

บทที่ 3
วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมยางธรรมชาติวัลคาไนซ์

(ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมยางไทย)

1. ยางธรรมชาติ (natural rubber, NR)
2. ซิงก์ออกไซด์ (ZnO) ทำหน้าที่เป็นสารกระตุ้น
3. ไซโคลเฮกซิลเบนโซไทอะโซลซัลฟิनाไมด์ (*N*-cyclohexyl benzothiazole-2-sulfenamide, $C_{13}H_{16}S_2$: CBS) ทำหน้าที่เป็นสารตัวเร่งในการเกิดปฏิกิริยาวัลคาไนซ์ (accelerator, A)
4. กรดสเตียริก (stearic acid, ST)
5. ซัลเฟอร์ (sulfur, S)

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในขั้นตอนการออกซิไดซ์ยางธรรมชาติวัลคาไนซ์

1. ยางธรรมชาติวัลคาไนซ์ที่ได้จากข้อ 3.1.1
2. สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2 , 30%) (AR grade, Fisher Chemical)
3. กรดฟอร์มิก ($HCOOH$, 90%) (AR grade, MERCK)
4. น้ำจัดไอออน (deionized water)

3.1.3 สารเคมีที่ใช้ในการหาปริมาณตำแหน่งกรดของยางธรรมชาติวัลคาไนซ์ที่ผ่านการออกซิไดซ์

1. ยางธรรมชาติวัลคาไนซ์ที่ผ่านการออกซิไดซ์จากข้อ 3.1.2
2. น้ำจัดไอออน (deionized water)
3. เตตระไฮโดรฟูแรน (C_4H_8O , 99%) (AR grade, QREC)
4. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH, 99%) (AR grade, QREC)
5. ฟีนอล์ฟทาเลิน ($C_{20}H_{14}O_4$, 99 – 102%) (Riedel-de-Haën)



3.1.4 สารเคมีที่ใช้ในปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน

1. กรดออกทานอิก ($C_8H_{16}O_2$, 98%) (AR grade, SIGMA Aldrich)
2. 1-ออกทานอล ($C_8H_{18}O$, 99%) (GC grade, PANREAC)
3. เรซินแลกเปลี่ยนไอออน Amberlyst[®] 15 (Sigma Aldrich)
4. ยางธรรมชาติวัลคาไนซ์ผ่านการออกซิไดซ์จากข้อ 3.1.2

3.2 เครื่องมือวิเคราะห์ วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.1 วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1.1 ขั้นตอนการเตรียมการออกซิไดซ์ยางธรรมชาติวัลคาไนซ์

1. บีกเกอร์ขนาด 50 และ 500 มิลลิลิตร
2. กระจกตวงแบบแก้ว (graduated Cylinder)
3. ขวดก้นกลมสามคอ (three-neck round bottom flask) ขนาด 250 มิลลิลิตร
4. จุกแก้วปิดขวดขนาด 19/22 และ 24/29 มิลลิเมตร
5. ชุดควบแน่น (condenser)
6. แท่งแก้วกวนสาร
7. เทอร์โมมิเตอร์ (thermometer)
8. ช้อนตักสาร (spatula)
9. เครื่องชั่งสาร (analytical balance)
10. เครื่องกวนสารพร้อมให้ความร้อน (hot plate stirrer)
11. แท่งสารแม่เหล็ก (magnetic bar)
12. อ่างน้ำมันควบคุมอุณหภูมิ (oil bath)
13. ชุดกรองความดัน (suction)
14. กระจกกรองเบอร์ 42
15. ตู้อบสูญญากาศ (vacuum drying ovens)
16. ตู้ดูดความชื้นอัตโนมัติ (auto desiccator)



3.2.1.2 ขั้นตอนการหาปริมาณตำแหน่งกรดของยางธรรมชาติวัลคาไนซ์ที่ผ่านการออกซิไดซ์

1. บีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร
2. ขวดรูปชมพู่ขนาด 100 มิลลิลิตร (erlenmeyer flask)
3. หลอดแก้วหยดสาร (dropper)
4. บิวเรตต์ (burette)
5. ปิเปตต์ (pipette)
6. ขวดวัดปริมาตร (volumetric flask)
7. เครื่องเขย่าสารละลาย (orbital shaker)

3.2.1.3 ขั้นตอนการเร่งปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน

1. ขวดก้นกลมสามคอ (three-neck round bottom flask) ขนาด 100 มิลลิลิตร
2. จุกแก้วปิดขวดขนาด 19/22 และ 24/29 มิลลิเมตร
3. ชุดควบแน่น (condenser)
4. บีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร
5. แท่งแก้วกวนสาร
6. เทอร์โมมิเตอร์ (thermometer)
7. ช้อนตักสาร (spatula)
8. เครื่องชั่งสาร (analytical balance)
9. เครื่องกวนสารพร้อมให้ความร้อน (hot plate stirrer)
10. แท่งสารแม่เหล็ก (magnetic bar)
11. อ่างน้ำมันควบคุมอุณหภูมิ (oil bath)
12. กระดาษกรองเบอร์ 42

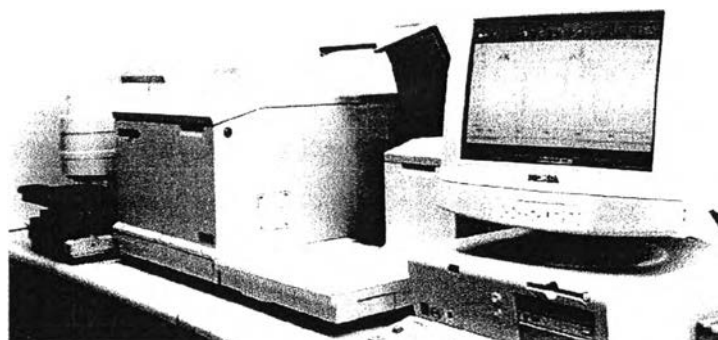


3.2.2 เครื่องมือวิเคราะห์ที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.2.1 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer: FTIR) [36]

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันที่สำคัญของยางธรรมชาติวัลคาไนซ์ก่อนและการออกซิไดซ์ สำหรับงานวิจัยนี้วิเคราะห์ด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrometer ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น Spectrum One ตามรูปที่ 3.1 โดยตัวอย่างประมาณ 0.1 มิลลิกรัม ถูกบดอัดรวมกับ KBr แล้วอัดลงแม่พิมพ์ก่อนฉายรังสีอินฟราเรดในช่วงเลขคลื่น (wavenumber) 4000 – 400 cm^{-1}

ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FTIR) เป็นหนึ่งในเทคนิคที่ใช้ในการจำแนกประเภทของสารอินทรีย์ สารอนินทรีย์และพันธะเคมีในโมเลกุล รวมถึงสามารถบอกถึงปริมาณองค์ประกอบที่มีอยู่ในโมเลกุลของสารตัวอย่างที่ไม่ทราบชนิด โดยการใช้การตรวจวัดด้วยรังสีอินฟราเรด (Infrared (IR) spectroscopy) ที่มีประสิทธิภาพ ซึ่งข้อดีของเทคนิคนี้คือการใช้ระยะเวลาในการตรวจสอบน้อยอีกทั้งยังให้ผลที่ค่อนข้างเชื่อถือได้ โดยอาศัยหลักการเกี่ยวกับการสั่น (vibration) ของโมเลกุลสาร เมื่อสารตัวอย่างได้รับพลังงานจากคลื่นรังสีอินฟราเรดที่พอเหมาะจะเกิดการสั่นของโมเลกุล ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงค่าโมเมนต์ขั้วคู่ (dipole moment) ของโมเลกุล ทำให้โมเลกุลเกิดการดูดกลืนแสงแล้ววัดแสงที่ส่งผ่านออกมาแสดงผลเป็นความสัมพันธ์ของความถี่หรือเลขคลื่นหรือ wavenumber กับค่าการส่งผ่านของแสงอินฟราเรด เรียกว่า IR spectrum โมเลกุลของสารสามารถดูดกลืนแสงอินฟราเรดได้ที่ความถี่ต่างกันขึ้นอยู่กับความแข็งแรงของพันธะและน้ำหนักของอะตอมของหมู่ฟังก์ชันในโมเลกุลนั้นๆ เป็นผลทำให้ลักษณะสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารแต่ละชนิดจะมีลักษณะเฉพาะ



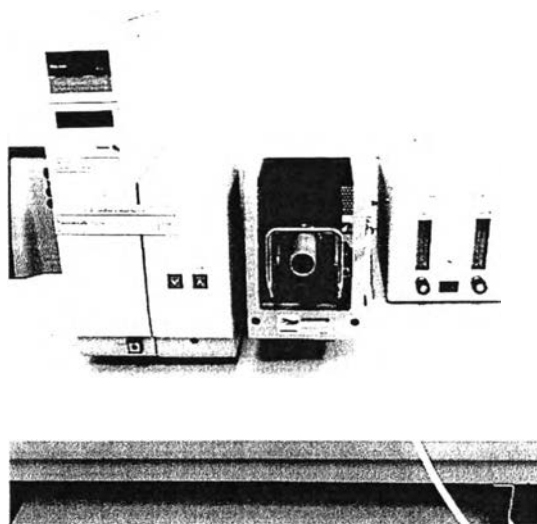
รูปที่ 3.1 เครื่องมือวิเคราะห์ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer: FTIR) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น Spectrum On

3.2.2.2 เครื่องวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน (Thermogravimetric analysis, TGA) [37]

การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนของยางธรรมชาติวัลคาไนซ์ก่อนและหลังการออกซิไดซ์ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักจากการสลายตัวด้วยความร้อน (thermogravimetric/differential thermal analyzer, TG/DTA) ด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ของยี่ห้อ Perkin Elmer[®] รุ่น Pyris Diamond ตามรูปที่ 3.2 โดยชั่งตัวอย่างประมาณ 8-10 มิลลิกรัมบนภาควัตถุอย่างและทำการวิเคราะห์โดยการเพิ่มอุณหภูมิที่มีอัตราการให้ความร้อนเป็น 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ที่อุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส และบรรยากาศภายในเตาถูกใช้เป็นแก๊สไนโตรเจน มีอัตราการป้อนแก๊สเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

หลักการสำหรับเครื่องวิเคราะห์ความเสถียรภาพทางความร้อนของวัสดุ หรือ TGA คือ การให้วัสดุได้รับความร้อน และตรวจวัดน้ำหนักของวัสดุที่เปลี่ยนแปลงในแต่ละช่วงอุณหภูมิด้วยเครื่องซึ่งที่มีความไวสูง โดยวัสดุที่นิยมนำมาใช้ในการวิเคราะห์ส่วนใหญ่เป็นวัสดุประเภทพอลิเมอร์ เทคนิคนี้เหมาะสำหรับการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสภาพของวัสดุที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับแก๊สหรือระเหยของน้ำ การตกผลึก (crystallization) อันเนื่องมาจากการเปลี่ยนเฟส การแตกตัวของวัสดุ (decomposition) ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง ตัวอย่างจะถูกนำมาวางบนจานขนาดเล็ก ซึ่งเชื่อมต่อกับเครื่องซึ่งละเอียดที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูง โดยที่ทั้งหมดจะอยู่ในเตาที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ บรรยากาศภายในอาจจะเป็นแก๊สเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน หรือแก๊สที่มีความว่องไว เช่น อากาศ หรือ ออกซิเจน โดยน้ำหนักของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเฉพาะของสารแต่ละชนิด โดยน้ำหนักที่หายไปนั้นเกิดมาจากการระเหย การย่อยสลาย หรือการเกิดปฏิกิริยาต่างๆ

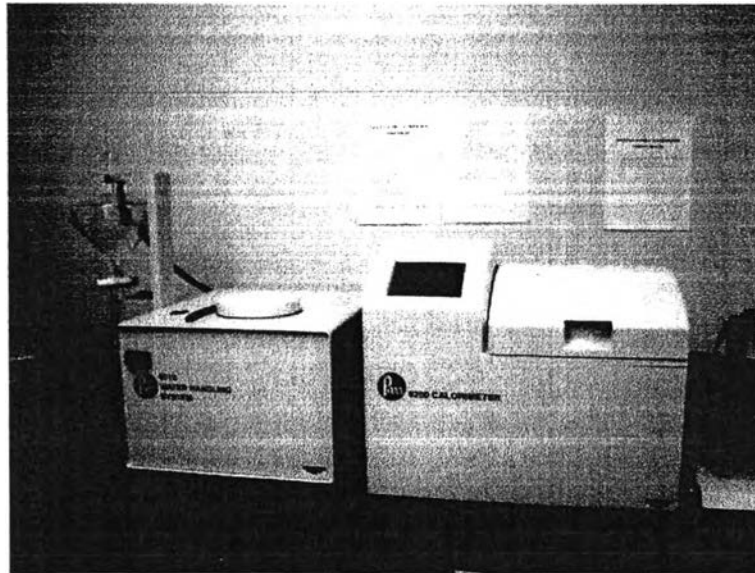




รูปที่ 3.2 เครื่องวัดเสถียรภาพทางความร้อนของ Perkin Elmer® รุ่น Pyris Diamond

3.2.2.3 เครื่องมือบอมบ์แคลอริมิเตอร์ (Bomb calorimeter)

เครื่องมือบอมบ์แคลอริมิเตอร์ ส่วนใหญ่จะนำมาสำหรับการคำนวณหาค่าการเปลี่ยนแปลงพลังงานภายใน (internal energy) อันเนื่องมาจากการเกิดปฏิกิริยาเคมี ซึ่งการวัดพลังงานภายในนี้จะเกี่ยวข้องกับพลังงานอิเล็กตรอน (electron energy) โดยตรง แต่สำหรับในงานวิจัยนี้จะถูกนำมาใช้ในการหาปริมาณซัลเฟอร์ของตัวอย่าง โดยทำตามหลัก ASTM 3177 เครื่องที่ใช้เป็นรุ่น Parr 6200 Calorimeter

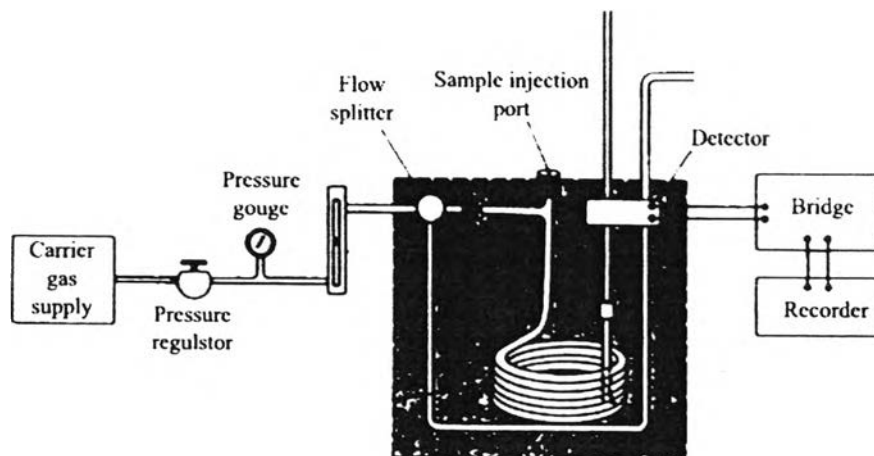


รูปที่ 3.3 เครื่องบอมบ์แคลอริมิเตอร์ รุ่น Parr 6200 Calorimeter

3.2.2.4 แก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatograph: GC) [38]

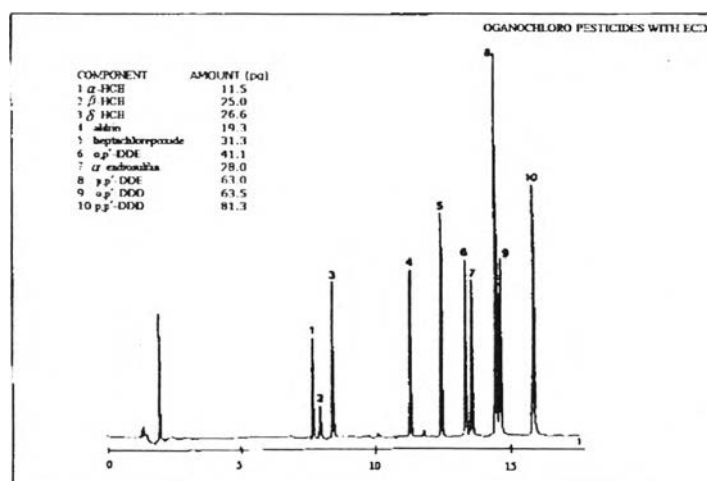
แก๊สโครมาโทกราฟี (GC) เป็นเทคนิคหนึ่งของการวิเคราะห์ด้วยวิธีโครมาโทกราฟีซึ่งนิยมใช้กันอย่างกว้างขวาง เพราะมีความสามารถแยกและวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีองค์ประกอบซับซ้อนได้ และยังให้ผลเที่ยงตรง วิธีแก๊สโครมาโทกราฟีสามารถใช้ทั้งในการวิเคราะห์เชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ

หลักการของแก๊สโครมาโทกราฟี คือ เฟสเคลื่อนที่ต้องเป็นแก๊สและสารตัวอย่างที่ใส่ลงในคอลัมน์ต้องมีสภาพเป็นไอตั้งแต่บริเวณส่วนบนสุดของคอลัมน์ การชะสารตัวอย่างออกจากคอลัมน์เกิดจากแรงพาของเฟสเคลื่อนที่ ซึ่งเรียกว่า ตัวพา (carrier) สำหรับตัวพาที่ใช้ต้องเป็นแก๊สเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน หรือฮีเลียม อัตราเร็วของการเคลื่อนที่ของสารตัวอย่างแต่ละชนิดในคอลัมน์ขึ้นอยู่กับ การละลายของสารตัวอย่างนั้นๆ ในเฟสอยู่กับที่หรือขึ้นอยู่กับสัมประสิทธิ์ของการกระจาย

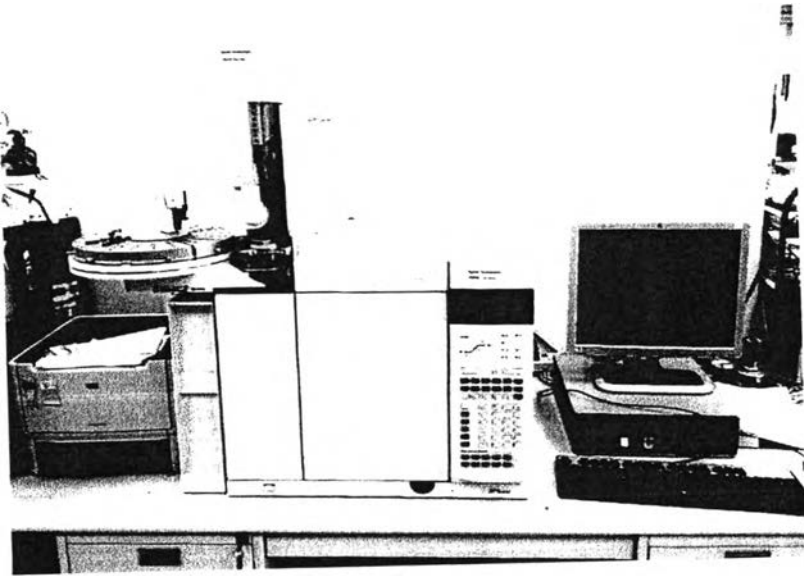


รูปที่ 3.4 แผนผังแสดงส่วนประกอบของเครื่องมือแก๊สโครมาโทกราฟี [5]

เครื่องมือที่ใช้ในแก๊สโครมาโทกราฟีมีส่วนประกอบหลายส่วนดังรูปที่ 3.9 โดยเริ่มจากแก๊สตัวพาจะบรรจุไว้ในถังที่สามารถควบคุมความดันของแก๊สที่ปล่อยออกมาได้ สารตัวอย่างที่ถูกฉีดเข้าไปในเครื่องก่อนเข้าสู่คอลัมน์ ต้องถูกความร้อนทำให้กลายเป็นไอก่อนหลังจากนั้นจึงผ่านไปคอลัมน์โดยมีแก๊สเป็นตัวพา หลังจากสารตัวอย่างถูกชะออกจากคอลัมน์ด้วยแก๊สตัวพาจะเข้าสู่เครื่องตรวจวัด (detector) ตัวเครื่องตรวจวัดจะเป็นตัวแปลงขนาดของสารตัวอย่างให้เป็นสัญญาณทางไฟฟ้า ถ้าสารตัวอย่างมีปริมาณมาก สัญญาณทางไฟฟ้าที่เกิดขึ้นก็จะมีมาก สัญญาณทางไฟฟ้าที่เกิดขึ้นที่เครื่องตรวจวัดจะส่งไปยังเครื่องบันทึกซึ่งบันทึกเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลา กับขนาดของสัญญาณที่ได้รับจากเครื่องตรวจวัด ซึ่งในงานวิจัยนี้ใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีของ Agilent[®] รุ่น 7890A



รูปที่ 3.5 ลักษณะข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี



รูปที่ 3.6 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟของ Agilent® รุ่น 7890A



3.3 ขั้นตอนการดำเนินการทดลอง

3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมยางธรรมชาติวัลคาไนซ์

สำหรับในงานวิจัยนี้จะนำยางธรรมชาติมาผ่านกระบวนการวัลคาไนเซชันแบบประสิทธิภาพ (EV) โดยมีสูตรการผสมยางคอมพาวด์ ดังแสดงในตารางที่ 3.1 ตัวแปรที่ทำการศึกษาคือ ปริมาณซัลเฟอร์ที่ใช้ และอัตราส่วนปริมาณสารตัวเร่งต่อปริมาณซัลเฟอร์ (A/S) ยางผสมถูกบดโดยเครื่องผสมแบบสองลูกกลิ้ง (two-roll mill) ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 13 นาที หลังจากนั้นนำมาหาเวลาในการขึ้นรูปด้วยเครื่อง oscillating disk rheometer และทำการขึ้นรูปโดยใช้แม่พิมพ์แบบกดอัด (compression mold) ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส โดยเรียกยางที่ได้จากขั้นตอนนี้ว่า ยางธรรมชาติวัลคาไนซ์ (VR-X) X แทนสูตรที่ใช้ในการวัลคาไนซ์ยาง

ตารางที่ 3.1 แสดงสูตรของยางคอมพาวด์ที่ใช้ในงานวิจัย

ยางและสารเคมี	สัดส่วนการผสม (phr)				
	VR-1	VR-2	VR-3	VR-4	VR-5
NR	100	100	100	100	100
ZnO	5	5	5	5	5
Stearic acid	2	2	2	2	2
Sulfur	3	3	3	5	10
CBS	7.5	21.75	36	35.25	72.5
A/S	2.5	7.25	12	7.25	7.25

A = accelerator (CBS), S = sulfur

3.3.2 ขั้นตอนการออกซิไดซ์ยางวัลคาไนซ์

3.3.2.1 ศึกษาปัจจัยเนื่องจากผลของปริมาณซัลเฟอร์และอัตราส่วนของสารตัวเร่งต่อปริมาณซัลเฟอร์

1) นำยางวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากขั้นตอน 3.3.1 มาทำการบดด้วยเครื่องบด ให้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางน้อยกว่า 250 ไมครอน

2) นำยางวัลคาไนซ์จากข้อ 1 จำนวน 5.0 กรัมผสมกับสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เข้มข้น 15 ร้อยละโดยมวล ผสมกับกรดฟอร์มิก อัตราส่วนโดยโมลของ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อกรดฟอร์มิก เท่ากับ 1:1 โดยควบคุมปริมาณสารละลายทั้งหมดเท่ากับ 56.24 กรัม ลงในขวดกันกลมขนาด 250 มิลลิลิตร

3) นำขวดกันกลมในข้อ 1 ต่อเข้ากับชุดควบคุมแรงดันด้วยน้ำเย็น จากนั้นนำไปให้ความร้อนในอ่างน้ำมันควบคุมอุณหภูมิที่ 50 องศาเซลเซียสโดยใช้แท่งกวนแม่เหล็กบนเครื่องกวนสารเป็นเวลา 3 ชั่วโมง

4) เมื่อครบกำหนด 3 ชั่วโมง ถอดชุดควบคุมแรงดันออก นำของผสมจากขวดกันกลมไปกรองแยกด้วยชุดกรองความดันและล้างด้วยน้ำขจัดไอออนจนกระทั่งมีค่าเป็นกลาง (pH = 7)

5) นำของแข็งที่กรองในข้อ 4 ไปอบในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดเก็บของแข็งที่ได้ในภาชนะปิดและตัดดูความชื้นอัตโนมัติ โดยเรียกของแข็งที่ได้ในขั้นตอนนี้ว่า “ยางวัลคาไนซ์หลังการออกซิไดซ์ (OVR-X)”

3.3.2.2 ศึกษาปัจจัยเนื่องจากภาวะที่ใช้ในการออกซิไดซ์

สำหรับการศึกษาภาวะในเตรียมการออกซิไดซ์ยางวัลคาไนซ์ ศึกษาจากยางวัลคาไนซ์สูตรการผสมยาง VR-4 แสดงการเตรียมที่ภาวะต่างๆ ดังตารางที่ 3.2 โดยที่ทุกภาวะจะกระทำที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ระยะเวลาในการรีฟลักซ์ 3 ชั่วโมง

ตารางที่ 3.2 ภาวะต่างๆ ที่ใช้ในการออกซิไดซ์ยางวัลคาไนซ์

สารออกซิไดซ์	ความเข้มข้น ของ H ₂ O ₂ (%.wt)	อัตราส่วนโมล H ₂ O ₂ : HCOOH	ปริมาณยาง (กรัม)	ชื่อย่อ
H ₂ O ₂ + HCOOH	10	1:1	5	OVR (10%H ₂ O ₂)
H ₂ O ₂ + HCOOH	15	1:1	5	OVR (15%H ₂ O ₂)
H ₂ O ₂ + HCOOH	20	1:1	5	OVR (20%H ₂ O ₂)
H ₂ O ₂ + HCOOH	15	0.5:1	5	OVR (0.5:1)
H ₂ O ₂ + HCOOH	15	1.5:1	5	OVR (1.5:1)
H ₂ O ₂ + HCOOH	15	1:1	3	OVR (1:18.75)
H ₂ O ₂ + HCOOH	15	1:1	8	OVR (1:7.03)

3.3.3 การวิเคราะห์หาค่าร้อยละของ Sulfur โดยใช้เครื่อง Bomb calorimeter ตาม ASTM D 3177

- 1) นำตัวอย่าง ประมาณ 0.8 กรัม เฝานในเครื่อง Bomb Calorimeter
- 2) ล้างด้วย สารละลาย methyl orange โดยให้ปริมาตรที่ได้ไม่เกิน 200 มิลลิลิตร
- 3) ปรับ pH ของสารละลาย เป็น 5.5 ด้วยสารละลาย Na_2CO_3 2 โมลาร์
- 4) ปรับ pH ของสารละลาย เป็น 7.0 ด้วยสารละลาย NH_4OH 1 โมลาร์
- 5) ต้มสารละลายที่ได้พอเดือด กรองด้วยกระดาษกรอง เบอร์ 1
- 6) นำสารละลายที่ผ่านการกรอง ต้มพอเดือด หยดสารละลาย HCl (1:9) 1 มิลลิลิตร และ BaCl_2 0.1 โมลาร์ ปริมาตร 10 มิลลิลิตร และทำการต้มสารละลายดังกล่าวให้เดือดเป็นเวลา 15 นาที ทิ้งไว้ข้ามคืน
- 7) กรองสารละลายด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 โดยใช้ น้ำร้อนล้างตะกอน หยดสารละลาย AgNO_3 0.025 โมลาร์ ลงในสารละลายที่ผ่านการกรอง (ประมาณ 30 หยด) แล้วนำกลับมากกรองอีก
- 8) นำกระดาษกรองดังกล่าว ใส่ Crucible ที่ชั่งน้ำหนักไว้แล้ว ไปเผาที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วทำการชั่งน้ำหนักหลังการเผา

$$\text{ร้อยละของซัลเฟอร์} = \frac{(A - B) \times 13.738}{C}$$

เมื่อ A คือ น้ำหนัก crucible หลังการเผา

B คือ น้ำหนัก crucible เบลาก่อนเผา

C คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์



3.3.4 การวิเคราะห์การบวมตัวของสารตัวอย่าง

งานวิจัยนี้จะทำการทดสอบการบวมตัวของสารตัวอย่างตามวิธีการใน ASTM D471 โดยมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1) นำตัวอย่าง 0.2 กรัม ใส่ในขวดขนาดเล็กที่ซึ่งน้ำหนักไว้แล้ว จากนั้นใส่ตัวทำละลายโทลูอีน ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ทำการซึ่งน้ำหนักอีกครั้งจดบันทึก แช่ทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง

2) จากนั้นเมื่อครบกำหนดเวลา นำตัวทำละลายออกโดยใช้กระดาษชำระซับจนกระทั่งไม่เหลือตัวทำละลาย ซึ่งน้ำหนัก จดบันทึก จากนั้นนำค่าที่ได้ไปคำนวณหาค่าการดีกรีการบวมตัว (Swelling degree)

$$\text{ดีกรีการบวมตัว} = \frac{(M - M_0) \times 100}{M_0}$$

เมื่อ M คือ น้ำหนักสารตัวอย่างหลังจากบวมตัว (กรัม)

M_0 คือ น้ำหนักสารตัวอย่างเริ่มต้น (กรัม)

3.3.5 การวิเคราะห์ความคงตัวในตัวทำละลายด้วยเทคนิคการหาปริมาณโซลและเจล

งานวิจัยนี้หาความคงตัวของสารตัวอย่างในตัวทำละลายด้วยเทคนิคการหาปริมาณโซลและเจลตามวิธีการใน ASTM D3616 โดยมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1) นำตัวอย่าง 0.2 กรัม ใส่ในขวดขนาดเล็กที่ซึ่งน้ำหนักไว้แล้ว จากนั้นใส่ตัวทำละลาย ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ทำการซึ่งน้ำหนักอีกครั้งจดบันทึก เขย่าด้วยความเร็ว 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 18 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง

2) จากนั้นเมื่อครบกำหนดเวลา กรองตัวเพื่อเอาตัวทำละลายออกด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 จากนั้นนำไปอบในตู้อบ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 18 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนัก จดบันทึก จากนั้นนำค่าที่ได้ไปคำนวณหาปริมาณโซลได้ตามสมการ

$$\text{ปริมาณโซล (\%)} = \frac{(W_1 - W_0) \times 100}{W_0}$$

เมื่อ W_0 คือ น้ำหนักสารตัวอย่างเริ่มต้น (กรัม)

W_1 คือ น้ำหนักสารตัวอย่างหลังอบแห้ง (กรัม)



3.3.6 การหาปริมาณตำแหน่งกรดของสารตัวอย่าง

1) เตรียมสารตัวอย่าง 0.1 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 10 มิลลิลิตรและเตตระไฮโดรฟูแรน (THF) 10 มิลลิลิตร

2) นำสารละลายที่เตรียมเขย่าเป็นเวลา 18 ชั่วโมง แล้วนำมาทำการไทเทรตหาปริมาณตำแหน่งกรด ด้วยสารละลาย NaOH 0.02 โมลาร์ โดยใช้ ฟีนอลทาลีนเป็นอินดิเคเตอร์

$$\text{ปริมาณตำแหน่งกรด (mmol)} = \frac{(A \times B)}{C}$$

เมื่อ A คือ ความเข้มข้นของสารละลาย NaOH ที่ใช้ (โมลาร์)

B คือ ปริมาณของสารละลาย NaOH ที่ใช้ (มิลลิลิตร)

C คือ น้ำหนักของสารตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์ (กรัม)

3.3.7 เอสเทอร์ฟิเคชันของกรดคาร์บอกซิลิกกับแอลกอฮอล์

1) ชั่งกรดคาร์บอกซิลิก (กรดออกทานอิก) และแอลกอฮอล์ (1-ออกทานอล) น้ำหนักรวม 20 กรัมในอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกรดคาร์บอกซิลิกและแอลกอฮอล์เท่ากับ 1 : 2 ลงในขวดก้นกลมสามคอขนาด 50 มิลลิลิตร

2) เติมตัวเร่งปฏิกิริยาปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักเทียบกับน้ำหนักของกรดคาร์บอกซิลิกที่ใช้ในปฏิกิริยาลงในขวดก้นกลมสามคอ

3) ต่อบุหรี่ด้วยน้ำเย็น ให้ความร้อนแก่ของผสมด้วยอ่างน้ำมันบนเครื่องกวนแม่เหล็กควบคุมอุณหภูมิที่ 120 องศาเซลเซียส ทำการกวนต่อเนื่องตลอดการทำปฏิกิริยาด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก

4) เก็บตัวอย่างสารในปฏิกิริยาตามเวลาดังนี้ 0.5, 1, 3, 5 และ 8 ชั่วโมงจากนั้นหยุดปฏิกิริยาทันทีเมื่อปฏิกิริยาดำเนินไปครบ 8 ชั่วโมงด้วยการหล่อเย็นด้วยน้ำเย็นอุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียส

5) สารตัวอย่างที่เก็บได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณผลิตภัณฑ์เอสเทอร์ที่เกิดขึ้นและสารตั้งต้นที่เหลืออยู่ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี



3.3.8 การวิเคราะห์สารตั้งต้นที่เหลือจากเอสเทอร์ฟิเคชัน

การวิเคราะห์สารตั้งต้นที่เหลืออยู่ในปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน ในงานวิจัยนี้ทำโดยใช้แก๊สโครมาโทกราฟี รุ่น 7890A ของบริษัท Agilent Technologies โดยใช้เครื่องตรวจวัดชนิด FID คอลัมน์ DB-5-HT (15 m x 0.320 mm) ขั้นตอนการทำมีดังต่อไปนี้

1) ชั่งน้ำหนักของสารตัวอย่าง 0.1 กรัมและพีริดีน 2.0 กรัมลงในขวดสารตัวอย่างปริมาตร 10 มิลลิลิตร เขย่าให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

2) ปิเปตสารละลายข้างต้นปริมาตร 100 ไมโครลิตร ใส่ลงในขวดไวแอล (VIAL) เติมเมทิล-ไตรเมทิลไซลิล-ไตรฟลูออโรแอเซตาไมด์ปริมาตร 100 ไมโครลิตร จากนั้นเขย่าต่อเนื่องเป็นเวลา 1 นาทีและตั้งทิ้งไว้ 30 นาที

3) เติมเมทิลอันเดคาโนเอตเข้มข้น 30 กรัมต่อลิตร ปริมาตร 100 ไมโครลิตรเป็นสารมาตรฐานภายใน (internal standard) จากนั้นทำการปรับปริมาตรสารละลายด้วยนอร์มอลเฮปเทน (n-heptane) จนปริมาตรรวมในขวดไวแอลเป็น 1 มิลลิลิตร

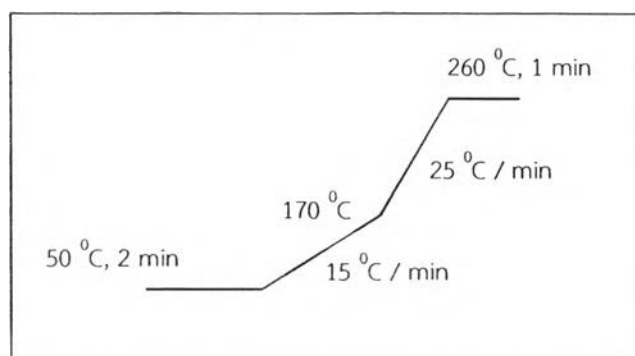
4) เขย่าสารในขวดไวแอลให้เข้ากัน จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี โดยภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีที่ใช้วิเคราะห์แสดงรายละเอียดดังต่อไปนี้

ในการวิเคราะห์เชิงคุณภาพและปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันจากปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดออกทานโนอิกกับ 1-ออกทานอลด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีนั้น ต้องทำการหาภาวะการวิเคราะห์ที่เหมาะสมเพื่อให้การวิเคราะห์สามารถแยกสารผสมออกจากกันได้ อย่างสมบูรณ์ โดยปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างกรดออกทานโนอิกกับ 1-ออกทานอลมีภาวะการวิเคราะห์คือใช้อุณหภูมิเริ่มต้นของคอลัมน์คือ 50 องศาเซลเซียส เมื่อเริ่มการวิเคราะห์จะค้างอุณหภูมินี้ไว้ 2 นาที จากนั้นจะเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตราคงที่ 15 องศาเซลเซียสต่อนาทีจนกระทั่งอุณหภูมิคอลัมน์ถึง 170 องศาเซลเซียสและทำการเพิ่มด้วยอัตราคงที่ 25 องศาเซลเซียสจนกระทั่งอุณหภูมิคอลัมน์ถึง 260 องศาเซลเซียสและค้างอุณหภูมินี้ไว้ 1 นาที รวมเวลาการวิเคราะห์ทั้งสิ้น 14.6 นาที ต่อ 1 ตัวอย่าง ค่าตัวแปรในภาวะการวิเคราะห์ของปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดออกทานโนอิกกับ 1-ออกทานอล แสดงได้ดังตารางที่ 3.1



ตารางที่ 3.1 ภาวะเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟในการวิเคราะห์ปริมาณสารตั้งต้นที่เหลือจากปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดออกทานอีนอกกับ1-ออกทานอล

Condition	Value
Carrier (He) flow rate	3 มิลลิลิตร
Hydrogen flow rate (for FID)	30 มิลลิลิตรต่อนาที
Air flow rate (for FID)	20 มิลลิลิตรต่อนาที
Detector temperature (for FID)	280 องศาเซลเซียส
Injection mode	Cool on column (COC)
Injection port temperature	150 องศาเซลเซียส
Injection volume	0.1 ไมโครลิตร
Initial column temperature	50 องศาเซลเซียส
Final column temperature	260 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.6 โปรแกรมการให้ความร้อนในเตาอบของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟในการวิเคราะห์ปริมาณสารตั้งต้นที่เหลือจากปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดออกทานอีนอกกับ1-ออกทานอล