สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การตกผลึก

นางสาวณัฐวีณา เลิศเกียรติคุณ

นางสาวภาวิณี แสงเดือน

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน 104214
วัน,เดือน,ปี 30 ต.ค. 2552

b 12161236
i.....

ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตร

บัณฑิต

สาขาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2551

CRYSTALLIZATION

NATHAWINA LERTKIATTIKUN

PAWINEE SANGDUAN

A REPORT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE

REQUIREMENTS

FOR DEGREE OF BACHELOR IN CHEMICAL ENGINEERING

FACULTY OF ENGINEERING

KING MONGKUT 'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

2008

ปริญญานิพนธ์เรื่อง การตกผลึก

จัดทำโดย นางสาวณัฐวีณา เลิศเกียรติคุณ เลขประจำตัว 48012279

นางสาวภาวิณี แสงเดือน เลขประจำตัว 48012291

อาจารย์ที่ปรึกษา อาจารย์ ศิริพันธ์ มุรธาธัญลักษณ์

วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี

ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปริญญานิพนธ์นี้ได้รับการพิจาณาอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญานิพนธ์

ศิริพันธ์ มุรธาธัญลักษณ์.....ประธานกรรมการ

(อาจารย์ ศิริพันธ์ มุรธาธัญลักษณ์)

วลัยรัตน์ สุขสมัย.....กรรมการ

(ดร.วลัยรัตน์ สุขสมัย)

.....กรรมการ

(ดร.สันติ วัฒนานุสรณ์)

หัวข้อปริญญานิพนธ์ การตกผลึก

จัดทำโดย นางสาวณัฐวีณา เลิศเกียรติคุณ เลขประจำตัว 48012279

นางสาวภาวิณี แสงเดือน เลขประจำตัว 48012291

อาจารย์ที่ปรึกษา อาจารย์ ศิริพันธ์ มุรธาธัญลักษณ์

ปริญญานิพนธ์ วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี

ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

บทคัดย่อ

โครงงานนี้ได้ทำการศึกษาการตกผลึกของสาร ซึ่งสารที่จะนำมาศึกษาคือ สารส้ม โดยทำการทดลอง 2 วิธี คือ วิธีการทำให้เย็นตัวลง และ วิธีการเติมตัวทำละลาย โดยที่วิธีการทำให้เย็นตัวลงได้ทำการศึกษาผลของอุณหภูมิขาเข้า อุณหภูมิขาออก และความเข้มข้นของสารส้ม ซึ่งพบว่าเมื่ออุณหภูมิขาเข้าเปลี่ยนไปจะไม่มีผลต่อการตกผลึกและปริมาณของผลึก กล่าวคือ เมื่ออุณหภูมิขาเข้าสูงขึ้น ในขณะที่อุณหภูมิขาออก และความเข้มข้นเท่าเดิม ปริมาณของผลึกที่ได้มีค่าเท่าเดิมไม่เปลี่ยนแปลง ส่งผลให้ขนาดของผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อเวลาเพิ่มขึ้น กรณีอุณหภูมิขาออกสูงขึ้นจะไม่เกิดผลึกหรือเกิดผลึกลดลง แต่ขนาดของผลึกที่ได้มีขนาดใหญ่ขึ้น กรณีความเข้มข้นเพิ่มขึ้นส่งผลทำให้ปริมาณของผลึกเพิ่มขึ้นและส่งผลต่อขนาดของผลึกซึ่งมีขนาดใหญ่ขึ้นเช่นกัน ส่วนวิธีการเติมตัวทำละลาย ทำการทดลองโดยการเติมเมทานอลลงในสารละลายสารส้ม โดยทำการศึกษาผลของเวลา และ ปริมาณเมทานอล พบว่าเมื่อเติมเมาทานอลในปริมาณที่เท่ากัน แต่ใช้เวลาในการตกผลึกต่างกัน พบว่า ผลึกจะเกิดมากขึ้นเมื่อเวลามากขึ้น และจะเกิดผลึกมากที่สุดคงที่ที่เวลา 60 นาที หรือ 1 ชั่วโมงและถ้าเติมเมทานอลลงในสารละลายสารส้มในปริมาณที่ต่างกัน พบว่า ปริมาณเมทานอลที่ลดลงจะทำให้ปริมาณของผลึกลดลงเช่นกัน

Report Title Crystallization

Student Miss Nathawina Lertkiattikun student ID 48012279

Miss Pawinee Sangduan student ID 48012291

Degree Bachelor of Engineering

Year 2008

Major Chemical Engineering

Advisor Mrs.Siripan Murathathunyaluk

Report for Bachelor Degree of Engineering (Chemical Engineering)

Department of Chemical Engineering

Faculty of Engineering

King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

ABSTRACT

This project is to study of the crystallization of Potassium Alum which has brought to research in 2 methods that is the cooling method and salting-out method. In the beginning of cooling method, the results of inlet temperature, outlet temperature and the concentration of Potassium Alum were monitored. And it found that when the inlet temperature were high and in the mean time outlet temperature and the concentration of Potassium Alum were normal, it did not affect the crystallization and amount of crystal. And it effects the crystal size were larger when the time increased. In same way, while the outlet temperature was rising, the inlet temperature and concentration was still stable. The amount of crystal did not change but the crystal size were larger. In contrast, while the concentration was increasing, it affected the crystallization and the amount of crystal were increased and it effected the crystal size were larger

also. Another method is the salting-out method. On this experiment, the methanol was added to Potassium Alum solution. Furthermore, from the study of the results of time and the amount of methanol, it found that the methanol which added equally but it take a different time to crystallize. The crystallization would be increase when it has a longer time. And also the most crystal was stably produced at 60 minutes or one hour. Furthermore, if the different amount of methanol was added to Potassium Alum solution, it can find that when the amount of methanol was decreased, the amount of crystal also dropped.

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณ อาจารย์ ศิริพันธ์ มุรธาธัญลักษณ์ อาจารย์ที่ปรึกษาปริญญานิพนธ์ที่ให้คำแนะนำและความช่วยเหลือตลอดการทำโครงงานนี้ ดร.วลัยรัตน์ สุขสมัย และ ดร.สันติ วัฒนานุสรณ์ คณะกรรมการสอบปริญญานิพนธ์ที่ให้คำแนะนำและตรวจแก้ไขปริญญานิพนธ์ ทำให้งานสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณ คุณพิสันต์ ผลโพธิ์ เจ้าหน้าที่ประจำห้องปฏิบัติการ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความรู้เกี่ยวกับวิธีการใช้เครื่องมือ และขอบคุณเพื่อนๆ ที่ให้กำลังใจและคำแนะนำเสมอมา

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา และครอบครัวอันเป็นที่รักที่ให้การสนับสนุนทางด้านการศึกษาและเป็นกำลังใจตลอดมา

หากมีข้อผิดพลาดประการใด ผู้วิจัยขอน้อมรับและขออภัยมา ณ ที่นี้ด้วย

นางสาวณัฐวีณา เลิศเกียรติคุณ

นางสาวภาวิณี แสงเดือน

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย..... I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ..... II
กิตติกรรมประกาศ..... IV
สารบัญ..... V
สารบัญตาราง..... VII
สารบัญรูป..... VIII
สัญลักษณ์และคำย่อ..... IX

บทที่ 1 บทนำ..... 1
1.1 ความสำคัญและที่มาของโครงงาน..... 1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงงาน..... 1
1.3 ขอบเขตของโครงงาน..... 1
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับจากโครงงาน..... 2

บทที่ 2 ทฤษฎี..... 3
2.1 การตกผลึก..... 3
2.2 ขนาดของผลึกและแฟคเตอร์ของรูปร่าง..... 5
2.3 สมดุลของการตกผลึก..... 6
2.4 ความสามารถในการละลาย..... 7
2.5 ความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์..... 8
2.6 สมดุลและผลผลิต..... 8
2.7 สภาพความอิ่มตัวยิ่งยวด..... 9
2.8 นิวคลีเอชัน..... 9
2.9 การเติบโตของผลึก..... 12
งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง..... 17

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

บทที่ 3 การทดลอง.....18

3.1 อุปกรณ์ในการทดลอง.....18

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง.....18

3.3 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....19

3.4 ขั้นตอนการทดลอง.....19

บทที่ 4 ผลการทดลอง.....21

4.1 การศึกษาการตกผลึกของสารส้มโดยวิธีการทำให้เย็นตัวลง.....21

4.2 การศึกษาการตกผลึกของสารส้มโดยวิธีการเติมตัวทำละลาย.....24

4.3 การศึกษาขนาดผลึกของสารส้มโดยวิธีการทำให้เย็นตัวลง.....26

บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ..... 29

5.1 สรุปผลการทดลอง.....29

5.2 ข้อเสนอแนะ.....30

เอกสารอ้างอิง.....31

ภาคผนวก ก สารส้ม..... 33

ภาคผนวก ข เมทานอล..... 35

ภาคผนวก ค ตารางแสดงค่าการละลายและความหนาแน่นของสาร..... 38

ภาคผนวก ง ตารางแสดงผลการทดลองของการทดลองโดยวิธีการทำให้เย็นตัวลง..... 40

ภาคผนวก จ ตารางแสดงผลการทดลองของการทดลองโดยวิธีการเติมตัวทำละลาย..... 46

ภาคผนวก ฉ ตัวอย่างการคำนวณ..... 48

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ ค.1 ค่าการละลายในน้ำ (กรัมไฮดรัส/100 กรัมน้ำ)..... 38

ตารางที่ ค.2 ความหนาแน่นของผลึก.....39

ตารางที่ ง.1 ผลการทดลองของวิธีการทำให้เย็นตัวลง.....41

ตารางที่ ง.2 ตารางแสดงการคำนวณน้ำหนักของผลึก.....42

ตารางที่ ง.3 ตารางแสดงเปอร์เซ็นต์ผลผลิต.....43

ตารางที่ ง.4 ตารางแสดงผลขนาดของผลึก.....44

ตารางที่ จ.1 ตารางแสดงผลการทดลองครั้งที่ 1.....46

ตารางที่ จ.2 ตารางแสดงผลการทดลองครั้งที่ 2.....47

สารบัญรูป

หน้า

รูปที่ 1 การเติบโตของผลึกอินวาเรียนท์.....5

รูปที่ 2 การละลายและกราฟอิ่มตัวของสารละลาย.....7

รูปที่ 3 แบบจำลองเครื่องตกผลึก.....18

รูปที่ 4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ผลได้กับอุณหภูมิขาเข้า.....21

รูปที่ 5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ผลได้กับอุณหภูมิขาออก.....22

รูปที่ 6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ผลได้กับความเข้มข้นของสารส้ม.....23

รูปที่ 7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของผลึกกับเวลา.....24

รูปที่ 8 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของผลึกกับปริมาณเมทานอล.....25

รูปที่ 9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดผลึกที่มีอุณหภูมิขาเข้าเครื่องตกผลึกเปลี่ยนแปลงกับระยะเวลาในการตกผลึก.....26

รูปที่ 10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดผลึกที่มีอุณหภูมิขาออกจากเครื่องตกผลึกเปลี่ยนแปลงกับระยะเวลาในการตกผลึก.....27

รูปที่ 11 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดผลึกที่มีความเข้มข้นของสารละลายสารส้มเปลี่ยนแปลงกับระยะเวลาในการตกผลึก.....28

รูปที่ 12 การทดลองที่ 2 ความเข้มข้นของสารละลายสารส้ม 10 กรัม แอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ อุณหภูมิขาเข้า 50 องศาเซลเซียส อุณหภูมิขาออก 25 องศาเซลเซียส.....45

สัญลักษณ์และคำย่อ

A_i	:	พื้นที่ของหน้าผลึก i (m^2)
A_p	:	พื้นที่ของผลึก (m^2)
a	:	เป็นค่าคงที่ขึ้นกับรูปร่างของผลึก
a,b	:	แฟคเตอร์ของรูปร่างขึ้นกับรูปร่างของผลึกและการเลือกขนาดมิติ L'
C	:	มวลของผลึกที่ได้ (กรัม) จากสมการคำนวณหาผลได้
C	:	ความเข้มข้น (w/w) ของตัวถูกละลายในตัวทำละลายที่อุณหภูมิหนึ่ง
C_0	:	ความเข้มข้น (w/w) ของตัวถูกละลายในตัวทำละลายอิ่มตัวที่อุณหภูมิเดียวกัน
C_F	:	ความเข้มข้นของแอนไฮดรัสที่สารป้อน (กรัมแอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ)
C_S	:	ความเข้มข้นของแอนไฮดรัสที่สารขาออก (กรัมแอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ)
dm_i	:	จำนวนโมลของตัวถูกละลายที่ถ่ายเทไปยังหน้าผลึก i ที่เวลา d_t ชั่วโมง
dt	:	เวลา (s)
G	:	อัตราการเติบโตของก้อนผลึก (มิลลิเมตร/ชั่วโมง)
L	:	มิติความยาวทางปฏิบัติ
k_y	:	สัมประสิทธิ์การถ่ายเทมวล
k_{si}	:	สัมประสิทธิ์ของปฏิกิริยาที่ผิวที่หน้าผลึก i
k_d	:	สัมประสิทธิ์การถ่ายเทมวล (mol/m^2s)
k_r	:	ค่าคงที่ของอัตราเร็วของปฏิกิริยาการเติบโตของก้อนผลึก
n	:	ค่าคงที่มีค่าอยู่ระหว่าง 1 และ 2
K	:	ค่าคงที่อัตราการเติบโตของก้อนผลึกโดยรวม
S	:	ระดับความอิ่มตัวยิ่งยวด
L	:	ขนาดของผลึก
F	:	มวลของสารละลายก่อนการตกผลึก (กรัม)
S	:	มวลของสารละลายหลังการตกผลึก (กรัม)
S_P	:	พื้นที่ผิวของผลึก (m^2)
V_p	:	ปริมาตรของผลึก (m^3)
y	:	ความเข้มข้น (mol/l)
y'	:	ความเข้มข้นของสารละลายที่ผิวร่วม(interface) ระหว่างผลึกและของเหลว (mol/l)

y_s : ความเข้มข้นอิ่มตัว

ΔL : ขนาดของผลึกที่โตขึ้น (มิลลิเมตร)

Δt : เวลาที่ใช้ (ชั่วโมง)

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของโครงงาน

อุตสาหกรรมส่วนใหญ่จะมีส่วนของกระบวนการบำบัดน้ำเสียมาเกี่ยวข้องและเนื่องจากน้ำเสียนี้อาจมีตะกอนของแข็ง ซึ่งอาจทำให้เกิดการอุดตันท่อหรืออุปกรณ์อื่นๆ จึงต้องมีการกรองผลึกของแข็งออกจากกระบวนการผลิต หรืออาจมีกระบวนการที่จะต้องมีการที่ทำให้สารละลายเย็นตัวลงและอาจเกิดผลึกของแข็งทำให้สามารถแยกผลึกของแข็งดังกล่าวออกจากกระบวนการได้ ซึ่งวิธีดังกล่าวก็คือการตกผลึกนั่นเอง

โครงงานนี้จัดทำขึ้นเพื่อศึกษาการตกผลึกของสาร โดยสารเคมีที่เลือกสุ่มคือ สารส้ม; $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ ศึกษาลักษณะของผลึก ขนาดของผลึก และนำไปประยุกต์ใช้กับงานในอุตสาหกรรม ไม่ว่าจะเป็นในระบบการบำบัดน้ำเสียหรือกระบวนการผลิต

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงงาน

1. ศึกษาการทำงานของกระบวนการตกผลึก และเครื่องตกผลึก
2. ศึกษาทฤษฎีต่างๆ ที่เกี่ยวข้องให้มีความเข้าใจเป็นอย่างดี
3. ศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อการตกผลึก
4. สามารถนำความรู้ที่ได้จากการศึกษามาประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ ได้จริง
5. เพื่อเป็นแนวทางในการทำการทดลองสำหรับห้องปฏิบัติการของนักศึกษาต่อไป

1.3 ขอบเขตของโครงงาน

1. ทำการทดลองเพื่อศึกษาการตกผลึกของสารส้ม โดยวิธีการทำให้เย็นตัวลง และวิธีการเติมตัวทำละลาย
2. ทำการทดลองเพื่อศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการตกผลึกของสารส้มโดยวิธีการทำให้เย็นตัวลง สำหรับตัวแปรที่ทำการศึกษาได้แก่

2.1 ผลของอุณหภูมิขาเข้าเครื่องตกผลึก ที่อุณหภูมิขาเข้า 45 50 และ 55 องศาเซลเซียส เมื่ออุณหภูมิขาออกเท่ากับ 20 องศาเซลเซียส และความเข้มข้นของสารส้มเท่ากับ 10 กรัมแอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ

2.2 ผลของอุณหภูมิขาออกจากเครื่องตกผลึก ที่อุณหภูมิขาออก 20 25 และ 30 องศาเซลเซียส เมื่ออุณหภูมิขาเข้าเท่ากับ 50 องศาเซลเซียส ความเข้มข้นของสารส้มเท่ากับ 10 กรัมแอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ

2.3 ผลของความเข้มข้นของสารละลายสารส้ม ที่ความเข้มข้นต่างๆ ตั้งแต่ 10 12 14 และ 16 กรัมแอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ เมื่ออุณหภูมิขาเข้าเท่ากับ 50 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิขาออกเท่ากับ 20 องศาเซลเซียส

3. ทำการทดลองเพื่อศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการตกผลึกของสารส้มโดยวิธีการเติมตัวทำละลาย โดยใช้เมทานอลเป็นตัวทำละลายผสม

3.1 กำหนดอุณหภูมิคงที่ตลอดการทดลองที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เตรียมสารส้ม 18.37 กรัม น้ำ 100กรัม เติมเมทานอลปริมาณ 100 กรัม กวนสารละลายผสมที่อัตราเร็ว 325 รอบต่อนาที เก็บผลการทดลองที่เวลา 10 20 40 60 80 และ 100 นาที

3.2 กำหนดอุณหภูมิคงที่ตลอดการทดลองที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เตรียมสารส้ม 183.7 กรัม ในน้ำ 1000 กรัม เติมเมทานอลปริมาณ 1000 800 600 400 300 และ 200 กรัม ตามลำดับ เก็บผลการทดลองที่เวลา 60 นาที

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับจากโครงงาน

1. เข้าใจหลักการ วิธีการ และขั้นตอนในการตกผลึก
2. นำการทดลองที่ได้ไปประยุกต์ใช้ในการทำการทดลองสำหรับห้องปฏิบัติการของนักศึกษา
3. เรียนรู้การทำงานเป็นกลุ่ม การวางแผน การควบคุมการทำงาน และการแก้ไขปัญหาที่เกิดขึ้นขณะดำเนินโครงงาน

บทที่ 2
ทฤษฎี

2.1 การตกผลึก [1,3-4,6]

กระบวนการตกผลึกเป็นการเกิดอนุภาคของแข็งภายในเฟสที่เป็นโฮโมจีเนียส ซึ่งอาจเกิดอนุภาคของแข็งในสภาวะไอ เช่น การเกิดหิมะ การเกิดอนุภาคของแข็งในเฟสของเหลวเช่นการแช่แข็งของน้ำไปเป็นน้ำแข็ง หรือเป็นการตกผลึกจากสารละลายของเหลว (การตกผลึกจากสารละลายมีความสำคัญทางอุตสาหกรรม เนื่องจากสารละลายหลายชนิดจำหน่ายในรูปของผลึก) การตกผลึกจัดเป็นกระบวนการแยกของแข็งและของเหลว เป็นตัวอย่างหนึ่งของกระบวนการแยกซึ่งมวลของตัวถูกละลายจะถ่ายเทจากสารละลายของเหลวซึ่งมีองค์ประกอบต่างๆผสมกันอยู่ไปยังเฟสซึ่งเป็นผลึกของแข็งบริสุทธิ์ องค์ประกอบที่ละลายได้จะถูกแยกออกมา โดยการปรับสภาวะต่างๆ ให้สารละลายอยู่ในสภาวะที่อิ่มตัวยิ่งยวด แล้วตัวถูกละลายที่มีมากเกินพอนี้จะถูกตกผลึกเป็นเฟสของแข็ง โดยสารละลายจะถูกทำให้เข้มข้นและทำให้เย็นลงจนกระทั่งความเข้มข้นของตัวถูกละลายมากกว่าความสามารถในการละลายที่อุณหภูมินั้น แล้วตัวถูกละลายจะถูกแยกออกจากสารละลายโดยเกิดเป็นผลึกที่ค่อนข้างบริสุทธิ์

ในการตกผลึกทางอุตสาหกรรม ไม่เพียงแต่ผลผลิตและความบริสุทธิ์ของผลึกเท่านั้น รูปร่างและขนาดก็มีความสำคัญด้วย โดยทั่วไป ผลึกที่ต้องการมักจะต้องมีขนาดสม่ำเสมอ ไม่เกิดการเกาะเป็นก้อน(caking) ในภาชนะหีบห่อ ง่ายต่อการเท การล้างหรือการกรองหรือให้มีความสม่ำเสมอในการใช้งาน

ในการตกผลึกมักจะแยกของเหลวออกจากผลึก ซึ่งผลิตภัณฑ์ที่ต้องการอาจเป็นเฟสของของแข็งหรือของเหลว หรือทั้งสองเฟสก็ได้ เช่น การตกผลึกน้ำตาล เฟสที่ต้องการคือของแข็ง การทำให้เข้มข้นขึ้นโดยการแช่แข็ง(freeze concentration) เฟสที่ต้องการเป็นของเหลว เป็นต้น ถ้ามีการแยกผลึกออกจากกันขึ้น จำเป็นต้องได้องค์ประกอบหนึ่งที่อยู่ในรูปของผลึกมากที่สุด และต้องกระทำให้มีปริมาณของเหลวที่ติดอยู่กับผิวที่เปียกของผลึกหรือที่จับอยู่ระหว่างผลึกถูกกำจัดหรือแยกออกไปให้เหลือน้อยที่สุด ในการแยกผลึกออกจากของเหลวที่เรียกว่ามาเตอร์ลิเควอร์(mother liquor) ผลึกต้องมีขนาดใหญ่พอสมควรและขนาดของผลึกต้องมีความสม่ำเสมอดังได้กล่าวมาแล้ว

2.1.1 การตกผลึกและรูปทรงของผลึก (crystallization and crystal geometry)

2.1.1.1 การตกผลึก (crystallization)

กระบวนการตกผลึกสามารถกระตุ้นให้เกิดขึ้นได้ด้วยการทำให้สารละลายอยู่ในภาวะอิ่มตัวยิ่งยวด สามารถทำให้เกิดขึ้นได้โดยวิธีการหนึ่งหรือหลายวิธี ดังนี้

1. การลดอุณหภูมิ หรือ การทำให้เย็นลง(cooling)

2. การระเหย(evaporation) เอาตัวทำละลายออก

3. หากค่าความสามารถในการละลาย (solubility) มีค่าสูง อาจใช้วิธีการดังต่อไปนี้

3.1) Salting โดยการเติมตัวทำละลายที่สามารถละลายกับตัวทำละลายเดิม วิธีการนี้จะทำให้ความสามารถในการละลายของตัวทำละลายผสมลดลงอย่างรวดเร็ว

ตัวทำละลายผสม

ในกรณีที่ไม่สามารถตกผลึกสารด้วยตัวทำละลายชนิดใดชนิดหนึ่ง เช่นสารชนิดหนึ่งอาจละลายได้ดีในตัวทำละลายหนึ่งในทุกช่วงอุณหภูมิ ในขณะที่อาจไม่ละลายในตัวทำละลายอีกชนิดหนึ่งเลย ก็อาจใช้เทคนิคการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมได้ หลักเกณฑ์การเลือกตัวทำละลายผสมเป็นดังนี้

ก.ตัวละลายทั้งสองต้องผสมเป็นเนื้อเดียวกัน

ข.ของแข็งที่ต้องการตกผลึกต้องละลายได้ดีในตัวทำละลายชนิดหนึ่งเช่น น้ำ และละลายได้ไม่ดีในตัวทำละลายอีกชนิดหนึ่งเช่น แอลกอฮอล์

ค.จุดเดือดของตัวทำละลายทั้งสองไม่ควรห่างกันมาก

หลักการของการตกผลึกด้วยตัวทำละลายผสมก็คือ การใช้ตัวทำละลายที่ละลายของแข็งที่ต้องการตกผลึกได้ไม่ดี (แอลกอฮอล์) ไปดึงส่วนหนึ่งของตัวทำละลายที่ละลายของแข็งได้ดี (น้ำ) ให้มาล้อมรอบโมเลกุลของตัวมันเอง จึงทำให้เหลือตัวทำละลายน้ำ ไปละลายของแข็งน้อยลง ของแข็งจึงตกผลึกออกมา ตัวทำละลายผสมที่นิยมใช้จึงมักมีสภาพขั้วแตกต่างกันมากพอสมควร ตัวอย่างเช่น เมทานอลกับน้ำ เอทานอลกับน้ำ เอทิลอะซิเตตกับเฮกเซน อีเธอร์กับปิโตรเลียมอีเธอร์ อีเธอร์กับอะซีโตน ไดคลอโรมีเทนกับเมทานอล เป็นต้น

3.2) Precipitation โดยการทำให้เกิดเป็นตัวถูกละลายใหม่ ซึ่งทำได้โดยการเติมส่วนประกอบที่สามลงไปในสารละลาย สารที่เติมนี้จะไปทำปฏิกิริยากับตัวถูกละลายเดิมและทำให้เกิดเป็นสารประกอบที่ไม่ละลาย (insoluble substance)

2.1.1.2 รูปทรงของผลึก (crystal geometry)

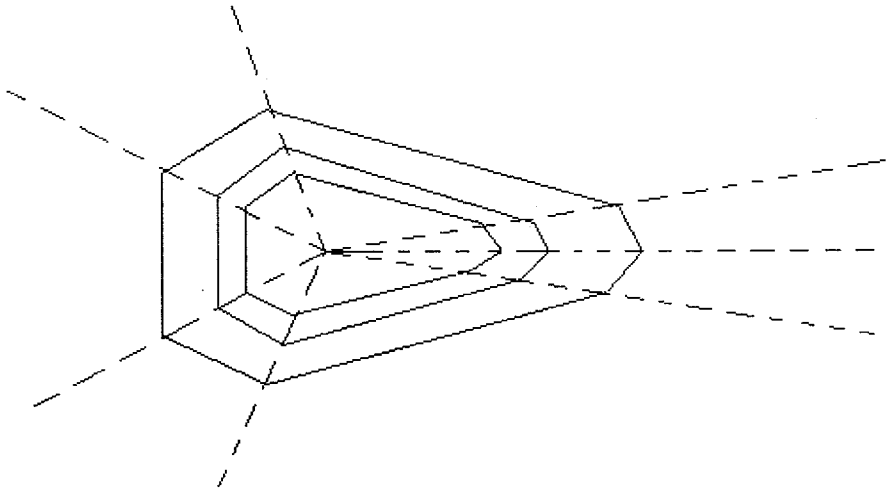
แนวคิดพื้นฐาน

วัสดุที่มีสถานะเป็นของแข็งสามารถแบ่งออกได้ตามการจัดเรียงตัวของอะตอม สำหรับวัสดุที่อะตอมมีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ มีแบบแผนซ้ำ ๆ กัน จะเรียกว่า มีโครงสร้างผลึก (crystal structure) จัดเรียงตัวของอะตอมอย่างมีแบบแผนใน 3 มิติจะเกิดขึ้นในระหว่างการแข็งตัว อะตอมที่อยู่ติดกันจะมีพันธะยึดเหนี่ยวกัน ในการแข็งตัวแบบปกติ วัสดุ คือ โลหะ เซลามิกและพอลิเมอร์จะมีโครงสร้างผลึก หรืออะตอมการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ แต่บางกรณีวัสดุก็อาจไม่มีโครงสร้างผลึกเนื่องจากการเย็นตัวไม่เหมาะสมทำให้โครงผลึกที่ได้ไม่เป็นผลึก(noncrystalline) หรืออสัณฐาน(amorphous) โครงสร้างผลึกมีอยู่หลายแบบ สามารถแบ่งออกเป็นกลุ่มตามรูปร่าง

ของหน่วยเซลล์และการจัดเรียงตัวของอะตอม เรียกว่า ระบบผลึก (crystal system) ระบบผลึกทั้ง 7 แบบคือ คิวบิกหรือลูกบาศก์ เตตระโกนอล เฮกซะโกนอล ออโทรอมบิก รอมโบฮีดอล โมโนคลินิก และไตรคลินิก

ผลึกอินวาเรียนท์(invariant crystals)

ภายใต้สภาวะที่เป็นจินตภาพ ผลึกที่กำลังเติบโตจะรักษารูปทรงทางเรขาคณิตให้มีลักษณะคล้ายกันระหว่างการเติบโต ผลึกเช่นนี้เรียกว่า อินวาเรียนท์(invariant) ดังแสดงในรูปที่ 1 ซึ่งแสดงภาพตัดขวางของผลึกอินวาเรียนท์ ที่กำลังเติบโตในแต่ละพอลิกอน(polygon) แสดงขอบเขตที่เวลาแตกต่างกัน เนื่องจากผลึกเป็นอินวาเรียนท์ ในแต่ละพอลิกอนจะมีรูปทรงคล้ายกันและเส้นปะซึ่งเชื่อมต่อจุดต่างๆ ของพอลิกอนกับเส้นผ่าศูนย์กลางของผลึกจะเป็นเส้นตรง จุดศูนย์กลางอาจกล่าวได้ว่าเป็นตำแหน่งของนิวเคลียสที่ทำให้เกิดผลึก อัตราการเติบโตของผลึกที่หน้าใดๆ วัดได้จากความเร็วของการเปลี่ยนหน้าจากศูนย์กลางของผลึกในทิศทางตั้งฉากกับหน้านั้น โดยทั่วไปอัตราการเติบโตของหน้าผลึกของผลึกอินวาเรียนท์ จะไม่เท่ากัน



รูปที่ 1 การเติบโตของผลึกอินวาเรียนท์

2.2 ขนาดของผลึกและแฟคเตอร์ของรูปร่าง (crystal size and shape factors) [1,5]

มิติหรือไดเมนชันหนึ่งสามารถใช้ในการวัดขนาดของผลึกอินวาเรียนท์ ของรูปร่างผลึกใดๆ สมมติว่า ให้ระยะทางระหว่างมุมจำเพาะใดๆ โดยกำหนดให้เป็น L' ดังนั้นปริมาตรและพื้นที่ผิวทั้งหมดของผลึกสามารถเขียนได้ดังนี้

$$V_p = a(L')^3 \quad (1)$$

$$A_p = 6b(L')^2 \quad (2)$$

เมื่อ V_p=ปริมาตรของผลึก (m^3)

A_p=พื้นที่ของผลึก (m^2)

a,b = แฟคเตอร์ของรูปร่างขึ้นกับรูปร่างของผลึกและการเลือกขนาดมิติ L'

อัตราส่วนของพื้นที่ต่อปริมาตร คือ

$$\frac{A_p}{V_p} = \frac{6b(L')^2}{a(L')^3} = \frac{6b}{aL'} \quad (3)$$

สมมติให้ L= มิติความยาวทางปฏิบัติโดยกำหนดให้

$$L = \left(\frac{a}{b}\right)L' \quad (4)$$

เมื่อกำหนดให้(a/b)=1 สมการ1, 2และ3 จะเป็น

$$\frac{A_p}{V_p} = \frac{6}{L} \quad (5)$$

ในกรณีที่เป็นลูกบาศก์ให้L เป็นความยาวของด้านหนึ่งและ a = b = 1

ในกรณีที่เป็นทรงกลมให้ L เป็นเส้นผ่าศูนย์กลางและa = b = ¶

โดยทั่วไปของแข็งรูปทรงเรขาคณิตมักให้ L เป็นขนาดที่กำหนดโดยตะแกรง (screening)

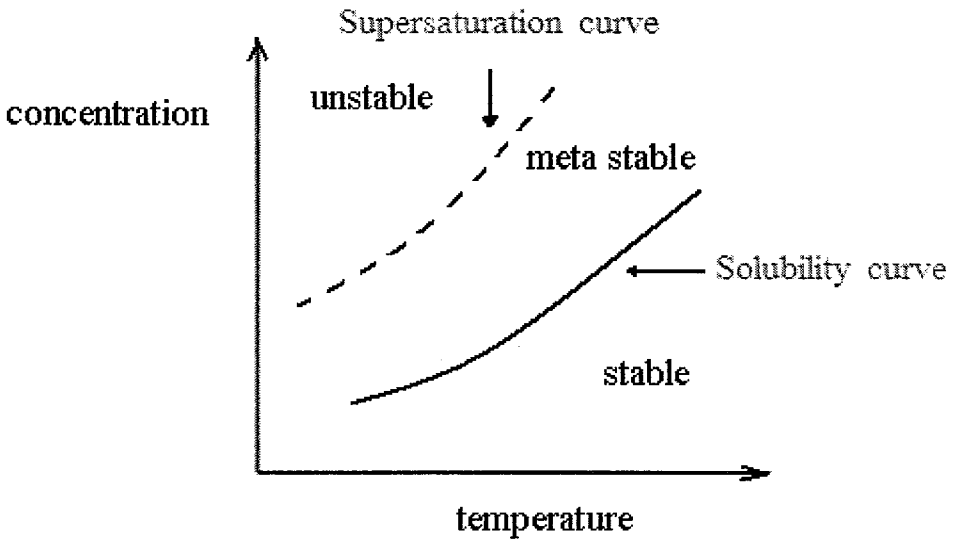
2.3 สมดุลของการตกผลึก (crystallization equilibrium) [1,3,6]

เมื่อการตกผลึกเริ่มเกิดขึ้น สมดุลจะเกิดขึ้นเมื่อสารละลายหรือมาเตอร์ลิเควอร์อิ่มตัว สามารถแสดงได้ด้วยกราฟการละลาย (solubility) แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการละลาย(ความเข้มข้น)และอุณหภูมิ แรงขับเคลื่อนที่ทำให้ผลึกโตขึ้น คือ ความเข้มข้นของสารละลายที่อิ่มตัวยิ่งยวดเหนือระดับสมดุล(สารละลายอิ่มตัว) สำหรับความต้านทานต่อการเติบโตของผลึก คือ ความต้านทานต่อการถ่ายเทมวลภายในสารละลายและพลังงานที่ต้องการเพื่อให้โมเลกุลมาเกาะที่ผิวของผลึกซึ่งเป็นตาข่ายของผลึก(crystal lattice)

2.4 ความสามารถในการละลาย (solubility) [3,5]

ความสามารถในการละลายนิยามว่าเป็นน้ำหนักสูงสุดของตัวถูกละลายที่เป็นแอนไฮดรัส (anhydrous) ที่สามารถละลายได้ในตัวทำละลาย 100 กรัม ในอุตสาหกรรมนั้นตัวทำละลายมักเป็นน้ำ

ความสามารถในการละลายขึ้นกับอุณหภูมิ ส่วนใหญ่การละลายจะเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2 ซึ่งเป็นกราฟการละลาย อย่างไรก็ตาม พบว่าความดันมีผลน้อยมากต่อความสามารถในการละลาย



รูปที่ 2 การละลายและกราฟอิ่มตัวของสารละลาย

จากรูปที่ 2 การตกผลึกจากสารละลายที่มีความเข้มข้นสูงกว่าเส้นกราฟอิ่มตัวยิ่งยวด (supersaturation curve) ผลึกจะเกิดขึ้นเองอย่างเร็วโดยไม่ต้องอาศัยการกระทำจากภายนอกมากระตุ้น ในตอนเริ่มแรกเรียกว่าการเกิดนิวคลีเอชันด้วยตนเอง(spontaneous nucleation) สำหรับพื้นที่ของความเข้มข้นระหว่างเส้นกราฟอิ่มตัว(solubility curve) และกราฟอิ่มตัวยิ่งยวดคือส่วนของเมตาสเตเบิล(metastable region) อัตราการเกิดผลึกเริ่มต้นจะช้า เนื่องจากโมเลกุลเข้ามารวมตัวกันแล้วแยกออกจากกันอีกและจะไม่เติบโตจนกว่าจะมีการเติมผลึกเพื่อล่อ(seed crystals) ผลึกที่ใช้ล่อเป็นผลึกขนาดเล็กซึ่งมักเป็นตัวถูกละลาย แล้วเติบโตโดยตัวถูกละลายที่มีอยู่ในสารละลายจะเข้าไปเกาะที่ผลึกขนาดเล็กเหล่านี้ การเติบโตของผลึกจะดำเนินต่อไปเรื่อยๆจนสารละลายมีความเข้มข้นลดลงจนเท่ากับความเข้มข้นอิ่มตัว ส่วนความเข้มข้นที่ต่ำกว่าเส้นอิ่มตัวจะไม่มีผลึกเกิดขึ้น การเกิด

ผลึกจะวิเคราะห์จากการพิจารณาความบริสุทธิ์ ผลผลิต พลังงานที่ต้องใช้ อัตราการเกิดนิวคลีเอชัน และอัตราการเติบโตของผลึก

2.5 ความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์ (purity of product) [1,5,6]

ผลึกที่ได้จากการตกผลึกส่วนใหญ่จะมีความบริสุทธิ์ แต่อาจมีมาเตอร์ลิเควอร์ติดไปเมื่อแยกผลึกออกจากแมกมาสุดท้าย(magma:ในการตกผลึกทางอุตสาหกรรมจากสารละลาย ของผสมที่มีสองเฟสของมาเตอร์ลิเควอร์กับผลึกทุกขนาดที่อยู่ในเครื่องตกผลึกและที่นำออกมาเป็นผลิตภัณฑ์จะเรียกว่าแมกมา) ถ้าผลึกติดกันเป็นก้อนเมื่อนำออกจากเครื่องตกผลึก ปริมาณมาเตอร์ลิเควอร์จำนวนมากอาจติดมากับมวลของแข็งนี้ เมื่อนำผลึกดังกล่าวไปผ่านกระบวนการอบแห้งจะทำให้เกิดการปนเปื้อนขึ้นโดยระดับการปนเปื้อนและปริมาณขึ้นกับระดับความไม่บริสุทธิ์ของมาเตอร์ลิเควอร์ที่ติดไปกับผลึกเหล่านี้

ในทางปฏิบัติ มาเตอร์ลิเควอร์จำนวนมากที่ติดอยู่ในผลึกดังกล่าว สามารถแยกออกมาจากผลึกได้โดยการกรองหรือการหมุนเหวี่ยง(centrifuging) และล้างด้วยตัวทำละลายบริสุทธิ์ซึ่งในทางอุตสาหกรรมมักเป็นน้ำ ประสิทธิผลของขั้นตอนการทำให้บริสุทธิ์ขึ้นกับขนาดและความสม่ำเสมอของผลึก

2.6 สมดุลและผลผลิต (equilibria and yield) [1]

สมดุลของกระบวนการตกผลึกเกิดขึ้นเมื่อมาเตอร์ลิเควอร์อิ่มตัว แต่ในบางระบบแผนภาพสถานะอาจซับซ้อน อย่างไรก็ตามการคำนวณผลผลิตนั้นง่ายมาก

ในกระบวนการตกผลึกทางอุตสาหกรรม ผลึกและมาเตอร์ลิเควอร์จะมีการสัมผัสกันเป็นเวลานานเพื่อให้ถึงสมดุลและมาเตอร์ลิเควอร์มักอิ่มตัวที่อุณหภูมิสุดท้ายของกระบวนการ ผลผลิตของกระบวนการสามารถคำนวณได้จากความเข้มข้นของสารละลายเริ่มต้นและความสามารถในการละลายที่อุณหภูมิสุดท้าย ถ้ามีการระเหยเกิดขึ้นระหว่างกระบวนการก็จำเป็นต้องทราบหรือประมาณไว้ด้วย

เมื่ออัตราการเติบโตของผลึกช้าจำเป็นต้องใช้เวลานานเพื่อให้ถึงสมดุลโดยเฉพาะในกรณีที่สารละลายมีความหนืดหรือเมื่อทำการเก็บผลึกที่ด้านล่างของเครื่องตกผลึกเนื่องจากมีพื้นที่ผิวของผลึกจำนวนน้อยที่สัมผัสกับสารละลายอิ่มตัวยิ่งยวด ในกรณีนี้ทำให้มาเตอร์ลิเควอร์สุดท้ายมีความอิ่มตัวยิ่งยวดค่อนข้างมาก และผลผลิตที่ได้อาจน้อยกว่าที่คำนวณจากกราฟการละลาย

ถ้าเป็นพวกแอนไฮดรัส(anhydrous) การคำนวณผลผลิตกระทำได้ง่ายเนื่องจากเฟสของของแข็งไม่มีตัวทำละลาย เมื่อผลึกที่ได้มีน้ำอยู่ในผลึก การคำนวณต้องมีการนำส่วนของน้ำรวมกับผลึกด้วย เนื่องจากน้ำนี้ไม่สามารถใช้ละลายตัวถูกละลายในสารละลาย ข้อมูลความสามารถในการ

ละลายมักระบุเป็นกี่ส่วนของมวลของแอนไฮดรัสต่อ 100 ส่วนของมวลของตัวทำละลายทั้งหมด ซึ่งข้อมูลดังกล่าวจะไม่พิจารณาน้ำของการตกผลึก หลักการคำนวณของผลผลิตของตัวถูกละลายที่มีน้ำรวมอยู่ด้วยคือ แสดงมวลและความเข้มข้นทั้งหมดในเทอมของตัวถูกละลายที่มีน้ำรวมอยู่ด้วยกับน้ำอิสระ เนื่องจากปริมาณน้ำอิสระดังกล่าวยังคงเหลืออยู่ในเฟสของของเหลวระหว่างการตกผลึกความเข้มข้นหรือปริมาณที่ใช้น้ำอิสระก็สามารถหักออกได้เพื่อให้ได้ผลที่ถูกต้อง

2.7 สภาพความอิ่มตัวยิ่งยวด (Supersaturation) [1]

ในการเกิดผลึกจะมี 2 ขั้นตอน คือ 1.การเกิดอนุภาคใหม่ ซึ่งเรียกว่า นิวคลีเอชัน (Nucleation) และ 2.การเติบโตขึ้นจนมีขนาดหนึ่ง (macroscopic size) ในเครื่องตกผลึก การกระจายตัวของขนาดผลึก (Crystal size distribution : CSD) กำหนดจากอันตรกิริยาของอัตราการเกิดผลึกและอัตราการเจริญเติบโตของผลึก โดยกระบวนการทั้งหมดเป็นกระบวนการทางจลนพลศาสตร์ แรงขับเคลื่อนของอัตราทั้งสองคือสภาพความอิ่มตัวยิ่งยวด กระบวนการนิวคลีเอชั่นและการเจริญเติบโตของผลึกมักใช้หน่วยโมลแทนหน่วยมวล

สภาพความอิ่มตัวยิ่งยวดอาจเกิดจากวิธีการใดวิธีการหนึ่งหรือมากกว่า จากทั้งหมดสามวิธี ถ้าความสามารถในการละลายของตัวถูกละลายเพิ่มขึ้นอย่างมากเมื่อเพิ่มอุณหภูมิ สารละลายอิ่มตัวจะกลายเป็นสารละลายอิ่มตัวยิ่งยวดได้ง่ายมากโดยการทำให้เย็นตัวลงหรือลดอุณหภูมิลง หากความสามารถในการละลายค่อนข้างจะไม่ขึ้นกับอุณหภูมิ สารละลายอิ่มตัวยิ่งยวดสามารถเกิดขึ้นได้โดยการระเหยตัวทำละลายบางส่วนออกไป และถ้าความสามารถในการละลายสูงมากซึ่งไม่สามารถใช้วิธีการทำให้เย็นลงหรือการระเหยในการทำให้เกิดสารละลายอิ่มตัวยิ่งยวด ก็จะใช้วิธีการเติมองค์ประกอบที่สาม ซึ่งทำให้เกิดสารละลายผสมของตัวทำละลายซึ่งรวมกับตัวทำละลายเดิมทำให้ความสามารถในการละลายของตัวถูกละลายลดลงอย่างมาก กระบวนการนี้เรียกว่าซอลติ้ง (salting) หรือถ้าต้องการการตกตะกอน (precipitation) ตัวถูกละลายใหม่อาจเกิดขึ้นได้โดยการเติมองค์ประกอบที่สามที่จะทำปฏิกิริยากับตัวถูกละลายดั้งเดิมและเกิดเป็นสารที่ไม่ละลาย

2.8 นิวคลีเอชัน (Nucleation) [1,11]

อัตราการเกิดนิวคลีเอชัน เป็นจำนวนอนุภาคใหม่ที่เกิดขึ้นต่อหน่วยเวลาต่อปริมาตรของแมกมาหรือมาเตอร์ลิเควอร์ที่ไม่มีของแข็งอยู่ ซึ่งเป็นปริมาณที่เป็นพารามิเตอร์แรกที่ควบคุมค่าการกระจายตัวของขนาดผลึก

ถ้าสารละลายถูกทำให้เย็นลงเรื่อยๆ หรือระเหยไปเรื่อยๆ การเกิดผลึกจะไม่เกิดขึ้นทันที แม้ว่าความเข้มข้นของตัวถูกละลายในสารละลายเพิ่มขึ้นสูงกว่าจุดอิ่มตัวที่อุณหภูมิของสารละลายนั้น ทำให้เกิดสารละลายอิ่มตัวยิ่งยวดอาจเหนี่ยวนำให้เกิดนิวเคลียสของผลึกขึ้นหรือไม่ก็ได้ ระดับ

ของความอิ่มตัวยิ่งยวดของสารละลายวัดได้ด้วยค่าสัมประสิทธิ์ความอิ่มตัวยิ่งยวด (supersaturation coefficient : S) โดย

$$S = \frac{C_0}{C} \qquad (6)$$

เมื่อ C = ความเข้มข้น (w/w) ของตัวถูกละลายในตัวทำละลายที่อุณหภูมิหนึ่ง

C_0 = ความเข้มข้น (w/w) ของตัวถูกละลายในตัวทำละลายอิ่มตัวที่อุณหภูมิเดียวกัน

ซึ่งจะเห็นว่าค่า S > 1 แสดงว่าสารละลายนั่นเป็นสารละลายอิ่มตัวยิ่งยวด และที่ค่า S = 1 จะเป็นกราฟการละลายนั่นเอง

2.8.1 Primary Nucleation

2.8.1.1 Homogeneous Nucleation

ในทางวิทยาศาสตร์นิวคลีเอชันคือการเกิดบอดี้ (bodies) เล็กมากในเฟสใหม่ภายในเฟสที่เป็นโฮโมจีเนียสซึ่งอยู่ในสภาพอิ่มตัวยิ่งยวดที่มีอยู่เดิม ในสารละลายอิ่มตัวยิ่งยวดที่ปราศจากสารที่เป็นผลึกหรืออนุภาคแปลกปลอม การตกผลึกก็สามารถเกิดขึ้นได้ โดยนิวคลีไอเกิดจากตัวของสารละลายเอง การเกิดนิวคลีเอชันดังกล่าวเป็นผลจากที่ตำแหน่งหนึ่งๆ มีความไม่สม่ำเสมอ (fluctuation) เกิดขึ้นอย่างรวดเร็วในระดับโมเลกุลในเฟสที่เป็นโฮโมจีเนียสที่อยู่ในสมดุลของเมตาสเตเบิล ปรากฏการณ์พื้นฐานนี้เรียกว่า โฮโมจีเนียส นิวคลีเอชัน ซึ่งจำกัดว่าเป็นการเกิดอนุภาคใหม่ในเฟสที่ไม่ได้มีผลจากของแข็งจากแหล่งใดๆ รวมทั้งผนังของภาชนะบรรจุ หรือแม้กระทั่งสารแปลกปลอมขนาดเล็กมาก ในความเป็นจริงแล้วโฮโมจีเนียส นิวคลีเอชัน มักไม่ค่อยเกิดและไม่เป็นที่ต้องการเนื่องจากควบคุมได้ยาก

กระบวนการเกิดนิวคลีเอชัน ได้จากการที่โมเลกุลเข้ามารวมกันและสร้างเป็นขนาดที่เป็นนิวเคลียสของผลึกที่เสถียร ซึ่งกระบวนการนี้ต้องการความอิ่มตัวยิ่งยวดที่สูงมากก่อนที่นิวคลีเอชันจะเกิดขึ้น

นิวคลีไออาจเกิดจากโมเลกุล อะตอมหรือไอออนต่างๆเนื่องจากอนุภาคเคลื่อนที่เร็วมากจึงเรียกว่า หน่วยที่เคลื่อนที่ (kinetic unit) ซึ่งแต่ละหน่วยจะอยู่ในตำแหน่ง เวลา ความเร็ว พลังงาน และความเข้มข้นแตกต่างกันมาก

เนื่องจากความไม่สม่ำเสมอ หน่วยเคลื่อนที่สองอนุภาคอาจมาเชื่อมต่อกัน โดยทั่วไปมักจะแยกจากกันในทันที แต่ถ้าต่อกันแล้ว ก็อาจมีอนุภาคที่สามและอนุภาคอื่นๆมาเชื่อมต่อกัน การรวมกันในลักษณะเช่นนี้เรียกว่า คลัสเตอร์ (clusters) การเติมอนุภาคทีละหนึ่งหน่วยเข้าไปในคลัส

เตอร์ทำให้เกิดเป็นปฏิกิริยาลูกโซ่ ซึ่งอาจพิจารณาเป็นอนุกรมของปฏิกิริยาทางเคมีย้อนกลับได้ ดังที่แสดงดังนี้

เมื่อ m มีค่าน้อย คลัสเตอร์ก็ไม่สามารถประมาณว่าเป็นอนุภาคหนึ่งในเฟสใหม่ได้ แต่เมื่อ m มีค่ามากขึ้น คลัสเตอร์จะพิจารณาว่าเป็นอนุภาคและเรียกว่า เอมบริโอ (embryo) เอมบริโอส่วนใหญ่มักมีช่วงอายุสั้นๆ และแตกออกเป็นคลัสเตอร์หรือหน่วยเคลื่อนที่เดี่ยวๆ บางเอมบริโออาจโตขึ้นจนมีขนาดหนึ่งที่สามารถอยู่ในสมดุลทางเทอร์ไดนามิกส์กับสารละลายได้ ซึ่งขึ้นกับสภาพความอิ่มตัวยิ่งตัวยิ่งยวด ซึ่งเอมบริโอดังกล่าวนี้เรียกว่า นิวเคลียส ค่า m นี้อยู่ระหว่าง 2-3 ค่าจนถึงหลายร้อย ในกรณีนิวคลีไอของน้ำ m มีค่าประมาณ 80

นิวคลีไออาจอยู่ในสภาวะที่สมดุลไม่เสถียร ถ้านิวเคลียสสูญเสียหน่วยเคลื่อนที่ จะทำให้ละลาย แต่ถ้ารับหน่วยย่อยเข้ามาจะเติบโตเป็นผลึก ดังนั้น ลำดับขั้นของการเกิดเป็นผลึกหนึ่งๆ แสดงดังนี้

Cluster → embryo → nucleus → crystal

2.8.1.2 Heterogeneous Nucleation

นิวคลีเอชันชนิดนี้เกิดขึ้นเมื่ออนุภาคของแข็งของสารแปลกปลอมมีอิทธิพลต่อกระบวนการเกิดนิวคลีเอชันโดยการเร่งอัตราการเกิดนิวคลีเอชันเพิ่มขึ้นที่สภาวะอิ่มตัวยิ่งยวดหนึ่งๆ หรือก่อให้เกิดนิวคลีเอชันที่อัตราหนึ่งโดยถ้าเป็นโฮโมจีเนียสนิวคลีเอชันจะใช้เวลามาก เราเรียกนิวคลีเอชันชนิดนี้ว่า เฮเทอโรจีเนียส นิวคลีเอชัน

เฮเทอโรจีเนียส นิวคลีเอชันจะเร่งให้เกิดมากขึ้นได้ถ้ามีผิวสิ่งแปลกปลอมซึ่งจัดเรียงตัวในลักษณ์ที่ทำให้โครงสร้างตาข่าย (lattice) ของผลึกเกิดขึ้นได้ง่าย นั่นคือการเร่งของอนุภาคของแข็งมีผลต่ออัตราการเกิดนิวคลีเอชันคือ การลดพลังงานกระตุ้นที่กั้นอยู่ (energy barrier)

ลักษณะการเกิดนิวคลีเอชันทั้งสองแบบ จะเห็นว่าขณะที่แรงขับเคลื่อนเพิ่มขึ้น อัตราการเกิดนิวคลีเอชันจะเพิ่มขึ้นในช่วงแรกเนื่องจากความอิ่มตัวยิ่งยวดเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตาม ที่แรงขับสูงๆ นิวคลีเอชันจะลดลงไปเป็นศูนย์ เนื่องจากเกิดการยับยั้งการเคลื่อนที่ของโมเลกุล

2.8.2 Secondary Nucleation

การเกิดนิวคลีไอที่เกิดจากอิทธิพลของผลึกขนาดมาโครสโคปิกที่มีอยู่ในแมกมาเรียกว่า เซคอนดารีนิวคลีเอชัน สารละลายอิ่มตัวยิ่งยวดต้องมีความเข้มข้นสูงพอที่นิวคลีไอจากผลึกที่มีอยู่ในแมกมาไม่ละลายกลับเข้าไปในสารละลาย เซคอนดารีนิวคลีเอชัน อาจเกิดขึ้นโดยการเฉือนของของไหล หรือเกิดจากการที่ผลึกชนกับผลึกที่มีอยู่หรือชนกับผนังของเครื่องตกผลึกหรือชนกับใบกวน

1. นิวคลีเอชันแบบการเฉือนของของไหล (Fluid shear nucleation) เมื่อโมเลกุลหรือหน่วยต่างๆที่รวมตัวกันอยู่เป็นกลุ่มอย่างหลวมๆถูกแยกออกมาจากผิวของผลึก หรือถูกฉีกขาดโดยแรงลากของของเหลวหนืดที่อิ่มตัวยิ่งยวดเคลื่อนผ่านผิวของผลึกที่กำลังโตด้วยความเร็วสูง ในบางระบบพบว่าผลึกที่มีอยู่ต้องใหญ่กว่าขนาดที่ทำให้เกิดเซคอนดารีนิวคลีเอชัน บางทีอาจเป็นเพราะผลึกเหล่านี้ใหญ่พอที่จะเหนี่ยวนำทำให้เกิดปรากฏการณ์เอ็ดดี้ (eddies) เพื่อให้กระบวนการนี้เกิดขึ้น
2. นิวคลีเอชันแบบสัมผัส (contact nucleation) เกิดจากผลึกที่มีอยู่เกิดการชนกันเองหรือชนกับผนังหรือชนกับใบกวน แล้วชิ้นส่วนเล็กๆแตกออกมาจากผลึก เซคอนดารีคลีเอชันชนิดนี้ เป็นวิธีที่ง่ายที่สุดและดีที่สุดของการเกิดนิวคลีเอชัน เนื่องจากมีข้อดีคือ มีความเป็นระเบียบมากกว่าไพรมารีนิวคลีเอชัน ทำให้สามารถควบคุมได้ง่ายกว่า นิวคลีเอชันนี้เกิดที่สภาพความอิ่มตัวยิ่งยวดต่ำทำให้อัตราการเติบโตของผลึกอยู่ที่อัตราเหมาะสมและได้คุณภาพดี

เราจะอธิบายปรากฏการณ์การเกิดเซคอนดารีนิวคลีเอชันด้วยแผนภาพการละลายยิ่งยวด ในส่วนของเมตาสเตเบิลโซน ซึ่งแบ่งย่อยออกเป็นส่วนบนเหนือกราฟอิ่มตัวยิ่งยวด และส่วนล่างที่อยู่ถัดจากส่วนที่ไม่อิ่มตัว ในส่วนล่างของเมตาสเตเบิลโซนการเกิดผลึกเกิดจากการเกาะติดของผลึกที่มีอยู่แล้ว ซึ่งไม่ใช่ทั้งไพรมารีหรือเซคอนดารีนิวคลีเอชัน ส่วนด้านบนจะไม่มีการเกิดไพรมารีนิวคลีเอชันไม่ว่าจะเป็นแบบโฮโมจีเนียสหรือเฮเทอโรจีเนียส แต่การมีสารที่เป็นผลึกอยู่ก่อนแล้วทำให้เกิดเซคอนดารีนิวคลีเอชันขอบเขตระหว่างสองส่วนที่แยกออกจากกันนี้ขึ้นกับสภาวะต่างๆที่อยู่ในเครื่องตกผลึก โดยทั่วไปการกวนมักช่วยในการเกิดเซคอนดารีนิวคลีเอชัน และการกวนยิ่งรุนแรงขึ้น ระดับความอิ่มตัวยิ่งยวดที่เซคอนดารีนิวคลีเอชันจะเกิดขึ้นยิ่งต่ำลง และทำให้บริเวณของเมตาสเตเบิลโซนยิ่งแคบลง

2.9 การเติบโตของผลึก (Crystal growth) [1,3,5-6]

การเติบโตของผลึกเป็นกระบวนการแพร่ ที่การเติบโตเกิดขึ้นบนผิวของของแข็งของผลึกที่กำลังโต โมเลกุลหรือไอออนของตัวถูกละลายจะแพร่ผ่านเฟสของของเหลวไปที่หน้าต่างๆของผลึกที่กำลังเติบโต ในขั้นนี้จึงต้องใช้สัมประสิทธิ์ของการถ่ายเทมวล (k_y) เมื่อโมเลกุลหรือไอออนถึงผิวหน้าของผลึก ผลึกต้องรับและจัดให้เข้าไปอยู่ในสเปส แลททิช ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นที่ผิวหน้านี้จะเกิดที่อัตราหนึ่ง อย่างไรก็ตาม ทั้งในขั้นของการแพร่และขั้นตอนการติดที่ผิวจะดำเนินต่อไป เมื่อสารละลายอยู่ในสภาพที่อิ่มตัวยิ่งยวด อัตราการถ่ายเทมวลจากสารละลายส่วนใหญ่มายังที่ผิวดังสมการต่อไปนี้

$$dm_i / (A_i\, dt) = k_y (y - y') \qquad (7)$$

เมื่อ dm_i = จำนวนโมลของตัวถูกละลายที่ถ่ายเทไปยังหน้าผลึก i ที่เวลา dt ชั่วโมง

A_i = พื้นที่ของหน้าผลึก i (m2)

dt = เวลา (s)

k_y = สัมประสิทธิ์การถ่ายเทมวล

y = ความเข้มข้น (mol/l)

y' = ความเข้มข้นของสารละลายที่ผิวร่วม (interface) ระหว่างผลึกและของเหลว (mol/l)

สมมติว่าอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่ผิวหน้าของผลึกขึ้นกับสภาพอิ่มตัวยิ่งยวดในลักษณะเส้นตรง ดังนั้น

$$dm_i / (A_i\, dt) = k_{si} (y' - y_s) \qquad (8)$$

เมื่อ k_{si} = สัมประสิทธิ์ของปฏิกิริยาที่ผิวที่หน้าผลึก i

2.9.1 อัตราการเติบโตและเวลาที่ใช้เลี้ยงผลึก

อัตราการเติบโตของผลึกจะแตกต่างกันขึ้นอยู่กับสภาวะของกระแสความหนืด (viscosity stream) และอุณหภูมิตกผลึก ดังนั้นถ้าต้องการก้อนผลึกที่มีขนาดคงที่ค่าหนึ่งจะต้องใช้เวลาเลี้ยงผลึกที่เหมาะสมค่าหนึ่ง ค่าเหล่านี้สามารถเปลี่ยนแปลงได้ตามขนาดขนาดของเครื่องและความถ่วงจำเพาะของสเลอรี (slurry)

กฎของ ΔL

กฎของ ΔL กล่าวว่า ในการปฏิบัติการตกผลึกภายใต้เงื่อนไขอันคงที่ที่ไม่มีแกนผลึกเกิดขึ้น ความเร็วในการเติบโตของผลึกของสารชนิดเดียวกันที่มีขนาดต่างกัน จะมีค่าเท่ากันโดยไม่ขึ้นกับขนาดในขณะเริ่มต้น

$$\frac{\Delta L}{\Delta t} = G \qquad (9)$$

เมื่อ ΔL = ขนาดของผลึกที่โตขึ้น (มิลลิเมตร)

Δt = เวลาที่ใช้ (ชั่วโมง)

G = อัตราการเติบโตของก้อนผลึก (มิลลิเมตร/ชั่วโมง)

2.9.2 อัตราในการเติบโตของก้อนผลึก

กระบวนการเติบโตของก้อนผลึกประกอบด้วย

1.ตัวถูกละลายเคลื่อนที่ผ่านฟิล์มที่อยู่รอบผิวโดยการแพร่

แรงขับเคลื่อนของการแพร่ เกิดจากความแตกต่างระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย (y: ความเข้มข้นในสารละลายที่มีสภาวะอิ่มตัวยิ่งยวด,y*:ความเข้มข้นที่ผิวของก้อนผลึก)

$$\frac{1}{S_P}\frac{dm}{dt} = k_d(y - y^*) \tag{10}$$

เมื่อ S_P = พื้นที่ผิวของผลึก (m^2)

k_d = สัมประสิทธิ์การถ่ายเทมวล (mol/m^2s)

ค่าของ k_d มีค่าขึ้นกับชนิดของก้อนผลึกและอัตราเร็วระหว่างก้อนผลึกกับของเหลว สำหรับสารบางประเภทค่า k_d สามารถคำนวณหาได้จาก

$$\frac{k_d D_e}{D_m} = c\left(\frac{D_e G}{\mu}\right)^{0.6}\left(\frac{\mu}{MD_m}\right)^{0.3} \tag{11}$$

2.ขั้นตอนที่ตัวถูกละลายเกาะติดกับผิวของก้อนผลึก

$$\frac{1}{S_P}\frac{dm}{dt} = k_r(y^* - y_s)^n \tag{12}$$

เมื่อ k_r = ค่าคงที่ของอัตราเร็วของปฏิกิริยาการเติบโตของก้อนผลึก

y_s = ความเข้มข้นอิ่มตัว

n = ค่าคงที่มีค่าอยู่ระหว่าง 1 และ 2

จากสมการที่ 5 ในกรณีที่ n=1 จะได้ว่า

$$\frac{1}{S_P}\frac{dm}{dt} = K(y - y_s) = KS \tag{13}$$

$$\frac{1}{K} = \frac{1}{k_d} + \frac{1}{k_r} \tag{14}$$

เมื่อ K = ค่าคงที่อัตราการเติบโตของก้อนผลึกโดยรวม

S = ระดับความอิ่มตัวยิ่งยวด

อัตราการเติบโตของผลึกที่มีปริมาตรของผลึก $V_P=aL^3$

เมื่อ a = เป็นค่าคงที่ขึ้นกับรูปร่างของผลึก

L = ขนาดของผลึก

ถ้า ρ_m เป็นความหนาแน่นของผลึกและ m เป็นมวลของผลึก

$$m=V_P\rho_m = aL^3\rho_m \tag{15}$$

ทำการอนุพันธ์เทียบเวลา

$$\frac{dm}{dt} = 3aL^2 \rho_m \left(\frac{dL}{dt}\right) \tag{16}$$

$\frac{dL}{dt}$ คือ อัตราการเติบโตของก้อนผลึก(G)

$$\frac{1}{S_p}\left[3aL^2 \rho_m\right] = KS \tag{17}$$

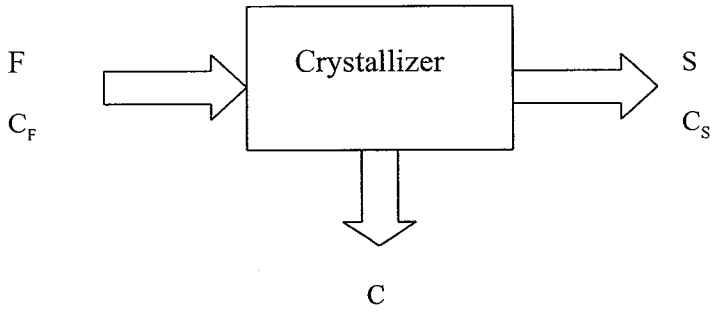
เมื่อ $S_p = 6V_p/L = 6aL^2$

ดังนั้นอัตราเร็วในการเติบโตของก้อนผลึก อาจคำนวณหาได้จาก

$$G = \frac{2KS}{\rho_m} \tag{18}$$

2.9.3 ผลได้ (yield) ของการตกผลึก

ผลได้ทางทฤษฎีของการตกผลึกสารละลายที่มีความเข้มข้นใดๆ สามารถคำนวณได้ดังนี้



$$F = S + C \tag{19}$$

$$FC_F = SC_S + C \tag{20}$$

$$C = [F\,(C_F - C_S)] / (1 - C_S) \tag{21}$$

เมื่อ

F,S = มวลของสารละลายก่อนและหลังการตกผลึก (กรัม)

C = มวลของผลึกที่ได้ (กรัม)

C_F,C_S = ความเข้มข้นของแอนไฮดรัสที่สารป้อน และสารขาออก (กรัมแอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ)

อัตราการเจริญเติบโตของผลึกหนึ่งๆในสารละลายขึ้นกับการขนถ่ายของวัตถุหรือสารไปยังผิวของผลึก และขึ้นกับกลไกการติดที่ผิว การคนสารละลายระหว่างการตกผลึกจะลดผลของการถ่ายเทของวัตถุไปยังผิวของผลึก แต่แม้ว่าไม่มีการกวน การขนถ่ายสารไปยังผิวก็ไม่ใช่ปัจจัยที่เป็นตัวกำหนดอัตราของการตกผลึก (rate-determining) จากการทดลอง พบ ว่า ปัจจัยที่กำหนดอัตราการเติบโตของผลึกซูโครสคือการแพร่ที่ต้องควบคุมให้มีอุณหภูมิสูงกว่า 40-45 องศาเซลเซียสเท่านั้น และ ถ้าเป็นผลึกโซเดียมคลอไรด์จะสูงกว่า 50 องศาเซลเซียส การมีการเจือปนก็มีผลทำให้อัตราการเติบโตของผลึกลดลง

รูปร่างอื่นๆของผลึก (หรือที่เรียกว่า habits) ขึ้นกับสภาวะของการเติบโต หน้าของผลึกต่างๆที่กำลังเติบโต มิได้เติบโตด้วยอัตราเดียวกัน โดยที่หน้าผลึกจะเติบโตเร็วกว่า จะถูกคาบเกี่ยวกับหน้าผลึกที่โตช้ากว่า ที่บริเวณขอบเขตส่วนที่โตออกไป ทำให้หน้าผลึกที่โตเร็วกว่านั้นหายไปจากผลึกสุดท้าย อัตราการเติบโตไม่เพียงแต่ขึ้นกับหน้าของผลึกเท่านั้น แต่ยังขึ้นกับระดับความอิ่มตัวยิ่งยวดที่เปลี่ยนแปลงไป ผลึกที่เติบโตอย่างรวดเร็วจากสารละลายอิ่มตัวยิ่งยวดสูงมากมีแนวโน้มที่จะก่อให้เกิดเฮบิท เช่น ผลึกที่โตขึ้นเป็นรูปเข็มยาว หรือมีโครงสร้างคล้ายต้นไม้

เหตุผลสำหรับปรากฏการณ์นี้คือผลึกต่างๆ ของรูปร่างดังกล่าวนี้ผิวจำเพาะสูงและสามารถปลดปล่อยความร้อนออกมา ในขณะที่สารในสารละลายจะเกาะบนผลึกที่อยู่ในสภาวะที่มีพลังงานต่ำกว่า ในกรณีการเกาะจากเฟสที่เป็นไอ เช่น การเกาะของหมอกบนตัวระเหยของเครื่องทำความเย็นทางกล พลังงานที่ปล่อยออกมาจะสูงกว่าสารละลาย และจะพบผลึกที่เป็นพวกเฮบิทบ่อยมาก

สารประกอบที่ไม่บริสุทธิ์ที่มีอยู่ในสารละลายก็มีผลต่อรูปร่างของผลึกโดยมีผลต่ออัตราการเติบโตของหน้าผลึกที่ต่างกัน สารชนิดนี้เรียกว่าตัวปรับ เฮบิท (habit modifiers) ซึ่งอาจเป็นสารไม่บริสุทธิ์ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ หรืออาจเป็นสารที่ตั้งใจเติมเข้าไปเพื่อให้เกิดการปรับเปลี่ยนดังกล่าว

ตัวทำละลายก็เป็นตัวปรับเฮบิทได้เช่นเดียวกันเนื่องจากอาจเป็นสารแปลกปลอมจากผลึกนั่นเอง ดังนั้นผลึกต่างๆของสารชนิดหนึ่งที่เกิดจากตัวทำละลายที่ต่างกัน สามารถมีเฮบิทที่แตกต่างกัน รูปที่เปลี่ยนไปมากที่สุดของเฮบิทคือ การยับยั้งผลึก ซึ่งการเติบโตในทุกหน้าผลึกลดลงไป

การปรับเปลี่ยนรูปร่างของผลึกที่กำลังเติบโตเกิดขึ้นเมื่อผลึกต่างๆมารวมกันและยึดกันไว้ ซึ่งทำให้เกิดผลึกแฝด (twinned crystals) โดยผลึกเริ่มต้นมาเชื่อมต่อกันในทิศทางหรือการจัดตัวเฉพาะซึ่งกันและกัน ผลึกค่อนข้างใหญ่และรูปร่างแปลกๆ ที่เกิดขึ้นมีผลต่อกระบวนการผลิต และคุณภาพของผลิตภัณฑ์สุดท้าย นอกจากนี้สารละลายบางส่วนอาจถูกจับไว้อยู่ภายในช่องว่างของผลึกที่รวมตัวกัน ทำให้ความบริสุทธิ์ของผลึกในระบบลดลง การรวมตัวกันของผลึกขึ้นกับปริมาณและช่วงเวลาที่ผลึกกับผลึกมาสัมผัสกันระหว่างกระบวนการตกผลึก การกวนระหว่างการตกผลึกจะลดโอกาสการรวมตัวของผลึก เช่นเดียวกับการที่สารละลายที่ตกผลึกมีค่าคงที่ของไดอิเลคทริคสูง

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Juliana Hash และ Ogbonnaya C. Okorafor [5] ได้ทำการศึกษาผลกระทบของการเติม เมทานอลลงไปในสารละลาย อัตราการกวน และอุณหภูมิ ที่มีผลต่อการตกผลึกและขนาดเฉลี่ยของผลึกโซเดียมซัลเฟต พบว่า เมื่อเติมเมทานอลลงไปในสารละลายมากขึ้น จะทำให้ขนาดเฉลี่ยของผลึกโซเดียมซัลเฟตเล็กลง เช่นเดียวกับการเพิ่มอุณหภูมิ และการเพิ่มอัตราการกวน ก็จะทำให้ขนาดเฉลี่ยของผลึกโซเดียมซัลเฟตลดลงเช่นกัน

M.E. Taboada, P.A. Palma และ T.A. Graber [6] ได้ทำการศึกษาการตกผลึกของโพแทสเซียมซัลเฟต ทั้ง 2 วิธี คือวิธีการทำให้เย็นตัวลง และวิธีการเติมตัวทำละลายที่อุณหภูมิคงที่ โดยตัวทำละลายที่เลือกมาเติมนั้นคือ โพรพานอล พบว่า ในวิธีการทำให้เย็นตัวลงจะให้ขนาดเฉลี่ยของผลึกที่เล็กกว่าวิธีการเติมตัวทำละลายถึง 0.52 มิลลิเมตร แต่มีปริมาณความชื้นอยู่ในผลึกใกล้เคียงกัน

104214

บทที่ 3

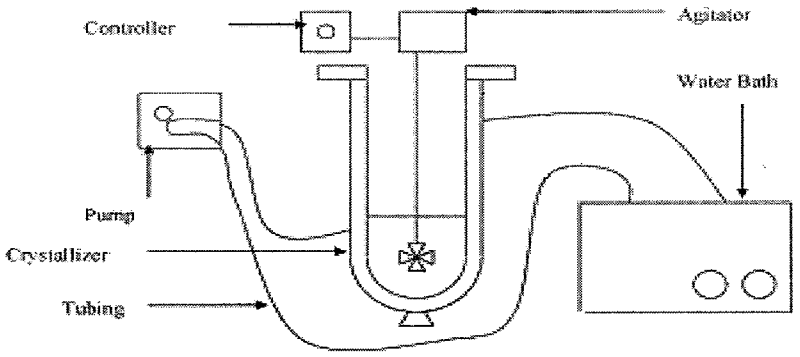
การทดลอง

3.1 อุปกรณ์ในการทดลอง

1. hot plate
2. กรวยกรอง 1 อัน
3. กระดาษกรอง
4. เทอร์โมมิเตอร์
5. กระบอกตวง
6. บีกเกอร์ ขนาด 1 ลิตร 2 ใบ
7. ขวดรูปชมพู่ 2 ใบ

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. ชุดเครื่องตกผลึก



รูปที่ 3 แบบจำลองเครื่องตกผลึก

1.1 Agitator ในการทดลองใช้ความเร็วรอบเท่ากับ 100 rpm

1.2 Crystallizer ขนาด 3 ลิตร

1.3 Pump

1.4 Controller

1.5 Water Bath

2. ชุดเครื่องกรองลดความดัน

3.3 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. สารส้ม ($Al_2(SO_4)_3 \cdot K_2SO_4 \cdot 24H_2O$)
2. เมทานอล

3.4 ขั้นตอนการทดลอง

ทำการทดลอง 2 วิธี คือ วิธีการทำให้เย็นตัวลง และวิธีการเติมตัวทำละลาย

3.4.1 วิธีการทำให้เย็นตัวลง

1. เปิดเครื่องตกผลึกและตั้งอุณหภูมิขาออกที่ต้องการ
2. เตรียมสาร $Al_2(SO_4)_3 \cdot K_2SO_4 \cdot 24H_2O$ ตามที่ออกแบบการทดลองไว้
3. ละลายสารในน้ำ 1 ลิตร
4. รอจนสารละลายหมด และอุ่นให้สารละลายมีอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิขาเข้าที่ต้องการ
5. เมื่อสาร $Al_2(SO_4)_3 \cdot K_2SO_4 \cdot 24H_2O$ ละลายหมดจึงนำผลึกไปกรองด้วยเครื่องกรองแบบลดความดันเพื่อกำจัดสิ่งที่ปนเปื้อนในสารละลาย จะได้สารละลายใส
6. เปิดปั๊มที่ชุดเครื่องตกผลึกเพื่อดูดสารละลายที่เตรียมไว้เข้าสู่เครื่องตกผลึก
7. บันทึกอุณหภูมิของสารละลายที่ทดลอง
8. ปล่อยให้ระบบทำงานตามสภาวะที่กำหนด และรอจนกว่าระบบจะเข้าสู่สภาวะคงที่ ซึ่งสังเกตได้จากอุณหภูมิของสารละลายที่คงที่
9. เก็บตัวอย่างสารละลายทุก 30 นาที ครั้งละ 20 มิลลิลิตร นำไปกรองและชั่งน้ำหนักของผลึกที่ได้
10. เมื่อครบตามเวลาที่ได้ออกแบบการทดลองมา นำสารละลายทั้งหมดไปกรองด้วยเครื่องกรองลดความดัน และชั่งน้ำหนักของผลึก

วิธีการเติมตัวทำละลาย

ตอนที่ 1 ศึกษาผลของเวลาในการตกผลึกที่มีผลต่อการตกผลึก

1. เตรียมอุปกรณ์ในการตกผลึกโดยเตรียมสาร $Al_2(SO_4)_3 \cdot K_2SO_4 \cdot 24H_2O$ ปริมาณ 18.37 กรัม นำมาละลายในน้ำ 100 มิลลิกรัมโดยนำไปต้มให้สาร $Al_2(SO_4)_3 \cdot K_2SO_4 \cdot 24H_2O$ ละลายจนหมด

2. เตรียมเมทานอลปริมาณ 100 กรัม นำไปอุ่นให้มีอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส

3. นำสารละลายที่ได้ไปกรอง เพื่อนำผงปนเปื้อนในสารละลายออก หลังจากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปอุ่นที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส

4. นำสารละลายที่ได้มาผสมกับเมทานอลที่เตรียมไว้แล้วอุ่นที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส กวนสารละลายที่ 325 รอบต่อนาที ตั้งทิ้งไว้นาน 10 นาที จนเห็นผลึก นำผลึกที่ได้มากรอง แล้วนำไปชั่งน้ำหนักที่ได้

5. ทำการทดลองนี้อีกครั้งโดยตั้งสารละลายไว้ที่ 20,40,60,80 และ 100 นาที จึงนำผลึกที่ได้มาชั่งน้ำหนัก

ตอนที่ 2 ศึกษาผลของปริมาณเมทานอลที่มีผลต่อการตกผลึก

1. เตรียมเครื่องตกผลึกโดยตั้งอุณหภูมิที่ต้องการตกผลึก โดยในการทดลองนี้ได้กำหนดอุณหภูมิไว้ที่ 50 องศาเซลเซียส
2. นำเมทานอลปริมาณ 1000 กรัม มาอุ่นที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส
3. นำสาร $Al_2(SO_4)_3 \cdot K_2SO_4 \cdot 24H_2O$ ไปชั่งน้ำหนักตามที่ได้คำนวณไว้แล้วมาละลายในน้ำ 1 ลิตร ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส
4. เมื่อสาร $Al_2(SO_4)_3 \cdot K_2SO_4 \cdot 24H_2O$ ละลายหมดจึงนำผลึกไปกรองด้วยเครื่องกรองแบบลดความดันเพื่อกำจัดสิ่งที่ปนเปื้อนในสารละลาย จะได้สารละลายใส
5. นำสารละลายมาอุ่นที่อุณหภูมิคงที่ 50 องศาเซลเซียส แล้วจึงนำสารละลายที่ได้ใส่ในเครื่องตกผลึก และเติมเมทานอลตาม
6. ตั้งสารละลายทิ้งไว้ประมาณ 60 นาที แล้วจึงนำสารละลายออกมากรอง หลังจากนั้นนำผลึกที่ได้ไปชั่งน้ำหนักขณะที่ผลึกแห้ง

หมายเหตุ

1. ควรทำการอุ่นสารละลายและเมทานอลให้มีอุณหภูมิคงที่ก่อนนำเข้าสู่เครื่องตกผลึก
2. ขณะที่ทำการกรองผลึกที่ได้ ผลึกอาจละลายไปกับน้ำที่นำมาล้าง จึงควรใช้น้ำเย็นในการล้างผลึก
3. การเก็บตัวอย่างสารละลายทุก 30 นาที ในการทดลองโดยวิธีการทำให้เย็นตัวลงควรล้างก๊อกที่เปิดทุกครั้ง หลังจากเก็บผลึกแล้ว เพื่อจะได้ไม่มีผลึกตกค้าง

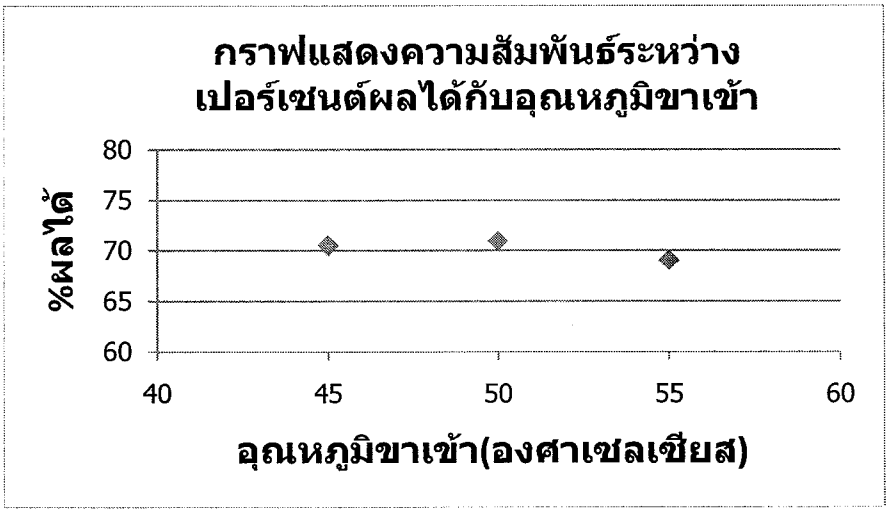
บทที่ 4

ผลการทดลอง

4.1 การศึกษาการตกผลึกของสารส้มโดยวิธีการทำให้เย็นตัวลง

4.1.1 การศึกษาผลของอุณหภูมิขาเข้าเครื่องตกผลึก

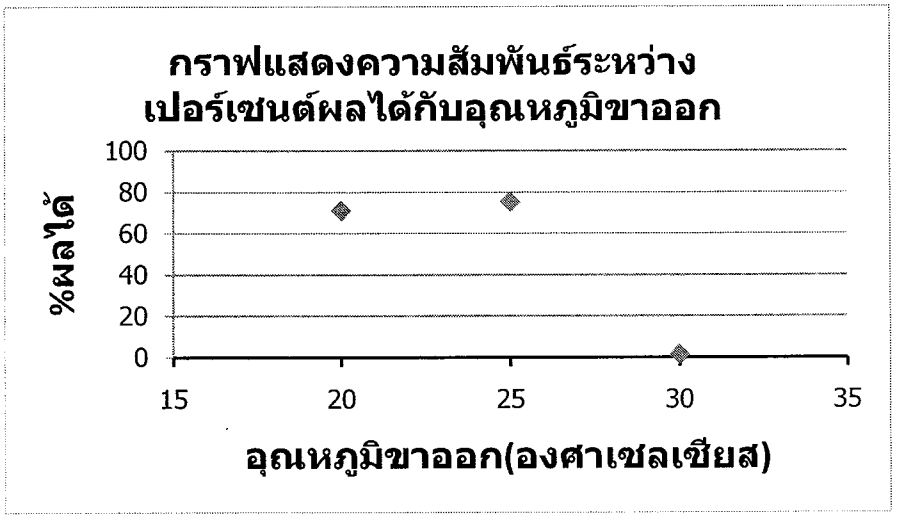
จากการศึกษาผลของอุณหภูมิขาเข้าเครื่องตกผลึกของสารละลายสารส้มที่มีความเข้มข้นเท่ากับ 10 กรัมแอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ ที่อุณหภูมิขาเข้า 45 50 และ 55 องศาเซลเซียส เมื่ออุณหภูมิขาออกเท่ากับ 20 องศาเซลเซียส ทำการปั่นที่ความเร็วรอบเท่ากัน ได้ผลดังกราฟ



รูปที่ 4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ผลได้กับอุณหภูมิขาเข้า

4.1.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิขาออกจากเครื่องตกผลึก

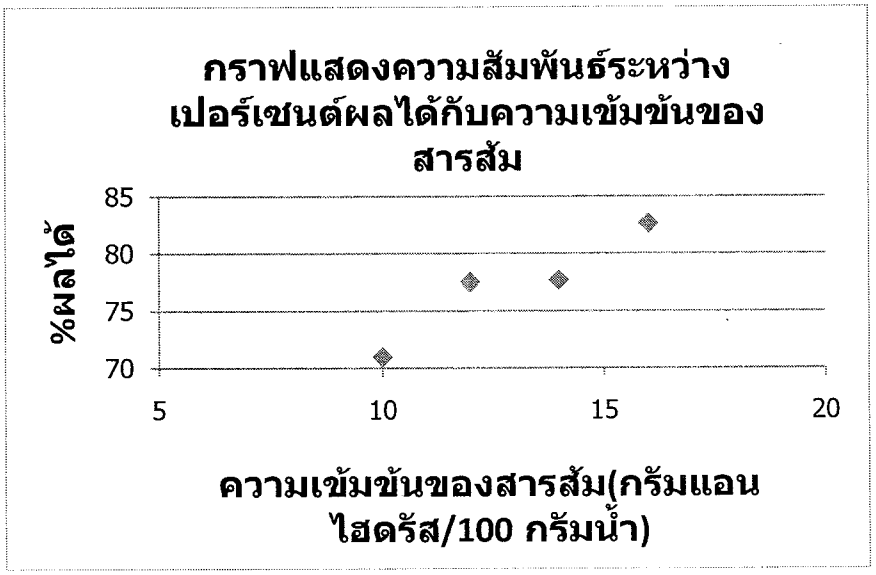
จากการศึกษาผลของอุณหภูมิขาออกจากเครื่องตกผลึกของสารละลายสารส้มที่มีความเข้มข้นเท่ากับ 10 กรัมแอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ ที่อุณหภูมิขาออก 20 25 และ 30 องศาเซลเซียส เมื่ออุณหภูมิขาเข้าเท่ากับ 50 องศาเซลเซียส ทำการปั่นที่ความเร็วรอบเท่ากัน ได้ผลดังกราฟ



รูปที่ 5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ผลได้กับอุณหภูมิขาออก

4.1.3 การศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายสารส้ม

จากการศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายสารส้ม ที่ความเข้มข้นต่างๆ ตั้งแต่ 10 12 14 และ 16 กรัมแอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ เมื่ออุณหภูมิขาเข้าเท่ากับ 50 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิขาออกเท่ากับ 20 องศาเซลเซียส ทำการปั่นที่ความเร็วรอบเท่ากัน ได้ผลดังกราฟ

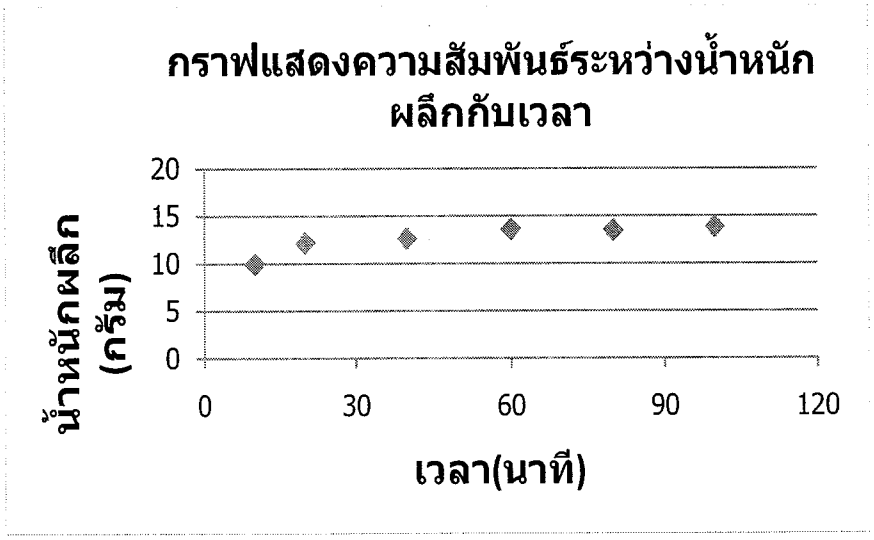


รูปที่ 6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ผลได้กับความเข้มข้นของสารส้ม

4.2 การศึกษาการตกผลึกของสารส้มโดยวิธีการเติมตัวทำละลาย

4.2.1 การศึกษาเวลาการเกิดปริมาณผลึกจำนวนมาก

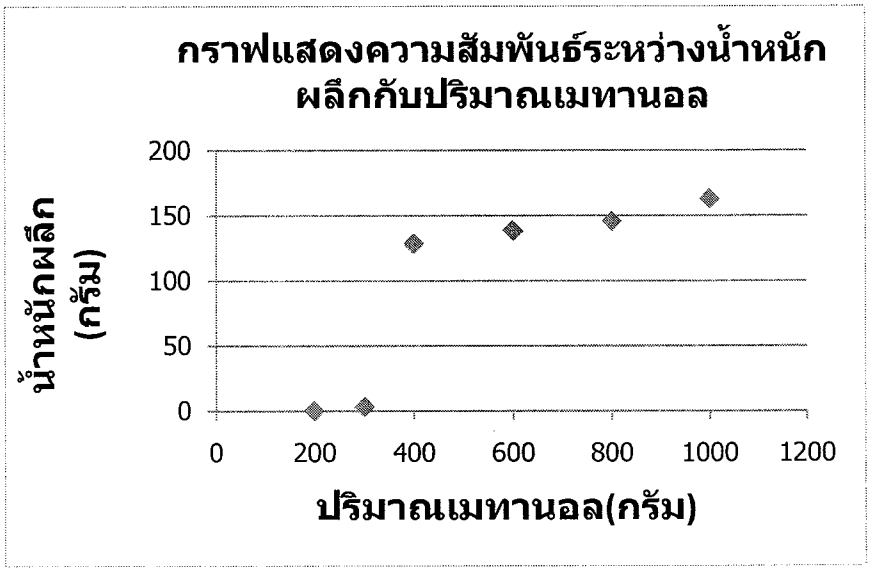
จากการศึกษาผลของการเติมเมทานอล กำหนดอุณหภูมิคงที่ตลอดการทดลองที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เตรียมสารส้ม18.37 กรัม น้ำ 100 กรัม เติมเมทานอลปริมาณ 100 กรัม กวนสารละลายผสมที่อัตราเร็ว 325 rpm เก็บผลขณะเวลา 10 20 40 60 80 และ 100 นาที ดังกราฟ



รูปที่ 7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของผลึกกับเวลา

4.2.2 การศึกษาปริมาณเมทานอล

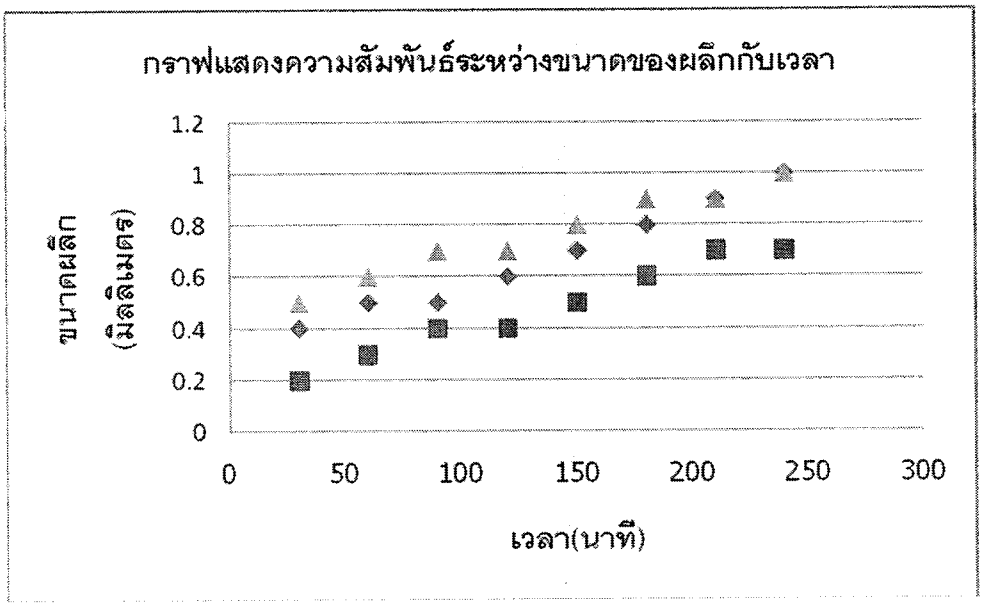
จากการศึกษาผลการเติมเมทานอลในปริมาณต่างๆ กัน โดยกำหนดอุณหภูมิคงที่ตลอดการทดลองที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เตรียมสารส้ม183.7 กรัม ลดปริมาณเมทานอลลง 1000 800 600 400 300 และ 200 กรัม เก็บผลขณะเวลา 60 นาที ดังกราฟ



รูปที่ 8 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของผลึกกับปริมาณเมทานอล

4.3 การศึกษาขนาดผลึกของสารส้มโดยวิธีการทำให้เย็นตัวลง

4.3.1 การศึกษาผลขนาดผลึกที่มีอุณหภูมิเข้าเครื่องตกผลึกเปลี่ยนแปลง

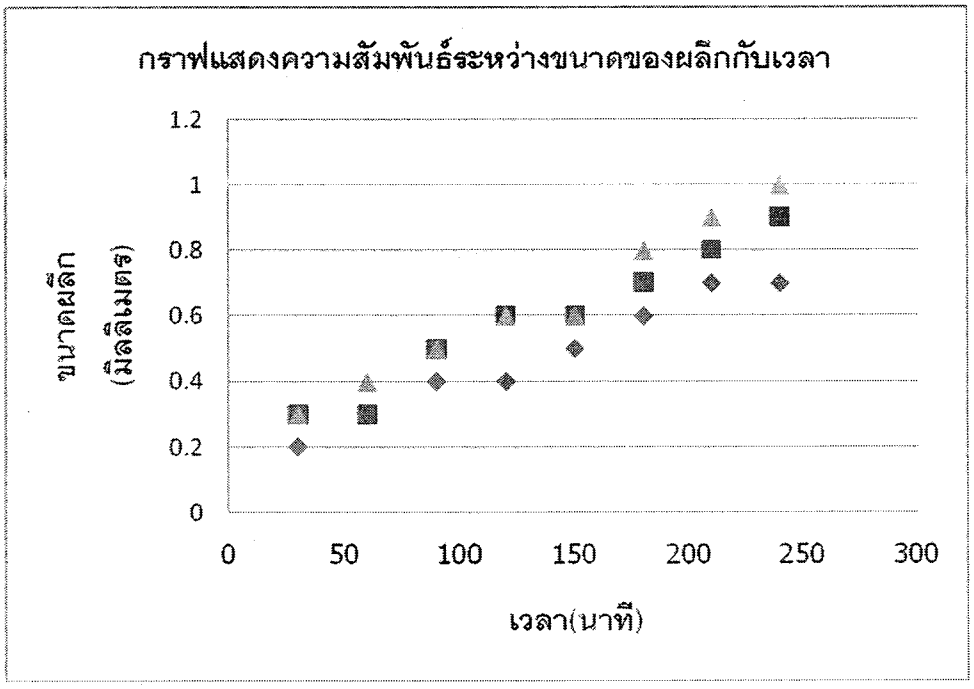


รูปที่ 9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดผลึกที่มีอุณหภูมิขาเข้าเครื่องตกผลึกเปลี่ยนแปลงกับระยะเวลาในการตกผลึก

กำหนดให้

- ◆ T_{in}45°C T_{out}20°C
- ■ T_{in}50°C T_{out}20°C
- ▲ T_{in}55°C T_{out}20°C

4.3.2 การศึกษาผลขนาดผลึกที่มีอุณหภูมิออกจากเครื่องตกผลึกเปลี่ยนแปลง

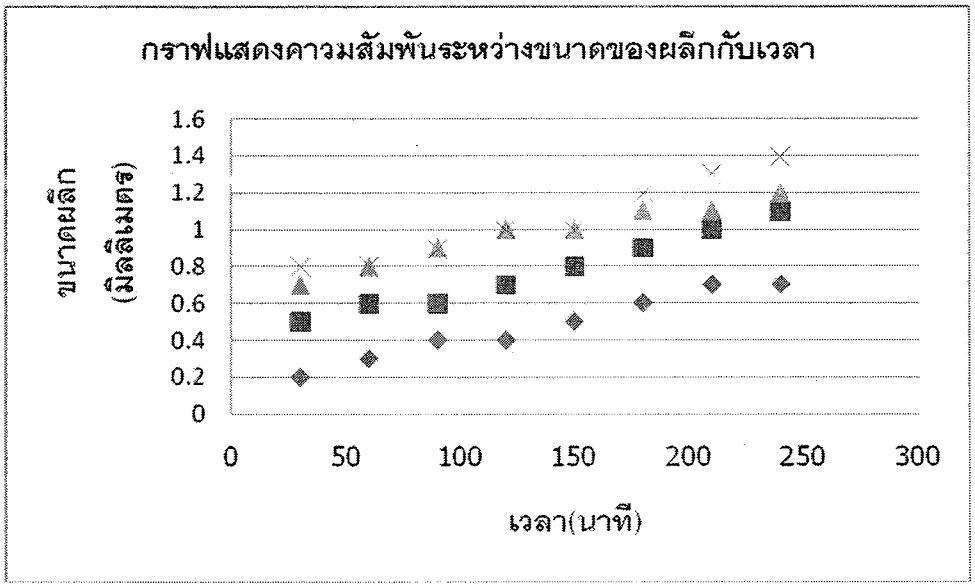


รูปที่ 10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดผลึกที่มีอุณหภูมิขาออกจากเครื่องตกผลึกเปลี่ยนแปลงกับระยะเวลาในการตกผลึก

กำหนดให้

- T_{in}50°C T_{out}20°C
- T_{in}50°C T_{out}25°C
- T_{in}50°C T_{out}30°C

4.3.3 การศึกษาผลขนาดผลึกที่มีความเข้มข้นของสารละลายสารส้มเปลี่ยนแปลง



รูปที่ 11 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดผลึกที่มีความเข้มข้นของสารละลายสารส้มเปลี่ยนแปลงกับระยะเวลาในการตกผลึก

กำหนดให้

- ◆ 10 กรัมแอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ
- ■ 12 กรัมแอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ
- ▲ 14 กรัมแอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ
- × 16 กรัมแอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

การทำให้เกิดผลึกโดยการทำให้เย็นตัวลงซึ่งสามารถแยกการกระบวนการได้ดังนี้ เมื่อทำการทดลองโดยกำหนดอุณหภูมิขาเข้าเครื่องตกผลึก ที่อุณหภูมิขาเข้า 45 50 และ 55 องศาเซลเซียส เมื่ออุณหภูมิขาออกเท่ากับ 20 องศาเซลเซียส และความเข้มข้นของสารส้มเท่ากับ 10 กรัมแอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ นำข้อมูลที่ได้มาทำการคำนวณเพื่อหาเปอร์เซ็นต์ผลผลิต สามารถนำข้อมูลที่ได้จากการทดลองมาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ผลผลิตกับอุณหภูมิขาเข้า ทำให้ทราบว่า อุณหภูมิขาเข้าไม่มีผลต่อปริมาณของผลึก แต่ขนาดของผลึกมีอัตราการเติบโตสูงขึ้นเมื่อเวลามากขึ้น

การทดลอง โดยกำหนดอุณหภูมิขาออกจากเครื่องตกผลึก ที่อุณหภูมิขาออก 20 25 และ 30 องศาเซลเซียส เมื่ออุณหภูมิขาเข้าเท่ากับ 50 องศาเซลเซียส ความเข้มข้นของสารส้มเท่ากับ 10 กรัมแอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ นำข้อมูลที่ได้มาทำการคำนวณเพื่อหาเปอร์เซ็นต์ผลผลิต สามารถนำข้อมูลที่ได้จากการทดลองมาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ผลผลิตกับอุณหภูมิขาออก ทำให้ทราบว่า เมื่ออุณหภูมิขาออกเพิ่มขึ้นจะทำให้ปริมาณผลึกลดลง เนื่องจากอุณหภูมิที่สูงขึ้นจะทำให้ระดับความอิ่มตัวของสารละลายลดลง จนทำให้โมเลกุลของผลึกมีโอกาส เกิดการเข้ามารวมตัวกันแล้วก็แยกกันอีกและจะไม่โตจนกว่าจะมีผลึกมาล่อ ดังนั้นจึงส่งให้ขนาดของผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อเวลาเพิ่มขึ้น

การทดลอง เมื่อกำหนดความเข้มข้นของสารละลายสารส้ม ที่ความเข้มข้นต่างๆ ตั้งแต่ 10 12 14 และ 16 กรัมแอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ เมื่ออุณหภูมิขาเข้าเท่ากับ 50 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิขาออกเท่ากับ 20 องศาเซลเซียสทุกๆ ความเข้มข้น นำข้อมูลที่ได้มาทำการคำนวณเพื่อหาเปอร์เซ็นต์ผลผลิต สามารถนำข้อมูลที่ได้จากการทดลองมาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ผลผลิตกับความเข้มข้นของสารส้ม ทำให้ทราบว่า ที่อุณหภูมิขาออกคงที่ เมื่อความเข้มข้นของสารเพิ่มขึ้นจะทำให้ปริมาณของผลึกเพิ่มขึ้นเช่นกัน ซึ่งการตกผลึกจากสารละลายที่มี

ความเข้มข้นสูงกว่าเส้นกราฟอิ่มตัวยิ่งยวด ผลึกจะเกิดขึ้นเองอย่างรวดเร็ว โดยไม่ต้องอาศัยการกระทำจากภายนอกมากระตุ้น ซึ่งทำให้ขนาดของผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้นเรื่อยๆ

เมื่อทำการทดลองต่อการตกผลึกของสารส้มโดยวิธีการเติมตัวทำละลาย โดยใช้เมทานอล ทำการทดลอง ได้ผลการทดลองดังนี้

ทำการทดลอง เมื่อกำหนดอุณหภูมิคงที่ตลอดการทดลองที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เตรียมสารส้ม18.37 กรัม น้ำ 100กรัม เติมเมทานอลปริมาณ 100 กรัม กวนสารละลายผสมที่อัตราเร็ว 325 rpm เก็บผลที่เวลา 10 20 40 60 80 และ 100 นาที สามารถนำข้อมูลที่ได้จากการทดลองมาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักผลึกกับเวลาที่เก็บผลึก ทำให้ทราบว่า ยิ่งเวลานานขึ้น จะทำให้เกิดผลึกมากขึ้น จะเกิดผลึกมากที่สุดและคงที่ที่เวลา 60 นาที หรือ 1ชั่วโมง

การทดลอง โดยกำหนดอุณหภูมิคงที่ตลอดการทดลองที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เตรียมสารส้ม 183.7 กรัม เปลี่ยนปริมาณเมทานอลเป็น 1000 800 600 400 300 และ 200 กรัม เก็บผลที่เวลา 60 นาที สามารถนำข้อมูลที่ได้จากการทดลองมาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักผลึกกับเวลา ทำให้ทราบว่า หากปริมาณเมทานอลลดลงจะทำให้ปริมาณผลึกลดลงเช่นกัน

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ในการทำการทดลองต่อไป อาจนำผลึกสารส้มที่ผ่านการทดลองแล้วมาใช้ได้ใหม่เพราะสารส้มนั้นมีความบริสุทธิ์ไม่มีสิ่งเจือปนอยู่

2. ในขณะที่ทำการทดลองควรใช้น้ำเย็นในการล้างผลึกทุกครั้ง เพื่อป้องกันการละลายของผลึก

เอกสารอ้างอิง

[1.] รุ่งนภา พงศ์สวัสดิ์มานิต วิศวกรรมอาหาร: หน่วยปฏิบัติการในอุตสาหกรรม พิมพ์ครั้งที่ 4. สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ 2551 หน้า 77-97

[2.] สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม สารส้ม

[3.] ศิริพันธ์ มุรธาธัญลักษณ์ การทดลองการตกผลึก ภาควิชาวิศวกรรมเคมี สภาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

[4.] วิลเลียมส์ ดี, คาลิสเตอร์.เจ อาร์ เรียบเรียงโดยสุวันชัย พงษ์สุกิจวัฒน์ เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร มาวิน สุประดิษฐ ณ อยุธยา กอบบุญ หล่อทองคำ ธาชาย เหลืองวรานันท์ ปฐมา วิสุทธิพิทักษ์กุล วัสดุศาสตร์และวิศวกรรมวัสดุพื้นฐาน สำนักพิมพ์ท้อป หน้า 32, 38

[5.] Juliana Hash, Ogbonnaya C. Okorafor, Crystal size distribution(CSD) of batch salting-out crystallization process for sodium sulfate, Chemical Engineering and Processing 47 (2008) 622-632

[6.] M.E. Taboada, P.A. Palma, and T.A. Graber, Crystallization of potassium sulfate by cooling and salting-out using 1-propanol in a calorimetric reactor, 1, 21-29(2003)

[7.] J. Hash, O.C. Okorafor, Saturation composition and density data for sodium sulfate+sulfuric acid+methanol system, J. Chem. Eng. Data(2005)468-470

[8.] Rene David, Jean-Michel Bossoutrot, Crystallization and precipitation engineering-VII. The Modelling of sodium perborate tetrahydrate crystallization from solution, 1996

[9.] J.W. Mullin, Crystallization, Butterworth Heinemann, 3rd ed., 1997

[10.] H. Perry Robert, Chemical Engineers Handbook, Vol I, Mc Graw-Hill, New York 1994

[11.] McCabe, W.L., Smith, J.C. and Harriot, P., Unit Operations of Chemical Engineering, McGraw-Hill,6TH ed., 2001

[12.] Geankoplis, C.J., Transport Processes and Unit Operations, Prentice Hall, 3rd ed., 1993

[13.] "ข้อมูลสารเคมี" [online].Available: http://dpc3.ddc.moph.go.th/in_tranet/rayong/msds/methanol.pdf

[14.] "ข้อมูลสารเคมี" [online].Available: http://www.ra2.mahidol.ac.th/poisoncenter/pois-cov/Methanol.html

[15.] "การตกผลึก" [online].Available: http://www.chemistry.sc.chula.ac.th/course_info/2302275/chapter5.pdf

[16.] “การตกผลึก” [online].Available:
http://202.44.47.77/tam/SubjectsbyWASAN/673352%20FoodProcessingII/crystallization.pdf
[17.] “การตกผลึก” [online].Available: http://ebook.nfe.go.th/ebook/pdf/020/0020_189.pdf

ภาคผนวก ก
สารส้ม

ก.1 ประวัติของสารส้ม

สารส้ม (alum) มีการผลิตในระยะแรก ๆ ที่ไหน เมื่อไร ไม่มีหลักฐานแน่ชัด แต่มีรายงานว่าในแถบเอเชียตอนกลางมีการผลิตและซื้อขายสารส้มกันมาช้านานแล้วไม่ต่ำกว่า 500 ปี สารส้ม (Alum) พบว่าเกิดขึ้นเองตามธรรมชาติหลายแห่ง โดยเฉพาะบริเวณที่เคยเป็นภูเขาไฟมาก่อน การนำมาใช้บางแห่งต้องสกัดออกมาจากดิน เช่นเดียวกับการทำเกลือสินเธาว์บางแห่งผลิตจากแร่ส้มหิน (Alunite, Alumstone หรือ Alunrock) โดยนำมาเผาเมื่อละลายจึงนำไปตกตะกอน หรือแร่อื่น ๆ ที่มีอลูมิเนียม(Aluminum) เป็นองค์ประกอบ ในประเทศไทยชาวบ้านเรียกว่า ดินส้ม พบอยู่หลายจังหวัดมีมากที่จังหวัดเลย แต่สารส้มที่พบตามธรรมชาติ มีปริมาณไม่เพียงพอกับความต้องการมนุษย์จึงต้องคิดค้นวิธีการผลิตขึ้นมาเอง โดยนำเอาแร่ธาตุจากธรรมชาติที่มีปริมาณอะลูมินาสูงเป็นวัตถุดิบได้สำเร็จ และผลิตเป็นการค้ามาจนถึงปัจจุบัน สารส้ม(Alum) มีประโยชน์และมีความสำคัญต่อชีวิตประจำวันมากแต่ไม่ค่อยมีใครได้นึกถึงเพราะไม่ค่อยได้เกี่ยวข้องโดยตรง เช่น น้ำประปาที่ใช้กันอยู่ทุกวันนี้ต้องอาศัยสารส้มทำให้ใส ใช้ในอุตสาหกรรมกระดาษ ฟอกหนัง ย้อมผ้า ฟอกสี ทำผงฟูและยาเป็นต้น

ก.2 ประเภทของสารส้ม

สารส้ม(Alum) มีรากศัพท์มาจากคำในภาษาลาตินว่า Alumen แปลว่า สารทำให้หดตัว (Astringent) แต่ในปัจจุบัน สารส้มหมายถึงเกลือเชิงซ้อน (ผลึกเกลือ) ของสารประกอบที่มีธาตุอะลูมิเนียมและซัลเฟต เป็นส่วนประกอบหลัก แบ่งออกเป็น 3 ประเภท คือ

1. **เกลือซัลเฟตของอะลูมิเนียมหรืออะลูมิเนียมซัลเฟต** [$AL_2(SO_4)_3$. xH_2O] มีลักษณะเป็นก้อนผงสีขาว

2. **เกลือเชิงซ้อนของโพแทสเซียมหรือโพแทสเซียมอะลั่ม** [$AL_2(SO_4)_3$. K_2SO_4 . $24H_2O$] มีลักษณะเป็นผลึกใสไม่มีสี

3. **เกลือเชิงซ้อนของแอมโมเนียมหรือแอมโมเนียมอะลั่ม** [$AL_2(SO_4)_3$.$(NH_4)2SO_4$.$24H_2O$] มีลักษณะเป็นผลึกใสไม่มีสี

อย่างไรก็ตามสารส้ม(Alum) ทั้ง 3 ประเภทดังกล่าวนำไปใช้ประโยชน์อย่างเดียวกัน การเติม Ammonium และ Potassium ลงไปก็เพื่อความประสงค์อื่น คือต้องการให้เป็นก้อนผลึกใสและบริสุทธิ์ยิ่งขึ้น

ก.3 ประโยชน์ของสารส้ม

สารส้มนำไปใช้ประโยชน์ได้อย่างกว้างขวางทั้งในอุตสาหกรรมและที่เกี่ยวข้องกับผิวหนังของคน กล่าวคือ

1. การใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรม ส่วนมากจะใช้ในอุตสาหรรมการประปา รองลงมาได้แก่ อุตสาหกรรมกระดาษ ย้อมผ้า ฟอกหนัง ผสมเป็นยาดับเพลิง สารดับกลิ่น ฟอกสี และ ผสมทำผงฟูใช้ในการทำขนมปัง เป็นต้น

2. การใช้เกี่ยวข้องกับผิวหนัง ใช้ดับกลิ่นตัวได้ทุกส่วนของร่างกายตามที่ต้องการ โดยเฉพาะที่ใต้วงแขน (รักร้า) และเท้า สามารถระงับกลิ่นได้ 100 % นานถึง 24 ช.ม และหน่วงการเกิดกลิ่นได้ไม่ต่ำกว่า 10 ชม. ใช้ทาหลังโกนหนวดจะไม่ทำให้เกิดการระคายเคือง ช่วยห้ามเลือดและสมานบาดแผลที่เกิดจากมีดโกนบาด หรือบาดแผลเล็กน้อย ใช้ทาที่ส้นเท้าจะรักษาและป้องกันส้นเท้าแตกทาแก้คันตามผิวหนังเมื่อถูกยุงกัดหรือคันจากสาเหตุอื่น

ก.4 คุณสมบัติของสารส้ม

1. ไม่มีสีและกลิ่น ซึ่งเป็นคุณสมบัติที่พิเศษของมัน เหมาะสำหรับผู้ที่ชอบใช้น้ำหอม เพราะจะไม่มีกลิ่นไปรบกวนหรือหักล้างกลิ่นน้ำหอมที่ใส่อยู่ กล่าวคือ สารดับกลิ่นตัวส่วนมากจะผสมน้ำหอมลงไปด้วย ทำให้ไปรบกวนกลิ่นของน้ำหอมราคาแพงที่ใส่อยู่

2. ไม่เปื้อนเสื้อผ้า เพราะไม่มีส่วนผสมของครีมและน้ำมัน

3. ปลอดภัยกับร่างกาย กล่าวคือ ไม่อุดตันรูขน ไม่ซึมเข้าสู่ร่างกายเพราะตัวมันทำให้เกิดประจุลบจึงไม่สามารถที่ผ่านผนังเซลได้ ไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมและไม่ทำลายโอโซน

4. ไม่เสื่อมสภาพ มีความคงทนต่อสภาพแวดล้อมไม่เสื่อมสภาพที่อุณหภูมิห้อง

ภาคผนวก ข

เมทานอล

สูตรเคมี : CH_3OH

ชื่ออื่นๆ : Carbinol, Columbian spirits, Methyl alcohol, Wood alcohol, Wood spirits

ลักษณะทางกายภาพ : ของเหลวใสไม่มีสี มีกลิ่นคล้ายแอลกอฮอล์ เป็นของเหลวไวไฟ class B ทำปฏิกิริยากับสารออกซิไดส์อย่างแรง น้ำหนักโมเลกุล 32.1 จุดเดือด147 องศาฟาเรนไฮต์ (63.8 องศาเซลเซียส) จุดวาบไฟ52 องศาฟาเรนไฮต์ (11.1 องศาเซลเซียส)

การใช้งาน/อาชีพที่เกี่ยวข้อง: ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์สารอินทรีย์ต่าง ๆ เช่น ฟอร์มาลดีไฮด์ เมทธาคริเลท เมทธิลเอมีน เป็นต้น และใช้เป็นสารละลายในหมึก ยางไม้ กาว และสีย้อมสำหรับหมวกฟาง ใช้เป็นส่วนผสมในน้ำยาลอกสี และน้ำยาลอกวานิช น้ำยาทำความสะอาด และลอกขี้ผึ้ง เป็นต้น

อันตรายต่อสุขภาพ

หายใจ : ทำให้ปวดศีรษะ อ่อนเพลีย มึนงง เซื่องซึม คลื่นไส้ อาเจียน ตาพร่ามัว ถ้าได้รับในปริมาณมากๆอาจทำให้หมดสติและตายได้

ตา : ไอของสารทำให้เกิดการระคายเคืองตา ถ้าถูกของเหลวทำให้เกิดการระคายเคืองตาจนเกิดผิดปกติที่กระจกตา หากได้รับเป็นระยะเวลานานทำให้ความสามารถในการมองเห็นลดลง

ผิวหนัง : สัมผัสบ่อย ๆ หรือสัมผัสเป็นเวลานาน จะทำให้เกิดการระคายเคืองต่อผิวหนัง เป็นผื่นแดง

กลืนกิน : จะส่งผลต่อระบบประสาทส่วนกลางทำให้ มีอาการเคลิ้ม การตัดสินใจช้า พูดจาไม่รู้เรื่อง สูญเสียความสามารถในการเคลื่อนไหว หายใจถี่ ปวดท้องอย่างรุนแรง ระบบการมองเห็นถูกรบกวนจนถึงขั้นตาบอด หมดสติ และอาจตายได้ ระยะเวลาตั้งแต่ได้รับพิษจนเริ่มมีอาการจะอยู่ในช่วง 1-30 ชั่วโมง (ปกติ 12-18 ชั่วโมง)

อวัยวะเป้าหมาย : ตา ผิวหนัง ระบบประสาทส่วนกลาง ระบบทางเดินอาหาร

ทางเข้าสู่ร่างกาย : หายใจ กลืนกิน สัมผัสกับผิวหนัง และ/หรือตา

การปฐมพยาบาล

หายใจ : เคลื่อนย้ายผู้ประสบภัยไปที่อากาศบริสุทธิ์ ถ้าหยุดหายใจ ให้ช่วยทำการผายปอด รักษาร่างกายให้อบอุ่นและจัดให้อยู่ในท่าที่สบาย แล้วรีบนำส่งแพทย์

ตา : ล้างตาด้วยน้ำสะอาดที่ไหลผ่านอย่างน้อย 20 นาที โดยดึงเปลือกตาบนและล่างให้กว้าง แล้วรีบพบแพทย์ ไม่ควรใส่เลนส์สัมผัสขณะทำงานกับสารนี้

ผิวหนัง : ถอดเสื้อผ้าและรองเท้าที่เปื้อนสารออกทันที ล้างบริเวณที่สัมผัสสารด้วยน้ำและสบู่อย่างอ่อน รักษาร่างกายให้อบอุ่น ถ้ายังมีอาการระคายเคืองให้พบแพทย์

กลืนกิน : ห้ามทำให้อาเจียน ถ้าผู้ป่วยหมดสติห้ามให้สิ่งต่างๆทางปาก ถ้าผู้ป่วยรู้สึกตัวดีให้ดื่มน้ำ 240-300 มิลลิลิตร เพื่อเจือจางสาร และนำส่งพบแพทย์โดยด่วน

การป้องกันอันตราย

หายใจ : สวมใส่อุปกรณ์ป้องกันการหายใจแบบมีท่ออากาศติดตัวหรือแบบส่งอากาศจากภายนอก ถ้าไอหรือละอองไอไม่ทราบค่าความเข้มข้นในขณะนั้น

ตา : สวมแว่นตานิรภัย ที่ครอบตา หรือหน้ากากกันสารเคมี

ผิวหนัง : สวมถุงมือ รองเท้าบูท และเสื้อคลุมกันสารเคมี เสื้อผ้าที่เปื้อนสารเคมีให้เก็บใส่ภาชนะที่มีฝาปิดมิดชิด ทำความสะอาดก่อนนำมาใช้ใหม่ ในบริเวณโรงงานควรจัดให้มีฝักบัวอาบน้ำ และที่ล้างตา

กลืนกิน: ห้ามรับประทานอาหาร ดื่มน้ำ สูบบุหรี่ บริเวณที่ทำงาน ควรล้างมือก่อนรับประทานอาหาร ดื่มน้ำ สูบบุหรี่ และหลังเลิกงานทุกครั้ง อ่านฉลากที่ปิดบนภาชนะอย่างละเอียด

อัคคีภัยหรือการระเบิด

- เป็นวัสดุไวไฟและติดไฟได้ อาจลุกติดไฟเมื่อได้รับความร้อน ประกายไฟหรือเปลวไฟ
- ไอของสารอาจไหลกลับไปยังแหล่งกำเนิดไฟแล้วทำให้ไฟลุกได้
- ภาชนะบรรจุอาจระเบิดได้เมื่อได้รับความร้อนจากเพลิงไหม้
- ไอของสารอาจทำให้เกิดระเบิดได้ทั้งในอาคาร นอกอาคารและในท่อน้ำทิ้ง

การจัดเก็บ และการใช้- เก็บสารในที่ที่มีการถ่ายเทอากาศดี อุณหภูมิไม่สูง ห่างจากแหล่งความร้อนและแหล่งที่ทำให้เกิดประกายไฟ เก็บแยกจากสารออกซิไดส์

- สถานที่เก็บต้องมีระบบป้องกันอุบัติภัยที่ดี เช่น มีสัญญาณเตือนเมื่อมีการรั่วไหลของสาร สามารถตรวจสอบควบคุมระยะไกลได้ตลอดเวลา
- ต้องแยกภาชนะบรรจุที่รั่วไหลออกทันทีและเก็บทำความสะอาดบริเวณรั่วไหลให้เป็นที่ปลอดภัย
- ฉลาก เครื่องหมาย คำเตือนต้องเหมาะสมถูกต้อง เพียงพอ
- ปฏิบัติตามกฎสำหรับการจัดเก็บและใช้ของเหลว ไวไฟ

การทำความสะอาด การกำจัด การดับไฟ:

- ผู้ที่ได้รับการฝึกอบรมเท่านั้น จะเป็นผู้เข้าทำความสะอาด
- มั่นใจว่าการระบายอากาศที่จัดเตรียมไว้มีความเหมาะสม

- ใช้อุปกรณ์ป้องกัน เช่น เสื้อผ้าและที่ปิดจมูกและปากอย่างเหมาะสม
- การปฏิบัติการให้อยู่เหนือลม
- ให้บุคคลที่ไม่เกี่ยวข้องออกจากบริเวณ
- กำจัดแหล่งที่ก่อให้เกิดการลุกไหม้ เช่น การสูบบุหรี่ประกายไฟ หรือเปลวไฟ
- ระงับการรั่วไหล หากสามารถทำได้โดยไม่เสี่ยงอันตราย
- การหกรั่วไหลเล็กน้อย: ดูดซับด้วยทราย วัสดุดูดซับอื่น ๆ ซึ่งไม่ติดไฟ เก็บใส่ในภาชนะบรรจุเพื่อรอการกำจัดต่อไป
- การหกรั่วไหลมาก: ติดต่อหน่วยบริการฉุกเฉินและขอคำแนะนำจากผู้จำหน่าย
- ล้างพื้นด้วยน้ำ
- ปฏิบัติตามข้อกำหนดการป้องกันสิ่งแวดล้อม

การใช้สารดับเพลิง : สเปรย์น้ำ โฟม ผงเคมีแห้ง คาร์บอนไดออกไซด์

ภาคผนวก ค

ตารางแสดงค่าการละลายและความหนาแน่นของสาร

ตารางที่ ค.1 ค่าการละลายในน้ำ (กรัมไฮดรัส/ 100 กรัมน้ำ)

Compound	Formula	Solubility, °C								Stable Hydrates, 0-25%
		0	10	20	30	40	60	80	100	
Aluminium chloride	$AlCl_3$	-	46	-	47	-	-	-	-	6
sulphate	$Al_2(SO_4)_3$	31.3	33.5	36.2	40.4	46.1	59.2	73.0	89.1	18
nitrate	$Al(NO_3)_3$	60	68	74	82	89	106	132	160	9
Ammonium alum	$(NH_4)_2Al_2(SO_4)_4$	2.1	5.0	7.7	11.0	14.9	26.7		$110^{(95°)}$	24
Potassium acetate	$KC_2H_3O_2$	217	234	256	284	323	350	380	-	$1\frac{1}{2}$
aluminium-sulphate	$K_2Al_2(SO_4)_4$	3.0	4.0	5.9	8.4	11.7	24.8	71.0	-	24
bicarbonate	$KHCO_3$	22.5	27.7	33.2	39.1	45.4	60.0	-	-	-
bisulphate	$KHSO_4$	36.3	-	51.4	-	67.5	-	-	121.6	-
bromate	$KBrO_3$	3.1	4.0	6.8	10.0	13.1	22.5	33.9	50.0	-
bromide	KBr	53.5	58.0	64.6	70.0	74.2	84.5	96.0	102.0	-
carbonate	K_2CO_3	106	108	110	114	117	127	140	156	$1\frac{1}{2}$
chlorate	$KCLO_3$	3.3	5.0	7.0	10.5	14.0	24.5	38.5	57	-

ตารางที่ ค.2 ความหนาแน่นของผลึก

Substance	Formula	Crystal system	Density g cm^{-3}
Aluminium bromide	$ABr_3 \cdot 6H_2O$		2.54
chloride	$AlCl_3 \cdot 6H_2O$		2.40
sulphide	Al_2S_3	Hexagonal	2.02
sulphate	$Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$	Monoclinic	1.69
Ammonium acetate	$NH_4C_2H_3O_2$		1.17
alum	$NH_4Al_2(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$	Octahedral	1.64
Potassium acetate	$KC_2H_3O_2$	monoclinic	1.57
aluminium sulphate	$K_2Al_2(SO_4)_4 \cdot 12H_2O$	Octahedral	1.76
bicarbonate	$KHCO_3$	monoclinic	2.17
bisulphate	$KHSO_4$	orthorhombic	2.32
bromate	$KBrO_3$	Trigonal	3.27
bromide	KBr	Cubic	2.75
carbonate	$K_2CO_3 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$	monoclinic	2.04
chlorate	$KClO_3$	monoclinic	2.32

ภาคผนวก ง

ตารางแสดงผลการทดลองของการทดลอง โดยวิธีการทำให้เย็นตัวลง

ตารางที่ ง.1 ผลการทดลองวิธีการทำให้เย็นตัวลง

การทดลองที่	ความเข้มข้น ($g_{anhydrous}$/ 100g H_2O)	Tin ($^{\circ}$c)	Tout ($^{\circ}$c)	เวลาที่คงที่ (min)	น้ำหนักสาร (กรัม)								
					30 (min)	60 (min)	90 (min)	120 (min)	150 (min)	180 (min)	210 (min)	240 (min)	รวม
1	10	50	20	16	0.85	2.21	33.43	12.37	1.93	0.88	0.68	0.70	53.05
2	10	50	25	15	0.01	0.77	15.88	16.67	5.56	0.25	0.05	0.21	39.40
3	10	50	30	17	0.00	0.02	0.09	0.04	0.09	0.04	0.04	0.06	0.38
4	10	45	20	14	0.74	1.35	22.68	23.56	2.13	0.67	0.79	0.81	52.73
6	10	55	20	20	0.78	18.22	15.24	17.62	0.22	0.30	0.16	0.09	51.63
7	12	50	20	18	2.07	17.56	14.50	18.51	15.19	13.67	4.64	0.25	86.83
8	14	50	20	13	34.52	35.60	35.35	3.60	2.54	1.42	1.38	1.52	115.93
9	16	50	20	17	42.41	39.58	40.46	21.62	4.15	2.07	1.43	0.97	152.87
10	10	50	20	14	-	-	-	-	53.74	-	-	-	53.74

ตารางที่ ง.2 ตารางแสดงการคำนวณน้ำหนักของผลึก

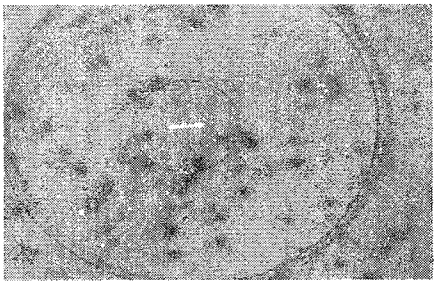
การทดลองที่	ความเข้มข้น ($g_{anhydrous}$/100g H_2O)	Tin (^{o}c)	Tout (^{o}c)	Feed (g)	C_F ($g_{anhydrous}$/100g H_2O)	น้ำหนักผลึกทางทฤษฎี ($g_{hydrous}$)	น้ำหนักผลึกการทดลอง ($g_{hydrous}$)
1	10	50	20	1183.25	0.15	74.77	53.05
2	10	50	25	1183.29	0.15	52.36	39.4
3	10	50	30	1182.13	0.15	29.39	0.38
4	10	45	20	1183.19	0.15	74.77	52.73
6	10	55	20	1183.43	0.15	74.78	51.63
7	12	50	20	1219.50	0.18	112.00	86.83
8	14	50	20	1256.70	0.20	149.13	115.93
9	16	50	20	1293.29	0.22	184.96	152.87
10	10	50	20	1183.56	0.15	71.84	53.74

ตารางที่ ง.3 ตารางแสดงเปอร์เซ็นต์ผลผลิต

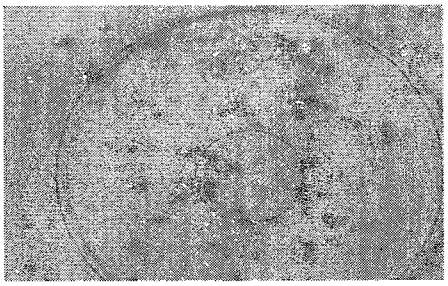
การทดลองที่	ความเข้มข้น ($g_{anhydrous}$/100g H_2O)	Tin (^oc)	Tout (^oc)	น้ำหนักผลึกทางทฤษฎี ($g_{hydrous}$)	น้ำหนักผลึกการทดลอง ($g_{hydrous}$)	%ผลได้
1	10	50	20	74.77	53.05	70.95
2	10	50	25	52.36	39.4	75.24
3	10	50	30	29.39	0.38	1.29
4	10	45	20	74.77	52.73	70.52
6	10	55	20	74.78	51.63	69.04
7	12	50	20	112.00	86.83	77.3
8	14	50	20	149.13	115.93	77.73
9	16	50	20	184.96	152.87	82.65
10	10	50	20	74.79	53.74	71.84

ตารางที่ ง.4 ตารางแสดงผลขนาดของผลึก

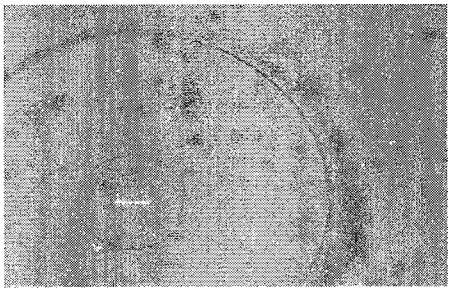
การทดลองที่	ความเข้มข้น ($g_{anhydrous}$/100g H_2O)	Tin ($^{\circ}$c)	Tout ($^{\circ}$c)	เวลาที่คงที่ (min)	ขนาดผลึกที่เวลา (mm)							
					30 (min)	60 (min)	90 (min)	120 (min)	150 (min)	180 (min)	210 (min)	240 (min)
1	10	50	20	16	0.2	0.3	0.4	0.4	0.5	0.6	0.7	0.7
2	10	50	25	15	0.3	0.3	0.5	0.6	0.6	0.7	0.8	0.9
3	10	50	30	17	0.3	0.4	0.5	0.6	0.6	0.8	0.9	1.0
4	10	45	20	14	0.4	0.5	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
6	10	55	20	20	0.5	0.6	0.7	0.7	0.8	0.9	0.9	1.0
7	12	50	20	18	0.5	0.6	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0	1.1
8	14	50	20	13	0.7	0.8	0.9	1.0	1.0	1.1	1.1	1.2
9	16	50	20	17	0.8	0.8	0.9	1.0	1.0	1.2	1.3	1.4
10	10	50	20	14	-	-	-	-	-	-	-	-



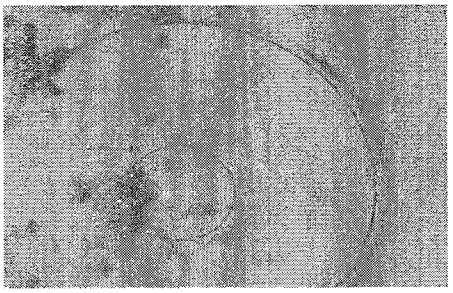
30 นาที



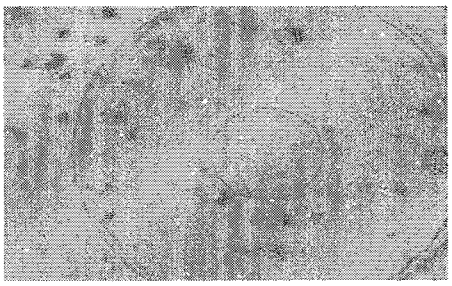
60 นาที



90 นาที

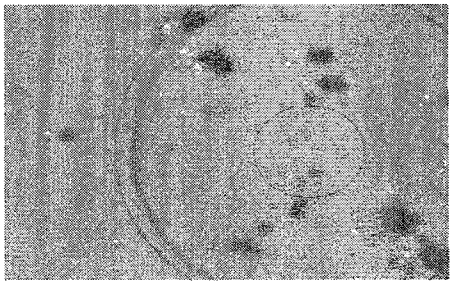


120 นาที

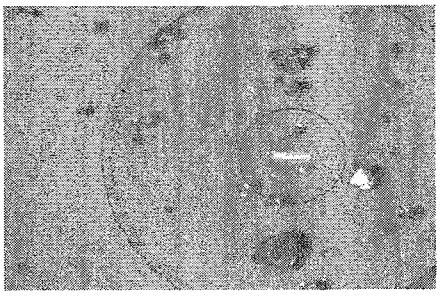


150 นาที

180 นาที



210 นาที



240 นาที

รูปที่ 12 การทดลองที่ 2 ความเข้มข้นของสารละลายสารส้ม 10 กรัมแอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ อุณหภูมิขาเข้า 50 องศาเซลเซียส อุณหภูมิขาออก 25 องศาเซลเซียส

ภาคผนวก จ

ตารางแสดงผลการทดลองของการทดลอง โดยวิธีการเติมตัวทำลาย

ตารางที่ จ.1 ตารางแสดงผลการทดลองครั้งที่ 1

การทดลองครั้งที่ 1 ได้กำหนดอุณหภูมิคงที่ตลอดการทดลองที่ 50 องศาเซลเซียส เตรียมสารส้มปริมาณ 18.37 กรัม น้ำ 100 มิลลิกรัม เมทานอล 100 กรัม

เวลา(นาที)	น้ำหนักผลึก(กรัม)
10	9.95
20	12.17
40	12.62
60	13.62
80	13.51
100	13.83

ตารางที่ จ.2 ตารางแสดงผลการทดลองครั้งที่ 2

การทดลองครั้งที่ 2 ได้กำหนดให้อุณหภูมิคงที่ตลอดการทดลองที่ 50 องศาเซลเซียส เตรียมสารส้มปริมาณ 183.7 กรัม น้ำ 1000 มิลลิกรัม

ปริมาณเมทานอล(กรัม)	น้ำหนักผลึก(กรัม)
1000	162.99
800	145.47
600	138.56
400	128.39
300	3.20
200	ไม่เกิดผลึก

ภาคผนวก ฉ

ตัวอย่างการคำนวณ

ปริมาณผลึกที่จะได้ สามารถคำนวณได้จาก สมการที่ (21)

จากตาราง ข.1 ค่า solubility ของสารที่ 20°C = 5.9 กรัมแอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ

C_S = 5.9 × (474/258) = 10.84 กรัมไฮดรัส/100 กรัมน้ำ

= (10.84/110.84) = 0.098 กรัมไฮดรัส/กรัมสารละลาย

สุ่มเตรียม C_F = 10 กรัมแอนไฮดรัส/100 กรัมน้ำ

= 18.37 กรัมไฮดรัส/100 กรัมน้ำ

= 0.155 กรัมไฮดรัส/กรัมสารละลาย

ถ้าใช้ F = 1000 cm^3 จะใช้ = 183.7 g

แต่จะต้องหักน้ำหนักของตะกอนออก ซึ่งน้ำหนักของตะกอนเท่ากับ 0.45

ดังนั้นFeed สารทั้งหมด1000 + (183.7 - 0.45) = 1183.25กรัม

แทนค่า

$$C = \frac{[1183.25(0.155-0.098)]}{1-0.098}$$

= 74.773กรัมไฮดรัส

จากการสุ่มตัวอย่างนี้ ได้ผลึกทั้งหมด 74.77 กรัมไฮดรัส