บทที่ 3
การทดลอง

3.1 สารเคมี

3.1.1 สารตั้งต้น

3.1.1.1 กลีเซอรอล (AR grade, Ajax Finechem, USA)

3.1.1.2 กรดออกทาโนอิก (98% purity, Aldrich, USA)

3.1.2 ตัวเร่งปฏิกิริยา

3.1.2.1 กรดซัลฟิวริก (98% purity, ศึกษาภัณฑ์, ประเทศไทย)

3.1.3 สารมาตรฐาน

3.1.3.1 กรดออกทาโนอิก (standard grad, Aldrich, USA)

3.1.3.2 กลีเซอรอล (standard grade, Sigma, USA)

3.1.3.3 โมโนออกทาโนอิน (standard grade, Sigma, USA)

3.1.3.4 ไดออกทาโนอิน (standard grade, Calbiochem, USA)

3.1.3.5 ไตรออกทาโน (standard grade, Sigma, USA)

3.1.4 สารที่ใช้เตรียมตัวอย่างสำหรับเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

3.1.4.1 ไพรีดีน (Pyridine, Ajax Finechem)

3.1.4.2 *N*-methyl-*N*-(trimethylsilyl)trifluoroacetamide (MSTFA, Aldrich, USA)

3.1.4.3 เมทิลอันดีคาโนเอต (Methyl undecanoate, Fluka)

3.1.4.4 เอ็น-เฮปเทน (n-heptane)

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

3.2.1 ท่อแก้วคะพิลลารี เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.57 มิลลิเมตร

3.2.2 ไซริงค์ปั๊ม (syringe pumps, Longer LSP01-1A)

3.2.3 กระบอกเข็มฉีดยายี่ห้อ Terumo ขนาด 10 มิลลิลิตร

3.2.4 บีกเกอร์ขนาด 25 มิลลิเมตร

3.2.5 ตัวเชื่อมต่อพอลิเอสเตอร์เรซิน (polyester resin) ต่อรูปตัว T

3.2.6 เตาความร้อน (hot plate)

3.2.7 แท่งแม่เหล็กกวนสาร (magnetic bar)

3.2.8 กล้องสเตอริโอ (stereomicroscope, Optech SZMN-TRD 2)

3.2.9 คอมพิวเตอร์พกพา (laptop)

3.2.10 ขวดสามคอขนาด 25 มิลลิเมตร

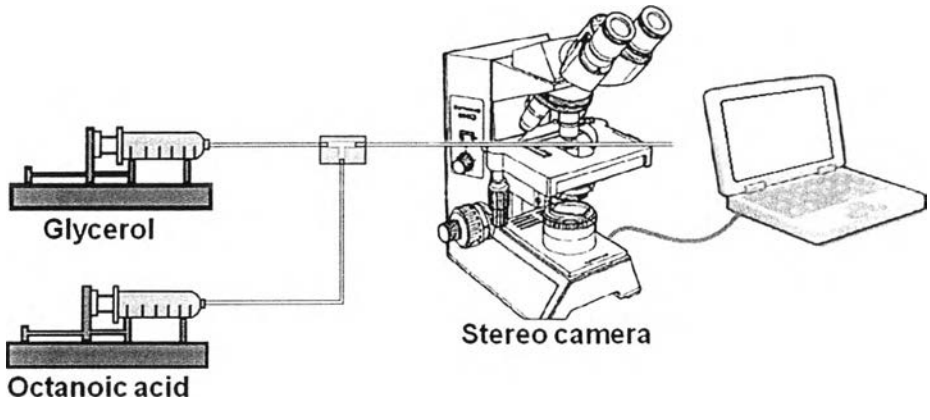
3.3 การทดลอง

3.3.1 การศึกษาอุทกพลศาสตร์

การศึกษาอุทกพลศาสตร์หรือรูปแบบการไหลของของไหลภายในท่อคะพิลลารีทำให้ทราบถึงข้อมูลเบื้องต้นที่สำคัญเช่น รูปแบบการไหลของสารตั้งต้น ขนาดของสลัก สัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อกรดออกทาโนอิก และความดันลดที่เกิดขึ้นภายในท่อ โดยปัจจัยเหล่านี้มีความสัมพันธ์กับอัตราเร็วในการป้อนสารตั้งต้นทั้งสองชนิดเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์และสมบัติจำเพาะตัวของสารแต่ละชนิดและผนังท่อคะพิลลารีที่สัมผัสกับสาร ขั้นตอนในการศึกษาอุทกพลศาสตร์มีดังนี้

3.3.1.1 การติดตั้งเครื่องปฏิกรณ์ไมโคร

การติดตั้งอุปกรณ์สำหรับศึกษาอุทกพลศาสตร์แสดงดังรูปที่ 3.1 ระบบของเครื่องปฏิกรณ์ไมโครชนิดท่อคะพิลลารีที่ใช้ในงานวิจัยนี้ประกอบไปด้วยท่อคะพิลลารี 3 ท่อที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเท่ากันเท่ากับ 0.57 มิลลิเมตร โดยใช้ 2 ท่อ ความความยาว 100 มิลลิเมตร ต่อเข้ากับกระบอกเข็มฉีดยาขนาด 10 มิลลิลิตร แล้วเชื่อมต่อเข้ากับไซริงค์ปั๊มเพื่อทำการฉีดกลีเซอรอลกับกรดออกทาโนอิกของสู่เครื่องปฏิกรณ์ ตัวเชื่อมต่อที่ใช้จะมีลักษณะเป็นรูปตัว T โดยหล่อมาจากพอลิเอสเตอร์เรซินมีเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเท่าเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกของท่อคะพิลลารี กลีเซอรอลจะถูกฉีดเข้าสู้เครื่องปฏิกรณ์ในแนวราบ ส่วนกรดออกทาโนอิกจะถูกฉีดเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ในแนวตั้งฉาก โดยที่สารตั้งต้นทั้ง 2 ชนิดที่ไม่ละลายเป็นเนื้อเดียวกันจะมาเจอกัน ณ บริเวณรอยเชื่อมต่อ อัตราเร็วในการไหลเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ของสารตั้งต้นทั้ง 2 ชนิด ที่ใช้จะอยู่ในช่วง 200 - 3,000 ไมโครลิตรต่อชั่วโมง ส่วนท่อคะพิลลารีอันสุดท้ายที่ใช้จะมีความยาว 300 มิลลิเมตรจะถูกนำไปเชื่อมต่อกับกล้องสเตอริโอ



รูปที่ 3.1 การติดตั้งระบบเครื่องปฏิกรณ์ไมโครชนิดท่อคะพิลลารีสำหรับศึกษาอุทกพลศาสตร์

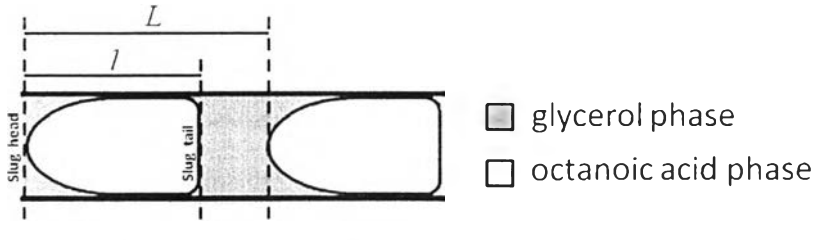
3.3.1.2 การบันทึกภาพและวีดีโอ

การสังเกตพฤติกรรมการไหลของของไหลเกิดขึ้นในภายในท่อขนาดเล็กไม่สามารถมองเห็นด้วยตาเปล่า ดังนั้นในงานวิจัยนี้ได้พัฒนานำกล้องสเตอริโอมาใช้ในการขยายภาพแล้วบันทึกภาพและวีดีโอ โดยรูปแบบการไหลต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นภายในท่อคะพิลลารีที่ระยะ 200 มิลลิเมตร (วัดจากตัวเชื่อมต่อรูปตัว T) จะถูกขยายด้วยกล้องสเตอริโอที่เชื่อมต่อกับคอมพิวเตอร์ โดยภาพที่ได้จะแสดงบนหน้าจอของคอมพิวเตอร์ผ่านโปรแกรม S-viwer ในการบันทึกภาพแต่ละครั้งจะต้องรอให้รูปแบบการไหลคงที่ ไม่มีการสั่นไหวระหว่างทำการทดลอง ความเร็วชัตตอร์ (shutter speed) ของกล้องสเตอริโอเท่ากับ 1/30 วินาที ซึ่งสามารถบันทึกภาพของสลักได้ 5-10 สลักต่อการบันบึกรูปหนึ่งครั้ง โดยที่ความคมชัดของภาพจะมีประโยชน์ต่อการทำภาพไปวิเคราะห์

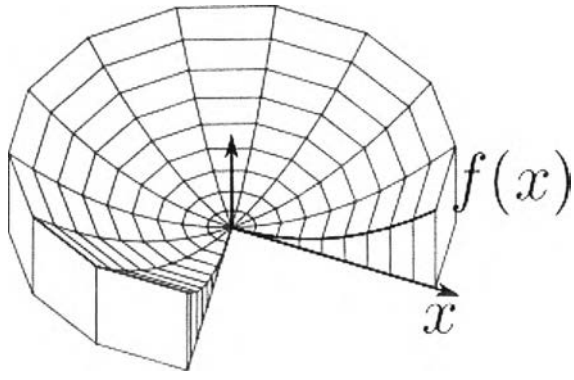
3.3.1.3 การวิเคราะห์ภาพรูปแบบการไหล

- **การคำนวณปริมาตรของสลัก (slug)**

โปรแกรม S-viwer เป็นโปรแกรมที่สามารถวัดขนาด มุม และพื้นที่ของสลักได้ แต่อย่างไรก็ตามก่อนที่จะใช้โปรแกรมดังกล่าววัดจะต้องทำการเทียบมาตรฐานระหว่างแผ่นสเกลมาตรฐาน (แผ่นกระจกกลมโปร่งใสพิมพ์สเกลเป็นตัวทึบ) กับกำลังขยายของกล้องสเตอริโอก่อน เพื่อความถูกต้องแม่นยำของค่าที่ได้จากการวัด โดยรูปแบบการไหลของของไหลที่แยกเฟสกันในท่อคะพิลลารีแสดงดังรูปที่ 3.2 ซึ่งเป็นรูปวาดเสมือน ในการคำนวณปริมาตรของสลักก่อนอื่นจะต้องใช้โปรแกรม S-viwer วัดความยาวจากหัวสลัก (slug head) หนึ่งไปหาหัวสลักถัดไป (L) และวัดความยาวจากหัวสลักไปหาท้ายของสลัก (slug tail), (l) ต่อจากนั้นคำนวณหาปริมาตรทรงกระบอกของทั้ง 2 ส่วนตามสมการที่ (1) โดยที่ V คือปริมาตร (ลูกบาศก์มิลลิเมตร) r คือ รัศมีภายในของท่อคะพิลลารี (0.285 มิลลิเมตร) และ L คือ ความสูง (มิลลิเมตร) จากรูปที่ 3.2 ถ้าคำนวณหาปริมาณของสลักโดยใช้ความยาวจากหัวสลักไปหาท้ายสลัก (l) พบว่าปริมาตรที่ได้ไม่ใช่ปริมาตรของสลักเพียงอย่างเดียวแต่จะมีปริมาตรของเฟสอื่นรวมอยู่ด้วย ซึ่งการหาปริมาตรของสลักที่แท้จริงจะต้องนำเอาปริมาตรของทรงกระบอกนี้ลบออกด้วยปริมาตรที่เกินมา



รูปที่ 3.2 รูปวาดเสมือนของรูปแบบการไหลของของในท่อคะพิลลารี



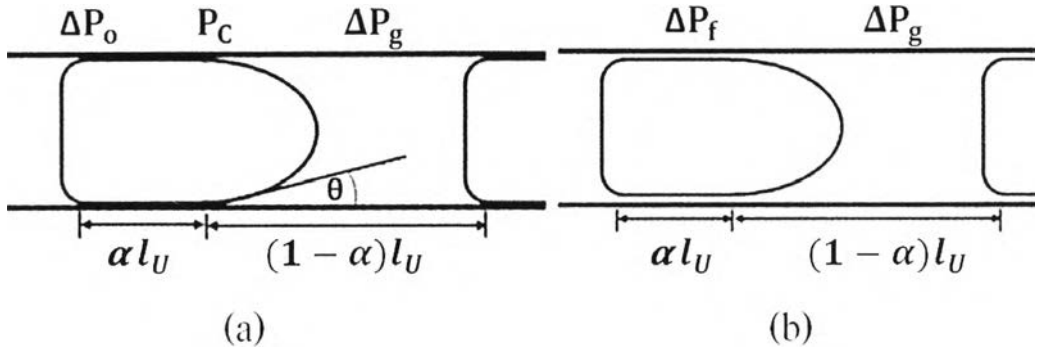
รูปที่ 3.3 การอินทิเกรตหาปริมาตรโดยหมุนรอบแกนแบบเปลือก (shell integration)

$$V = \pi r^2 L \qquad (1)$$

$$V = 2\pi \int_a^b x \cdot f(x)\, dx \qquad (2)$$

ในการคำนวณหาปริมาตรที่เกินมานั้นจะต้องให้แคลคูลัสขั้นสูงในการคำนวณนั้น ก็คือการหาปริมาตรโดยวิธีการหมุนรอบแกนแบบเปลือก (shell method)โดยตัวอย่างของปริมาตรที่คำนวณได้จากวิธีการนี้แสดงในรูปที่ 3.3 และวิธีการนี้จะใช้สมการที่ (2) ในการคำนวณ โดยที่ a และ b จะเป็นขอบเขตของการอินทิเกรต, x คือระยะห่างของส่วนข้ามกับแกนของการหมุน และ f(x) คือฟังก์ชันของส่วนโค้งของสลัก ก่อนที่จะทำการอินทิเกรตตามวิธีการหมุนรอบแกนแบบเปลือกจะต้องหาฟังก์ชันของส่วนโค้งของสลักก่อน ขั้นตอนของการหาฟังก์ชันของส่วนโค้งของสลักจะต้องหาคู่ลำดับ x และ y ของส่วนโค้งก่อน เมื่อได้คู่ลำดับแล้วก็นำเอาคู่ลำดับดังกล่าวไปเขียนเป็นกราฟโดยใช้โปรแกรม Microsoft office Excel 2007 หาเส้นแนวโน้มที่มีค่า R^2 (R-squared) เท่ากับหรือใกล้เคียง 1 มากที่สุด ซึ่งสมการของเส้นแนวโน้มก็คือฟังก์ชันของส่วนโค้งของสลัก ต่อจากนั้นก็สามารถคำนวณหาปริมาตรส่วนเกินของสลักได้โดยใช้สมการที่ (2) หลังจากนั้นนำเอาปริมาตรของทรงกระบอกของสลักที่คำนวณไว้ตามสมการที่ (1) ลบออกกับปริมาตรส่วนเกินของสลักที่คำนวณได้จากสมการที่ (2) ก็จะทำให้ได้ปริมาตรที่แท้จริงของสลัก และถ้านำเอาปริมาตรของทรงกระบอกของปลายสลักหนึ่งไปหาปลายของสลักถัดไปลบออกด้วยปริมาตรของสลักก็จะทำให้ได้ปริมาตรของกลีเซอรอลที่ล้อมรอบสลัก เพื่อความแม่นยำในการคำนวณหาปริมาตรของสลักจะต้องทำการคำนวณวิธีเดิมซ้ำอย่างน้อย 5 ครั้ง โดยใช้สลักอันใหม่ แล้วนำปริมาตรที่ได้มาหาค่าเฉลี่ย อย่างไรก็ตามการหาปริมาตรของสลักและปริมาตรของกลีเซอรอลที่ถูกต้องแม่นยำสามารถนำไปคำนวณหาสัดส่วนโดย

โมลของกลีเซอรอลต่อกรดออกทาโนอิกได้อีกด้วย โดยตัวอย่างการคำนวณปริมาตรสลักของกรดออกทาโนอิกและปริมาตรของกลีเซอรอลแสดงในภาคผนวก ก.1



รูปที่ 3.4 ความดันลดต่อหนึ่งหน่วยสลัก: (a) แบบไม่มีฟิล์ม และ (b) แบบมีฟิล์ม

3542176982

- **การคำนวณความดันลด (pressure drop)**

ความดันลดทั้งหมดที่เกิดขึ้นในเครื่องปฏิกรณ์ไมโครชนิดท่อคะพิลลารีที่มีรูปแบบการไหลแบบสลัก (slug flow) ในระบบของเหลวกับของเหลวประกอบไปด้วย 2 ส่วนสำคัญคือ ความดันลดที่เกิดขึ้นบริเวณจุดที่เกิดการผสม และความดันลดตามความยาวของท่อคะพิลลารี ในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาเฉพาะความดันลดตามความยาวของท่อคะพิลลารีเท่านั้น ซึ่งการหาความดันลดตามความยาวของท่อได้มาจากผลรวมของความดันลดเชิงอุทกพลศาสตร์ (hydrodynamic pressure drop) ของของเหลวในแต่ละวัฏภาคกับความดันลดเนื่องจากสมบัติเฉพาะตัวและความขรุขระของผนังท่อภายในของท่อคะพิลลารี โดยสลักที่ไหลภายในท่อแคลปิลารีมี 2 ลักษณะคือ สลักที่ไม่ฟิล์ม และสลักที่มีฟิล์ม โดยที่ความดันลดทั้งหมดได้มาจากการคำนวณและคาดการณ์ทางทฤษฎี

ความดันลดของสลักที่ไม่มีฟิล์มของกลีเซอรอลมาเคลือบ

จากรูปที่ 3.4 (a) แสดงรูปวาดของสลักของกรดออกทาโนอิกที่ไม่มีฟิส์มของกลีเซอรอลมาเคลือบในการคำนวณความดันลดทั้งหมดที่เกิดขึ้นตลอดความยาวของท่อจะใช้สมการที่ (3) ในการคำนวณ โดยที่ ΔP_U, ΔP_H, ΔP_g,, และ ΔP_O คือ ความดันลดของสลัก ความดันลดทางอุทกพลศาสตร์ ความดันลดของเฟสกลีเซอรอล และความดันลดของเฟสของกรดออกทาโนอิกตามลำดับ

$$\Delta P_U = \Delta P_H + P_C = \Delta P_g + \Delta P_o + P_c \qquad (3)$$

การคำนวณความดันลดทางอุทกพลศาสตร์จะใช้สมการของ Hegen-Poiseuille (สมการที่ (4)) ในการคำนวณ โดยที่ μ_o และ μ_s คือความหนืด (viscosity (Pa.s)) ของกรดออกทาโน

อิกและกลีเซอรอลตามลำดับ, Q_O และ Q_g คืออัตราเร็วการไหลเชิงปริมาตร (volumetric flow rate (m^3/s)) ของกรดออกทาโนอิกและกลีเซอรอล ตามลำดับ, V คืออัตราเร็วในการไหลของสลัก (slug flow velocity (m/s)), α คือสัดส่วนของวัฏภาคของกรดออกทาโนอิก, l_U คือความยาวของสลัก (m), r คือรัศมีภายในของท่อคะพิลลารี (m) และ A คือพื้นที่หน้าตัดของเครื่องปฏิกรณ์ไมโคร (m^2) ส่วนการคำนวณหาความดันลดเนื่องจากท่อคะพิลลารีจะใช้สมการของ Young–Laplace (สมการที่ (5)) โดยที่ γ คือแรงตึงผิวของท่อคะพิลลารี(N/m) และ θ คือมุมสัมผัสระหว่างสลักกับผนังท่อ

$$\Delta P_o = \frac{8\mu_o V \alpha l_U}{r^2}; \Delta P_g = \frac{8\mu_g V(1-\alpha) l_U}{r^2}; V = \frac{Q_O + Q_g}{A} \quad (4)$$

$$P_c = \frac{2\gamma}{r}\cos\theta \quad (5)$$

สมมติให้มุมสัมผัสและความยาวของสลักที่มีจำนวนของสลักของของเหลวทั้ง 2 วัฏภาคเท่ากันมีค่าคงที่ภายใต้ภาวการณ์ดำเนินงานใกล้เคียงกัน ดังนั้นสมการสำหรับความดันลดตามความยาวของเครื่องปฏิกรณ์ไมโครสามารถเขียนได้ดังสมการที่ (6) โดยตัวอย่างการคำนวณความดันลดสลักที่ไม่มีฟิล์มแสดงดังภาคผนวก ก. 3.1

$$\Delta P = \frac{L}{l_U}\left(\Delta P_O + \Delta P_g\right) + \frac{2L - l_U}{l_U} P_c \quad (6)$$

ความดันลดของสลักที่มีฟิล์มของกลีเซอรอลมาเคลือบ

เมื่อสลักไหลผ่านท่อของเหลววัฏภาคหนึ่งมักจะเกิดเป็นฟิล์มเนื่องจากสมบัติทางกายภาพของท่อกับของเหลวชนิดนั้นใกล้เคียงกัน โดยความดันลดตามความยาวของฟิล์มสามารถคำนวณได้จากสมการที่ (7) โดยที่ h คือความหนาของฟิล์ม โดยตัวอย่างการคำนวณความดันลดสลักที่มีฟิล์มมาเคลือบแสดงดังภาคผนวก ก. 3.2

$$\frac{\Delta P}{L} = \left(\frac{\alpha}{1-k^4}\right)\left(\frac{\Delta P}{L}\right)_g; k = \frac{r-h}{r} \quad (7)$$

3.3.1 ศึกษาปัจจัยที่เหมาะสมสำหรับสังเคราะห์โมโนกลีเซอไรด์ในเครื่องปฏิกรณ์ไมโครชนิดท่อคะพิลลารี

โมโนกลีเซอไรด์สามารถสังเคราะห์ผ่านกระบวนการเอสเทอริฟิเคชันของกลีเซอรอลกับกรดออกทาโนอิกโดยใช้กรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 98 ในปริมาณร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของกรด

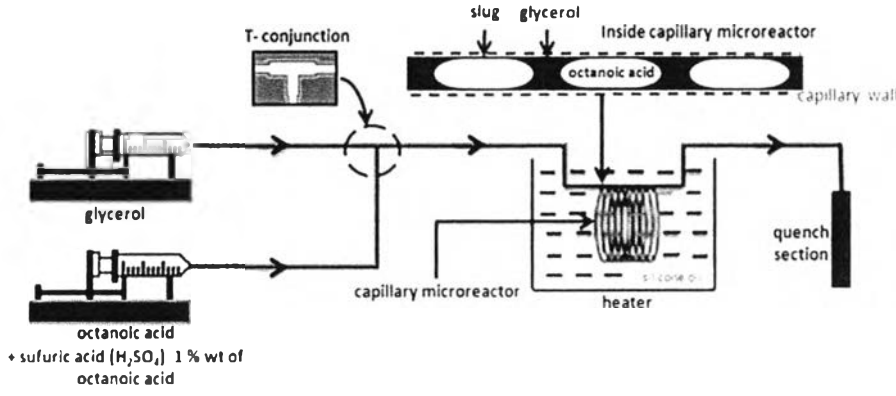
ออกทาโนอิกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันจะเกิดภายในท่อคะพิลลารีที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเท่ากับ 0.57 มิลลิเมตร และมีความยาว 3.5 เมตร กลีเซอรอลและกรดออกทาโนอิกที่ผสมกรดซัลฟิวริกจะถูกดูดเข้าสู่กระบอกเข็มฉีดยาขนาด 10 มิลลิเมตร แล้วนำไปเชื่อมต่อกับไซริงค์ปั๊มเพื่อป้อนสารตั้งต้นทั้ง 2 ชนิดเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์สารทั้งสองชนิดจะมาเจอกัน ณ บริเวณรอยเชื่อมต่อของตัวเชื่อมต่อที่มีลักษณะเป็นรูปตัว T โดยที่กลีเซอรอลจะถูกป้อนเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ในแนวราบ ส่วนกรดออกทาโนอิกจะถูกป้อนเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ในแนวตั้งฉาก เมื่อสารทั้งสองเจอกันจะเกิดการแยกเฟสและเกิดปฏิกิริยาเคมีภายในท่อคะพิลลารีที่ขดเป็นวงกลมแช่อยู่ในซิลิโคนเหลว โดยที่ซิลิโคนเหลวจะเป็นตัวพาความร้อนจากเตาความร้อนเพื่อควบคุมอุณหภูมิที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาเคมี การติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการทดลองเพื่อหาปัจจัยที่เหมาะสมสำหรับสังเคราะห์โมโนกลีเซอไรด์ในเครื่องปฏิกรณ์ไมโครชนิดท่อคะพิลลารีแสดงในรูปที่ 3.5

การศึกษาหาปัจจัยที่เหมาะสมในการสังเคราะห์โมโนกลีเซอไรด์ในเครื่องปฏิกรณ์ไมโครก่อนอื่นจะศึกษาหาภาวะของอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาเคมี หลังจากนั้นจะศึกษาหาภาวะของสัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อกรดออกทาโนอิกที่เหมาะสมในการเกิดโมโนกลีเซอไรด์ และสุดท้ายจะศึกษาหาภาวะของเวลาที่เหมาะสมใช้ในการสังเคราะห์โมโนกลีเซอไรด์

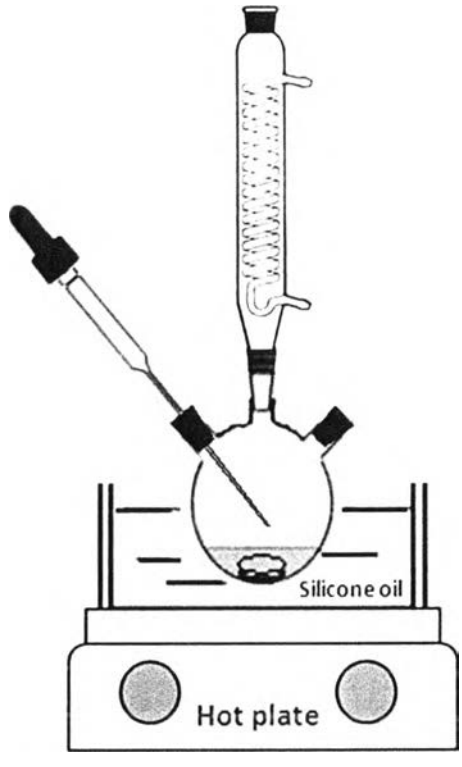
- การศึกษาหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสังเคราะห์โมโนกลีเซอไรด์ใช้สัดส่วนโดยโมลของ กลีเซอรอลต่อกรดออกทาโนอิกคงที่ที่ 2 ต่อ 1 และเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาคงที่ที่ 25 นาที โดยช่วงอุณหภูมิที่ใช้ในการศึกษาคือ 80 100 120 140 และ 160 องศาเซลเซียส

- การศึกษาหาสัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อกรดออกทาโนอิกที่เหมาะสมในการสังเคราะห์โมโนกลีเซอไรด์ จะกำหนดเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาเคมีไว้ที่ 25 นาที และใช้อุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์โมโนกลีเซอไรด์ที่ได้ทำการศึกษาไว้ข้างต้น ซึ่งสัดส่วนโดย โมลของกลีเซอรอลต่อกรดออกทาโนอิกที่ใช้ในการศึกษาคือ 2 : 1, 2.5 : 1, 3 : 1, 3.5 : 1, 4 : 1 และ 4.5 : 1 โดยที่สัดส่วนโดยโมลเหล่านี้จะถูกกำหนดโดยอัตราเร็วในการไหลเข้าเครื่องปฏิกรณ์ของกลีเซอรอลกับกรดออกทาโนอิก ซึ่งทุก ๆ สัดส่วนโดยโมล ผลรวมของอัตราเร็วในการไหลของกลีเซอรอลกับกรดออกทาโนอิกจะเท่ากันเพื่อที่จะให้เวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาเคมีคงที่อยู่ที่ 25 นาที

- การศึกษาหาเวลาในการเกิดปฏิกิริยาเคมีที่เหมาะสมในการสังเคราะห์โมโนกลีเซอไรด์จะเลือกใช้อุณหภูมิและสัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อกรดออกทาโนอิกที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์โมโนกลีเซอไรด์ที่ได้ศึกษาไว้ก่อนหน้านี้ โดยเวลาที่ใช้ในการศึกษาคือ 15, 20, 25, 30 และ 35 นาที



รูปที่ 3.5 การติดตั้งเครื่องปฏิกรณ์ไมโครชนิดท่อคะพิลลารีในการสังเคราะห์โมโนกลีเซอไรด์



รูปที่ 3.6 การติดตั้งเครื่องปฏิกรณ์แบบถังกวนสำหรับสังเคราะห์โมโนกลีเซอไรด์

3.3.2 การศึกษาการสังเคราะห์โมโนกลีเซอไรด์ในเครื่องปฏิกรณ์แบบแบตช์

วิธีการติดตั้งเครื่องปฏิกรณ์แบบแบตช์สำหรับสังเคราะห์โมโนกลีเซอไรด์แสดงดังรูปที่ 3.6 โดยการสังเคราะห์โมโนกลีเซอไรด์ในเครื่องปฏิกรณ์ชนิดนี้จะใช้ขวดสามคอเป็นถังปฏิกรณ์ เพื่อให้ปฏิกิริยาเคมีเกิดขึ้นในระบบปิดในการเก็บสารตัวอย่างแต่ละครั้งจะใช้หลอดหยดที่ต่อเชื่อมกับเครื่องปฏิกรณ์ดูดสารตัวอย่างขึ้นมา แล้วใช้หลอดหยดอีกอันดูดสารจากหลอดหยดนี้ การสังเคราะห์โมโนกลีเซอไรด์ผ่านกระบวนการเอสเทอริฟิเคชันจะมีน้ำเกิดขึ้นเป็นผลิตผลพลอยได้เสมอ ในการทดลองจะไม่มีการกำจัดน้ำที่เกิดขึ้นโดยจะใช้ตัวควบแน่น (condenser) ควบแน่นไอน้ำเพื่อไม่เป็นการรบกวนสมดุลของปฏิกิริยาเคมี ส่วนภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์โมโนกลีเซอไรด์ในเครื่องปฏิกรณ์แบบแบตช์จะใช้ภาวะเดียวกับภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์โมโนกลีเซอไรด์ที่ได้จากเครื่องปฏิกรณ์ไมโครชนิดท่อคะพิลลารี และใช้กรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 98 โดยโมลเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในสัดส่วนร้อยละ 1 โดยมวลของกรดออกทาโนอิกเพื่อนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการสังเคราะห์โมโนกลีเซอไรด์ระหว่างเครื่องปฏิกรณ์ทั้งสองชนิด

3.3.3 การวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยเทคนิคแก๊สโคมาโทกราฟี

การวิเคราะห์เชิงปริมาณเพื่อหาปริมาณของโมโนกลีเซอไรด์รวมถึงผลิตภัณฑ์ข้างเคียงที่เกิดขึ้น และปริมาณของสารตั้งต้นที่เหลือโดยเทคนิคแก๊สโคมาโตรกราฟี (Agilent 7890A gas chromatograph) คอลัมน์ (column) ชนิด DB-5 capillary column ยาว 15 เมตร และใช้ flame-ionization detector (FID) เป็นเครื่องตรวจวัด (detector) และช่วงอุณหภูมิของคอลัมน์และตัวตรวจวัดที่ใช้คือ 200 – 300 องศาเซลเซียส

วิธีการเตรียมสารตัวอย่างก่อนวิเคราะห์โดยเทคนิคนี้ เก็บสารตัวอย่างมาประมาณ 0.07 กรัม ใส่ขวดขนาดเล็ก (vial) 2 มิลลิลิตร แล้วเจือจางโดยไพรีดีนประมาณ 20 เท่าโดยน้ำหนักของสารตัวอย่าง ต่อจากนั้นนำสารละลายนี้มาประมาณ 0.1 กรัม ผสมกับ MSTFA ปริมาณ 100 ไมโครลิตร เขย่า 1 นาที แล้วตั้งทิ้งไว้ 25 นาที เพื่อเปลี่ยนหมู่ไฮดรอกซิลของกลีเซอรอลที่เหลือ เนื่องจากคอลัมน์ของเครื่องแก๊สโคมาโตรกราฟทำมาจากแก้วซึ่งมีสภาพขั้วใกล้เคียงกับหมู่ไฮดรอกซิลถ้าไม่เปลี่ยนหมู่ไฮดรอกซิลของกลีเซอรอลให้หมดจะทำให้สารที่มีหมู่ไฮดรอกซิลเหลืออยู่ติดกับผนังท่อ ส่งผลให้เครื่องตรวจวัดไม่สามารถตรวจวัดปริมาณของสารที่แท้จริงได้ ทำให้ผลการวิเคราะห์คลาดเคลื่อน หลังจากครบ 25 นาที นำสารตัวอย่างมาผสมกับเมทิลอันดีคาโนเอตปริมาณ 100 ไมโครลิตร ซึ่งใช้เป็นสารมาตรฐานภายใน (internal standard) ต่อจากนั้นปรับปริมาตรของสารตัวอย่างด้วยเอ็นเฮปเทนซึ่งใช้เป็นตัวทำละลายให้ปริมาตรรวมเท่ากับ 15 มิลลิลิตร