



โครงการ การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ของน้ำมันที่ผ่านกระบวนการอิเล็กโทรไลซิส
สองสถานะด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี-แมสสเปกโตรเมตรี
Two-phase electrolysis of fuel and analysis of the
products with gas chromatography-mass
spectrometry

ชื่อนิสิต นายธัญธร เดชธราดล เลขประจำตัว 6033040223
ภาควิชา เคมี
ปีการศึกษา 2563

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ของน้ำมันที่ผ่านกระบวนการอิเล็กโทรไลซิสสองสถานะด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี-แมสสเปกโตรเมตรี

Two-phase electrolysis of fuel and analysis of the products with gas chromatography-mass spectrometry

โดย

นายธัญธร เดชธราดล

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2563

โครงการ การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ของน้ำมันที่ผ่านกระบวนการอิเล็กโทรไลซิสสอง
สถานะด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี-แมสสเปกโตรเมตรี

โดย นายธัญธร เดชธราดล

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ

- | | |
|-------------------------------------|------------------|
| 1. ศาสตราจารย์ ดร.ธีรยุทธ วิไลวัลย์ | ประธานกรรมการ |
| 2. อาจารย์ ดร.ณัฐพงษ์ ไพบูลย์วรชาติ | กรรมการ |
| 3. ผศ.ดร.ชฎิล กุลสิงห์ | อาจารย์ที่ปรึกษา |

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี

.....
(ผศ.ดร.ชฎิล กุลสิงห์)
อาจารย์ที่ปรึกษา

.....
(รองศาสตราจารย์ ดร.วรวิทย์ โฮเอน)
หัวหน้าภาควิชาเคมี

วันที่ เดือน กรกฎาคม พ.ศ. 2564

ชื่อโครงการ การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ของน้ำมันที่ผ่านกระบวนการอิเล็กโทรไลซิส
สองสถานะด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี-แมสสเปกโตรเมตรี

ชื่อนิสิตหัวหน้าโครงการ นายธัญธร เดชธราดล เลขประจำตัว 6033040223
ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ อาจารย์ ดร.ชฎิล กุลสิงห์
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2563

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้พัฒนาวิธี electrolysis โดยใช้ขั้วสปริงมาต่อยอดโดยการให้กระแสไฟฟ้ากับน้ำมันรถยนต์เพื่อใช้ในการศึกษาการเกิด oxidation/reduction ของน้ำมันแก๊สโซฮอล์91 ที่มีความนิยมใช้เติมในปั้มน้ำมันกันอย่างกว้างขวางที่ผู้ทดลองเลือกมาเป็นตัวอย่างศึกษา ตัวอย่างน้ำมันก่อนและหลังจากทำการให้ความต่างศักย์ที่ 5 V เป็นเวลา 2 นาที จะถูกนำมาทดสอบด้วยเทคนิค Gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) เพื่อดูว่ามีความเปลี่ยนแปลงของสารเคมีระเหยง่าย ซึ่งจากโครมาโทแกรมที่ได้พบว่าสารเคมีมีการเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจนหลังทำ electrolysis วิธีทางไฟฟ้าเคมีที่ใช้นี้จะสามารถนำมาเร่งการเปลี่ยนแปลงของน้ำมันได้อย่างรวดเร็วและประหยัดพลังกว่าวิธีทั่วไปที่ใช้ในการศึกษาความเสถียรของน้ำมันซึ่งอาจใช้เวลาหลายชั่วโมง ทั้งนี้ทางผู้ทดลองหวังว่าการทดลองนี้จะสามารถนำไปพัฒนาต่อยอดได้ในอนาคต

คำสำคัญ: การออกซิเดชัน, รีดักชัน, การให้กระแสไฟฟ้า, แก๊สโซฮอล์91

Project Title Two-phase electrolysis of fuel and analysis of the products with gas chromatography-mass spectrometry

Student Name Tanyatorn Dejaradon Student ID 6033040223

Advisor Name Chadin Kulsing, Ph.D.

Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Academic Year 2021

Abstract

This research developed electrolysis approach with spring electrodes applying electrical current in fuel in order to study the oxidation/reduction reaction of gasohol-91. Gasohol-91 was selected as the example for investigation due to its popularity in the fuel market. Volatile compound profiles of the samples before and after electrolysis reaction at 5 V for 2 minutes were separated and analyzed by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) technique. The GC-MS results showed clearly different profile after the electrolysis treatment. This may indicate the developed approach with potential application for rapid and low cost testing of fuel stability compared with the conventional analysis approach requiring several hours. With further development, this may be useful in the future.

Keyword: oxidation, reduction, electrolysis, gasohol91

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้สำเร็จลงได้ด้วยดี เนื่องจากได้รับความกรุณาจาก ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชฎิล กุลสิงห์ อาจารย์ที่ปรึกษา ที่กรุณาระยะเวลา ให้ความรู้ คำแนะนำ ตลอดจนให้ความช่วยเหลือในการปรับปรุงแก้ไขข้อบกพร่องด้วยความเอาใจใส่มาอย่างดีโดยตลอด

ขอขอบคุณศาสตราจารย์ ศาสตราจารย์ ดร.ธีรยุทธ วิไลวัลย์ และอาจารย์ ดร. ณัฐพงษ์ ไพบูลย์วรชาติ ที่ให้ความกรุณามาเป็นกรรมการสอบการวิจัยอีกทั้งตรวจแก้ไขรายงานให้มีความสมบูรณ์

สุดท้ายนี้ผู้วิจัยขอขอบคุณคณาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยทุกท่าน ที่ได้ให้ความรู้และประสบการณ์ และขอขอบคุณพี่ๆ ในห้องวิจัยทุกคนที่ได้ให้คำแนะนำเกี่ยวกับกระบวนการทำงาน จนสามารถดำเนินงานวิจัยสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

นายธัญธร เดชธราดล
ผู้วิจัย

สารบัญ

บทคัดย่อ.....	ค
Abstract	ง
กิตติกรรมประกาศ	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญรูปภาพ	ช
สัญลักษณ์และคำย่อ	ฉ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจ.....	1
1.2 การทบทวนวรรณกรรม (Literature review).....	1
1.3 วัตถุประสงค์.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
1.4.1 ในด้านความรู้และประสบการณ์ต่อตัวนิสิตเอง
1.4.2 ความรู้ ความเข้าใจที่จะนำไปสู่การแก้ไขปัญหาของสังคมหรือ สภาพแวดล้อม
1.5 วิธีการดำเนินงาน.....	2
1.6 ทฤษฎีและความรู้พื้นฐานที่เกี่ยวข้อง	5
1.6.1 เทคนิค thin layer chromatography (TLC).....	5
1.6.2 แก๊สโครมาโทกราฟี/แมสสเปกโตรเมตรี (GC-MS).....	8
บทที่ 2 อุปกรณ์และการทดลอง.....	12
2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์.....	12
2.1.1 เครื่องมือ	12
2.1.2 อุปกรณ์	12
2.2 สารเคมี	12
2.2.1 สารเคมีสำหรับการวิเคราะห์.....	12
2.3 วิธีการทดลอง	12

2.3.1 การเตรียมแผ่น TLC (TLC separation).....	12
2.3.2 การเตรียมตัวอย่างน้ำมัน.....	13
2.3.3 การหา mobile phase ที่เหมาะสมด้วยเทคนิค TLC.....	13
2.3.4 การให้กระแสไฟฟ้าในตัวอย่างน้ำมันเพื่อให้เกิดปฏิกิริยา electrolysis	13
2.3.5 การวิเคราะห์สารในตัวอย่างน้ำมันด้วยเครื่อง GC-MS.....	14
บทที่ 3 ผลการทดลอง และการวิเคราะห์ผลการทดลอง	15
3.1 การหา mobile phase ของสารตัวอย่างน้ำมันด้วยเทคนิค TLC.....	15
3.2 การให้กระแสไฟฟ้าในตัวอย่างน้ำมันเพื่อให้เกิดปฏิกิริยา electrolysis.....	15
บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง	20
เอกสารอ้างอิง	21
ประวัติผู้วิจัย	23

สารบัญรูปภาพ

รูปที่ 1.1	ประสิทธิภาพในการชะสารตัวอย่างของตัวทำละลายอินทรีย์.....	6
รูปที่ 1.2	ลำดับชั้นของตัวทำละลายอินทรีย์.....	7
รูปที่ 1.3	การทำให้ภายในภาชนะอิมตัวด้วยไอของตัวทำละลายเคลื่อนที่	8
รูปที่ 1.4	ส่วนประกอบหลักของเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ	11
รูปที่ 2.1	การเตรียมแผ่น TLC.....	
รูปที่ 2.2	A diluted gasohol91 B ระบบข้าวสปริงแคโทดและแอโนด	13
รูปที่ 3.1	TLC 6:4	15
รูปที่ 3.2	TLC 1:9	15
รูปที่ 3.3	TLC 100% hexane	15
รูปที่ 3.4	TLC 8:2	15
รูปที่ 3.5	gasohol91 หลังให้กระแสไฟฟ้า.....	16
รูปที่ 3.6	gasohol91 ก่อนให้กระแสไฟฟ้า	16
รูปที่ 4.1	GC-MS โครมาโทแกรมของ Gasohol91 ก่อนให้กระแสไฟฟ้า.....	17

สัญลักษณ์และคำย่อ

°C	องศาเซลเซียส
g	กรัม
h หรือ hr	ชั่วโมง
M	โมลาร์
min	นาที
mg	มิลลิกรัม
mL	มิลลิลิตร
μL	ไมโครลิตร
nm	นาโนเมตร
rpm	รอบต่อนาที
wt. %	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
XRD	เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction)
GC	Gas chromatography
GC-FID	Gas chromatography–flame ionization detector
GC-MS	Gas chromatography – mass spectrometry

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจ

น้ำมันที่ถูกใช้ไปในชีวิตประจำวันในหลายๆด้านไม่ว่าจะเป็นการคมนาคม อุตสาหกรรม และอื่นๆ ซึ่งมีความสำคัญมากในปัจจุบัน น้ำมันเหล่านี้มีส่วนประกอบเป็น สารเคมีอินทรีย์จำนวนมาก ซึ่งปัจจุบัน น้ำมันที่ใช้สำหรับรถยนต์นั้นส่งผลให้เกิดมลพิษ ต่อสิ่งแวดล้อมอย่างมาก โดยน้ำมันรถสามารถแบ่งออกเป็น 2 ชนิดใหญ่ๆคือ น้ำมัน ดีเซลและน้ำมันเบนซิน ซึ่งใช้เผาไหม้เพื่อขับเคลื่อนรถยนต์ต่างชนิดกัน โดยน้ำมัน ดีเซลใช้สำหรับเครื่องยนต์ที่สามารถจุดระเบิดเองได้ ส่วนน้ำมันเบนซินใช้สำหรับ เครื่องยนต์ที่มีหัวเทียนเพื่อจุดระเบิด สำหรับน้ำมันเบนซินมีค่าออกเทนที่หลากหลาย และยังสามารถนำมาผสมกับเอทิลแอลกอฮอล์เกิดเป็นแก๊สโซฮอล์ โดยแก๊สโซฮอลลนั้น เป็นน้ำมันที่มีความนิยมสูงเพราะมีราคาถูกและประสิทธิภาพที่ดีไม่ต่ำไปกว่าน้ำมัน เบนซินมากนัก และ ทั้งนี้ น้ำมันแต่ละตัวจะเกิดการเปลี่ยนแปลงหลังจากเกิดการเผาไหม้ ไปเป็นสารที่ต่างจากเดิมเมื่อผ่านกระบวนการเผาไหม้จากเครื่องยนต์กับออกซิเจน โดย จะเกิดเป็นปฏิกิริยา oxidation ผู้ทดลองได้มีความสนใจในส่วนนี้ จึงทำการวางแผนการทดลอง

1.2 การทบทวนวรรณกรรม (Literature review)

น้ำมันรถนั้นมีหน้าที่ในการเป็นพลังงานเชื้อเพลิงให้กับเครื่องยนต์ของ ยานพาหนะ [1] โดยจะเกิดปฏิกิริยา oxidation กับ oxygen ซึ่งหลังจากเกิดการทำ ปฏิกิริยาแล้ว น้ำมันจะมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีไปจากเดิมก่อนถูกใช้งาน [2] ซึ่งผู้ทดลองได้เลือกใช้น้ำมัน gasohol 91 E10 เพราะgasoholเป็นน้ำมันชนิดที่ นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายที่สุด ถึงแม้จะไม่ใช้น้ำมันที่มีประสิทธิภาพมากที่สุดก็ตาม [3] ทั้งยังเป็นน้ำมันที่มาจากความช่วยเหลือแก้ปัญหาหาคาที่ตกต่ำลงของพืชผัก โดยการ ใช้ แอลกอฮอล์ที่เกิดจากการหมักของมันสำปะหลัง และอื่นๆ เพื่อให้ได้เอทิลแอลกอฮอล์มา ผสมกับน้ำมันเบนซิน จึงเกิดเป็นน้ำมัน gasohol ที่ใช้มาจนปัจจุบัน [4]

การวิเคราะห์และการระบุชนิดหรือสูตรโครงสร้างของสารระเหยง่าย (volatile compounds) ในน้ำมันสามารถทำได้โดยใช้เทคนิค gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) [5-7] ซึ่งเครื่อง GC

จะมีเตาที่ควบคุมอุณหภูมิได้และคอลัมน์เพื่อใช้ในการแยกสารระเหยง่าย โดยทั่วไปสารจะออกจากคอลัมน์มาตามลำดับของจุดเดือดและความมีขั้วของสารนั้นๆ หลังจากทีสารระเหยถูกชะออกจากปลายคอลัมน์ในเครื่อง GC ไอสารจะผ่านไปยังเครื่อง MS ซึ่งจะตรวจวัดได้แมสสเปกตรัมและสามารถระบุสูตรโครงสร้างและชนิดของสารได้โดยเปรียบเทียบกับแมสสเปกตรัมของสารมาตรฐานในฐานข้อมูล [8]

หลักการของ Electrolysis ได้ถูกนำมาใช้ประโยชน์มากมายรวมถึงการสังเคราะห์สารเคมี [9,10] สามารถทำได้โดยการให้กระแสไฟฟ้าตกรวมบนขั้วไฟฟ้าที่จมลงในตัวอย่างที่มีความนำไฟฟ้าเพียงพอทำให้เกิดปฏิกิริยา oxidation/reduction ที่ขั้วไฟฟ้าและสังเคราะห์สารเคมีที่เป็นผลิตภัณฑ์ขึ้น นอกจากนี้ ในกรณีที่ขั้วไม่เสถียรพอที่ศักย์ไฟฟ้าสูงๆเช่นอะลูมิเนียม (Al) หรือเหล็ก (Fe) จะสามารถเกิดการตกตะกอนด้วยไฟฟ้าได้ ทำให้ขั้วไฟฟ้าชนิดแอโนดละลายออกมาเป็นไอออนซึ่งมีประสิทธิภาพในการทำละลายเสถียรภาพของอนุภาคหรือไอออนที่อยู่ในน้ำ [11,12] เช่นสารปนเปื้อนต่างๆ มีการหักล้างประจุและมีสมบัติเป็นกลางทางไฟฟ้า เกิดการรวมตัวกันเป็นตะกอนที่ใหญ่ขึ้นและแยกออกจากน้ำได้ด้วยวิธีการปล่อยให้ตกตะกอนหรือการลอยตะกอน โดยวิธีการนี้ได้มีการวิจัยอยู่กับสารbiomass[13] และวิธีการอื่นๆที่คล้ายกันคือการใช้ความร้อนในการเร่งการเสื่อมสภาพของน้ำมัน อย่างไรก็ตามวิธีการนี้อาจมีโอกาสเกิดการระเบิดเมื่อน้ำมันกับออกซิเจนในสารองค์ประกอบมาเจอกัน จึงไม่เป็นที่นิยมมากนัก[14]

1.3 วัตถุประสงค์

ศึกษาและพัฒนากระบวนการเพื่อตรวจวัดคุณภาพน้ำมันด้วยเทคนิค

Electrolysis

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

เพื่อให้วิธีการวิเคราะห์สามารถนำไปต่อยอดเป็นเทคนิคการวิเคราะห์การออกซิเดชันของน้ำมันชนิดอื่นๆได้

1.5 วิธีการดำเนินงาน

1.5.1 การเตรียมตัวอย่างน้ำมัน

1.5.2 การสกัดแยก TLC อย่างเลือกจำเพาะ (selective TLC extraction)

1.5.3 การเตรียมตัวอย่างสำหรับการฉีดสารตัวอย่างด้วยเครื่อง GC-MS

1.5.4 การวิเคราะห์สารในตัวอย่งน้ำมันด้วยเครื่อง GC-MS

1.6 ทฤษฎีและความรู้พื้นฐานที่เกี่ยวข้อง

1.6.1 เทคนิค thin layer chromatography (TLC)

การตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TLC เป็นการแยกสารแบบง่าย ๆ ด้วยหลักโครมาโทกราฟีที่อาศัยเฟสคงที่และเฟสเคลื่อนที่ความสามารถในการแยกสารเกิดจากสมบัติของการมีขั้วของแต่ละสารที่แตกต่างกัน จึงมีความจำเพาะและทำให้การเคลื่อนที่ของสารบนแผ่น TLC มีระยะทางที่แตกต่างกัน เทคนิคการแยกสารด้วย TLC นี้เป็นที่นิยมกันอย่างมาก เพราะเป็นวิธีการที่มีความจำเพาะสูง ทำได้ง่าย สะดวกรวดเร็วและประหยัดกว่าวิธีการแยกสารแบบอื่นๆ นับเป็นการวิเคราะห์เบื้องต้นที่มีประสิทธิภาพวิธีหนึ่ง

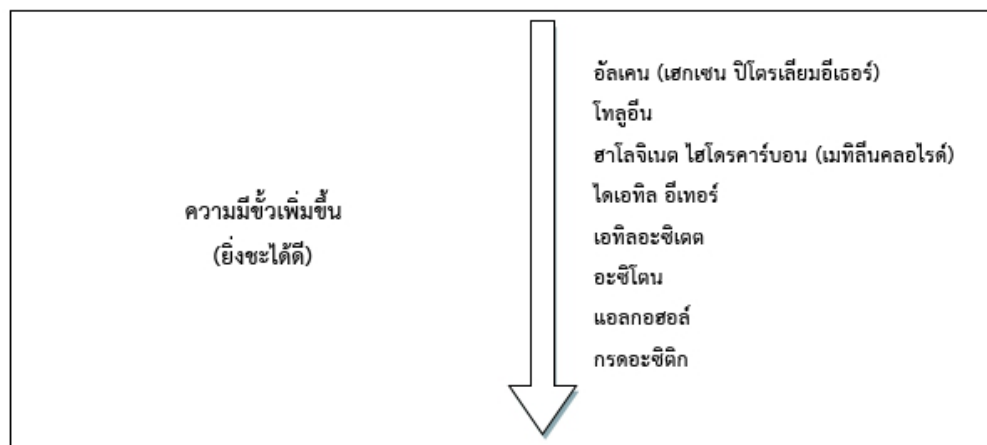
1.6.1.1 หลักการของ TLC

TLC เป็นเทคนิคที่เกี่ยวข้องกับการกระจายของสารระหว่างวัฏภาคหนึ่งซึ่งเป็นตัวดูดซับที่เคลือบอยู่บนแผ่นแก้วหรือแผ่นพลาสติกแข็ง และตัวทำละลายซึ่งเป็นวัฏภาคเคลื่อนที่ที่เคลื่อนผ่านตัวดูดซับ TLC จึงจัดเป็น solid-liquid adsorption chromatography เช่นเดียวกับคอลัมน์โครมาโทกราฟี หลักการของ TLC นั้น คือวัฏภาคหนึ่งจะถูกเคลือบติดไว้ที่แผ่นกระจก แผ่นอลูมิเนียม หรือแผ่นพลาสติกบางๆ สารจะถูกแถมไว้ที่ใกล้ๆ ปลายด้านหนึ่งของแผ่นโดยใช้หลอดแคปิลลารีหรือไมโครปิเปต จากนั้นจึงนำแผ่นดังกล่าวไปวางลงในภาชนะที่ใส่วัฏภาคเคลื่อนที่ไว้ตั้งๆ เมื่อตัวทำละลายถูกดูดซึมขึ้นไปตามตัวดูดซับด้วย capillary action ก็จะทำให้สารตัวอย่างขึ้นไปด้วย จึงเกิดการแยกของสารเกิดขึ้น ตัวอย่างเช่น หากใช้ซิลิกาเป็นวัฏภาคหนึ่งและใช้ตัวทำละลายที่มีขั้วต่ำเป็นวัฏภาคเคลื่อนที่ สารที่มีขั้วน้อยจะละลายได้ดีในวัฏภาคเคลื่อนที่ จึงเคลื่อนที่ขึ้นไปพร้อมกับวัฏภาคเคลื่อนที่ ส่วนสารที่มีขั้วมากจะถูกดูดซับไว้ที่วัฏภาคหนึ่งหรือซิลิกาจึงไม่เคลื่อนที่หรือเคลื่อนที่ได้น้อยจึงเกิดการแยกขึ้นในระบบ

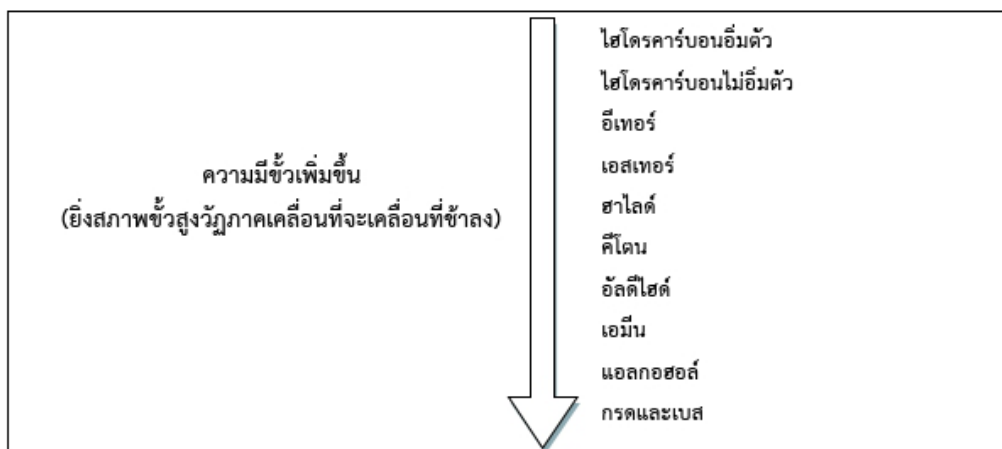
1.6.1.2 การเลือกใช้ตัวทำละลายสำหรับเทคนิค TLC

ประสิทธิภาพในการแยกสารจะดีหรือไม่ อยู่ที่การเลือกใช้ระบบตัวทำละลายที่เป็นวัฏภาคเคลื่อนที่ ดังรูปที่ 1.1 รวมไปถึงปริมาณของสารตัวอย่าง (ปริมาตรและความเข้มข้น) และระยะทางในการเคลื่อนที่ของสาร เนื่องจากสารผสมที่อยู่ในสารตัวอย่างมีสภาพขั้วที่แตกต่างกัน หากเป็นสารที่มีขั้วมากก็จะถูกดูดซับไว้ที่ซิลิกาเจลได้ดีจึงไม่เคลื่อนที่หรือเคลื่อนที่ได้น้อย ส่วนสารที่มีสภาพขั้วต่ำซึ่งละลายได้ดีในตัวทำละลายที่เป็นวัฏภาคเคลื่อนที่จะเคลื่อนที่ไปกับวัฏภาคเคลื่อนที่ได้ดี จึงทำให้เกิดการแยกในระบบ

ตัวทำละลายที่เหมาะสมที่จะใช้เป็นวัฏภาคเคลื่อนที่ อาจเป็นระบบตัวทำละลายเดี่ยวหรือเป็นระบบตัวทำละลายผสมก็ได้ การเลือกตัวทำละลายที่เหมาะสมมีขั้นตอนในการเลือกดังนี้ เนื่องจากปกติแผ่น TLC จะมีวัฏภาคนิ่งเป็นซิลิกาเจล (silica gel ซึ่งมีขั้วสูง ตัวทำละลายที่จะเลือกจะมีสภาพขั้วต่ำกว่า ดังนั้นจึงควรเลือกตัวทำละลายที่มีขั้วต่างกันมาหลาย ๆ ชนิดและละลายเป็นเนื้อเดียวกัน เช่น ปิโตรเลียมอีเทอร์ เบนซีน อีเทอร์ และเมทานอล เรียงลำดับตามสภาพขั้วต่ำไปยังสภาพขั้วสูง การใช้กรดคาร์บอกซิลิก เช่น กรดอะซิติกก็สามารถใช้ได้แต่จะใช้ในอัตราส่วนที่ต่ำเพราะกรดมีฤทธิ์กัดกร่อน และมีขั้วสูงมาก เมทิลีนคลอไรด์และคลอโรฟอร์มเป็นตัวทำละลายที่ดีแต่มีความเป็นพิษ จึงควรใช้เท่าที่จำเป็นเท่านั้น เมื่อเรียงลำดับความมีขั้วของตัวทำละลายอินทรีย์แล้ว ดังรูปที่ 1.2 ให้วางแผ่น TLC ที่แต้มสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ลงบนแผ่น TLC แล้ววางลงในตัวทำละลายแต่ละชนิด ๆ ละแผ่น หาค่า Retention Factor ($RF = \frac{\text{ระยะทางที่สารเคลื่อนที่ได้}}{\text{ระยะทางที่ตัวทำละลายเคลื่อนที่ได้}}$) ของแต่ละสารในตัวทำละลายแต่ละชนิดแล้วจึงเลือกตัวทำละลายที่สามารถแยกสารได้ดีที่สุด หากระบบตัวทำละลายเดี่ยวไม่สามารถแยกสารได้ชัดเจน จะต้องเลือกใช้ระบบตัวทำละลายผสม โดยการผสมตัวทำละลายไม่มีขั้ว เช่น เฮกเซน กับตัวทำละลายมีขั้ว เช่น เอทิล อะซิเตท หรืออะซิโตน ในอัตราส่วนต่าง ๆ แล้วเลือกอัตราส่วนที่เหมาะสมที่สุด ระบบตัวทำละลายผสมที่นิยมใช้กันมากคือ เริ่มต้นตัวทำละลายผสมระหว่างเอทิลอะซิเตท (EtOAc)/เฮกเซน(hexane) ในอัตราส่วน 1:1 จากนั้นจึงปรับอัตราส่วนให้ได้ตามความเหมาะสม



รูปที่ 1.1 ประสิทธิภาพในการชะสารตัวอย่างของตัวทำละลายอินทรีย์
(elife-news.blogspot.com/2017/06/thin-layer-chromatography)



รูปที่ 1.2 ลำดับชั่วของตัวทำละลายอินทรีย์
(elife-news.blogspot.com/2017/06/thin-layer-chromatography)

1.6.1.3 แผ่น TLC สำเร็จรูป

ในปัจจุบัน เพื่อความสะดวกในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TLC จึงมีผู้ผลิตแผ่น TLC สำเร็จรูปขึ้นมาจำหน่าย ข้อดีของแผ่น TLC สำเร็จรูป คือ ผิวของของแข็งดูดซับจะเรียบ เป็นเนื้อเดียวกันและอัดแน่นฉาบบนแผ่นแก้ว พลาสติกและอะลูมิเนียม ซึ่งวัสดุที่ใช้เป็นแผ่นสำหรับฉาบตัวดูดซับนี้มีข้อดีและข้อเสียที่แตกต่างกันดังนี้

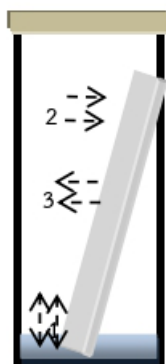
แผ่น TLC ที่ใช้แผ่นแก้วเป็นแผ่นสำหรับฉาบตัวดูดซับ ข้อดีคือ แก้วไม่ทำปฏิกิริยากับสารเคมี และหาได้ง่าย แต่มีข้อเสีย คือ แก้วมีความเปราะบาง แตกได้ง่าย มีขนาดใหญ่และมีน้ำหนักมาก ต้องใช้แก้วหนา 1.3 มิลลิเมตร และจำเป็นจะต้องใช้วัสดุอื่น ๆ มาห่อหุ้มเพื่อป้องกันไม่ให้แผ่นแก้วแตกอีกด้วย

แผ่น TLC ที่ใช้แผ่นพลาสติกเป็นแผ่นสำหรับฉาบตัวดูดซับ จะใช้แผ่นโพลีเอสเตอร์ที่มีความหนาประมาณ 0.2 มิลลิเมตร ข้อดีคือมีความทนต่อตัวทำละลายได้เกือบทุกชนิด เนื่องจากแผ่นที่ฉาบได้จะมีความบาง จึงใช้พื้นที่ในการจัดเก็บน้อย สามารถใช้กรรไกรตัดได้ตามขนาดที่ต้องการใช้ และยังสามารถตัดส่วนของสารตัวอย่างที่แยกออกแต่ละส่วนแล้วออกไปเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อได้อีก การใช้แผ่น TLC ที่ฉาบบนแผ่นพลาสติกนี้ต้องใช้ในระบบที่มีอุณหภูมิไม่เกิน 160 องศาเซลเซียส

แผ่น TLC ที่ใช้แผ่นอะลูมิเนียมเป็นแผ่นสำหรับตัวดูดซับ แผ่นอะลูมิเนียมที่ใช้จะความหนาเพียงประมาณ 0.15 มิลลิเมตรเท่านั้น จึงตัดด้วยกรรไกรได้ง่ายกว่าการตัดแผ่น TLC แบบพลาสติก โดยส่วนมากผู้ผลิตจะผลิตแผ่น TLC ขนาดประมาณ 20 cm x 20 cm ซึ่งก็สามารถตัดตามขนาดที่ต้องการใช้ได้เช่นเดียวกับแบบแผ่นพลาสติก

1.6.1.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคTLC

1. การเตรียมภาชนะ TLC อาจเป็นปิกเจอร์หรือโถแก้วที่มีขนาดเหมาะสมกับแผ่น TLC ที่ใช้สำหรับ การวางแผ่น TLC และเติมตัวทำละลาย
 2. เตรียมตัวทำละลายผสมที่เหมาะสมกับสารที่ต้องการจะแยก
 3. เติมตัวทำละลายในภาชนะที่เป็นเฟสเคลื่อนที่ กะประมาณให้ระดับของตัวทำละลายสูงจากกัน ภาชนะไม่เกินระดับที่ขีดไว้บนแผ่น TLC ให้เส้นที่ขีดไว้อยู่เหนือระดับตัวทำละลายเล็กน้อย
 4. ปิดฝาให้สนิทแล้วตั้งไว้สักครู่เพื่อให้ไอของตัวทำละลายอิ่มตัวในระบบ การทำให้ภายในภาชนะอิ่มตัวด้วยไอของตัวทำละลายเคลื่อนที่ เป็นการป้องกันไม่ให้ตัวดูดซับที่เป็นเฟสที่อยู่กับที่แห้งก่อนที่จะทำการทดลองเสร็จ โดยเมื่อวางแผ่น TLC ลงในภาชนะที่อิ่มตัวด้วยไอของตัวทำละลายเคลื่อนที่ของแข็งที่เป็นตัวดูดซับส่วนด้านบนที่ยังไม่เปียกด้วยตัวทำละลายเคลื่อนที่จะดูดซับไอระเหยที่อยู่ภายในภาชนะไว้ จนตัวดูดซับอิ่มตัวด้วยไอของตัวทำละลายเคลื่อนที่ ตัวทำละลายเคลื่อนที่ที่ซึมผ่านตัวดูดซับจากด้านล่างจะระเหยออกจากตัวดูดซับได้ช้าลงหรือไม่ระเหยออกไป ทำให้ตัวทำละลายเคลื่อนที่ เคลื่อนที่ผ่านตัวดูดซับได้เร็วขึ้น ผลการแยกจึงมีประสิทธิภาพดีกว่าและเร็วกว่าการที่ไม่ได้ทำให้ภายในภาชนะอิ่มตัวด้วยไอของตัวทำละลายเคลื่อนที่เสียก่อน
- ดังรูปที่ 1.3



รูปที่ 1.3 การทำให้ภายในภาชนะอิ่มตัวด้วยไอของตัวทำละลายเคลื่อนที่

1.6.2 แก๊สโครมาโทกราฟี/แมสสเปกโตรเมตรี (GC-MS)

1.6.2.1 หลักการของแก๊สโครมาโทกราฟี

โครมาโทกราฟี (chromatography) เป็นเทคนิคการแยกสารที่เกี่ยวข้องกับสมดุลการกระจายตัวขององค์ประกอบต่าง ๆ ในตัวอย่างระหว่างวัฏภาค 2 ชนิดด้วยกัน

คือ วัฏภาคเคลื่อนที่ (mobile phase) ซึ่งทำหน้าที่พาองค์ประกอบตัวอย่างให้เคลื่อนที่ผ่านวัฏภาคนิ่ง (stationary phase) ซึ่งทำหน้าที่แยกสารผสมให้ออกจากกัน โดยอาศัยความแตกต่างของแรงที่เกิดขึ้นจากการเกิดอันตรกิริยาระหว่างองค์ประกอบตัวอย่างแต่ละชนิดกับวัฏภาคนิ่ง ความแตกต่างของแรงดังกล่าวเป็นผลเนื่องจากความแตกต่างของคุณสมบัติทางเคมีและ/หรือคุณสมบัติทางฟิสิกส์ของสาร ทำให้สารแต่ละชนิดมีการเคลื่อนที่ผ่านวัฏภาคนิ่งด้วยอัตราการเคลื่อนย้าย (migration rate) ที่แตกต่างกัน นำไปสู่การแยกของสารผสมให้ออกเป็นองค์ประกอบเดี่ยว ๆ ได้ในที่สุด สำหรับแก๊สโครมาโทกราฟี (gas chromatography) เป็นเทคนิคหนึ่งในโครมาโทกราฟีที่ใช้แก๊สเฉื่อยทำหน้าที่เป็นแก๊สพา (carrier gas) เป็นวัฏภาคเคลื่อนที่ เหมาะที่จะนำมาประยุกต์ใช้แยกสารที่ระเหยง่าย (volatility) และมีเสถียรภาพทางความร้อน (thermal stability ในเทคนิคนี้ตัวอย่างจะถูกนำเข้าสู่ระบบและเกิดการระเหยเป็นไอที่จุดฉีด (injector) ดังแสดงในรูปที่ 1.4 และใช้คอมพิวเตอร์ในการควบคุมและสื่อสารกับส่วนประกอบต่างๆ รับสัญญาณข้อมูลจากดีเทคเตอร์ (detector) ตลอดจนใช้ประมวลผล การเลือกใช้ชนิดดีเทคเตอร์สำหรับ GC โดยทั่วไปขึ้นอยู่กับชนิดของสาร ความเข้มข้นและความซับซ้อนขององค์ประกอบในตัวอย่าง

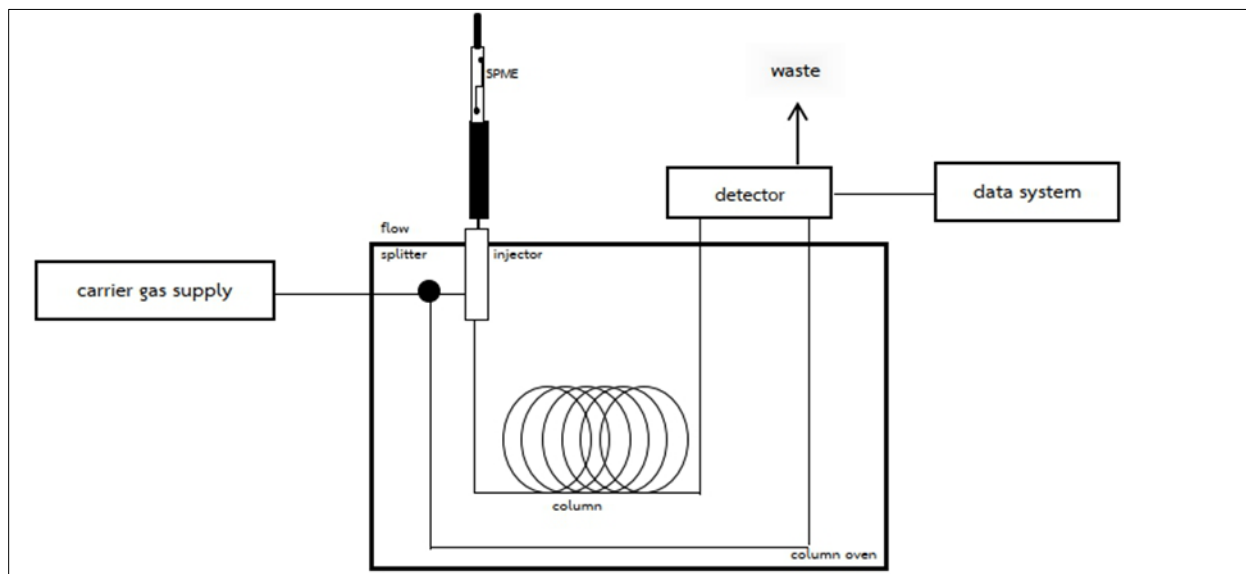
วัฏภาคเคลื่อนที่ในเทคนิค GC เป็นแก๊สเฉื่อยที่มีความบริสุทธิ์สูง (>99%) ได้แก่ ไนโตรเจน ฮีเลียม หรือไฮโดรเจนโดยทั่วไปนิยมใช้แก๊สฮีเลียมเป็นแก๊สพา แก๊สพาใน GC ทำหน้าที่ผสมกับตัวอย่างที่กลายเป็นไอที่จุดฉีด และพาองค์ประกอบของตัวอย่างเคลื่อนที่ผ่านคอลัมน์ที่ใช้แยกสารที่มีลักษณะเป็นท่อบรรจุด้วยอนุภาคของวัฏภาคนิ่ง องค์ประกอบต่างๆ ในตัวอย่างโดยทั่วไปจะถูกแยกออกมาจากคอลัมน์ตามลำดับของจุดเดือดและ/หรือความมีขั้วของสาร และถูกตัววัดโดยดีเทคเตอร์ที่เหมาะสม ผลที่ได้จากการแยกและตรวจวัดสารที่ออกมาจากคอลัมน์ในเทคนิคโครมาโทกราฟี เรียกว่า "โครมาโทแกรม" (chromatogram) ซึ่งให้ข้อมูลที่สำคัญอยู่ 2 ชนิดคือ เวลาที่สารแต่ละชนิดถูกเหนี่ยวรั้งอยู่ในคอลัมน์เรียกว่า "รีเทนชันไทม์" (retention time) เป็นข้อมูลที่ใช้ในการวิเคราะห์คุณภาพหรือขึ้นอยู่กับชนิดของสาร ข้อมูลสำคัญอีกอย่างหนึ่ง คือ ความสูงหรือพื้นที่พีค (peak) การที่ผลการแยกของสารในเทคนิค GC ปรากฏให้เห็นเป็นพีคในโครมาโทแกรม (chromatogram) นั้นเป็นผลเนื่องจากการกระจายตัวขององค์ประกอบแต่ละชนิดในคอลัมน์ภายหลังการแยก หากการแยกเป็นไปตามอุดมคติจะได้พีคของสารแต่ละชนิดที่มีลักษณะเป็นระฆังคว่ำที่สมมาตร (symmetric peak) โดยการปรับสภาวะต่าง ๆ ให้เหมาะสมต่อการแยก ได้แก่ อัตราการไหลของแก๊สพา การ

เลือกคอลัมน์ ชนิดของวัสดุภาคนิ่ง ความหนาของฟิล์ม (film thickness) ความยาวของคอลัมน์ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของคอลัมน์ ปริมาณของตัวอย่าง ตลอดจนโปรแกรมอุณหภูมิของคอลัมน์ ผลการปรับสภาพต่าง ๆ ที่เหมาะสมจะทำให้สามารถแยกองค์ประกอบต่าง ๆ ของตัวอย่างให้ออกจากกันได้ นั่นคือ สารแต่ละชนิดจะมีรีเทนชันไทม์ที่แตกต่างกันเป็นเอกลักษณ์เฉพาะตัวซึ่งจะเป็นประโยชน์ต่อการยืนยันหาชนิดและปริมาณสาร

1.6.2.2 หลักการของแมสสเปกโทรเมตรี

แมสสเปกโทรเมตรี (mass spectrometry) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ที่ใช้ในการพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารประกอบที่ไม่ทราบชนิดและใช้ในการเชื่อมโยงกับโครงสร้างของโมเลกุลได้เป็นอย่างดี โดยอาศัยหลักการเคลื่อนที่ของมวลที่ประจุ (charged particle) ซึ่งหมายถึง ไอออน ในสนามไฟฟ้าหรือสนามแม่เหล็ก พฤติกรรมการเคลื่อนที่ดังกล่าวขึ้นอยู่กับค่ามวลต่อประจุของไอออน (mass to charge ratio) การทราบประจุของไอออนจะทำให้สามารถทราบค่ามวลของไอออนนั้นๆ ได้

กระบวนการที่เกิดขึ้นในส่วนของแมสสเปกโทรมิเตอร์ เริ่มต้นโดยไอออนถูกผลิตขึ้นจากโมเลกุลของสารที่ถูกนำเข้ามาที่แหล่งกำเนิดไอออน ไอออนที่เกิดขึ้นถูกแยกโดยหน่วยวิเคราะห์มวลและถูกนับจำนวนโดยดีเทคเตอร์ วิธีการแตกตัวเป็นไอออน (ionization method) ที่สำคัญ ได้แก่ การแตกตัวของโมเลกุลเป็นไอออนโดยอิเล็กตรอน (electron ionization, EI) ซึ่งรูปแบบการแตกตัวเป็นการกำหนดชนิดและความอุดม (abundance) ของไอออนที่เกิดขึ้น ไอออนเหล่านี้อาจอยู่ใน 2 รูปแบบหลักๆ ด้วยกัน คือ (1) ไอออนโมเลกุล (molecular ion) ซึ่งเป็นไอออนที่มีมวลเท่ากับโมเลกุลของสารในสภาพเริ่มต้น หรือทำให้ทราบโมเลกุลสาร เช่น เกิดจากโมเลกุลสูญเสียอิเล็กตรอนจำนวน 1 ตัวทำให้ได้ไอออนโมเลกุลที่เกิดขึ้นมีประจุเป็นบวก (2) ไอออนย่อย (fragment ion) ที่เกิดจากการแตกหักของโครงสร้างจาก ที่มี $M/2$ ลดลง ผลจากการวิเคราะห์มวลสารโดยเทคนิคแมสสเปกโทรเมตรี คือ แมสสเปกตรัมซึ่งเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่ามวลต่อประจุ เป็นข้อมูลที่เป็นประโยชน์ต่อการทราบมวลโมเลกุล โครงสร้างโมเลกุลของสาร และสำหรับวิเคราะห์หาปริมาณ



รูปที่ 1.4 ส่วนประกอบหลักของเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ

บทที่ 2

อุปกรณ์และการทดลอง

2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

2.1.1 เครื่องมือ

2.1.1.1 Gas chromatography (Agilent technologies)

2.1.2 อุปกรณ์

2.1.2.1 GC-MS Syringe injection 10 uL

2.1.2.2 Beaker 10 mL

2.1.2.3 Syringe 5 mL

2.1.2.4 Nylon filter 0.2um

2.1.2.5 Vial size 2 mL

2.2 สารเคมี

2.2.1 สารเคมีสำหรับการวิเคราะห์

2.2.1.1 เอทิล อะซีเตท ความบริสุทธิ์95% (Merck, Germany)

2.2.1.2 เอทานอล ความบริสุทธิ์95% (Merck, Germany)

2.2.1.3 เฮกเซน ความบริสุทธิ์95% (Merck, Germany)

2.2.1.4 อะซิโตน ความบริสุทธิ์95% (Merck, Germany)

2.2.1.5 เมทานอล ความบริสุทธิ์95% (Merck, Germany)

2.2.1.6 สารมาตรฐานแอลเคน C₈-C₂₀ ความบริสุทธิ์95% (SigmaAldrich, USA)

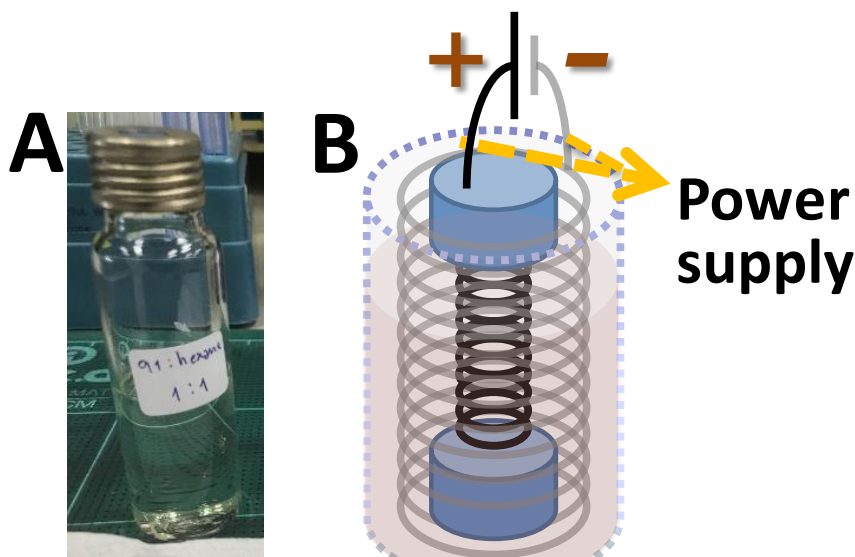
2.3 วิธีการทดลอง

2.3.1 การเตรียมแผ่น TLC (TLC separation)

เตรียมแผ่น TLC(TLC Silica gel 60 F254 ยี่ห้อMerck) ตัดด้วยกรรไกรให้มีขนาด ความกว้าง 2.5 ซม. x ความยาว 10 ซม.

2.3.2 การเตรียมตัวอย่างน้ำมัน

ทำการเตรียมตัวอย่างน้ำมันแก๊สโซฮอล์91 โดยการเจือจางด้วยhexane ในอัตราส่วน1:1 ดังรูปที่ 2.2A และใช้ขั้วสปริงดังรูป2.2B เป็นขั้วแคโทดและแอโนด โดยจะทำให้พื้นผิวสัมผัสน้ำมันสูง ทำให้มีประสิทธิภาพในการให้กระแสไฟฟ้า สารตัวอย่างที่สูงขึ้น โดยจะใช้น้ำเกลือทำหน้าที่เป็นelectrolyte ปริมาตร0.50 mL และใช้น้ำมันตัวอย่างปริมาตร1.50 mL ใส่ลงในขวดvialขนาด2mL



รูปที่ 2.1 A diluted gasohol91 B ระบบขั้วสปริงแคโทดและแอโนด

2.3.3 การหามobile phase ที่เหมาะสมด้วยเทคนิค TLC

การแยกตัวอย่างน้ำมันบนแผ่น TLC ด้วยสารละลาย DCM : hexane อัตราส่วน 0:10, 1:9, 2:8, 4:6 และ 6:4 ในปีกเกอร์และปิดภาชนะด้วยกระดาษฟิวส์ เป็นเวลา 10 นาที

2.3.4 การให้กระแสไฟฟ้าในตัวอย่างน้ำมันเพื่อให้เกิดปฏิกิริยา electrolysis

นำตัวอย่างน้ำมันผสมกับน้ำแล้วมาทำ electrolysis โดยใช้เครื่อง Dc Power Supply KORAD KA3005D โดยให้กระแสไฟฟ้าผ่านขั้วสปริงแคโทดและแอโนด [10] ดังแสดงในรูปที่ 2.2B ช่วงเวลาที่ใช้ในการให้กระแสไฟฟ้าจะแบ่งเวลาที่ให้กระแสไฟฟ้าติดต่อกันเป็น 4 ช่วง คือ 30 วินาที, 1 นาที, 2 นาที และ 5 นาที โดยให้กระแสไฟฟ้าที่ขั้วลบ(สายสีดำ) และขั้วบวก(สายสีแดง) ที่ความต่างศักย์ไฟฟ้า 5 V (มีความ

เปลี่ยนแปลงที่ชัดเจนจากข้อมูลChromatogram) แล้วนำไปตรวจสอบด้วยเทคนิค GC-MS

2.3.5 การวิเคราะห์สารในตัวอย่งน้ำมันด้วยเครื่อง GC-MS

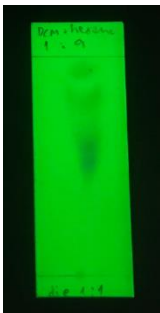
ฉีดสารที่อยู่ในเข็มไปยัง injection port ของเครื่อง GC ปล่อยสารออกจากเข็ม แล้วกดปุ่ม start เครื่อง GC ทันที สารที่ถูกดูดซับไว้บนไฟเบอร์จะถูกความร้อนของส่วน injection port แล้วถูกแก๊สตัวพา (helium 99.999%) ของ GC พาเข้าคอลัมน์ (HP-5 MS capillary column (30 m X 0.25 mm i.d., 0.25 μ m film thickness; J&W Scientific, USA) ตั้งสภาวะของเครื่อง GC โดยอุณหภูมิของ injection port ตั้ง solvent delay 5 นาที, ตั้ง split mode 1:20 วิเคราะห์ด้วย GC-Q9QMS (7890A-7000, Agilent technologies Inc.) ส่วนของการควบคุมการทำงานและประมวลผลข้อมูลและ peak integration ใช้โปรแกรม Agilent MassHunter และโปรแกรม Mass Spectrum Library ของ NIST สำหรับสืบค้นเปรียบเทียบข้อมูล Mass Spectrum ของสารตัวอย่างกับฐานข้อมูล

บทที่ 3

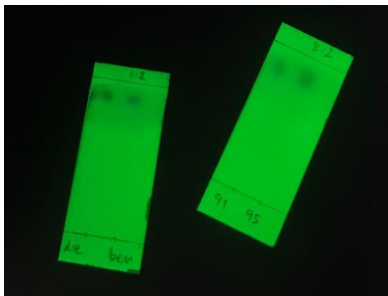
ผลการทดลอง และการวิเคราะห์ผลการทดลอง

3.1 การหา mobile phase ของสารตัวอย่างน้ำมันด้วยเทคนิค TLC

จากการทดลองหา mobile phase ด้วย DCM : hexane ผู้ทดลองได้เริ่มจากอัตราส่วน 1:9 ได้ผลดังภาพที่ 3.1 ซึ่งจะเห็นได้ว่า สารตัวอย่างนั้นวิ่งขึ้นไปเกือบติดขอบของ mobile phase ซึ่งตีความได้ว่า mobile phase นั้นมีแนวโน้มของความชื้นมากเกินไป เพราะสารตัวอย่างน้ำมันมีความเป็นขี้ต่า จึงทำการเปลี่ยน mobile phase เป็นอัตราส่วนของ DCM : hexane เป็น 2:8 ดังภาพที่ 3.2 โดยจะเห็นว่าสารตัวอย่างวิ่งขึ้นไปชิดขอบแผ่น TLC กันมากกว่าเดิม ผู้ทดลองจึงเปลี่ยน mobile phase เป็น DCM : hexane ที่อัตราส่วน 6:4 และ hexane 100% ดังภาพที่ 3.3 และ 3.4 ตามลำดับ โดยสรุปได้ว่า mobile phase ที่เหมาะสมที่สุดคือ hexane 100% ซึ่งทำเพื่อดูความแตกต่างเบื้องต้นว่าสารตัวอย่างมีการเปลี่ยนแปลง



รูปที่ 3.1.1 TLC 1:9



รูปที่ 3.1.1 TLC 2:8



รูปที่ 3.1.2 TLC 6:4



รูปที่ 3.1.4 TLC
100% hexane

3.2 การให้กระแสไฟฟ้าในตัวอย่างน้ำมันเพื่อให้เกิดปฏิกิริยา electrolysis

ผู้ทดลองได้ทำการให้กระแสไฟฟ้ากับสารตัวอย่างน้ำมัน เพื่อให้เกิดปฏิกิริยา electrolysis โดยใช้ NaCl เป็นอิเล็กโทรไลต์ ก่อนการให้กระแสไฟฟ้า 2V, 3V และ 5V เป็นเวลา 2 นาที, 3 นาที และ 5 นาที ซึ่งเงื่อนไขที่เหมาะสมที่ทำให้โครมาแกรมที่ทางผู้ทดลองพอใจที่สุดคือ ให้กระแสไฟฟ้า 5V ที่เวลา 2 นาที สารมีลักษณะเป็นสารละลายใส สีเขียวอ่อน ดังรูปที่ 3.2.1 และหลังการให้กระแสไฟฟ้า สารละลายมีลักษณะเป็นสารละลายใส สีเหลืองมีตะกอนสีเหลือง ดังรูปที่ 3.2.2



รูปที่ 3.2.1 gasohol91 ก่อนให้กระแสไฟฟ้า



รูปที่ 3.2.2 gasohol91 หลังให้กระแสไฟฟ้า

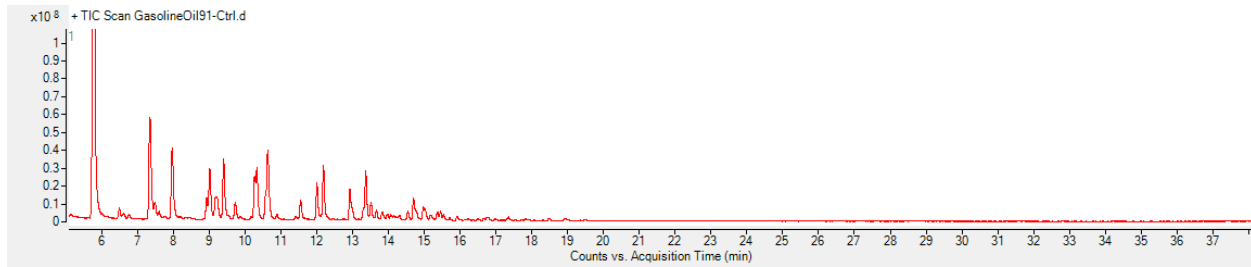
3.3 การวิเคราะห์สารตัวอย่างด้วยเทคนิค GC-MS

การระบุชื่อสารของแต่ละพีกได้ทำโดยการอ้างอิงถึงผลการทดลองจาก mass spectrometry (MS) และ retention index (RI) โดยมีขั้นตอนดังนี้ 1) ทำการรวมสัญญาณทั้งหมด ของพีกที่สนใจเข้าด้วยกัน เป็น 1 MS spectrum จากนั้นนำไปเทียบกับฐานข้อมูล NIST library ผลที่ได้คือ list ของสารมาตรฐานที่เป็นไปได้ 2) ใช้ *n*-alkanes (C₈-C₂₀) เป็นสารอ้างอิงในการคำนวณหา retention index (RI) ของแต่ละพีกที่สนใจ ดังสมการ

$$I = 100n + 100 \left(\frac{t_{R(i)} - t_{R(n)}}{t_{R(n+1)} - t_{R(n)}} \right)$$

t_R = รีเทนชันไทม์ของพีก, n และ $n+1$ = คู่ของจำนวนคาร์บอน *n*-alkanes standards ที่ติดกับพีกนี้

จากการทดลอง GC-MS ได้ผลของโครมาโทแกรมของตัวอย่างก่อนทำ electrolysis ดังรูปที่ 3.3.1 มีพีกของสารทั้งหมด 56 พีกและมีข้อมูลการระบุชื่อสารของแต่ละพีกดังรูปที่ 3.3.2



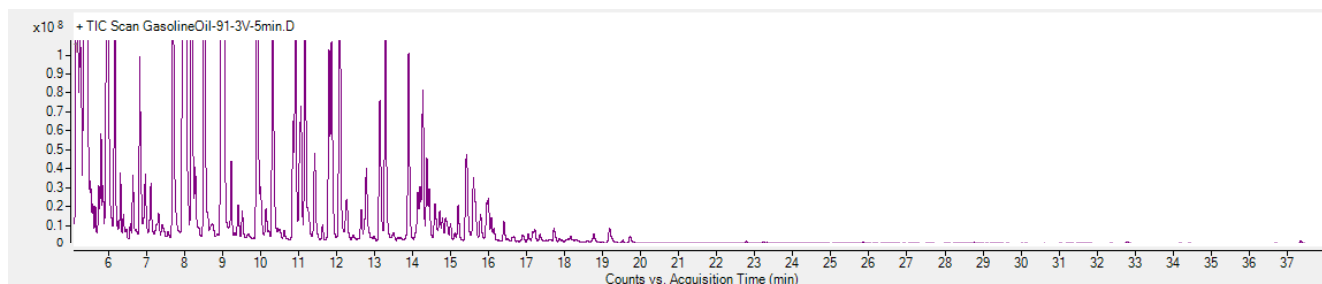
รูปที่ 3.3.1 GC-MS โครมาโทแกรมของ Gasohol91 ก่อนให้กระแสไฟฟ้า

GasolineOil91-Ctrl	Time		Retention index		Differenc	Area	Area%	Height	FlowT	Width		
	time	C# before	C before	C after							Exp	Lit
Z-(13,14-Epoxy)tetradec-11-en-1-ol acetate	5.143				1849							
Benzene, 1,2,4-trimethyl-	5.787				990	#DIV/0!	92416.9795	100	179426.999	4437974	0.489	
Octane, 3,5-dimethyl-	4.595	9	6.15	9.23	911.4	922	10.604	44793999	4.85	9440974	7642395	0.449
Benzene, (1-methylethyl)-	7.353	9	6.15	9.23	939.06	921	-18.06	270192910	38.17	94937617	93596214	0.394
1,3,5-Cycloheptatriene, 3,7,7-trimethyl-	7.684	9	6.15	9.23	947.21	971	23.792	6799010	0.72	2410331	584347	0.102
Octane, 2,6-dimethyl-	7.75	9	6.15	9.23	951.95	933	-18.95	9148737	0.94	934442	2057952	0.146
Benzene, 1-ethenyl-2-methyl-	7.972	9	6.15	9.23	959.16	975	15.844	10464827	16.99	39705297	4549750	0.334
Benzene, 1-methyl-3-(1-methylethyl)-	8.374	9	6.15	9.23	972.11	1023	50.89	9932950	0.97	1055932	2672231	0.252
Dodecane, 2,6,10-trimethyl-	8.574	9	6.15	9.23	978.77	1366	387.23	1505159	0.16	590223	1931427	0.079
Benzene, (1-methylpropyl)-	9.62	9	6.15	9.23	993.18	994	0.8182	13449999	15.01	24191704	29921612	0.234
Benzene, (1-methylpropyl)-	9.264	9	6.15	9.23	999.16	994	-5.156	69522151	7.62	99709922	101102210	0.292
o-Cymene	9.407	10	9.23	12.67	1005.1	1022	16.855	125943321	13.42	32224470	35149610	0.23
Benzene, (1-methylpropyl)-	9.731	10	9.23	12.67	1014.6	994	-20.56	35241499	3.82	9907937	99154634	0.114
Decane, 2-methyl-	9.882	10	9.23	12.67	1019	1064	45.047	293332	0.32	1142714	2109254	0.093
Benzene, 1,3-diethyl-	10.339	10	9.23	12.67	1032	1032	-0.006	197276379	23.58	20329771	209492474	0.331
Benzene, 1,4-diethyl-	10.434	10	9.23	12.67	1040.8	1041	0.186	204820764	22.13	28275995	40170100	0.297
Benzene, 1,2-diethyl-	10.893	10	9.23	12.67	1048.3	1045	-3.343	6430164	0.72	23105424	4481217	0.107
Benzene, (1,2-dimethylpropyl)-	11.423	10	9.23	12.67	1063.8	1059	-4.75	9549723	0.4	1544415	20029610	0.113
Benzene, (1,1-dimethylpropyl)-	11.952	10	9.23	12.67	1067.5	1070	2.5	3743418	4.02	9030292	12402264	0.164
Benzene, 2-ethyl-1,3-dimethyl-	12.001	10	9.23	12.67	1080.8	1080	-0.756	6997234	7.47	19124974	2152494	0.202
Benzene, 4-ethyl-1,2-dimethyl-	12.101	10	9.23	12.67	1086	1085	-0.988	10954125	11.42	20754490	31620140	0.231
1H-Indene, 2,3-dihydro-1,1-dimethyl-	12.467	10	9.23	12.67	1094.1	1090	-4.099	1019122	0.2	507992	1019959	0.121
Benzene, 4-ethenyl-1,2-dimethyl-	12.821	11	12.67	16.17	1107.4	1100	-7.371	37419340	8.4	16542475	10997012	0.24
1H-Indene, 2,3-dihydro-5,6-dimethyl-	13.164	11	12.67	16.17	1114.3	1125	10.743	1439949	0.16	704950	2010947	0.124
Benzene, (2-methyl-2-propenyl)-	13.371	11	12.67	16.17	1120	1118	-2.029	104607415	11.32	25957402	21610450	0.194
1,3,8-p-Menthatriene	13.581	11	12.67	16.17	1124.2	1119	-5.229	24401140	2.82	8085316	9979297	0.121
Benzene, 1-methyl-4-(2-methylpropyl)-	13.645	11	12.67	16.17	1126.4	1134	5.5714	12452105	1.35	4091621	643324	0.113
Benzene, 2,4-dimethyl-1-(1-methylethyl)-	13.839	11	12.67	16.17	1133.2	1124	-9.171	13248126	1.43	2701910	5709940	0.157
Benzene, 1,2,3,4-tetramethyl-	13.974	11	12.67	16.17	1137.3	1145	7.6857	6464484	0.7	2218990	4581123	0.014
Benzene, 1,3-diethyl-5-methyl-	14.077	11	12.67	16.17	1140.2	1147	6.8	3594104	0.31	1421764	2975545	0.011
Benzene, 1-methyl-4-(1-methylpropyl)-	14.154	11	12.67	16.17	1142.4	1090	-52.4	1313100	0.14	794109	2552550	0.057
Benzene, 1,3-diethyl-5-methyl-	14.311	11	12.67	16.17	1146.9	1147	0.1143	4896490	0.44	1047792	2444417	0.116
Benzene, 1-ethyl-2,3-dimethyl-	14.544	11	12.67	16.17	1153.5	1094	-59.54	16309176	1.74	4619544	9927093	0.165
Naphthalene	14.7	11	12.67	16.17	1158	1182	24	69819227	6.42	11770196	13470717	0.234
1H-Indene, 2,3-dihydro-1,6-dimethyl-	14.974	11	12.67	16.17	1165.9	1174	8.1143	39940157	4.31	6724793	8318774	0.194
Benzene, 1-methyl-4-(1-methyl-2-propenyl)-	15.174	11	12.67	16.17	1171.7	1191	19.314	9991910	1.14	2347270	2016644	0.157
1H-Indene, 2,3-dihydro-1,6-dimethyl-	15.244	11	12.67	16.17	1177	1174	-3.029	9594100	1.02	2469924	5643362	0.104
Benzene, 1-ethyl-2,4,5-trimethyl-	15.454	11	12.67	16.17	1179.6	1173	-6.6	7622111	0.77	2943447	5775954	0.094
m-Ethylacetophenone	15.54	11	12.67	16.17	1182	1186	4	4334214	0.47	1700752	4022410	0.099
Dodecane	15.7	11	12.67	16.17	1186.6	1200	13.429	4499456	0.49	1263334	2243136	0.165
m-Ethylacetophenone	15.999	11	12.67	16.17	1192.8	1186	-6.829	9462293	1.04	2324935	3235930	0.199
Benzene, 1,3,5-triethyl-	16.233	12	16.17	19.56	1201.9	1220	18.142	2597493	0.21	641925	1944143	0.14
Benzene, 1,4-dipropyl-	16.494	12	16.17	19.56	1209.6	1212	2.3835	3104073	0.43	944472	1740414	0.146
Benzene, 1,4-dipropyl-	16.659	12	16.17	19.56	1214.4	1212	-2.425	2420947	0.24	866377	1945917	0.1
Benzene, cyclopentyl-	16.71	12	16.17	19.56	1218	1212	-5.994	4453274	0.72	944593	2709162	0.152
Benzene, 1,4-dimethyl-2-(2-methylpropyl)-	16.991	12	16.17	19.56	1224.4	1224	-0.425	4420426	0.41	9903150	1744534	0.157
1H-Indene, 2,3-dihydro-4,6-dimethyl-	17.359	12	16.17	19.56	1234.8	1235	0.1622	6914926	0.76	1044100	2776347	0.191
Benzene, (1,3-dimethylbutyl)-	17.545	12	16.17	19.56	1240.4	1220	-20.44	1223997	0.13	333194	9912910	0.14
1H-Indene, 2,3-dihydro-4,6-dimethyl-	17.723	12	16.17	19.56	1245.8	1235	-10.81	1274793	0.14	333150	1142757	0.122
Naphthalene, 1,2,3,4-tetrahydro-6-methyl-	17.833	12	16.17	19.56	1249	1261	12.003	2340410	0.25	740094	17249410	0.131
Benzene, 1,4-dimethyl-2-(2-methylpropyl)-	18.04	12	16.17	19.56	1255.8	1224	-31.75	939182	0.1	246434	977975	0.129
Benzene, 1,2,4-trimethyl-5-(1-methylethyl)-	18.209	12	16.17	19.56	1263.1	1233	-30.1	1543019	0.17	4640235	1044101	0.144
Benzene, pentamethyl-	18.407	12	16.17	19.56	1268.3	1260	-8.348	4043945	0.52	1351093	2049743	0.144
Naphthalene, 2-methyl-	18.922	12	16.17	19.56	1281.2	1298	16.82	9082549	1.00	1500010	2099324	0.305
Tridecane	19.342	12	16.17	19.56	1294.2	1300	5.8407	78603	0.09	356324	940314	0.091
Naphthalene, 2-methyl-	19.494	12	16.17	19.56	1298.1	1298	-0.112	3314819	0.37	829005	5481115	0.191

รูปที่ 3.3.2 ตารางผลของ GC ของ gasohol91 ก่อนให้กระแสไฟฟ้า

และโครมาโทแกรมของตัวอย่างหลังทำ electrolysis ดังรูปที่ 3.3.3 มีฟีกของสารทั้งหมด 77 ฟีกและมีข้อมูลการระบุชื่อสารของแต่ละฟีกดังรูปที่ 3.3.4 ซึ่ง

องค์ประกอบทางเคมีของน้ำมัน gasohol91 ก่อนและหลังให้กระแสไฟฟ้ามีความเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจน โดยสารที่เกิดขึ้นใหม่ที่แสดงในรูปที่ 3.3.3 น่าจะเป็นผลมาจากการเกิด oxidation/reduction ของสารเคมีตั้งต้นในรูปที่ 3.3.4



รูปที่ 3.3.3 GC-MS โครมาโทแกรมของ Gasohol91 หลังให้กระแสไฟฟ้า ด้วยขั้วสปริงที่ความต่างศักย์ 5 V เป็นเวลา 2 min

บทที่ 4

สรุปผลการทดลอง

จากการทดลองหา mobile phase เพื่อที่จะนำมาใช้แยกสาร เคมีในตัวอย่าง น้ำมันด้วยเทคนิค TLC พบว่า hexane 100% เป็น mobile phase ที่เหมาะสมที่สุด ซึ่งจะนำไปใช้ในการรัน GC กับสารน้ำมันตัวอย่าง

ระบบ electrolysis น้ำมันแบบชั่วคราวนั้นสามารถเปลี่ยนแปลงน้ำมันได้อย่างมีประสิทธิภาพ โดยระบบจะให้กระแสไฟฟ้าในตัวอย่างเพื่อให้เกิดปฏิกิริยา oxidation/reduction กับน้ำมัน gasohol 91 ทำให้มีการเปลี่ยนแปลงจากสารละลายไฮโดรคาร์บอนเป็นสารละลายไฮโดรคาร์บอนและมีตะกอนเหลืองเกิดขึ้น

ในส่วนของการวิเคราะห์สารตัวอย่างด้วยเทคนิค GC-MS ของน้ำมัน gasohol 91 พิกของสารที่ตรวจวัดได้ ก่อนและหลังให้กระแสไฟฟ้านั้นบอกถึงความแตกต่างกันของสารที่เป็นองค์ประกอบอย่างชัดเจน ซึ่งสามารถนำไปเป็นแนวทางในการศึกษาปฏิกิริยา oxidation/reduction ของน้ำมันชนิดอื่นๆต่อไปได้ ทั้งนี้การที่ผล GC-MS ออกมาว่าสารก่อนและหลัง electrolysis มีความแตกต่างกันเป็นอย่างมาก ซึ่งอาจเป็นแนวทางในการค้นคว้าศึกษาต่อไปในอนาคตเช่นการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างการให้กระแสไฟฟ้ากับความเสถียรของน้ำมันและความสามารถในการเกิด oxidation ในเครื่องยนต์จริง

เอกสารอ้างอิง

- [1] A.Turgeon, E. Morse, J. Evers, Emdash Editing, Caryl-Sue, National Geographic Society Oct. 5, 2018
- [2] <https://www.fssystem.com/News/News-Detail/diesel-engine-oil-oxidation>
- [3] www.asiadirect.co.th/adbnewsdetail.php?newId=165
- [4] www.petromat.org/home/2020/10/01/fuel-for-car/
- [5] แม้น อมรสิทธิ์ และคณะ, หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ Principles and Techniques of Instrumental Analysis PART II Chromatography and Others, บริษัทชวนพิมพ์, กรุงเทพมหานคร, 2555.
- [6] N. Thongdorn-Ae, T. Nhujak, P. Janta, A. Rueangthawee, N. Hinchiranan, C. Kulsing, Analytical Methods 12(2020) 5160–5167.
- [7] C. Kulsing, P. Rawson, R.L. Webster, D.J. Evans, P.J. Marriott, Energy and Fuels 31(2017) 8978-8984.
- [8] Y. Nolvachai, C. Kulsing, P.J. Marriott, Trends in Analytical Chemistry 96(2017) 124-137.
- [9] I. Thaveesangsakulthai, S. Wacharasindhu, V. Vchirawongkwin, T. Nhujak, O. Chailapakul, C. Kulsing, ChemistrySelect 5(2020) 11630–11636.
- [10] K. Chindaphan, I. Thaveesangsakulthai, S. Naranaruemol, T. Nhujak, J. Panchompoo, O. Chailapakul, C. Kulsing, RSC Advance 11(2021) 5885-5893.
- [11] S. Lucakova, I. Branyikova, S. Kovacikova, M. Pivokonsky, M. Filipenska, T. Branyik, Marek C. Ruzicka, Electrocoagulation reduces harvesting costs for microalgae 323(2021) 124606.
- [12] A. Tetreault, Electrocoagulation Process for Wastewater Treatment, 1(2003) 1-29.
- [13] HengzhouLiu, WenzhenLi Current Opinion in Electrochemistry 2021, 100795, Recent advances in paired electrolysis of biomass-

derived compounds toward cogeneration of value-added chemicals and fuels

[14] QiaoboWang^{a,b}, ShufengPei^{a,b}, HaojunSong^{a,b}, LijuanHuang^{a,b}, LiangZhang^{a,b}, JunshiTang^c, WenlongGuan^c, ShaoranRen Journal of Petroleum Science and Engineering 2021,107957 Low temperature oxidation of heavy oil in oxygen-reduced air: Effect of pressure and oxygen content on heat release

[15] Kanokporn Chindaphan, Isaya Thaveesangsakulthai, Suchapa Naranaruemol, Thumnoon Nhujak, Janjira Panchompoo, Orawon Chailapakuland Chadin Kulsing RSC Advance 2021 Miniaturized electrocoagulation approach for removal of polymeric pigments and selective analysis of non- and mono-hydroxylated phenolic acids in wine with HPLC-UV

ประวัติผู้วิจัย

นายธัญธร เดชธราดล เกิดเมื่อวันที่ 16 กรกฎาคม พ.ศ.2541 ที่จังหวัดตรัง สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาตอนปลายจากโรงเรียนจุฬาภรณราชวิทยาลัย ตรัง จังหวัดตรัง เมื่อปีการศึกษา 2559 เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2560 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ บ้านเลขที่32/17 ถนนรถไฟ ตำบลกันตัง อำเภอกันตัง จังหวัดตรัง รหัสไปรษณีย์ 92110 อีเมล jab_tanyatorn@hotmail.com