

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้

3.1.1 สารเคมีในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา

1. แมกนีเซียมไนเตรทเฮกซะไฮเดรต (Magnesium nitrate hexahydrate : $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, AR grade, Sigma Aldrich)
2. อะลูมิเนียมไนเตรทโนนะไฮเดรต (Alumium nitrate nonahydrate : $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, AR grade, Fluka)
3. โพแทสเซียมฟลูออไรด์ (Potassium fluoride : KF, AR grade, Fisher Scientific)
4. โซเดียมคาร์บอเนต (Sodium carbonate : Na_2CO_3 , AR grade, Fisher Scientific)
5. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide : NaOH, AR grade, Ajax Finechem)

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน

1. เมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน $\text{C}_8\text{-C}_{10}$ ($\text{C}_8\text{-C}_{10}$ Fatty acid methyl esters ($\text{C}_8\text{-C}_{10}$ FAME), Thai Oleochemicals (TOL) Co., Ltd.)
2. เมทิลเอสเทอร์ของกรดไขมัน $\text{C}_{12}\text{-C}_{14}$ ($\text{C}_{12}\text{-C}_{14}$ Fatty acid methyl esters ($\text{C}_{12}\text{-C}_{14}$ FAME), Thai Oleochemicals (TOL) Co., Ltd.)
3. ไตรเมทิลอลโพรเพน (Trimethylolpropane (TMP) : $\text{C}_8\text{H}_{14}\text{O}_3$, AR grade, MERCK)
4. โซเดียมเมทอกไซด์ (Sodium methoxide : NaOCH_3 , purum grade 97%, Sigma Aldrich)
5. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide : NaOH, AR grad, Ajax Finechem)
6. แคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Calcium hydroxide : $\text{Ca}(\text{OH})_2$, AR grad, Ajax Finechem)
7. แคลเซียมออกไซด์ (Calcium oxide : CaO, AR grade 98 %, Qrec)
8. แก๊สไนโตรเจน (N_2 , 99.99%, HP grade)

3.1.3 สารเคมีในการวิเคราะห์สารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์

1. เอ็นเมทิลเอ็นไตรเมทิลไซลิลไตรฟลูออโรอะเซตามิด (*N*-methyl-*N*-(trimethylsilyl) trifluoroacetamide (MSTFA) : $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{SiF}_3\text{NO}$, GC grade, Sigma Aldrich)
2. ไพริดีน (Pyridine : $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$, GC grade 99.8%, Carlo Erba)
3. เมทิลอันเดคาโนเอต (Methyl undecanoate : $\text{C}_{12}\text{H}_{24}\text{O}_2$, GC grade 99.9%, Fluka)
4. 1,4-ไดออกเซน (1,4-Dioxane : $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$, GC grade 99.9%, Fisher Scientific)
5. กรดแอซิติค (Acetic acid : $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$, AR grade, Sigma Aldrich)

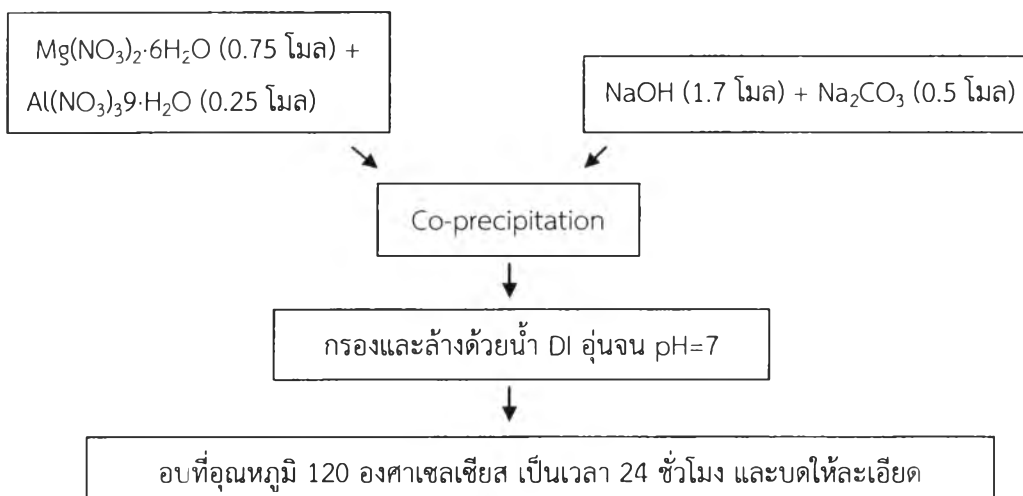


2269379310

3.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์ตัวเร่งตัวเร่งปฏิกิริยาวิธีพ่นฝู

3.2.1 การสังเคราะห์แมกนีเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ [26]

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ ใช้วิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation method) โดยนำ $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (0.75 โมล) และ $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ (0.25 โมล) ละลายรวมกันในน้ำ DI ปริมาตร 250 มิลลิลิตร และเตรียมสารละลายเบสผสม NaOH (1.7 โมล) และ Na_2CO_3 (0.5 โมล) โดยใช้น้ำ DI ปริมาตร 500 มิลลิลิตร จากนั้นทำการหยดสารละลายทั้งสองอย่างช้าๆลงในบีกเกอร์ที่มีน้ำ DI ปริมาตร 50 มิลลิลิตร และกวนอย่างแรงด้วยแท่งกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 22 ชั่วโมง จากนั้นนำตะกอนกรองด้วยชุดกรองพร้อมปั๊มสุญญากาศโดยใช้กระดาษกรองเบอร์ 42 ล้างด้วยน้ำ DI อุณหภูมิห้องเป็นกลาง (pH=7) ก่อนนำตะกอนไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และนำมาบดให้ละเอียดได้ตัวเร่งปฏิกิริยามีลักษณะเป็นผงของแข็งสีขาว โดยเขียนแทนด้วย HTC-as และ HTC-as ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 5 ชั่วโมง เขียนแทนด้วย HTC-(T) โดยที่ T คือ อุณหภูมิในการเผา ได้แก่ 200, 350, 500 และ 650 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์ HTC-as

3.2.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา KF/HTC-500

การเตรียม KF/HTC-500 ใช้วิธี incipient wetness impregnation ทำโดยนำ HTC-as เผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 ชั่วโมง จากนั้นหยดสารละลาย KF ความเข้มข้น 1.72 โมลต่อลิตร อย่างช้าๆ กวนให้เข้ากันแล้วตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ก่อนนำไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนนำมาบดให้ละเอียด และ KF/HTC-500 ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 4 ชั่วโมง เขียนแทนด้วย KF/HTC500-(T) โดยที่ T คือ อุณหภูมิในการเผา ได้แก่ 200, 350, 500 และ 650 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์ KF/HTC-500

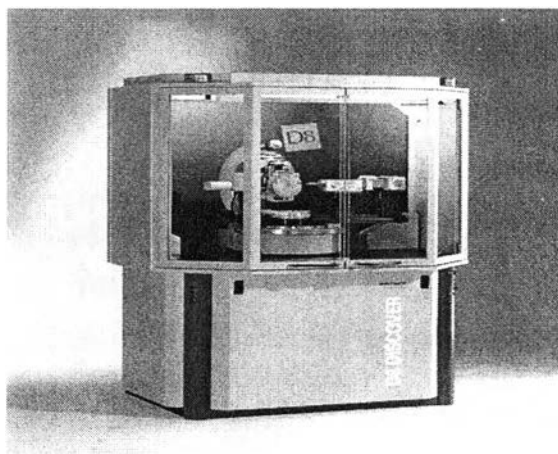
3.2.3 การเตรียมรีไฮเดรต HTC-500 (rehydrated HTC-500)

การเตรียมรีไฮเดรต HTC-as (rehydrated HTC-500) เตรียมโดยนำน้ำ DI มาหยดบน HTC-500 อย่างช้าๆ ในปริมาณครึ่งหนึ่งของน้ำหนัก HTC-500 ที่ซั่งได้ กวนให้เข้ากันแล้วตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ก่อนนำไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส และนำมาบดให้ละเอียด

3.3 เครื่องมือและเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ HTC-as และ KF/HTC-500

3.3.1 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ : X-ray diffractometer (XRD)

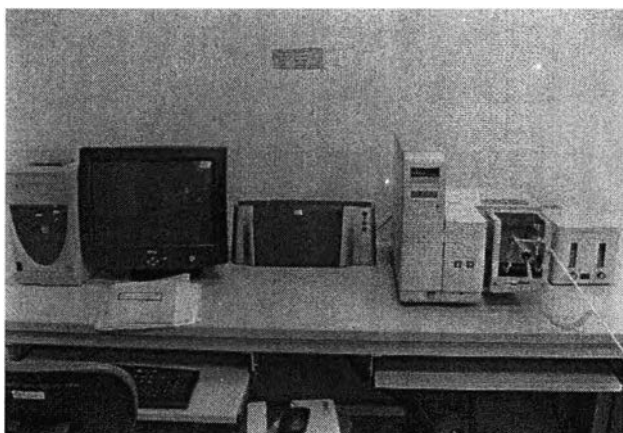
การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง X-ray diffractometer ยี่ห้อ Bruker รุ่น D8 Discover (รูปที่ 3.3) ใช้รังสีเอกซ์จาก Cu K α radiation ด้วยความยาวคลื่น 1.5406 อังสตรอม ทำการสแกนด้วยอัตรา 1 ดีกรีต่อวินาที ตั้งแต่ 2 θ เท่ากับ 5 ถึง 80 ดีกรี ที่อุณหภูมิห้อง ในการวิเคราะห์นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้กดลงบนแผ่นบรรจุสารตัวอย่างสำหรับใช้วิเคราะห์ และเกลี่ยให้ทั่วโดยให้ผิวของตัวอย่างเรียบเสมอกับขอบของแผ่นที่บรรจุ และนำตัวอย่างที่เตรียมไว้ไปใส่ที่ตำแหน่งตัวอย่างของเครื่อง



รูปที่ 3.3 เครื่อง XRD ยี่ห้อ Bruker รุ่น D8 Discover

3.3.2 เครื่องวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน : Perkin Elmer Pyris Diamond Thermogravimetric and differential thermal analyzer

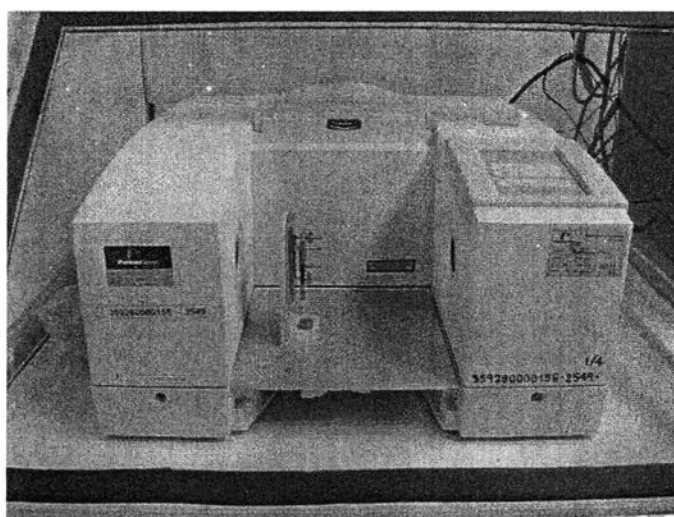
การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคการวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักจากการสลายตัวด้วยความร้อน (thermogravimetric/differential thermal analysis, TG/DTA) ด้วยเครื่อง Perkin Elmer Pyris Diamond Thermogravimetric and differential thermal analyzer ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น Pyris Diamond (รูปที่ 3.4) โดยชั่งตัวเร่งปฏิกิริยาประมาณ 0.2 กรัมบนถาดตัวอย่างและทำการวิเคราะห์โดยทำการเพิ่มอุณหภูมิในอัตรา 8 องศาเซลเซียสต่อนาที ที่อุณหภูมิห้องจนถึง 950 องศาเซลเซียส ภายใต้ไนโตรเจนที่อัตราการไหล 20 มิลลิลิตรต่อนาที



รูปที่ 3.4 เครื่อง Perkin Elmer Pyris Diamond thermogravimetric and differential thermal analyzer ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น Pyris Diamond

3.3.3 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี : Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)

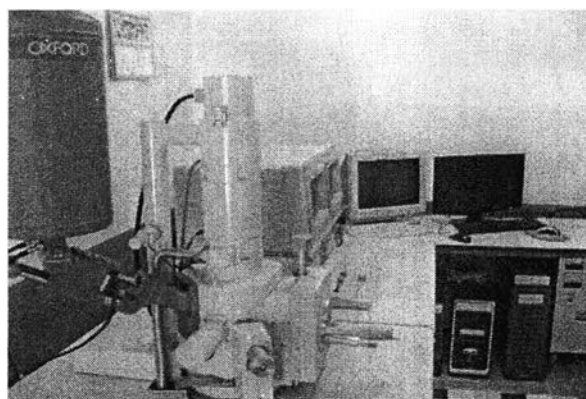
การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันที่สำคัญของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง Fourier transform infrared spectroscopy ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น Spectrum One (รูปที่ 3.5) เครื่องวัดการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของโมเลกุล โดยตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกบดรวมกับ KBr แล้วอัดลงแม่พิมพ์ก่อนฉายรังสีอินฟราเรดในช่วงจำนวนคลื่น (wavenumber) $4400 - 400 \text{ cm}^{-1}$



รูปที่ 3.5 เครื่อง Fourier transform infrared spectrometer ยี่ห้อ PerkinElmer รุ่น Spectrum One

3.3.4 เครื่องสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคป : Scanning Electron Microscope (SEM)

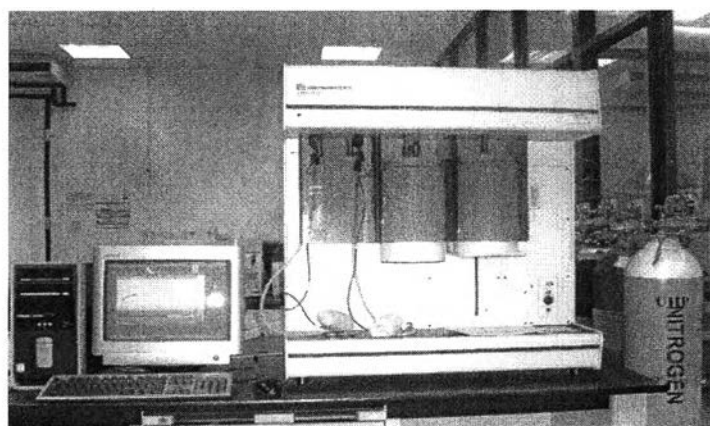
การวิเคราะห์สัณฐาน (morphology) และขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-5410LV (รูปที่ 3.6) เครื่องจะยิงลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun) ไปบนตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อให้อิเล็กตรอนทุติยภูมิของตัวเร่งปฏิกิริยาหลุดออกมาและเครื่องจะจับสัญญาณเพื่อแปรผลเป็นภาพ โดยตัวเร่งจะถูกโรยให้ติดบนภาตรองก่อนนำเข้าเครื่องวิเคราะห์ ที่มีกำลังขยาย 20,000 เท่า



รูปที่ 3.6 Scanning electron microscope (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-5410LV

3.3.5 เครื่องวัดพื้นที่ผิวจำเพาะและความพรุน : Surface area and porosity analyzer

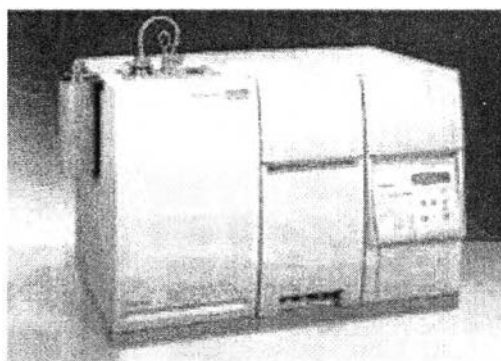
การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะและความพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง Surface area and porosity analyzer ยี่ห้อ Micromeritics รุ่น ASAP 2020 (รูปที่ 3.7) ใช้วัดการดูดซับและคายแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ -196 องศาเซลเซียส การวิเคราะห์ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาประมาณ 0.1 กรัม โดยตัวเร่งปฏิกิริยา HTC-as, HTC-200, KF/HTC-500 และ KF/HTC-500(200) ถูกไล่ความชื้นและสารระเหยอื่นๆภายใต้สุญญากาศที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ขณะที่ตัวเร่งปฏิกิริยา HTC-350, HTC-500, HTC-650, KF/HTC-500(350), KF/HTC-500(500) และ KF/HTC-500(650) ถูกไล่ความชื้นและสารระเหยอื่นๆที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และทำการเติมแก๊สไนโตรเจนด้วยอัตราการไหล 20 มิลลิลิตรต่อนาที โดยเครื่องจะวัดปริมาณแก๊สไนโตรเจนและความดันย่อยที่เปลี่ยนแปลงในตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อใช้คำนวณด้วยวิธีของ Brunauer-Emmett-Teller (BET)



รูปที่ 3.7 เครื่อง Surface area and porosity analyzer ยี่ห้อ Micromeritics รุ่น ASAP 2020

3.3.6 เครื่องวัดการคายคาร์บอนไดออกไซด์ตามอุณหภูมิที่โปรแกรม : Temperature-programmed desorption of CO₂ (CO₂-TPD)

การวิเคราะห์ชนิดเบสและความแรงเบสบนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง Temperature-programmed desorption of CO₂ ยี่ห้อ Thermo Finnigan รุ่น 1100 (รูปที่ 3.8) ด้วยเทคนิค temperature-programmed desorption of CO₂ (CO₂-TPD) เพื่อศึกษาการคายโมเลกุลคาร์บอนไดออกไซด์ในช่วงอุณหภูมิที่ได้โปรแกรมไว้ โดยชั่งตัวเร่งปฏิกิริยาประมาณ 0.3 กรัม และไล่ความชื้นและสารระเหยอื่นๆที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ภายใต้ไนโตรเจนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นทำการเติมแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ด้วยอัตราการไหล 20 มิลลิลิตรต่อนาที ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที และเติมแก๊สไนโตรเจนด้วยอัตราการไหล 20 มิลลิลิตรต่อนาที เพื่อไล่แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่ไม่ได้ดูดซับออก เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นทำการวิเคราะห์โดยเพิ่มอุณหภูมิในอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ไปจนถึงอุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.8 เครื่อง Temperature-programmed desorption of CO₂ ยี่ห้อ Thermo Finnigan รุ่น 1100

3.3.7 เทคนิคการหาความแรงและปริมาณเบสของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธี Hammett [27]

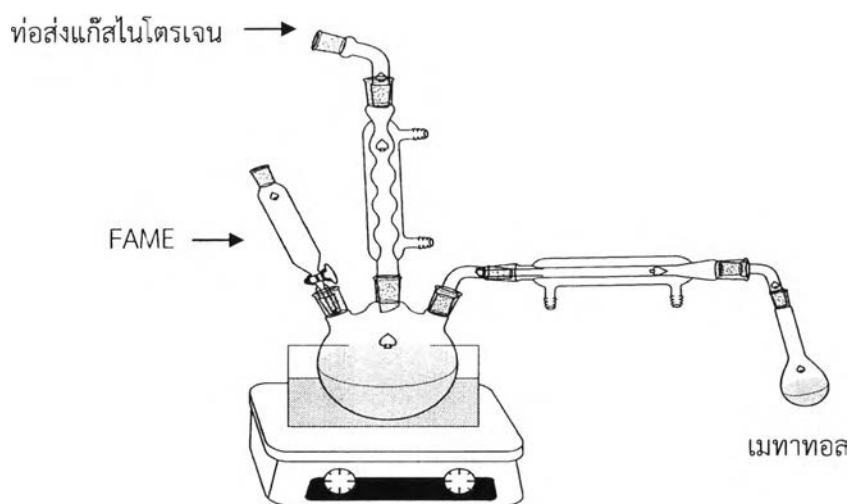
เทคนิคการหาความแรงเบสของตัวเร่งปฏิกิริยา (Hammett indicator) อาศัยการเปลี่ยนสีของอินดิเคเตอร์ ซึ่งถ้ามีการเปลี่ยนสีของอินดิเคเตอร์ แสดงว่าตัวเร่งปฏิกิริยามีความเป็นเบสที่แรงกว่าอินดิเคเตอร์ โดยอินดิเคเตอร์ที่ใช้ทดสอบได้แก่ นิวทอลเรด (neutral red, (H_{a} =6.8)), บรอมไทมอลบลู (bromothymol blue, (H_{a} =7.2)), ฟีนอล์ฟทาลีน (phenolphthalein, (H_{a} =9.8)), 2,4-ไดไนโตรอะนิลีน (2,4-dinitroaniline, (H_{a} =15.0)) และ 4-ไดไนโตรอะนิลีน (4-nitroaniline, (H_{a} =18.4)) ที่เตรียมโดยนำมาละลายกับเมทานอลจนมีความเข้มข้น 5% โดยมวล และในการทดสอบนำตัวเร่งปฏิกิริยา 0.05 กรัมใส่ในหลอดทดลอง จากนั้นเติมสารละลายอินดิเคเตอร์ปริมาณ 2 มิลลิลิตรและสังเกตการเปลี่ยนสีของอินดิเคเตอร์แต่ละชนิด

เทคนิคการหาปริมาณเบสด้วยวิธีไตเตรท (Hammett titration method) โดยใช้ตัวไทเทรนต์ (titrant) เป็นกรดเบนโซอิก (benzoic acid) ที่ละลายในเมทานอลจนมีความเข้มข้น 0.01 โมลต่อลิตร ซึ่งการไตเตรทนำตัวเร่งปฏิกิริยา 0.1 กรัมใส่ในหลอดทดลองและเติมฟีนอล์ฟทาลีน

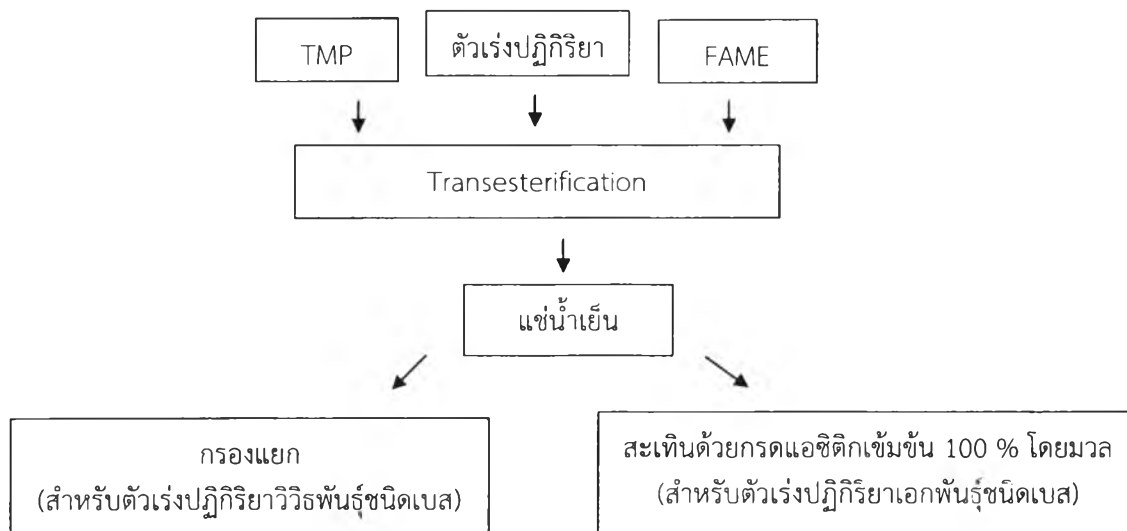
ปริมาณ 5 มิลลิลิตร เขย่าทิ้งไว้เป็นเวลาครึ่งชั่วโมงก่อนนำมาไตเตรท ด้วยกรดเบนโซอิก จนสีของตัวเร่งปฏิกิริยาเปลี่ยนจากสีชมพูเป็นสีขาว ซึ่งแสดงว่าเป็นจุดสะเทิน และวัดปริมาตรกรดเบนโซอิกที่ใช้เพื่อนำไปคำนวณหาปริมาณเบส

3.4 การสังเคราะห์น้ำมันหล่อลื่นชนิดพอลิโออลเอสเทอร์ผ่านทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน

การทำทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันของ C_8-C_{10} FAME หรือ $C_{12}-C_{14}$ FAME กับ TMP ใช้ขวดก้นกลมสามคอที่ต่อเข้ากับท่อแก๊สไนโตรเจนและคอนเดนเซอร์เพื่อกำจัดเมทานอลที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาและควบคุมอุณหภูมิของปฏิกิริยาด้วยอ่างน้ำมันซิลิโคน (silicone oil bath) ในการทำปฏิกิริยาเริ่มจากการให้ความร้อนแก่ TMP ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที เพื่อไล่ความชื้นออก จากนั้นปรับอุณหภูมิไปยังอุณหภูมิที่ต้องการ จึงใส่ตัวเร่งปฏิกิริยาและ FAME ลงไป กวนของผสมในปฏิกิริยาด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก (magnetic stirrer) แสดงดังรูปที่ 3.9 โดยภาวะที่ศึกษาการสังเคราะห์น้ำมันหล่อลื่น ได้แก่ อุณหภูมิในช่วง 130-170 องศาเซลเซียส, สัดส่วนโดยมวลของ FAME:TMP ในช่วง 3.5:1-9:1, ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา ได้แก่ HTC-as, HTC-(7), KF/HTC-500, KF/HTC-500(7), $Ca(OH)_2$, CaO, NaOH และ $NaOCH_3$, ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาในช่วง 1-10% โดยมวล, ความดันในช่วง 500-1000 มิลลิบาร์และเวลาในการทำปฏิกิริยาในช่วง 0-8 ชั่วโมง เมื่อเสร็จปฏิกิริยาจะหยุดปฏิกิริยาโดยการแช่ขวดก้นกลมในน้ำเย็น และแยกตัวเร่งปฏิกิริยารวพิษออกด้วยเครื่องกรองสุญญากาศโดยใช้กระดาษกรองเบอร์ 42 ในกรณีขอตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพังก์การหยุดปฏิกิริยาและวิเคราะห์สบู่ที่เกิดขึ้นโดยการสะเทินด้วยกรดแอสติกเข้มข้น 100% โดยมวล โดยหยุดจนสารละลายเปลี่ยนจากขาวขุ่นเป็นใส



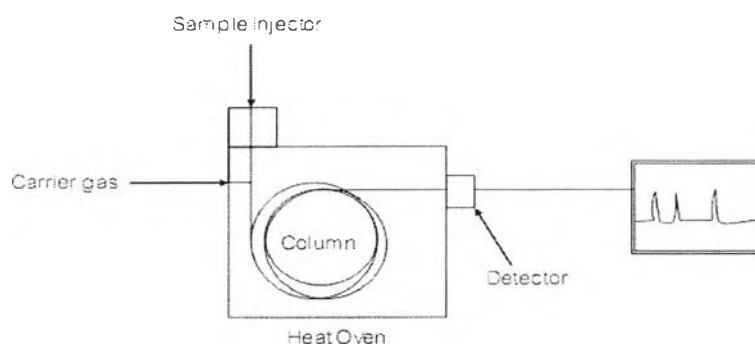
รูปที่ 3.9 การติดตั้งเครื่องปฏิกรณ์สำหรับสังเคราะห์น้ำมันหล่อลื่นชนิดพอลิโออลเอสเทอร์



รูปที่ 3.10 ขั้นตอนการสังเคราะห์น้ำมันหล่อลื่นชนิดพอลิโออลเอสเทอร์

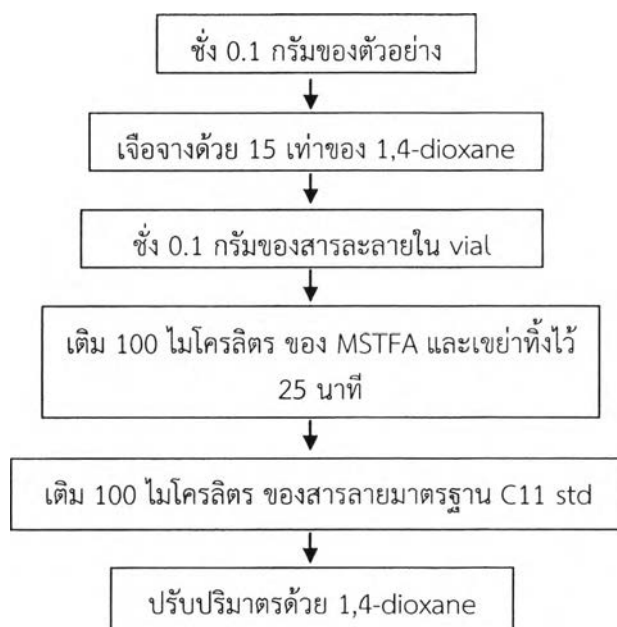
3.5 การวิเคราะห์น้ำมันหล่อลื่นชนิดพอลิโออลเอสเทอร์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี

การวิเคราะห์หาองค์ประกอบและปริมาณของพอลิโออลเอสเทอร์ใช้เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี (gas chromatograph) ซึ่งเป็นรูปแบบหนึ่งของกระบวนการแยกสารทางโครมาโตกราฟี โดยใช้หลักที่ว่าค่าการละลายสัมพัทธ์ (relative solubility) ในวัฏภาคเคลื่อนที่ (stationary phase) และวัฏภาคอยู่นิ่ง (stationary phase) ของสารแต่ละชนิดมีค่าไม่เท่ากันเมื่อสารผสมเคลื่อนที่ผ่านวัฏภาคอยู่นิ่งโดยมีในวัฏภาคเคลื่อนที่เป็นตัวพาจะถูกเหนี่ยวรั้งมากน้อยแตกต่างกันไป เนื่องจากความสามารถในการละลายที่ต่างกันและจึงถูกแยกออกจากกัน สารใดที่มีความสามารถละลายในวัฏภาคอยู่นิ่งมากก็จะใช้เวลามากในการเคลื่อนที่ออกจากคอลัมน์ส่วนประกอบของแก๊สโครมาโตกราฟีแสดงดังรูปที่ 3.11 ซึ่งประกอบด้วย ตำแหน่งฉีดสาร (injector) คอลัมน์ (column) เตาอบ (heated oven) ดีเทคเตอร์ (detector) และอุปกรณ์บันทึกและแสดงผล (recorder and integrator) โดยมีขั้นตอนการทำงานดังนี้ สารตัวอย่างจะถูกฉีดและทำให้ระเหยที่ตำแหน่งฉีดสาร โดยมีแก๊สตัวพา (carrier gas) พาสารที่ระเหยเป็นไอเคลื่อนที่ผ่านคอลัมน์ซึ่งบรรจุด้วย วัฏภาคอยู่นิ่ง ซึ่งอาจเป็นของแข็งหรือของเหลวสารที่ถูกแยกจะเข้าสู่ตัวตรวจวัดที่ต่อเข้ากับปลายอีกด้านหนึ่งของคอลัมน์ ดีเทคเตอร์จะวัดค่าการตอบสนองของดีเทคเตอร์เทียบกับเวลาทำให้ผลการวิเคราะห์ที่เรียกว่าโครมาโตแกรม (chromatogram)



รูปที่ 3.11 ส่วนประกอบอย่างคร่าวๆของเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ [34]

การเตรียมตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์ปริมาณและองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์น้ำมันหล่อลื่นชนิดพอลิโออลเอสเทอร์ เริ่มจากการชั่งตัวอย่างให้มีน้ำหนัก 0.1 กรัมลงในขวดเก็บตัวอย่าง เจือจางด้วย 1,4-dioxane ในปริมาณ 15 เท่าของน้ำหนักตัวอย่าง จากนั้นชั่งน้ำหนักตัวอย่างที่เจือจางแล้ว 0.1 กรัม ลงในขวดปริมาตร (vial) ขนาด 2 มิลลิลิตร เติม MSTFA ปริมาณ 100 ไมโครลิตร ลงในตัวอย่างเพื่อเปลี่ยน TMP โมโนเอสเทอร์และไดเอสเทอร์ที่เหลือให้กลายเป็นอนุพันธ์ที่ระเหยง่าย เขย่า vial อย่างแรงเป็นเวลา 1 นาที และตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง 25 นาที และเติมสารละลายมาตรฐานเมทิลอันเดคาโนเอต (C11std) ซึ่งมีความเข้มข้น 30 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร จำนวน 100 ไมโครลิตร เป็นสารมาตรฐาน ปรับปริมาตรสารตัวอย่างด้วย 1,4-dioxane ให้ถึงขีดระบุปริมาตร 1.5 มิลลิลิตร

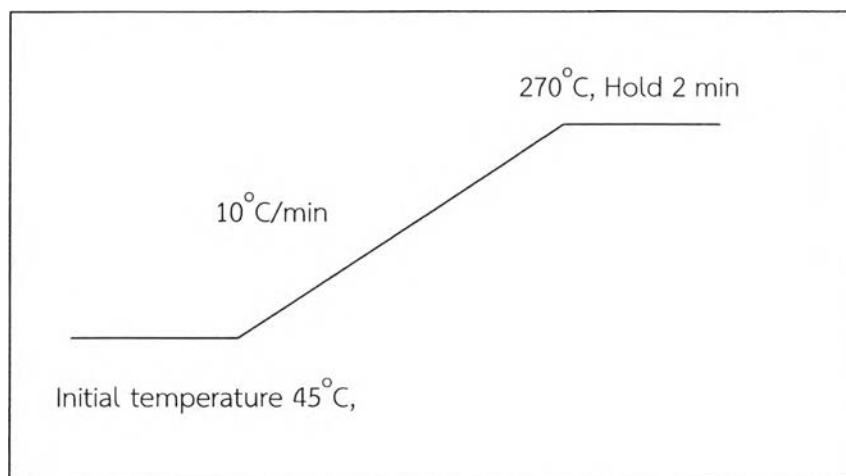


รูปที่ 3.12 ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

การวิเคราะห์พอลิโออลเอสเทอร์ใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (GC) ยี่ห้อ Agilent รุ่น 7890 A มีดีเทคเตอร์ชนิด flame ionization detector (FID) ซึ่งติดตั้งเข็มฉีดยาแบบอัตโนมัติ คอลัมน์ที่ใช้วิเคราะห์คือ DB5-HT ความยาว 15 เมตร โดยภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์สรุปไว้ในตารางที่ 3.1 และ

ตารางที่ 3.1 ภาวะเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟในการวิเคราะห์หาองค์ประกอบของพอลิโออลเอสเทอร์ (C₈-C₁₀ ไตรเมทิลอลโพรเพนเอสเทอร์)

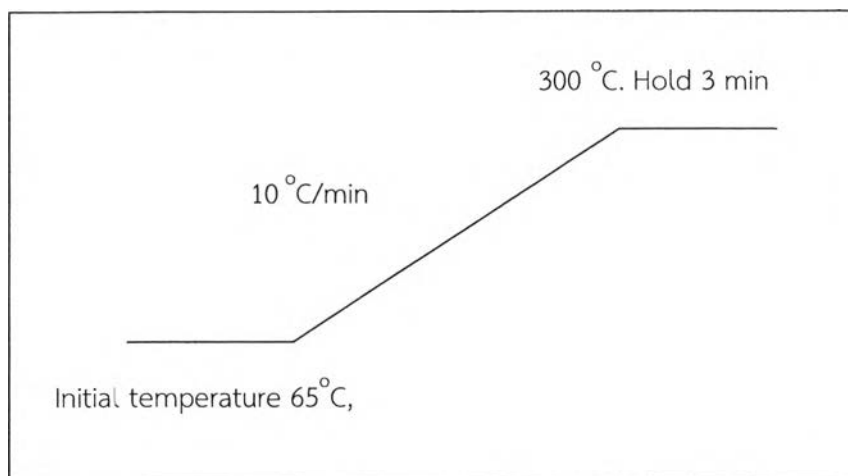
Conditions	Value
Carrier gas (He) flow rate	0.5 mL/min
Make up gas (N ₂) pressure	39.59 mL/min
Hydrogen pressure (for FID)	30 mL/min
Detector temperature	300 °C
Split ratio	Off
Injection port temperature	250 °C
Inject volume	0.1 µL
Initial column temperature	45 °C
Ramp rate	10 °C/min
Final column temperature	2700 °C



รูปที่ 3.13 ภาวะในการวิเคราะห์ C₈-C₁₀ ไตรเมทิลอลโพรเพนเอสเทอร์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ

ตารางที่ 3.2 ภาวะเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟในการวิเคราะห์หาองค์ประกอบของพอลิโออลเอสเทอร์ (C₁₂-C₁₄ ไตรเมทิลอลโพรเพนเอสเทอร์)

Conditions	Value
Carrier gas (He) flow rate	0.5 mL/min
Make up gas (N ₂) pressure	39.59 mL/min
Hydrogen pressure (for FID)	30 mL/min
Detector temperature	310 °C
Split ratio	Off
Injection port temperature	250 °C
Inject volume	0.1 µL
Initial column temperature	65 °C
Ramp rate	10 °C/min
Final column temperature	300 °C



รูปที่ 3.14 ภาวะในการวิเคราะห์ C₁₂-C₁₄ ไตรเมทิลอลโพรเพนเอสเทอร์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ

