บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 สารที่ใช้ในการทดลอง

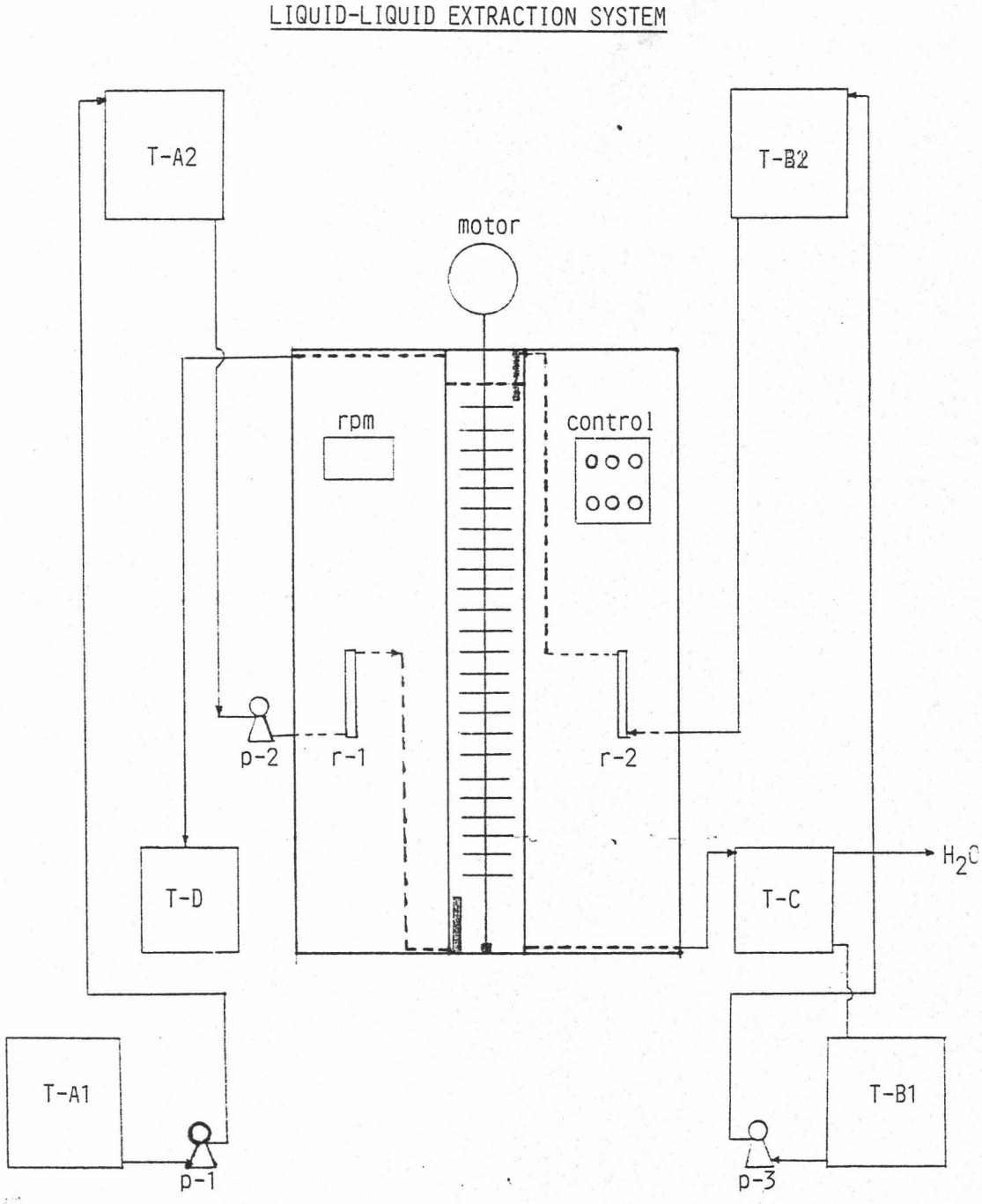
- น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานสภาพปกติ(Appearance:Clear&Bright)
- น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานสภาพไม่ปกติ(Appearance: Hazy)
- Polyethylene glycol(PEG) grade 200
- Polyethylene glycol(PEG) grade 300
- Polyethylene glycol(PEG) grade 400
- Polyethylene glycol(PEG) grade 600
- Nonylphenol ethoxylate(TERIC GN 10)
- Nonylphenol ethoxylate(TERIC PE 61)
- Nonylphenol ethoxylate(TERIC PE 64)
- Nonylphenol ethoxylate(TERIC PE 304)
- Acetone
- Sodium Chloride(NaCl)
- Ethyl Alcohol
- Acetic acid

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

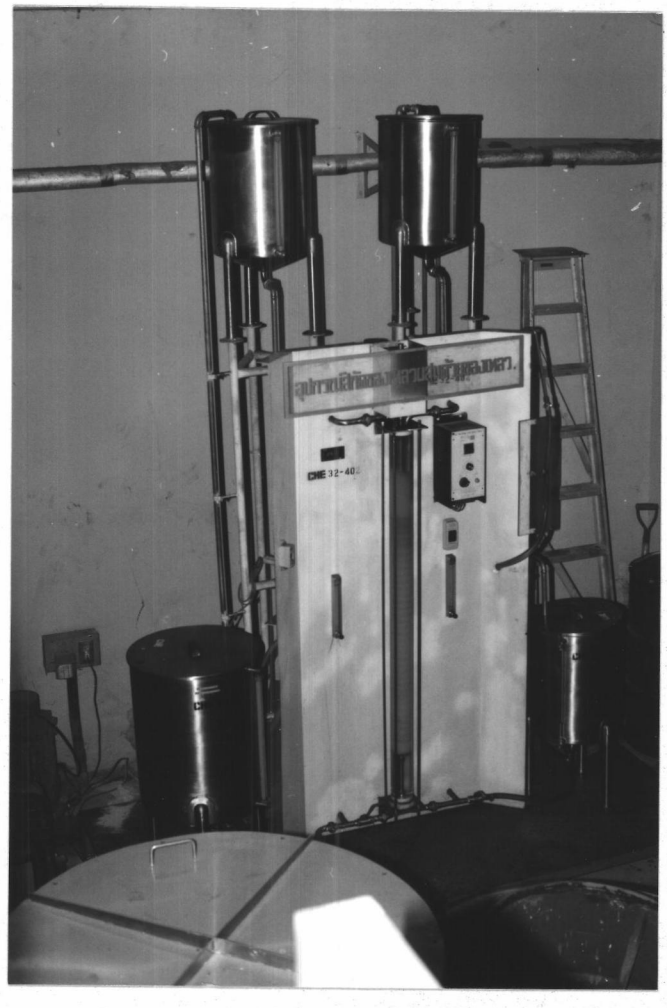
3.2.1อุปกรณ์ที่ใช้ในการสกัดของเหลวด้วยของเหลว(Liquid-Liquid Extraction)โดยอิงหลักการทำงานแบบชายห์เบลท์คอลัมน์(Scheibel Column) ดังแสดงในรูปที่ 3.1

หลักการทำงานของเครื่องมือ

เริ่มจากแทงค์ T-A1 เป็นแทงค์ที่บรรจุน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานที่ใช้ทดลอง



รูปที่ 3.1 อุปกรณ์สกัดของเหลวด้วยของเหลว(แบบแปลน)



รูปที่ 3.2 อุปกรณ์สกัดของเหลวด้วยของเหลว(รูปถ่าย)

จากนั้นจะถูกปั๊มพ์โดยผ่านปั๊มพ์ P-1 ซึ่งจะปั๊มพ์น้ำมันขึ้นไปเก็บไว้บนแทงค์ T-A2 และจะปล่อยน้ำมันจากแทงค์นี้ลงมาผ่านเข้าปั๊มพ์ P-2 เพื่อเป็นการเพิ่มแรงดัน จากนั้นก็เข้าสู่โรตามิเตอร์ R1 เพื่อวัดและควบคุมอัตราการไหลของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน เมื่อออกจากโรตามิเตอร์แล้วก็จะเข้าสู่ทางด้านล่างของ column

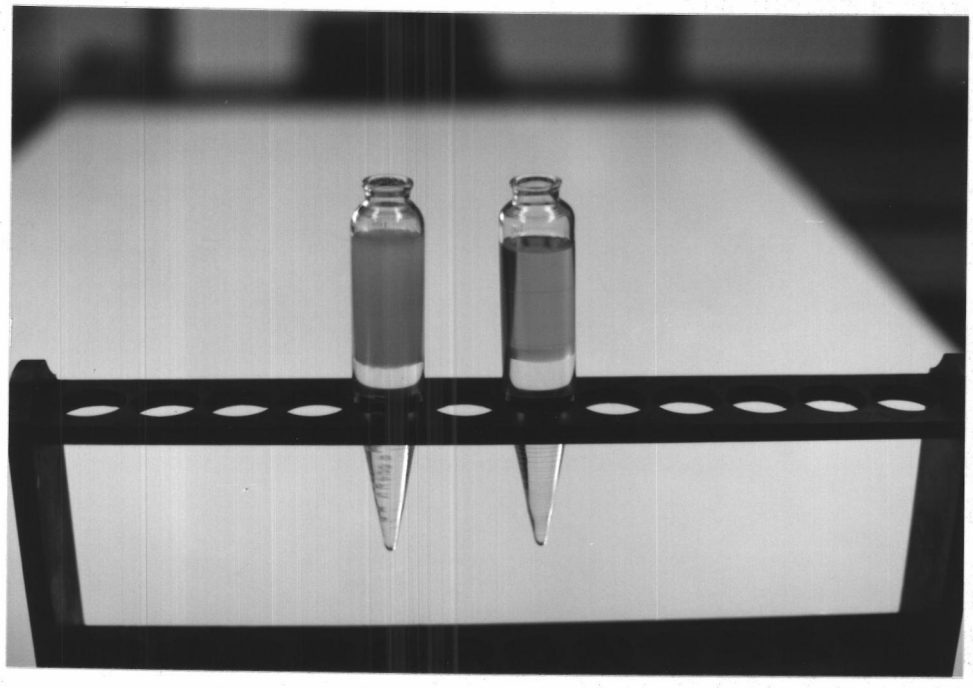
อีกด้านหนึ่งที่แทงค์ถัง T-B1 เป็นแทงค์สำหรับเก็บสารละลายที่ใช้ในการทดสอบซึ่งก็คือ Polyethylene glycol(300) จากนั้นจะทำการปั๊มพ์ตัวทำละลายนี้ขึ้นไปเก็บไว้ยังแทงค์ T-B2 และจะถูกปล่อยลงมาให้ผ่านปั๊มพ์ P-4 เพื่อเพิ่มแรงดันและถูกส่งต่อเข้าไปยังโรตามิเตอร์ R2 เพื่อวัดอัตราการไหลของตัวทำละลาย จากนั้นก็จะถูกส่งออกไปเพื่อให้เข้าทางด้านบนของ column

ภานใน column จะมีแผ่นเพลสขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 นิ้วจำนวน 37 เพลส และในแต่ละเพลสจะมีรูขนาดเล็กเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตรจำนวน 32 รูติดอยู่บนแกนแสตนเลสขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 5/8 นิ้ว ยาว 150 เซ็นติเมตร และแกนนี้ต่อเข้ากับมอเตอร์ซึ่งสามารถที่จะควบคุมความเร็วได้ ที่ด้านหน้าจะมีแผงควบคุมการทำงานของเครื่องมือ และนอกจากนี้ยังมีแผงที่จะแสดงถึงอัตราเร็วรอบของมอเตอร์

3.2.2 เครื่องเหวี่ยงแยกสาร (Centrifuge) ใช้ในการเหวี่ยงแยกสารที่ค่าความถ่วงจำเพาะต่างกันออกจากกันโดยที่ สารที่มีน้ำหนักโมเลกุลมากกว่าจะถูกแยกลงด้านล่าง ส่วนสารที่มีน้ำหนักโมเลกุลน้อยกว่าจะอยู่ด้านบนดังรูปที่ 3.2

หลักการทำงานของเครื่องมือ นำสารละลายผสมที่ต้องการแยกออกจากกันมาใส่ในหลอดที่เรียกว่า หลอดสำหรับเหวี่ยงแยกสาร (Centrifuge tube) จำนวน 100 cc จำนวน 1 คู่ หรือ 2 คู่ ตามต้องการ จากนั้นจึงตั้งความเร็ว, เวลาหรืออุณหภูมิที่ต้องการ เมื่อพร้อมแล้วจึงเปิดให้เครื่องทำงานและเมื่อครบเวลาที่ได้ตั้งไว้ เครื่องก็จะหยุดการทำงานเองโดยอัตโนมัติ จากนั้นจึงนำหลอดเหวี่ยงแยกสารออกมาดูลักษณะของการแยกและปริมาณที่แยกได้ในแต่ละวัฏภาค

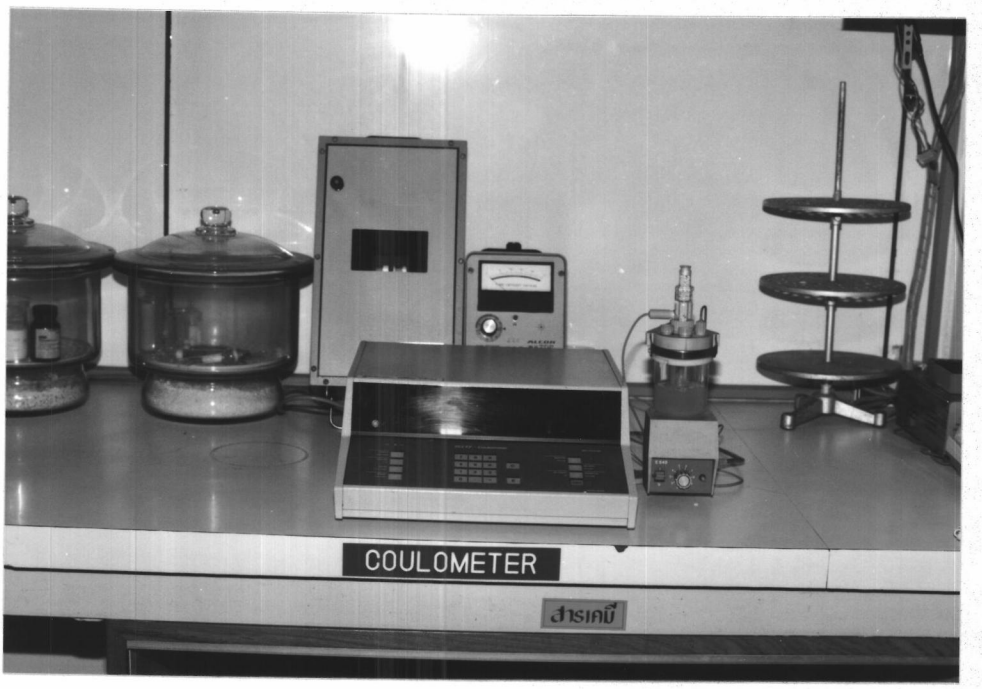
รูปที่ 3.3 อุปกรณ์เหวี่ยงแยกสาร(Centrifuge) SETA-IEC



รูปที่ 3.4 ตัวอย่างทดสอบเพื่อหาตัวทำละลายก่อน-หลัง การเหวี่ยงแยก
ซ้ายมือตัวอย่างก่อนทดสอบ ขวามือตัวอย่างหลังทดสอบ

3.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์

3.3.1 เครื่องทดสอบหาปริมาณน้ำ (ppm) ของ Methom Model 652-KF Coulometer ดังแสดงในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 อุปกรณ์ทดสอบหาปริมาณน้ำ Methom 652-KF coulometer

รูปที่ 3.6 อุปกรณ์ทดสอบหาปริมาณน้ำขณะทำงาน

หลักการทำงานของเครื่องทดสอบหาปริมาณน้ำ โดยสารเคมีที่เตรียมไว้ Coulomate A และ Coulomate C จะทำปฏิกิริยากับน้ำที่มีอยู่ในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน เพื่อที่จะเปลี่ยนน้ำยาที่ใช้ให้กลายเป็น KARL FISHER REAGENT เรียกวิธีนี้ว่า Coulometric method โดยที่จะมี electrod เป็นตัวเช็ค end point ของปฏิกิริยาอีกครั้งหนึ่ง ปฏิกิริยาหลักเป็นดังนี้คือ

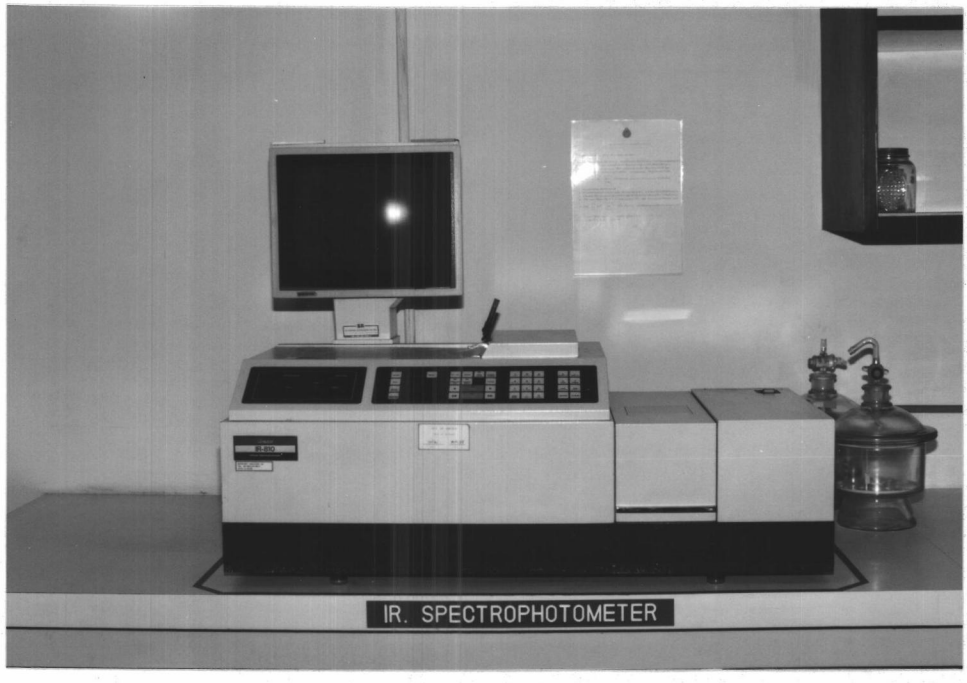
$$3C_5H_5N + SO_2 + I_2 + H_2O \text{ --------> } 2C_5H_5N.HI + C_5H_5N.SO_3$$

$$C_5H_5N.SO_3 + CH_3OH \text{ --------> } C_5H_5N.HSO_4.CH_3$$

(KARL FISHER REAGENT)

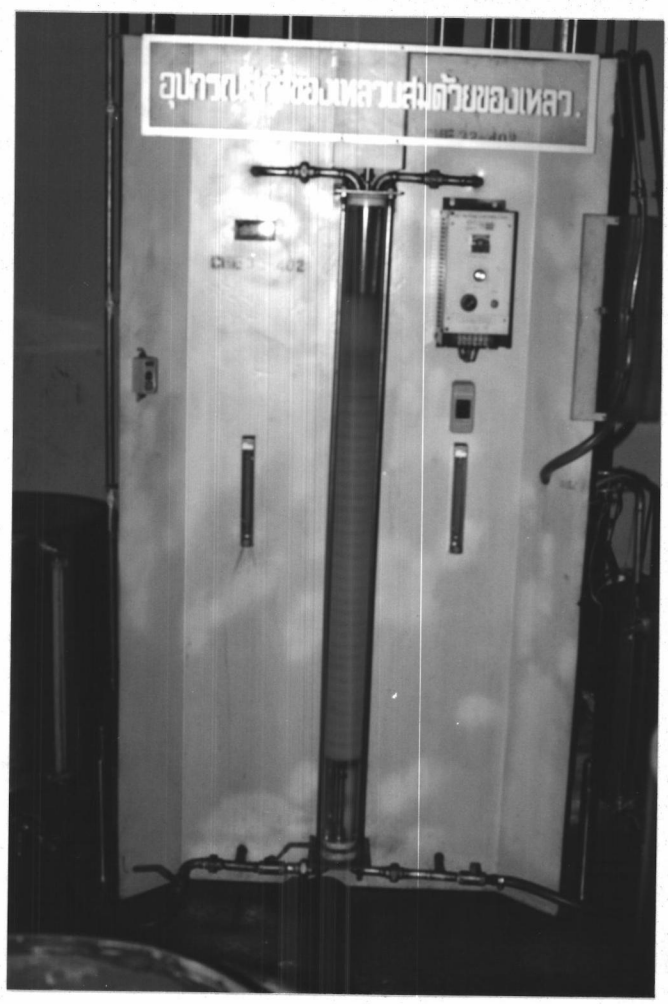
และการที่จะเกิดเป็น KARL FISHER REAGENT ได้มากน้อยเพียงใดขึ้นอยู่กับปริมาณน้ำที่มีอยู่ โดยที่ electrod จะทำการหาค่า end point ของปฏิกิริยาแล้วคำนวนกลับออกมาว่ามีปริมาณน้ำที่ใช้ทำปฏิกิริยาในครั้งนี้มากน้อยเพียงใด

3.3.2 เครื่องทดสอบหาองค์ประกอบทางโครงสร้างของสาร โดยใช้อุปกรณ์ที่เรียกว่า Infrared Spectrophotometer (IR) ของ JASCO MODEL IR 810 ดังแสดงในรูปที่ 3.7



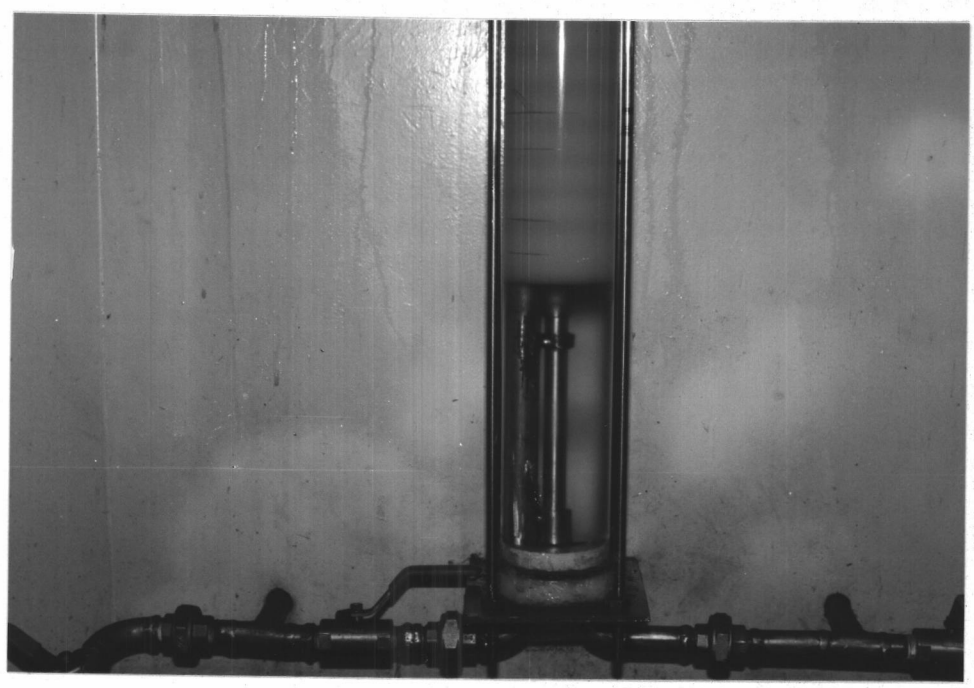
รูปที่ 3.7 อุปกรณ์วิเคราะห์หาองค์ประกอบทางโครงสร้างสาร(IR)

หลักการทำงานของเครื่องมือ โดยที่แสง Infrared จากแหล่งกำเนิดแสงจะส่องผ่านชั้นความหนาของสารตัวอย่างและเกิดการดูดกลืนแสงที่แตกต่างกันในแต่ละช่วงของความยาวคลื่น โดยเครื่องมือนี้จะครอบคลุมช่วงความยาวคลื่นตั้งแต่ 4000 - 400 nm. peak ที่ได้ออกมาจะเป็นลักษณะเฉพาะตัวของสารแต่ละชนิด จากจุดนี้เองทำให้สามารถเปรียบเทียบถึงความแตกต่างกัน ในเชิงโครงสร้างของสารได้

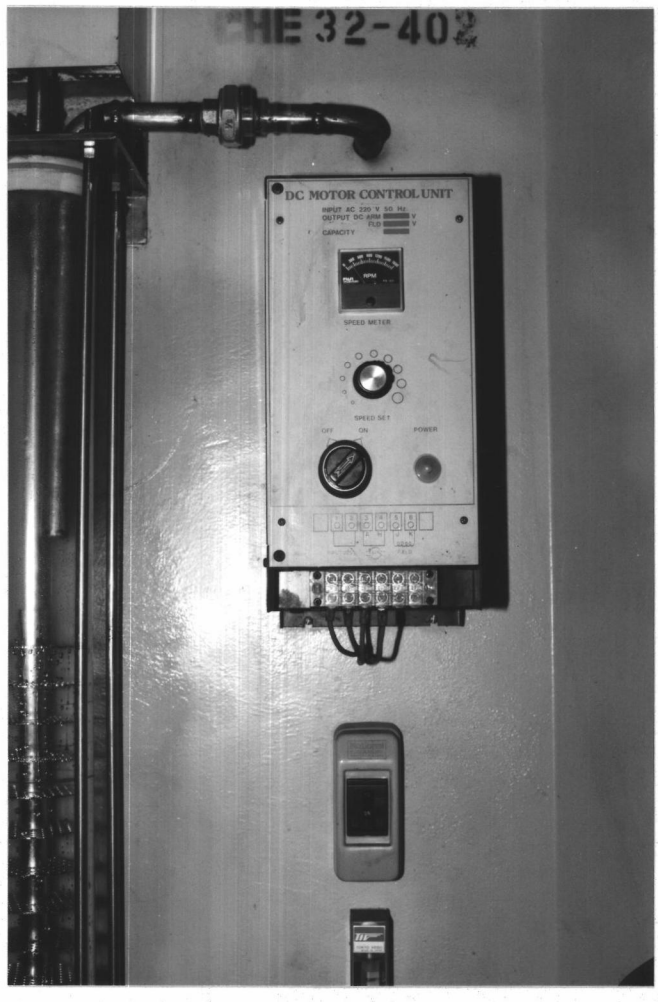


รูปที่ 3.8 อุปกรณ์สกัดของเหลวผสมด้วยของเหลว

รูปที่ 3.9 แสดงการแบ่งวัฏภาคของน้ำมันที่สกัดแล้วกับสารละลายผสม



รูปที่ 3.10 แสดงการแบ่งวัฏภาคของ PEG 300 กับสารละลายผสม



รูปที่ 3.11 (a)

รูปที่ 3.11 (b)

รูปที่ 3.11(c)

รูปที่ 3.11 อุปกรณ์ต่างๆบนเครื่องสกัดของเหลวผสมด้วยของเหลว

(a) DC motor control unit.

(b) speed motor reading.

(c) rotameter

รูปที่ 3.12 ตัวอย่างน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานก่อนผ่านกระบวนการแยกน้ำด้วยตัวทำละลาย PEG 300 (Appearance:hazy)

รูปที่ 3.13 ตัวอย่างน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานหลังผ่านกระบวนการแยกน้ำด้วยตัวทำละลาย PEG 300 (Appearance:clear&bright)

รูปที่ 3.14 ตัวอย่างเปรียบเทียบน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานก่อนและหลัง
ผ่านกระบวนการแยกน้ำด้วยตัวทำละลาย PEG 300
ซ้ายมือ: น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานหลังผ่านกระบวนการสกัดสาร
ขวามือ: น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานก่อนผ่านกระบวนการสกัดสาร

3.4 วิธีการทดลอง

3.4.1 การทดสอบหาปริมาณน้ำที่มีอยู่ในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน

3.4.1.1 ทดสอบหาปริมาณน้ำที่มีอยู่ในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน ที่มีสภาพปกติ (Appearance : Clear & Bright)โดยการสุ่มตัวอย่างที่มีสภาพปกติมาทดสอบ จำนวน 10 ตัวอย่าง

3.4.1.2 ทดสอบหาปริมาณน้ำที่มีอยู่ในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน ที่มีสภาพไม่ปกติ (Appearance : Hezy)โดยการสุ่มตัวอย่างที่มีสภาพไม่ปกติมาทดสอบจำนวน 10 ตัวอย่าง

3.4.2 การทดสอบหาตัวทำละลายที่จะนำมาใช้ในการศึกษาครั้งนี้ โดยการพิจารณาจากสารที่มีความสามารถในการละลายน้ำได้ดีแต่ไม่ละลายในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน วิธีการทดลองทำโดย นำเอาตัวทำละลายที่ได้คัดเลือกเอาไว้เหล่านี้ มาผสมกับน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานที่มีน้ำปนอยู่(Appearance:Clear & Bright)ในอัตราส่วน 1:1 จากนั้นเขย่าให้เข้ากันเป็นเวลา 10 นาที แล้วนำไปแยกอออกจากกันโดยใช้เครื่องเหวี่ยงแยก (Centrifuge) ที่ความเร็ว 300 รอบ/นาที เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นแยกเอาส่วนที่เป็นน้ำมัน มาทดสอบหาปริมาณของน้ำที่ยังคงเหลืออยู่ในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานอีกครั้งหนึ่ง

3.4.3 การทดสอบการตกค้างของตัวทำละลายที่ใช้ในการทำวิจัย โดยวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางโครงสร้างของสารในช่วงความยาวคลื่นตั้งแต่ 4000 - 400 nm. และนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกันระหว่างน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานที่มีสภาพปกติ ตัวทำละลายที่ใช้และน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานที่ผ่านเครื่องเหวี่ยงแยกแล้ว โดยใช้เครื่องมือที่เรียกว่า Infrared Spectrophotometer ของ JASCO MODEL IR-810

3.4.4 ทดสอบหาปริมาณน้ำที่มีอยู่ในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานที่มีสภาพที่ไม่ปกติ (Appearance : Clear & Bright) ที่จะนำมาใช้เป็นตัวอย่างในการทดลองทั้งหมดและนำมาผ่านเครื่องมือสกัดของเหลวด้วยของเหลว โดยให้น้ำมันหล่อลื่นพื้น

ฐานตัวอย่างถูกป้อนเข้าสู่ทางด้านล่างของคอลัมน์ (เป็นสาย feed)และตัวทำละลายที่เลือกใช้ถูกป้อนเข้าทางด้านบนของคอลัมน์ (เป็นสาย Solvent)

3.4.5 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของตัวแปรต่าง ๆ เมื่อให้อัตราการไหลของตัวทำละลายคงที่

3.4.5.1 ศึกษาถึงเวลาที่เปลี่ยนแปลงไปจะมีผลอย่างไรต่อปริมาณน้ำที่วัดได้โดยเก็บตัวอย่างน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานหลังจากที่ออกจากคอลัมน์แล้ว ทุก 10 นาที จำนวน 6 ครั้ง(60 นาที) แล้วนำไปทดสอบหาปริมาณน้ำ โดยทำการทดลองที่อัตราการไหลของตัวทำละลาย : อัตราการไหลของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานเป็น 1:1,1:2,1:3,1:4 และ 1:5 ความเร็วของมอเตอร์ตั้งแต่ 100,300,500,700 และ 900 รอบ/นาที

3.4.5.2 ศึกษาอัตราการไหลของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานที่เปลี่ยนไปจะมีผลต่อปริมาณน้ำที่มีอยู่ในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานอย่างไร โดยทำการทดลองที่อัตราการไหลของตัวทำละลาย : อัตราการไหลของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน เป็น1:1, 1:2, 1:3, 1:4 และ1:5 ที่ความเร็วของมอเตอร์ต่าง ๆ กัน คือ 100,300,500,700 และ 900 รอบ/นาที

3.4.5.3 ศึกษาความเร็วมอเตอร์ที่เปลี่ยนไป จะมีผลอย่างไรต่อปริมาณน้ำที่มีอยู่ในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน คือ 100, 300, 500, 700 และ 900 รอบ/นาที ที่อัตราการไหลของตัวทำละลาย : อัตราการไหลของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานต่างๆ กันคือ 1:1,1:2,1: 3, 1:4 และ 1:5

3.4.5.4 สร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของน้ำที่วัดได้กับเวลาที่เปลี่ยนแปลงไป

3.4.5.5 สร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของน้ำที่วัดได้กับอัตราการไหลของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานตัวอย่าง ที่ความเร็วมอเตอร์ต่างๆกัน

3.4.5.6 สร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของน้ำที่วัดได้กับความเร็วของมอเตอร์ที่อัตราการไหลของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานต่าง ๆ

3.4.5.7 จากความสัมพันธ์ที่ได้ หาสภาวะที่เหมาะสมของตัวแปรต่างๆ คือปริมาณน้ำที่ทดสอบได้, เวลา, อัตราการไหลของสาร และความเร็ว

ของมอเตอร์

3.4.6 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของตัวแปรต่างๆ เมื่อให้อัตราการไหลของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานมีค่าคงที่

3.4.6.1 ศึกษาถึงเวลาที่เปลี่ยนแปลงไปจะมีผลอย่างไรต่อปริมาณน้ำที่วัดได้โดยเก็บตัวอย่างน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานหลังจากที่ออกจากคอลัมน์แล้ว ทุก 10 นาที จำนวน 6 ครั้ง(60 นาที) แล้วนำไปทดสอบหาปริมาณน้ำ โดยทำการทดลองที่อัตราการไหลของตัวทำละลาย : อัตราการไหลของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานเป็น 1:1,2:1,3:1,4:1 และ 5:1 ความเร็วของมอเตอร์ตั้งแต่ 100,300,500,700 และ 900 รอบ/นาที

3.4.6.2 ศึกษาอัตราการไหลของตัวทำละลายที่เปลี่ยนไปจะมีผลต่อปริมาณน้ำที่มีอยู่ในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานอย่างไร โดยทำการทดลองที่อัตราการไหลของตัวทำละลาย : อัตราการไหลของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน เป็น 1:1,2:1,3:1, 4:1 และ 5:1 ที่ความเร็วของมอเตอร์ต่าง ๆ กัน คือ 100, 300, 500, 700 และ 900 รอบ/นาที

3.4.6.3 ศึกษาความเร็วมอเตอร์ที่เปลี่ยนไป จะมีผลอย่างไรต่อปริมาณน้ำที่มีอยู่ในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน คือ 100, 300, 500, 700 และ 900 รอบ/นาที ที่อัตราการไหลของตัวทำละลาย : อัตราการไหลของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานต่างๆ กันคือ 1:1,2:1,3:1, 4:1 และ 5:1

3.4.6.4 สร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของน้ำที่วัดได้กับเวลาที่เปลี่ยนแปลงไป

3.4.6.5 สร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของน้ำที่วัดได้กับอัตราการไหลของตัวทำละลาย ที่ความเร็วมอเตอร์ต่างๆกัน

3.4.6.6 สร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของน้ำที่วัดได้กับความเร็วของมอเตอร์ที่อัตราการไหลของตัวทำละลายต่าง ๆกัน

3.4.6.7 จากความสัมพันธ์ที่ได้ หาสภาวะที่เหมาะสมของตัวแปรต่างๆ คือปริมาณน้ำที่ทดสอบได้, เวลา, อัตราการไหลของสาร และความเร็วของมอเตอร์