



บทที่ 6

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

6.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

6.1.1 ถังกวนที่ใช้ในการบำบัดน้ำมันเครื่องใช้งานแล้ว

เป็นถังเหล็กปลอดสนิม ความจุประมาณ 4 ลิตร ปากถังมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 6 นิ้ว ใบพัดหมุนด้วยกำลังจากมอเตอร์ ความเร็วรอบของการหมุนอยู่ในช่วง 200-1200 รอบต่ออนาที มีส่วนประกอบที่สำคัญ ดังนี้

6.1.1.1 ตัวถัง 2 ชั้น ชั้นในสำหรับบรรจุน้ำมันเครื่องผสมกับกรดซัลฟูริก

ส่วนชั้นนอกเป็นชั้นที่ช่วยระบายความร้อนที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาของน้ำมันเครื่องกับกรด โดยใช้น้ำเป็นตัวระบายความร้อน ตัวถังทำจากเหล็กปลอดสนิมทั้ง 2 ชั้น ลักษณะดังแสดงในรูปที่ 6.1, 6.2 และ 6.3

6.1.1.2 ฝาครอบ เป็นแผ่นเหล็กปลอดสนิมขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 10 นิ้ว

ตรงกลางมีแกนใบพัดเสียบอยู่โดยใช้ตัวยึดเป็นตัวยึดหล่อน มีช่องสำหรับเติมกรด ที่ใส่เทอร์โมมิเตอร์ ช่องระบายไอกรดซึ่งต่อเข้ากับสายยางเพื่อนำไอกรดไปผ่านลงน้ำ และครีป 4 อัน สำหรับป้องกันการเกิดการหมุนตัวของถังกวน

6.1.1.3 ใบพัด มี 2 ชุด สามารถปรับระดับได้ตามความเหมาะสมกับปริมาณน้ำมันเครื่องและกรดที่ผสมกันอยู่

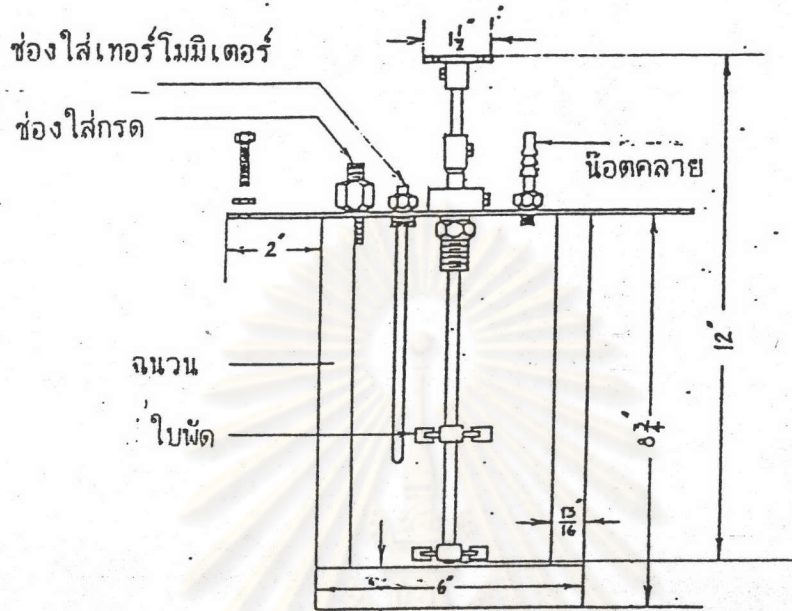
6.1.1.4 ปะเก็น สำหรับช่วยยึดตัวถังแต่ละชั้นให้ติดกันแน่นยิ่งขึ้นและป้องกันการไหลออกของน้ำมันกับไอกรด ลักษณะดังแสดงในรูป 9 และ 12

หมายเหตุ

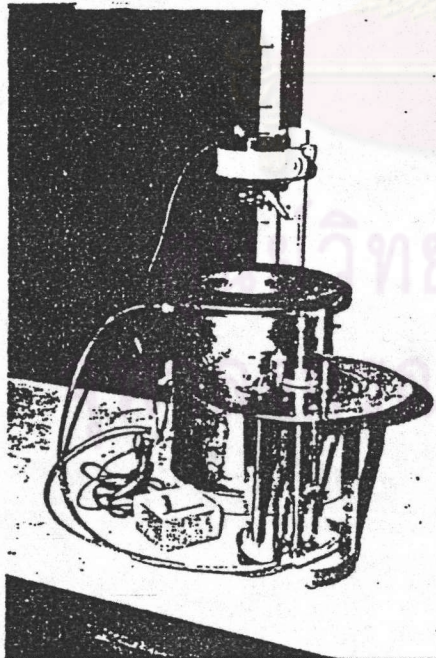
- ในการประกอบถังกวนเข้าชุด อย่าวัดให้ถึงเอียง ใบพัดต้องตั้งฉากกับ

ระนาบพื้น

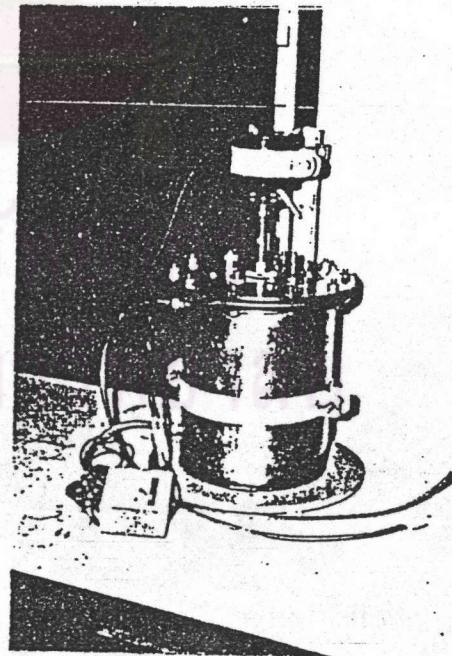
- หมั้นหยอดน้ำมันเครื่อง ในส่วนของลูกปืนอยู่เสมอ



รูปที่ 6.1 รายละเอียดแผนภาพถึงกวน

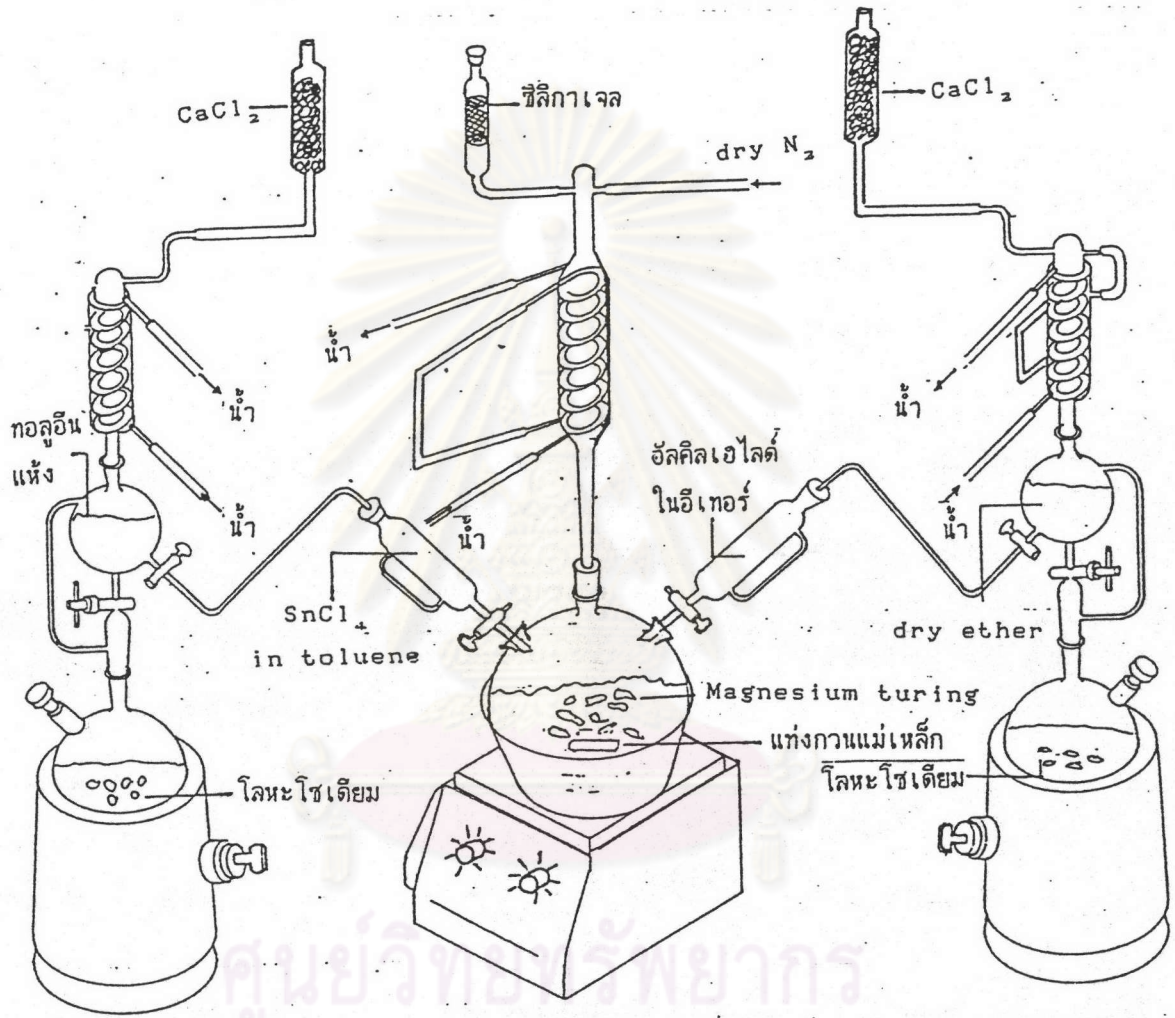


รูปที่ 6.2 ถึงกวนและฝาครอบที่ยังไม่ประกอบเข้าชุด

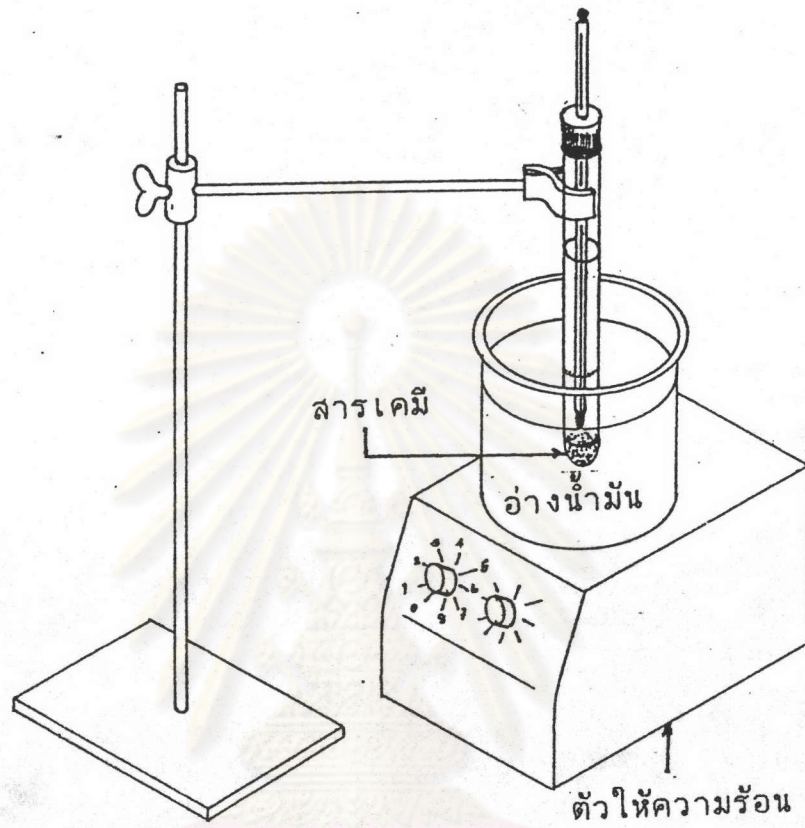


รูปที่ 6.3 ถึงกวนเมื่อประกอบเข้าชุดแล้ว

- 6.1.2 อุปกรณ์การสังเคราะห์สารประกอบดีบุกอินทรีย์ รูปที่ 6.4
- 6.1.3 อุปกรณ์การหาการละลายและการตกตะกอนของสาร รูปที่ 6.5
- 6.1.4 อุปกรณ์ทดสอบคุณสมบัติการป้องกันการเกิดสนิม รูปที่ 6.6 และ รูปที่ 6.7

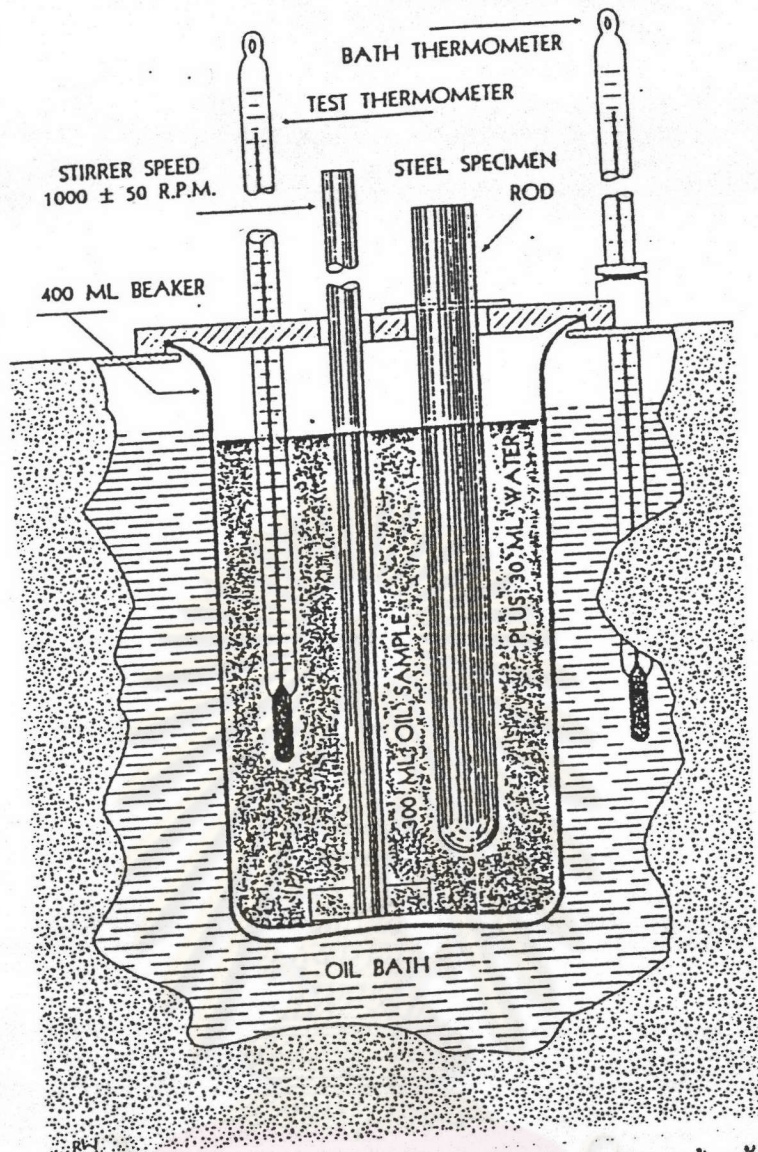


รูปที่ 6.4 เครื่องมือที่ใช้ในการสังเคราะห์สารประกอบดีบุกอินทรีย์

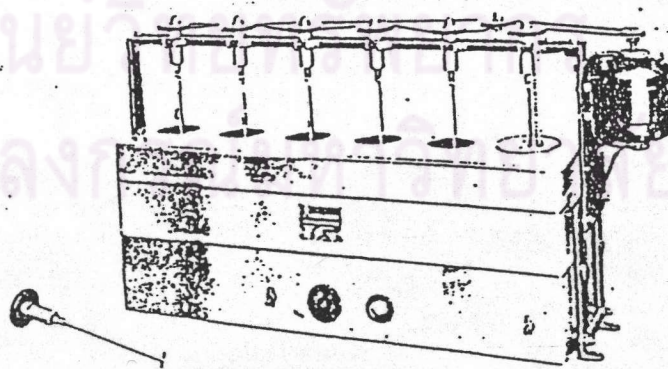


รูปที่ 6.5 เครื่องมือที่ใช้หาการละลายและการตกตะกอนของสาร

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 6.6 เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบคุณสมบัติการป้องกันสนิม
(รายละเอียดภายใน)



รูปที่ 6.7 เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบคุณสมบัติการป้องกันสนิม

6.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องมือหาจุดหลอมเหลวของสาร (Digital Melting Point Apparatus) ของบริษัท Electrothermal
2. ปั๊มสุญญากาศ (High Vacuum Pump) ของบริษัท Edwards, model E 2M2 20035
3. เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Infrared Spectrophotometer) ของบริษัท Perkin Elmer, model 780
4. เครื่องฟูเรียร์-ทรานสฟอร์มเมอร์ เอ็นเอ็มอาร์ สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier-Transformer NMR Spectrophotometer) ของบริษัท Jeol model JNX-FX 90 @
5. เครื่องมือวิเคราะห์ปริมาณธาตุ (Elemental Analysis) ของบริษัท Perkin Elmer model 240 °C
6. เครื่องเอเอเอส (Atomic Absorption Spectrophotometer) ของบริษัท Shimadzu , model A-670
7. เครื่องวิเคราะห์เทอร์โมกราวิที (Thermal Gravity Analysis) ของบริษัท Shimadzu, model DT-30

6.3 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. กรดซัลฟูริกเข้มข้น 98 % ของ บริษัท ฟลูกา ประเทศสวิสเซอร์แลนด์
2. Activated clay อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 1-2 ชั่วโมง ก่อนนำไปใช้
3. แสตนนิคคลอไรด์แอนไฮดรัส รีเอเจนท์เกรด ของ ฟลูกา ประเทศสวิสเซอร์แลนด์
4. แมกนีเซียม รีเอเจนท์เกรด ของ ฟลูกา ประเทศสวิสเซอร์แลนด์
5. แอนไฮดรัสเตตราไฮโดรฟูราน นำไปกลั่นใหม่กลับกับโลหะโซเดียมเพื่อกำจัดน้ำออกก่อน
6. แอนไฮดรัสทอลูอีน กำจัดน้ำออกก่อนโดยวิธีเดียวกับเตตราไฮโดรฟูราน
7. แอนไฮดรัสเอทิลอีเทอร์ กำจัดน้ำออกก่อน โดยวิธีเดียวกับเตตราไฮโดรฟูราน
8. ตัวทำละลายต่าง ๆ เช่น เฮกเซน, นอร์มอลบิวทานอล, ทอลูอีน, อะซีโตน,

เอกซานอล, บิโตรเลียมอีเทอร์, ไดเอทิลอีเทอร์, เมททานอล, คลอโรฟอร์ม นำไปกลั่นที่อุณหภูมิ จุดเดือดของมัน แล้วเก็บไว้ในภาชนะที่ปิดสนิท

9. อัลคิลเฮไลด์ : นอร์มอลบิวทิลคลอไรด์, 1-คลอโรออกเทน, ฟีนิลคลอไรด์ รีเอเจนท์เกรด ของ E. Merck ประเทศเยอรมันนี (นำมาทำให้แห้งโดยแคลเซียมคลอไรด์แล้วนำไปกลั่นก่อนนำไปใช้)

10. แอมโมเนียคลอไรด์ : เตรียมเป็นสารละลายอิ่มตัว และสารละลายเข้มข้น 10 %

11. โซเดียมไดเอทิลไดไซโอคาร์บาเมต [Na(dtc)] ของ บริษัท ฟลูคา ประเทศ สวิสเซอร์แลนด์ นำมาตกผลึกใหม่โดยใช้เอกซานอล

12. สารต้านปฏิกิริยาออกซิเดชัน Ethyl 703 ของบริษัทเอทิล ประเทศอเมริกา

13. น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน (solvent 150) ของบริษัทเอสโซ่มาตรฐานประเทศไทย

จำกัด

14. น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน ที่ได้จากการแยกไขออก จากบริษัท ลักซ์เคมี จำกัด

ประเทศไทย

15. น้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ดีเซล ใช้งานแล้ว จาก บริษัทเมโทรแมชีนเนอร์รี่ จำกัด

ประเทศไทย

16. สารประกอบมาตรฐานของดีบุก(II)คลอไรด์ สำหรับเครื่อง AAS ของบริษัทบีดีเอช เคมิคอล จำกัด ประเทศอังกฤษ

17. ซิงค์ไดอัลคิลไดไซโอคาร์บาเมต จากการสังเคราะห์ของนิสิตภาควิชาเคมี ปีที่ 4 คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์ (senier project)

6.4 วิธีการทดลอง

6.4.1 บำบัดน้ำมันเครื่องใช้แล้วโดยวิธี Acid/Clay Treatment

นำน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ดีเซล ใช้งานแล้ว ส่วนหนึ่งไปตรวจสอบคุณสมบัติ (ตามหัวข้อ 2.2) ส่วนที่เหลือนำไปผ่านขั้นตอนที่สำคัญ 4 ขั้นตอน ดังนี้

6.4.1.1 การให้ความร้อนเพื่อกำจัดน้ำและสารระเหยบางตัว

นำน้ำมันเครื่องยนต์ดีเซล ใช้งานแล้วใส่ในถังเหล็กปลอดสนิม

จำนวน 20 ลิตร ตั้งบนเตาแก๊สให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 120-140 องศาเซลเซียส เป็นเวลา

1 ชั่วโมง พร้อมทั้งใช้ไม้อัดตลอดเวลา (อย่าให้อุณหภูมิสูงกว่านี้จะทำให้น้ำมันเครื่องแตกตัวเนื่องจากความร้อน) หลังจากนั้นตั้งทิ้งไว้ให้เย็นประมาณ 3 วัน เพื่อนำไปทดลองต่อไป

6.4.1.2 การบำบัดด้วยกรด

นำน้ำมันเครื่องชนิดดีเซลที่ผ่านการกำจัดน้ำในข้อที่ 1 แล้ว มาปริมาณ 1.8 ลิตร ใส่ลงในถังกวน ประกอบฝาถังที่ติดใบพัดให้แน่นหนา เปิดสวิทช์มอเตอร์ใบพัด ปรับความเร็วของมอเตอร์ด้วยเครื่องควบคุมความเร็ว (variate) จนได้ความเร็วเท่าที่ต้องการ ซึ่งวัดความเร็วได้โดยใช้ (digital tachometer) หลังจากนั้นจึงเติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 98 % ลงไป โดยในงานวิจัยนี้จะศึกษาผลของตัวแปรต่าง ๆ ดังต่อไปนี้

- ลักษณะการเติมกรด จะเติมครั้งเดียว ก่อนนำไปกวน
- ความเข้มข้นของกรดซัลฟูริกที่ใช้ 6%, 12% และ 18% ของปริมาตรน้ำมัน
- เวลาที่ใช้ในการกวน 30 นาที, 60 นาที และ 90 นาที
- ความเร็วรอบของใบพัดที่ใช้กวน 250, 500 และ 1,000 รอบต่อนาที

กวนน้ำมันจนกระทั่งได้เวลาตามที่กำหนด เทน้ำมันที่บำบัดด้วยกรดแล้วนี้ลงในปั๊มเกอร์ตั้งทิ้งไว้ 2-3 วัน เพื่อให้ไขมันตกตะกอน และมีการแยกชั้นเกิดขึ้น น้ำมันจะแยกเป็น 2 ชั้น ชั้นบนจะมีสีน้ำตาลแดงใส ส่วนชั้นล่างจะเป็นขุ่นขาวสีดำ แยกเอาน้ำมันส่วนบนเทลงในปั๊มเกอร์เพื่อนำไปทำการทดลองต่อ วัดปริมาตรของน้ำมันทั้ง 2 ส่วนที่ได้

6.4.1.3 การฟอกสี

ซึ่ง Activated clay ปริมาณ 7% ของน้ำมันที่ใช้ ผสมลงในน้ำมันแล้วนำไปตั้งบนแผ่นให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80-100 °C พร้อมทั้งกวนตลอดเวลาด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กเป็นเวลา 1/2 ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น ปิดด้วยกระดาษอลูมิเนียมฟอยล์ แล้วทิ้งให้ตกตะกอนประมาณ 1 วัน

6.4.1.4 การกรอง

นำน้ำมันส่วนบนที่ได้จากขั้นตอนที่ 3 มากกรองโดยใช้กระดาษกรอง Whatman NO. 1 และใช้ปั๊มสุญญากาศช่วยในการกรอง (เนื่องจากน้ำมันจะเหนียวขึ้นจึงทำให้การ

กรองลำบาก) ทำการกรองซ้ำอย่างน้อย 2 ครั้ง วัดปริมาตรของผลิตภัณฑ์ที่ได้

หลังจากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 4 ไปตรวจสอบคุณสมบัติ

ต่าง ๆ ดังนี้

D 2896

- ความเป็นด่าง (Total Base Number = TBN ตาม ASTM
- สี (ASTM D)
- จุดวาบไฟ
- ความหนืด และ ดรรชนีความหนืด
- ปริมาณตะกอน ซิลเฟต
- ความถ่วงจำเพาะ API

6.4.2 สังเคราะห์สารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่อินทรีย์สี่หมู่

6.4.2.1 สังเคราะห์สารประกอบเตตราบิวทิลทินโดยวิธีกรินยาร์ด

จัดเครื่องมือให้ได้ตามรูปที่ 6.4 ใช้ความร้อนเป่าเครื่องมือทุกส่วนให้แห้งสนิท เพื่อไล่อากาศออกและไม่ให้ความชื้นเหลืออยู่ เติมน้ำมันซีลัมเทอร์นิ่ง (15 กรัม, 0.613 โมล) และอีเทอร์ 350 มิลลิลิตร ลงในขวดสามคอขนาด 500 มิลลิลิตร เริ่มต้มนปฏิกริยาด้วยการเติมเกล็ดไอโอดีนลงไปประมาณ หนึ่งเกล็ด แล้วค่อยหยดนอร์มอลบิวทิลคลอไรด์ (55 กรัม, 0.594 โมล) จากกรวยหยดที่ละหยดกวนด้วยแท่งกวนแม่เหล็กตลอดเวลา เมื่อหยดนอร์มอลบิวทิลคลอไรด์ ลงไปหมดแล้วกลั่นรีฟลักซ์ ต่อเป็นเวลาประมาณ 1-2 ชั่วโมง จนเมกนีเซียมละลายหมดจึงหยุดกลั่น แล้วลวดอุณหภูมิของสารละลายลงเหลือประมาณศูนย์องศาเซลเซียส จึงค่อย ๆ เติมน้ำมันกลั่นคลอไรด์ (32.5 กรัม, 0.125 โมล) จากกรวยหยดลงไปทีละหยดจนหมด กลั่นรีฟลักซ์ต่ออีก 3 ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น กำจัดสารละลายกรินยาร์ดของนอร์มอลบิวทิลเมกนีเซียมคลอไรด์ที่เหลืออยู่โดยเติมสารละลายแอมโมเนียคลอไรด์เข้มข้น 10 % ลงไป 100 มิลลิลิตร กวนให้เข้ากันตลอดเวลาประมาณครึ่งชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้สารละลายจะแยกชั้นกันแยกเอาชั้นของอีเทอร์ออกแล้วกำจัดน้ำออกจากสารละลายของผลิตภัณฑ์โดยใช้แอนไฮดรัสเมกนีเซียมซิลเฟต นำไปกลั่นเพื่อไล่อีเทอร์ที่เหลือออกให้หมด นำสารละลายส่วนที่เหลือไปกลั่นลดความดันที่อุณหภูมิประมาณ 128-130 องศาเซลเซียส/ความดัน 3 มิลลิเมตรปรอท จะได้สารละลายบริสุทธิ์ของเตตราบิวทิลทิน 33 กรัม , 76 % ผลผลิตจากสแตนด์นิกคลอไรด์

6.4.2.2 สังเคราะห์สารประกอบเตตราออกทิลทินโดยวิธีกรินยาร์ด

จัดตั้งเครื่องมือเช่นเดียวกับการสังเคราะห์เตตราบิวทิลทิน โดยเติมแมกนีเซียมเทอร์นิ่ง (10.8 กรัม, 0.441 โมล) และเกล็ดไอโอดีนหนึ่งเกล็ด ลงในขวดสามคอ ขนาด 500 มิลลิลิตร ใช้ความร้อนไล่อากาศภายในเครื่องมือออก สังเกตเห็นไอของไอโอดีนขึ้นมา เป็นสีม่วงอ่อน ๆ จึงเติมอีเทอร์จำนวน 100 มิลลิลิตร ลงไป กวนให้เข้ากัน ให้ความร้อนเล็กน้อย ประมาณ 10 นาที จึงเติมนอร์มอลออกทิลคลอไรด์ (60 กรัม, 0.404 โมล) ลงในกรวยหยด แล้วค่อย ๆ หยดลงในขวดสามคอที่ละลายกวนด้วยแท่งกวนแม่เหล็กตลอดเวลา ถ้าปฏิกิริยาเกิดขึ้นแล้ว สารละลายจะมีสีขาวขุ่นเติมอีเทอร์ อีก 200 มิลลิลิตรลงไป พร้อมทั้งหยदनอร์มอลออกทิลคลอไรด์ ส่วนที่เหลือลงไปอย่างช้า ๆ จนหมดกวนด้วยแท่งกวนแม่เหล็กตลอดเวลา (อาจจะเร่งปฏิกิริยาให้เร็วขึ้นโดยการใช้อ่างน้ำมันให้ความร้อนเพิ่ม แต่ต้องระมัดระวังอย่าให้อีเทอร์ระเหยออกหมด ถ้าอีเทอร์ระเหยออกมากให้เติมอีเทอร์เพิ่มลงไปอีก) เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ลดอุณหภูมิของสารละลาย ลงให้เหลือประมาณศูนย์องศาเซลเซียสก่อนที่จะเติมสแตนนิคคลอไรด์ลงไป (20.8 กรัม, 0.080 โมล) เพื่อควบคุมไม่ให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างรุนแรง ค่อย ๆ หยดสแตนนิคคลอไรด์ลงไปทีละหยดกวนตลอดเวลา (ระวังอย่าให้อุณหภูมิสูง) เป็นเวลาประมาณ 4 ชั่วโมง แล้วกำจัดสารละลายกรินยาร์ด ของนอร์มอลออกทิลทินแมกนีเซียมคลอไรด์ที่เหลืออยู่ออกไป โดยเติมเอมโมเนียมคลอไรด์เข้มข้น 10% จำนวน 200 มิลลิลิตร กวนให้เข้ากันตลอดเวลาเป็นเวลาประมาณหนึ่งชั่วโมง สารละลายสีขาวบางส่วนจะเปลี่ยนเป็นของแข็งสีเทา, สีดำ ปะปนกันนำไปกรอง จะได้สารละลายซึ่งแยกออกเป็นสามชั้น ชั้นบนเป็นชั้นของอีเทอร์ ชั้นกลางเป็นสารแขวนลอยสีขาว และชั้นล่างเป็นของเหลวสีเหลือง นำสารละลายนี้ไปสกัดแยกเอาชั้นของอีเทอร์ออกมากำจัดด้วยแอนไฮดริสแมกนีเซียมซัลเฟต แล้วนำไปกลั่นระเหยเอาอีเทอร์ออกให้หมด จะได้สารละลายที่เป็นของผสมของ เตตราออกทิลทิน และ ไตรออกทิลทินคลอไรด์ นำไปกลั่นลดความดันที่อุณหภูมิ 250-255 องศาเซลเซียส/ความดัน 5-6 มิลลิเมตรปรอท จะได้ของเหลวใสสีเหลืองอ่อนของเตตราออกทิลทิน 34 กรัม, 75% ผลผลิตของ สแตนนิคคลอไรด์

6.4.2.3 สังเคราะห์สารประกอบเตตราฟีนิลทินโดยวิธีกรินยาร์ด

จัดตั้งเครื่องมือเช่นเดียวกับการสังเคราะห์เตตราบิวทิลทิน โดยใช้แมกนีเซียมเทอร์นิ่ง (15 กรัม, 0.613 โมล) และเกล็ดไอโอดีนหนึ่งเกล็ดใส่ลงในขวดสามคอ ขนาด 500 มิลลิลิตร ใช้ความร้อนไล่อากาศและความชื้นภายในเครื่องมือออกให้หมด เติมเตตราไฮโดรฟูลแรน จำนวน 200 มิลลิลิตร ลงไปกวนให้เข้ากัน ให้ความร้อนประมาณ 70 องศาเซลเซียส

เป็นเวลา 15 นาที ค่อย ๆ หยดฟีนิลคลอไรด์ (60 กรัม, 0.533 โมล) ลงไปอย่างช้า ๆ กวนด้วย
แท่งกวนแม่เหล็กตลอดเวลา ถ้าปฏิกิริยาเกิดขึ้นแล้วสารละลายจะข้นขาว จึงเติมเตตราไฮโดรฟูราน
เพิ่มขึ้นอีก 200 มิลลิลิตร กวนสารละลายตลอดเวลาพร้อมทั้งอุ่นให้มียุณหภูมิประมาณ 70 องศา-
เซลเซียส เป็นเวลา 5 ชม. จะเกิดสารประกอบฟีนิลแมกนีเซียมคลอไรด์ขึ้นระเหยเอาเตตราไฮโดร-
ฟูราน ออกให้เหลือประมาณเศษหนึ่งส่วนสาม จึงเติมทอลลูอีนลงไปอีก 300 มิลลิลิตร ลดอุณหภูมิของ
สารละลายให้ต่ำลงเหลือศูนย์องศาเซลเซียส ค่อย ๆ หยดสแตนนิกคลอไรด์ (32.5 กรัม, 0.125
โมล) ลงไปกวนให้เข้ากันตลอดเวลา กลับรีฟลักซ์ต่ออีก 3-4 ชม. ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น กำจัดสารละลาย
กรีนยาร์ดส่วนที่เหลืออยู่ โดยเติมสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์เข้มข้น 10% ลงไป 100 มิลลิลิตร
กวนให้เข้ากันตลอดเวลานานครึ่งชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ให้สารละลายแยกชั้น เอาชั้นของทอลลูอีนมากำจัดน้ำ
ออกโดยใช้แอนไฮดรัสแมกนีเซียมซิลเฟต นำไปกลั่นแยกทอลลูอีนออกให้หมด จะมีผลึกของแข็งเกิดขึ้น
นำผลึกนี้ไปตกผลึกในคลอโรฟอร์ม จนได้ผลึกของแข็งบริสุทธิ์ของเตตราฟีนิลทิน ซึ่งมีจุดหลอมเหลว
226-228 องศาเซลเซียส , 34.7 กรัม, 65% ผลผลิตจากสแตนนิกคลอไรด์

6.4.3 สังเคราะห์สารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่อินทรีย์สามหมู่

6.4.3.1 สังเคราะห์สารประกอบไตรบิวทิลทินคลอไรด์

เติมเตตราบิวทิลทินที่สังเคราะห์โดย 6.4.2.1 (20 กรัม,
0.0597 โมล) ลงในขวดกลั่นขนาด 250 มิลลิลิตร ค่อย ๆ หยดสแตนนิกคลอไรด์ (5 กรัม,
0.0192 โมล) ลงไปจนหมด กวนให้เข้ากันตลอดเวลา นำไปกลั่นรีฟลักซ์ต่ออีก 3 ชม. ที่
อุณหภูมิ 210-230 องศาเซลเซียส จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปกลั่นลดความดัน จะได้ของเหลว
ใสสีเหลืองที่ 171 องศาเซลเซียส/25 มิลลิเมตรปรอท, 19.5 กรัม, 78% ผลผลิตจากสแตนนิก-
คลอไรด์

6.4.3.2 สังเคราะห์สารประกอบไตรออกทิลทินคลอไรด์

ใช้เตตราออกทิลทินคลอไรด์ที่สังเคราะห์โดย 6.4.2.2 (33 กรัม,
0.0577 โมล) ใส่ลงในขวดกลั่นขนาด 250 มิลลิลิตร ค่อย ๆ เติมสแตนนิกคลอไรด์ (5 กรัม,
0.0192 โมล) ลงไปที่ละหยดจนหมดพร้อมทั้งกวนตลอดเวลา หลังจากนั้นกลั่นรีฟลักซ์ต่ออีก 4-5 ชม.
นำของเหลวที่ได้ไปกลั่นลดความดัน จะได้ของเหลวสีเหลืองใสที่อุณหภูมิ 210 องศาเซลเซียส/2
มิลลิเมตรปรอท, 20.85 กรัม, 55% ผลผลิต (จากสแตนนิกคลอไรด์)

6.4.3.3 สังเคราะห์สารประกอบไตรฟีนิลทีนคลอไรด์

ใช้เตตราฟีนิลทีน (24.64 กรัม, 0.0577 โมล) ใส่ลงในขวดกลั่นขนาด 250 มิลลิลิตร ค่อย ๆ หยดสแตนนิกคลอไรด์ (5 กรัม, 0.0192 โมล) ลงไปที่ละหยด กวนตลอดเวลา หลังจากนั้นกลั่นรีฟลักซ์ต่อที่อุณหภูมิ 200-220 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4-5 ชม. ที่อุณหภูมิ 130 ถึง 240 องศาเซลเซียส ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นจะมีของแข็งเกิดขึ้นละลายด้วยปิโตรเลียมอีเทอร์ แล้วกรองเอาสารละลายของปิโตรเลียมอีเทอร์มาตกผลึก จนได้ของแข็งสีขาวบริสุทธิ์ มีจุดเดือดที่ 103-106 องศาเซลเซียส, 17 กรัม, 68% ผลผลิต (จากสแตนนิกคลอไรด์)

6.4.4 สังเคราะห์สารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่มีหมู่อินทรีย์สองหมู่

6.4.4.1 สังเคราะห์สารประกอบไดบิวทิลทีนไดคลอไรด์

ใช้เตตราบิวทิลทีนโดยวิธีสังเคราะห์ 6.4.2.1 (20 กรัม, 0.0577 โมล) ใส่ลงในขวดกลั่นขนาด 250 มิลลิลิตร ค่อย ๆ หยดสแตนนิกคลอไรด์ (15 กรัม, 0.0577 โมล) ลงไปที่ละหยดจนให้เข้ากันตลอดเวลา กลั่นรีฟลักซ์สารละลายต่อที่อุณหภูมิ 220-240 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3-4 ชม. นำสารละลายที่ได้ไปกลั่นลดความดันที่อุณหภูมิ 140-143 องศาเซลเซียส/10 มิลลิเมตรปรอท จะได้ของเหลวสีเหลืองใส ซึ่งเมื่อตั้งทิ้งไว้ให้เย็นจะได้ผลึกของแข็งเกิดขึ้น ละลายของแข็งนี้ด้วยอีเทอร์กรองเอาสารละลายของอีเทอร์ไปตกผลึกที่อุณหภูมิต่ำกว่า 32 องศาเซลเซียส จะได้ผลึกของแข็งใสซึ่งมีจุดหลอมเหลวที่ 37-40 องศาเซลเซียส, 29.8 กรัม, 85% ผลผลิต (จากสแตนนิกคลอไรด์)

6.4.4.2 สังเคราะห์สารประกอบไดฟีนิลทีนไดคลอไรด์

ใช้เตตราฟีนิลทีนจากวิธีสังเคราะห์ 6.4.2.3 (24.62 กรัม, 0.0577 โมล) ใส่ลงในขวดกลั่นขนาด 250 มิลลิลิตร ค่อย ๆ หยดสแตนนิกคลอไรด์ (15 กรัม, 0.0577 โมล) ลงไปที่ละหยด จนหมด กวนให้เข้ากันตลอดเวลา หลังจากนั้นกลั่นรีฟลักซ์ต่อที่อุณหภูมิ 200-240 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4-5 ชม. ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นจะได้ของเหลวเหนียวข้น นำมาละลายด้วยปิโตรเลียมอีเทอร์ แล้วกรองเอาสารละลายของปิโตรเลียมอีเทอร์ มาตกผลึกใหม่โดยแช่ไว้ในตู้เย็นเพื่อให้มีอุณหภูมิต่ำ ๆ กรองเอาของแข็งออก จะได้ของแข็งของไดฟีนิลทีนไดคลอไรด์ ซึ่งมีจุดหลอมเหลวที่ 40-42 องศาเซลเซียส, 27 กรัม, 75% ผลผลิต (จากสแตนนิกคลอไรด์)

6.4.5 สังเคราะห์สารประกอบดีบุกอินทรีย์ไดเอทิลไดโซโอคาร์บาเมต

6.4.5.1 สังเคราะห์สารประกอบไตรบิวทิลทินไดเอทิลไดโซโอคาร์บาเมต

ใช้ไตรบิวทิลทินคลอไรด์ จากการสังเคราะห์ในข้อ 6.4.3.1

(13 กรัม, 0.04 โมล) ละลายด้วยเอทานอลสัมบูรณ์ 100 มิลลิลิตร ค่อย ๆ เติมสารละลายของโซเดียมไดเอทิลไดโซโอคาร์บาเมตในเอทานอลสัมบูรณ์ (9 กรัม, 0.04 โมล) ลงไปที่ละหยด พร้อมทั้งกวนตลอดเวลาสังเกตดูจะมีตะกอนขุ่นขาวเกิดขึ้นแสดงว่าปฏิกิริยาเกิดขึ้นแล้ว กวนสารละลายต่อไปอีกประมาณ 2 ชม. เพื่อให้ปฏิกิริยาสัมบูรณ์ หลังจากนั้นตั้งสารละลายทิ้งไว้ 1 วัน จะมีตะกอนตกออกมา กรองเอาตะกอนทิ้งไป และนำเอาสารละลายที่ได้มาสกัดด้วยนอร์มอลเฮกเซน แยกเอาสารละลายของนอร์มอลเฮกเซน ไปกลั่นระเหยเอานอร์มอลเฮกเซนออกให้หมด จะได้ของเหลวเหนียวข้นสีเหลืองอ่อน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นจะกลายเป็นของแข็ง ละลายของแข็งนี้ด้วยปิโตรเลียมอีเทอร์ กรองเอาสารละลายที่ได้มาตกผลึกด้วยปิโตรเลียมอีเทอร์อีกจะได้ของแข็งสีขาวของไตรบิวทิลทินไดเอทิลไดโซโอคาร์บาเมต มีจุดหลอมเหลวที่ 76-78 องศาเซลเซียส, 7 กรัม, 40% ผลผลิต (จากสแตนนิคคลอไรด์)

6.4.5.2 สังเคราะห์สารประกอบไดบิวทิลทินบิสไดเอทิลไดโซโอคาร์บาเมต

ใช้ไดบิวทิลทินไดคลอไรด์ จากการสังเคราะห์ในข้อ 6.4.4.1

(13 กรัม, 0.0428 โมล) ละลายในเอทานอลสัมบูรณ์ 100 มิลลิลิตร ค่อย ๆ เติมสารละลายของโซเดียมไดเอทิลไดโซโอคาร์บาเมตในเอทานอลสัมบูรณ์ (19 กรัม, 0.0843 โมล) ลงไปที่ละหยด กวนให้เข้ากันตลอดเวลา จะสังเกตเห็นตะกอนขุ่นขาวเกิดขึ้น กวนสารละลายต่อไปอีก 2 ชม. ที่อุณหภูมิ 50-60 องศาเซลเซียส จึงตั้งสารละลายทิ้งไว้ 1 วัน จะมีตะกอนขาวแยกชั้นเกิดขึ้น กรองเอาตะกอนทิ้งไป แล้วนำส่วนของสารละลายมาสกัดด้วยนอร์มอลเฮกเซน แยกเอาส่วนของสารละลายนอร์มอลเฮกเซน ไปกลั่นระเหยเอานอร์มอลเฮกเซนออกให้หมด ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น จะมีผลึกของแข็งเกิดขึ้น ตกผลึกของแข็งนี้ด้วยปิโตรเลียมอีเทอร์ จนได้ผลึกของแข็งบริสุทธิ์ มีจุดหลอมเหลว 52-54 องศาเซลเซียส, 16.07 กรัม, 72% ผลผลิต [จาก Na(dtc)]

6.4.5.3 สังเคราะห์สารประกอบของไดรอกทิลทินไดเอทิลไดโซ-

คาร์บาเมต

ใช้ไดรอกทิลทิน คลอไรด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์ในข้อ

6.4.3.2 (15 กรัม, 0.0304 โมล) ละลายในเอทานอลสัมบูรณ์ ค่อย ๆ หยดสารละลายของ โซเดียมไดเอทิลไดไฮโอคาร์บาเมต ในเอทานอลสัมบูรณ์ (6.7 กรัม, 0.0297 โมล) ที่ละหยด จนหมด กวนสารละลายตลอดเวลาต่อไปอีก 4 ชม. ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ตั้งสารละลายทิ้งไว้ 1 วัน จะมีการแยกชั้นของตะกอนโซเดียมคลอไรด์เกิดขึ้น กรองเอาตะกอนทิ้งไป นำสารละลายที่ได้สกัดด้วยนอร์มอลเฮกเซน แยกเอาสารละลายส่วนที่ละลายในนอร์มอลเฮกเซนไปกลั่นระเหยเอานอร์มอลเฮกเซนออกให้หมด นำสารละลายส่วนที่เหลือไปกลั่นลดความดันที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสที่ 2 มิลลิเมตรปรอท จะได้ของเหลวสีเหลืองอ่อน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นจะกลายเป็นของแข็งสีส้มอ่อน 5 กรัม 30% ผลผลิต [จาก Na(dtc)] มีจุดเดือดที่ 210 องศาเซลเซียส ที่ 2 มิลลิเมตรปรอท

6.4.5.4 สังเคราะห์สารประกอบของไตรฟีนิลทินไดเอทิลไดไฮโอคาร์บาเมต ใช้ไตรฟีนิลทินจากการสังเคราะห์ในข้อ 6.4.3.3 (20 กรัม, 0.0159 โมล) ละลายในคลอโรฟอร์ม 100 มิลลิลิตร อุณหภูมิที่อุณหภูมิ 60-65 องศาเซลเซียส ค่อย ๆ หยดสารละลายของ โซเดียมไดเอทิลไดไฮโอคาร์บาเมต ในเอทานอลสัมบูรณ์ (23 กรัม, 0.102 โมล) ลงไปกวนตลอดเวลา 4 ชม. โดยควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ในช่วง 60-65 องศาเซลเซียส ตลอดตั้งสารละลายทิ้งไว้ 1 วัน เพื่อให้ตะกอนของโซเดียมคลอไรด์ที่เกิดขึ้นแยกชั้นออก กรองเอาสารละลายไปสกัดด้วยนอร์มอลเฮกเซน แล้วนำไประเหยเอานอร์มอลเฮกเซนออกให้หมด ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น จะมีผลึกของแข็งเกิดขึ้น ตกผลึกของแข็งให้บริสุทธิ์โดยใช้ปิโตรเลียมอีเทอร์ จะได้ผลึกของแข็งบริสุทธิ์ของไตรฟีนิลทินไดเอทิลไดไฮโอคาร์บาเมต มีจุดหลอมเหลวที่ 133-135 องศาเซลเซียส, 35.58 กรัม, 70% ผลผลิต [จาก Na(dtc)]

6.4.5.5 สังเคราะห์สารประกอบของไดฟีนิลทินไดเอทิลไดไฮโอคาร์บาเมต ใช้ไดฟีนิลทินไดคลอไรด์ จากการสังเคราะห์ในข้อ 6.4.4.2 (15 กรัม, 0.0486 โมล) ละลายในคลอโรฟอร์ม 100 มิลลิลิตร อุณหภูมิที่อุณหภูมิ 60-65 องศาเซลเซียส, ค่อย ๆ หยดสารละลายของโซเดียมไดเอทิลไดไฮโอคาร์บาเมตในเอทานอลสัมบูรณ์ (21 กรัม, 0.0932 โมล) ที่ละหยดกวนตลอดเวลา นาน 4 ชม. ที่อุณหภูมิ 60-65 องศาเซลเซียส ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็นหนึ่งวัน กรองเอาสารละลายมาสกัดด้วยนอร์มอลเฮกเซน แยกเอาส่วนที่ละลายในนอร์มอลเฮกเซนไประเหยเอานอร์มอลเฮกเซนออกให้หมด จะมีผลึกของแข็งสีขาวเกิดขึ้น ตกผลึกให้บริสุทธิ์โดยใช้ปิโตรเลียมอีเทอร์และคาร์บอนเตตราคลอไรด์ อัตราส่วน 1:1 จะได้ผลึก

ของแข็งบริสุทธิ์ มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 154-155 องศาเซลเซียส, 23.9 กรัม, 90% ผลผลิต
[จาก Na(dtc)]

6.4.6 หาค่าการละลายของสารประกอบดีบุกอินทรีย์และอนุพันธ์ในน้ำมันหล่อลื่น

นำสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่สังเคราะห์ได้ในข้อ 6.4.2-6.4.5 ส่วนที่เป็นของเหลว ได้แก่ เตตราบิวทิลทิน, ไตรบิวทิลทินคลอไรด์, เตตราออกทิลทิน, ไตรออกทิลทินคลอไรด์ มาผสมกับน้ำมันหล่อลื่น พื้นฐานโซเวนท์ 150 ในหลอดทดลองขนาด 10 มิลลิลิตร โดยใช้ความเข้มข้นของสารประกอบดีบุกอินทรีย์เหล่านี้ 2 % เขย่าให้เข้ากัน แล้วดูว่าสารเหล่านี้สามารถละลายเป็นเนื้อเดียวกับน้ำมันได้หรือไม่ และเมื่อตั้งทิ้งไว้ค้างคืนจะแยกตัวออกจากน้ำมันหรือไม่

เตรียมสารประกอบของสารต้านปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Ethyl 703), ซิงค์ไดเอทิลไดไฮโอคาร์บาเมต และสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่เป็นของแข็ง ได้แก่ ไตรบิวทิลทินไดคลอไรด์, เตตราฟีนิลทิน, ไตรฟีนิลทินคลอไรด์, ไดฟีนิลทินไดคลอไรด์, ไตรบิวทิลทินไดเอทิลไดไฮโอคาร์บาเมต, ไตรบิวทิลทินบิสไดเอทิลไดไฮโอคาร์บาเมต, ไตรออกทิลทินไดเอทิลไดไฮโอคาร์บาเมต, ไตรฟีนิลทินเอทิลไดไฮโอคาร์บาเมต และไดฟีนิลทินบิสไดเอทิลไดไฮโอคาร์บาเมต ในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานโซเวนท์ 150 ให้มีความเข้มข้น เป็น 0.1, 0.25, 0.5, 1, 2, 5, 10, 15, และ 20% ตามลำดับ

นำสารละลายที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ เหล่านี้ใส่ลงในอ่างน้ำมัน (ตามรูปที่ 6.5) ให้ความร้อนแก่สารละลายไปเรื่อย ๆ โดยเริ่มจากอุณหภูมิห้อง (30 องศาเซลเซียส) สังเกตดูอุณหภูมิที่สารประกอบดีบุกอินทรีย์เริ่มหลอมละลาย จดบันทึกไว้ อุณหภูมิ ณ จุดนี้จะเป็นอุณหภูมิการละลายของสาร หลังจากนั้นตั้งทิ้งไว้ให้สารละลายค่อย ๆ เย็นตัวลง ถ้าสารละลายเริ่มข้นขาวที่อุณหภูมิใด จุดนั้นจะเป็นจุดที่สารละลายเริ่มตกตะกอน บันทึกอุณหภูมิไว้ ถ้าถึงอุณหภูมิห้องแล้วสารละลายยังไม่ตกตะกอนให้นำไปแช่น้ำแข็งผสมเกลือหรือน้ำแข็งแห้ง เพื่อหาอุณหภูมิที่สารละลายเริ่มตกตะกอนต่อไปอีก จดบันทึกอุณหภูมิไว้

เขียนกราฟหาความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารประกอบดีบุกอินทรีย์และอนุพันธ์ในน้ำมันหล่อลื่นกับอุณหภูมิการละลาย และอุณหภูมิการตกตะกอนของสารนั้น ๆ

6.4.7 ตรวจสอบคุณสมบัติการต้านปฏิกิริยาออกซิเดชันโดย TGA

เตรียมสารละลายของ เตตราบิวทิลทิน, ไตรบิวทิลทินคลอไรด์, เตตราออกทิลทิน และ ไตรออกทิลทิน ในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานโซเวนท์ 150 ให้มีความเข้มข้นเป็น 0.25%

เตรียมสารละลายของ สารต้านปฏิกิริยาออกซิเดชัน, ซิงค์ไดเอทิลไดโทโอ-คาร์บาเมต, ไดบิวทิลทินคลอไรด์, เตตราฟีนิลทิน, ไตรฟีนิลทินคลอไรด์, ไดฟีนิลทินไดคลอไรด์, ไตรบิวทิลทินไดเอทิลไดโซโอคาร์บาเมต, ไดบิวทิลทินบิสไดเอทิลไดโซโอคาร์บาเมต, ไตรออกทิลทินไดเอทิลไดโซโอคาร์บาเมต, ไตรฟีนิลทินไดเอทิลไดโซโอคาร์บาเมต และ ไดฟีนิลบิสไดเอทิลไดโซโอคาร์บาเมต ในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานโซเวนท์ 150 ให้มีความเข้มข้น 0.1, 0.25, 0.5, 1.0 และ 2.0% (ตัดความเข้มข้นของสารละลายที่มีอุณหภูมิการละลายของ สารสูงกว่าจุดหลอมเหลวของสารนั้น ๆ หรือมีอุณหภูมิของการตกตะกอนของสารสูงกว่าอุณหภูมิห้อง ประมาณ 30 องศาเซลเซียส ออกไป) ตามลำดับ จำนวน 250 มิลลิลิตร

นำสารละลายต่าง ๆ ที่เตรียมได้ข้างต้นนี้ไปหาค่า ออกซิเดชันโปรดักส์ (oxidation product) และออกซิเดชันพอยท์ (oxidation point) โดยใช้สภาวะต่าง ๆ ของเครื่องวิเคราะห์ เทอร์มอลกราฟิตี ดังนี้

ปริมาณตัวอย่าง	10 + มิลลิกรัม (ต้องใช้ค่าที่ถูกต้อง)
อุณหภูมิ	จากอุณหภูมิห้อง - 600 องศาเซลเซียส
อัตราการร้อนที่เพิ่ม	5 องศาเซลเซียสต่อนาที
อัตราเร็วของอากาศที่ไหลผ่าน	100 มิลลิลิตรต่อนาที
ความเร็วของกระดาศบันทึก	1.25 มิลลิเมตรต่อนาที

6.4.8 ตรวจสอบคุณสมบัติการต้านปฏิกิริยาการเกิดสนิม

นำสารละลายที่เตรียมได้ในข้อ 6.4.7 มาทดสอบคุณสมบัติการต้านปฏิกิริยา การเกิดสนิมตาม ASTM D-665 โดยใช้เครื่องมือ ตามรูปที่ 6.6 และ 6.7

นำสารละลายเหล่านี้ จำนวน 200 มิลลิลิตร เทใส่ลงในบีกเกอร์ นำบีกเกอร์ แชลงในอ่างน้ำมันซึ่งควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 140+2 องศาฟาเรนไฮต์ สอดแท่งเหล็ก (SAE 1015-1020) ซึ่งทำความสะอาดและขัดเงาแล้ว เข้าไปในเครื่องหมุนแล้วจุ่มลงในน้ำมันตัวอย่าง หมุนความเร็วให้ เป็น 1000 รอบต่อนาที หลังจากนั้น 30 นาที ให้เติมน้ำกลั่นลงไป 20 มิลลิลิตร จุ่มแท่งเหล็กลงใน น้ำมันตัวอย่าง แล้วหมุนแท่งเหล็กด้วยความเร็วเท่าเดิมต่อไปอีก 24 ชม. จึงถอดแท่งเหล็กออกมา ล้างด้วยตะกอนเบนทาล สังกะตูดแท่งเหล็กว่ามีสนิมเกิดขึ้นหรือไม่ โดยการรายงานผลจะแบ่งเป็น 3 เกรด คือ

- สนิมน้อย : มีจุดสนิมขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 มิลลิเมตร ไม่เกิน 6 จุด
- สนิมปานกลาง : มีจุดสนิมขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 มิลลิเมตร น้อยกว่า 5%

ของพื้นที่ผิวทั้งหมด
สนิมมาก : มีจุดสนิมขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 มิลลิเมตร มากกว่า 5%
ของพื้นที่ผิวทั้งหมด
รายงานผลของความรุนแรงของสนิมที่เกิด



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย