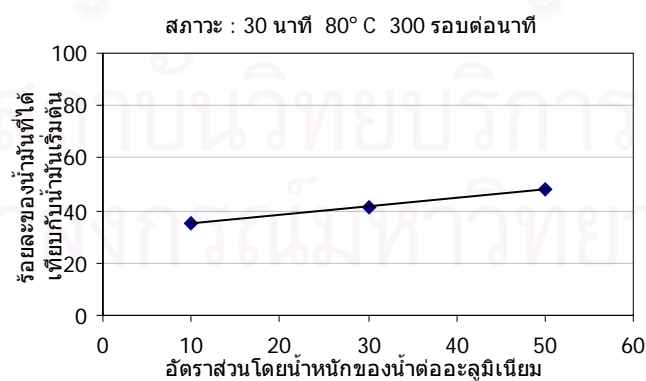
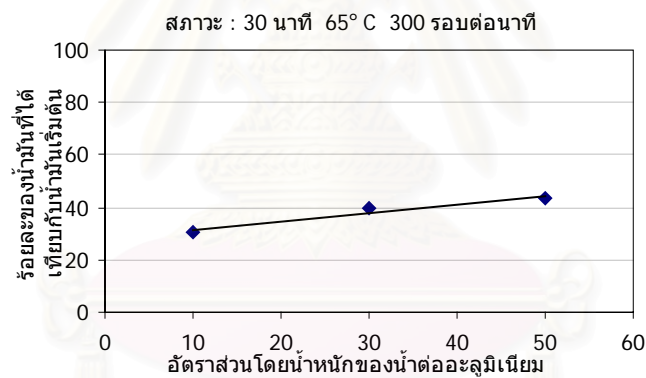
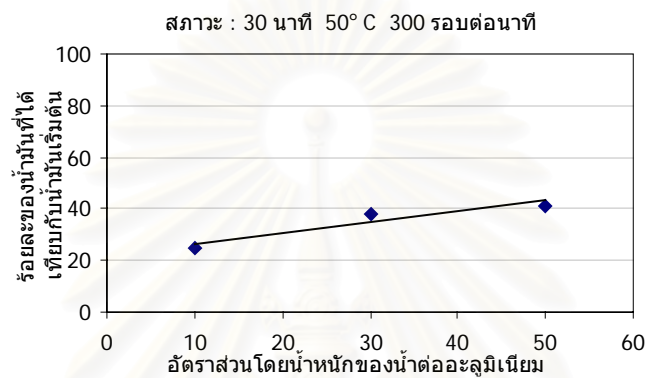
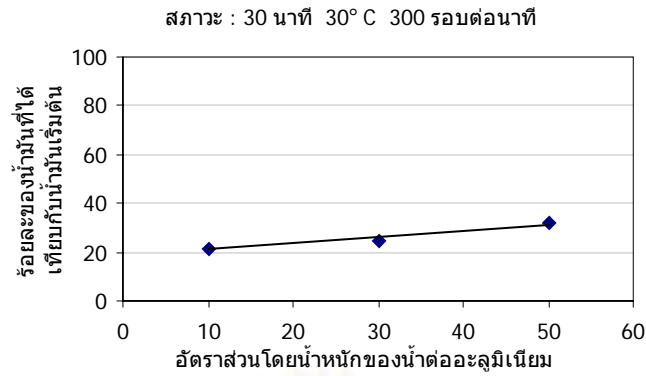


รูปที่ 4.14 (ข) อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อร้อยละของน้ำมันที่ได้เทียบกับน้ำมันเริ่มต้น จากการไฮโดรไลซิสที่ความเร็ว 300 รอบต่อนาที ที่เวลา 15 และ 20 นาทีและที่อุณหภูมิต่างๆ



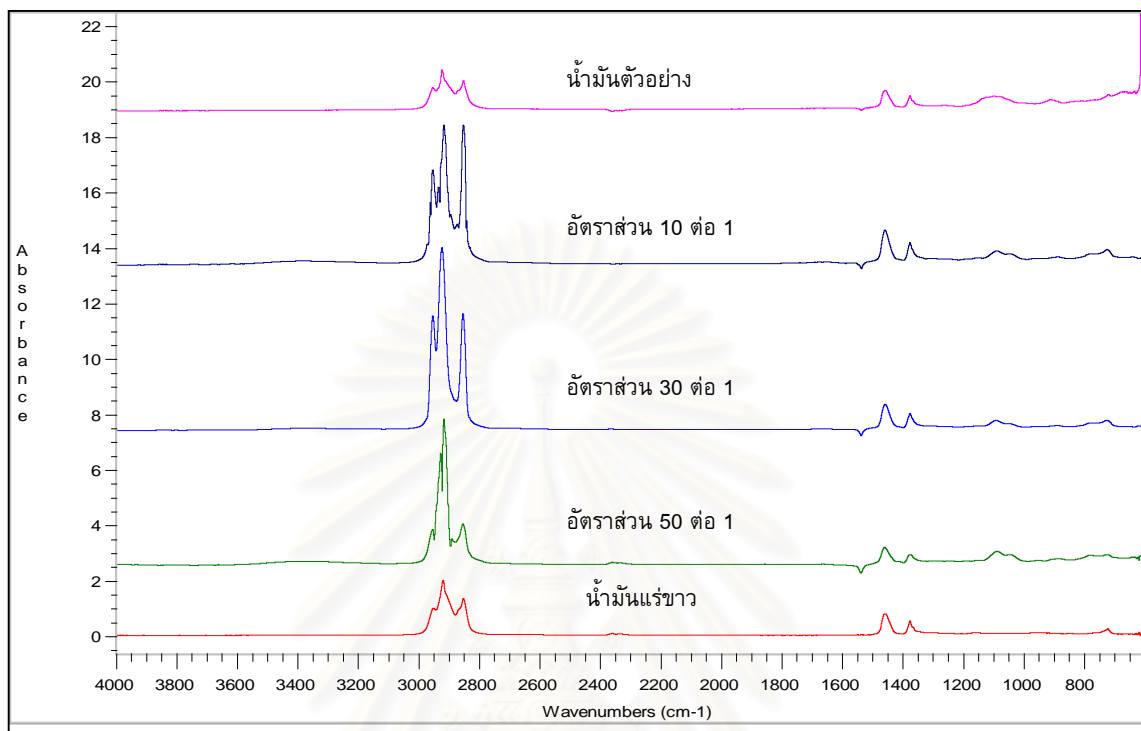
รูปที่ 4.14 (ค) อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อร้อยละของน้ำมันที่ได้เทียบกับน้ำมันเริ่มต้น จากการไฮโดรไลซิสที่เวลา 30 นาที ที่ความเร็วรอบการปั่นกววน 100 และ 200 รอบต่อนาที และที่อุณหภูมิต่างๆ





รูปที่ 4.14 (ง) อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อร้อยละของน้ำมันที่ได้เทียบกับน้ำมันเริ่มต้น จากการไฮโดรไลซิสที่เวลา 30 นาที ความเร็ว 300 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิต่างๆ

- ง. ผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบในเฟสน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิส



รูปที่ 4.15 ค่าการดูดซับแสงที่เกิดขึ้นที่ตำแหน่งเลขคลื่นซึ่งแสดงถึงองค์ประกอบต่างๆ ของสารประกอบอัลคอกไซด์ที่เหลือในเฟสน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิส ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมต่างๆ ที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 15 นาที อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส และ จำนวนรอบ 100 รอบต่อนาที

จากรูปที่ 4.15 พบว่าหลังการไฮโดรไลซิสทุกอัตราส่วนของน้ำที่เข้าทำปฏิกิริยาจะมีการดูดซับแสงขององค์ประกอบในเฟสน้ำมันที่ตำแหน่งเลขคลื่นเดียวกันและมีตำแหน่งการดูดซับเหมือนกับน้ำมันแร่ขาว โดยจะมีตำแหน่งต่างๆ ดังนี้

- ช่วงเลขคลื่น 3600 ถึง 3100  $\text{cm}^{-1}$  แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน O-H ซึ่งเป็นของเอทิลไดเอทานอลเอมีนที่ละลายได้ในน้ำมันและ น้ำ
- ช่วงเลขคลื่น 3050-2800  $\text{cm}^{-1}$  แสดงถึง  $\nu$  C-H ของกลุ่มเมทิล ( $\text{CH}_3$ ) ซึ่งในช่วงเลขคลื่นนี้ น้ำมันแร่ขาวมีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดมาก และพบในเฟสน้ำมันที่ได้หลังการไฮโดรไลซิสเช่นกันซึ่งคาดว่าเป็นส่วนผสมของน้ำมันแร่ขาวกับเอทิลไดเอทานอลเอมีน
- ที่ 1560-1310  $\text{cm}^{-1}$  และ 1270 แสดงถึง  $\nu$  C-N และ ค่าเบี่ยงเบนของ  $\nu$  O-H รวม

ถึง  $\nu$  C-H ของน้ำมันแร่ขาวซึ่งมีการดูดกลืนแสงขนาดปานกลางและมีการงอแบบไม่สมมาตร (Asymmetric deformation) โดยมีการดูดกลืนที่สำคัญๆ คือ

ที่  $1450\text{ cm}^{-1}$  แทน  $-\text{CH}_2-$  ซึ่งเป็น methylene group

ที่  $1375\text{ cm}^{-1}$  แทน  $-\text{CH}_3$  เป็น methyl group

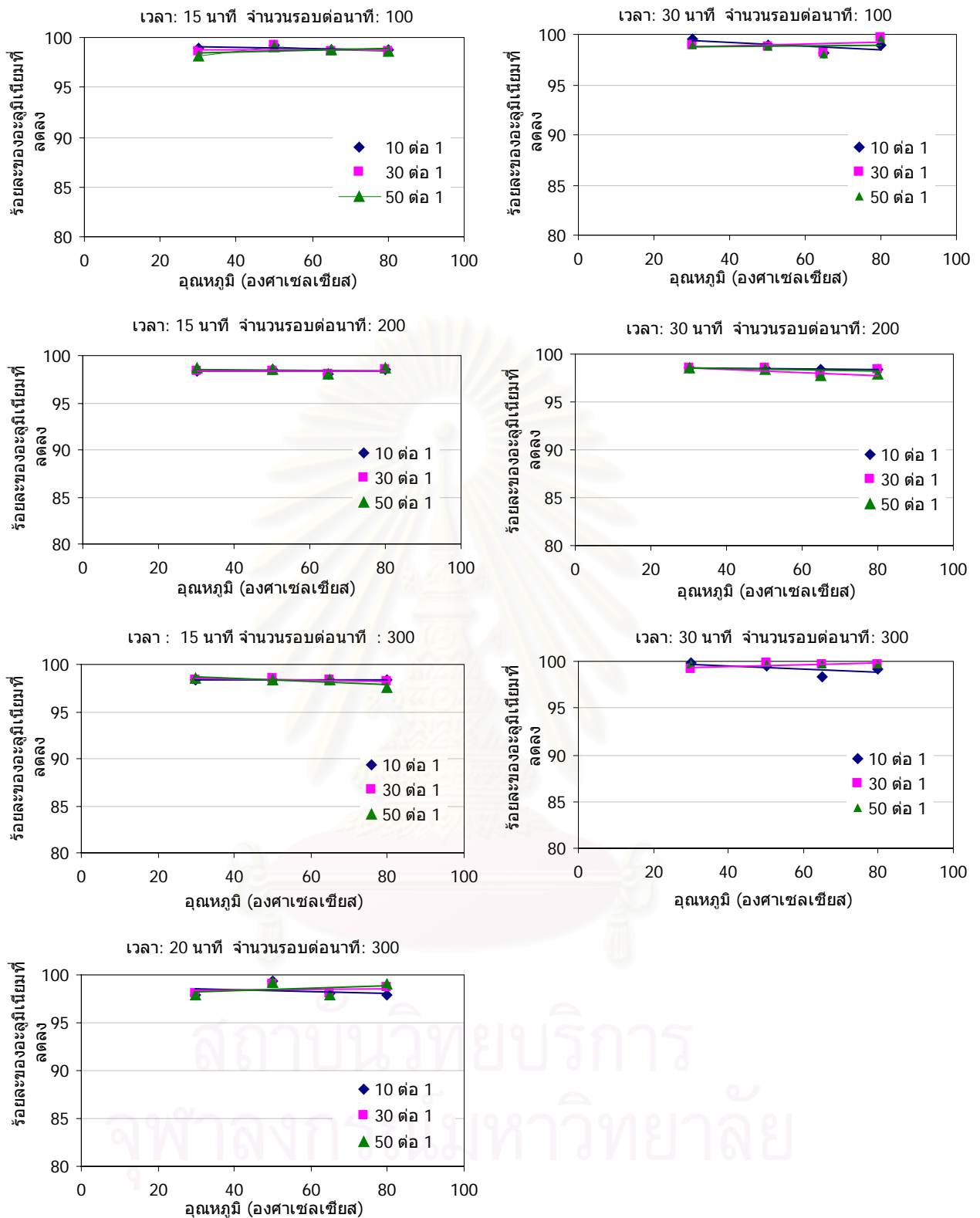
- ที่  $1150\text{-}970\text{ cm}^{-1}$  แทน  $\nu$  Al-O-C ของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่เหลือในน้ำมันหรือ ที่  $1000\text{ cm}^{-1}$  แทน  $\nu$  C-O ของเอทิลไดเอทานอลเอมีน
- ที่  $935\text{ cm}^{-1}$  คือ  $\nu$  Al-O-Al [24] ซึ่งเป็นของอัลคอกไซด์ที่เหลือในน้ำมันแร่ขาว
- ที่  $720\text{ cm}^{-1}$  คือ  $\nu$  C-H ของน้ำมันแร่ขาวที่มีการดูดกลืนแสงน้อย
- ที่  $800\text{-}500\text{ cm}^{-1}$  แทน  $\nu$  Al-O [30]

ในช่วงเลขคลื่นน้อยกว่า  $1200\text{ cm}^{-1}$  น้ำมันหลังการไฮโดรไลซิสทุกตัวอย่างจะยังคงมีการดูดซับแสง แต่มีค่าน้อยลงกว่าน้ำมันตัวอย่าง ซึ่งแสดงให้เห็นว่า หลังการไฮโดรไลซิสมีการกำจัดอะลูมิเนียมบางส่วนไป และยังมีสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์บางส่วนหลงเหลืออยู่ในน้ำมันแร่ขาว แต่ถึงกระนั้นเมื่ออัตราส่วนของน้ำต่ออะลูมิเนียมมีการเปลี่ยนแปลงไปค่าการดูดซับแสงที่ตำแหน่งน้อยกว่า  $1200\text{ cm}^{-1}$  ของทุกอุณหภูมิจะมีความสูงของพีคใกล้เคียงกัน ซึ่งแสดงถึงความสามารถในการกำจัดอะลูมิเนียมที่ใกล้เคียงกัน ซึ่งสอดคล้องและมีเหตุผลเดียวกันกับผลการทดลองในส่วน 4.2.1 ก

#### 4.2.2 อุณหภูมิ

##### ก. ผลของอุณหภูมิของปฏิกิริยาที่มีต่อปริมาณอะลูมิเนียมที่ลดลง

รูปที่ 4.16 แสดงผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่มีผลต่อร้อยละของอะลูมิเนียมที่ลดลงในเฟสน้ำมัน โดยทำการทดลองในช่วงอุณหภูมิ 30 ถึง 80 องศาเซลเซียส ซึ่งพบว่าเมื่ออุณหภูมิในการเข้าทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเปลี่ยนแปลง ไม่มีผลต่อปริมาณร้อยละของอะลูมิเนียมที่ลดลง โดยอุณหภูมิมิมีผลต่อโครงสร้างของสารประกอบอะลูมิเนียมที่เกิดขึ้นคือ เมื่อใช้อุณหภูมิต่ำจะเกิดโครงสร้างเบย์ไรท์  $\beta - \text{Al}(\text{OH})_3$  ซึ่งจะเกิดโครงสร้างขนาดใหญ่ได้โดยการรวมตัวกันด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ระหว่างโมเลกุลของสารที่เกิดขึ้น และเมื่อใช้อุณหภูมิสูงจะเกิดโครงสร้างโบฮีไมท์  $\alpha - \text{AlOOH}$  [6] ซึ่งจะเกิดปฏิกิริยากอนเดนเซชันให้โครงสร้างขนาดใหญ่ที่เกาะกันด้วยพันธะโควาเลนต์ของโมเลกุลโบฮีไมท์ ซึ่งโมเลกุลทั้งสองแบบที่เกิดขึ้นเมื่อเกิดการรวมตัวกันเป็นอนุภาคขนาดใหญ่แล้ว จะเกิดการตกตะกอนแยกออกจากน้ำมันได้ทั้งคู่ ดังนั้นการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของระบบจึงไม่มีผลต่อการลดลงของปริมาณอะลูมิเนียม

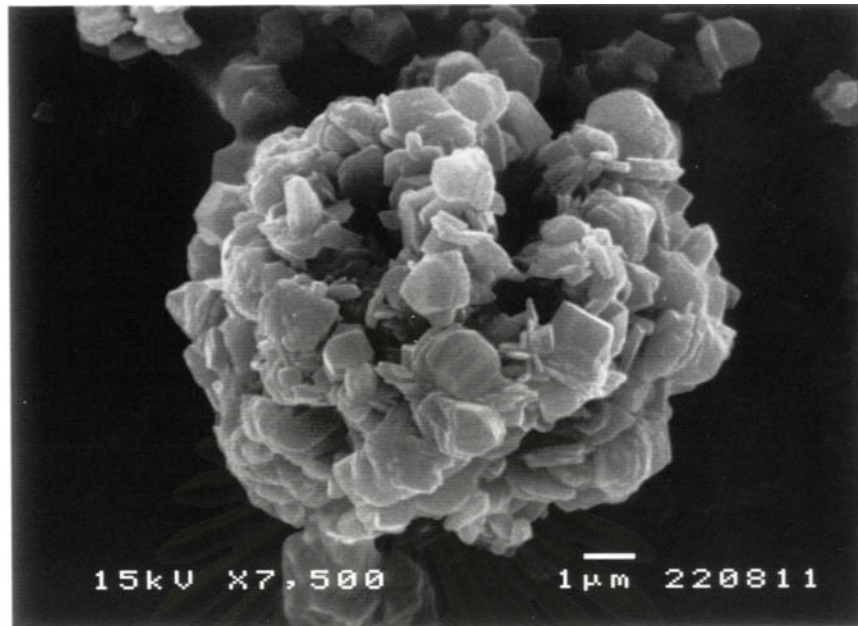


รูปที่ 4.16 อุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของอะลูมิเนียมที่ลดลงในเฟสน้ำมันจากการไฮโดรไลซิสที่เวลาและความเร็วรอบต่างๆ

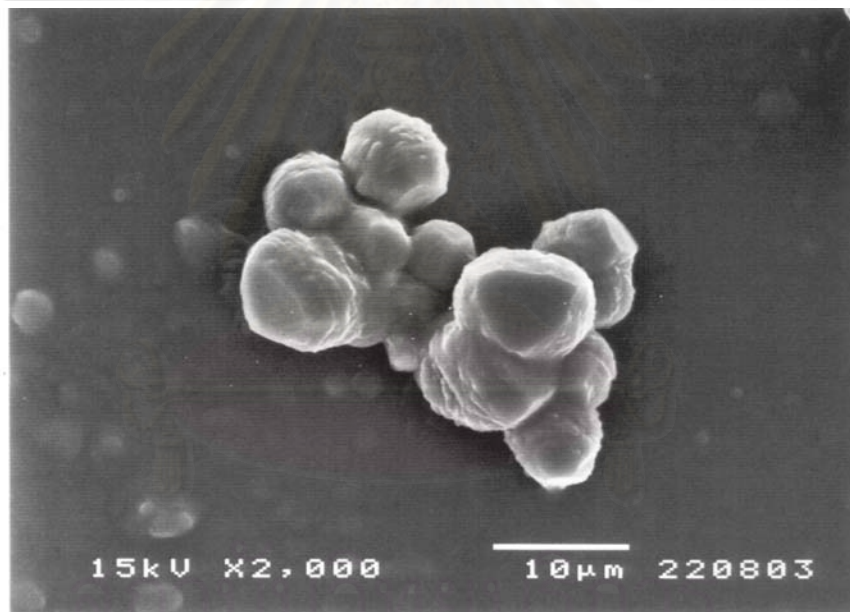


ข. ผลของอุณหภูมิที่มีต่อที่มีต่อขนาดของอนุภาคและโครงสร้างผลึก

รูปที่ 4.17 แสดงผลของอุณหภูมิในการเข้าทำปฏิกิริยาของระบบที่มีต่อขนาดของอนุภาค เมื่อกำหนดค่าคงที่คือ อัตราส่วนโดยมวลของน้ำต่ออะลูมิเนียม เวลาในการเข้าทำปฏิกิริยา จำนวนรอบของการปั่นกววน ซึ่งเมื่อพิจารณาจากภาพถ่ายของอนุภาคที่เกิดขึ้นโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนพบว่าเมื่ออุณหภูมิในการเข้าทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ขนาดของผลึกที่ประกอบกันขึ้นเป็นอนุภาคจะมีขนาดใหญ่ขึ้น โดยที่เมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเป็น 30 องศาเซลเซียส ขนาดของผลึกประมาณ 1 ไมครอน และเมื่ออุณหภูมิในการเข้าทำปฏิกิริยาเป็น 80 องศาเซลเซียสมีขนาดประมาณ 10 ไมครอน ซึ่งสามารถอธิบายโดยอ้างอิงถึงงานของ Yoldas, B.E. [6] ว่าเมื่อสารประกอบอัลคอกไซด์ถูกไฮโดรไลซิสด้วยน้ำเย็นจะได้ผลิตภัณฑ์เป็นโครงสร้างผลึกโมโนไฮดรอกไซด์แบบสัณฐานซึ่งมีหมู่อัลคอกซี (-OR) เหลืออยู่ และเมื่อมีการบ่มเก็บสารไว้ที่อุณหภูมิห้อง (Aging : เป็นการเก็บสารที่เกิดขึ้นไว้ภายใต้สภาวะเดิมหลังการทำปฏิกิริยาเสร็จสิ้น โดยอาจมีการใช้ก๊าซบางตัวเพิ่มเข้ามาหรือไม่ก็ได้ ภายใต้อุณหภูมิที่กำหนด) และมีน้ำมากพอ หมู่อัลคอกซีจะถูกกำจัดออกไปด้วยกระบวนการ Dissolution – recrystallization ที่มีการแทนที่ด้วยหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) ของน้ำ และมีรูปแบบของโครงสร้างใหม่เป็นเบย์ไรท์ ( $\beta\text{-Al}(\text{OH})_3$ ) การไฮโดรไลซิสโดยใช้น้ำร้อนได้ผลิตภัณฑ์เป็นโมโนไฮดรอกไซด์ในรูปแบบโบฮีไมท์ ( $\alpha\text{-AlO}(\text{OH})$ ) ซึ่งจากหัวข้อ 4.1.1 ข. ศึกษาถึงผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อขนาดของอนุภาค พบว่าเมื่อโครงสร้างของโมเลกุลมีการรวมตัวกันด้วยกระบวนการหลักคือคอนเดนเซชัน ได้สารประกอบอัลคอกโซ ( $\text{Al-O-Al}$ ) โครงสร้างผลึกจะมีความแข็งแรงกว่าผลึกที่เกิดจากการสร้างพันธะไฮโดรเจนของน้ำ ดังนั้นผลการทดลองในส่วนนี้ จึงมีอิทธิพลของโครงสร้างผลึกที่เกิดจากพันธะที่เกิดภายในโมเลกุลมาเกี่ยวข้อง คือเมื่อใช้น้ำเย็นในการไฮโดรไลซิสและมีการบ่ม จะได้โครงสร้างสุดท้ายเป็นผลึกของเบย์ไรท์ ( $\beta\text{-Al}(\text{OH})_3$ ) ซึ่งจะเกาะกันด้วยพันธะไฮโดรเจนจากน้ำ ทำให้โครงสร้างที่เกิดสามารถแตกออกจากกันได้ง่าย ทำให้ได้ผลึกที่มีขนาดเล็กดังในรูป 4.17 ก. และเมื่อใช้น้ำร้อนในการไฮโดรไลซิสโครงสร้างผลึกที่เกิดจะเป็นแบบโบฮีไมท์ ( $\alpha\text{-AlO}(\text{OH})$ ) ซึ่งสามารถเกิดปฏิกิริยากอนเดนเซชันสร้างพันธะอัลคอกโซที่มีความแข็งแรงทำให้พันธะระหว่างโมเลกุลแยกออกจากกันได้ยาก ได้โครงสร้างที่มีขนาดใหญ่กว่า ดังในรูปที่ 4.17 ข. นอกจากนี้อุณหภูมิเองอาจมีผลต่อโครงสร้างที่เกิดขึ้นโดยตรงคือ เมื่ออุณหภูมิที่ให้กับระบบต่ำ การเคลื่อนที่ของอนุภาคจะน้อยดังนั้น โอกาสในการชนกันระหว่างโมเลกุลจึงน้อย ขนาดผลึกที่ได้จึงมีขนาดเล็กกว่า เมื่ออุณหภูมิในระบบสูง น้ำมันที่เป็นตัวทำละลายอัลคอกไซด์ซึ่งเป็นสารตั้งต้นจะมีความหนืดลดลง ส่งผลให้โมเลกุลของสารที่เกิดขึ้นภายในมีการเคลื่อนที่ได้มากขึ้น ดังนั้นจึงมีโอกาสในการชนกันมากขึ้น และเกิดการรวมตัวกันเป็นอนุภาคที่มีขนาดใหญ่กว่า



(ก)

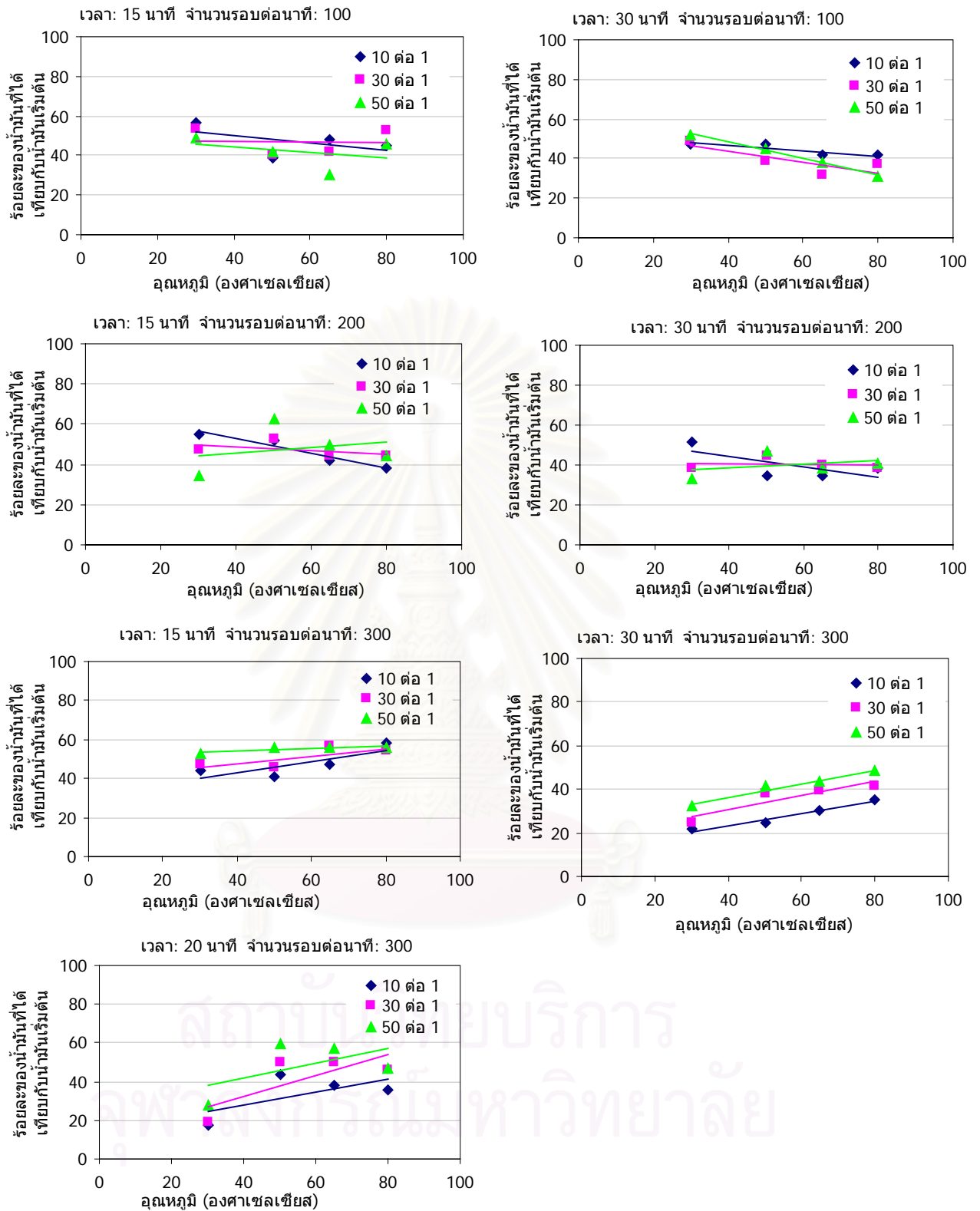


(ข)

รูปที่ 4.17 อุดหนุุ่มิที่ใ้ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อ โครงสร้างผลึกที่ได้จากการวิเคราะห์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน สำหรับสารประกอบอะลูมิเนียมที่ผ่านการ ไฮโดรไลซิส โดยใช้อุดหนุุ่มิต่างๆ กัน (ก) อุดหนุุ่มิ 30 องศาเซลเซียส ขนาด ขยายของกล้อง 7500 เท่า (ข) อุดหนุุ่มิ 80 องศาเซลเซียส ขนาดขยายของ กล้อง 2000 เท่า ที่เวลา 15 นาที จำนวนรอบ 200 รอบต่อนาที อัตราส่วนโดย น้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียม 10 ต่อ 1

ค. ผลของอุณหภูมิที่มีต่อปริมาณน้ำมันที่ได้หลังการไฮโดรไลซิส

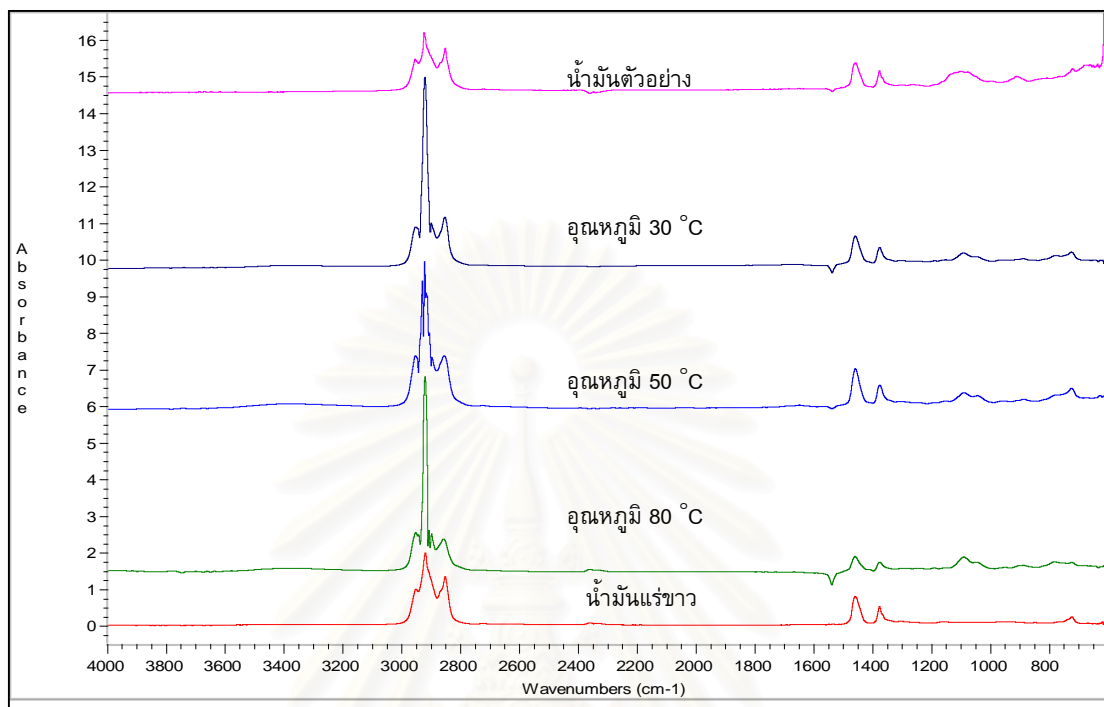
จากหัวข้อ 4.2.2 ข. อนุภาคของสารที่เกิดในระบบที่อุณหภูมิต่ำโครงสร้างอยู่ในรูปแบบการรวมตัวของฟลิกเบย์ไรท์ ( $\beta\text{-Al(OH)}_3$ ) และระบบที่อุณหภูมิสูงจะอยู่ในการรวมตัวของโมโนไฮดรอกไซด์ ( $\alpha\text{-Al(OH)}$ ) โดยเมื่อนำจำนวนรอบในการเข้าทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสมาเป็นเป็นปัจจัยร่วมในการพิจารณาพบว่า ที่จำนวนรอบเป็น 100 และ 200 รอบต่อนาที เมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิจะมีความแตกต่างระหว่างปริมาณของน้ำมันที่แยกได้น้อยมาก ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่าที่จำนวนรอบในการปั่นกวนต่ำ โครงสร้างฟลิกที่เกิดขึ้นจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิไม่ว่าจะเกาะกันด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์หรือพันธะอัลคอกโซ จะยังคงสภาพอนุภาคขนาดใหญ่ได้เนื่องจากแรงเฉือนในการปั่นกวนน้อย แต่อย่างไรก็ตามอนุภาคที่เกิดจากการรวมตัวของฟลิก  $\beta\text{-Al(OH)}_3$  จะมีขนาดเล็กกว่าอนุภาคที่เกิดจากการรวมตัวของ  $\alpha\text{-Al(OH)}$  [7] และการดูดซับน้ำมันจะมีปัจจัยคือที่อุณหภูมิต่ำจะเกิดฟลิกขนาดเล็กที่รวมกันเป็นอนุภาคขนาดเล็กและมีน้ำมันดูดซับส่วนใหญ่อยู่ระหว่างฟลิกที่ประกอบกันเป็นอนุภาค ดังนั้นการดูดซับน้ำมันไว้ในโครงสร้างจึงมีค่าใกล้เคียงกับที่อุณหภูมิสูงซึ่งจะเกิดฟลิกขนาดใหญ่ที่รวมกันเป็นอนุภาคขนาดใหญ่และมีน้ำมันอยู่ทั้งในระหว่างโครงสร้างอัลคอกโซและระหว่างอนุภาค ทำให้น้ำมันที่เกิดการดูดซับและน้ำมันที่แยกออกมามีปริมาณใกล้เคียงกัน แต่เมื่อจำนวนรอบเป็น 300 รอบต่อนาที จะเห็นถึงผลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อปริมาณน้ำมัน คือ น้ำมันที่แยกได้มีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ซึ่งสาเหตุคือ เมื่อรอบในการปั่นกวนเพิ่มขึ้น จะไปเพิ่มแรงเฉือนภายในระบบ ทำให้โครงสร้างของสารประกอบขนาดใหญ่ที่เกิดขึ้นถูกแยกออกได้ผลึกเดี่ยวๆมากขึ้น (สังเกตได้จากผลการทดลองในรูปที่ 4.21 และ 4.22) โดยที่ปกติแล้ว  $\beta\text{-Al(OH)}_3$  จะดูดซับน้ำไว้รอบฟลิกร้อยละ 35 ซึ่งแสดงถึงว่าโครงสร้างฟลิกชนิดนี้ชอบน้ำ (Hydrophilic) ดังนั้นการรวมตัวของฟลิกชนิดนี้จึงอยู่ในน้ำ ทำให้เมื่อมีการเพิ่มจำนวนรอบการปั่นกวน ฟลิกชนิดนี้จะเกิดการกระจายตัวได้ดีขึ้นและมีการกระจายตัวในชั้นน้ำมันได้มากขึ้น ทำให้การแยกน้ำมัน (ซึ่งแยกเฉพาะส่วนน้ำมันใสที่เกิดขึ้น) ที่ได้หลังการไฮโดรไลซิสมีปริมาณน้อย ในขณะที่เมื่ออุณหภูมิในการเข้าทำปฏิกิริยาสูง ฟลิกที่เกิดเป็นโครงสร้างซึ่งเกิดจากโมโนไฮดรอกไซด์ ( $\alpha\text{-Al(OH)}$ ) จะมีการเกาะตัวกันเป็นโครงสร้างฟลิกขนาดใหญ่ที่ถูกทำลายได้ยากแม้จะมีการเพิ่มรอบการปั่นกวนโดยฟลิกจะรวมตัวกันอยู่ในชั้นน้ำ ทำให้เมื่อรอบการปั่นกวนสูงน้ำมันที่แยกได้ที่อุณหภูมิสูงมีปริมาณมากกว่าน้ำมันที่แยกได้ที่อุณหภูมิต่ำ



รูปที่ 4.18 อุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของน้ำมันที่ได้เทียบกับน้ำมันเริ่มต้น จาก การไฮโดรไลซิสที่เวลา และความเร็วรอบต่างๆ



- ง. ผลของอุณหภูมิของน้ำที่มีต่อการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบในเฟสน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิส



รูปที่ 4.19 ค่าการดูดซับแสงที่เกิดขึ้นที่ตำแหน่งเลขคลื่นซึ่งแสดงถึงองค์ประกอบต่างๆ ของสารประกอบอัลคอกไซด์ที่เหลือในเฟสน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิส ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาต่างๆกัน ที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 15 นาที จำนวนรอบ 300 รอบ ต่อนาที และอัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียม 50 ต่อ 1

จากรูปที่ 4.19 จะพบว่าลักษณะของพีคที่เกิดขึ้นของการดูดซับแสงเมื่ออุณหภูมิในการเข้าทำปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงจะมีลักษณะเดียวกันกับพีคของการทดลองผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียมที่มีต่อการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบในเฟสน้ำมันที่น้อยกว่า คือจะมีค่าการดูดซับแสงที่ตำแหน่งเดียวกัน โดยเฉพาะในตำแหน่งเลขคลื่นน้อยกว่า 1200 ซึ่งโดยส่วนใหญ่แสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของอะลูมิเนียม โดยเฉพาะที่ 3 ตำแหน่งดังนี้คือ

1150-970  $\text{cm}^{-1}$  เป็นเลขคลื่นที่แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน  $\text{U Al-O-C}$  ของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่เหลืออยู่ในเฟสน้ำมัน

ที่ 935  $\text{cm}^{-1}$  เป็นเลขคลื่นที่แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน  $\text{U Al-O-Al}$  ของอัลคอกไซด์ที่เหลืออยู่ในเฟสน้ำมัน

ที่ 800-500  $\text{cm}^{-1}$  เป็นเลขคลื่นที่แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน  $\text{U Al-O}$

โดยในสามตำแหน่งเลขคลื่นดังกล่าว เมื่อเทียบน้ำมันตัวอย่างกับน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิส พบว่าทุกอุณหภูมิในการเข้าทำปฏิกิริยาที่เปลี่ยนแปลงจะมีค่าการดูดซับแสงลดลง ซึ่ง



แสดงถึงปริมาณของสารประกอบอะลูมิเนียมที่ลดลงหลังการไฮโดรไลซิส โดยเมื่ออุณหภูมิมีการเปลี่ยนแปลง ค่าการดูดซับแสงของทุกอุณหภูมิจะมีความสูงใกล้เคียงกันหมด ซึ่งแสดงถึงความสามารถในการกำจัดอะลูมิเนียมออกจากน้ำมันแร่ขาวโดยการแยกเฟสซึ่งไม่ว่าอุณหภูมิจะมีการเปลี่ยนแปลงอย่างไรการกำจัดอะลูมิเนียมก็จะทำได้ใกล้เคียงกัน ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองในส่วน 4.2.2 ก. โดยในช่วงเลขคลื่นอื่นๆ แสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของเอทิลไดเอทานอลเอมีนและน้ำมันแร่ขาวที่เป็นองค์ประกอบในเฟสน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิส ดังอธิบายในหัวข้อ 4.2.1 ง.

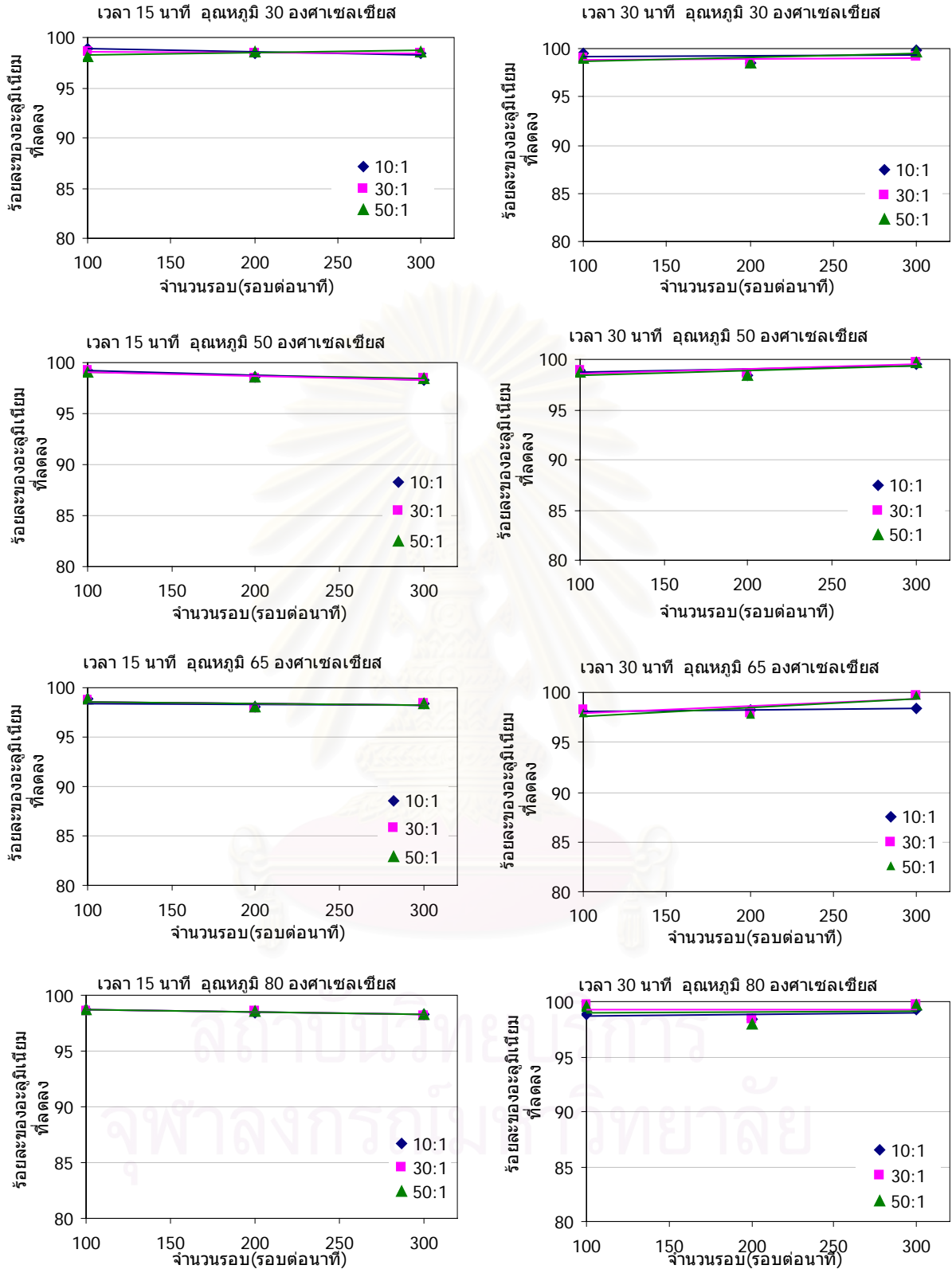


สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### 4.2.3 รอบของการปั่นกวน

#### ก. ผลของรอบการปั่นกวนที่มีต่อปริมาณอะลูมิเนียมที่ลดลง

รูปที่ 4.20 แสดงผลของจำนวนรอบในการปั่นกวนขณะทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่มีต่อร้อยละของอะลูมิเนียมที่ลดลงในเฟสน้ำมัน ซึ่งจากการทดลองทั้งหมดพบว่าอะลูมิเนียมที่ลดลงอยู่ในเกณฑ์สูง (คือมีค่ามากกว่าร้อยละ 97 เมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณอะลูมิเนียมตอนเริ่มต้นในน้ำมันตัวอย่าง) โดยทั้งนี้จำนวนรอบการปั่นกวนจะส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงของอะลูมิเนียมที่ถูกกำจัดออกน้อยมาก ซึ่งมีสาเหตุมาจากการเข้าทำปฏิกิริยาระหว่างน้ำกับสารประกอบอะลูมิเนียม คือในกรณีที่มีน้ำเข้าทำปฏิกิริยาเพียงพอการไฮโดรไลซิสที่เกิดขึ้นจะสมบูรณ์และได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบอะลูมิเนียมไตรไฮดรอกไซด์ แต่เนื่องจากการทดลองนี้สารประกอบอัลคอกไซด์เริ่มต้นละลายอยู่ในน้ำมันแร่ขาว ดังนั้นการเข้าทำปฏิกิริยาของน้ำจึงเกิดได้น้อยลงเนื่องจากความสามารถในการละลายเข้ากันของน้ำและน้ำมัน ทำให้การเข้าทำปฏิกิริยาจะสมบูรณ์ได้ เมื่อมีการเพิ่มจำนวนรอบในการปั่นกวน อัตราส่วนน้ำต่ออะลูมิเนียม หรือเวลาในการเข้าทำปฏิกิริยาให้มากขึ้น ดังนั้นในการทดลองนี้เมื่อรอบการปั่นกวนต่ำโครงสร้างของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นจะอยู่ในรูป  $Al(OR)_{3-n}(OH)_n$  เมื่อ  $1 \leq n < 3$  ซึ่งเกิดจากการไฮโดรไลซิสบางส่วน และมีโครงสร้างเป็น  $Al(OR)_{3-m}(OH)_m$  เมื่อ  $m > n$  เมื่อจำนวนรอบในการปั่นกวนสูงขึ้น โดยที่ไม่ว่าผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นจะอยู่ในรูปโครงสร้างแบบใด เมื่อมีพันธะไฮดรอกไซด์เกิดขึ้นจะมีความสามารถในการสร้างพันธะทั้งชนิดโควาเลนต์ (เมื่อมีการไฮโดรไลซิสบางส่วน) และพันธะแวนเดอร์วาลส์ (เมื่อมีการไฮโดรไลซิสสมบูรณ์) ให้โครงสร้างขนาดใหญ่ซึ่งมีอัตราการการเกิดปฏิกิริยาย้อนกลับต่ำเกิดขึ้นและเกิดการตกตะกอนแยกตัวออกจากน้ำมัน ดังนั้นเมื่อการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเกิดขึ้นจะมีการแยกตัวของอะลูมิเนียมออกจากชั้นน้ำมันเสมอ การเปลี่ยนแปลงจำนวนรอบในการปั่นกวน จึงไม่มีผลต่อปริมาณอะลูมิเนียมที่ละลายอยู่ในเฟสน้ำมันที่แยกออกหลังการไฮโดรไลซิส



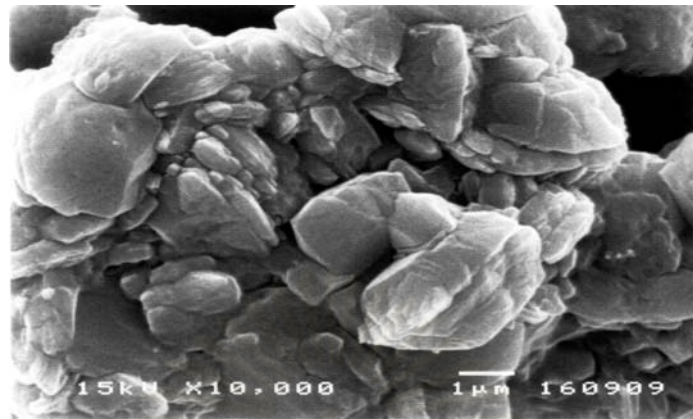
รูปที่ 4.20 จำนวนรอบการปั่นกวานที่มีต่อร้อยละของอะลูมิเนียมที่ลดลงในเฟสน้ำมัน จากการไฮโดรไลซิสที่เวลาและอุณหภูมิต่างๆ

ข. ผลของรอบการปั่นกวนที่มีต่อขนาดของอนุภาค และโครงสร้างผลึก

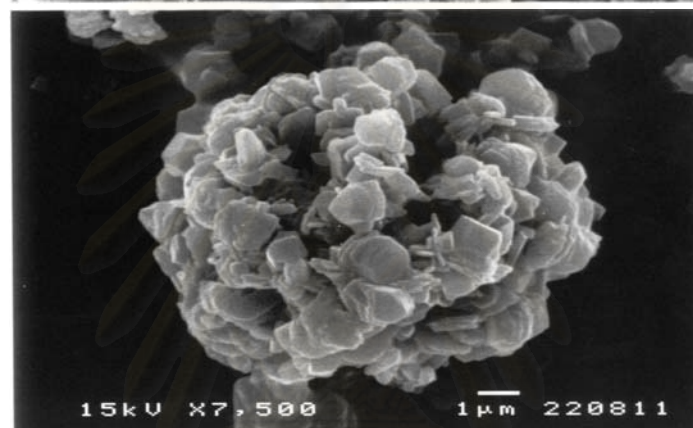
จากรูปที่ 4.21 แสดงโครงสร้างผลึกของสารประกอบอะลูมิเนียมที่เกิดขึ้นเมื่อจำนวนรอบในการปั่นกวนมีการเปลี่ยนแปลง เมื่ออัตราส่วนของน้ำต่อน้ำมันในการเข้าทำปฏิกิริยาเป็น 10 ต่อ 1 ซึ่งจากรูปจะแสดงให้เห็นว่า เมื่อจำนวนรอบเป็น 100 รอบต่อนาที ขนาดของผลึกประมาณ 2 ไมครอน และเมื่อจำนวนรอบเป็น 200 รอบต่อนาที ขนาดของผลึกเล็กลงเหลือประมาณ 1 ไมครอน และเมื่อจำนวนรอบเป็น 300 รอบต่อนาที ขนาดของผลึกเป็น 2 ไมครอน หรือสรุปได้ว่าเมื่อจำนวนรอบในการปั่นกวนสูงขึ้น ไม่เห็นแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงของขนาดผลึกที่ชัดเจน ซึ่งอธิบายได้ว่า เมื่ออัตราส่วนของน้ำในการเข้าทำปฏิกิริยา อุณหภูมิ และเวลาในการเข้าทำปฏิกิริยามีค่าคงที่ พันธะที่เกิดขึ้นภายในโครงสร้างผลึกซึ่งก่อให้เกิดการยึดตัวกันระหว่างโมเลกุลเป็นผลึกจะเป็นพันธะชนิดเดียวกัน ซึ่งในกรณีนี้น่าจะเป็นพันธะโควาเลนต์ซึ่งสร้างพันธะอัลคอกโซ AI-O-AI (เนื่องจากอัตราส่วนของน้ำต่ออะลูมิเนียมในการเข้าทำปฏิกิริยาต่ำ) และให้ความแข็งแรงภายในโครงสร้างผลึกเท่ากัน ขนาดของผลึกที่เกิดจึงค่อนข้างคงที่ แต่ถึงกระนั้นจะพบว่าเมื่อจำนวนรอบในการปั่นกวนเพิ่มขึ้นผลึกจะสามารถแยกตัวกันอยู่เป็นผลึกเดี่ยวๆ ที่เห็นโครงสร้างได้ชัดเจนมากขึ้น ซึ่งเกิดจากการปั่นกวนที่รุนแรงนั่นเอง

รูปที่ 4.22 แสดงโครงสร้างผลึกของสารประกอบอะลูมิเนียมที่เกิดขึ้นเมื่อจำนวนรอบในการปั่นกวนมีการเปลี่ยนแปลง เมื่ออัตราส่วนของน้ำต่อน้ำมันในการเข้าทำปฏิกิริยาเป็น 50 ต่อ 1 ซึ่งจะเห็นว่าขนาดของผลึกที่เกิดขึ้นทั้ง (ก) (ข) และ (ค) จะมีขนาดน้อยกว่า 1 ไมครอน และมีขนาดค่อนข้างคงที่ เนื่องจากอัตราส่วนของน้ำต่ออะลูมิเนียมในการเข้าทำปฏิกิริยาค่อนข้างสูง จึงมีแรงแวนเดอร์วาลส์ เป็นแรงที่ยึดระหว่างโมเลกุลให้โครงสร้างขนาดใหญ่ ซึ่งเมื่อจำนวนรอบในการปั่นกวนเพิ่มขึ้นแรงแวนเดอร์วาลส์ซึ่งมีความแข็งแรงน้อยจะถูกทำลายได้ง่ายมีผลให้ผลึกมีขนาดเล็กดังจะเห็นได้จากในรูป

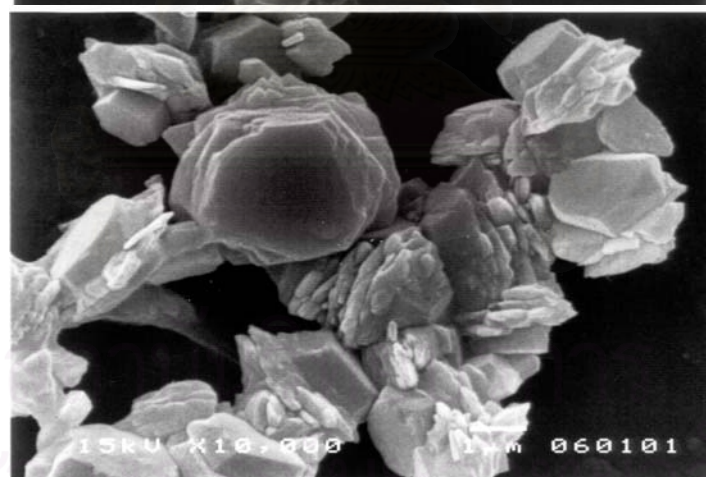
สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



(ก)



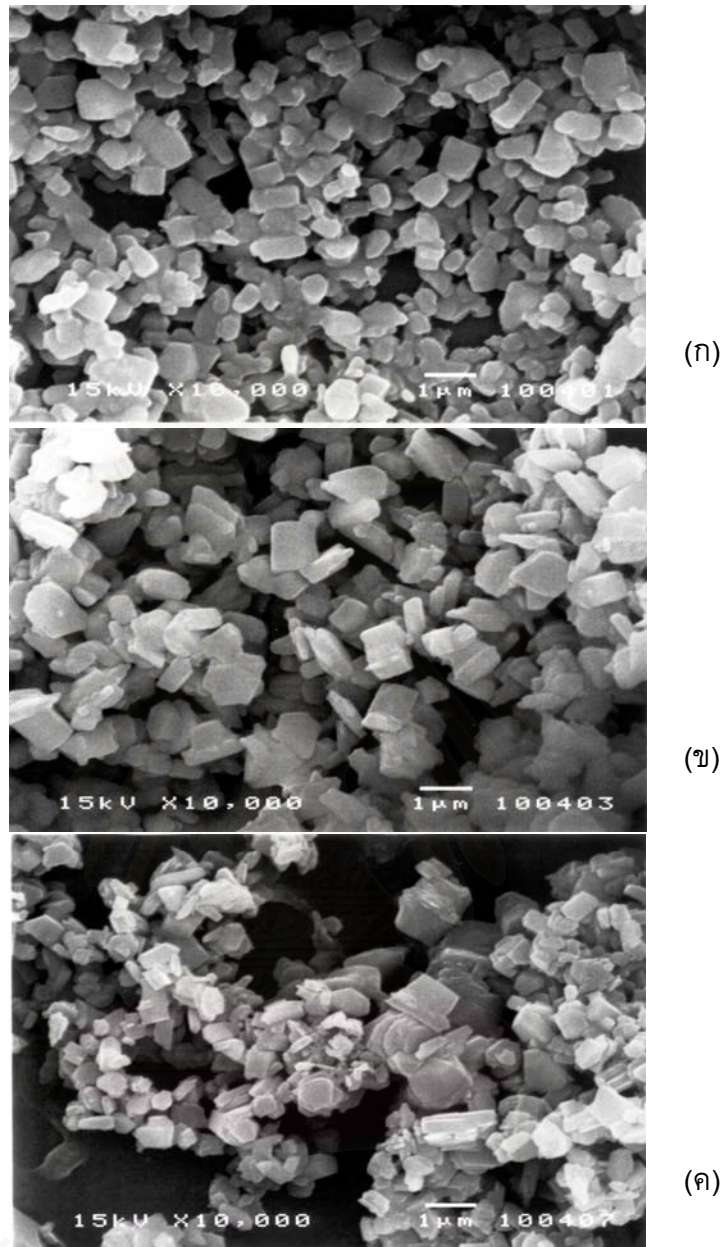
(ข)



(ค)

รูปที่ 4.21 จำนวนรอบการปั่นกวนที่มีต่อโครงสร้างผลึกที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนขนาดขยาย (ก) และ (ข) 10,000 เท่า (ค) 7,500 เท่า สำหรับสารประกอบอะลูมิเนียมเหนียวที่ผ่านการไฮโดรไลซิส โดยใช้ความเร็วรอบในการปั่นกวนขณะทำปฏิกิริยาต่างๆ กัน (ก) 100 รอบต่อนาที (ข) 200 รอบต่อนาที (ค) 300 รอบต่อนาที เวลา 15 นาที อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียม 10 ต่อ 1

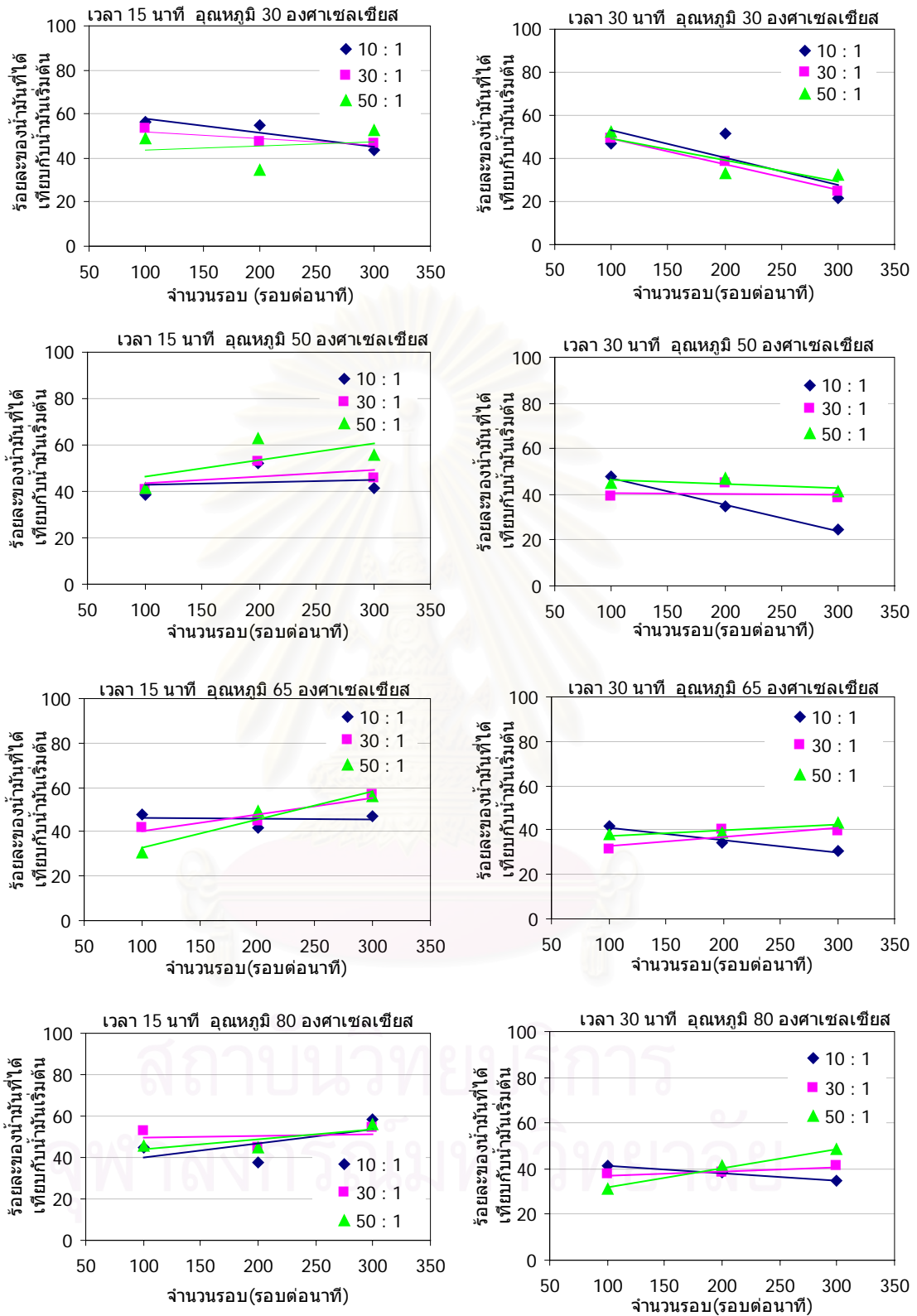




รูปที่ 4.22 จำนวนรอบการปั่นกวนที่มีต่อโครงสร้างผลึกที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนขนาดขยาย 10,000 เท่า สำหรับสารประกอบ อะลูมิเนียมที่ผ่านการไฮโดรไลซิส โดยใช้ความเร็วรอบในการปั่นกวน ขณะทำปฏิกิริยาต่างๆ กัน (ก) 100 รอบต่อนาที (ข) 200 รอบต่อนาที (ค) 300 รอบต่อนาที เวลา 15 นาที อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส อัตราส่วน โดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียม 50 ต่อ 1

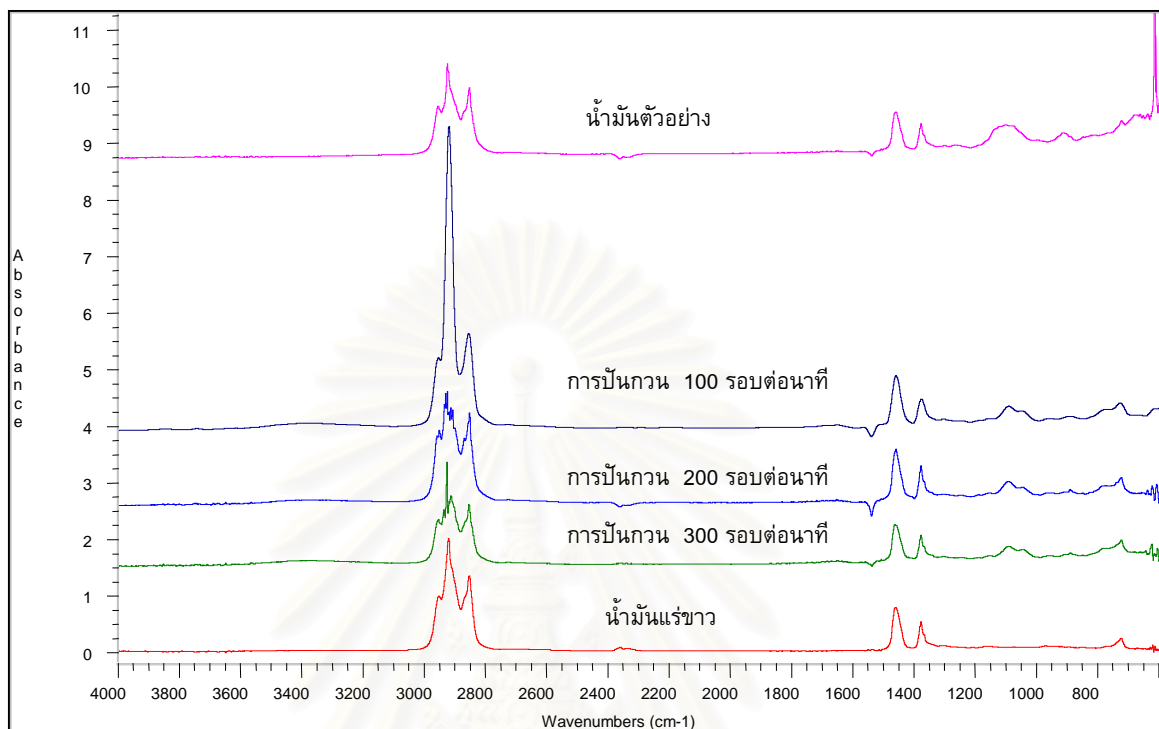
ค. ผลของรอบการปั่นกวนที่มีต่อปริมาณน้ำมันที่ได้หลังการไฮโดรไลซิส

เมื่ออัตราส่วนของน้ำต่ออะลูมิเนียม อุณหภูมิ และเวลาในการเข้าทำปฏิกิริยามีค่าคงที่ แต่จำนวนรอบการปั่นกวนเปลี่ยนแปลง ปริมาณน้ำมันที่ได้คืนกลับหลังไฮโดรไลซิสจะมีแนวโน้มค่อนข้างคงที่ เนื่องจากโครงสร้างผลึกที่เกิดจากปฏิกิริยามีขนาดค่อนข้างใกล้เคียงกัน ดังนั้นเมื่อผลึกอยู่รวมกัน ช่องว่างระหว่างผลึกในทุกช่วงของรอบการปั่นกวนจะมีค่าเท่ากันทำให้ดูดซับน้ำมันได้ในปริมาณใกล้เคียงกัน ส่งผลให้น้ำมันที่แยกคืนได้ค่อนข้างคงที่ ยกเว้นที่อุณหภูมิต่ำ (30 องศาเซลเซียส) ซึ่งพบว่าเมื่อจำนวนรอบในการปั่นกวนมากขึ้นจะส่งผลให้น้ำมันที่แยกได้มีค่าลดลง ซึ่งในกรณีการไฮโดรไลซิสด้วยอุณหภูมิต่ำ จะให้โครงสร้างผลึกที่ประกอบขึ้นจากการรวมตัวกันของเบย์ไรท์  $\beta\text{-Al(OH)}_3$  ซึ่งเกาะตัวกันด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ที่ถูกทำลายได้ง่าย โดยมีการรวมตัวกันระหว่างผลึกได้เป็นอนุภาคขึ้น ซึ่งเมื่อจำนวนรอบในการปั่นกวนมากขึ้น อนุภาคจะถูกทำลายออกได้ผลึกหลายๆ ผลึก และมีความเป็นผลึกเดี่ยวมากขึ้น แต่ทั้งนี้ขนาดของผลึกแต่ละผลึกทั้งที่จำนวนรอบมากและน้อยจะมีค่าใกล้เคียงกัน โดยที่อุณหภูมิต่ำเมื่อจำนวนรอบการปั่นกวนน้อยจะเกิดเบย์ไรท์ที่มีการกระจายตัวของผลึกต่ำ โดยผลึกมักอยู่รวมกันเป็นกลุ่มก้อนอยู่ในเฟสน้ำ ทำให้ปริมาณน้ำมันที่แยกออกได้มีมาก ในขณะที่เมื่อจำนวนรอบในการปั่นกวนสูงอนุภาคของเบย์ไรท์จะถูกแยกออกเป็นผลึกหลายๆ ผลึก ซึ่งทำให้การกระจายตัวของผลึกเข้าไปในเฟสน้ำมันมีมากขึ้น และทำการแยกน้ำมันออกจากระบบได้น้อย



รูปที่ 4.23 ผลของจำนวนรอบการปั่นกวนที่มีต่อร้อยละของน้ำมันที่ได้เทียบกับน้ำมันเริ่มต้น จาก การไฮโดรไลซิสที่เวลาและอุณหภูมิต่างๆ

ง. ผลของรอบการปั่นกวนที่มีต่อการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบในเฟสน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิส



**รูปที่ 4.24** ค่าการดูดซับแสงที่เกิดขึ้นที่ตำแหน่งเลขคลื่นซึ่งแสดงถึงองค์ประกอบต่างๆ ของสารประกอบอัลคอกไซด์ที่เหลือในเฟสน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิส ที่จำนวนรอบในการเข้าทำปฏิกิริยาต่างๆ ที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 15 นาที อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส และอัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียม 20 ต่อ 1

จากรูปที่ 4.24 เมื่อทำการเปรียบเทียบพีคของน้ำมันตัวอย่างและน้ำมันแร่ขาวพบว่าน้ำมันตัวอย่างจะมีความสูงของพีคในตำแหน่ง  $3050 - 2800 \text{ cm}^{-1}$  ซึ่งแสดงถึงหมู่  $-\text{CH}_3$  ต่ำกว่าน้ำมันแร่ขาว แต่ในช่วงเลขคลื่นน้อยกว่า  $1200 \text{ cm}^{-1}$  จะมีค่าการดูดซับสูงกว่าน้ำมันแร่ขาว แต่ภายหลังการไฮโดรไลซิสพบว่าลักษณะของค่าการดูดซับแสงจะมีการเปลี่ยนแปลง โดยที่ในตำแหน่งน้อยกว่า  $1200 \text{ cm}^{-1}$  ค่าการดูดซับแสงจะมีค่าต่ำลงทุกการเปลี่ยนแปลงของจำนวนรอบการปั่นกวน แต่ความสูงของพีคที่  $1450$  และ  $1375 \text{ cm}^{-1}$  จะมีค่าสูงขึ้นกว่าน้ำมันตัวอย่างก่อนการไฮโดรไลซิส โดยที่ทุกสภาวะของการปั่นกวนที่เปลี่ยนแปลง ความสูงของการดูดซับแสงจะมีค่าใกล้เคียงกัน ซึ่งแสดงว่าน้ำมันที่ได้หลังการไฮโดรไลซิส เมื่อจำนวนรอบการปั่นกวนมีการเปลี่ยนแปลงคือ จะถูกกำจัดอะลูมิเนียมออกไป โดยมีสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์บางส่วนเหลืออยู่ในปริมาณที่ใกล้เคียงกัน โดยจะสังเกตได้จากตำแหน่งเลขคลื่นดังนี้คือ

- $1150-970 \text{ cm}^{-1}$  เป็นเลขคลื่นที่แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน  $\text{U Al-O-C}$  ของสารประกอบอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ที่เหลืออยู่ในเฟสน้ำมัน

- ที่  $935\text{ cm}^{-1}$  เป็นเลขคลื่นที่แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน C-O-C ของอัลคอกไซด์ที่เหลืออยู่ในเฟสน้ำมัน
- ที่  $800\text{-}500\text{ cm}^{-1}$  เป็นเลขคลื่นที่แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน C-AI-O

สำหรับเลขคลื่นอื่นๆ ที่มีการดูดซับแสงจะแสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของเอทิลไดเอทานอล เอมีนและน้ำมันแร่ขาวที่อยู่ในเฟสน้ำมันที่ได้หลังการไฮโดรไลซิสดังอธิบายในหัวข้อ 4.2.1 ง.



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



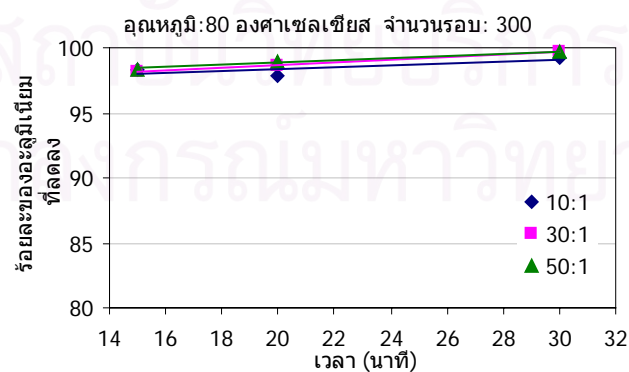
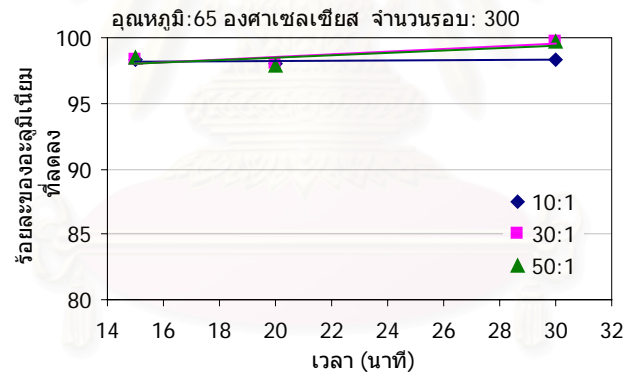
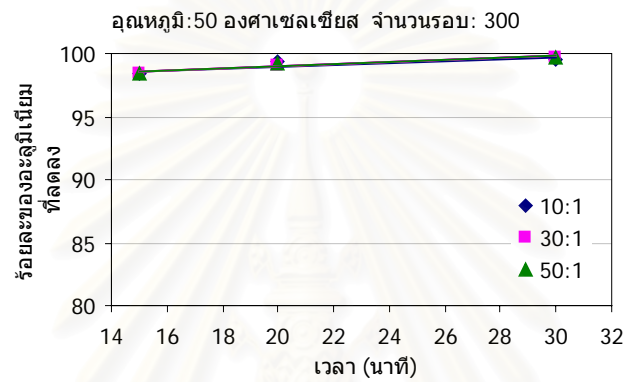
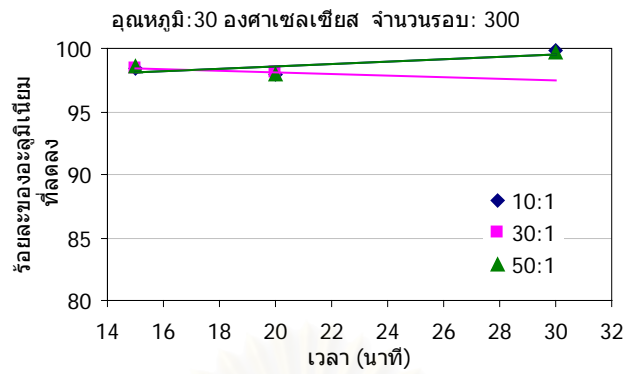
#### 4.2.4 เวลา

##### ก. ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อปริมาณอะลูมิเนียมที่ลดลง

เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยามากขึ้น ร้อยละของอะลูมิเนียมที่ลดลงจะมีค่าค่อนข้างคงที่ ซึ่งหมายถึงว่าเวลาในการทำปฏิกิริยาในช่วงเวลาหนึ่งๆ จะไม่มีผลต่อการลดลงของปริมาณอะลูมิเนียมในน้ำมัน ซึ่งสาเหตุก็คือในการไฮโดรไลซิสสารประกอบอัลคอกไซด์ในน้ำมันแร่ขาว ไม่ว่าจะเข้าทำปฏิกิริยากับอะลูมิเนียมแบบสมบูรณ์ (Completed hydrolyze) หรือไม่สมบูรณ์ (Partially hydrolyze) ก็ตาม จะเกิดการรวมตัวของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นเป็นโครงสร้างขนาดใหญ่ ซึ่งแยกตัวออกจากน้ำ ทำให้อัตราการย้อนกลับของปฏิกิริยาต่ำมาก จึงเห็นวาระยะเวลาของการไฮโดรไลซิสไม่มีผลต่อร้อยละที่ลดลงของอะลูมิเนียม



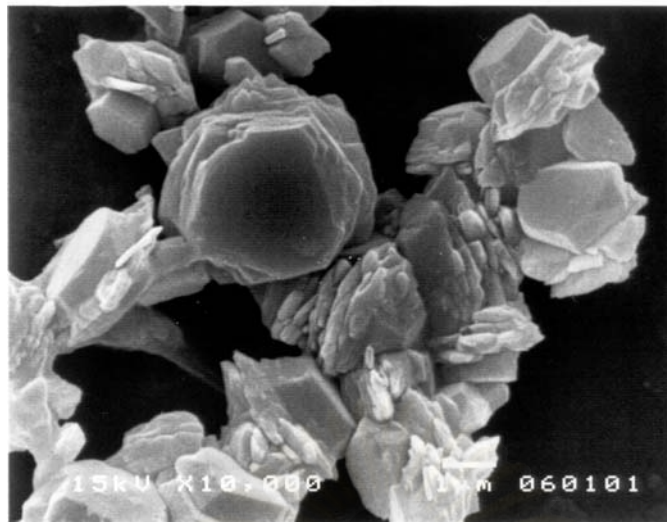
สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



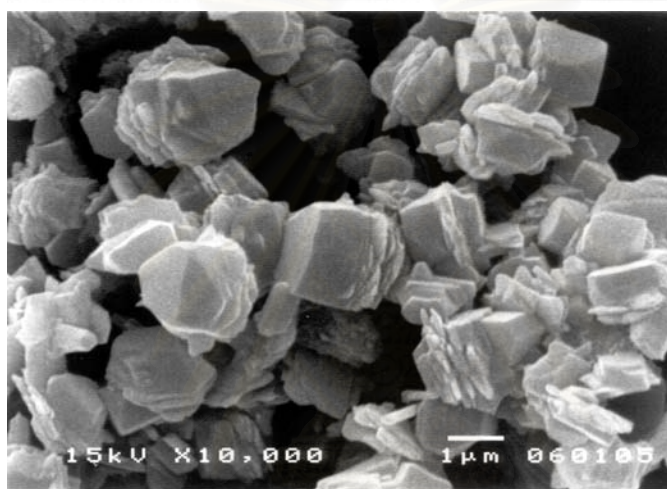
รูปที่ 4.25 เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของอะลูมิเนียมที่ลดลงในเฟสน้ำมัน จากการไฮโดรไลซิสที่ความเร็วรอบ 300 รอบต่อนาที และอุณหภูมิต่างๆ

ข. ผลของเวลาที่มีต่อขนาดของอนุภาคและโครงสร้างผลึก

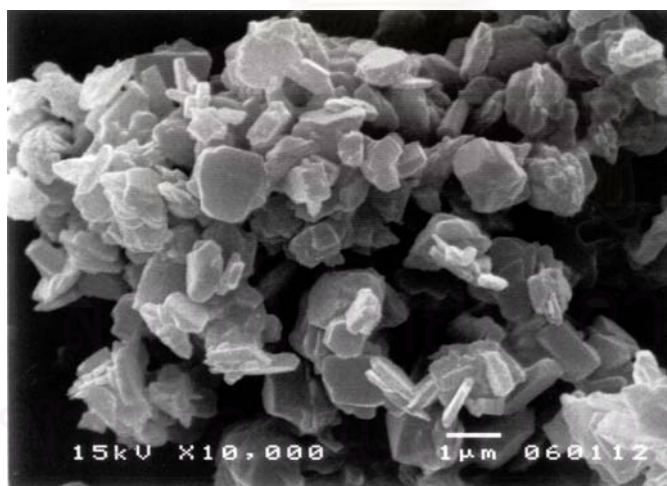
เมื่อเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ขนาดของผลึกมีแนวโน้มลดลงดังนี้ คือที่เวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 15 นาที ผลึกที่เกิดขึ้นมีขนาดประมาณ 2 ไมครอน ที่เวลาการทำปฏิกิริยา 20 นาที ผลึกมีขนาด 1 ไมครอน ที่เวลาการทำปฏิกิริยา 30 นาที ผลึกที่เกิดขึ้นมีขนาด น้อยกว่า 1 ไมครอน ซึ่งอธิบายได้ว่าที่เวลาในการไฮโดรไลซิสน้อยๆโอกาสในการเข้าทำปฏิกิริยาสมบูรณ์ของสารประกอบอัลคอกไซด์ในน้ำมันแร่ขาวจะน้อยกว่าการทำปฏิกิริยาที่เวลามากๆ ดังนั้นแนวโน้มการเกิดโครงสร้างผลึกหลังการไฮโดรไลซิสอะลูมิเนียมอัลคอกไซด์ จึงเป็นการไฮโดรไลซิสแค่บางส่วน (Partial Hydrolyzed) ทำให้ได้โครงสร้างอยู่ในรูป  $(Al(OR)_{3-n}(OH)_n)$  ซึ่งสามารถเกิดปฏิกิริยากอนเดนเซนเซชัน ได้โครงสร้างขนาดใหญ่ที่ยึดกันด้วยพันธะโควาเลนต์ ในขณะที่เมื่อเวลาในการเข้าทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเพิ่มมากขึ้น แนวโน้มที่จะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้สมบูรณ์ ได้ผลิตภัณฑ์เป็นอะลูมิเนียมไตรไฮดรอกไซด์ ( $\alpha-Al(OH)_3$ ) จะมีมากกว่า ซึ่งโครงสร้างผลึกแบบนี้จะเกาะกันด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ ซึ่งมีความแข็งแรงต่ำกว่าพันธะโควาเลนต์ ดังนั้นในสภาวะที่มีการปั่นกววนโครงสร้างที่เกิดจากการรวมตัวของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์จะแตกออกเป็นผลึกขนาดเล็กได้มากกว่าโครงสร้างที่เกิดจากผลิตภัณฑ์ที่ถูกไฮโดรไลซิสบางส่วน ดังแสดงในรูปที่ 4.26



(ก)



(ข)



(ค)

รูปที่ 4.26 เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อโครงสร้างผลึกที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนขนาดขยาย 10,000 เท่าที่เวลาในการทำปฏิกิริยาต่างๆ กัน (ก) 15 นาที (ข) 20 นาที (ค) 30 นาที อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส จำนวนรอบ 300 รอบต่อนาที อัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียม 10 ต่อ 1

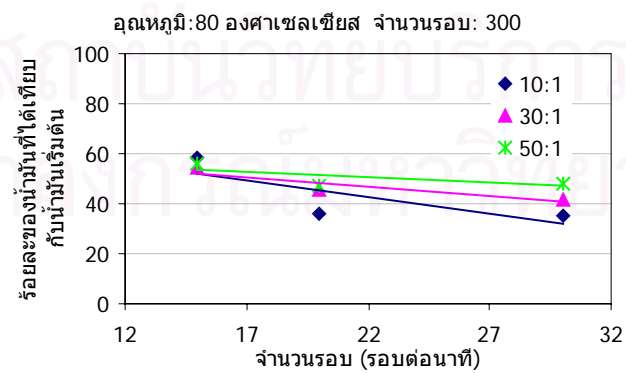
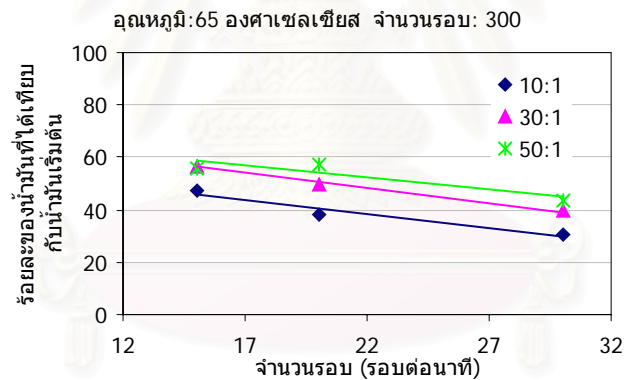
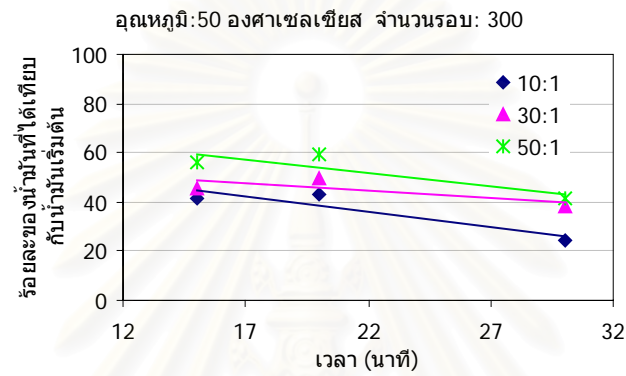
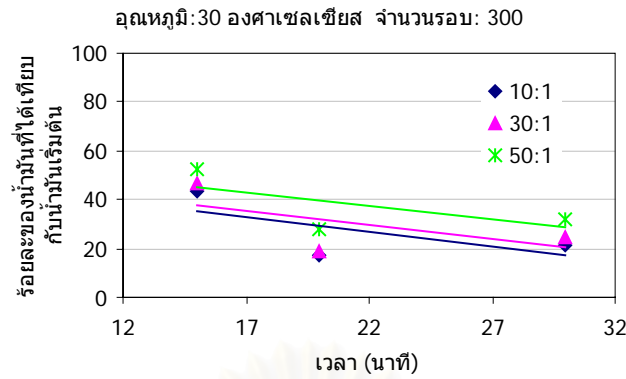
ค. ผลของเวลาที่มีต่อปริมาณน้ำมันที่ได้หลังการไฮโดรไลซิส

เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นร้อยละของน้ำมันที่แยกได้หลังการไฮโดรไลซิสจะลดลงเนื่องจากในกรณีที่เวลาในการทำปฏิกิริยาน้อยโครงสร้างที่เกิดเป็นโครงสร้างของอัลคอกโซ (AI-O-AI) ซึ่งได้มาจากสารประกอบอัลคอกไซด์ที่ถูกไฮโดรไลซิสบางส่วนและเกิดการคอนเดนเซชันได้พันธะโควาเลนต์ที่แข็งแรง ซึ่งเมื่อมีการปั่นกวาก็จะถูกทำลายได้ยาก และมีขนาดผลึกที่ใหญ่ การดูดซึมน้ำมันในโครงสร้างผลึกจึงต่ำ ส่วนกรณีที่ใช้เวลาในการไฮโดรไลซิสมาก ซึ่งได้ผลิตภัณฑ์ในรูปของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์โดยมีขนาดผลึกที่เล็กกว่าและมีสภาพที่ชอบน้ำ แต่ด้วยความที่ผลึกมีขนาดเล็กจึงมีโอกาสเกิดสภาพคอลลอยด์ขึ้นในชั้นน้ำมัน ส่งผลให้ประสิทธิภาพการแยกน้ำมันต่ำลงดังแสดงในรูปที่ 4.27



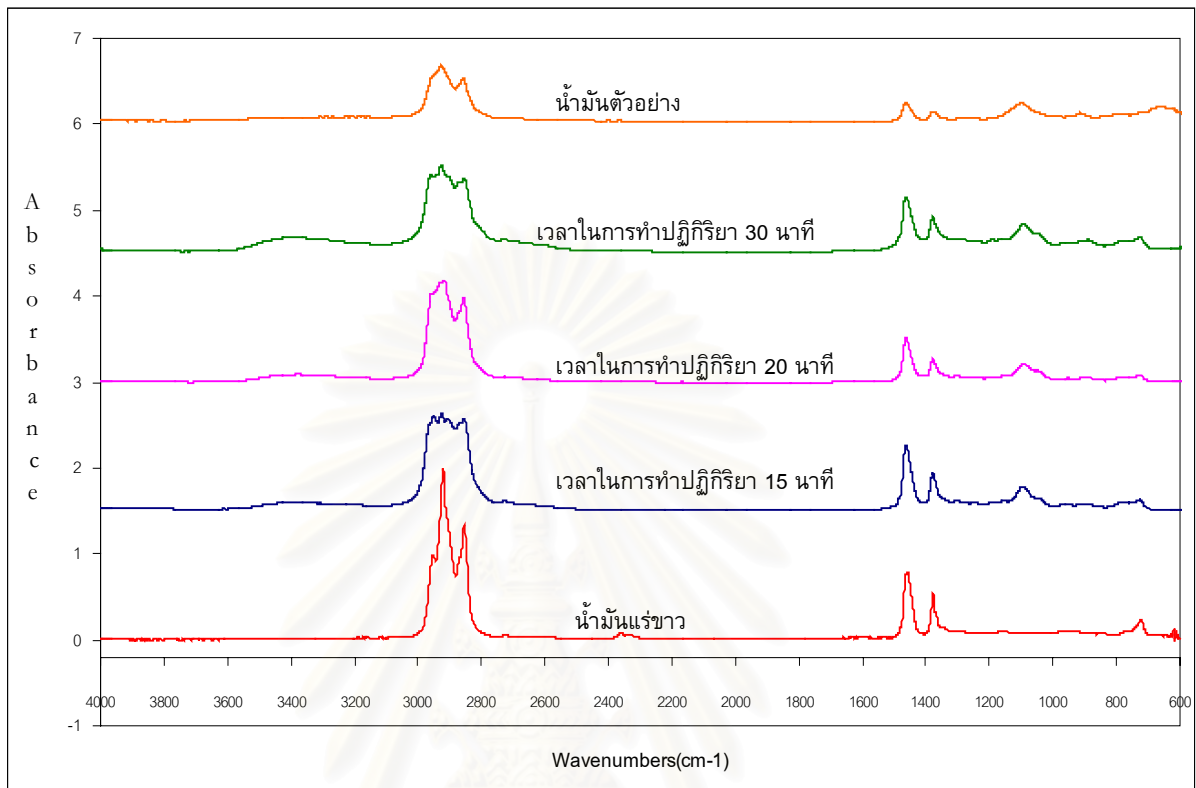
สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย





รูปที่ 4.27 เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละของน้ำมันที่ได้เทียบกับน้ำมันเริ่มต้นจากการไฮโดรไลซิสที่ความเร็วรอบ 300 รอบต่อนาที และอุณหภูมิต่างๆ

ง. ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบในเฟสน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิส



**รูปที่ 4.28** ค่าการดูดซับแสงที่เกิดขึ้นที่ตำแหน่งเลขคลื่นซึ่งแสดงถึงองค์ประกอบต่างๆ ของสารประกอบอัลคอกไซด์ที่เหลือในเฟสน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิส ที่เวลาในการเข้าทำปฏิกิริยาต่างๆ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จำนวนรอบ 300 รอบต่อนาที และอัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่ออะลูมิเนียม 50 ต่อ 1

จากรูปที่ 4.28 แสดงผลของการดูดซับแสงที่ได้จากการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำมันในเฟสน้ำมันที่ได้หลังการไฮโดรไลซิส ที่เวลาต่างกัน คือ 15 20 และ 30 นาที โดยจะพบว่าตำแหน่งเลขคลื่นเดียวกันเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการเข้าทำปฏิกิริยาจะมีการดูดซับแสงที่ใกล้เคียงกัน และเกิดการดูดซับที่ตำแหน่งเลขคลื่นของการทดลองในหัวข้อ 4.2.1 ง. 4.2.2 ง. และ 4.2.3 ง. ซึ่งแสดงถึงว่า ไม่ว่าจะมีการเปลี่ยนแปลงตัวแปรเป็นอัตราส่วนน้ำต่ออะลูมิเนียม อุณหภูมิ รอบของการปั่นกวน หรือเวลาในการเข้าทำปฏิกิริยา ผลิตภัณฑ์ในเฟสน้ำมันหลังการไฮโดรไลซิสจะมีปริมาณอะลูมิเนียมลดลงในทุกการทดลองในปริมาณใกล้เคียงกัน และเหลือสารประกอบอัลคอกไซด์บางส่วนเหลืออยู่ในน้ำมันแร่ขาว โดยจะเห็นว่าที่ตำแหน่ง  $800\text{-}400\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งแสดงหมู่ฟังก์ชัน  $\text{Al-O}$  ค่าการดูดซับแสงมีการลดลงอย่างเห็นได้ชัด ซึ่งแสดงถึงการลดลงของสารประกอบอะลูมิเนียมหลังการไฮโดรไลซิสนั่นเอง

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการทดลอง

สารประกอบอะลูมิเนียมในน้ำมันตัวอย่างซึ่งเป็นผลผลิตของไตรเอทิลอะลูมิเนียมกับเอทิลไดเอทานอลเอมีนในน้ำมันแร่ขาว เป็นสารประกอบอัลคอกไซด์ชนิดที่มีไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบมีสูตรโมเลกุลคือ  $Al_3NO_{11}C_{24}H_{58}$  ซึ่งเป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส หลังการทำปฏิกิริยาสารประกอบอะลูมิเนียมจะถูกไฮโดรไลซิส โดยถ้าการทำปฏิกิริยาสมบูรณ์ (Completed hydrolysis) จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์  $Al(OH)_3$  ซึ่งสามารถเกิดการรวมตัวกันโดยการสร้างพันธะด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์เกิดโครงสร้างขนาดใหญ่ ในขณะที่เมื่อเกิดการไฮโดรไลซิสบางส่วน (Partial hydrolyzed) จะอยู่ในรูปที่ยังมีหมู่อัลคอกไซด์เหลืออยู่คือ  $Al(OH)_n(OR)_{3-n}$  ซึ่งสามารถเกิดปฏิกิริยาคอนเดนเซชันเกิดเป็นโครงสร้างขนาดใหญ่เช่นกัน แต่มีพันธะเชื่อมโยงแบบโควาเลนต์ที่แข็งแรงกว่า ดังนั้นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการไฮโดรไลซิส จึงอาจแตกต่างกันออกไป ทั้งนี้ทุกอัตราส่วนของน้ำต่ออะลูมิเนียมในการเข้าทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเป็นอัตราส่วนซึ่งเกินสมดุลแล้วซึ่งปฏิกิริยาน่าจะเกิดขึ้นแบบสมบูรณ์ แต่เนื่องจากสารประกอบอัลคอกไซด์ละลายอยู่ในน้ำมันแร่ขาว ดังนั้นเมื่อน้ำกับน้ำมันแร่ขาวไม่ละลายเข้ากัน ความสมบูรณ์ของปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจึงขึ้นกับปัจจัยอื่นๆ เช่น การปั่นกววน ระยะเวลา อัตราส่วนของน้ำต่อน้ำมัน และอุณหภูมิ โดยมีผลดังนี้คือ

1. ที่อัตราส่วนน้ำต่ำการทำปฏิกิริยาสมบูรณ์จะเกิดได้ยาก ผลิตภัณฑ์ที่เกิดเป็นผลิตภัณฑ์ที่ถูกไฮโดรไลซิสบางส่วนและสามารถทำปฏิกิริยาคอนเดนเซชันต่อได้สารประกอบอะลูมิเนียมซึ่งมีโครงสร้างขนาดใหญ่และเกาะกันด้วยพันธะโควาเลนต์ซึ่งมีความแข็งแรงและถูกทำลายด้วยแรงปั่นกววนได้ยาก เป็นสารประกอบอัลคอกไซด์ ( $Al-O-Al$ ) โดยโครงสร้างจะอยู่ในรูปของกลุ่มผลึกที่สามารถดูดซับน้ำมันไว้ได้มากทำให้น้ำมันที่แยกได้มีค่าน้อย ในขณะที่เมื่ออัตราส่วนน้ำมาก การไฮโดรไลซิสมักจะเกิดสมบูรณ์กว่าโดยได้ผลิตภัณฑ์เป็น  $Al(OH)_3$  มากกว่า ซึ่งเกาะกันด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ที่ถูกทำลายได้ง่ายเมื่อถูกปั่นกววนให้ผลึกขนาดเล็กกว่า และผลึกชนิดนี้เป็นผลึกแบบที่ชอบน้ำ (Hydrophilic) ดังนั้นอนุภาคจึงรวมตัวอยู่ในเฟสน้ำมากกว่า จึงสามารถแยกน้ำมันกลับมาได้มากขึ้น

2. เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นขนาดของผลึกจะมีขนาดใหญ่ขึ้น โดยที่อุณหภูมิต่ำผลึกที่เกิดขึ้นเป็นเบย์ไรท์ ( $\beta-Al(OH)_3$ ) และเกิดการรวมตัวด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ที่ถูกทำลายได้ง่าย

ทำให้เมื่อมีแรงปั่นกววน ผลึกที่เกิดจึงมีขนาดเล็ก และเมื่ออุณหภูมิสูงสารที่เกิดขึ้นคือโบฮีไมท์ ( $\alpha\text{-AlO}(\text{OH})$ ) ซึ่งจะเกิดการรวมตัวกันด้วยพันธะโควาเลนต์ทำให้โครงสร้างมีความแข็งแรงเมื่อมีการปั่นกววนจะถูกทำลายได้ยาก ผลึกที่เกิดจึงมีขนาดใหญ่ แต่ทั้งนี้อุณหภูมิเองอาจมีผลต่อขนาดอนุภาคโดยตรง เนื่องจากอุณหภูมิที่สูงขึ้นจะมีผลทำให้น้ำมันซึ่งเป็นตัวทำละลายมีความหนืดลดลง การเคลื่อนที่ของโมเลกุลภายในเกิดได้ดีขึ้น เกิดการชนกันมากขึ้น ทำให้รวมตัวกันเป็นผลึกที่มีขนาดใหญ่ขึ้น โดยที่ขนาดของผลึกจะมีผลต่อปริมาณน้ำมันที่แยกได้เมื่อจำนวนรอบในการเข้าทำปฏิกิริยามีค่าสูง ซึ่งในการทดลองนี้คือ 300 รอบต่อนาที เนื่องจากจำนวนรอบจะมีผลคือไปทำให้การกระจายตัวของผลึกดีขึ้นและมีผลต่อปริมาณน้ำมันคือ ในกรณีเกิดผลึกขนาดเล็กของเบย์ไรท์ ( $\beta\text{-Al}(\text{OH})_3$ ) เมื่อจำนวนรอบการปั่นกววนสูงผลึกจะกระจายตัวดีและทำให้เกิดการกระจายไปในเฟสน้ำมันมากขึ้น ทำให้น้ำมันที่แยกกลับคืนได้มีค่าน้อย และกรณีผลึกที่เกิดขึ้นมีโครงสร้างเริ่มต้นเป็นโบฮีไมท์ ( $\alpha\text{-AlO}(\text{OH})$ ) จะมีการเกาะตัวกันเป็นโครงสร้างผลึกขนาดใหญ่ที่ถูกทำลายได้ยาก โดยเมื่อจำนวนรอบการปั่นกววนสูงผลึกจะมีการกระจายตัวดีขึ้นขนาดใหญ่ที่เกิดขึ้นจะรวมตัวกันอยู่ในชั้นน้ำ ทำให้น้ำมันที่แยกได้มากกว่ากรณีน้ำมันที่แยกมาจากผลึกของเบย์ไรท์

3. จำนวนรอบในการปั่นกววนสารไม่มีผลต่อขนาดของผลึกที่ได้หลังการไฮโดรไลซิส แต่มีผลต่อการกระจายตัวของผลึกในทุกสภาวะ ดังนั้นปริมาณน้ำมันที่แยกได้จึงไม่แตกต่างกัน ยกเว้นที่อุณหภูมิที่ใช้ในการเข้าทำปฏิกิริยาเป็น 30 องศาเซลเซียส เมื่อจำนวนรอบในการเข้าทำปฏิกิริยามากขึ้นจะมีการกระจายตัวของผลึกมากขึ้นแต่มีปริมาณน้ำมันแยกได้น้อยลง เนื่องจากที่อุณหภูมิค่าโครงสร้างผลึกเกิดจากเบย์ไรท์ ( $\beta\text{-Al}(\text{OH})_3$ ) ที่เกาะกันด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ที่ถูกทำลายได้ง่าย เมื่อจำนวนรอบน้อยแรงแวนเดอร์วาลส์ถูกทำลายน้อย ผลึกจะมีการกระจายตัวน้อย ในขณะที่เมื่อจำนวนรอบในการปั่นกววนสูงผลึกจะมีการกระจายตัวมาก ซึ่งผลึกที่มีการกระจายตัวน้อยจะเกาะกันเป็นอนุภาคที่มีขนาดใหญ่อยู่ในชั้นน้ำทำให้แยกน้ำมันได้มาก ส่วนผลึกที่มีการกระจายตัวมากจะกระจายตัวไปอยู่ในชั้นน้ำมันได้มากขึ้น ทำให้น้ำมันออกได้น้อย

4. เมื่อเวลาในการเข้าทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นขนาดของผลึกจะมีขนาดลดลงและร้อยละของน้ำมันที่แยกได้หลังการไฮโดรไลซิสจะลดลง เนื่องจากในกรณีที่เวลาในการเข้าทำปฏิกิริยาน้อยโครงสร้างที่เกิดเป็นโครงสร้างของอัลคอกโซ ( $\text{Al-O-Al}$ ) ซึ่งได้มาจากสารประกอบอัลคอกไซด์ที่ถูกไฮโดรไลซิสบางส่วนและเกิดการคอนเดนเซชันได้พันธะโควาเลนต์ที่แข็งแรง ซึ่งเมื่อมีการปั่นกววนก็จะถูกทำลายได้ยาก และมีขนาดใหญ่กว่าผลึกที่เกิดจากการเข้าทำปฏิกิริยาโดยใช้เวลามาก เนื่องจากสารเริ่มต้นที่เข้าทำปฏิกิริยาจะถูกทำการไฮโดรไลซิสเป็นเวลานานกว่า จึงมีโครงสร้างเป็นแบบที่มีการไฮโดรไลซิสสมบูรณ์กว่า คือเป็นอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์  $\text{Al}(\text{OH})_3$  ที่อยู่รวมกันเป็นโครงสร้างผลึกได้โดยการยึดกันด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ที่ถูกทำลายได้ง่าย ทำให้

เมื่อถูกปั่นกวนโครงสร้างจึงมีขนาดเล็กกว่าแบบที่ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาน้อย โดยเมื่อเวลาการทำปฏิกิริยาน้อยการกระจายตัวของผลึกจะเกิดได้น้อยมากเนื่องจากผลึกเกาะกันด้วยพันธะโควาเลนต์ที่มีความแข็งแรง และรวมตัวอยู่ในเฟสน้ำทำให้ปริมาณน้ำมันที่แยกกลับมีปริมาณมาก ในขณะที่เมื่อเวลาในการไฮโดรไลซิสนาน ได้ผลึกขนาดเล็กที่เกาะกันด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ที่สามารถถูกทำลายง่าย การกระจายตัวของผลึกจะดี และเกิดการกระจายตัวไปอยู่ในชั้นน้ำมันได้ดีขึ้น ซึ่งทำให้ปริมาณน้ำมันที่แยกได้หลังปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสน้อยลง

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ควรทำการศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบอะลูมิเนียม โดยมีสารเริ่มต้นเป็นอะลูมิเนียมไตรเอทิล ทำปฏิกิริยากับเอทิลไดเอทานอลเอมีนในน้ำมันแร่ขาว ที่สภาวะต่างๆที่มีการควบคุม แล้วนำสารประกอบอัลคอกไซด์ที่เกิดขึ้นไปทดสอบคุณสมบัติต่างๆ เพื่อหาโครงสร้างของสารประกอบที่เกิดขึ้น และคุณสมบัติอื่นๆ เพื่อใช้เปรียบเทียบกับผลการทดลองที่ได้ทำแล้ว

2. ควรทำการศึกษาเพิ่มเติมโดยให้ความร้อนแก่น้ำมันในช่วงที่อุณหภูมิมากกว่า 80 องศาเซลเซียส เพื่อทดสอบดูว่ามีผลต่อการกำจัดสารประกอบอัลคอกไซด์ในน้ำมันเพิ่มขึ้นหรือไม่

3. ควรทำการศึกษาเพิ่มเติมโดยการนำสารประกอบอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เกิดขึ้นไปทำให้แห้ง และทดสอบคุณสมบัติทางด้านรูพรุน ปริมาตร และพื้นที่ผิว เพื่อประโยชน์ในการนำกลับไปใช้ใหม่

4. ควรทำการศึกษาเพิ่มเติมการนำน้ำมันที่ได้คืนกลับจากการทดลองไปทำให้บริสุทธิ์มากขึ้นเพื่อนำกลับไปใช้ใหม่

5. ยืนยันโครงสร้างที่ได้หลังการไฮโดรไลซิสเพิ่มเติมจากการทดลองด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน โดยตรวจสอบหาปริมาณของอะลูมินา ( $Al_2O_3$ ) ที่เกิดขึ้น ซึ่งมีวิธีการคือทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียสเป็นเวลาอย่างน้อย 24 ชั่วโมง และให้ความร้อนจนถึง 1200 องศาเซลเซียส โดยที่ถ้าเป็นอะลูมิเนียมโมโนไฮดรอกไซด์ ( $Al(OH)_3$ ) จะได้อะลูมินาร้อยละ 85 และถ้าเป็น  $Al(OH)_3$  จะได้อะลูมินาร้อยละ 65



## รายการอ้างอิง

1. Strategic Services Division of Mallinckrodt Baker Inc. Material Safety Data Sheet  
Available from : <http://www.jtbaker.com/msds/m7700.htm>
2. Voronkov, M. G., and Baryshok, V. P. Metallatranes. Journal of Organometallic Chemistry. 239. (1982): 199-249.
3. CONTINENTAL OIL CO. Hydrolysis of aluminium alkoxides. *The Great Britain Patent No. 941,567*. London: The Patent Office , 1963.
4. Deutsche Erdol-Aktiengesell-schaft. Process for the Hydrolysis of Aluminum Alkoxides. *The Great Britain Patent No. 1,068,566*. London: The Patent Office, 1964.
5. Pinkas, J., and Verkade, J. G. Alumatrane, Al(OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>N: A Reinvestigation of Its Oligomeric Behavior. Inorganic Chemistry. 32. (1993): 2711-2716.
6. Yoldas, B. E. Hydrolysis of Aluminium Alkoxides and Bayrite Conversion. Journal of Applied Chemistry and Biotechnology. 23. (1973): 803-809.
7. Kirk., and Othmer D. F. Aluminum Compounds. Encyclopedia of Chemical Technology. New York: Interscience Encyclopedia, 1982.
8. Sakka, S. Glass III. Edited by M. Tomozawa and R. H. Doremus. Series in Treatise on Materials Science and Technology. 22. New York: Academic Press, 1982.
9. 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.
10. Harris, M. R., and Sing, K. S. W. The surface properties of precipitated alumina. III. Samples prepared from aluminium isopropoxide. Journal of applied chemistry. 8 (September 1958): 586-589.
11. Yoldas, B. E. Alumina Sol Preparation from Alkoxides. Ceramic Bulletin. 54. No.3 (1975): 289-290.
12. Yoldas, B. E. Transparent acivated nonparticulate alumina and method of preparing same. *The United State Patent No. 3,941,719*, 1976.
13. Astier, M., and Sing, K. S. W. Porosity of Alumina Gels Prepared by Hydrolysis of Aluminium s-Butylate with Limited Amounts of Water. Journal of Chemical Technology and Biotechnology. 30. (1980): 691-698.

14. Segal, D. L. Process for producing aluminium containing sols. *The United State Patent No. 4,532,072*, 1985.
15. Lewis, D. J., and McNeese, W. H. Process for production of alumina. *The United State Patent No. 4,744,974*, 1988.
16. Chane-Ching, J. Y., and Klein, L. C. Hydrolysis in the Aluminum sec-Butoxide-Water-Isopropyl Alcohol System: I, Rheology and Gel Structures. Journal of American Ceramic Society. 71. (1988): 83-85.
17. American Society for Testing and Materials. Standard Test Methodds 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.*
18. Petchsuk, A. Synthesis of Alumatrane Complexed Directly from Al(OH)<sub>3</sub> and TEA. Thesis (M.S.). The Petroleum and Petrochemical College. Chulalongkorn University (Polymer Science), Bangkok. 1995.
19. Benn, R., and Rufinska, A. High-Resolution Metal-NMR Spectroscopy of Organometallic Compounds. Angewandte Chemie (International Ed.) 25. (1986): 861-881.
20. Demirata, B., Apak, R., Gumus, G., and Asfar, H. The effect of the order of reagent addition on the settling rate of aluminium hydroxide in the Al(III)-Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> system. Water, Air, and Soil Pollution. 133. (2002): 265-282.
21. Department of Chemistry and Biochemistry. UCLA. WebSpectra Problems in NMR and IR Spectroscopy. Available from :  
<http://www.chem.ucla.edu/~webspectra/NotesOnSolvents.html>.
22. Downs, A. J. Chemistry of Aluminum, Gallium, Indium and Thallium. Blackie Academic & Professional, 1993.
23. Giotto, M. V., Machado, M. da S., Rios, S. P. O., Perez-Pariente, J., and Cardoso, D. <sup>31</sup>P and <sup>27</sup>Al MAS NMR of MAPO-36 and MAPO-5 with high Mg content. 12<sup>th</sup> International Zeolite Conference. (1998): 2481-2488.
24. Mehrotra, R. C., Rai, A. K. Aluminium alkoxides, β-diketonates and carboxylates. Polyhedron. 10. (1991): 1967-1994.

25. Rehak, P., Kunath-Fandrei, G., Losso, P., Hildmann, B., Schneider, H. and Jager, C. Study of the Al coordination in mullites with varying Al:Si ratio by  $^{27}\text{Al}$  NMR spectroscopy and X-ray diffraction. American Mineralogist. 83. (1998): 1266-1276.
26. Tayaniphan, S. A Spinel ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) / Polymer Composite from  $\text{MgO}$ ,  $\text{Al}(\text{OH})_3$  and Triethanolamine. Thesis (M.S.). The Petroleum and Petrochemical College Chulalongkorn University (Polymer Science), Bangkok. 1995.
27. Nerapusri, V. Synthesis and Characterization of Alumatrane Complexes directly from  $\text{Al}(\text{OH})_3$  and Triisopropanolamine. Thesis (M.S.). The Petroleum and Petrochemical College Chulalongkorn University (Polymer Science), Bangkok. 1998.
28. Waldner, K. F., Laine, R. M., Dhumrongvaraporn, S., Tayaniphan, S. and Narayanan, R. Synthesis of a Double Alkoxide Precursor to Spinel ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) Directly from  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ,  $\text{MgO}$ , and Triethanolamine and Its Pyrolytic Transformation to Spinel. Chemistry of Materials. 8. (1996): 2850-2857
29. Working groups Biophysics (Biomembranes, ATR FTIR spectroscopy), Institute of Physical Chemistry, University of Vienna, Austria. Solvation effects in aqueous solutions investigated by FTIR-ATR spectroscopy. Available from : <http://www.bpc.univie.ac.at/biophysik/>.
30. Opronsawad, Y. Synthesis of Alumatrane Complexes Directly from  $\text{Al}(\text{OH})_3$  and Triisopropanolamine. Thesis (M.S.). The Petroleum and Petrochemical College Chulalongkorn University (Polymer Science), Bangkok. 1996.
31. แม้น อมรสิทธิ์, อมร เพชรสม. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ. ห้างหุ้นส่วนจำกัดโรงพิมพ์ชวนพิมพ์, 2535.
32. Brinker, C. J., Schere, G. W. Sol-Gel Science./ The Physical and Chemistry of sol-gel processing. Boston: Academic Press, 1990.
33. Johnson, J. R. T., Panas, I. Water adsorption and hydrolysis on molecular Al oxides and hydroxides-solvation versus cluster formation. Physical Chemistry Chemical Physics. 3. (2001): 5482-5488
34. Kubicki, J. D. and Apitz, S. E. Molecular cluster models of aluminum oxide and aluminum hydroxide surfaces. American Mineralogist. 83 (1998) : 1054-1066
35. The Dow Chemical Company. Products and Services-Adhesives and Sealants-Additives-Alkanolamines. The Dow Chemical Company. Available from : <http://www.dow.com/alkanolamines/products/alk.htm>.

36. Jou, F. Y., Carroll, J. J., Mather, A. E. and Otto, F. D. Solubility of Methane and Ethane in Aqueous Solutions of Methyldiethanolamine. Journal of Chemical and Engineering Data. 43. (1998): 781-784
37. Shiner Jr., V. J., Whittaker, D., and Fernandez, V. P. The Structures of Some Aluminum Alkoxides. Jornal of the American Chemical Society. 85. (1963): 2318-2322
38. Changrong, X., Feng, W., Zhaojing, M., Fanqing, L., Dingkun, P., Guangyao, M. Boehmite sol properties and preparation of two-layer alumina membrane by a sol-gel process. Journal of Membrane Science. 116. (1996): 9-16
39. Iler, R. K. THE CHEMISTRY OF SILICA : Solubility, Polymerization, Colloid and Surface Properties, and Biochemistry. United States of America: A Wiley-Interscience Publication, 1979.
40. Remy, H. Treatise on inorganic chemistry. Amsterdam: Elsevier, Pub., Co., 1956
41. Mullin J. W., Murphy, J. D., Sohnle O., and Spoor, G. Aging of precipitated magnesium hydroxide. Industrial & Engineering Chemistry Research. 28. (1989): 1725-1730
42. Yu, Z. K. and Du, Y. W. Preparation of nanometer-sized alumina whiskers. Journal of Materials Research. 13 No.11 (1998): 3017-3018



ภาคผนวก

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



## ภาคผนวก ก

## วิธีการใช้งาน และการเตรียมสารเพื่อใช้บันทึก IR สเปคตรัม

ในการทดลองนี้เซลล์ที่ใช้ในการบรรจุสารเพื่อทดสอบคือ เซลล์ของโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ซึ่งยึดไว้กับแท่งเหล็ก เป็นชุดอุปกรณ์ทดสอบ ซึ่งใช้บรรจุตัวอย่างที่เป็นของเหลว ซึ่งขั้นตอนในการเตรียมสารเป็นดังนี้

1. เปิดเครื่อง FTIR เพื่อทำการอุ่นเครื่องก่อนการทดสอบประมาณครึ่งชั่วโมง
2. ทำการ Check Alignment ใน Agnostics Bench ว่ามีอุปกรณ์อะไรผิดปกติหรือไม่ ถ้าทุกอย่างปกติ ให้ออกจากส่วนนี้ แล้วไปข้อ 3.
3. เข้าโปรแกรม OMNIC แล้ว เลือก Collect ให้เลื่อนเคอร์เซอร์ ไปเลือก Optical Bench Setup เพื่อปรับค่าต่างๆ ดังนี้

จำนวนครั้งในการสแกน (Numbers of sample scans) : 32

ความสามารถในการแยกจุดออกจากกัน (Resolution) : 4.000

ความละเอียดของจุดจากการสแกน (Gain) : Autogain

ความเร็วในการอ่านค่า (Mirror velocity) : 0.6329

ขนาดของช่องรับแสง (Aperture) : 100

ตัวจับสัญญาณ (Detector) : DTGS(ดีวเทอเรตไตรโกลซีนซัลเฟต)

ชนิดของช่องใส่สาร (Beam splitter) : KBr

ชนิดของแสงที่ใช้ (Source) : IR

วิธีที่ใช้ในการทดสอบ (Sampling technique) : Standard

ช่วงการทดสอบ (Spectral range) : 4000 ถึง 400  $\text{cm}^{-1}$

4. หลังจากตั้งค่าเสร็จ ให้เลือก Collect และเลื่อนเคอร์เซอร์ ไปเลือก Collect Setup แล้วตั้งค่าดังนี้

Apodization : Happ-Genzel

Final format : % Transmittances

Background Handling : แนะนำให้เลือกใช้ Collect background before every sample เพื่อให้ข้อมูลตรงกับที่ทดสอบขณะนั้นๆ ที่สุด เนื่องจากความชื้นในอากาศสามารถทำให้ค่าต่างๆเปลี่ยนแปลงได้

5. เลือก Collect sample แล้วทำการบรรจุตัวอย่างของเหลวลงในเซลล์ โดยในที่นี้เตรียมของเหลวบริสุทธิ์ เป็นน้ำมันแร่ขาวบริสุทธิ์ เพื่อใช้เป็นตัวมาตรฐานเปรียบเทียบ โดยใช้สารประมาณ 1 ถึง 2 หยด (1 ถึง 10 มิลลิกรัม) หยดลงในเซลล์ แล้วปิดครอบเซลล์ด้วยแท่งเหล็กซึ่งเป็นชุดอุปกรณ์ทดสอบ แล้วนำเข้าเครื่อง
6. ปิดฝาเครื่องและปล่อยให้มีการสแกนตามจำนวนครั้งที่ตั้งไว้
7. เมื่อเครื่องทำการสแกนเสร็จจะมีการถามว่า จะบรรจุ Standard เพื่อบันทึกไว้เปรียบเทียบหรือไม่ ให้นำเซลล์ออกมา แล้วบรรจุสารมาตรฐานก่อน ปิดฝาครอบบรรจุลงในเครื่อง ปิดฝาเครื่องแล้ว แล้วจึงตอบตกลงกับเครื่อง
8. ปล่อยให้เครื่องทำการสแกนจนเสร็จสิ้น แล้วจึงนำเซลล์ไปทำความสะอาดโดยใช้เฮกเซนเป็นตัวทำละลาย ล้างน้ำมันแร่ขาว และสารประกอบอัลคอกไซท์ภายในน้ำมันออก แล้วจึงทำการเตรียมตัวอย่างใหม่ซ้ำ ตั้งในขั้นตอน 5 ถึง 8



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## ภาคผนวก ข

## การวิเคราะห์หาความหนาแน่นของน้ำมัน

## 1. เครื่องมือและอุปกรณ์ :

- Hydrometer
- Hydrometer Jar
- แท่งแก้ว

## 2. สารเคมี :

- สารที่ต้องการทดสอบความหนาแน่น
- น้ำกลั่นสำหรับ Calibrate Hydrometer

## 3. การเตรียมสารตัวอย่างก่อนทดสอบ :

3.1 ทำความสะอาด Hydrometer และ Hydrometer Jar ก่อนและหลังใช้งานโดยใช้น้ำอุ่น และเช็ดให้แห้งแล้วเช็ดด้วยผ้าแห้งการเตรียมสารตัวอย่าง

3.2 อุณหภูมิก่อนและหลังการอ่านค่าไม่ควรเปลี่ยนแปลงมากกว่า องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงว่าอุณหภูมิไม่เสถียร จะต้องทิ้งให้ของเหลวมีอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้องก่อนการวัดค่าความหนาแน่น

3.3 ทดสอบวัดความหนาแน่นของน้ำโดยจะต้องได้ค่าความหนาแน่นของน้ำคือ 995.647

กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตรที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส หรือประมาณ 1,000 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตรในช่วงอุณหภูมิห้อง

## 4. วิธีการทดสอบ

4.1 เทของเหลวด้วยความระมัดระวังลงใน Hydrometer Jar เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดฟอง

อากาศ โดยการเทช้าๆให้ของเหลวค่อยๆ ไหลลงที่ผนังของ Jar หรืออาจใช้แท่งแก้วเป็นตัวนำของเหลว

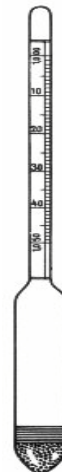
4.2 กวนของเหลวช้าๆ และให้ระวังการเกิดฟอง

4.3 ขั้นตอนการอ่านค่าจาก Hydrometer

4.3.1 ค่อยๆ นำ Hydrometer ลงในของเหลว โดยจับที่บริเวณปลายของก้าน และในตำแหน่งที่คิดว่าจะเกิดความสมดุลของเครื่องมือ จึงปล่อย Hydrometer ลงไปโดยการจับ Hydrometer ควรปล่อยให้อยู่หลวมๆ ระหว่างนิ้วโป้งและนิ้วชี้

4.3.2 อ่านค่าโดยประมาณของ Hydrometer แล้วจึงกดที่ด้านบนของก้านให้ตัว

Hydrometer จมลงไปอีกเล็กน้อย (1-2 มิลลิเมตร) จากแนวที่คิดว่าเป็นแนวค่าสมดุล และระวังการกด Hydrometer ลงในของเหลวเนื่องจากของเหลวที่เปียกข้างตัวก้านจะมีผลต่อการอ่านค่า



- 4.3.3 ปล่อย Hydrometer ออก ซึ่งหลังจากที่มีการแกว่งตัวในสารตัวอย่างเล็กน้อย มันควรจะลอยขึ้นและทรงตัวอยู่หนึ่งในแนวตั้งจนเข้าสู่สมดุล
- \* ถ้า Hydrometer ยังขยับอยู่เรื่อยๆ ไม่อยู่นิ่งอาจเกิดจาก Hydrometer หรือสารที่ทดสอบไม่สะอาด ให้ทำความสะอาดสารและเครื่องมือก่อน ทดสอบอีกครั้ง
- 4.3.4 สเกลการอ่านที่ถูกต้อง ขึ้นกับแนวระนาบของเหลวที่ตัดกับก้านของ Hydrometer ให้อ่านค่าโดยมองสเกลผ่านของเหลว ให้ระนาบการมองเห็นเป็นแนวเป็นเส้นตรงกับของเหลว และตัว Hydrometer ไม่สัมผัสกับ Jar



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## ภาคผนวก ค

## การวิเคราะห์หาความหนืดของน้ำมัน

## 1. เครื่องมือและอุปกรณ์ :

- BS/U –Tube Viscometer for Transparent Liquids ขนาด E ที่วัดความหนืดได้ในช่วง  $60 - 300 \text{ mm}^2/\text{s}$  และมีค่า คงที่ เป็น  $0.3 (\text{mm}^2/\text{s})/\text{s}$
- Water Bath
- Thermocouple
- ลูกดิ่งวัดแนวขนาน เตรียมจากตะกั่วบัดกรีที่ผูกติดกับเชือกและติดกับจุกไม้ก๊อก เส้นผ่านศูนย์กลางภายในของ Viscometer (มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางน้อยกว่า 2 mm)
- นาฬิกาจับเวลา

## 2. สารเคมี :

- น้ำมันที่ต้องการวัดความหนืด
- อะซีโตน (Acetone)
- โซเดียมไดโครเมต ( $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ )
- กรดซัลฟูริกเข้มข้น
- Petroleum Spirit

## 3. การเตรียมสารตัวอย่างก่อนทดสอบ :

## \* สารทำความสะอาด

- กรดโครมิก โดย นำโซเดียมไดโครเมตไปละลายในน้ำปริมาณ 35 ml จนอิ่มตัว แล้วรินกรดซัลฟูริกเข้มข้นความหนาแน่น  $1.84 \text{ g/ml}$  ปริมาตร 1 ลิตร ลงไป
- กรดที่เป็นตัวออกซิไดซ์อย่างแรง ที่ไม่มีโครเมียม

\* ในกรณีที่สารตัวอย่างมีอนุภาคปนอยู่ ให้กรองสารตัวอย่างโดยใช้ตัวกรองความถี่ 75 ไมครอน

## 4. วิธีการทดสอบ :

- 4.1 ทดสอบหาขนาด Viscometer ที่เหมาะสมในการหาค่าความหนืด โดยใช้วิธีการดัง 4.2-4.4 คร่าวๆ โดยที่เวลาที่ใช้ในการวัดภายใต้ปริมาณน้ำมันที่กำหนดในช่วงความยาวจำกัด จะอยู่ในช่วง  $200 < t < 1,000$  วินาที
- 4.2 เตรียม water bath ให้มีอุณหภูมิ  $40 \pm 0.01$  องศาเซลเซียส โดยใช้ Thermocouple วัดอุณหภูมิ



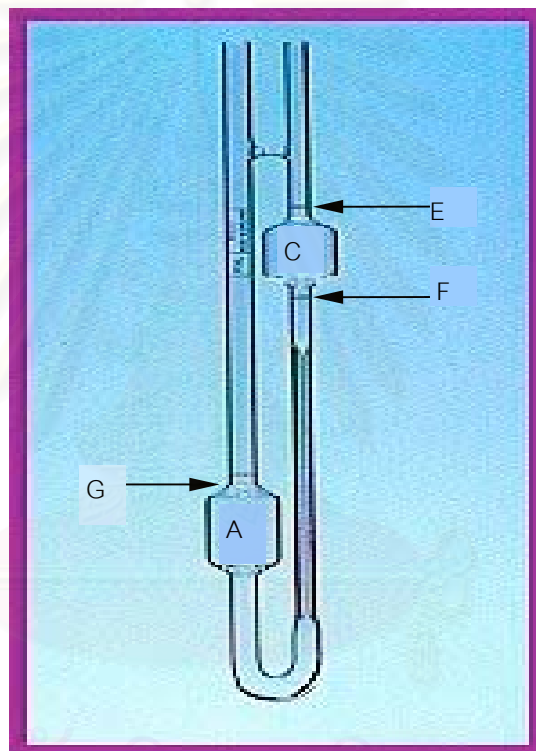
- 4.3 ทำความสะอาด Viscometer ด้วยกรดโครมิกเพื่อเอาสารอินทรีย์ตกค้างออก แล้วจึงชะด้วย Petroleum Spirit และอะซีโตน และทำให้แห้งโดยการเป่าด้วยอากาศที่ผ่านการกรอง
- 4.4 ในกรณีที่น้ำมันมีสิ่งเจือปนพวกอนุภาค ให้กรองน้ำมันโดยใช้ตัวกรองความถี่ 75 ไมครอน แล้วจึงเติมน้ำมันลงใน Viscometer ดังนี้
- 4.4.1 นำ Viscometer ยึดกับขาตั้งใน Water bath โดยใช้ลูกดิ่งปรับระดับให้อยู่ในแนวตั้ง
- 4.4.2 เติมน้ำมันลงในกระเปาะ A โดยใช้ปิเปตยาว เพื่อป้องกันไม่ให้ผนังท่อเปียก เติมนจนถึงระดับที่มากกว่าแนวเส้น G เล็กน้อย
- 4.4.3 ปรับระดับของน้ำมันภายในท่อไม่ให้สูงกว่าขีด G เกิน 0.2 มิลลิเมตร โดยใช้ปิเปตค่อยๆ ดูดออก
- 4.4.4 ปลอ่ยให้อุณหภูมิของน้ำมันในกระเปาะเท่ากับอุณหภูมิของน้ำภายนอก ซึ่งใช้เวลาประมาณ 30 นาที
- 4.4.5 ใช้หลอดดูดสูญญากาศ ดูดน้ำมันขึ้นอีกด้านของหลอดแก้ว จนผ่านกระเปาะ C โดยมีระดับสูงกว่าแนว E ประมาณ 5 มิลลิเมตร และระวังอย่าให้ของเหลวเหนือกระเปาะกระเด็นหรือเกิดฟองในของเหลว แล้วจึงปลอ่ยให้ตัวอย่างน้ำมันไหลด้วยแรงโน้มถ่วง
- 4.4.6 จับเวลาขณะน้ำมันผ่านจากช่วงแนว E จนถึง F โดยการจับเวลาให้มีความละเอียด 0.1 วินาที โดยถ้าเวลาในการไหลน้อยกว่า 200 วินาที จะต้องเลือก Viscometer ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางน้อยกว่าเดิม หรือถ้าเวลาในการไหลเกิน 1,000 วินาที จะต้องเลือก Viscometer ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางมากกว่าเดิม แล้วทำการทดลองใหม่ตั้งแต่ 4.4.1 – 4.4.6
- 4.4.7 ทำขั้นตอน 4.4.5 – 4.4.6 ซ้ำอีก 2 ครั้ง เพื่อจับเวลาในการไหล โดยถ้าค่าสูงสุดและต่ำสุดอยู่ภายในช่วง 0.1 % ของครั้งแรก ให้เฉลี่ยค่าสูงสุดและต่ำสุด ถ้าเวลาที่ไ้จากการทดลองไม่อยู่ในช่วงนี้ ให้ทำซ้ำ โดยให้สังเกตในขั้นตอนการทำความสะอาดท่อแก้วของ Viscometer การกรองตัวอย่าง สิ่งเจือปนในขั้นก่อนและหลังการเติมน้ำมันลงใน Viscometer อุณหภูมิของ Bath และนาฬิกาจับเวลา
- 4.4.8 ทำความสะอาด Viscometer ด้วย Petroleum Spirit ตามด้วยอะซีโตน และทำให้แห้งด้วยอากาศที่ผ่านการกรอง แล้วใส่สารลงใน Viscometer อีกครั้ง และวัดเวลาในการไหล (Efflux time) อีก 3 ครั้ง และเฉลี่ยค่าดัง 4.4.7
- 4.4.9 ถ้าค่าเฉลี่ยจากทั้ง 4.4.7 และ 4.4.8 อยู่ในช่วง 0.1% ให้ทำการเฉลี่ยอีกครั้งจะได้ค่าเฉลี่ยของ 2 ช่วง

Note : 1. ความหนืดของน้ำที่ อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส มีค่าเป็น  
 = 1.0038 mm<sup>2</sup>/s  
 = 1.0038 CSt  
 = 1.0038 Cp  
 = 1.0038 g/(m·s<sup>2</sup>)

2. Centistoke เป็นหน่วยของ Kinematic Viscosity ในระบบของ Absolute metric โดย

$$1 \text{ stoke} = 0.0001 \text{ m}^2/\text{s} = 1 \text{ cm}^2/\text{s}$$

โดย Kinematic viscosity = Absolute viscosity (fluid) / density



สถาบันวิทยบริการ  
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## ภาคผนวก ง 1

## การวิเคราะห์หาปริมาณของอะลูมิเนียมในน้ำมันแร่ขาว [17]

## 1. เครื่องมือและอุปกรณ์ :

- \* เครื่องวัดการดูดซึมแสงของอะตอม (Atomic Absorption spectrometer)
- \* เตาเผาแบบ muffle
- \* เตาอบ
- \* ถ้วยสเตนเลสตีทนความร้อน 1000 องศาเซลเซียส
- \* เครื่องดูดควัน
- \* เครื่องแก้ว
- \* เตาไฟฟ้าให้ความร้อนแบบปรับอุณหภูมิได้

## 2. สารเคมี :

- \* น้ำกลั่น
- \* Flux เป็นของผสมของ 90% ลิเทียมเตตระโบเรต (Lithium tetraborate) และ 10% ลิเทียมฟลูออไรด์ (Lithium fluoride)
- \* กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (Hydrochloric acid)
- \* สารละลายอะลูมิเนียมมาตรฐาน
- \* ของเหลวผสมระหว่างกรดทาร์ทาริก (Tartaric acid) และกรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid) เตรียมโดยละลาย 5 กรัมของกรดทาร์ทาริกในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร เติมกรดไฮโดรคลอริก 40 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนของเหลวผสมมีปริมาตร 1000 มิลลิลิตร

## 3. การเตรียมสารตัวอย่างก่อนทดสอบ :

- 1) สารทดสอบต้องผสมเป็นเนื้อเดียวกันเพื่อป้องกันความผิดพลาดของผลการทดสอบ
- 2) เก็บสารทดสอบไว้ที่อุณหภูมิ 50-60 องศาเซลเซียสภายในเตาอบ เมื่ออุณหภูมิถึงที่กำหนดให้กวนสารทดสอบให้เป็นเนื้อเดียวกัน

## 4. วิธีการทดสอบ :

- 1) ชั่งน้ำหนักของสารทดสอบในถ้วยสเตนเลส โดยให้มีน้ำหนักไม่เกิน 50 กรัม
- 2) อุ่นสารทดสอบด้วยเตาไฟฟ้าในถ้วยจนกระทั่งสารทดสอบแห้งและเหลือเพียงส่วนของคาร์บอนและเถ้า ซึ่งไม่ควรให้อุณหภูมิเกินจุดวาบไฟของสาร (ประมาณ 230 องศาเซลเซียส) ซึ่งจะทำให้เกิดเปลวไฟ และสูญเสียเถ้าบางส่วน
- 3) นำสารทดสอบใส่ในเตาเผาแบบ muffle ที่อุณหภูมิ  $550 \pm 25$  องศาเซลเซียส จนกระทั่งคาร์บอนเผาไหม้หมดเหลือเพียงเถ้า

- 4) นำถ้วยออกจากเตาเผาและรอนกระทั่งอุณหภูมิลดลงเท่าอุณหภูมิห้อง เติม 0.4 กรัมของ Flux ผสมเข้ากับแก้ว นำเข้าเตาเผาแบบ muffle อีกครั้งที่อุณหภูมิ  $925 \pm 25$  องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 นาที นำออกจากเตาและผสมจนสารทดสอบเข้ากันกับ Flux แล้วนำเข้าเตาเผาแบบ muffle ที่อุณหภูมิเดิมเป็นเวลา 10 นาที
- 5) นำถ้วยกระเบื้องออกจากเตาเผา รอนกระทั่งอุณหภูมิเท่าอุณหภูมิห้อง และเติมของเหลวผสมของกรดทาร์ทาริกและกรดไฮโดรคลอริก 50 มิลลิลิตร หลังจากนั้นรอนสารทดสอบด้วยเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียสเพื่อให้ละลายหมด
- 6) ปล่อยให้สารทดสอบเย็นลง และถ่ายสารทดสอบลงใน Flask เติมน้ำกลั่นจนกระทั่งมีปริมาณ 100 มิลลิลิตร ควรที่จะใช้น้ำกลั่นล้างถ้วยกระเบื้องหลายครั้งเพื่อให้แน่ใจสารทดสอบถูกถ่ายเทไปหมด ถ้าต้องการเก็บสารทดสอบที่ได้ไว้เป็นเวลานานควรถ่ายสารดังกล่าวลงในขวดพลาสติก (เนื่องจากกรดฟลูออโบริก (Fluoboric acid) ที่เกิดจาก Flux จะทำปฏิกิริยากับเครื่องแก้ว)
- 7) นำสารที่ได้ไปทดสอบหาปริมาณของอะลูมิเนียม ด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer โดยความเข้มข้นของอะลูมิเนียม สามารถคำนวณได้จาก

$$\text{อะลูมิเนียม (มิลลิกรัมอะลูมิเนียม/กิโลกรัมสารทดสอบ)} = (100 \cdot C) / M2$$

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

M คือ มวลของสารทดสอบ (กรัม)

### ข้อกำหนดการใช้สูตร

1. ใช้สารทดสอบเป็นสารละลายที่เตรียมโดย แก้วของอะลูมิเนียมที่ผ่านการเผา แล้วละลายด้วยสารละลายของกรดทาร์ทาริกผสมกับไฮโดรคลอริกปริมาตร 50 ml แล้วผสมด้วยน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตรรวม 100 ml
2. สารละลายที่ใช้ละลายแก้วอะลูมิเนียมเป็นส่วนผสมดังนี้
  - 2.1 กรดทาร์ทาริก 5 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 500 ml
  - 2.2 เติมกรด ไฮโดรคลอริก 40 ml
  - 2.3 เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรรวม 1000 ml
3. เตรียมสารละลายมาตรฐาน 6 ชุด เพื่อใช้ในการทำ Calibration Curve ในการวัดค่าการดูดซับของอะลูมิเนียมด้วยเครื่อง AAS ดังนี้  
0, 1, 3, 5, 7, 9 ppm หรือ 0, 2, 4, 6, 8, 10 ppm ชุดใดชุดหนึ่ง

4. สารละลายมาตรฐานเตรียมจาก Standard solution for atomic absorption spectrophotometry (ในที่นี้ใช้ Aluminium nitrate ชนิด Spectrosol ของ Ajax Chemicals) โดย 1 ml ของสาร มี อะลูมิเนียม 1.00 mg เตรียมดังนี้

4.1 standard 0 ppm: ใช้สารละลายกรดทาร์ทาริก 50 ml แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 100 ml

4.2 Standard 2 ppm: ใช้สารละลายกรดทาร์ทาริก 50 ml แล้วเติมสารละลายอะลูมิเนียมในเตรดปริมาณดังสูตร

$$\text{ปริมาณสารละลายอะลูมิเนียมในเตรดที่ใช้ (ml)} = \text{ppm ที่ต้องการ} / 10$$

เช่น ต้องการเตรียม สารละลายมาตรฐานขนาด 3 ppm จะเตรียมดังนี้

- เตรียมอะลูมิเนียมในเตรดขนาด 0.3 ml ด้วย ปิเปตใส่ใน Volumetric flask ขนาด 100 ml
- เตรียมสารละลายทาร์ทาริก 50 ml แล้วใส่ลงใน Volumetric flask
- เติมน้ำกลั่นลงใน Volumetric flask ให้ได้ปริมาตร 100 ml แล้วเขย่าให้เข้ากัน
- เทลงในภาชนะบรรจุพลาสติก แล้วนำไปทดสอบ (ถ้ายังไม่ทดสอบทันทีให้แช่เย็นไว้ โดยไม่ควรเก็บตัวอย่างและสารละลายมาตรฐานไว้เกิน 1 สัปดาห์)

การคำนวณค่าที่ได้จาก AAS และที่มาของสูตร

$$\text{ppm Al} \left[ \frac{\text{mg Al}}{\text{kg สารทดสอบ}} \right] = \frac{10^5 \text{ C} \frac{\text{mg Al}}{\text{ลิตรของสารเตรียมทดสอบ AAS}}}{M (\text{มวลสารทดสอบ g})}$$

$$\text{อ่านค่าจากเครื่องได้ 5 ppm แสดงว่าเป็น } \frac{5 \text{ mg Al}}{1000 \text{ cm}^3 \text{ สารเตรียมทดสอบ AAS}}$$

$$\text{แต่เตรียมสารจริง 100 ml ดังนั้นมี Al } \frac{5}{1000} \cdot 100 \text{ mg Al} = \frac{5}{10} \text{ mg Al}$$

ใช้สารทดสอบในการเผามีหน่วยเป็นกรัมคือ 2.00 g ดังนั้นได้ว่า

$$\frac{5 \text{ mg Al}}{10} \frac{1}{2 \text{ g สารทดสอบ}} \frac{1000 \text{ g สารทดสอบ}}{1 \text{ kg สารทดสอบ}}$$



## ภาคผนวก ง 2

## วิธีการใช้เครื่อง AAS

1. เสียบปลั๊กทำการอุ่น Gauge ของ Nitrous แล้วตรวจสอบปุ่มปรับกระแสไฟเป็น mA ที่ข้าง lamp (ปุ่มสีดำ เหนือ lamp) ให้อยู่ในตำแหน่งที่ปิดเป็น 0 mA ซึ่งจะหมุนซ้ายสุดทวนเข็มนาฬิกา แล้วติดตั้ง lamp ที่จะใช้ ซึ่งในที่นี้คือ Al (Aluminium 13)
2. ตรวจสอบฐานของเปลวไฟ ให้เป็น Acetylene/Nitrous
3. เปิด Stabilizer แล้วกด reset เปิด Hood และช่องระบายของ Hood ให้ควันออกได้
4. กด power ที่เครื่อง เพื่อทำการ warm เครื่อง โดยหมุนจาก Stand by ไปยัง Operate แล้วปรับตำแหน่งของแสงไฟให้ตรงตำแหน่งกึ่งกลาง โดยใช้แผ่นกระดาษจัดศูนย์กลาง แล้วทิ้งไว้ 15-20 นาที
5. เมื่อจะทำการทดลองวัดปริมาณของ Aluminium ให้ทำดังนี้
  - 5.1 กด mode
  - 5.2 กด 1121
  - 5.3 ↵
  - 5.4 เลือก Al=13 หน้าจอจะบอกการปรับค่าต่างๆ เพื่อทำงาน แต่ถ้าไม่บอก
  - 5.5 กด recall แล้วใส่เลขของโลหะ ↵ หน้าจอจะบอก mA, wavelength , และ bandwidth
  - 5.6 ปรับกระแสที่ข้างหลอด Al = 8 mA, แล้วปรับความยาวและความกว้างคลื่น โดยจะมีให้เลือกดังนี้

$\lambda$ (nm)	sens ( $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ )	BW (nm)
309.3	0.4	1.0
394.4	1.0	0.5
257.5	3.0	0.3

โดยในการทดลองนี้จะใช้ความยาวและกว้างที่ชุด 1

- 5.7 ปรับปุ่ม high voltage ให้เข้า green zone ให้มากที่สุด (ในที่นี้ใช้ Al=620) แล้วปรับ wavelength เล็กน้อยเพื่อให้เข้า green zone มากที่สุด
- 5.8 เปิด valve ของเครื่อง โดยเปิดจาก off มาเป็น air แล้วทำการตรวจสอบค่า flow rate ให้ได้ 10 ml/นาที (1ml/6นาที)
- 5.9 เปิดก๊าซอะเซทิลีนให้สุดแล้วบิดกลับมา 1 รอบ แล้วปรับ regulator ให้เลยเส้นสีดำจากนั้นจุดไฟโดยปรับจาก air ไปยัง air/fuel แล้วกด pilot แล้วเปิดก๊าซไนตรัส หลังจากนั้นปรับปุ่มไปยัง N<sub>2</sub>O/Fuel สังเกตว่าถ้าเปลวไฟไม่เป็นสีเขียวสม่ำเสมอ หรือมีสีฟ้า

ออกสว่าง แสดงว่า อะเซทิลีนอาจน้อยกว่า 75 psig ให้ปิดเครื่อง แล้วเปลี่ยนก๊าซถังใหม่ ถ้าความดันมากกว่า 75 psig ให้ทำการทดลองต่อโดยปรับสปีไฟให้เป็น red cone (1.5 cm) และปรับ ระดับ fuel=8, Oxidant =9 (ส่วนสำคัญต่อการวัดค่าอะลูมิเนียม คือ ค่า fuel และ Oxidant สามารถปรับได้ในขณะทดลอง เพื่อให้เปลวไฟเป็น red cone 1.5 cm )

6. เริ่มวัด Standard โดยกด std.
7. ล้างค่าเก่าให้หมดโดยใส่ค่าน้ำกลั่นเป็น 0.000 จำนวน 5 ค่า โดยใส่ตัวเลข 0.000 กด ↵ รอ 5 วินาที แล้วกด read ให้เครื่องอ่าน 5 ค่า ↵ จะแสดงกราฟ แล้วกด Std เพื่อกลับไปหน้าจอ standard อีกครั้ง ทำจนครบ 5 ครั้ง
8. เริ่มวัด standard ที่เตรียม (0, 1, 3, 5, 7, 9 ppm ถ้าเป็นชุดนี้การใส่ข้อมูลเป็นทศนิยม 3 ตำแหน่ง เช่น 1.000 หรือ อาจเป็น 0,2,4,6,8,10 ppm ถ้าเป็นชุดนี้ข้อมูลเป็นทศนิยม 2 ตำแหน่งเช่น 02.00) โดยครั้งแรกใส่ค่า 0.000 หรือ 00.00 (ตำแหน่งทศนิยมต้องคงที่ และใส่ข้อมูลได้ 5ตัวรวมทศนิยม) ↵ รอ 5 วินาที แล้ว กด read ให้เครื่องอ่าน 20 ครั้ง ↵ เพื่อหยุดการอ่านค่า แล้วกด Std เพื่อกลับไปวัดค่า standard อีกครั้ง ใส่ค่า 1.000 หรือ 01.00 ↵ แล้วทำเหมือนเดิม จนครบ 6 ตัวอย่าง standard แล้วกด curve ↵ ให้เครื่องวาดกราฟ
9. เริ่มวัด sample โดยกด Statistic กด ↵ เลือก mode 2 ↵
10. วัด sample โดยใช้วิธีเดียวกับการวัดค่า standard เครื่องจะบอกค่าเป็น ppm ให้ ดูว่า SD ไม่เกิน 1.000% ทำการทดลองซ้ำ 5ครั้งต่อ 1 ตัวอย่างและจดค่า
11. การปิดเครื่อง
  - 11.1 ปิดปั๊มจาก N<sub>2</sub>O/Fuel เป็น Air/Fuel และ เป็น Air แล้วทิ้งไว้ให้เครื่องดูดน้ำกลั่นเพื่อล้างเครื่องเป็นเวลา 10 นาที
  - 11.2 ปิดปั๊มเป็น OFF แล้วปิดถังแก๊สทั้งสองถังโดยเริ่มจาก ปิด NO<sub>2</sub> แล้วค่อยปิด Acetylene
  - 11.3 ปรับ ปั๊มค่าข้างหลอด HCL ให้เป็น 0 mA
  - 11.4 ปิด bandwidth โดยค่อยๆ ปรับทีละค่า และ ล็อค wavelength (การล็อคทำโดยหมุนตัวแกนที่ยื่นออกมาให้ลักษณะตามเข็มนาฬิกาขวาสุด)
  - 11.5 ปิด high voltage
  - 11.6 เอาก๊าซ Acetylene ที่ค้างในท่อก๊าซ ออกโดยหมุนปั๊มสลับไปมาระหว่าง air/acetylene กับ off สังเกตว่า ความดันที่ pressure gauge ทั้ง 2 อันจะลดลง
  - 11.7 เอาก๊าซ Nitrous ที่ค้างในท่อก๊าซออก โดยหมุนปั๊มสลับไปมาระหว่าง N<sub>2</sub>O/Fuel กับ off สังเกตว่า ความดันที่ pressure gauge ทั้ง 2 อันจะลดลง
  - 11.8 ปิดหน้าจอโดยหมุนจาก Operate มาเป็น standby
  - 11.9 ปิด stabilizer ตรงปั๊ม Powerและปิด Hood รวมทั้งท่อนำก๊าซของ Hood

## ภาคผนวก จ

## การคำนวณปริมาตรของน้ำมันที่ใช้ในการทดลอง

น้ำมัน ณ วันที่ 3 สิงหาคม 2544 : มวลของน้ำมันที่ใช้ 3 กรัม วัดปริมาณอะลูมิเนียมได้ 590 และ 550 ค่าเฉลี่ย =  $(590+550)/2 = 570$  มิลลิกรัม/ลิตร

คิดเป็นปริมาณอะลูมิเนียม =  $100 * 570/3 = 19000$  มิลลิกรัมอะลูมิเนียม/กิโลกรัมน้ำมัน

อะลูมิเนียม 19 กรัม ในน้ำมัน 1000 กรัม

ต้องการอะลูมิเนียม 1 กรัม ใช้ น้ำมัน  $1000/19 = 52.6319$  กรัม

กำหนดให้ r เป็นอัตราส่วนโดยน้ำหนักของน้ำต่อน้ำมัน

ค่าความหนาแน่นที่อุณหภูมิ 32 องศาเซลเซียส

$$\rho_0 = 0.998 \text{ g/cm}^3$$

$$\rho_w = 0.876 \text{ g/cm}^3$$

$$1.1 \text{ r} = 10:1$$

หาอัตราส่วนโดยปริมาตร

$$\frac{10}{0.998} \text{ cm}^3 : \frac{52.6316}{0.876} \text{ cm}^3$$

$$10.0200 \text{ cm}^3 : 60.0817 \text{ cm}^3$$

$$I = \frac{100}{10.0200 + 60.0817} = 1.4265$$

$$V_w = 10.0200 \cdot 1.4265 = 14.29 \text{ cm}^3$$

$$V_o = 60.0817 \cdot 1.4265 = 85.71 \text{ cm}^3$$

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

1.2  $r = 20:1$ 

หาอัตราส่วนโดยปริมาตร

$$\frac{20}{0.998} \text{ cm}^3 : \frac{52.6316}{0.876} \text{ cm}^3$$

$$20.0401 \text{ cm}^3 : 60.0817 \text{ cm}^3$$

$$\therefore I = \frac{100}{20.0401 + 60.0817} = 1.2481$$

$$\therefore V_w = 20.0401 \times 1.2481 = 25.01 \text{ cm}^3$$

$$V_o = 60.0817 \times 1.2481 = 74.99 \text{ cm}^3$$

1.3  $r = 30:1$ 

หาอัตราส่วนโดยปริมาตร

$$\frac{30}{0.998} \text{ cm}^3 : \frac{52.6316}{0.876} \text{ cm}^3$$

$$30.0601 \text{ cm}^3 : 60.0817 \text{ cm}^3$$

$$I = \frac{100}{30.0601 + 60.0817} = 1.1094$$

$$V_w = 30.0601 \times 1.1094 = 33.35 \text{ cm}^3$$

$$V_o = 60.0817 \times 1.1094 = 66.65 \text{ cm}^3$$

1.4 r = 40:1

หาอัตราส่วนโดยปริมาตร

$$\frac{40}{0.998} \text{ cm}^3 : \frac{52.6316}{0.876} \text{ cm}^3$$

$$40.0802 \text{ cm}^3 : 60.0817 \text{ cm}^3$$

$$\therefore I = \frac{100}{40.0802 + 60.0817} = 0.9984$$

$$\therefore V_w = 40.0802 \times 0.9984 = 40.02 \text{ cm}^3$$

$$V_o = 60.0817 \times 0.9984 = 59.98 \text{ cm}^3$$

1.5 r = 50:1

หาอัตราส่วนโดยปริมาตร

$$\frac{50}{0.998} \text{ cm}^3 : \frac{52.6316}{0.876} \text{ cm}^3$$

$$50.1002 \text{ cm}^3 : 60.0799 \text{ cm}^3$$

$$\therefore I = \frac{100}{50.1002 + 60.0799} = 0.9076$$

$$\therefore V_w = 50.1002 \times 0.9076 = 45.47 \text{ cm}^3$$

$$V_o = 60.0799 \times 0.9076 = 54.53 \text{ cm}^3$$



## ภาคผนวก ฉ

### วิธีการใช้งาน Coulter และการเตรียมสารเพื่อวิเคราะห์ขนาดอนุภาค

การเตรียมสารเพื่อวิเคราะห์ขนาดอนุภาคด้วย เครื่อง Coulter LS 230 ของห้องปฏิบัติการวิจัยชีวเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยมีดังนี้

1. แยกสารที่ได้จากการทดลองออกจากน้ำมัน โดยพยายามกำจัดน้ำมันออกให้ได้มากที่สุด
2. ต้องเตรียมสารให้มีการแตกตัวและแขวนลอยในสารละลายให้มากที่สุด เนื่องจากสารที่มีขนาดเล็กมักเกาะติดกันเป็นก้อน ด้วยแรงไฟฟ้าสถิตย์ หรือปฏิกิริยาทางเคมี ทำให้การวิเคราะห์ผิดพลาดได้ ดังนั้นจึงต้องหาตัวกลางที่ไม่ละลายสารที่จะทดสอบ ซึ่งในที่นี้ใช้เอทานอลเป็นตัวกลาง ซึ่งตัวกลางที่ดีควรมีคุณสมบัติดังนี้คือ
  - ไม่ควรละลายหรือเกิดปฏิกิริยากับอนุภาค
  - ของเหลวควรต่อต้านการจับตัวเป็นก้อนของอนุภาค
  - ความหนาแน่นของของเหลวควรน้อยกว่าความหนาแน่นของอนุภาค
  - ความหนืดของของเหลวควรเหมาะสมเพื่อที่จะได้ใช้เวลาในการวิเคราะห์ไม่นานจนเกินไป
3. นำสารที่จะทดสอบมาในปริมาณเท่ากันคือ 0.3 กรัม ใส่ลงในภาชนะ แล้วเติมเอทานอลปริมาณ 10 มิลลิลิตรลงไป แล้วนำไปเข้าเครื่อง Ultrasonic Vibrator เป็นเวลา 15 นาที ทำให้สารแตกตัวได้ดียิ่งขึ้นก่อนนำไปเข้าเครื่องทดสอบ
4. การทดสอบการกระจายตัวของสารในตัวกลาง คือการนำไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์ หรือพิจารณาจากการเติมสารแขวนลอยลงในหลอดทดลอง แล้วทิ้งไว้สักครู่ แล้วจึงสังเกตดูบริเวณรอยต่อของชั้นตัวกลางและชั้นสารแขวนลอยที่จะแยกตัวกันอย่างชัดเจน แสดงว่าอนุภาคมีการจับตัวกัน ให้เลือกสารที่จะทดสอบว่าจะต้องเป็นสารที่มีการตกตะกอนน้อยที่สุด
5. เปิดเครื่อง Coulter โดยให้ทำการอุ่นเครื่องก่อนเป็นเวลา 30 นาที
6. เปิดโปรแกรม COULTER\_LS ที่เครื่องคอมพิวเตอร์ที่ต่อเข้ากับเครื่องวัดขนาดอนุภาค
7. ล้างเซลล์สำหรับวัดขนาดอนุภาคด้วยเอทานอล 3 ครั้ง จากนั้นเติมเอทานอลจนเต็มเซลล์ แล้วทำการไล่ฟองอากาศออกจากเซลล์ให้หมด
8. กดเลือกคำสั่ง run cycle ในโปรแกรม Coulter เพื่อทำการวัดค่า Offset และวัดค่า Background ของเซลล์ จนโปรแกรมแสดงข้อความให้ใส่สารตัวอย่าง

9. ทำการใส่สารตัวอย่างลงในเซลล์วัดขนาดอนุภาค จนกระทั่ง ค่า Obscuration อยู่ใน ช่วง 8 ถึง 12 %
10. ใส่ข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับสารตัวอย่างที่ทำการวัดขนาดอนุภาค และเลือกชนิดของตัว ทำละลายเป็นเอทานอล
11. กดคำสั่ง Done เพื่อให้เครื่องทำการวัดขนาดอนุภาค
12. เครื่องวัดขนาดอนุภาคจะใช้สมการ Fraunhofer Model ในการคำนวณขนาดของ อนุภาค



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## ภาคผนวก ข

## ปริมาณของอะลูมิเนียมไตรเอทิลที่ถูกดูดซึมในน้ำมันแร่ขาว

จากการวิเคราะห์น้ำมันตัวอย่างด้วยเครื่อง AAS มีปริมาณอะลูมิเนียม 17,853 ส่วนในล้านส่วน หรือ

จาก น้ำมันตัวอย่าง 1,000,000 กรัม มีปริมาณอะลูมิเนียม 17,853 กรัม  
 น้ำมันตัวอย่าง 100 กรัม มีปริมาณอะลูมิเนียม 1.785 กรัม

คิดเป็นจำนวนโมลคือ  $\frac{1.785}{26.982} = 0.0662$

คิดเป็นอะลูมิเนียมไตรเอทิล  $\text{Al}(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$  เท่ากับ 0.07 โมล

$\text{Al}(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$	1	โมล	มีน้ำหนัก	114.17	กรัม
$\text{Al}(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$	0.0662	โมล	มีน้ำหนัก	$= \frac{0.0662 \times 114.17}{1}$	= 7.55 กรัม

ดังนั้นปริมาณของอะลูมิเนียมไตรเอทิลที่ถูกดูดซึมเข้าทำปฏิกิริยากับเอทิลไดเอทานอลเอมีนในน้ำมันแร่ขาวคิดเป็นร้อยละ 7.55 โดยน้ำหนัก

สถาบันวิทยบริการ  
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## ภาคผนวก ช

## ปริมาณของ EDEA ที่ผสมในน้ำมันตัวอย่างก่อนการดูดซับอะลูมิเนียมอัลคิล

จากการวิเคราะห์น้ำมันตัวอย่างด้วยเครื่องวิเคราะห์อินทรีย์สาร มีปริมาณดังนี้คือ  
จาก น้ำมันตัวอย่าง 100 กรัม มีปริมาณไนโตรเจน 0.558 กรัม

$$\text{คิดเป็นจำนวนโมลของไนโตรเจนคือ } \frac{0.558}{14.007} = 0.0398 \text{ โมล}$$

ถ้าคิดว่าไนโตรเจนที่ได้ทั้งหมดมาจากเอทิลไดเอทานอลเอมีนดังนี้

คิดเป็นเอทิลไดเอทานอลเอมีน  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$  เท่ากับ 0.0398 โมล

$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$  1 โมล มีน้ำหนัก 133.189 กรัม

$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$  0.0398 โมล มีน้ำหนัก  $= \frac{0.0398 \times 133.189}{1} = 5.30$  กรัม

ดังนั้นปริมาณของเอทิลไดเอทานอลเอมีน ที่ใส่เข้าไปในปฏิกิริยาเพื่อเข้าทำปฏิกิริยากับอะลูมิเนียมไตรเอทิลในน้ำมันแร่ขาวคิดเป็นร้อยละ 5.30 โดยน้ำหนัก

## ภาคผนวก ฅ

การคำนวณปริมาณอัตราส่วนของธาตุจากร้อยละของธาตุที่ได้จากเครื่องวิเคราะห์  
อินทรีย์สารและ AAS

น้ำหนักอะตอมของแต่ละธาตุดังนี้ AI=26.982 , N=14.007 , O=15.999 , C=12.011 ,  
H=1.008

จากการวิเคราะห์น้ำมันตัวอย่างมีผลดังนี้

อัตราส่วนของธาตุเป็นร้อยละที่ได้จากเครื่องวิเคราะห์อินทรีย์สารและ AAS

ร้อยละ คาร์บอน : ไฮโดรเจน : ออกซิเจน : อะลูมิเนียม : ไนโตรเจน

80.005 : 13.701 : 4.065 : 1.671 : 0.558

เทียบเป็นอะตอม

$\frac{80.005}{12.011}$  :  $\frac{13.701}{1.008}$  :  $\frac{4.065}{15.999}$  :  $\frac{1.671}{26.982}$  :  $\frac{0.558}{14.007}$

6.661 : 13.592 : 0.254 : 0.062 : 0.040

หารตลอดด้วย.040

$\frac{6.661}{0.040}$  :  $\frac{13.592}{0.040}$  :  $\frac{0.254}{0.040}$  :  $\frac{0.062}{0.040}$  :  $\frac{0.040}{0.040}$

166.525 : 339.800 : 6.350 : 1.550 : 1

คูณตลอดด้วย 2

333.050 : 679.600 : 12.700 : 3.100 : 2

อัตราส่วนอะตอม

333 : 680 : 13 : 3 : 2

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



## ภาคผนวก ญ

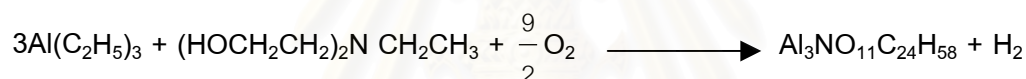
### ร้อยละของสารประกอบอัลคอกไซด์ในน้ำมันตัวอย่าง

#### 1. การคำนวณสูตรโมเลกุลของน้ำมันแร่ขาว

จากการวิเคราะห์ธาตุและอินทรีย์สารในน้ำมันตัวอย่างด้วย AAS และ Elemental Analyzer มีอัตราส่วนของจำนวนอะตอมของธาตุและหักเอทิลไดเอทานอลเอมีนที่เหลือออกจะมีอัตราส่วนดังนี้

คาร์บอน : ไฮโดรเจน : ออกซิเจน : อะลูมิเนียม : ไนโตรเจน  
331 : 672 : 11 : 3 : 1

สมการที่ได้จากการวิเคราะห์ผลการทดลองเป็นดังนี้



น้ำหนักโมเลกุลของสารประกอบ  $\text{Al}_3\text{NO}_{11}\text{C}_{24}\text{H}_{58}$  ที่เกิดขึ้น

(น้ำหนักอะตอมของแต่ละธาตุดังนี้ Al=26.982 , N=14.007 , O=15.999 , C=12.011 , H=1.008 )

$$\begin{aligned} &= (26.982 \times 3) + (14.007 \times 1) + (15.999 \times 11) + (12.011 \times 24) + (1.008 \times 58) \\ &= 80.946 + 14.007 + 175.989 + 288.264 + 58.464 \\ &= 617.67 \end{aligned}$$

คำนวณอัตราส่วนของจำนวนอะตอมของธาตุจาก  $\text{Al}_3\text{NO}_{11}\text{C}_{24}\text{H}_{58} + \text{H}_2$  ได้ดังนี้

คาร์บอน : ไฮโดรเจน : ออกซิเจน : อะลูมิเนียม : ไนโตรเจน  
24 : 60 : 11 : 3 : 1

ดังนั้นจะคำนวณปริมาณอะตอม คาร์บอน และไฮโดรเจนของน้ำมันแร่ขาวได้คือ

$$\begin{aligned} \text{คาร์บอน} &= 331 - 24 = 307 \text{ อะตอม} \\ \text{ไฮโดรเจน} &= 672 - 60 = 612 \text{ อะตอม} \end{aligned}$$

ดังนั้นสูตรโมเลกุลของน้ำมันแร่ขาวคือ  $C_{307}H_{612}$

น้ำหนักโมเลกุลของน้ำมันแร่ขาว คือ  $(12.011 \times 307) + (1.008 \times 612) = 4304.273$

## 2. คำนวณร้อยละโดยน้ำหนักของสารประกอบอัลคอกไซด์ และร้อยละของน้ำมันแร่ขาว ใน น้ำมันตัวอย่าง

$$\begin{aligned} & \text{แสดงว่าในสารทั้งหมดมีน้ำหนักคือ} \\ & = \text{น้ำมันแร่ขาว} + \text{สารประกอบอัลคอกไซด์} + H_2 + \text{เอทิลไดเอทานอลเอมีน} \\ & = 4304.273 + 617.67 + 2.016 + \text{เอทิลไดเอทานอลเอมีน} \\ & = 4923.959 + \text{น้ำหนักของเอทิลไดเอทานอลเอมีน} \end{aligned}$$

จากน้ำมันทั้งหมด 100 มี เอทิลไดเอทานอลเอมีน อยู่ร้อยละ 2.64 ดังนั้น มี น้ำมันแร่ขาว + สารประกอบอัลคอกไซด์ +  $H_2 = 100 - 2.64 = 97.36$

ดังนั้นถ้า ร้อยละ 97.36 เทียบเป็น 4923.959 กรัม

$$\text{ร้อยละ } 2.64 \text{ เทียบเป็น } \frac{2.64 \times 4923.959}{97.36} = 133.517 \text{ กรัม}$$

ดังนั้นมีสารทั้งหมดในระบบคิดเป็น  $4923.959 + 133.517 = 5057.476$  กรัม

2.1 คำนวณร้อยละโดยน้ำหนักของสารประกอบอัลคอกไซด์ในน้ำมันตัวอย่าง

$$\begin{aligned} & = 617.67 \times 100 / 5057.476 \\ & = 12.213 \% \end{aligned}$$

2.2 คำนวณร้อยละโดยน้ำหนักของน้ำมันแร่ขาวในน้ำมันตัวอย่าง

$$= 4304.273 \times 100 / 5057.476 = 85.107 \%$$

2.3 คำนวณร้อยละโดยน้ำหนักของไฮโดรเจนในน้ำมันตัวอย่าง

$$= 2.016 \times 100 / 5057.476 = 0.040\%$$

3. **คำนวณร้อยละโดยน้ำหนักของอะลูมิเนียมในน้ำมันตัวอย่างจากสูตรโมเลกุล**

3.1  $Al_3NO_{11}C_{18}H_{42}$

จาก สารประกอบอัลคอกไซด์ 617.67 กรัม มี อะลูมิเนียม 80.946 กรัม

จาก สารประกอบอัลคอกไซด์ 12.213 กรัม มี อะลูมิเนียม =

$$\frac{12.213 \times 80.946}{617.67}$$

$$= 1.601 \text{ กรัม}$$

หรือมีอะลูมิเนียมคิดเป็นร้อยละ 1.601

4. **คำนวณร้อยละของความผิดพลาดที่เกิดจากการหาโครงสร้างโมเลกุล**

จาก AAS พบว่ามีอะลูมิเนียมในน้ำมันตัวอย่างร้อยละ 1.671

จาก คำนวณสูตรโมเลกุลมีอะลูมิเนียมในน้ำมันตัวอย่างร้อยละ 1.601

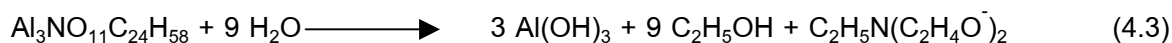
$$\text{ร้อยละความผิดพลาด} = \frac{1.671 - 1.601}{1.671} \times 100$$

$$= 4.189$$

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## ภาคผนวก ก

## อัตราส่วนโดยมวลของน้ำและอะลูมิเนียมที่เข้าทำปฏิกิริยาโดยสมบูรณ์



จากสมการการไฮโดรไลซิสอย่างสมบูรณ์ของน้ำมันตัวอย่างและ น้ำ จะสามารถคำนวณปริมาณของ อะลูมิเนียมต่อน้ำคือ

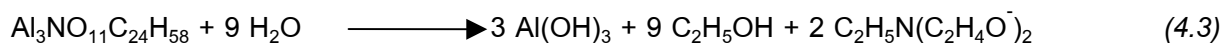
อัตราส่วนของ	อะลูมิเนียม	:	น้ำ
อัตราส่วนโดยโมเลกุล	3	:	9
อัตราส่วนโดยน้ำหนัก	$3 \times 26.982$	:	$9 \times 18.015$
	80.946	:	162.135
อัตราส่วนอย่างต่ำโดยน้ำหนัก	$\frac{80.946}{80.946}$	:	$\frac{162.135}{80.946}$
	1	:	2

ดังนั้นอัตราส่วนการเข้าทำปฏิกิริยาโดยมวลอย่างสมบูรณ์ของน้ำต่ออะลูมิเนียมคือ 2 ต่อ 1

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## ภาคผนวก ฏ

ปริมาณสารที่เกิดและเหลือจากปฏิกิริยาและผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากการไฮโดรไลซิส



1. ปริมาณน้ำมันแร่ขาวที่ผสมอยู่ในน้ำมันตัวอย่างเริ่มต้นก่อนไฮโดรไลซิส

ในน้ำมันตัวอย่างมีปริมาณของน้ำมันแร่ขาวร้อยละโดยน้ำหนัก = 85.107

ในน้ำมันตัวอย่างมีปริมาณของสารประกอบอัลคอกไซด์ร้อยละโดยน้ำหนัก = 12.213

น้ำหนักโมเลกุลของอัลคอกไซด์  $\text{Al}_3\text{NO}_{11}\text{C}_{24}\text{H}_{58}$  คือ  $617.67 \text{ g/mol}$

เมื่อดูจากภาคผนวก จ-การคำนวณปริมาตรของน้ำมันที่ใช้ในการทดลอง

1.1 ที่อัตราส่วนโดยมวลของน้ำต่ออะลูมิเนียมเป็น 10 : 1

$$\text{ใช้ปริมาตรของน้ำมันตัวอย่างคือ } 85.7 \text{ cm}^3 = 85.7 \text{ cm}^3 \cdot 0.876 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} = 75.073 \text{ g}$$

$$\text{มีปริมาณน้ำมันแร่ขาว} = 75.073 \cdot \frac{85.107}{100} = 63.89 \text{ g}$$

$$\text{มีปริมาณของสารประกอบอัลคอกไซด์} = 75.073 \cdot \frac{12.213}{100} = 9.17 \text{ g}$$

$$\text{คิดเป็นจำนวนโมลคือ} = \frac{9.17 \text{ g}}{617.67 \text{ g/mol}} = 0.01485 \text{ mol}$$

1.2 ที่อัตราส่วนโดยมวลของน้ำต่ออะลูมิเนียมเป็น 20 : 1

$$\text{ใช้ปริมาตรของน้ำมันตัวอย่างคือ } 75.0 \text{ cm}^3 = 75.0 \text{ cm}^3 \cdot 0.876 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} = 65.7000 \text{ g}$$

$$\text{มีปริมาณน้ำมันแร่ขาว} = 65.7000 \cdot \frac{85.107}{100} = 55.92 \text{ g}$$

$$\text{มีปริมาณของสารประกอบอัลคอกไซด์} = 65.7000 \cdot \frac{12.213}{100} = 8.02 \text{ g}$$

$$\text{คิดเป็นจำนวนโมลคือ} = \frac{8.02 \text{ g}}{617.67 \text{ g/mol}} = 0.01298 \text{ mol}$$

1.3 ที่อัตราส่วนโดยมวลของน้ำต่ออะลูมิเนียมเป็น 30 : 1

$$\text{ใช้ปริมาตรของน้ำมันตัวอย่างคือ } 66.7 \text{ cm}^3 = 66.7 \text{ cm}^3 \cdot 0.876 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} = 58.4292 \text{ g}$$

$$\text{มีปริมาณน้ำมันแร่ขาว} = 58.4292 \cdot \frac{85.107}{100} = 49.73 \text{ g}$$

$$\text{มีปริมาณของสารประกอบอัลคอกไซด์} = 58.4292 \cdot \frac{12.213}{100} = 7.14 \text{ g}$$

$$\text{คิดเป็นจำนวนโมลคือ} = \frac{7.14 \text{ g}}{617.67 \text{ g/mol}} = 0.01156 \text{ mol}$$

1.4 ที่อัตราส่วนโดยมวลของน้ำต่ออะลูมิเนียมเป็น 40 : 1

$$\text{ใช้ปริมาตรของน้ำมันตัวอย่างคือ } 60.0 \text{ cm}^3 = 60.0 \text{ cm}^3 \cdot 0.876 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} = 52.5600 \text{ g}$$

$$\text{มีปริมาณน้ำมันแร่ขาว} = 52.5600 \cdot \frac{85.107}{100} = 44.73 \text{ g}$$

$$\text{มีปริมาณของสารประกอบอัลคอกไซด์} = 52.5600 \cdot \frac{12.213}{100} = 6.42 \text{ g}$$

$$\text{คิดเป็นจำนวนโมลคือ} = \frac{6.42 \text{ g}}{617.67 \text{ g/mol}} = 0.01039 \text{ mol}$$

1.5 ที่อัตราส่วนโดยมวลของน้ำต่ออะลูมิเนียมเป็น 50 : 1

$$\text{ใช้ปริมาตรของน้ำมันตัวอย่างคือ } 54.5 \text{ cm}^3 = 54.5 \text{ cm}^3 \cdot 0.876 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} = 47.7420 \text{ g}$$

$$\text{มีปริมาณน้ำมันแร่ขาว} = 47.7420 \cdot \frac{85.107}{100} = 40.63 \text{ g}$$

$$\text{มีปริมาณของสารประกอบอัลคอกไซด์} = 47.7420 \cdot \frac{12.213}{100} = 5.83 \text{ g}$$

$$\text{คิดเป็นจำนวนโมลคือ} = \frac{5.83 \text{ g}}{617.67 \text{ g/mol}} = 0.00944 \text{ mol}$$



## 2. ปริมาณน้ำที่ใช้และเหลือจากปฏิกิริยา

น้ำมีความหนาแน่นคือ  $0.998 \frac{g}{cm^3}$

ที่ปริมาณอะลูมิเนียม 1 g ใช้น้ำในการเกิดปฏิกิริยา 2 g

2.1 ที่อัตราส่วนโดยมวลของน้ำต่ออะลูมิเนียมเป็น 10 : 1

$$\text{ใช้ปริมาตรของน้ำคือ } 14.3 \text{ cm}^3 = 14.3 \text{ cm}^3 \cdot 0.998 \frac{g}{cm^3} = 14.2714 \text{ g}$$

จากน้ำ 10 g                      ใช้น้ำ 2 g เหลือน้ำ 8 g

$$\text{น้ำจริง } 14.2714 \text{ g} \qquad \text{เหลือน้ำ } 14.2714 \cdot \frac{8}{10} = 11.4171 \text{ g}$$

$$\text{คิดเป็นปริมาตร คือ } \frac{11.4171}{0.998} = 11.44 \text{ cm}^3$$

2.2 ที่อัตราส่วนโดยมวลของน้ำต่ออะลูมิเนียมเป็น 20 : 1

$$\text{ใช้ปริมาตรของน้ำคือ } 25.0 \text{ cm}^3 = 25.0 \text{ cm}^3 \cdot 0.998 \frac{g}{cm^3} = 24.9500 \text{ g}$$

จากน้ำ 10 g                      ใช้น้ำ 2 g เหลือน้ำ 8 g

$$\text{น้ำจริง } 24.9500 \text{ g} \qquad \text{เหลือน้ำ } 24.9500 \cdot \frac{8}{10} = 19.9600 \text{ g}$$

$$\text{คิดเป็นปริมาตร คือ } \frac{19.9600}{0.998} = 9.98 \text{ cm}^3$$

2.3 ที่อัตราส่วนโดยมวลของน้ำต่ออะลูมิเนียมเป็น 30 : 1

$$\text{ใช้ปริมาตรของน้ำคือ } 33.4 \text{ cm}^3 = 33.4 \text{ cm}^3 \cdot 0.998 \frac{g}{cm^3} = 33.3332 \text{ g}$$

จากน้ำ 10 g                      ใช้น้ำ 2 g เหลือน้ำ 8 g

$$\text{น้ำจริง } 33.3332 \text{ g} \qquad \text{เหลือน้ำ } 33.3332 \cdot \frac{8}{10} = 26.6666 \text{ g}$$

$$\text{คิดเป็นปริมาตร คือ } \frac{26.6666}{0.998} = 26.72 \text{ cm}^3$$

2.4 ที่อัตราส่วนโดยมวลของน้ำต่ออะลูมิเนียมเป็น 40 : 1

$$\text{ใช้ปริมาตรของน้ำคือ } 40.0 \text{ cm}^3 = 40.0 \text{ cm}^3 \cdot 0.998 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} = 39.9200 \text{ g}$$

จากน้ำ 10 g                      ใช้น้ำ 2 g เหลือน้ำ 8 g

$$\text{น้ำจริง } 39.9200 \text{ g} \qquad \text{เหลือน้ำ } 39.9200' \cdot \frac{8}{10} = 31.9360 \text{ g}$$

$$\text{คิดเป็นปริมาตร คือ } \frac{31.9360}{0.998} = 32.000 \text{ cm}^3$$

2.5 ที่อัตราส่วนโดยมวลของน้ำต่ออะลูมิเนียมเป็น 50 : 1

$$\text{ใช้ปริมาตรของน้ำคือ } 45.5 \text{ cm}^3 = 45.5 \text{ cm}^3 \cdot 0.998 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} = 45.4090 \text{ g}$$

จากน้ำ 10 g                      ใช้น้ำ 2 g เหลือน้ำ 8 g

$$\text{น้ำจริง } 45.4090 \text{ g} \qquad \text{เหลือน้ำ } 45.4090' \cdot \frac{8}{10} = 36.3272 \text{ g}$$

$$\text{คิดเป็นปริมาตร คือ } \frac{36.3272}{0.998} = 36.40 \text{ cm}^3$$

### 3. ปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากสมการ การไฮโดรไลซิส

จากสมการที่ 4.9 เมื่อทราบจำนวนโมลของสารประกอบอัลคอกไซด์เริ่มต้นที่อัตราส่วนน้ำต่ออะลูมิเนียมต่างๆ จากหัวข้อที่ 1 สามารถคิดเป็นอัตราส่วนโมลของผลิตภัณฑ์ต่างๆ ได้ดังนี้

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



### ภาคผนวก จ

การหาตำแหน่งพีดแสดงหมู่ฟังก์ชันของสารที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย FTIR

เมื่อโครงสร้างเป็นดังรูปที่ 4.7 ก) จะมีหมู่ฟังก์ชันดังนี้ Al-O, O-C, C-C, C-H, C-N และ O-H

สำหรับตำแหน่งการเกิดของพันธะต่างๆ เป็น Chemical Shift ( $\delta$ ) จะเป็นไปตามสูตรคือ

$$\bar{\nu} = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{k}{\mu}} = 4.12 \sqrt{\frac{k}{\mu}}$$

$$\text{เมื่อ } \mu = \text{reduced mass in amu} = \left( \frac{M1M2}{M1+M2} \right)$$

เมื่อ M คือ น้ำหนักโมเลกุล (กรัม/โมลอะตอม)

1) Al-O

Al=27 กรัม/โมลอะตอม, O=16 กรัม/โมลอะตอม

$$\mu = \frac{27 \cdot 16}{27 + 16} = 10.05$$

$$\bar{\nu} = 4.12 \sqrt{\frac{5 \cdot 10^5}{10.05}} = 918.97 \text{ cm}^{-1}$$

2) O-C

O=16 กรัม/โมลอะตอม, C=12 กรัม/โมลอะตอม

$$\mu = \frac{16 \cdot 12}{16 + 12} = 6.857$$

$$\bar{\nu} = 4.12 \sqrt{\frac{5 \cdot 10^5}{6.857}} = 1,112.54 \text{ cm}^{-1}$$

3) C-C

C=12 กรัม/โมลอะตอม

$$\mu = \frac{12 \cdot 12}{12 + 12} = 6.000$$

$$\bar{\nu} = 4.12 \sqrt{\frac{5 \cdot 10^5}{6.000}} = 1,189.34 \text{ cm}^{-1}$$

- 4) C-H  
C=12 กรัม/โมลอะตอม, H= 1 กรัม/โมลอะตอม

$$\mu = \frac{12^{\text{a}} \cdot 1}{12 + 1} = 0.923$$

$$\bar{\nu} = 4.12 \sqrt{\frac{5^{\text{a}} \cdot 10^5}{0.923}} = 3,032.36 \text{ cm}^{-1}$$

- 5) C-N  
C=12 กรัม/โมลอะตอม, N= 14 กรัม/โมลอะตอม

$$\mu = \frac{12^{\text{a}} \cdot 14}{12 + 14} = 6.462$$

$$\bar{\nu} = 4.12 \sqrt{\frac{5^{\text{a}} \cdot 10^5}{6.462}} = 1,146.04 \text{ cm}^{-1}$$

- 6) O-H  
O=16 กรัม/โมลอะตอม, H= 1 กรัม/โมลอะตอม

$$\mu = \frac{16^{\text{a}} \cdot 1}{16 + 1} = 0.941$$

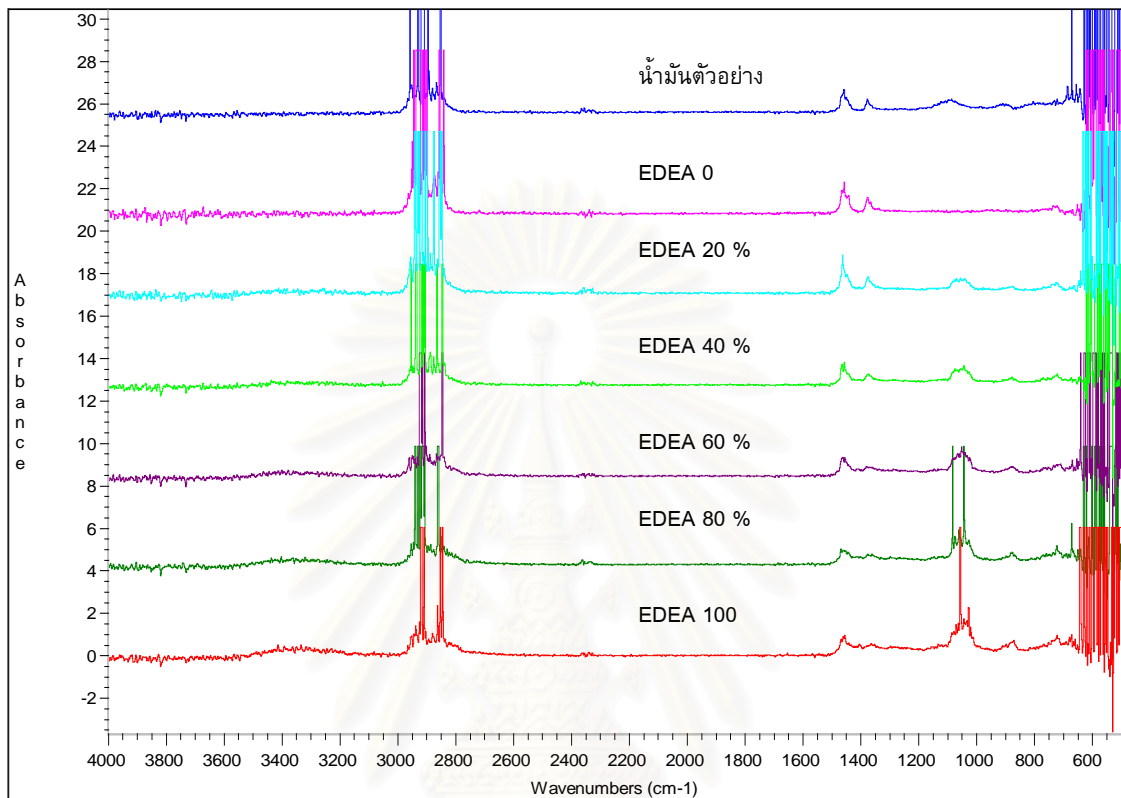
$$\bar{\nu} = 4.12 \sqrt{\frac{5^{\text{a}} \cdot 10^5}{0.941}} = 3,003.22 \text{ cm}^{-1}$$

โดยพันธะต่างๆ ฤทธิเป็นสารประกอบบริสุทธิ์มีจำนวนพันธะดังนี้

หมู่ฟังก์ชัน	ตำแหน่ง	จำนวนพันธะ
C-H	3,032.36	71
O-H	3,003.22	4
C-C	1,189.34	15
C-N	1,146.04	6
O-C	1,112.54	13
Al-O	918.97	16

ภาคผนวก ๗

การหาค่าร้อยละโดยมวลของเอทิลไดเอทานอลเอมีนที่เหลือจากการเข้าทำปฏิกิริยา



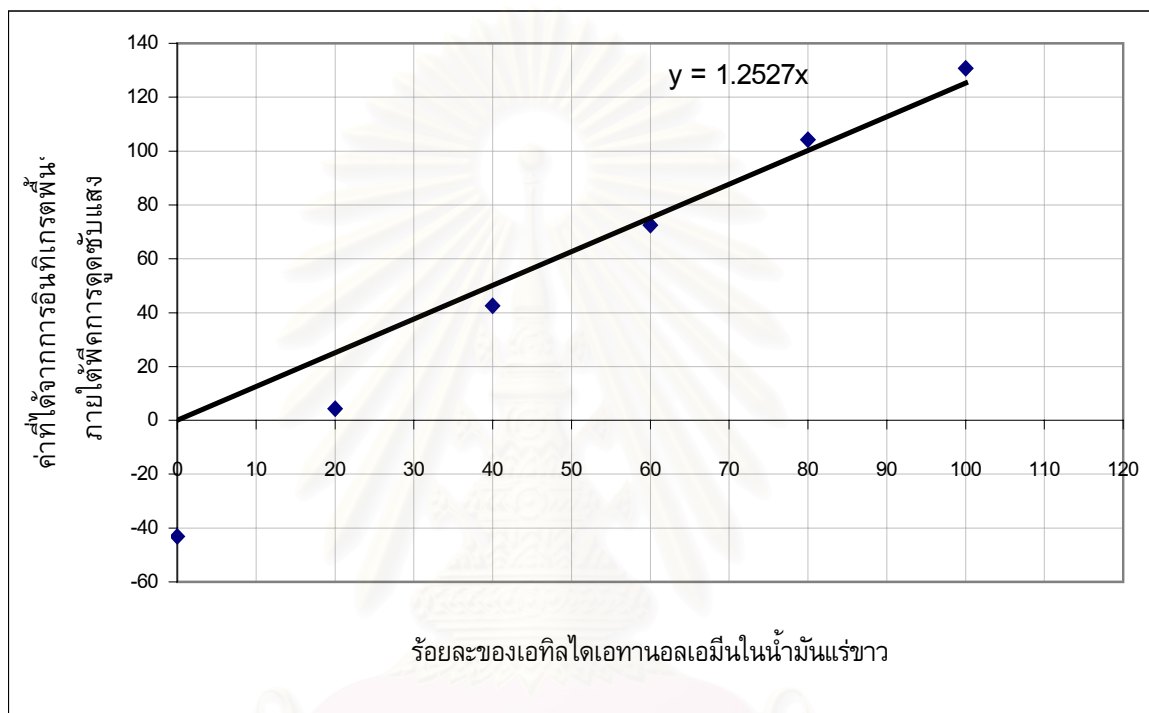
รูปที่ ๓๑ ความสัมพันธ์ระหว่างการดูดซับแสงและเลขคลื่นเมื่อความเข้มข้นของเอทิลไดเอทานอลเอมีนในน้ำมันแร่ขาวมีการเปลี่ยนแปลงในช่วงร้อยละ 0 ถึง 100

สาร	% EDEA	พื้นที่	ช่วงของเลขคลื่นที่หาพื้นที่ได้กราฟ		เส้นเปรียบเทียบ	
WO00	100	130.782	3736.41	3036.89	3736.91	3033.85
WO20	80	104.288	3736.41	3036.89	3736.91	3035.78
WO40	60	72.499	3736.41	3036.89	3743.61	3033.85
WO60	40	42.561	3736.41	3036.89	3739.75	3035.78
WO80	20	4.334	3736.41	3036.89	3741.68	3029.99
WO100	0	-43.108	3736.41	3036.89	3739.75	3035.78
น้ำมันตัวอย่าง	X	3.326	3736.41	3036.89	3739.75	3035.78

ตารางที่ ๓ 1 การหาพื้นที่ได้กราฟในช่วงของเลขคลื่นที่แสดงถึงหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซี (-OH) ในเอทิลไดเอทานอลเอมีน เพื่อหาความสัมพันธ์เชิงเส้น และใช้ในการหาความเข้มข้นของเอทิลไดเอทานอลเอมีนในตัวอย่าง



จากรูปที่ ๓1 เมื่อทำการอินทิเกรตพื้นที่ภายใต้พีคการดูดซับแสงในช่วงเลขคลื่น 3736.41 ถึง 3036.89 ของแต่ละความเข้มข้นของเอทิลไดเอทานอลเอมีน จะได้ค่าออกมาดังแสดงในตารางที่ ๓1 ซึ่งพบว่าเมื่อนำค่าที่ได้จากการอินทิเกรตในมากำหนดพิกัดลงในกราฟ จะมีความสัมพันธ์เชิงเส้นกับค่าความเข้มข้นของเอทิลไดเอทานอลเอมีนในน้ำมันแร่ขาวดังแสดงในรูปที่ ๓2



รูปที่ ๓2 ความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่างความเข้มข้นของเอทิลไดเอทานอลเอมีนในน้ำมันแร่ขาวกับค่าที่ได้จากการอินทิเกรตพื้นที่ภายใต้พีคของการดูดซับแสงในช่วงหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซีของเอทิลไดเอทานอลเอมีน

จากรูปที่ ๓2 จะได้ความสัมพันธ์เชิงเส้นคือ  $Y = 1.2527 X$  ซึ่งวิเคราะห์ได้ว่า

จาก  $Y = m X$

เมื่อ  $Y$  - พื้นที่ใต้กราฟของตำแหน่งการเกิดพันธะ OH

$X$  - ความเข้มข้นโดยมวลของเอทิลไดเอทานอลเอมีน

$m$  - ความชันของกราฟที่ได้จากการหาจุดตัดแกน  $y$  ที่ศูนย์

จากรูปได้ว่า  $Y = 1.2527 X$

จาก น้ำมันตัวอย่าง ค่าที่ได้จากการอินทิเกรตพื้นที่ที่มี

ค่า  $Y=3.326$  ดังนั้น

$$X = 3.326/1.2527$$

$$X = 3.326/1.2527$$

$$X = 2.66$$

ค่า 2.66 คือ ร้อยละของเอทิลไดเอทานอลเอมีนที่เหลือจากการทำปฏิกิริยากับอะลูมิเนียมจากภาคผนวก ซ มีเอทิลไดเอทานอลเอมีนเริ่มต้นในน้ำมันแร่ชาวคิดเป็นร้อยละ 5.30

ดังนั้นความเข้มข้นของเอทิลไดเอทานอลเอมีนในน้ำมันแร่ชาวที่เหลือจากการสร้างอัลคอกไซด์มีค่าเป็นร้อยละ  $5.30 - 2.66 = 2.64$  โดยน้ำหนัก



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## ภาคผนวก ฅ

## การหาอัตราส่วนอะตอมของน้ำมันแร่ขาวร่วมกับสารประกอบอัลคอกไซด์

อัตราส่วนของธาตุเป็นร้อยละที่ได้จากเครื่องวิเคราะห์อินทรีย์สารและ AAS

คาร์บอน	ไฮโดรเจน	ออกซิเจน	อะลูมิเนียม	ไนโตรเจน
80.005	13.701	4.065	1.671	0.558

อัตราส่วนของเอทิลไดเอทานอลเอมีนที่เหลือจากการเข้าทำปฏิกิริยาจากการวิเคราะห์ในภาคผนวก ฅ

	คาร์บอน	ไฮโดรเจน	ออกซิเจน	อะลูมิเนียม	ไนโตรเจน
จำนวนอะตอม	6	15	2	0	1
น้ำหนักของแต่ละธาตุในโมเลกุล	72.066	15.12	31.998	0	14.007
รวมมีน้ำหนักสารทั้งหมด	133.191 กรัม				
คิดเทียบให้ไนโตรเจนมี 0.281 กรัม	ต้องคูณด้วย 0.281/14.007				

ดังนั้นเอทิลไดเอทานอลที่เหลือมีอัตราส่วนของสารดังนี้

1.446	0.303	0.642	0	0.281
-------	-------	-------	---	-------

ดังนั้นสารประกอบอัลคอกไซด์รวมกับน้ำมันแร่ขาวจะมีอัตราส่วนดังนี้ (หักเอทิลไดเอทานอลเอมีนออกจากระบบ) จะเหลือดังนี้

78.559	13.398	3.423	1.671	0.277
--------	--------	-------	-------	-------

เทียบเป็นอะตอม คือ

6.5406	13.2913	0.2140	0.0619	0.0198
330.7376	672.1004	10.81905	3.13161	1
331	672	11	3	1

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## ภาคผนวก ณ

## ตารางผลการทดลอง

ตารางที่ ณ1 สัญลักษณ์แสดงสภาวะต่างๆ ที่ใช้ในการทดลอง

สภาวะในการทำปฏิกิริยา				สภาวะในการทำปฏิกิริยา			
Code	time,t (min)	temp, T (C)	rpm	Code	time,t (min)	temp, T (C)	rpm
A	15	30	100	X	30	80	100
B	15	50	100	Y	30	30	300
C	15	65	100	Z	30	50	300
D	15	80	100	AA	30	65	300
E	15	30	300	AB	30	80	300
F	15	50	300				
G	15	80	300				
H	15	65	300				
I	15	50	200				
J	20	50	300				
K	15	30	200				
L	15	65	200				
M	15	80	200				
N	20	80	300				
O	20	65	300				
P	20	30	300				
Q	30	30	200				
R	30	50	200				
S	30	65	200				
T	30	80	200				
U	30	30	100				
V	30	50	100				
W	30	65	100				

ตารางที่ ๓2 ร้อยละของอะลูมิเนียมที่ลดลงของน้ำมันที่ได้หลังการไฮโดรไลซิสที่สภาวะในการ  
ทำปฏิกิริยาต่างๆ

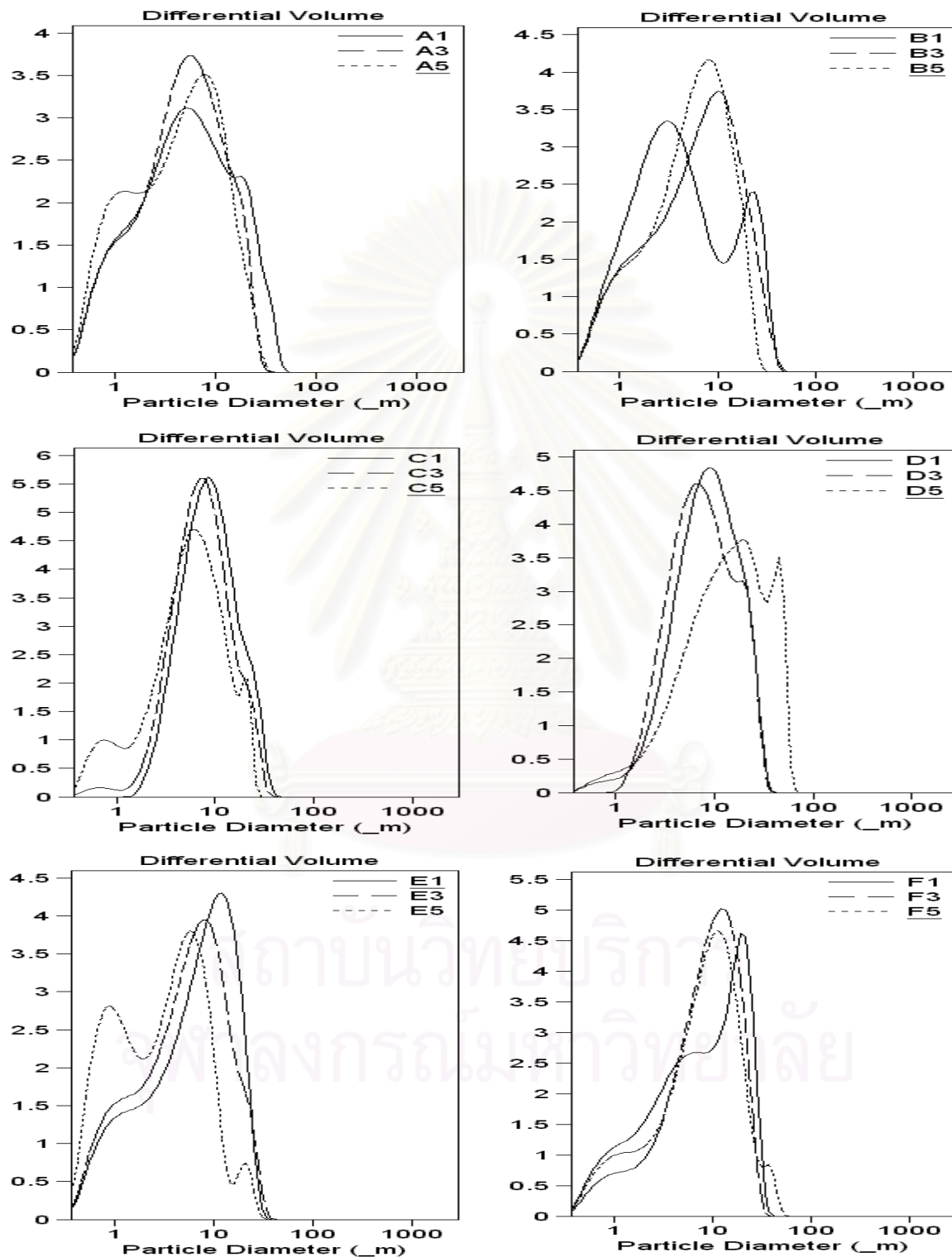
สภาวะการทำ ปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยมวลของน้ำต่ออะลูมิเนียม				
	10 :1	20:1	30:1	40:1	50:1
A	98.92	98.54	98.58	98.60	98.15
B	99.28	99.20	99.20	99.34	99.06
C	98.80	98.77	98.63	98.70	98.82
D	98.71	98.42	98.58	98.64	98.68
E	98.42	98.65	98.38	98.50	98.59
F	98.35	98.66	98.48	98.55	98.44
G	98.34	98.27	98.14	98.16	98.29
H	98.35	98.53	98.39	98.60	98.44
I	98.57	98.31	98.38	98.58	98.55
J	99.35	98.80	99.06	99.59	99.24
K	98.38	98.38	98.39	98.63	98.64
L	97.99	97.99	97.95	98.01	98.04
M	98.50	98.69	98.58	98.65	98.64
N	97.83	98.14	98.68	98.68	99.00
O	98.08	97.90	98.04	97.96	97.89
P	97.96	98.04	98.08	98.02	97.90
Q	98.48	98.49	98.59	98.54	98.49
R	98.48	98.58	98.58	98.38	98.34
S	98.31	98.44	97.90	98.36	97.79
T	98.36	98.37	98.43	98.09	97.94
U	99.53	98.65	98.98	97.63	98.99
V	98.95	98.74	98.84	98.82	98.73
W	98.13	98.23	98.22	98.12	97.98
X	98.87	98.97	99.76	99.65	99.56
Y	99.77	99.23	99.16	99.26	99.72
Z	99.55	99.56	99.75	99.45	99.72
AA	98.37	98.26	99.68	99.58	99.62
AB	99.23	99.56	99.72	99.48	99.65

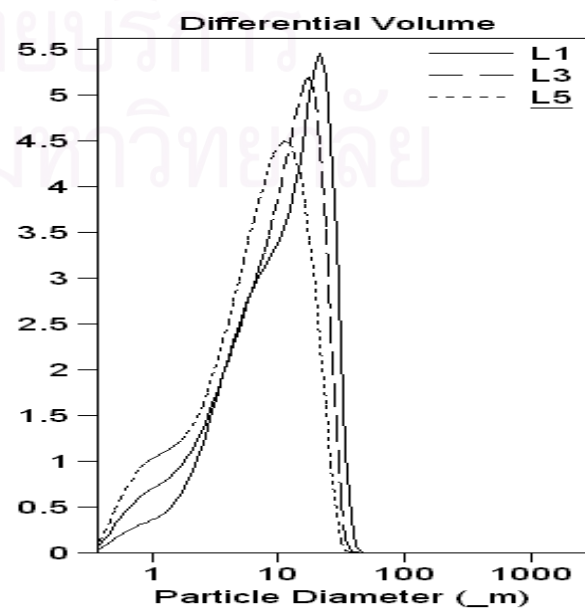
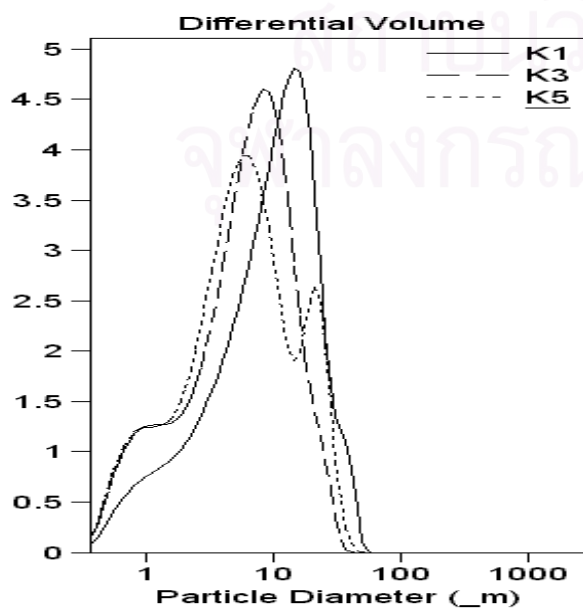
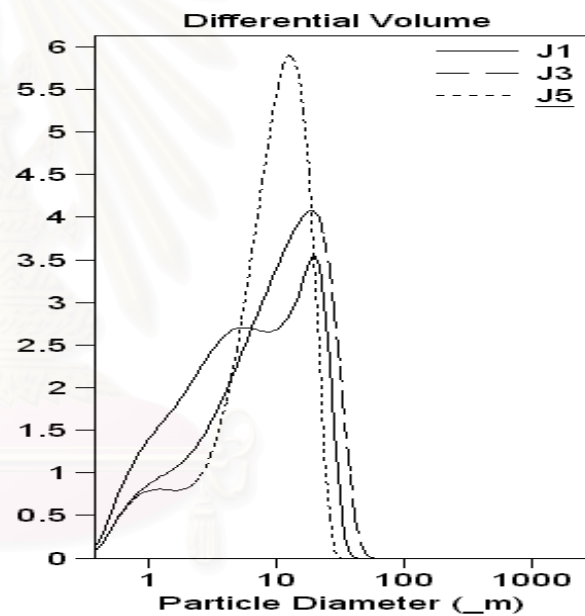
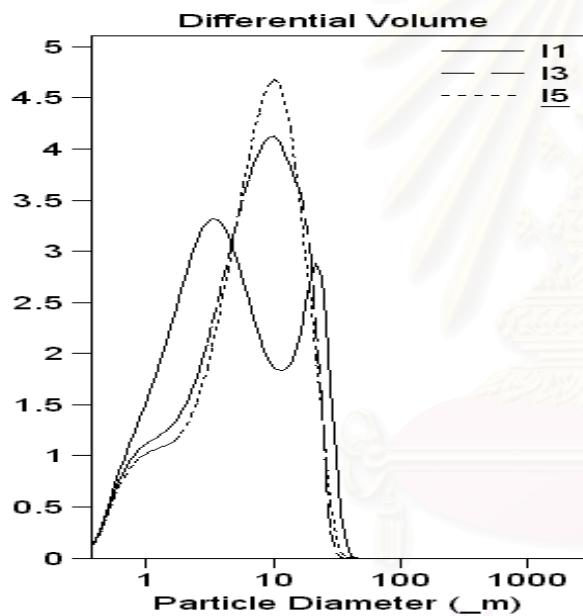
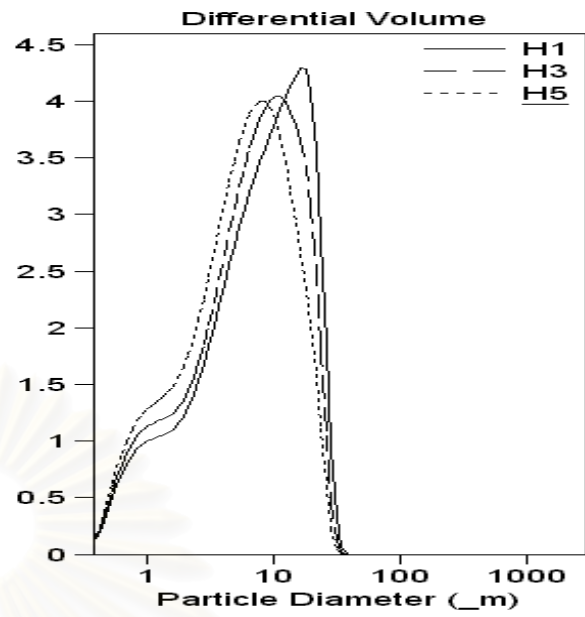
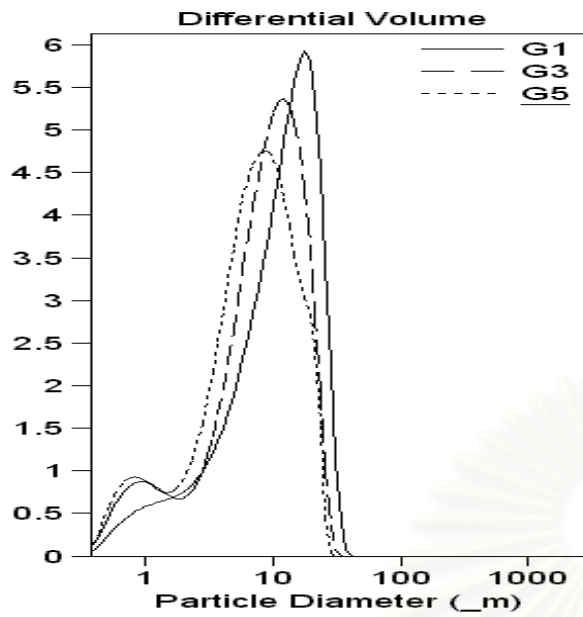
ตารางที่ ๓ ร้อยละของของน้ำมันที่ได้คืนกลับมาเทียบกับน้ำมันเริ่มต้นหลังการไฮโดรไลซิสที่  
สภาวะในการทำปฏิกิริยาต่างๆ

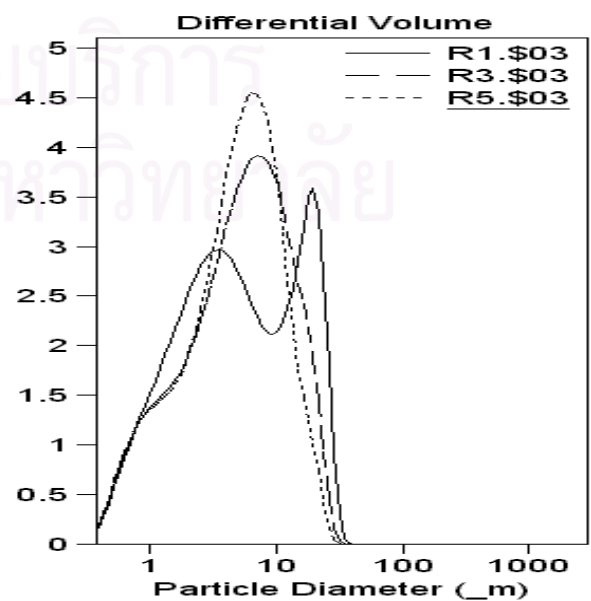
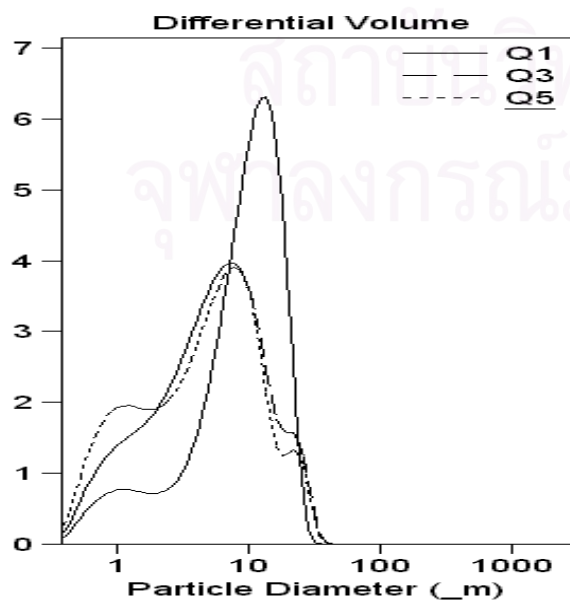
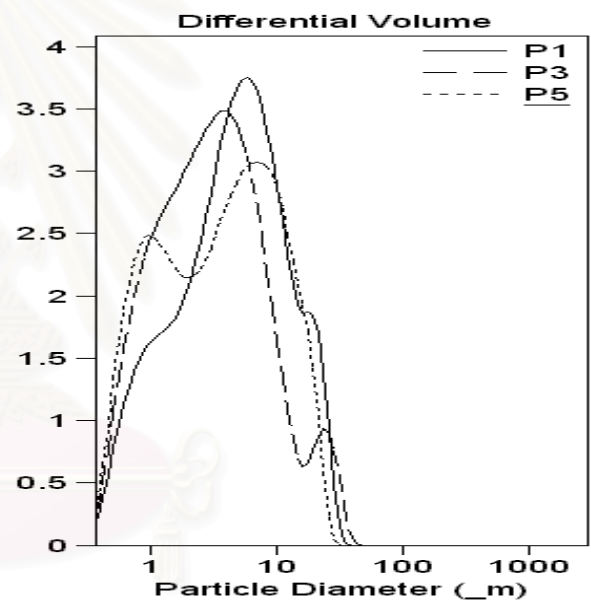
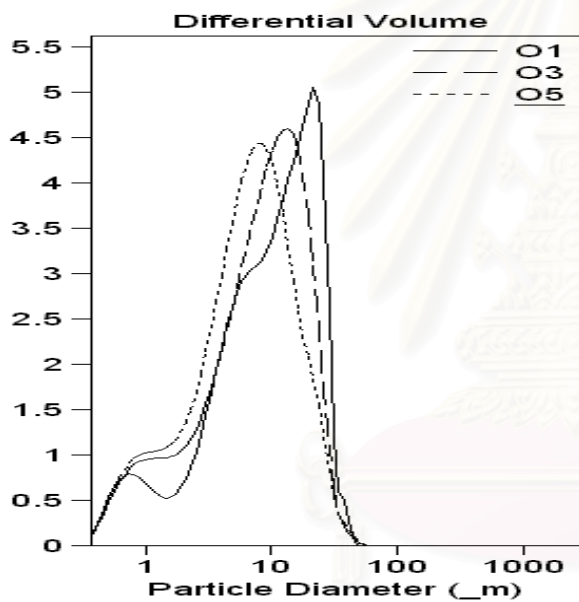
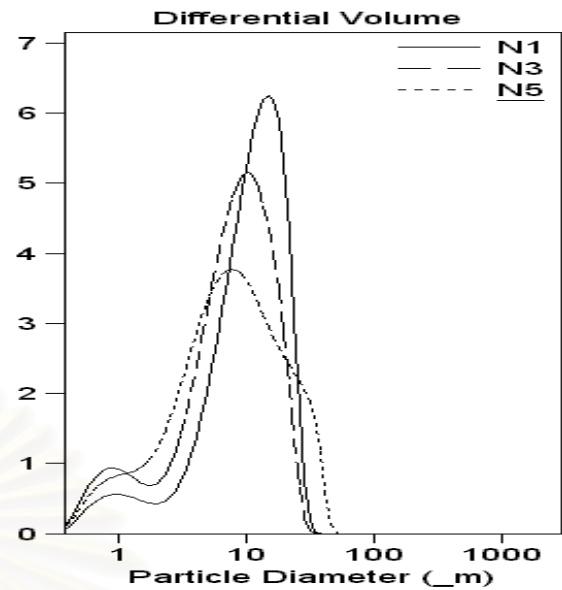
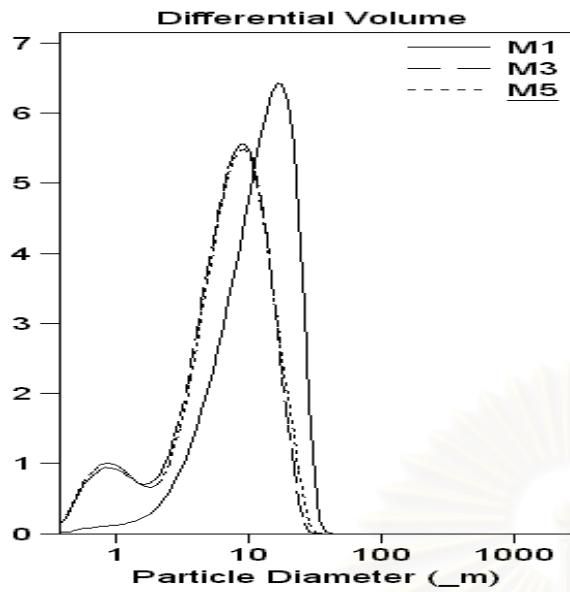
สภาวะการทำปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยมวลของน้ำต่ออะลูมิเนียม				
	10	20	30	40	50
A	56.33	58.82	53.20	55.56	48.93
B	38.90	46.38	40.36	40.00	41.70
C	48.05	44.44	41.65	35.09	30.58
D	44.62	49.52	52.68	50.93	45.87
E	43.76	43.01	46.85	50.00	52.42
F	41.18	57.14	45.81	57.14	56.07
G	58.34	50.45	54.14	54.05	56.07
H	47.31	51.85	56.73	57.02	56.07
I	51.86	52.53	52.68	57.02	62.77
J	43.34	43.24	49.98	57.29	59.19
K	54.91	41.67	47.12	34.31	34.40
L	42.14	44.44	44.57	49.55	49.59
M	37.84	42.11	44.57	40.54	44.63
N	35.65	41.90	45.81	46.30	47.18
O	37.84	41.90	49.98	53.76	57.34
P	17.16	18.52	18.74	23.81	27.80
Q	51.48	22.86	38.55	30.30	33.36
R	34.69	40.74	44.57	42.86	47.18
S	34.43	33.33	39.98	33.90	38.63
T	38.26	27.16	38.12	43.86	41.13
U	47.12	-	49.11	-	51.93
V	47.54	22.22	38.77	43.86	45.12
W	41.67	41.21	31.56	47.26	37.96
X	41.53	-	37.48	-	31.10
Y	21.61	-	24.99	-	32.19
Z	24.57	-	38.12	-	41.43
AA	30.34	-	39.45	-	43.54
AB	35.01	-	41.36	-	48.29

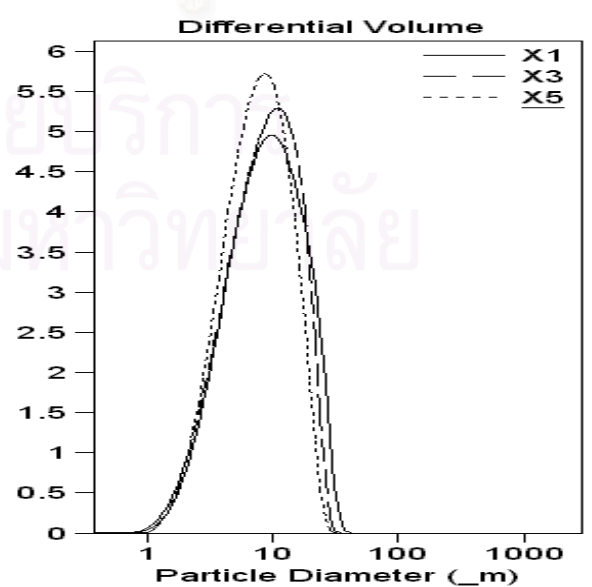
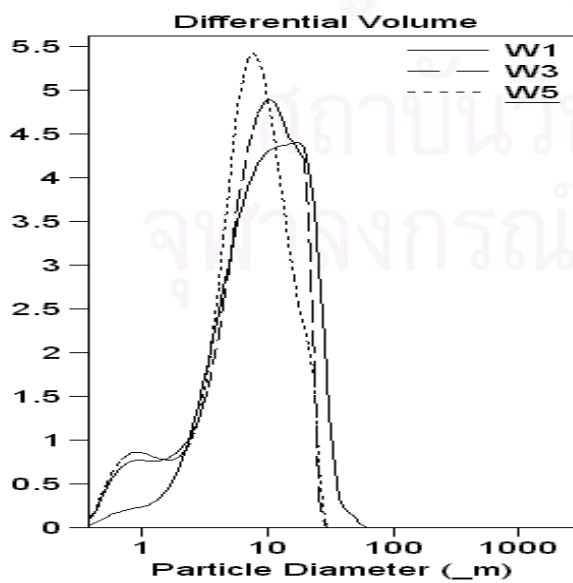
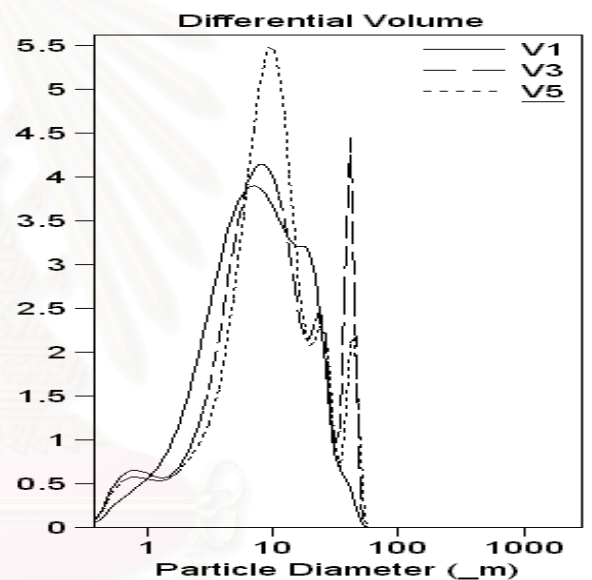
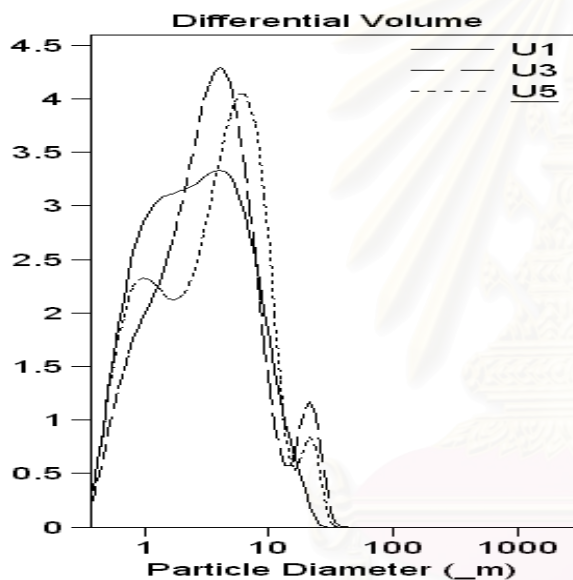
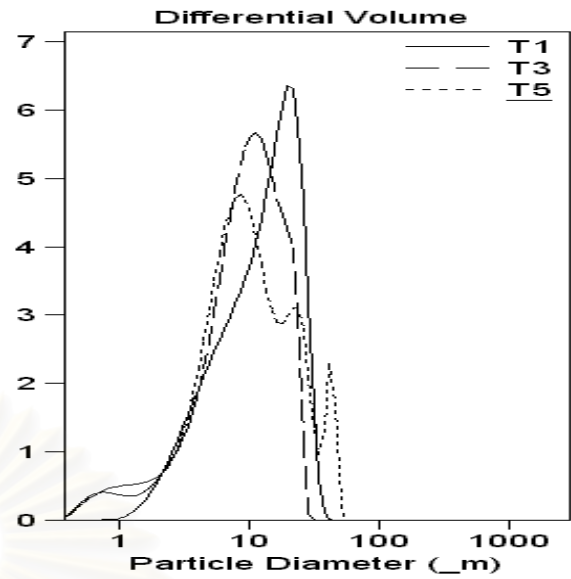
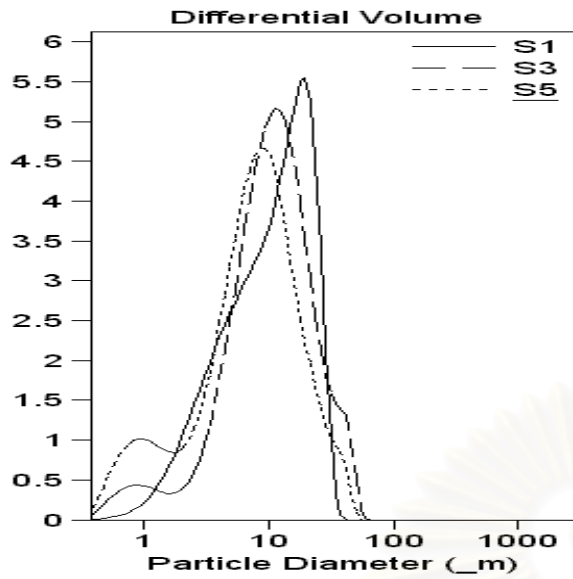


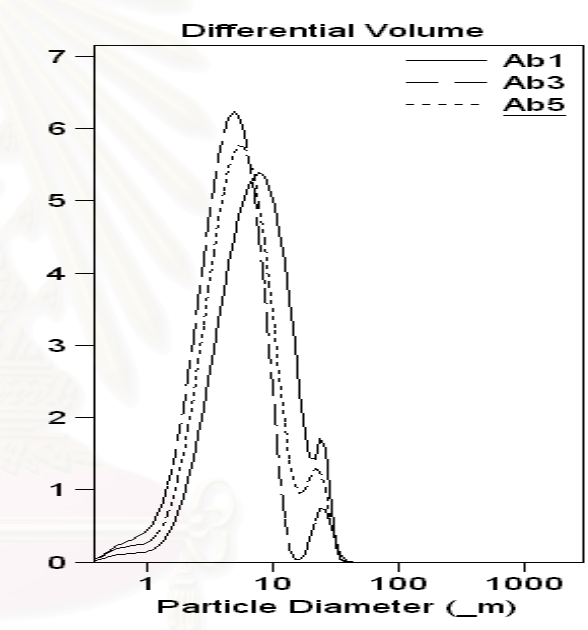
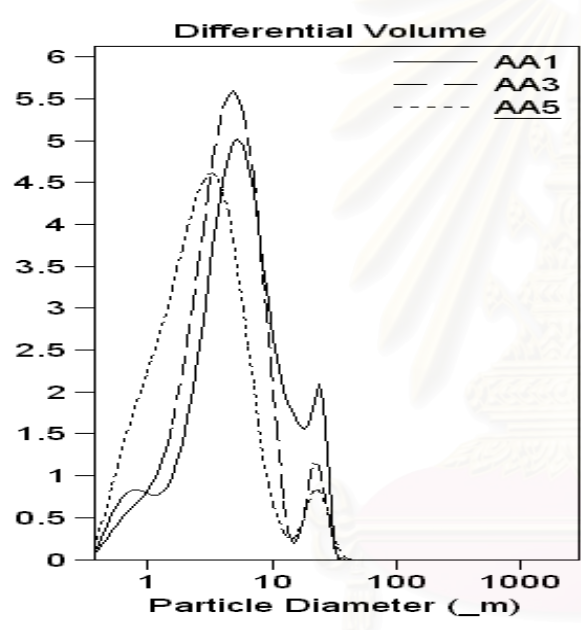
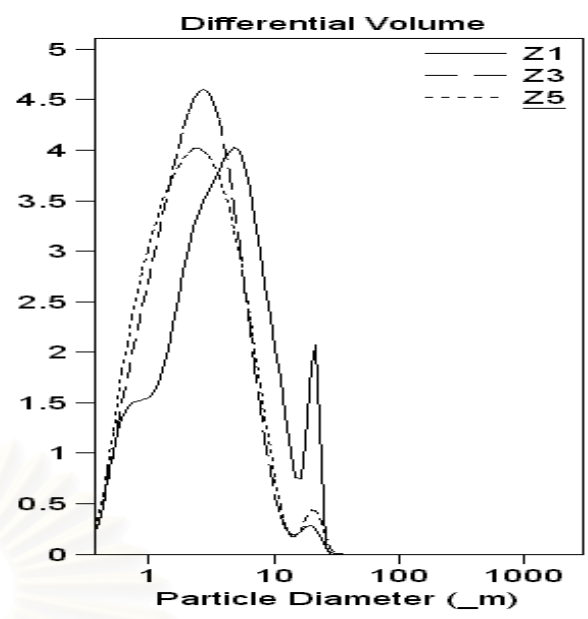
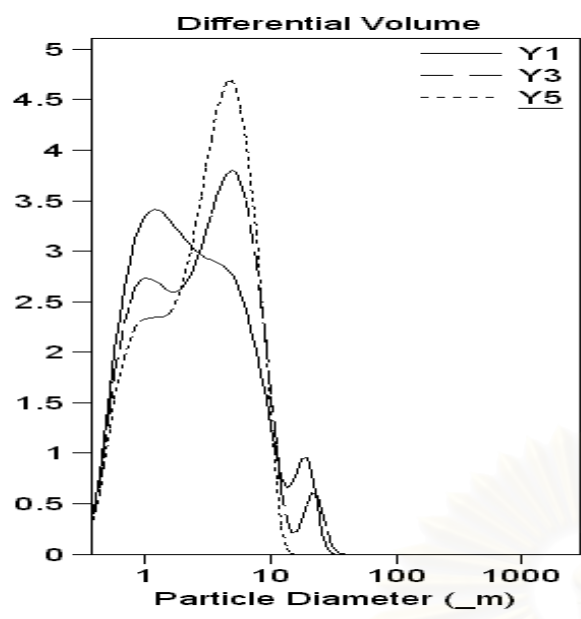
รูปที่ ๓1 ภาพแสดงการกระจายขนาดของอนุภาคอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เกิดในเฟสของของแข็งหลังการไฮโดรไลซิสที่สภาวะในการทำปฏิกิริยาต่างๆ เมื่อทำการทดสอบด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค (Coulter)











สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ๓4 ข้อมูลขนาดของอนุภาคอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ที่เกิดในเฟสของของแข็งหลังการไฮโดรไลซิสที่สภาวะในการทำปฏิกิริยาต่างๆ เมื่อทำการทดสอบด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค

สภาวะในการทำ ปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยมวลของน้ำต่ออะลูมิเนียม				
	10:1	20:1	30:1	40:1	50:1
A	4.81	4.63	4.27	4.11	3.79
B	3.21	4.33	5.44	5.99	4.8
C	8.65	7.34	7.11	7.51	5.01
D	7.98	8.19	7.46	6.47	6.23
E	5.61	3.77	4.79	2.7	2.85
F	6.59	6.33	7.43	6.31	6.85
G	9.44	7.59	7.14	6.86	6.37
H	6.57	5.72	5.8	4.56	4.97
I	4.64	5.36	5.69	4.67	6.02
J	5.44	5.95	7.93	5.44	7.27
K	8.15	5.93	5.27	3.77	5.27
L	9.68	8.83	7.86	6.83	6.07
M	10.9	7.52	5.9	5.77	6.04
N	9.05	7.68	6.52	5.71	6.78
O	8.32	8.07	6.94	5.26	5.78
P	4.27	3.84	3.06	2.54	3.39
Q	7.7	5.63	4.75	3.98	4.11
R	4.82	5.18	4.68	4.58	4.32
S	9.29	8.89	9.58	6.14	6.53
T	11.2	10.9	8.35	7.9	9.21
U	2.62	2.9	3.21	3.2	3.24
V	6.9	9.52	8.48	6.19	8.71
W	9.06	9.28	6.96	6.6	6.2
X	8.47	8.25	7.96	7.6	7.17
Y	2.39	2.6	2.7	2.75	2.72
Z	3.52	2.8	2.37	2.3	2.32
AA	5.45	4.8	4.18	3.5	2.8
AB	7.01	5.5	4.48	4.7	5.39



## ประวัติผู้เขียน

นางสาว พัชรา ภูผา เกิดเมื่อวันที่ 18 กุมภาพันธ์ 2518 ที่จังหวัดสมุทรสาคร สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาบัณฑิต จากภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ เมื่อปี พ.ศ. 2540 และได้ทำการศึกษาต่อในระดับปริญญาโท ที่ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปี พ.ศ. 2542



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย