



โครงการ

การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ การเปรียบเทียบการวิเคราะห์หาปริมาณสารต้านอนุมูลอิสระในน้ำมันหล่อลื่น
ด้วยเทคนิคเอฟทีไออาร์และลิเนียร์สวீปโวลแทมเมทรี
Comparison of quantitative analysis of antioxidants in turbine oil
by FTIR and linear sweep voltammetry

ชื่อนิสิต นางสาวกวิสรา ศรีภูงศ์ เลขประจำตัว 6033003023
ภาควิชา เคมี
ปีการศึกษา 2563

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การเปรียบเทียบการวิเคราะห์หาปริมาณสารต้านอนุมูลอิสระในน้ำมันหล่อลื่น
ด้วยเทคนิคเอฟทีไออาร์และลิเนียร์สวீปโวลแทมเมตรี

Comparison of quantitative analysis of antioxidants in turbine oil
by FTIR and linear sweep voltammetry

โดย

นางสาวกวิสรา ศรีภูงค์

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2563

โครงการ การเปรียบเทียบการวิเคราะห์หาปริมาณสารต้านอนุมูลอิสระในน้ำมันหล่อลื่นด้วยเทคนิคเอฟทีไออาร์ และลิเนียร์สวீปโวลแทมเมทรี

โดย นางสาวกวิสรา ศรีภุชงค์

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ

- | | |
|--|----------------------|
| 1. รองศาสตราจารย์ ดร. ปกรณ์ วรรณศุภากุล | ประธานกรรมการ |
| 2. รองศาสตราจารย์ ดร. วิวัฒน์ วชิรวงศ์กวิน | กรรมการ |
| 3. ศาสตราจารย์ ดร. ธวัชชัย ต้นทุลานี | อาจารย์ที่ปรึกษา |
| 4. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เจริญขวัญ ไกรยา | อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม |

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี



(ศาสตราจารย์ ดร. ธวัชชัย ต้นทุลานี)



(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เจริญขวัญ ไกรยา)

อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม



(รองศาสตราจารย์ ดร. วรวิทย์ โฮเอน)

หัวหน้าภาควิชาเคมี

วันที่ 25 เดือน ธันวาคม พ.ศ. 2563

ชื่อโครงการ การเปรียบเทียบการวิเคราะห์ปริมาณสารต้านอนุมูลอิสระในน้ำมันหล่อลื่นด้วยเทคนิค
เอฟทีไออาร์และลิเนียร์สวீปโวลแทมเมทรี

ชื่อนิสิตในโครงการ นางสาวกวิสรา ศรีภุขงค์ เลขประจำตัว 6033003023

ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา ศาตราจารย์ ดร.ธวัชชัย ต้นสุลานี

ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เจริญขวัญ ไกรยา

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2563

บทคัดย่อ

สารประกอบฟีนอลเป็นสารต้านอนุมูลอิสระชนิดหนึ่งที่ใช้เป็นสารเติมแต่งในน้ำมันหล่อลื่นเพื่อช่วยยับยั้งการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน การวิเคราะห์หาสารต้านอนุมูลอิสระในน้ำมันหล่อลื่นสามารถใช้ในการทำนายอายุการใช้งานของน้ำมันหล่อลื่นได้ งานวิจัยนี้จึงได้ศึกษาเกี่ยวกับการวิเคราะห์ปริมาณสารต้านอนุมูลอิสระในน้ำมันหล่อลื่นด้วยเทคนิคลิเนียร์สวี่ปโวลแทมเมทรี และฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมีเตอร์ เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์พบว่าปริมาณสารต้านอนุมูลอิสระที่คงเหลือในน้ำมันที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมีเตอร์ มีค่ามากกว่าการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคลิเนียร์สวี่ปโวลแทมเมทรี ถึงร้อยละ 96 โดยประมาณ ของตัวอย่างน้ำมันที่ใช้ในการวิเคราะห์ จึงทำการวิเคราะห์ทดลองเพื่อหาความแตกต่างของการวิเคราะห์ทั้งสองเทคนิคด้วยโดยการนำน้ำมันตัวอย่างมาสกัดด้วยตัวทำละลาย green solution ก่อนทำการวิเคราะห์ พบว่าไม่สามารถบอกถึงความแตกต่างของการวิเคราะห์จากทั้งสองเทคนิคได้ ต่อมาได้เติมสารต้านอนุมูลอิสระซึ่งเป็นสารมาตรฐานที่มีคุณสมบัติเหมือนกับสารเติมแต่งในน้ำมันหล่อลื่นเพื่อดูลักษณะพีคที่เกิดขึ้นจากเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมีเตอร์ พบว่าสารต้านอนุมูลอิสระมาตรฐานที่เป็นสารประกอบฟีนอลส่งผลให้ปริมาณสารต้านอนุมูลอิสระมากขึ้น ส่วนสารต้านอนุมูลอิสระมาตรฐานชนิดอื่นๆไม่มีผลต่อการวิเคราะห์ สุดท้ายได้ทำการหาค่าประกอบในน้ำมันหล่อลื่นโดยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรี ของน้ำมันหล่อลื่นและน้ำมันหล่อลื่นที่สกัดด้วยตัวทำละลาย green solution พบว่าองค์ประกอบของน้ำมันหล่อลื่นเป็นสารโมเลกุลขนาดใหญ่ที่มีหมู่แทนที่แตกต่างกันออกไป และลักษณะสเปกตรัมของน้ำมันที่สกัดด้วยตัวทำละลาย green solution นั้นมีจำนวนองค์ประกอบที่พบ และ intensity ที่มากกว่า แต่อย่างไรก็ตามมวลโมเลกุลเพียงอย่างเดียวไม่สามารถบอกได้ว่าองค์ประกอบที่แท้จริงคือสารใด จากการทดลองทั้งหมดจึงยังไม่สามารถสรุปได้แน่ชัดว่าการวิเคราะห์ปริมาณสารต้านอนุมูลอิสระทั้งสองเทคนิคแตกต่างกันเพราะเหตุใด ดังนั้นการทำนายอายุการใช้งานของน้ำมันหล่อลื่นควรจะใช้ผลการวิเคราะห์จากทั้งสองเทคนิคควบคู่กันไป

คำสำคัญ: สารต้านอนุมูลอิสระ สารประกอบฟีนอล น้ำมันหล่อลื่น ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมีเตอร์, ลิเนียร์สวี่ปโวลแทมเมทรี แมสสเปกโตรเมทรี

Project Title Comparison of quantitative analysis of antioxidants in turbine oil by FTIR and linear sweep voltammetry

Student Name Miss Kawisara Sripuchong Student ID 6033003023

Advisor Name Professor Thawatchai Tuntulani , Ph.D.

Co-advisor Name Assistant Professor Charoenkwan Kraiya, Ph.D.

Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Academic Year 2020

Abstract

Phenols are additives which used for anti-oxidation in turbine oils. The determination of the antioxidants in turbine oils can be used to predict its service life. In these studies we use the linear sweep voltammetry and Fourier transform infrared spectrometer to determine the amount of antioxidants in turbine oils. Results showed that using FTIR technique to determine the antioxidants gave higher amount of antioxidants than that using linear sweep voltammetry (ca. 96% of total analysis). To find the difference in both techniques with the use of green solution to extract samples before determining the antioxidants with both techniques, the result cannot tell the difference in both techniques. Furthermore, adding the antioxidant standards that have the same properties with additives in turbine oils showed that phenol standards gave higher amount of antioxidants in turbine oils while other antioxidant standards did not. Using mass spectrometry to determine the composition in turbine oils and the extracted turbine oils showed that the mass spectra of the extracted turbine oils had more composition and higher intensity. However, with only the molar mass cannot confirm the real composition of extracted turbine oils. These studies cannot be concluded why both techniques gave different results. Therefore, to predict the service life of turbine oils, both techniques should be used.

Keywords: Antioxidants, turbine oil, hindered phenols, FTIR, LSV, MS

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร.ธวัชชัย ต้นทุลลानी อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ และอาจารย์เจริญขวัญ ไกรยา อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ที่กรุณาให้ความสนับสนุน ความรู้ ความเมตตา คำแนะนำ และแนวทางในการดำเนินงานวิจัย อีกทั้งสละเวลาเพื่อให้ความช่วยเหลือในด้านต่างๆ เป็นอย่างดียิ่งมาโดยตลอด ทำให้การวิจัยและรายงานเล่มนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร. ปกรณ์ วรรณสุภากุล และรองศาสตราจารย์ ดร. วิวัฒน์ วชิรวงศ์ กวิน ที่กรุณาสละเวลาอันมีค่าในการตรวจทานแก้ไขรายงาน ตลอดจนให้คำชี้แนะและให้เกียรติเป็นคณะกรรมการในการสอบงานวิจัยครั้งนี้

ขอขอบพระคุณพี่ๆ บริษัทโฟกัสแลป ที่ได้สนับสนุนในการดำเนินงานวิจัยครั้งนี้ และให้ความรู้เกี่ยวกับเทคนิคต่างๆ อาทิ การดูแลเครื่องมือ เอื้อเฟื้ออุปกรณ์และสารเคมีที่จำเป็น วิธีการทดลอง รวมทั้งให้ความช่วยเหลือในการวิเคราะห์ทางเทคนิคเอฟทีไออาร์ ลิเนียร์สปีโวลแทมเมทรีและเครื่องมือวิเคราะห์อื่นๆ และให้คำแนะนำคำปรึกษาที่ดีมาโดยตลอด

สุดท้ายนี้ ขอขอบพระคุณ กองทุนสมเด็จพระบรมโอรสาธิราช เจ้าฟ้ามหาวชิราลงกรณ สยามมกุฎราชกุมาร คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้ทุนสนับสนุนในการดำเนินงานวิจัยครั้งนี้ ขอขอบพระคุณภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้เอื้อเฟื้อเครื่องมืออุปกรณ์และสารเคมีที่จำเป็นต่างๆ ในการจัดทำวิจัยให้สำเร็จได้ด้วยดีและรวมถึงกำลังใจจากพ่อ แม่ ครอบครัว และเพื่อน ๆ ในภาควิชาเคมี ที่ได้ช่วยเหลืองานวิจัยนี้ผ่านลุล่วงไปได้ด้วยดี ผู้วิจัยจะขอระลึกถึงความกรุณาของทุกท่านที่กล่าวถึงมา รวมถึงบุคคลที่มีได้กล่าวถึง ณ ที่นี้ตลอดไป

กวิสรา ศรีภูงศ์

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ	ง
Abstract.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญรูปภาพ.....	ฌ
สารบัญตาราง.....	ฎ
สารบัญภาคผนวก.....	ฏ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและมูลเหตุจูงใจ	1
1.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
1.3 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง.....	6
1.4 วัตถุประสงค์งานวิจัย	12
1.5 ขอบเขตงานวิจัย.....	12
1.6 ประโยชน์งานวิจัย.....	12
บทที่ 2 การทดลอง	13
2.1 รายการเครื่องมือ อุปกรณ์	13
2.2 รายการสารเคมี	15
2.3 การทดสอบตัวอย่างน้ำมันด้วยเทคนิค FTIR.....	16
2.4 การแปลงไฟล์หลังทดสอบตัวอย่างน้ำมันด้วยเทคนิค FTIR	16
2.5 การคำนวณค่า FTIR Antioxidants.....	16
2.6 การทดสอบตัวอย่างน้ำมันด้วยเทคนิค RULER หรือ Linear Sweep Voltammetry	17
2.7 การวิเคราะห์หาค่า RULER ของตัวอย่าง	18
2.8 วิธีการเตรียมตัวอย่างน้ำมันที่ทำการเติมสารมาตรฐานชนิดต่างๆ.....	18
2.9 วิธีการสกัดตัวอย่างน้ำมันก่อนทำการวัดด้วยเทคนิค FTIR	18
2.10 วิเคราะห์ตัวอย่างน้ำมันด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมตรี (mass spectrometry หรือ MS).....	19

บทที่ 3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง	20
3.1 การวิเคราะห์น้ำมัน Turbine ด้วยเทคนิค RULER และ FTIR.....	20
3.2 การวิเคราะห์น้ำมัน turbine ด้วยเทคนิค RULER และ FTIR หลังจากผ่านการสกัดด้วยตัวทำละลาย.....	23
3.3 การวิเคราะห์น้ำมัน Turbine ด้วยเทคนิค RULER และ FTIR หลังจากเติมสารมาตรฐานชนิดต่างๆ	25
3.4 การวิเคราะห์หาค่าองค์ประกอบในน้ำมัน turbine ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรี	33
บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง	40
เอกสารอ้างอิง	41
ภาคผนวก.....	43
ประวัติผู้วิจัย.....	48

สารบัญรูปภาพ

หน้า

รูปที่ 1.1 กราฟแสดงผลการวิเคราะห์ turbine oil ด้วยเทคนิค linear sweep voltammetry ในระบบ neutral acetone test solution	4
รูปที่ 1.2 กราฟแสดงผลการวิเคราะห์ turbine oil ด้วยเทคนิค linear sweep voltammetry ในระบบ basic ethanol test solution.....	5
รูปที่ 1.3 ความสัมพันธ์ของค่า oxidation กับสมบัติทางกายภาพ (ความหนืด, TAN) และปริมาณ antioxidation.....	7
รูปที่ 1.4 โวลเตจโปรแกรมในการทำลิเนียร์สวீปโวลแทมเมทรี.....	9
รูปที่ 2.1 Spectrum 100 FTIR Spectrometer.....	13
รูปที่ 2.2 ZnSe absorption cells 0.5 mm	13
รูปที่ 2.3 Peristaltic Pump.....	14
รูปที่ 2.4 RULER.....	14
รูปที่ 2.5 ลักษณะพีคของตัวอย่างน้ำมันที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR	16
รูปที่ 2.6 ลักษณะพีคของตัวอย่างน้ำมันที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค RULER	17
รูปที่ 3.1 ลักษณะพีคของ new oil 20070753 และ used oil 20070754 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR.....	20
รูปที่ 3.2 ลักษณะพีคของ new oil 20070753 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR.....	21
รูปที่ 3.3 ลักษณะพีคของ used oil 20070754 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR.....	21
รูปที่ 3.4 ลักษณะพีคของnew oil 20070753 และused oil 20070754 ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค RULER	22
รูปที่ 3.5 ลักษณะพีคของ new oil และ used oil ที่สกัดด้วย green solution และวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR.....	24
รูปที่ 3.6 โครงสร้างของ N-methylaniline	25
รูปที่ 3.7 ลักษณะพีคของ used oil ที่เติม N-methylaniline และวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR.....	25
รูปที่ 3.8 โครงสร้างของ lauric acid, stearic acid และ palmitic acid	26
รูปที่ 3.9 ลักษณะพีคของน้ำมัน 19071400 ที่เติม Palmitic acid และวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR.....	26
รูปที่ 3.10 ลักษณะพีคของน้ำมัน 19071400 ที่เติม Lauric acid และวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR.....	27
รูปที่ 3.11 ลักษณะพีคของน้ำมัน 19071400 ที่เติม Stearic acid และวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR.....	27
รูปที่ 3.12 โครงสร้างของ 2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol (BHT).....	28
รูปที่ 3.13 ลักษณะพีคของ new oil 19071400 และused oil 20072045 + 2,6-di-tert-butyl-4-methylphenol (BHT) ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค RULER.....	28
รูปที่ 3.14 ลักษณะพีคของ new oil 19071400 และused oil 20072045 ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค RULER.....	29

รูปที่ 3.15 ลักษณะพีคของ new oil 19071400, used oil 20070754 และ used oil 20070754 + 2,6-di-tert-butyl-4-methylphenol (BHT) จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR.....	30
รูปที่ 3.16 ลักษณะพีคของ new oil 19071400 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR	30
รูปที่ 3.17 ลักษณะพีคของ used oil 20072045 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR	31
รูปที่ 3.18 ลักษณะพีคของ used oil 20072045 + BHT จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR.....	31
รูปที่ 3.19 ผลการวิเคราะห์ new oil 19071400 ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรี	33
รูปที่ 3.20 ผลการวิเคราะห์ new oil 19071400 ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรีในช่วง 200-360 m/z.....	34
รูปที่ 3.21 ผลการวิเคราะห์ new oil 19071400 ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรีในช่วง 380-500 m/z.....	34
รูปที่ 3.22 ผลการวิเคราะห์ used oil 20070754 ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรี	35
รูปที่ 3.23 ผลการวิเคราะห์ used oil 20070754 ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรี ในช่วง 200-360 m/z	36
รูปที่ 3.24 ผลการวิเคราะห์ used oil 20070754 ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรี ในช่วง 380-500 m/z	36
รูปที่ 3.25 โครงสร้างของ Lithium phenolate	37
รูปที่ 3.26 ผลการวิเคราะห์ new oil 19071400 ที่สกัดด้วย green solution ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรีในช่วง 240-420 m/z.....	37
รูปที่ 3.27 ผลการวิเคราะห์ used oil 20070753 ที่สกัดด้วย green solution ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรี ในช่วง 200-360 m/z.....	38
รูปที่ 3.28 ผลการวิเคราะห์ used oil 20070753 ที่สกัดด้วย green solution ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรีในช่วง 360-460 m/z.....	38
รูปที่ 3.29 ผลการวิเคราะห์ used oil 20070753 ที่สกัดด้วย green solution ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรีในช่วง 700-800 m/z.....	39

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 1.1 ตารางแสดงโครงสร้าง และมวลโมเลกุลของตัวอย่างสารต้านอนุมูลอิสระที่อาจพบได้ในน้ำมัน 2

ตารางที่ 1.2 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์หาค่า %antioxidants ของสารประกอบฟีนอลที่เหลืออยู่ในน้ำมัน used oil ด้วยเทคนิค RULER และ FTIR..... 11

ตารางที่ 3.1 ผลการวิเคราะห์หาค่า %antioxidants ของสารประกอบฟีนอลที่เหลืออยู่ในน้ำมัน used oil ด้วยเทคนิค RULER และ FTIR..... 23

ตารางที่ 3.2 ผลการวิเคราะห์หาค่า %antioxidants ด้วยเทคนิค RULER และ FTIR ของสารประกอบฟีนอลที่เหลืออยู่ในน้ำมัน used oil ที่สกัดด้วย green solution 24

ตารางที่ 3.3 ผลการวิเคราะห์หาค่า %antioxidants ด้วยเทคนิค RULER และ FTIR..... 32

สารบัญภาคผนวก

หน้า

ตารางที่ ก. 1 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์หาค่า %antioxidants ของสารประกอบฟีนอลที่เหลืออยู่ในน้ำมัน
used oil ด้วยเทคนิค RULER และ FTIR..... 44

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและมูลเหตุจูงใจ

ปัจจุบันอุตสาหกรรมส่วนใหญ่นิยมใช้เครื่องจักรในกระบวนการผลิตแทนการใช้แรงงานคน เนื่องจากสามารถทำงานได้ดีกว่าทั้งในด้านของคุณภาพ ปริมาณ และระยะเวลา การทำงานของเครื่องจักรนั้นจำเป็นที่จะต้องใช้น้ำมันหล่อลื่นเพื่อหล่อลื่นเครื่องจักรเหล่านั้นให้ทำงานได้อย่างมีประสิทธิภาพ และมีอายุการใช้งานที่นานขึ้น น้ำมันหล่อลื่นมีหลากหลายชนิดโดยแต่ละชนิดจะมีส่วนผสมที่แตกต่างกันตามความเหมาะสมกับการใช้งานของเครื่องจักรแต่ละประเภท^[1-3] และในน้ำมันหล่อลื่นที่หมดอายุการใช้งานแล้วจะมีสารปนเปื้อนจำนวนมาก ซึ่งจะส่งผลเสียต่อเครื่องจักรทำให้อายุการใช้งานของเครื่องจักรสั้นลง^[4] โดยทั่วไปสารหล่อลื่น (lubricant) จะประกอบไปด้วย น้ำมันพื้นฐาน (base oil) และสารเติมแต่ง (additives) ซึ่ง additives ถูกนำมาผสมกับ base oil เพื่อปรับปรุงคุณสมบัติและสมรรถนะในการหล่อลื่นให้สูงขึ้นเพื่อให้เหมาะสมกับการใช้งานหลากหลายรูปแบบ โดย additives นั้นมีหลากหลายประเภท ได้แก่ สารต้านอนุมูลอิสระ (antioxidants), สารป้องกันการสึกหรอ (anti-wear agents) และสารเพิ่มความหนืด (viscosity index improvers) เป็นต้น

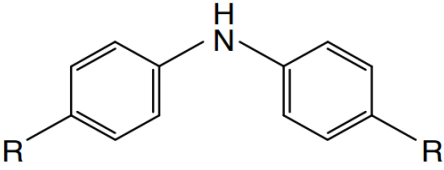
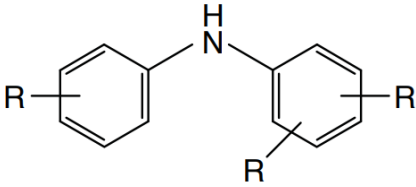
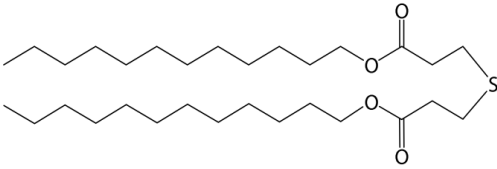
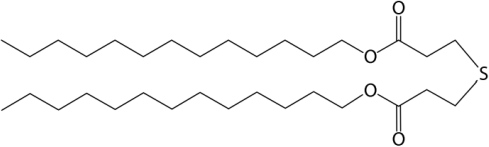
ดังนั้นผู้วิจัยจึงสนใจที่จะประเมินอายุการใช้งานของน้ำมันหล่อลื่นชนิด turbine oil โดยการติดตามปริมาณ antioxidants ที่เหลืออยู่ในน้ำมันหล่อลื่น เนื่องจาก antioxidants สามารถบ่งบอกอายุการใช้งานของน้ำมันหล่อลื่นได้ โดยที่ antioxidants ในน้ำมันหล่อลื่นนั้นจะทำการลดหรือหยุดการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน^[5] ฉะนั้นถ้าในน้ำมันหล่อลื่นมี antioxidants มากจะมีอายุการใช้งานที่ยาวนานมากขึ้นเช่นกัน ซึ่งปฏิกิริยาออกซิเดชันนั้นเกิดจากการทำปฏิกิริยาของออกซิเจนกับ base oil ซึ่งเป็น hydrocarbon chain ทำให้เกิดโครงสร้างของกรดขึ้นที่ปลายของ hydrocarbon chain หรือถ้าเกิดปฏิกิริยา oxidation ขึ้นตรงกลางของ hydrocarbon chain จะทำให้ hydrocarbon chain แตกออกและเกิดกรดขึ้นที่ปลายทั้งสองข้าง^[6]

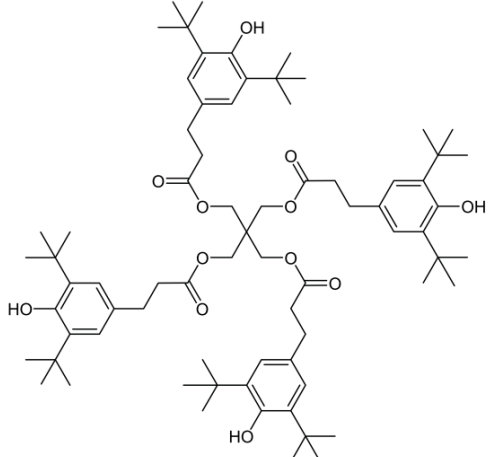
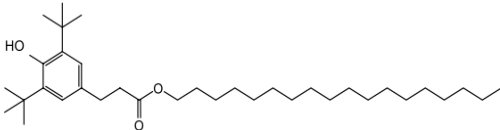
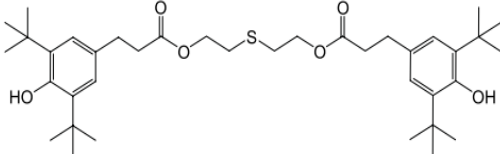
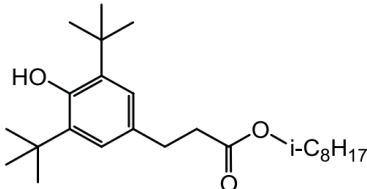
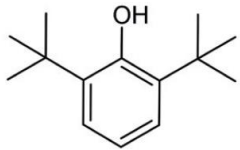
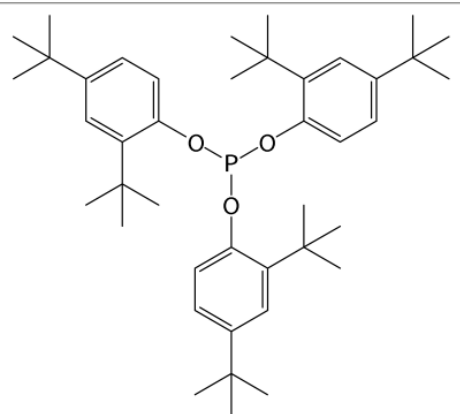
จากงานวิจัยที่เกี่ยวข้องพบว่า การวิเคราะห์หาปริมาณ antioxidants ในน้ำมันหล่อลื่นชนิด non-zinc turbine oil ด้วยเทคนิค linear sweep voltammetry (LSV) กลุ่มสารที่เราจะวิเคราะห์คือสารประกอบฟีนอลที่มีหมู่ฟังก์ชันขนาดใหญ่อย่างน้อยหนึ่งกลุ่ม เช่น tertiary butyl (hindered phenols) และสารประกอบอะโรมาติกเอมีน (aromatic amines)^[7] ส่วนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy กลุ่มสารวิเคราะห์คือ hindered phenols^[8] และจากการวิเคราะห์พบว่า ปริมาณของ hindered phenols ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR มีค่าต่างไปจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค LSV ค่อนข้างมาก ฉะนั้นเราจึงทำการวิเคราะห์ด้วยทั้งสองเทคนิคคือ FTIR และ LSV เพื่อเปรียบเทียบผลที่ได้ว่าแตกต่างกันด้วยเหตุใด

สาร antioxidants ที่ถูกนำมาใช้งานในสารหล่อลื่นมีหลากหลายชนิด ดังตารางที่ 1.1 สามารถแบ่งตามประเภทการทำงานได้ดังนี้ ชนิดแรกเรียกว่า primary : free radical scavengers เป็นสารประกอบจำพวก aromatic amines และ hindered phenols มีหน้าที่เป็นตัวยับยั้งการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันขั้นที่ 1 ในน้ำมันหล่อลื่น โดยจะเข้าไปทำปฏิกิริยากับสารเคมีในน้ำมันหล่อลื่นที่กำลังจะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน เมื่อทำปฏิกิริยาแล้วจะเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนที่มีความเสถียร ชนิดที่สองเรียกว่า secondary : peroxide decomposers เป็นสารประกอบจำพวก phosphates, thiophosphates (ZDDP, alkyl phosphites and alkyl

phosphates), sulfides และ polysulfides (phenothiazines, dithiocarbamates และ isobutylenes) มีหน้าที่กำจัดเปอร์ออกไซด์ที่เกิดจากปฏิกิริยาออกซิเดชันขั้นที่ 2 ที่เกิดจากการจับกันของสารที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาออกซิเดชันขั้นที่ 1 กับออกซิเจน และชนิดสุดท้ายได้แก่ mixed antioxidants ซึ่งเป็นสารผสมระหว่าง hindered phenol และ amines สารผสมนี้จะมีประสิทธิภาพในการยับยั้งการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันมากกว่า hindered phenol หรือ amines เพียงอย่างเดียว^[6]

ตารางที่ 1.1 ตารางแสดงโครงสร้าง และมวลโมเลกุลของตัวอย่างสารต้านอนุมูลอิสระที่อาจพบได้ในน้ำมัน^[9]

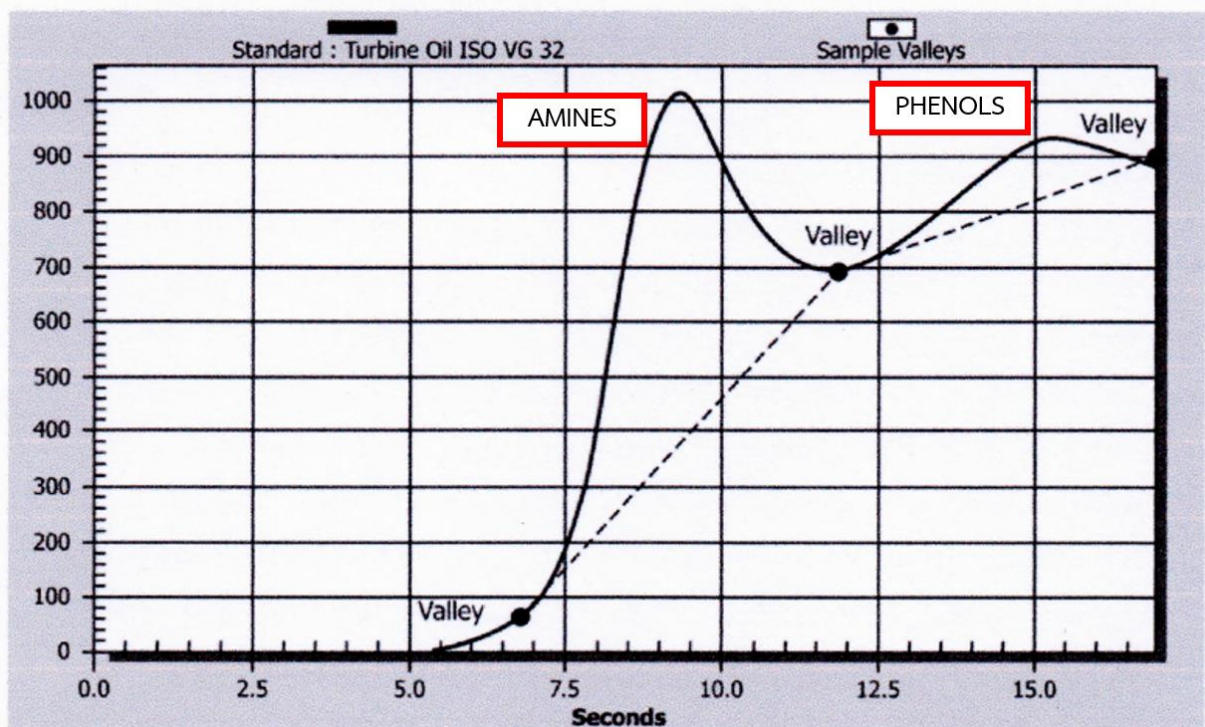
ชื่อเคมี	ลักษณะโครงสร้าง	น้ำหนักโมเลกุล
Butyl, octyl diphenylamine		-
Bis(nonylphenyl)amine		-
Dilauryl thiodipropionate		515
Ditridecyl thiodipropionate		543

<p>Tetrakis[methylene-3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionate]methane</p>		<p>1178</p>
<p>Octadecyl-3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionate</p>		<p>531</p>
<p>Thiodiethylenebis[3-(3,5-ditert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionate]</p>		<p>643</p>
<p>Benzenepropanoic acid, 3,5-bis(1,1-dimethyl-ethyl)-4-hydroxyl-, C7-9-branched alkyl esters</p>		<p>390</p>
<p>2,6-di-tert-butylphenol</p>		<p>206</p>
<p>Tris(2,4-di-tert-butylphenyl)phosphite</p>		<p>647</p>

1.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

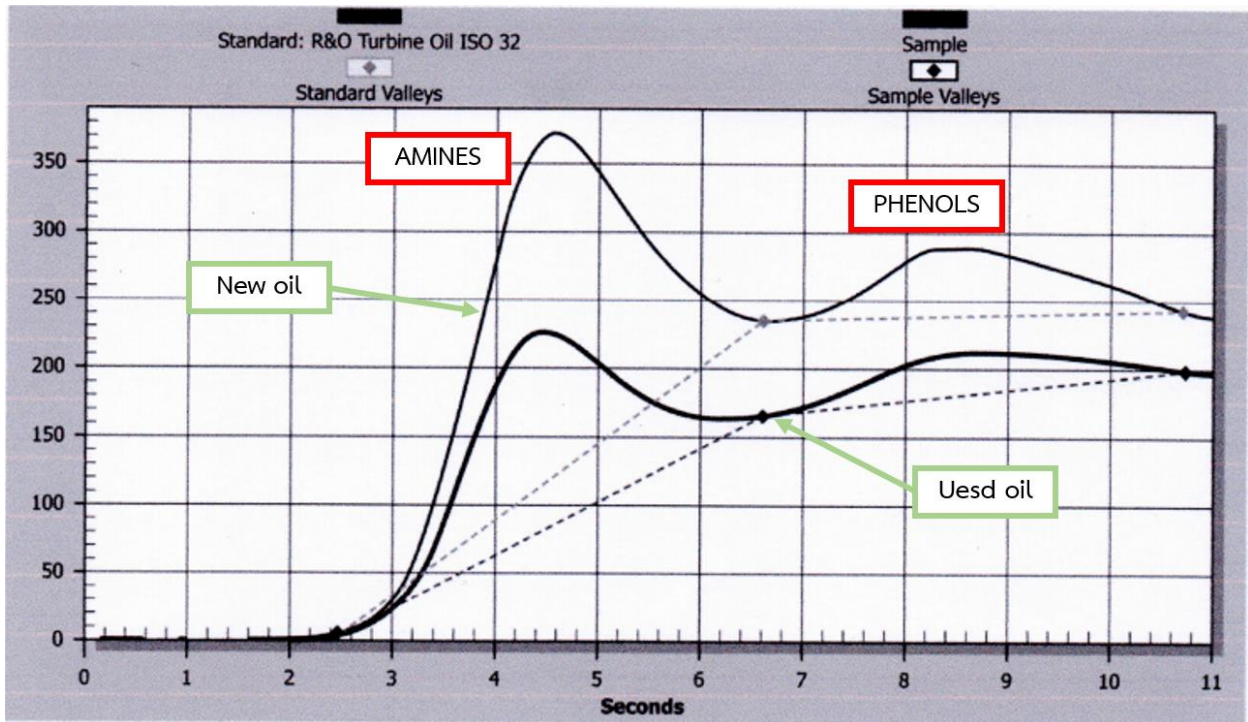
Standard test method D6971 เป็นการวัดปริมาณ hindered phenol และ aromatic amine ซึ่งเป็น antioxidants ที่ถูกเติมเข้าไปในน้ำมันหล่อลื่นชนิด turbine oil เพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยา oxidation และช่วยยืดอายุการใช้งานของน้ำมัน โดยใช้เทคนิค linear sweep voltammetry ในการทดลองในระบบที่เป็นกลางหรือที่เรียกว่า neutral acetone test solution และใช้ความต่างศักย์ 1.7 V พบว่าจะมีการเพิ่มขึ้นของกระแสที่ 8 ถึง 12 วินาที หรือที่ความต่างศักย์ที่เราให้ไปในระบบ 0.8 ถึง 1.2 โวลต์ ซึ่งเป็นพีคของ aromatic amines และพบการเพิ่มขึ้นของกระแสที่ 13 ถึง 16 วินาที หรือที่ความต่างศักย์ 1.3 ถึง 1.6 โวลต์ ซึ่งเป็นพีคของ hindered phenols^[7]

ดังรูปที่ 1.1



รูปที่ 1.1 กราฟแสดงผลการวิเคราะห์ turbine oil ด้วยเทคนิค linear sweep voltammetry ในระบบ neutral acetone test solution

Standard test method D6810 แตกต่างจาก standard test method D6971 เนื่องจากเป็นวิธีที่ใช้ในการวัดปริมาณ hindered phenol และ aromatic amine โดยใช้ตัวทำละลายที่เป็นเบสในการวิเคราะห์ หรือที่เรียกว่า basic ethanol test solution และใช้ความต่างศักย์ 1.1 V พบว่าจะมีการเพิ่มขึ้นของกระแสที่ 3 ถึง 6 วินาที หรือที่ความต่างศักย์ที่เราให้ไปในระบบ 0.3 ถึง 0.6 โวลต์ ซึ่งเป็นพีคของ hindered phenols และพบการเพิ่มขึ้นของกระแสที่ 7 ถึง 11 วินาที หรือที่ความต่างศักย์ 0.7 ถึง 1.1 โวลต์ ซึ่งเป็นพีคของ aromatic amines โดยที่เส้นกราฟด้านบนจะเป็นกราฟของตัวอย่างน้ำมันที่ยังไม่ผ่านการใช้งานหรือที่เรียกว่า new oil และเส้นกราฟด้านล่างจะเป็นกราฟของตัวอย่างน้ำมันที่ผ่านการใช้งานมาแล้วหรือที่เรียกว่า used oil^[10] ดังรูปที่ 1.2



รูปที่ 1.2 กราฟแสดงผลการวิเคราะห์ turbine oil ด้วยเทคนิค linear sweep voltammetry ในระบบ basic ethanol test solution

จากการวิเคราะห์ทั้ง standard test method D6971 และ standard test method D6810 ไม่ได้จำกัดว่าจะต้องเป็นการวิเคราะห์สารประกอบฟีนอล 2,6-di-tert-butyl-4-methylphenol และ 2,6-di-tert-butylphenol หรือวิเคราะห์สารประกอบอะโรมาติกเอมีน phenyl alpha naphthylamine และ alkylated diphenylamine เพียงเท่านั้น การเพิ่มขึ้นของกระแสจากการทดลองอาจเกิดจากสารประกอบฟีนอลและอะโรมาติกชนิดอื่นที่มีลักษณะโครงสร้างที่คล้ายกันได้ และจากการทดลองทั้ง 2 standard test method พบว่าในน้ำมันที่ผ่านการใช้งานแล้วจะมีปริมาณความเข้มข้นสาร antioxidants ที่ลดลง ดังรูปที่ 1.2

Standard test method D2668 เป็นการวัดปริมาณของ 2,6-di-tert-butyl-p-cresol และ 2,6-di-tert-butyl phenol ที่เติมเข้าไปเพื่อป้องกันการเกิดออกซิเดชัน ในน้ำมันชนิด electrical insulating oil ด้วยเทคนิค infrared spectrum จากผล infrared spectrum พบพีคการดูดกลืน ของ 2,6-di-tert-butyl-p-cresol ที่ตำแหน่ง 3650 cm^{-1} และที่ตำแหน่ง 860 cm^{-1} และพบพีคการดูดกลืน ของ 2,6-di-tert-butylphenol ที่ตำแหน่ง 3650 cm^{-1} และที่ตำแหน่ง 860 cm^{-1} และจากการทดลองพบว่าในน้ำมันที่ใช้แล้วจะมีปริมาณสารทั้งสองชนิดที่เหลืออยู่ และมีความเข้มข้นน้อยลง^[8]

1.3 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

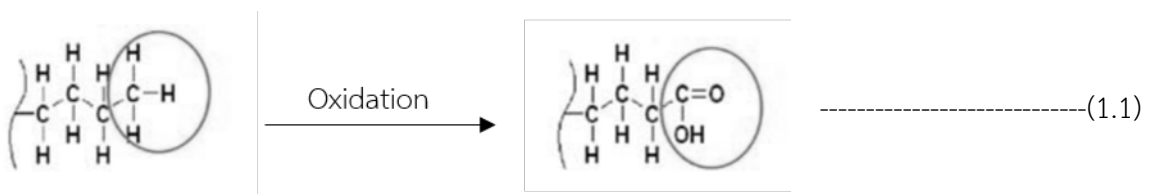
1.3.1 น้ำมันหล่อลื่น (Lubricant Oil)

น้ำมันหล่อลื่น มีความสำคัญกับระบบเครื่องจักรเป็นอย่างยิ่งเพราะทุก ๆ ชิ้นส่วนของระบบเครื่องจักรเมื่อมีการทำงาน แต่ละชิ้นส่วนนั้นก็เกิดการเสียดสีกันอยู่ตลอดเวลาทำให้เกิดความร้อนสะสมที่บริเวณพื้นผิวของวัสดุที่เสียดสีกัน นอกจากนี้สิ่งสกปรกที่เกิดจากการเผาไหม้ หรือเศษชิ้นส่วน อาจตกค้างอยู่ในห้องเครื่อง จึงจำเป็นต้องใช้น้ำมันเครื่อง เพื่อช่วยหล่อลื่นชิ้นส่วนต่างๆของเครื่องยนต์ ช่วยลดการสึกหรอ, ช่วยลดแรงฝืด หรือแรงเสียดทาน, ลดการกัดกร่อน ที่เกิดจากเศษชิ้นส่วนที่หลุดออกมา และปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้น, ช่วยทำให้ชิ้นส่วนต่างๆ ของเครื่องยนต์สะอาด, ลดการเกิดสิ่งสกปรกที่เกิดขึ้นในห้องเผาไหม้, ช่วยระบายความร้อนให้กับชิ้นส่วนต่างๆของเครื่องยนต์, ช่วยอุตรอยรั่วในห้องเผาไหม้จึงช่วยเพิ่มแรงอัดให้กับเครื่องยนต์, ช่วยต่อต้านการเกิดฟองอากาศ และช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการใช้งาน ฉะนั้นหากเลือกใช้ น้ำมันเครื่องที่ดีที่ได้คุณภาพมาตรฐานจะ ช่วยยืดอายุการทำงานของเครื่องยนต์ได้^[4]

โดยสารหล่อลื่น (lubricant) หรือน้ำมันหล่อลื่น จะประกอบไปด้วย base oil และ additives ซึ่ง additives ถูกนำมาผสมกับ base oil เพื่อการปรับปรุงคุณสมบัติและสมรรถนะในการหล่อลื่นให้สูงขึ้น สำหรับการใช้งานที่หลากหลายมากยิ่งขึ้น นอกจากนี้ยังช่วยยืดอายุการใช้งานของสารหล่อลื่นได้อีกด้วย additives สามารถแบ่งตามประเภทได้ดังนี้

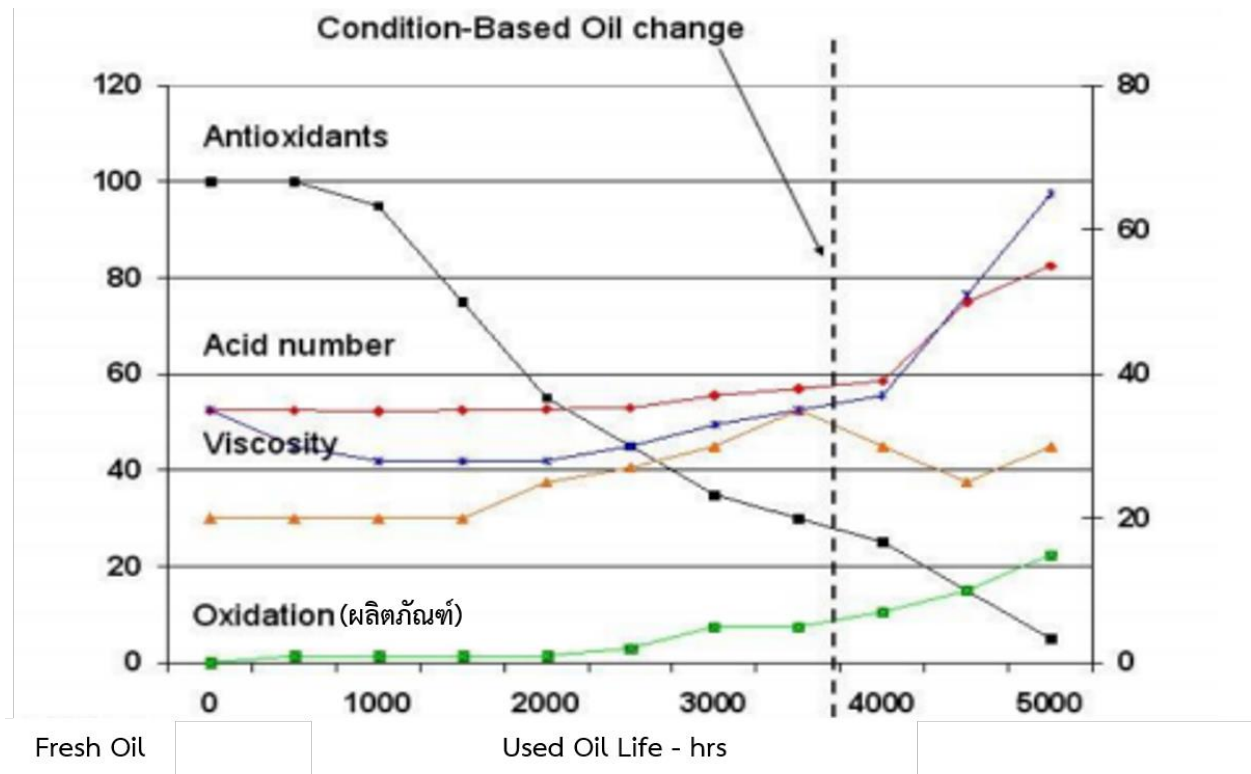
- Antioxidants (สารต้านทานการรวมตัวกับออกซิเจน)
- Anti-wear agents (สารป้องกันการสึกหรอ)
- Viscosity index improvers (สารเพิ่มความหนืด)
- Rust/Corrosion inhibitors (สารป้องกันสนิมและการกัดกร่อน)
- Extremely pressure additives (สารรับแรงกดสูง)
- Anti-foaming agents (สารป้องกันการเกิดฟอง)
- Detergents/Dispersants (สารชะล้างและการกระจายสิ่งสกปรก) เป็นต้น

โดย antioxidants เป็น additives ที่ต่อต้านการเกิดปฏิกิริยา oxidation ซึ่งปฏิกิริยา oxidation นี้ส่งผลให้สารหล่อลื่นมีการเสื่อมคุณภาพลง ปฏิกิริยา oxidation เกิดจากการทำปฏิกิริยาของออกซิเจนกับ base oil (hydrocarbon chain) ดังสมการที่ 1.1



ทำให้เกิดโครงสร้างของกรดขึ้นที่ปลายของ hydrocarbon chain หรือถ้าเกิดปฏิกิริยา oxidation ขึ้นตรงกลางของ hydrocarbon chain จะทำให้ hydrocarbon chain แตกออกและเกิดกรดขึ้นที่ปลายทั้งสองข้าง ผลของปฏิกิริยา oxidation นี้จะส่งผลให้สมบัติทางกายภาพของสารหล่อลื่นเปลี่ยนไป แสดงดังรูปที่ 1.3 เช่น

- กรดที่เกิดจากปฏิกิริยา oxidation จะมีผลค่า TAN (total acid number หรือ ปริมาณกรดที่มีอยู่ในน้ำมัน) สูงขึ้น ทำให้เกิดการกัดกร่อนที่ผิวของโลหะ
- โครงสร้างของ hydrocarbon chain ที่เปลี่ยนไปส่งผลให้ค่าความหนืดสูงขึ้น
- ผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากปฏิกิริยา oxidation เช่น กรดจะเป็นสาเหตุให้เกิด คราบยางเหนียว (sludge) และ สิ่งปนเปื้อนขนาดเล็กที่อยู่ในน้ำมัน (vanishes) และมีผลทำให้ความสามารถในการหล่อลื่นลดลง
- Load-bearing ability ของสารหล่อลื่นจะลดลง เมื่อ hydrocarbon chain แตกออก^[6]



รูปที่ 1.3 ความสัมพันธ์ของค่า oxidation กับสมบัติทางกายภาพ (ความหนืด, TAN) และปริมาณ antioxidation

1.3.2 หลักการของฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรเมทรี (Fourier transform infrared spectrometry or FTIR)

เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์ประเภทของสารอินทรีย์ สารอนินทรีย์ และพันธะเคมีหรือหมู่ฟังก์ชันในโมเลกุล รวมถึงสามารถบอกถึงปริมาณองค์ประกอบที่มีอยู่ในโมเลกุลของสารผสมตัวอย่างที่ทราบชนิดโดยทำการตรวจวัดการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของตัวอย่างที่มีความถี่ต่างๆ ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะตัวของแต่ละพันธะหรือหมู่ฟังก์ชันนั้นๆ การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR สามารถทำการวิเคราะห์ตัวอย่างที่เป็นของแข็ง ของเหลว และก๊าซ และเป็นเทคนิคที่ใช้ตัวอย่างเพียงเล็กน้อยในการวิเคราะห์ อีกทั้งยังใช้เวลาในการวิเคราะห์ที่รวดเร็ว^[11]

หลักการการทำงานของเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรเมทรี เกิดจากแหล่งกำเนิดแสงผลิตรังสีอินฟราเรดในช่วงความยาวคลื่นหรือเลขคลื่นที่จะใช้ในการวิเคราะห์ โดย beam splitter จะปล่อยให้แสงทะลุผ่าน

ไปที่ fixed mirror 50% และสะท้อนกลับมาที่ mobile mirror 50% ซึ่งรังสีอินฟราเรดจาก fixed mirror และ mobile mirror จะสะท้อนกลับมาที่ beam splitter รวมตัวกันเกิดการแทรกสอดเกิดขึ้น แต่จากการที่ mobile mirror สามารถเคลื่อนที่ได้โดยการควบคุมระยะการเคลื่อนที่ โดย laser เมื่อ mobile mirror เคลื่อนที่ก็จะทำให้ระยะทางการสะท้อนกลับของรังสีอินฟราเรดของ mobile mirror และ fixed mirror ไม่เท่ากันซึ่งก็จะส่งผลให้รังสีอินฟราเรดที่ได้มีความยาวคลื่นเปลี่ยนไปอันเกิดจากการแทรกสอดแบบเสริมกัน หรือหักล้างกัน เรียกว่า interferogram รังสีอินฟราเรดที่มีความยาวคลื่นต่างๆ จะสะท้อนไปที่ sample compartment ผ่าน sample ซึ่งจะมีการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดเอาไว้บางส่วนในบางความยาวคลื่น ส่วนอินฟราเรดที่ไม่ถูกดูดกลืนก็จะผ่านเข้าสู่ detector สัญญาณที่ได้คอมพิวเตอร์จะทำการแปลงสัญญาณ interferogram ด้วยสมการ Fourier transform ผลที่ได้จะเป็นสเปกตรัมการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของสารที่มีความยาวคลื่นต่างๆ

โดยช่วงรังสีอินฟราเรดที่เราใช้ในการวิเคราะห์หา %antioxidants ของสารประกอบฟีนอล จะอยู่ที่ตำแหน่งประมาณ 3650 cm^{-1} และ 860 cm^{-1} ซึ่งจะอยู่ในช่วง middle infrared region wavenumber (MIR) $4,000 - 400\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งมีความถี่ตรงกับความถี่ของการสั่นของพันธะโคเวเลนต์ในโมเลกุลของสาร เมื่อสารตัวอย่างได้รับพลังงานจากคลื่นรังสีอินฟราเรดที่พอเหมาะจะเกิดการสั่นหรือการหมุนของพันธะของโมเลกุล ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงค่าโมเมนต์ขั้วคู่ของโมเลกุล ทำให้โมเลกุลเกิดการดูดกลืนแสงแล้ววัดแสงที่ส่งผ่านออกมา แสดงผลลัพธ์เป็นความสัมพันธ์ของความถี่ หรือ wave number กับการส่งผ่านของแสง เรียกว่า อินฟราเรดสเปกตรัม (infrared spectrum-IR spectrum)^[12]

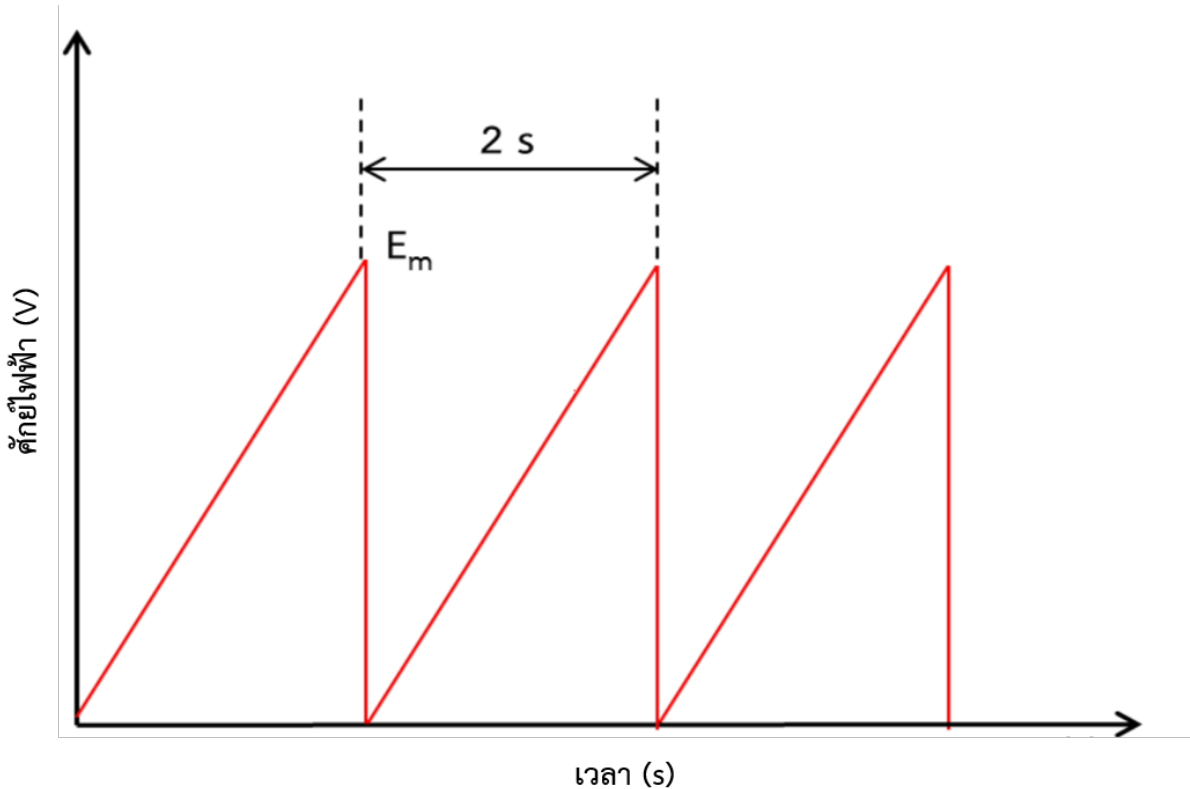
1.3.3 หลักการของลิเนียร์สวิตช์โวลแทมเมทรี (linear sweep voltammetry)

วิธีการวัดหาปริมาณสารประกอบอะโรมาติกฟีนอลด้วยวิธี RULER (Remaining useful life evaluation routine) ที่ใช้ในการวิเคราะห์น้ำมันในงานวิจัยนั้น ใช้หลักการทางเคมีไฟฟ้าคือเทคนิค linear sweep voltammetry เป็นเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าที่อาศัยความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้ากับการเปลี่ยนแปลงทางเคมีในการวิเคราะห์ค่าที่เราต้องการ เช่น ความเข้มข้นของสารละลายที่วิเคราะห์ เป็นต้น โดยพื้นฐานของเคมีวิเคราะห์เชิงไฟฟ้า คือ ปฏิกริยารีดอกซ์ หรือ ปฏิกริยาออกซิเดชัน-รีดักชัน ซึ่งเป็นปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นโดยมีการถ่ายโอนอิเล็กตรอนจากสารสปีชีส์หนึ่งไปยังอีกสปีชีส์หนึ่ง ซึ่งสามารถนำมาใช้ในการวิเคราะห์ได้ โดยวัดสมบัติทางไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยารีดอกซ์ภายในเซลล์ไฟฟ้าเคมี (electrochemical cell) ค่าทางไฟฟ้าที่วัดได้นั้นมีความสัมพันธ์โดยตรงกับปริมาณของสารที่ต้องการวิเคราะห์

การวิเคราะห์ด้วยโวลแทมเมทรีแตกต่างจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอื่น คือต้องจัดเซลล์อิเล็กโทรไลต์ ขั้วไฟฟ้าใช้งานต้องเป็นขั้วไฟฟ้าจุลภาค (ขั้วไฟฟ้าจุลภาค คือ ขั้วไฟฟ้าใช้งานที่จำเป็นต้องมีขนาดเล็ก มีพื้นที่ผิวน้อยมาก เพื่อให้เกิดการโพลาไรเซชัน) และต้องมีการบันทึกกระแสไฟฟ้าตามศักย์ที่ให้ก็บวงจรหรือขั้วไฟฟ้า โดยถือว่า ศักย์ไฟฟ้าที่ให้ก็บวงจรในช่วงระยะเวลาหนึ่งเป็นเสมือนสัญญาณกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาเคมีและเกิดการไหลของกระแสไฟฟ้า และสัญญาณกระตุ้นที่แตกต่างกันไปย่อมทำให้เกิดการตอบสนองของกระแสไฟฟ้าที่ต่างกัน

ลิเนียร์สวิตช์โวลแทมเมทรี เป็นเทคนิคในกลุ่มโวลแทมเมทรี ที่ให้ศักย์ไฟฟ้าแก่เซลล์มีลักษณะเป็นสามเหลี่ยม **รูปที่ 1.4** โดยจะเริ่มให้ศักย์ไฟฟ้าจาก 0 โวลต์ และค่อยๆเพิ่มไปจนถึง 0.5 โวลต์ ภายใน 2 วินาที แล้ว

จะลดลงเท่ากับค่าเริ่มต้นทันทีหลังจากนั้นจะค่อยๆ เพิ่มขึ้นถึง 0.5 โวลต์ อีกภายใน 2 วินาที การสแกนนี้จะต้องเป็นไปอย่างรวดเร็ว ซึ่งวิธีของลิเนียร์สวீปโวลแทมเมทรี มีความไวสูงมาก กระแสไฟฟ้าที่วัดได้มีค่ามากกว่ากระแสจากการแพร่และในขณะเดียวกันกับกระแสตกค้าง (residual current) จะมีค่าลดลงซึ่งทำให้การวิเคราะห์มีความไวสูงขึ้นเมื่อเทียบกับวิธีอื่นๆ^[13]



รูปที่ 1.4 โวลเตจโปรแกรมในการทำลิเนียร์สวี่ปโวลแทมเมทรี

1.3.4 หลักการวิเคราะห์น้ำมันด้วยเทคนิค RULER หรือ ลิเนียร์สวี่ปโวลแทมเมทรี

RULER เป็นวิธีการประเมินอายุของสารหล่อลื่น โดยใช้ปริมาณของสารต้านอนุมูลอิสระ ที่เหลืออยู่เพื่อบ่งชี้อายุไขที่เหลือของสารหล่อลื่น อ้างอิงวิธีการทดสอบมาตรฐานตาม ASTM D6971 (Measurement of phenolic and aminic antioxidants in lubricants) และ ASTM D6810 (Measurement of phenolic antioxidants in lubricants) ซึ่ง RULER ถือเป็นวิธีการทดสอบหนึ่งที่ใช้เพื่อพิจารณาร่วมกับค่าที่ได้จากการทดสอบอื่นๆ ได้แก่ RPVOT (rotating pressure vessel oxidation), FTIR, TBN (total base number) และ TAN (total acid number) สำหรับเป็นข้อมูลในการระบุอายุไขที่เหลืออยู่ของสารหล่อลื่นได้อย่างถูกต้องและน่าเชื่อถือ^[7]

การทดสอบด้วยเทคนิค RPVOT คือการประเมินค่าความเสถียรในน้ำมันโดยการหาความต้านทานการเกิด oxidation ของน้ำมัน แล้วจึงนำค่ามาเปรียบเทียบกับระหว่างน้ำมันที่ใช้งานแล้วกับน้ำมันใหม่ ทำให้ประเมินคุณสมบัติของน้ำมันในการต้านทานการเกิด oxidation ได้ , ประเมินประสิทธิภาพของสารปรุงแต่งที่อยู่ในน้ำมัน ,

เปรียบเทียบคุณสมบัติของน้ำมันที่ผ่านการใช้งานแล้วกับน้ำมันใหม่ได้ และประเมินอายุการใช้งานที่เหลืออยู่ของน้ำมันที่กำลังใช้งานได้^[14]

การทดสอบด้วยเทคนิค TBN คือการหาความเป็นด่างในน้ำมันหล่อลื่นโดยใช้การไตเตรตด้วยวิธีโพเทนชิโอเมตริกไทเทรชัน^[15]

การทดสอบด้วยเทคนิค TAN คือการวัดปริมาณของกรดทั้งหมดที่มีอยู่ในน้ำมันตัวอย่าง ด้วยวิธีการไตเตรตโดยติดตามการเปลี่ยนสีของอินดิเคเตอร์หรือแบบการวัดศักย์ไฟฟ้า^[16]

1.3.5 หลักการวิเคราะห์น้ำมันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรเมทรี (Fourier Transform Infrared Spectrometry หรือ FTIR)

เทคนิค FTIR เป็นเทคนิคที่ใช้ในการหาค่าของ additives depletion (สารปรุงแต่งที่เติมลงไปน้ำมันทำให้มีประสิทธิภาพดีขึ้น), contamination (สิ่งที่ปนเปื้อนลงไปน้ำมัน เช่น ฝุ่น, สารเคมี, น้ำ), oil degradation (การเสื่อมสภาพของน้ำมัน) โดยดูจากค่า oxidation, nitration, sulfation เป็นหลัก^[14]

จากการเก็บผลการวิเคราะห์ปริมาณ antioxidants ในน้ำมัน turbine ชนิด MOBIL DTE 846 ISO 46 ด้วยเทคนิค FTIR และ RULER ดังตารางที่ 1.2 พบว่าการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR มีค่า %antioxidants ที่มากกว่าการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค RULER ซึ่งจากการเก็บข้อมูลน้ำมันกว่า 102 ตัวอย่างพบว่าการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR ได้ผลการทดลองมากกว่า RULER ถึง 96% โดยประมาณจากสารตัวอย่างทั้งหมดที่ทำการวิเคราะห์ ฉะนั้นจึงสนใจที่จะศึกษาถึงความแตกต่างระหว่างการวิเคราะห์ด้วยทั้งสองเทคนิคว่ามีความแตกต่างกันเพราะเหตุใด และเทคนิคใดให้ผลการวิเคราะห์ที่มีประสิทธิภาพมากกว่ากัน

ตารางที่ 1.2 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์หาค่า %antioxidants ของสารประกอบพีนอลที่เหลืออยู่ในน้ำมัน used oil ด้วยเทคนิค RULER และ FTIR

Sample ID	Oil type	Unit type	% Antioxidants with New Oil	
			RULER	FTIR
20073199	MOBIL DTE 846 ISO 46	Engine Turbine Gas	12.2	57
20073198	MOBIL DTE 846 ISO 46	Engine Turbine Gas	18.7	73
20073149	MOBIL DTE 846 ISO 46	Engine Turbine Steam	97.7	99
20072990	MOBIL DTE 846 ISO 46	Engine Turbine Steam	9.4	6
20072988	MOBIL DTE 846 ISO 46	Engine Turbine Steam	8.4	6
20072986	MOBIL DTE 846 ISO 46	Engine Turbine Gas	14.2	61
20072985	MOBIL DTE 846 ISO 46	Engine Turbine Gas	11.8	60
20072984	MOBIL DTE 846 ISO 46	Engine Turbine Gas	15.1	69
20072983	MOBIL DTE 846 ISO 46	Engine Turbine Gas	12.3	64
20072780	MOBIL DTE 846 ISO 46	Engine Turbine Gas	9.5	73
20072779	MOBIL DTE 846 ISO 46	Engine Turbine Gas	12.7	73
20072154	MOBIL DTE 846 ISO 46	Engine Turbine Steam	17.9	70
20072152	MOBIL DTE 846 ISO 46	Engine Turbine Gas	45.9	85
20072151	MOBIL DTE 846 ISO 46	Engine Turbine Gas	40.8	80
20072047	MOBIL DTE 846 ISO 46	Engine Turbine Steam	14.5	51
20072046	MOBIL DTE 846 ISO 46	Engine Turbine Steam	24.1	93
20072045	MOBIL DTE 846 ISO 46	Engine Turbine Steam	19.5	81
20071337	MOBIL DTE 846 ISO 46	Engine Turbine Steam	62.8	100
20071319	MOBIL DTE 846 ISO 46	Engine Turbine Steam	19.6	64

หมายเหตุ : ข้อมูลที่มีการแรเงาคือ %antioxidants ที่มีค่ามากกว่า

1.4 วัตถุประสงค์งานวิจัย

เพื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ antioxidants ที่ได้จากเทคนิค FTIR และ LSV ว่าแตกต่างกันอย่างไร

1.5 ขอบเขตงานวิจัย

1. เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์จากเทคนิค FTIR และ RULER
2. หาดองค์ประกอบของสารเคมีในน้ำมันด้วยเทคนิค mass spectrometry

1.6 ประโยชน์งานวิจัย

สามารถหาวิธีวิเคราะห์ปริมาณ antioxidants ชนิดสารประกอบฟีนอลในน้ำมันหล่อลื่นที่มีประสิทธิภาพ

บทที่ 2
การทดลอง

2.1 รายการเครื่องมือ อุปกรณ์

2.1.1 Spectrum 100 FTIR Spectrometer



รูปที่ 2.1 Spectrum 100 FTIR Spectrometer

2.1.2 FTIR Cells (ZnSe) Pathlength 0.1 and 0.5 mm.



รูปที่ 2.2 ZnSe absorption cells 0.5 mm

2.1.3 Peristaltic Pump Model BT 100N



รูปที่ 2.3 Peristaltic Pump

2.1.4 Voltammetric Analyzer (RULER) (Model: Rulerview M9000s, Serial No. HO005026 and HO005070, Fluitec), Circuitry designed to optimize the use of voltammetry in a 0.0 - 1.7 Volt range for lubricant.



รูปที่ 2.4 RULER

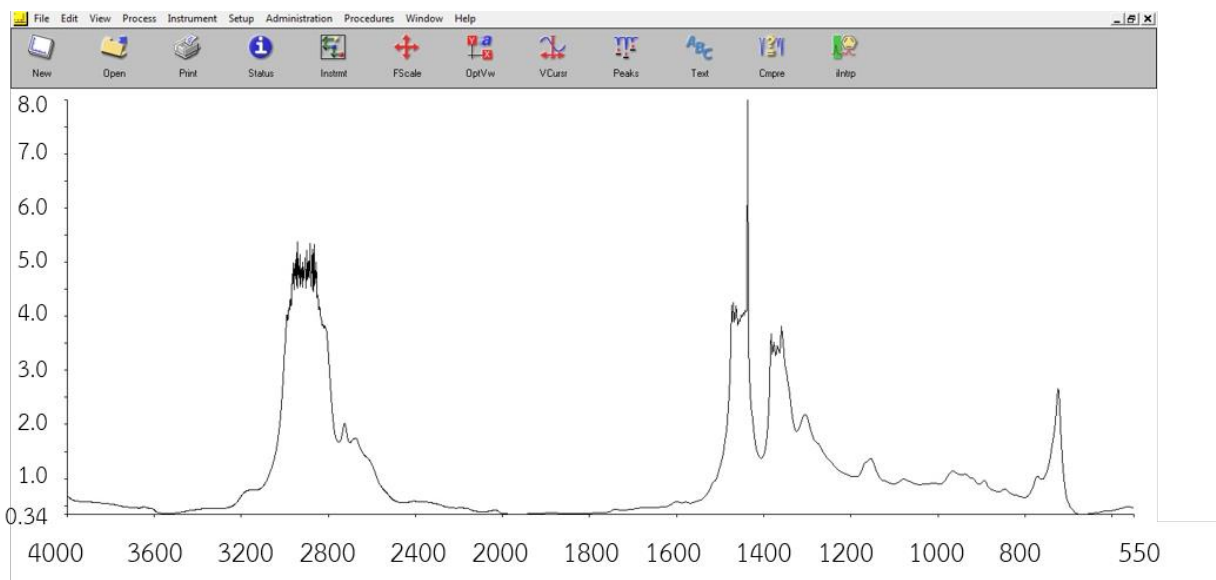
- 2.1.5 Electrode probe (based on 3-electrode sensing system)
- 2.1.6 Vortex Mixer, 2800 to 3000 rpm motor and a pad suitable for mixing test tubes and vials.
- 2.1.7 Sand Vial, 6.4 ml capacity and containing 1 g of sand.

2.2 รายการสารเคมี

- 2.2.1 Hexane , Analytical grade, less than 100 mg/kg water
- 2.2.2 Molecular Seive, Commercial grade (0.3 nm)
- 2.2.3 Siliga Gel, Commercial grade
- 2.2.4 Isopropyl Alcohol, Analytical grade, anhydrous less than 1% water
- 2.2.5 Lithium Perchlorate, Anhydrous 99 %
- 2.2.6 Potassium Hydroxide xx N (KOH)
- 2.2.7 Acetone
- 2.2.8 Ethanol
- 2.2.9 Water HPLC
- 2.2.10 Sand

2.3 การทดสอบตัวอย่างน้ำมันด้วยเทคนิค FTIR

เมื่อทำการตั้งค่าโปรแกรม spectrum โดยการ scan background ให้พร้อมสำหรับการวิเคราะห์สารตัวอย่างให้นำ FTIR Cells (ZnSe) pathlength 0.5 mm. ใส่ลงใน sample area แล้วตั้งความเร็วรอบของ peristaltic pump เพื่อใช้สำหรับดูดสารเข้าใน FTIR cell ให้อยู่ในช่วงระหว่าง 40-50 rpm จากนั้นเริ่มทำการวิเคราะห์ ลักษณะพีคของสารตัวอย่างที่ได้จากการวิเคราะห์ควรจะมีลักษณะดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 ลักษณะพีคของตัวอย่างน้ำมันที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR

2.4 การแปลงไฟล์หลังทดสอบตัวอย่างน้ำมันด้วยเทคนิค FTIR

ทำการปรับ peak FTIR ที่ได้โดยใช้คำสั่ง data tune-up เพื่อให้พีคเรียบ และสามารถคำนวณพื้นที่ใต้พีค (corrected area) ได้

2.5 การคำนวณค่า FTIR Antioxidants

นำ peak FTIR ที่ได้จากการทดลองที่ 2.4 มาทำการคำนวณหา corrected area โดยจะคำนวณพีคของ used oil และ new oil ที่ต้องการเปรียบเทียบ เมื่อได้ corrected area แล้วจะนำมาคำนวณหา %antioxidants ดังสมการที่ 2.1

$$\% \text{ Antioxidants} = \frac{\text{Corrected area ของ used oil}}{\text{Corrected area ของ new oil}} \times 100 \quad \text{-----(2.1)}$$

2.6 การทดสอบตัวอย่างน้ำมันด้วยเทคนิค RULER หรือ Linear Sweep Voltammetry

2.6.1 การเตรียมสารละลาย green solution

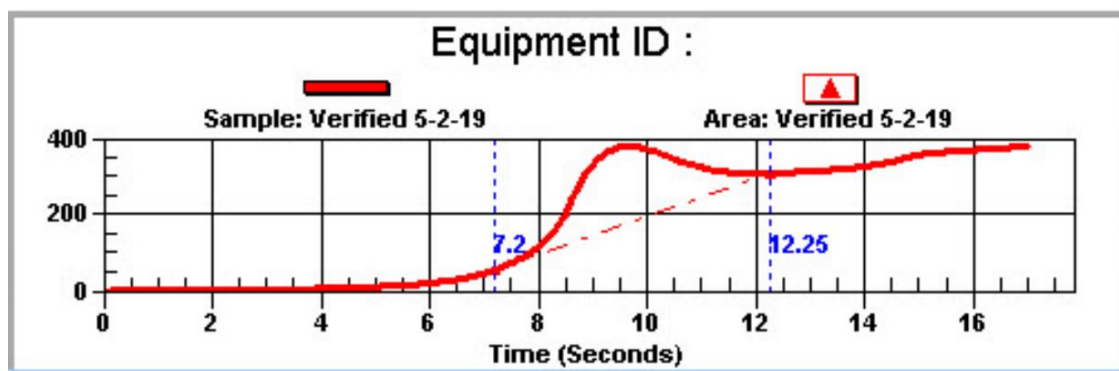
เตรียมสารละลาย green solution โดยละลาย lithium perchlorate ประมาณ 2.16 กรัม (2.16x กรัม) ในอะซีโตนปริมาตร 400 มิลลิลิตร และน้ำเกรด HPLC ปริมาตร 40 มิลลิลิตร ในขวดรูปชมพู่ขนาด 500 มิลลิลิตร จากนั้นนำไป stir เป็นเวลา 15-30 นาที

2.6.2 ขั้นตอนการเตรียม sand vial

นำทรายไปอบในตู้อบลมร้อนที่อุณหภูมิ 120 ° C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไปบรรจุใส่ใน Vial ขนาด 6.4 ml ปริมาณ 1 กรัม

2.6.3 ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างและการตรวจวัด

ทำการตั้งค่าเครื่อง RULER และโปรแกรม R-DMS tablet โดยการ calibrate เครื่องมือด้วยสารละลายที่ใช้ และสภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์เช่น ปริมาณตัวอย่างที่ใช้ สารละลายที่ใช้ และเวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์ จากนั้นเตรียมตัวอย่างในการวิเคราะห์โดยเปิดตัวทำละลายที่เตรียมได้จาก 2.6.1 5 มิลลิลิตร และตัวอย่างน้ำมันปริมาตร 400 ไมโครลิตร ลงใน sand vial จากนั้นเขย่า sand vial ด้วย vortex mixer ความเร็วสูงสุดเป็นเวลา 30 วินาที และตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 2-3 นาที เพื่อให้น้ำมันตกลงไปที่ก้นขวดก่อนทำการวิเคราะห์ เมื่อทำการวิเคราะห์แล้วพิกของน้ำมันตัวอย่างที่ได้ควรมีลักษณะดังรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 ลักษณะพิกของตัวอย่างน้ำมันที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค RULER

2.7 การวิเคราะห์หาค่า RULER ของตัวอย่าง

2.7.1 ตั้งค่าตัวอย่าง new oil ให้เป็น standard

ทำการตั้งค่า new oil ให้เป็น standard เพื่อใช้ในการเปรียบเทียบกับ used oil ที่เราต้องการวิเคราะห์

2.7.2 วิเคราะห์หาค่า %antioxidants ของ used oil เทียบกับ new oil

นำพีคของ used oil ที่ตรวจวัดแล้วจากข้อ 2.6.3 และพีคของ new oil ที่ต้องการนำมาเปรียบเทียบกับ used oil ที่ได้จากข้อ 2.7.1 ซึ่งการเลือก new oil มาเปรียบเทียบกับนั้นต้องเลือกที่ oil type เดียวกัน และต้องมีลักษณะพีคใกล้เคียงกัน จากนั้นโปรแกรมจะทำการคำนวณ %remaining antioxidants ดังสมการที่ 2.2

$$\% \text{ Remaining antioxidants} = \left(\frac{B - C}{D - C} \right) \times 100 \quad \text{-----(2.2)}$$

โดย	B	คือ	พื้นที่ใต้พีคของ used oil
	C	คือ	พื้นที่ใต้พีคของ background จากการ calibrate
	D	คือ	พื้นที่ใต้พีคของ new oil

2.8 วิธีการเตรียมตัวอย่างน้ำมันที่ทำการเติมสารมาตรฐานชนิดต่างๆ

นำสารมาตรฐานที่มีคุณสมบัติคล้ายคลึง กับสารที่เป็น additives ที่เติมลงไปในน้ำมัน ซึ่งได้แก่ สารประกอบอะโรมาติกฟีนอล สารประกอบอะโรมาติกเอมีน และสารประกอบอื่นๆ มาเติมลงในน้ำมัน used oil จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR และ RULER ตามวิธีด้านบน โดยสารประกอบที่ใช้มีดังนี้ N-methylaniline, 2,6-di-tert-butyl-4-methylphenol (BHT), stearic acid, lauric acid และ palmitic acid เพื่อดูลักษณะของพีคที่เกิดขึ้นและ %antioxidants เมื่อเทียบกับ น้ำมัน used oil ที่ไม่ได้ทำการเติมสารมาตรฐานลงไป

2.9 วิธีการสกัดตัวอย่างน้ำมันก่อนทำการวัดด้วยเทคนิค FTIR

นำตัวอย่างน้ำมัน used oil มาสกัดด้วยตัวทำละลาย green solution เช่นเดียวกับการเตรียมสารละลายก่อนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค RULER ตามการทดลองข้อที่ 2.6.3 จากนั้นนำสารละลายที่สกัดได้ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR และ RULER จากนั้นนำไปคำนวณหาค่า %antioxidants ตามวิธีการทดลองที่ได้กล่าวมา

2.10 วิเคราะห์ตัวอย่างน้ำมันด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรี (mass spectrometry หรือ MS)

นำตัวอย่างน้ำมันตัวอย่าง used oil และ new oil มาละลายในตัวทำละลาย isopropanol และน้ำมันตัวอย่างที่ได้จากวิธีการสกัดที่ 2.6.3 ไปทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค mass spectrometry เพื่อดูลักษณะพีคที่เกิดขึ้นว่ามีองค์ประกอบของสารเคมีในน้ำมันแตกต่างกันหรือไม่อย่างไร

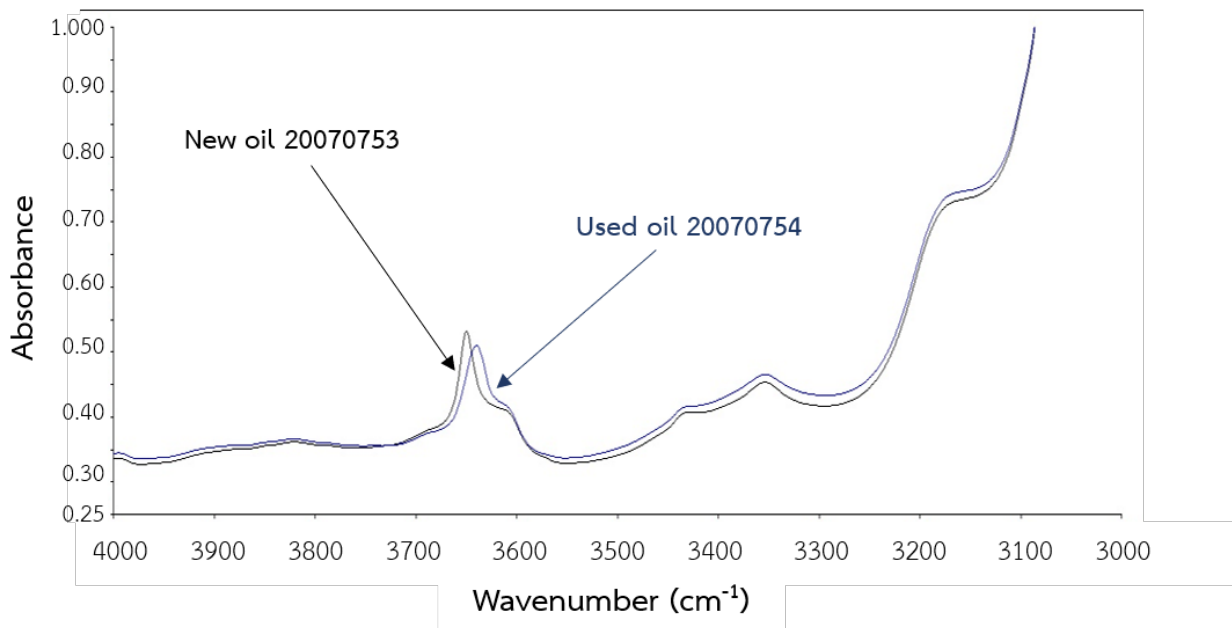
บทที่ 3

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

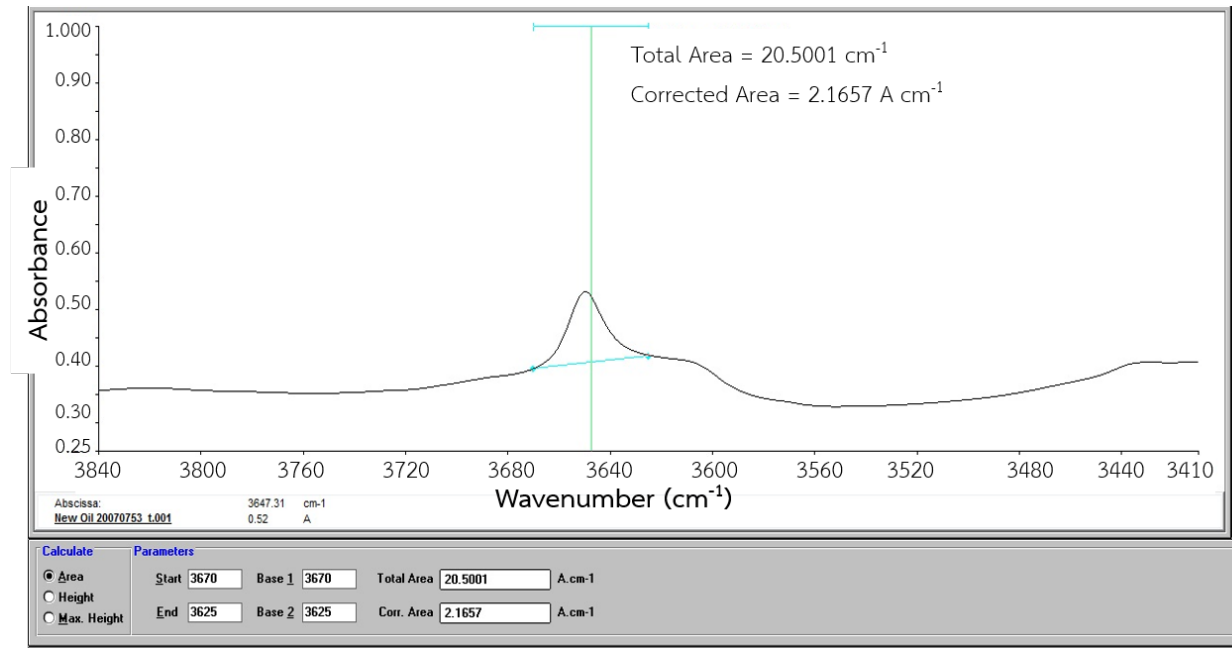
3.1 การวิเคราะห์น้ำมัน Turbine ด้วยเทคนิค RULER และ FTIR

จากผลการวิเคราะห์น้ำมัน turbine ชนิด MOBIL DTE 846 ISO 46 ด้วยเทคนิค FTIR พบว่าลักษณะพีคที่เกิดขึ้นของ new oil 20070753 และ used oil 20070754 มีลักษณะพีคที่เหมือนกัน แตกต่างกันเล็กน้อยที่บริเวณตำแหน่งของพีคที่ $3600 - 3700 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นพีคของหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) ของสารประกอบพีนอล โดยพีคของ new oil จะมี intensity มากกว่าพีคของ used oil ดังรูปที่ 3.1 เมื่อเราได้พีคมาแล้ว จะทำการหา corrected area ของทั้งสองตามวิธีการทดลองจะได้ corrected area ของ new oil เท่ากับ 2.1657 A cm^{-1} ดังรูปที่ 3.2 และ corrected area ของ used oil เท่ากับ 1.8428 A cm^{-1} ดังรูปที่ 3.3 จากนั้นนำมาคำนวณหา %antioxidants ที่คงเหลืออยู่ใน used oil 20070754 โดยใช้ สมการที่ 3.1 จะได้ค่า %antioxidants เท่ากับ 85.1 %

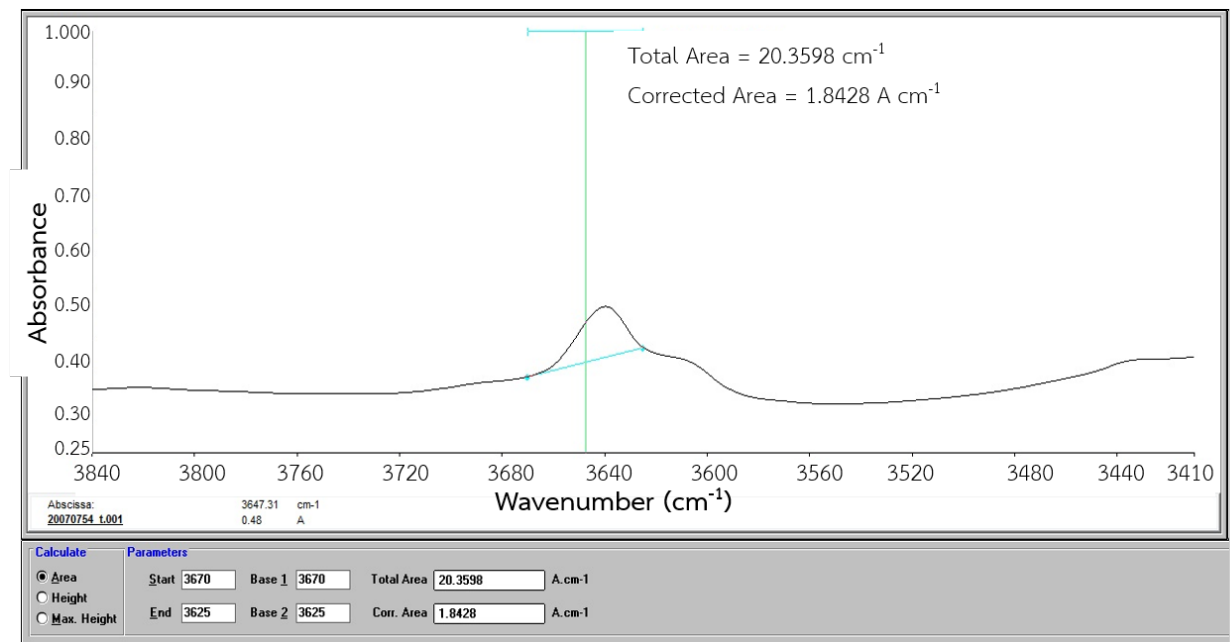
$$\% \text{ Antioxidants} = \frac{\text{Corrected area ของ used oil}}{\text{Corrected area ของ new oil}} \times 100 \quad \text{-----(3.1)}$$



รูปที่ 3.1 ลักษณะพีคของ new oil 20070753 และ used oil 20070754 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR

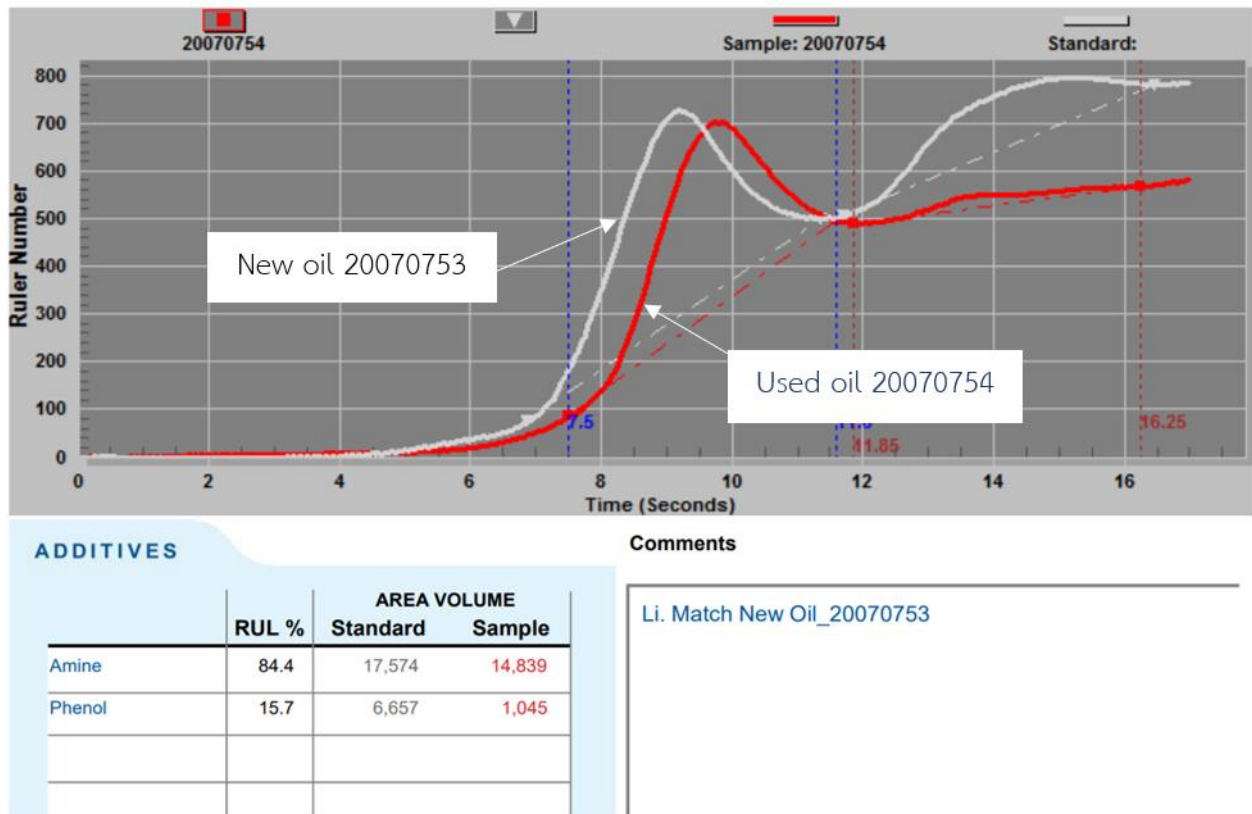


รูปที่ 3.2 ลักษณะพีคของ new oil 20070753 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR



รูปที่ 3.3 ลักษณะพีคของ used oil 20070754 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR

จากการวิเคราะห์ new oil และ used oil ด้วยเทคนิค RULER โดยใช้ green solution เป็นตัวทำละลาย พบว่าทั้ง new oil และ used oil มีพีคเกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 6-12 seconds และ 12-16 seconds ดังรูปที่ 3.4 ซึ่งเป็นพีคของสารประกอบอะโรมาติกเอมีน และสารประกอบฟีนอล ตามลำดับ



รูปที่ 3.4 ลักษณะพีคของ new oil 20070753 และ used oil 20070754 ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค RULER

จากนั้นทำการคำนวณหาค่า %antioxidants ที่คงเหลืออยู่ใน used oil เทียบกับ new oil จะได้ค่า %antioxidants ของสารประกอบอะโรมาติกเอมีน และสารประกอบฟีนอล เท่ากับ 84.4 และ 15.7 ตามลำดับ การวิเคราะห์หา %antioxidants ของสารประกอบฟีนอลแสดงดังตารางที่ 3.1 พบว่าการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR มักจะมีค่า %antioxidants ของสารประกอบฟีนอลมากกว่าการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค RULER ฉะนั้นจึงได้หาวิธีการทดลองเพื่อพิสูจน์ว่าเพราะเหตุใด การวิเคราะห์น้ำมัน turbine ชนิด MOBIL DTE 846 ISO 46 ด้วยเทคนิค FTIR จึงมีค่ามากกว่าการวิเคราะห์ด้วย เทคนิค RULER โดยการทดลองแรกที่ทำได้แก่ การสกัดน้ำมันตัวอย่างที่ต้องการด้วยตัวทำละลายที่ใช้สำหรับวิเคราะห์ด้วยเทคนิค RULER จากนั้นนำสารละลายน้ำมันที่สกัดได้มาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR และ RULER ตามปกติ ซึ่งผลการวิเคราะห์ที่ได้จะกล่าวในหัวข้อถัดไป

ตารางที่ 3.1 ผลการวิเคราะห์หาค่า %antioxidants ของสารประกอบฟีนอลที่เหลืออยู่ในน้ำมัน used oil ด้วยเทคนิค RULER และ FTIR

Sample ID	Oil type	% Antioxidants with New Oil	
		RULER	FTIR
20073198	MOBIL DTE 846 ISO 46	2.00	59.7
20072780	MOBIL DTE 846 ISO 46	4.60	72.1
20072779	MOBIL DTE 846 ISO 46	5.40	70.9
20072154	MOBIL DTE 846 ISO 46	31.7	70.6
20072047	MOBIL DTE 846 ISO 46	4.30	39.4
20072046	MOBIL DTE 846 ISO 46	41.3	72.7
20072045	MOBIL DTE 846 ISO 46	18.3	64.1
20071337	MOBIL DTE 846 ISO 46	86.5	84.1

หมายเหตุ : ข้อมูลที่มีการแรเงาคือ %antioxidants ที่มีค่ามากกว่า

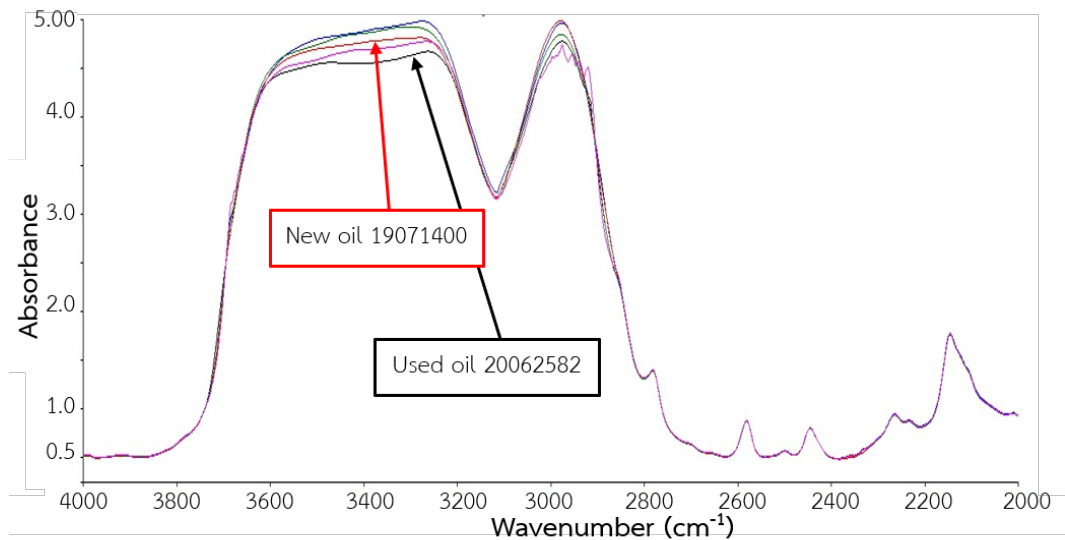
3.2 การวิเคราะห์น้ำมัน turbine ด้วยเทคนิค RULER และ FTIR หลังจากผ่านการสกัดด้วยตัวทำละลาย

จากการทดลองนำน้ำมัน new oil และ used oil ไปสกัดด้วยตัวทำละลาย green solution ก่อนนำมาทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR เพื่อจะดูลักษณะพีคที่เกิดขึ้นว่ามีความแตกต่างจากการวิเคราะห์น้ำมันด้วยเทคนิค FTIR แบบปกติหรือไม่ โดยจะใช้ปริมาณน้ำมันตัวอย่าง 400, 600 และ 800 μl พบว่าลักษณะพีคของ new oil และ used oil ที่ได้แตกต่างจากการวิเคราะห์แบบปกติคือจะมีลักษณะพีค ที่กว้างบริเวณตำแหน่งตั้งแต่ $3000\text{-}3800\text{ cm}^{-1}$

ดั่งรูปที่ 3.5 จากนั้นนำพีคที่ได้มาคำนวณเพื่อหาค่า %antioxidants ของสารประกอบฟีนอลพบว่าได้ค่า %antioxidants = 94.6 ค่าที่ได้จากการทดลองทั้งหมดจะแสดงใน**ตารางที่ 3.2** ซึ่งจากผลการวิเคราะห์เทียบกับค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR แบบปกติซึ่งมีค่า 60.2 ถือว่าค่าที่ได้มีความแตกต่างกันค่อนข้างมาก เป็นผลมาจากพีคที่บริเวณตำแหน่ง $3000\text{-}3800\text{ cm}^{-1}$ มีพีคขนาดใหญ่เกิดขึ้นซึ่งเป็นพีคของตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัดนั่นก็คือ หมู่ -OH ของอะซิโตนและน้ำ ทำให้พีคที่เกิดขึ้นบดบังพีคของหมู่ -OH จากสารประกอบฟีนอลของน้ำมันซึ่งมีขนาดเล็กมาก ทำให้ผลการทดลองที่ได้คลาดเคลื่อนมาก จึงสรุปได้ว่าวิธีการทดลองนี้ไม่สามารถบอกได้ว่าการวิเคราะห์น้ำมันด้วยเทคนิค FTIR และ RULER มีความแตกต่างกันเพราะเหตุใด

ตารางที่ 3.2 ผลการวิเคราะห์หาค่า %antioxidants ด้วยเทคนิค RULER และ FTIR ของสารประกอบฟีนอลที่เหลืออยู่ในน้ำมัน used oil ที่สกัดด้วย green solution

Sample ID	% Antioxidants with New Oil					
	RULER		FTIR	FTIR (Extracted)		
				400 μ l	600 μ l	800 μ l
20062580	7.10	8.20	60.2	94.6	115	220
20062581	5.70	6.80	63.8	58.1	122	311
20062582	4.20	11.3	58.5	116	85.2	244
20062583	37.5	34.6	67.0	60.7	115	141

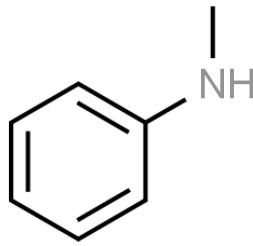


รูปที่ 3.5 ลักษณะพีคของ new oil และ used oil ที่สกัดด้วย green solution และวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR

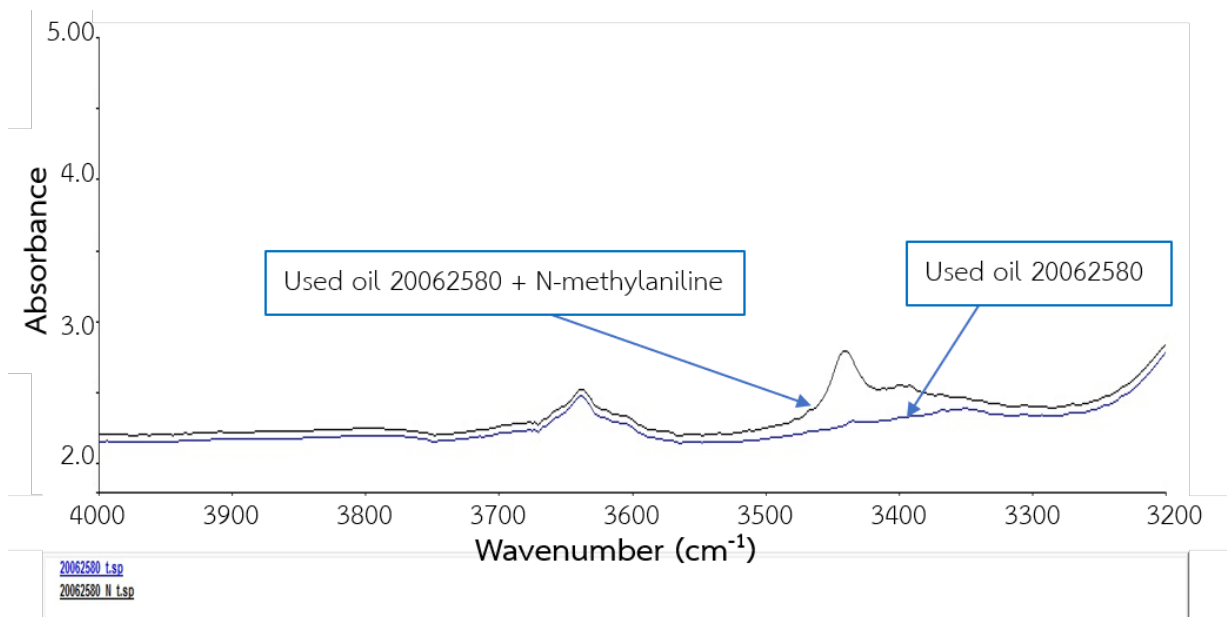
3.3 การวิเคราะห์น้ำมัน Turbine ด้วยเทคนิค RULER และ FTIR หลังจากเติมสารมาตรฐานชนิดต่างๆ

จากการทดลองนำสารมาตรฐานที่มีคุณสมบัติคล้ายคลึง กับสารที่เป็น additives มาเติมลงไปใส่น้ำมันและทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR และ RULER เพื่อวิเคราะห์ผลการทดลองที่ได้ว่ามีผลต่อค่า %antioxidants ที่เป็นสารประกอบฟีนอลหรือไม่ โดยจะได้ผลการทดลองดังนี้

เติม N-methylaniline ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างดังรูปที่ 3.6 ลงไปในน้ำมันตัวอย่างจากนั้นทำให้ละลายโดยการคน และนำไป vertex จากนั้นตั้งทิ้งไว้จนละลาย แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR และ RULER ได้ผลการทดลองดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.6 โครงสร้างของ N-methylaniline



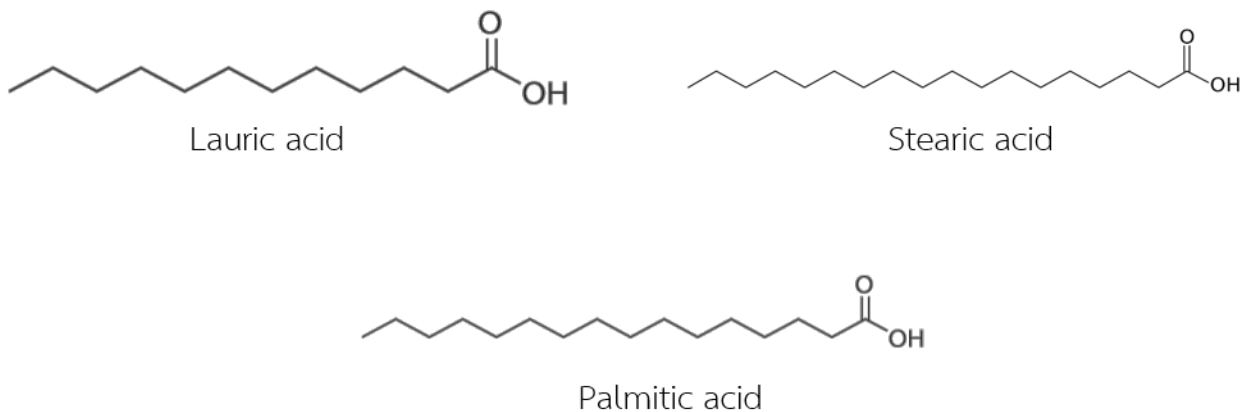
รูปที่ 3.7 ลักษณะพีคของ used oil ที่เติม N-methylaniline และวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR

จากรูปที่ 3.7 พีคสีดำด้านบนได้แก่พีคของตัวอย่างน้ำมัน ที่เติม N-methylaniline เทียบกับพีคสีน้ำเงินด้านล่างคือพีคของตัวอย่างน้ำมัน used oil 20062580 ปกติที่ไม่ได้มีการเติมสาร N-methylaniline จะเห็นได้ว่าลักษณะพีคของตัวอย่างน้ำมันที่มีการเติม N-methylaniline ลงไปจะมีพีคขึ้นที่บริเวณ $3400-3500\text{ cm}^{-1}$ และ $3600-3700\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งน่าจะเป็นพีคของหมู่ -NH จาก N-methylaniline ซึ่งเป็นสารประกอบอะโรมาติกฟีนอล และพีคของหมู่ -OH จากสารประกอบฟีนอลและสารเติมแต่งอย่างอื่นในน้ำมัน เช่น กรดคาร์บอกซิลิกและแอลกอฮอล์ต่างๆ ส่วนพีคของตัวอย่าง

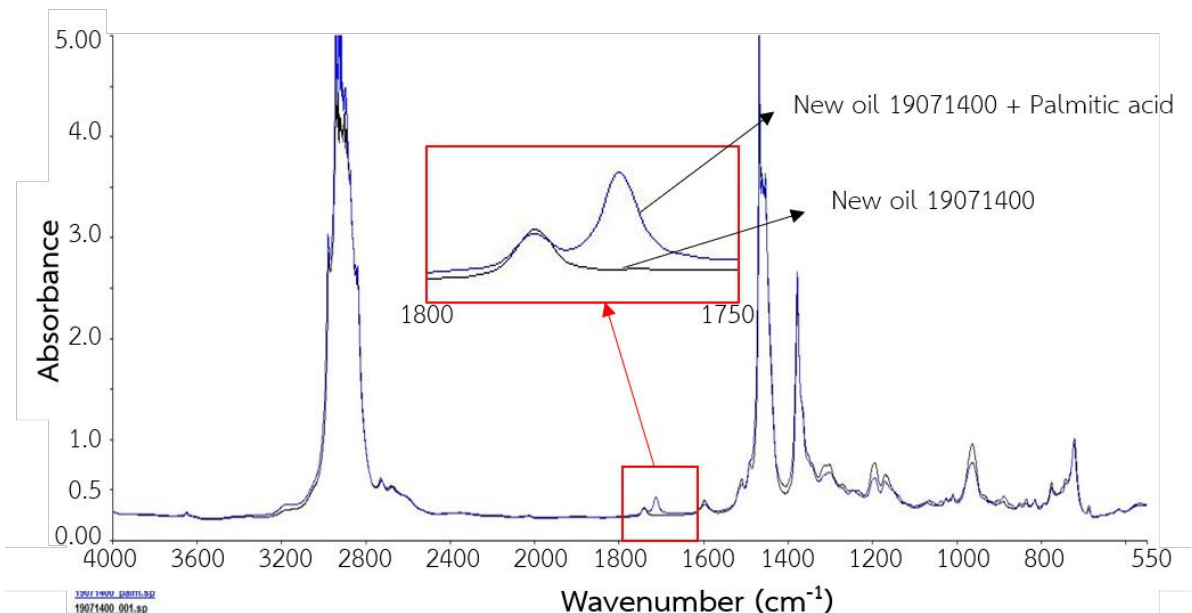
น้ำมัน used oil 20062580 ที่ไม่ได้เติม N-methylaniline จะเห็นได้ว่ามีแค้พีคขึ้นที่บริเวณ $3600-3700\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งน่าจะเป็นพีคของหมู่ -OH จากสารประกอบฟีนอลและสารเติมแต่งอย่างอื่นในน้ำมัน

ตัวอย่างนี้ไม่สามารถวิเคราะห์ด้วยเทคนิค RULER ได้เนื่องจากมีความเข้มข้นของสารประกอบอะโรมาติกเอมีนที่เกินกว่าขีดจำกัดสูงสุดของเครื่องมือวิเคราะห์ หากวิเคราะห์จะเป็นอันตรายต่อชีวไฟฟ้าที่ใช้ในการวิเคราะห์

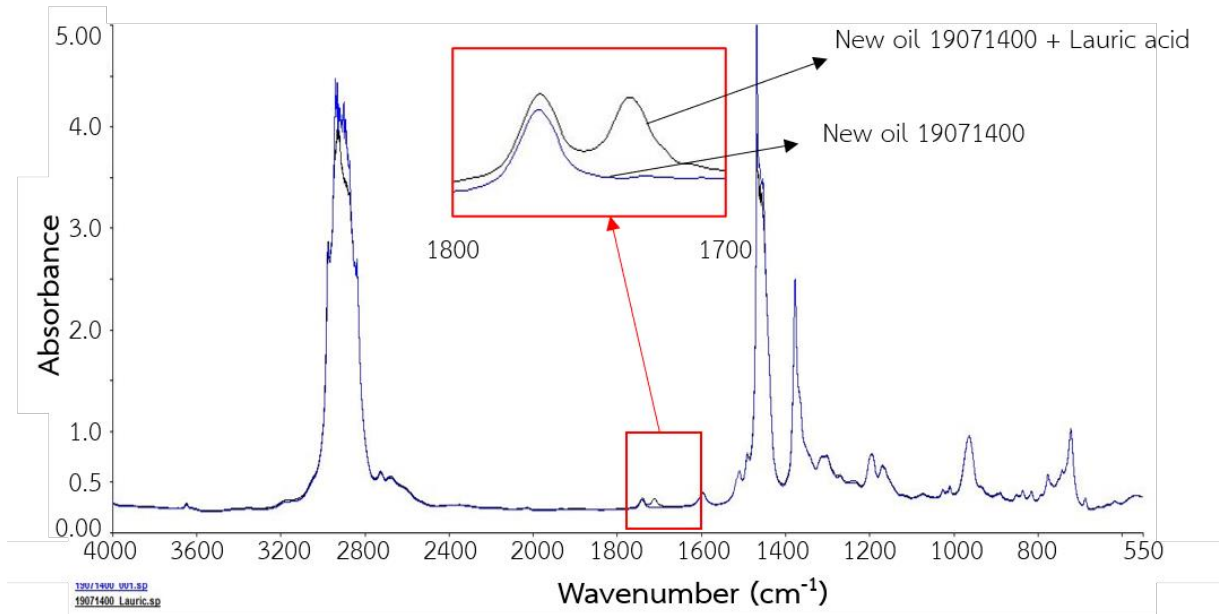
เติม palmitic acid, lauric acid และ stearic acid ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างดังรูปที่ 3.8 ลงในน้ำมัน จากนั้นทำให้ละลายโดยการคน และนำไป vertex จากนั้นตั้งทิ้งไว้จนละลาย แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR ได้ผลการวิเคราะห์ดังรูปที่ 3.9, รูปที่ 3.10 และ รูปที่ 3.11



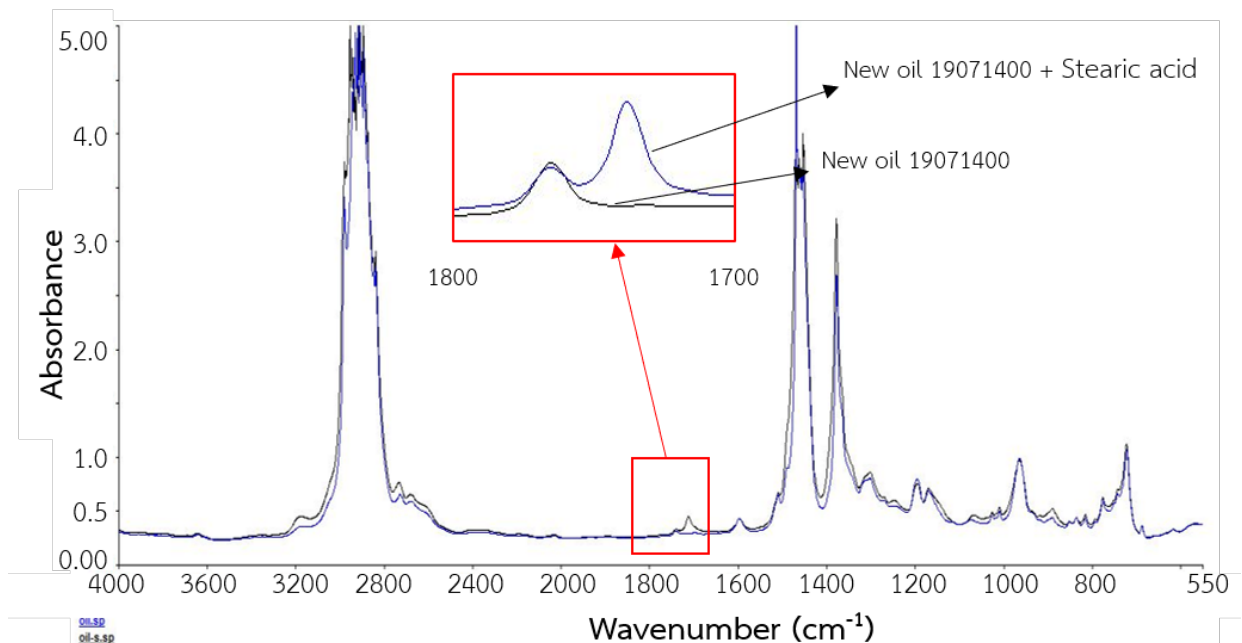
รูปที่ 3.8 โครงสร้างของ lauric acid, stearic acid และ palmitic acid



รูปที่ 3.9 ลักษณะพีคของน้ำมัน 19071400 ที่เติม palmitic acid และวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR



รูปที่ 3.10 ลักษณะพีคของน้ำมัน 19071400 ที่เติม lauric acid และวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR

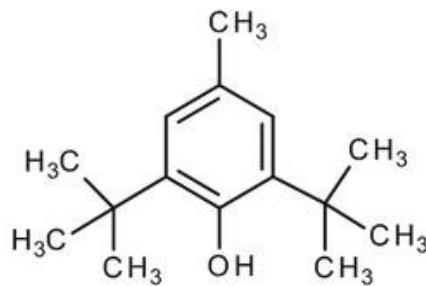


รูปที่ 3.11 ลักษณะพีคของน้ำมัน 19071400 ที่เติม stearic acid และวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR

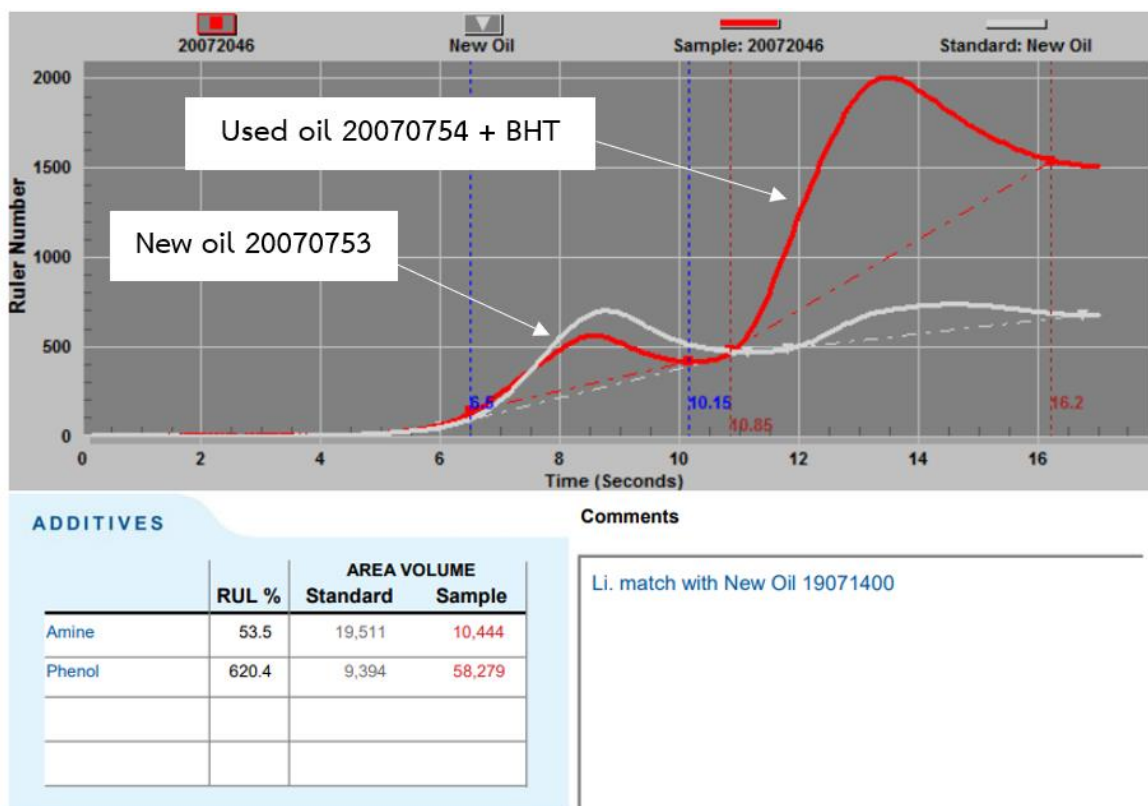
จากรูปที่ 3.9, รูปที่ 3.10 และ รูปที่ 3.11 จะเห็นได้ว่าลักษณะพีคของน้ำมันตัวอย่างที่เติม palmitic acid, lauric acid และ stearic acid เทียบกับน้ำมันตัวอย่างที่ไม่ได้เติม พบว่าตัวอย่างน้ำมันที่เติมสารทั้งสามชนิดจะมีลักษณะพีคที่คล้ายๆกันคือมีพีคที่ตำแหน่ง $1700-1800\text{ cm}^{-1}$ 2 พีค ซึ่งน่าจะเป็นพีคของหมู่ carbonyl (C=O) ของสารเติมแต่งที่อยู่ในน้ำมันตัวอย่าง และอีก 1 พีคของหมู่ carbonyl (C=O) ของ palmitic acid, lauric acid และ stearic acid ส่วน

น้ำมันตัวอย่างที่ไม่ได้เติมพบว่ามีลักษณะพีคที่คล้ายกันแต่มีพีคที่ตำแหน่ง $1700-1800\text{ cm}^{-1}$ เพียงพีคเดียวซึ่งเป็นพีคของสารเติมแต่งที่มีอยู่ในน้ำมันอยู่แล้ว และจากลักษณะของกราฟ FTIR ที่ได้จะเห็นว่าตำแหน่งพีคประมาณ $3600-3700\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นพีคของหมู่ -OH ของสารประกอบฟีนอล ไม่มีความแตกต่างกัน จึงสรุปได้ว่าการเติม palmitic acid, lauric acid และ stearic acid ที่มีคุณสมบัติเหมือนสารเติมแต่งที่ใช้ในน้ำมันไม่มีผลต่อการคำนวณหาค่า %antioxidants ของสารประกอบฟีนอลด้วยเทคนิค FTIR

เติม 2,6-di-tert-butyl-4-methylphenol (BHT) มีลักษณะโครงสร้างดังรูปที่ 3.12 ลงในน้ำมันจากนั้นทำให้ละลายโดยการคน และนำไป vertex จากนั้นตั้งทิ้งไว้จนละลาย แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR และ RULER ได้ผลการวิเคราะห์ดังรูปที่ 3.13

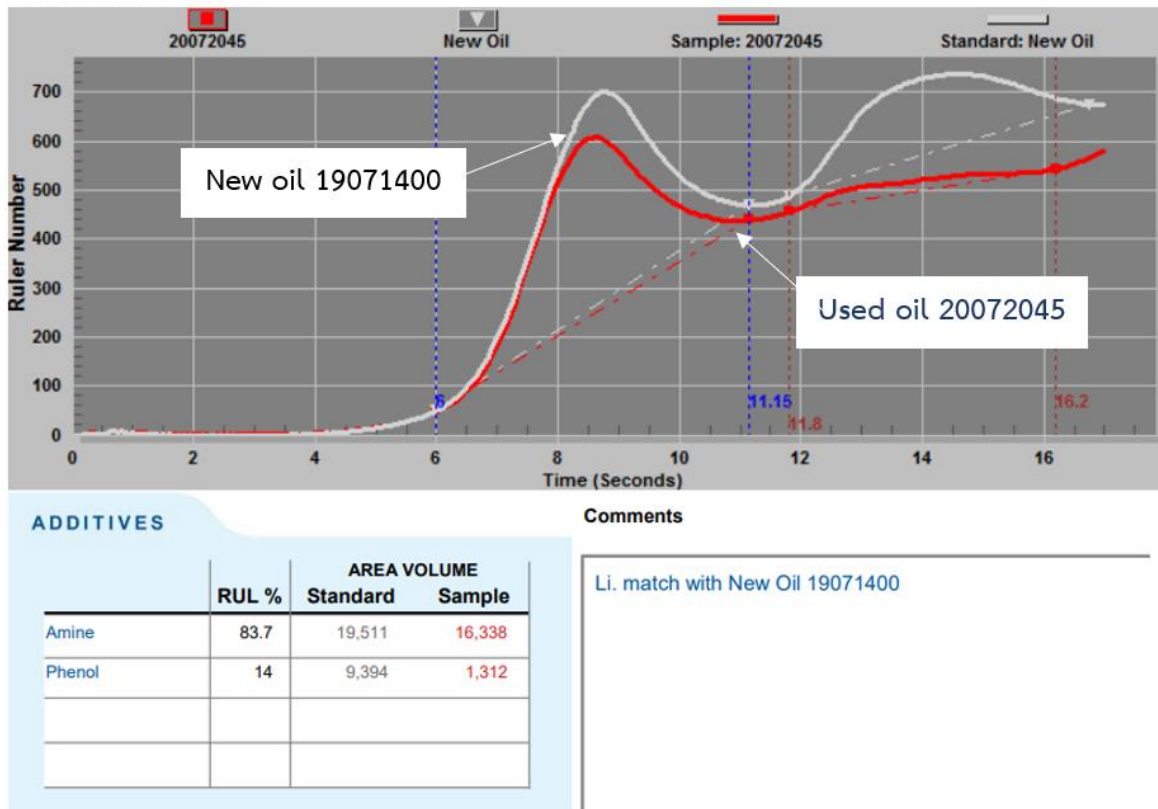


รูปที่ 3.12 โครงสร้างของ 2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol (BHT)



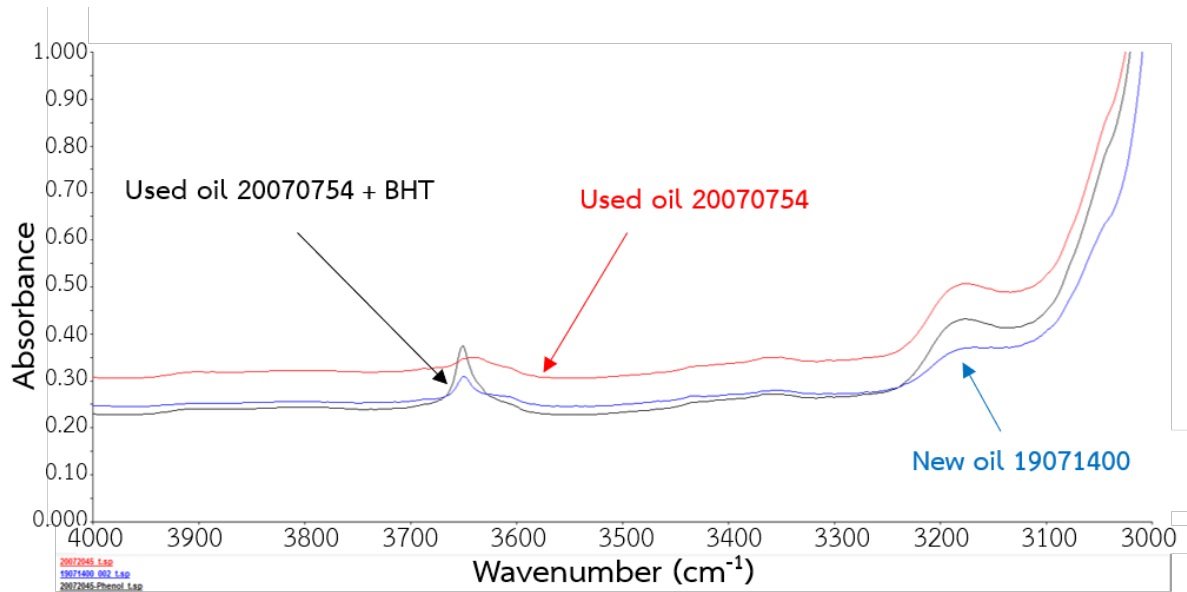
รูปที่ 3.13 ลักษณะพีคของ new oil 19071400 และ used oil 20072045 + 2,6-di-tert-butyl-4-methylphenol (BHT) ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค RULER

จากการวิเคราะห์ new oil และ used oil ที่เติม 2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol (BHT) ด้วยเทคนิค RULER โดยใช้ green solution เป็นตัวทำละลาย พบว่าทั้ง new oil และ used oil มีพีคเกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 6-11 seconds และ 11-16 seconds ดังรูปที่ 3.13 ซึ่งเป็นพีคของสารประกอบอะโรมาติกเอมีน และสารประกอบฟีนอล ตามลำดับ จากนั้นทำการคำนวณหาค่า %antioxidants ที่คงเหลืออยู่ใน used oil เทียบกับ new oil จะได้ %antioxidants ของสารประกอบอะโรมาติกเอมีน และสารประกอบฟีนอล เท่ากับ 53.5 และ 620 ตามลำดับ

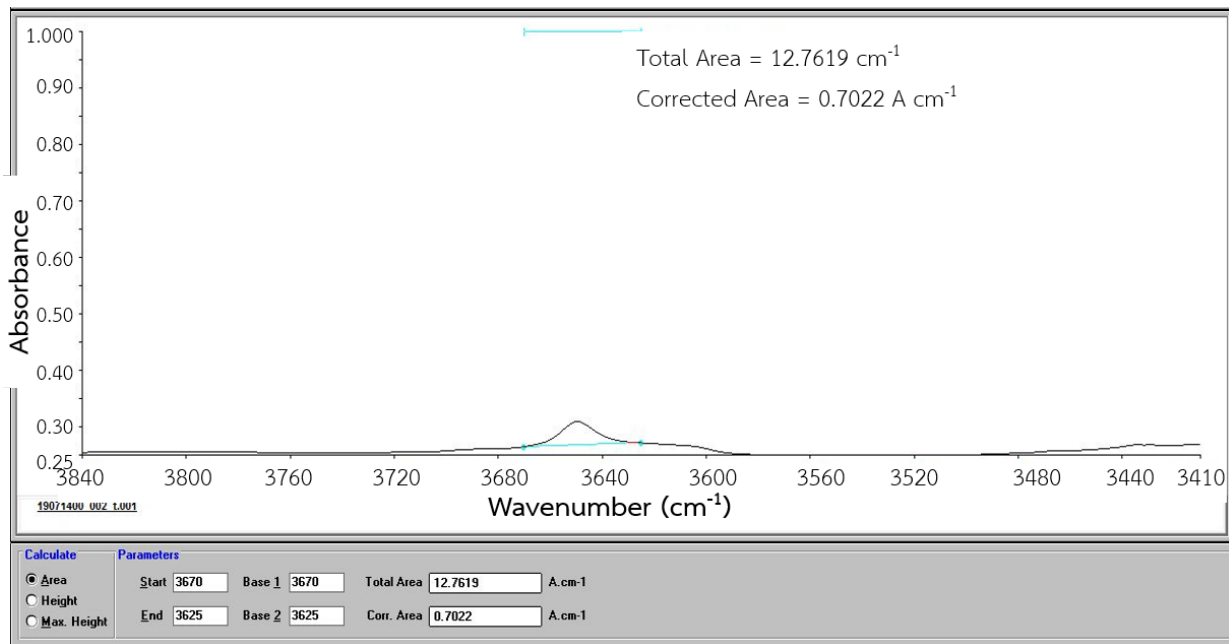


รูปที่ 3.14 ลักษณะพีคของ new oil 19071400 และ used oil 20072045 ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค RULER

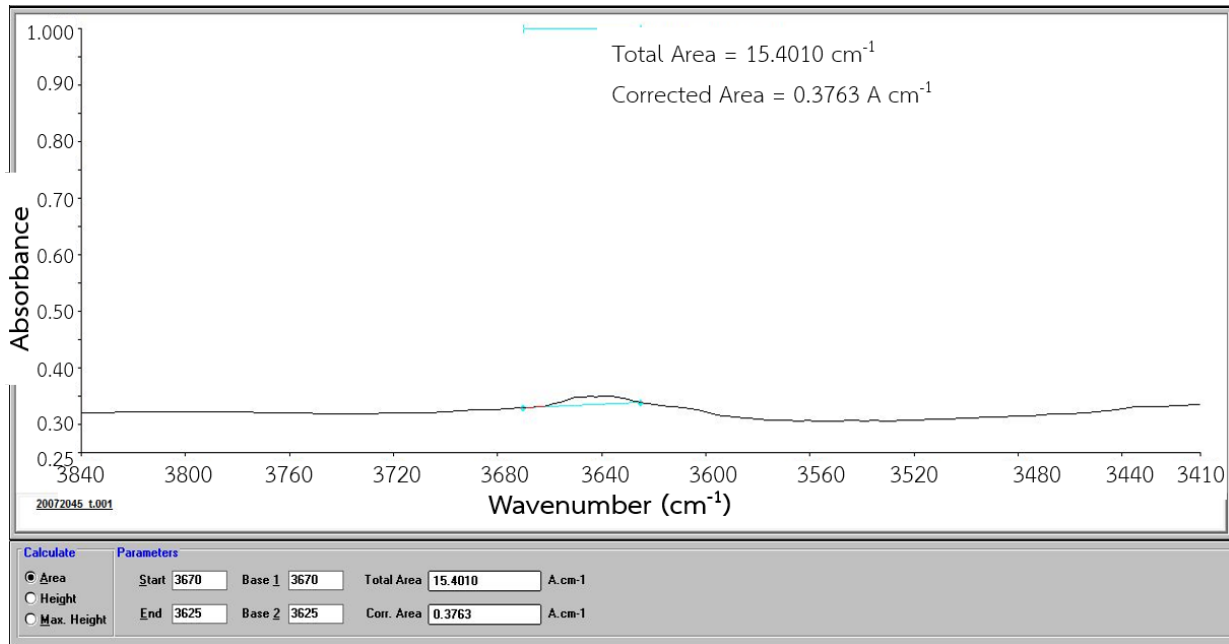
จากการวิเคราะห์ new oil และ used oil ด้วยเทคนิค RULER โดยใช้ green solution เป็นตัวทำละลาย พบว่าทั้ง new oil และ used oil มีพีคเกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 6-12 seconds และ 12-16 seconds ดังรูปที่ 3.14 ซึ่งเป็นพีคของสารประกอบอะโรมาติกเอมีน และสารประกอบฟีนอล ตามลำดับ จากนั้นทำการคำนวณหาค่า %antioxidants ที่คงเหลืออยู่ใน used oil เทียบกับ new oil จะได้ค่า %antioxidants ของสารประกอบอะโรมาติกเอมีน และสารประกอบฟีนอล เท่ากับ 83.7 และ 14.0 ตามลำดับ



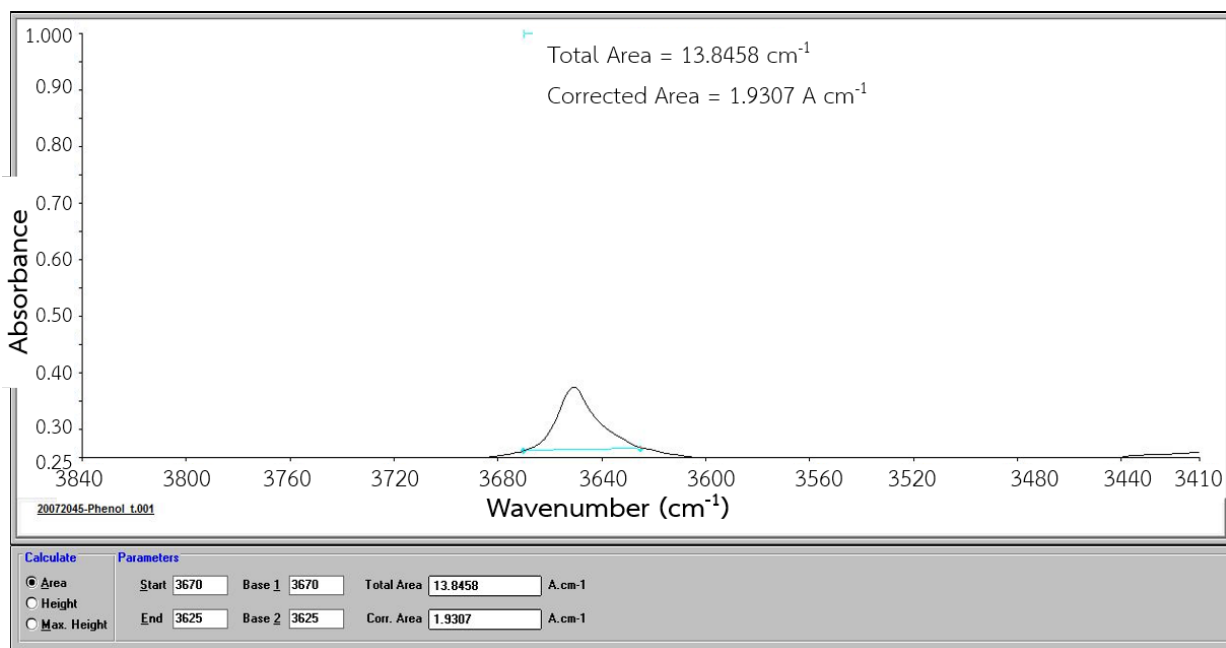
รูปที่ 3.15 ลักษณะพีคของ new oil 19071400, used oil 20070754 และ used oil 20070754 + 2,6-di-tert-butyl-4-methylphenol (BHT) จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR



รูปที่ 3.16 ลักษณะพีคของ new oil 19071400 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR



รูปที่ 3.17 ลักษณะพีคของ used oil 20072045 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR



รูปที่ 3.18 ลักษณะพีคของ used oil 20072045 + BHT จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR

จากผลการวิเคราะห์ new oil และ used oil ที่เติม 2,6-di-tert-butyl-4-methylphenol (BHT) ด้วยเทคนิค FTIR พบว่าลักษณะพีคที่เกิดขึ้นของ new oil 20070753, used oil 20070754 และ used oil 20070754 + 2,6-di-tert-butyl-4-methylphenol (BHT) มีลักษณะพีคที่เหมือนกัน แตกต่างกันเล็กน้อยที่บริเวณตำแหน่งของพีคที่ $3600 - 3700 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นพีคของหมู่ -OH ของ phenol โดยพีคของ used oil 20070754 + 2,6-di-tert-butyl-4-

methylphenol (BHT) จะสูง ปลายพีคสูงที่สุดรองลงมาจะเป็น new oil 19071400 และ used oil 20070754 ตามลำดับ **ดั่งรูปที่ 3.15** เมื่อเราได้พีคมาแล้วจะทำการหา corrected area ตามวิธีการทดลองจะได้ corrected area ของ new oil 19071400 เท่ากับ 0.7022 A cm^{-1} **ดั่งรูปที่ 3.16** และ corrected area ของ used oil 20070754 เท่ากับ 0.3763 A cm^{-1} **ดั่งรูปที่ 3.17** และ corrected area ของ used oil 20070754 + 2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol (BHT) เท่ากับ 1.9307 A cm^{-1} **ดั่งรูปที่ 3.18** จากนั้นนำมาคำนวณหา %antioxidants ที่คงเหลืออยู่ใน used oil 20070754 และ used oil 20070754 + 2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol (BHT) จะได้ค่า %antioxidants เท่ากับ 53.6 % และ 275 % ตามลำดับ

ตารางที่ 3.3 ผลการวิเคราะห์หาค่า %antioxidants ด้วยเทคนิค RULER และ FTIR

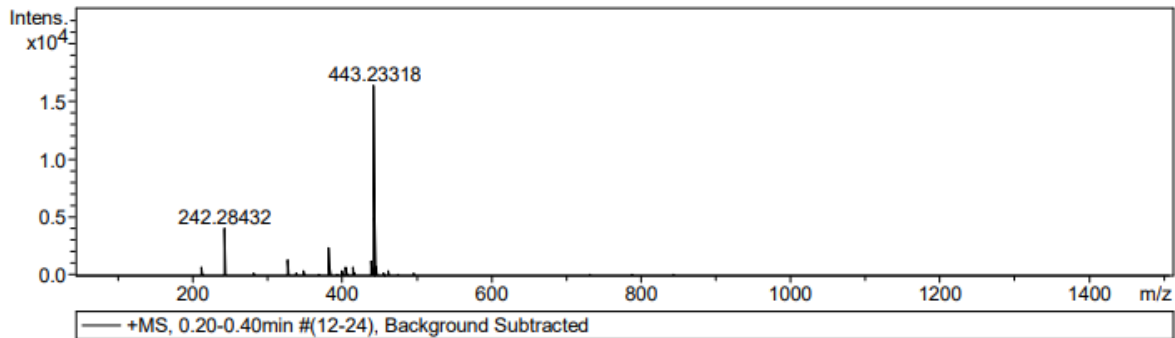
Oil Type	%Antioxidants(Phenol)					
	RULER(LSV)			FTIR		
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	เฉลี่ย	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	เฉลี่ย
Used oil 20072045	7.02	8.9	10	62.9	53.6	58.2
Used oil 20072045 + BHT	649	626	632	263	275	269

จากผลการวิเคราะห์ %antioxidants ของสารประกอบฟีนอล **ดั่งตารางที่ 3.3** พบว่า used oil ที่เติม 2,6-di-tert-butyl-4-methylphenol (BHT) มีค่า %antioxidants ของสารประกอบฟีนอลมากกว่า used oil ที่ไม่ได้เติม เนื่องจากสารประกอบฟีนอลที่เติมเข้าไป จะไปช่วยเพิ่มค่าสัญญาณของสารประกอบฟีนอลในน้ำมันส่งผลให้พีคของหมู่ -OH ที่ตำแหน่ง $3600-3700 \text{ cm}^{-1}$ จากการวิเคราะห์ด้วย FTIR สูงขึ้น และยังไปช่วยเพิ่มค่าสัญญาณของกระแสไฟฟ้าหรือ ruler number ที่ตำแหน่ง 11-16 seconds ซึ่งเป็นพีคของสารประกอบฟีนอลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค RULER ส่งผลให้มีพื้นที่ใต้กราฟมากขึ้น และจากการวิเคราะห์จะเห็นว่าปริมาณสารต้านอนุมูลอิสระที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR มี %antioxidants ที่เพิ่มขึ้นน้อยกว่าเทคนิค RULER อาจเป็นผลมาจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR เป็นการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันซึ่งได้แก่หมู่ -OH ของสารประกอบฟีนอล แต่หมู่ -OH ในน้ำมันอาจไม่ได้มาจากสารประกอบฟีนอลเพียงอย่างเดียว จึงทำให้การเพิ่มขึ้นของพีคบริเวณตำแหน่งของหมู่ -OH นั้นเป็นเพียงแค่การเพิ่มขึ้นส่วนหนึ่ง แต่ในเทคนิค RULER มีการวิเคราะห์ที่จำเพาะต่อสารประกอบฟีนอลเท่านั้นจึงทำให้ %antioxidants ที่เพิ่มขึ้นมากกว่า จึงสรุปได้ว่าการเติม 2,6-di-tert-butyl-4-methylphenol (BHT) ลงใน used oil ส่งผลให้ค่า %antioxidants ของสารประกอบฟีนอลจากทั้งสองเทคนิคเพิ่มมากขึ้น แต่ยังไม่สามารถบอกได้ชัดเจนว่าทั้ง 2 เทคนิคมีผลการวิเคราะห์ที่แตกต่างกันเพราะเหตุใด

3.4 การวิเคราะห์หาองค์ประกอบในน้ำมัน turbine ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรี

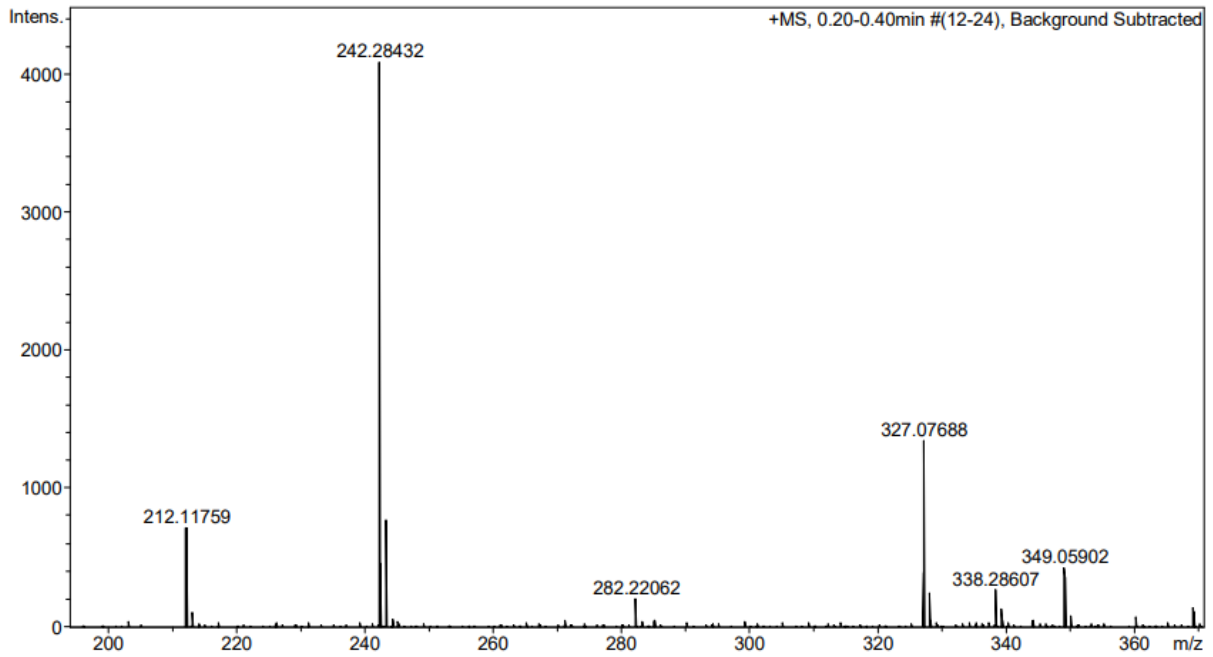
3.4.1 การวิเคราะห์น้ำมัน turbine ที่ไม่ได้สกัดด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรี

นำสารตัวอย่าง new oil และ used oil มาละลายในตัวทำละลาย isopropanol จากนั้นนำไปวิเคราะห์หาองค์ประกอบในน้ำมัน ได้ผลการทดลองของ new oil 19071400 ดังรูปที่ 3.19 , รูปที่ 3.20 และ รูปที่ 3.21

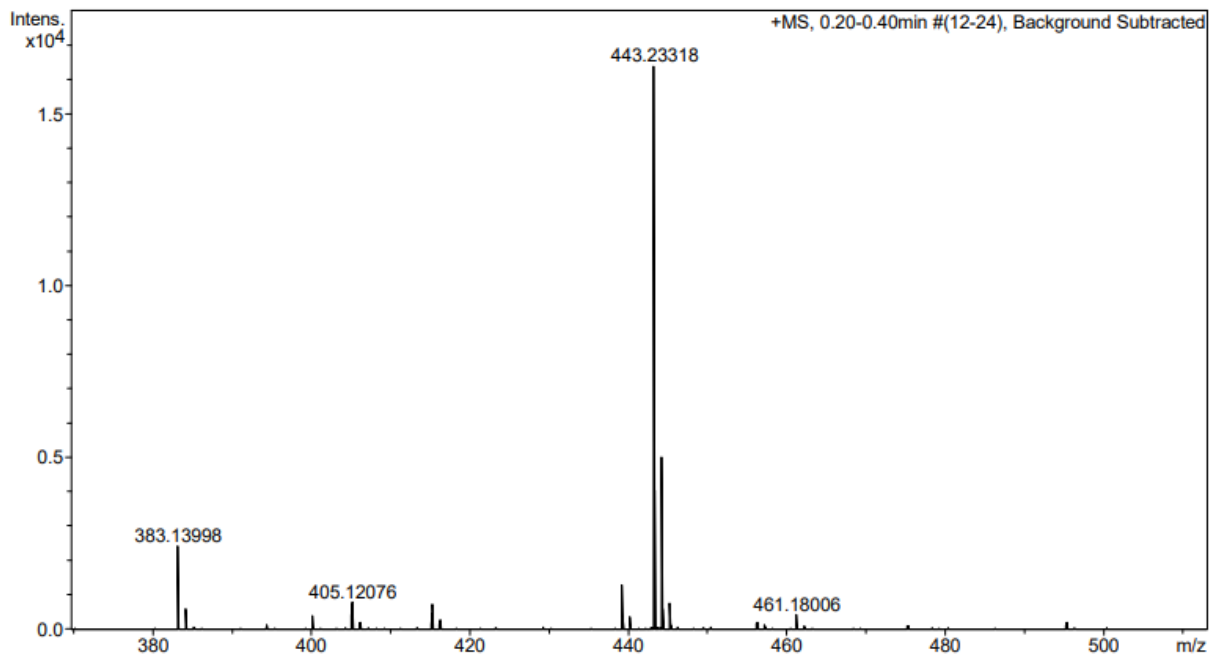


#	m/z	Res.	S/N	I	FWHM
1	212.11759	6641	108.2	714	0.03194
2	213.11519	7522	16.1	109	0.02833
3	242.28432	7194	359.9	4088	0.03368
4	243.28639	7231	66.7	768	0.03364
5	282.22062	7660	11.8	208	0.03685
6	327.07688	8556	61.6	1346	0.03823
7	328.07994	8908	11.3	249	0.03683
8	338.28607	8345	11.9	271	0.04054
9	349.05902	8746	18.3	433	0.03991
10	383.13998	8628	91.3	2423	0.04441
11	384.14397	8999	22.6	602	0.04269
12	400.16547	9662	13.7	393	0.04141
13	405.12076	9019	27.1	794	0.04492
14	415.20454	10090	24.1	737	0.04115
15	439.20259	9501	38.9	1314	0.04622
16	440.20179	9975	11.3	384	0.04413
17	443.23318	9337	478.1	16402	0.04747
18	444.23525	9444	145.7	5018	0.04704
19	445.24099	9453	22.5	778	0.04710
20	461.18006	10630	11.9	437	0.04339
21	787.26068	10460	11.2	162	0.07526

รูปที่ 3.19 ผลการวิเคราะห์ new oil 19071400 ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรี

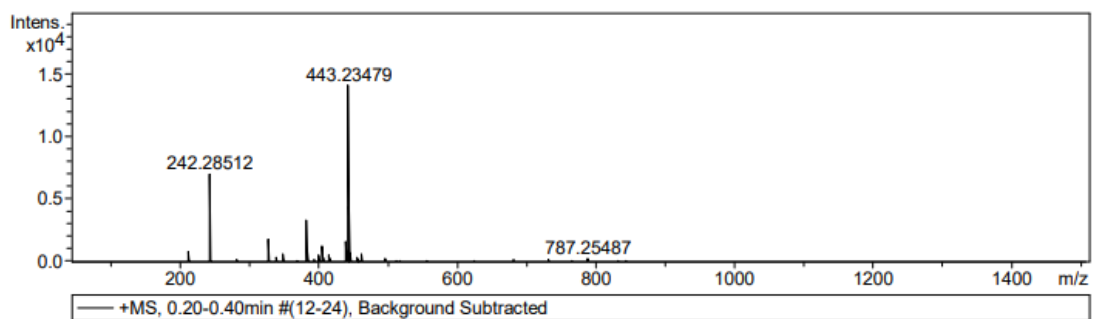


รูปที่ 3.20 ผลการวิเคราะห์ new oil 19071400 ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรีในช่วง 200-360 m/z



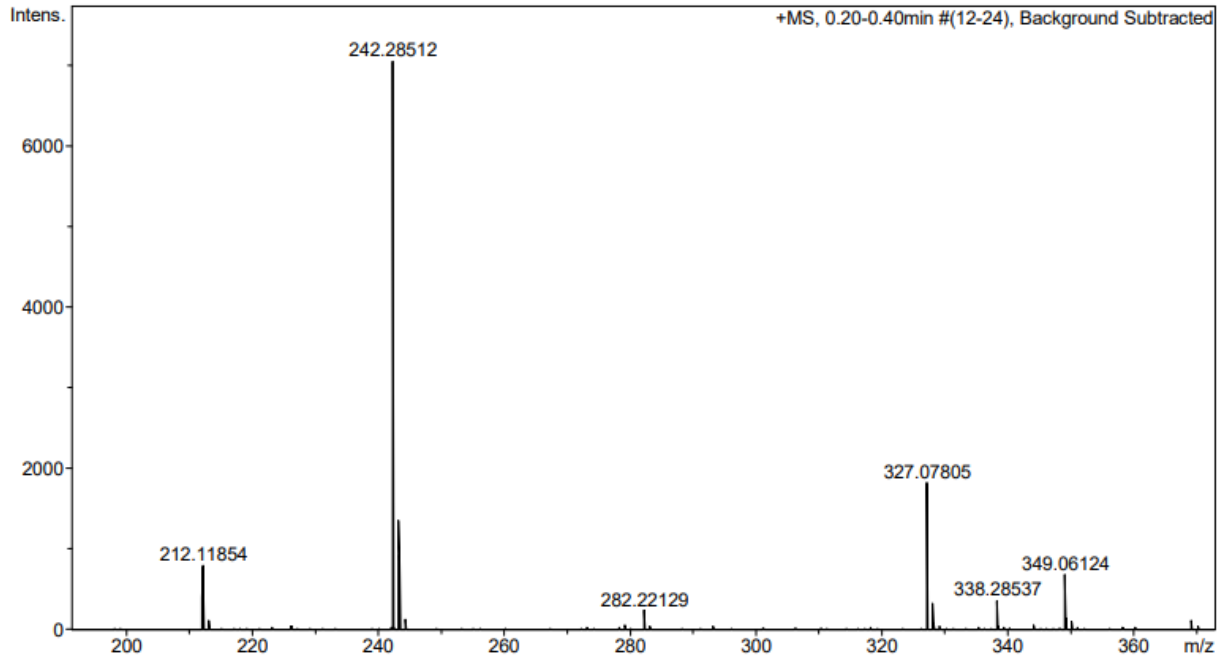
รูปที่ 3.21 ผลการวิเคราะห์ new oil 19071400 ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรีในช่วง 380-500 m/z

จากผลการทดลองพบว่าสารที่ตรวจพบในน้ำมัน new oil 19071400 ส่วนใหญ่เป็นสารที่มีมวลโมเลกุลค่อนข้างมาก ซึ่งน่าจะเป็นสารที่มีโครงสร้างขนาดใหญ่และมีหมู่แทนที่ที่มีความเกะกะสูง ยกตัวอย่างเช่น 2,6-d; i-tert-butyl-4-methylphenol (BHT) ซึ่งมีมวลโมเลกุลเท่ากับ 220.35 กรัม/โมล ซึ่งมีมวลโมเลกุลใกล้เคียงกับค่าสัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์ แต่อาจจะต่างจาก BHT คือมีหมู่แทนที่และความยาวของสายโซ่คาร์บอนที่แตกต่างกันทำให้มวลโมเลกุลที่ได้แตกต่างกันไป และอาจจะมียังองค์ประกอบของน้ำมันที่เป็นสารประกอบชนิดอื่น ๆ ได้ด้วยซึ่งแสดงไว้ดังตารางที่ 1.1 แต่จากมวลโมเลกุลเพียงอย่างเดียวไม่สามารถระบุได้ว่าองค์ประกอบของน้ำมันที่วิเคราะห์ได้แท้จริงคืออะไร ฉะนั้นจึงได้ทดลองนำผลการวิเคราะห์ new oil ที่ได้มาเทียบกับผลการวิเคราะห์จาก used oil 20070754 ดังรูปที่ 3.22 , รูปที่ 3.23 และ รูปที่ 3.24 พบว่าองค์ประกอบที่พบในน้ำมันส่วนใหญ่มีมวลโมเลกุลค่อนข้างมาก และใกล้เคียงกับองค์ประกอบที่พบใน new oil

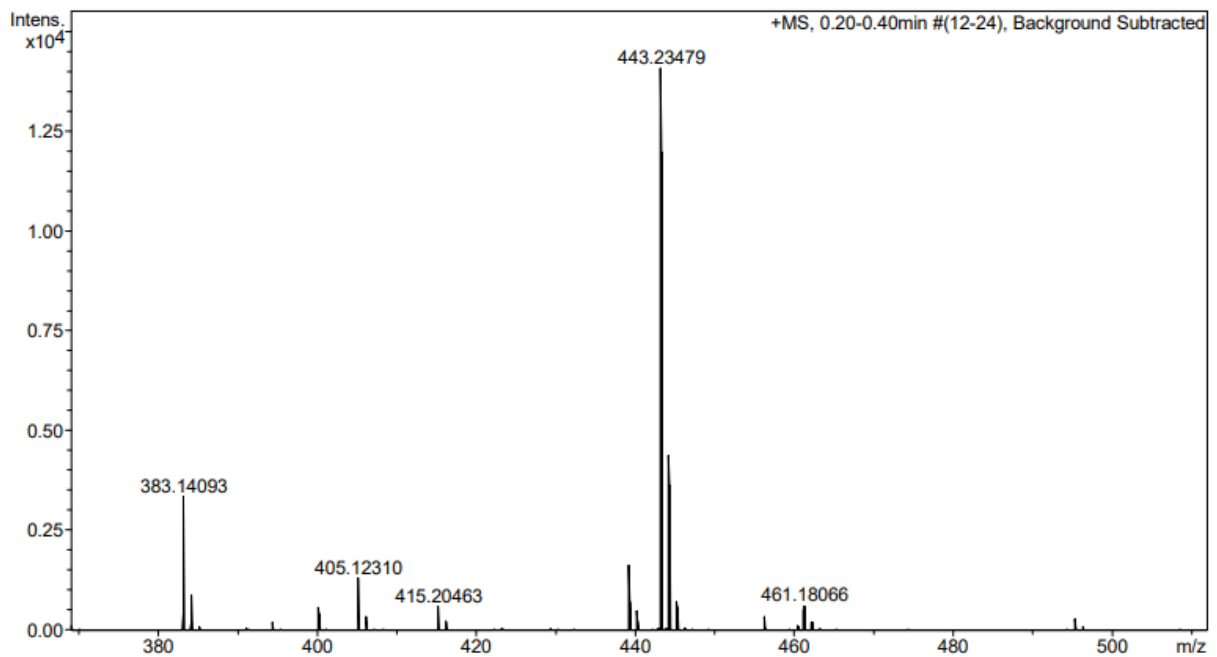


#	m/z	Res.	S/N	I	FWHM
1	212.11854	6895	143.3	803	0.03077
2	213.11505	7307	19.4	111	0.02916
3	242.28512	7150	826.9	7052	0.03389
4	243.28759	7341	156.8	1353	0.03314
5	244.29079	7582	15.7	137	0.03222
6	282.22129	8083	19.4	240	0.03492
7	327.07805	8444	86.6	1824	0.03873
8	328.08144	8169	15.9	338	0.04016
9	338.28537	8597	15.7	366	0.03935
10	349.06124	8750	26.9	690	0.03989
11	383.14093	8806	102.0	3338	0.04351
12	384.14355	9102	26.9	885	0.04220
13	400.16484	9760	17.0	567	0.04100
14	405.12310	8927	39.3	1315	0.04538
15	406.12949	8370	10.1	338	0.04852
16	415.20463	10543	17.8	598	0.03938
17	439.20389	9868	48.3	1642	0.04451
18	440.20402	10178	14.2	484	0.04325
19	443.23479	9360	414.5	14100	0.04735
20	444.23758	9330	128.8	4385	0.04762
21	445.24048	9541	21.1	717	0.04667
22	461.18066	10858	18.1	620	0.04248
23	680.48533	10796	14.6	186	0.06303
24	731.19560	10817	12.6	177	0.06759
25	787.25487	10895	20.5	295	0.07226

รูปที่ 3.22 ผลการวิเคราะห์ used oil 20070754 ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมตรี



รูปที่ 3.23 ผลการวิเคราะห์ used oil 20070754 ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรี ในช่วง 200-360 m/z

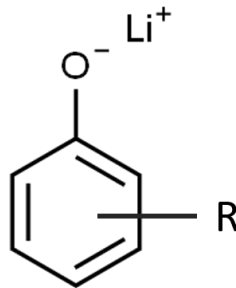


รูปที่ 3.24 ผลการวิเคราะห์ used oil 20070754 ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรี ในช่วง 380-500 m/z

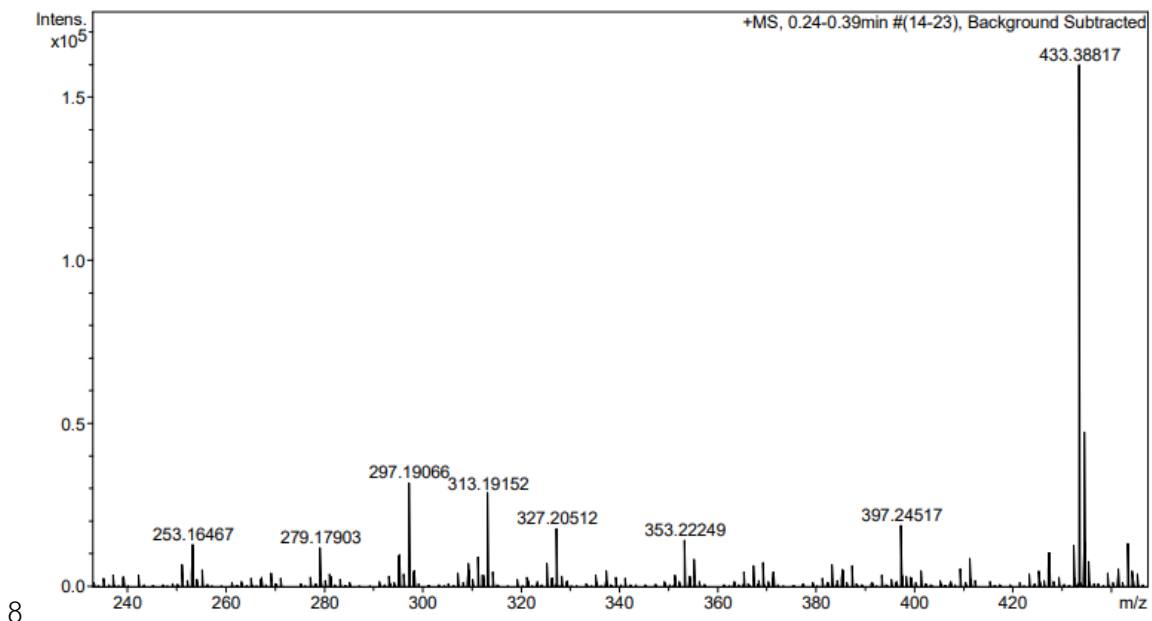
3.4.2 การวิเคราะห์น้ำมัน turbine หลังจากผ่านการสกัดด้วยตัวทำละลายด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรี

นำตัวอย่างน้ำมัน new oil และ used oil ที่สกัดด้วย green solution ไปทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรี ได้ผลการวิเคราะห์ดังรูปที่ 3.26 , รูปที่ 3.27 , รูปที่ 3.28 และ รูปที่ 3.29

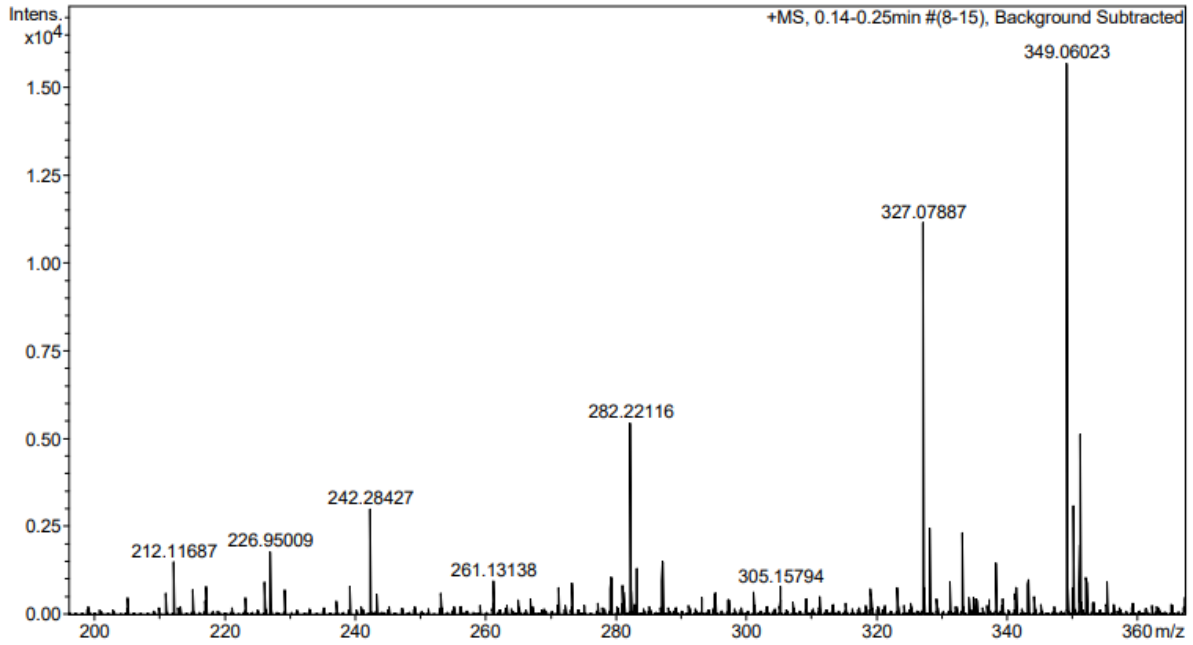
จากผลการทดลองพบว่าพีคขององค์ประกอบในน้ำมันที่สกัดด้วย green solution มีมากกว่าในน้ำมันที่ไม่ได้สกัดและยังมีลักษณะพีคที่ชัดเจนมากกว่า เป็นผลมาจากการสกัดน้ำมันด้วย green solution ซึ่งมีองค์ประกอบของลิเทียมนั้นไปทำปฏิกิริยากับสารประกอบฟีนอลทำให้เกิดเป็น lithiumphenolates ดังรูปที่ 3.25 สารประกอบฟีนอลจะถูกสกัดเข้ามาในสารละลายทำให้สารประกอบอะโรมาติกฟีนอลมีความเข้มข้นมากยิ่งขึ้น ส่งผลให้การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค MS ตรวจพบองค์ประกอบอื่น ๆ ที่มีมวลโมเลกุลใกล้เคียงกันเพิ่มมากขึ้นจากน้ำมันที่ไม่ได้สกัดด้วย green solution ฉะนั้นเราจึงสรุปได้ว่าการวิเคราะห์หาองค์ประกอบในน้ำมันที่สกัดด้วย green solution ทำให้สารประกอบฟีนอลในน้ำมันมีความบริสุทธิ์มากยิ่งขึ้นทำให้มีจำนวนองค์ประกอบที่ตรวจพบมากกว่าและยังมี intensity สูงกว่า น้ำมันที่ไม่ได้ผ่านการสกัดด้วย green solution



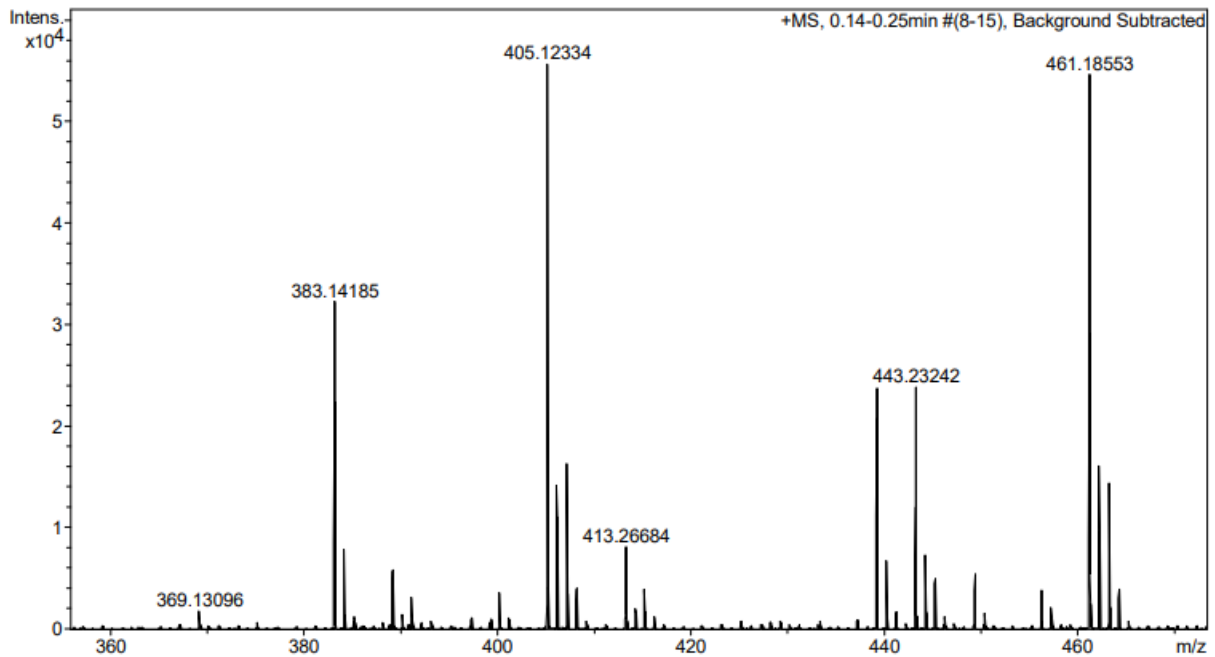
รูปที่ 3.25 โครงสร้างของ Lithium phenolate



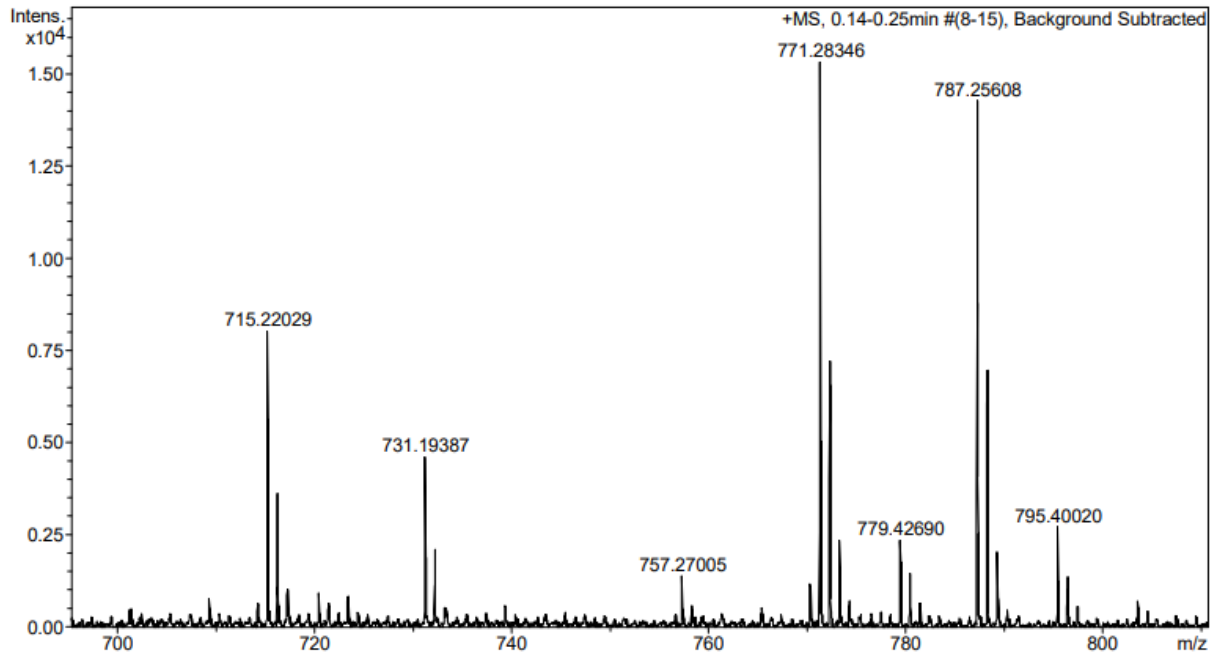
รูปที่ 3.26 ผลการวิเคราะห์ new oil 19071400 ที่สกัดด้วย green solution ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรีในช่วง 240-420 m/z



รูปที่ 3.27 ผลการวิเคราะห์ used oil 20070753 ที่สกัดด้วย green solution ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรี ในช่วง 200-360 m/z



รูปที่ 3.28 ผลการวิเคราะห์ used oil 20070753 ที่สกัดด้วย green solution ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรีในช่วง 360-460 m/z



รูปที่ 3.29 ผลการวิเคราะห์ used oil 20070753 ที่สกัดด้วย green solution ด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรีในช่วง 700-800 m/z

บทที่ 4

สรุปผลการทดลอง

จากการเปรียบเทียบการวิเคราะห์หาปริมาณสารต้านอนุมูลอิสระชนิดสารประกอบฟีนอลในน้ำมัน turbine ชนิด MOBILE DTE 846 ISO 46 ด้วยเทคนิคลิเนียร์สลิปโวลแทมเมทรี (LSV) และเทคนิคฟูรีเยร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรเมทรี (FTIR) พบว่าการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูรีเยร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรเมทรี มีปริมาณสารประกอบฟีนอลมากกว่าการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค LSV ถึงร้อยละ 96 โดยประมาณของน้ำมันตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์ จึงได้นำเสนอวิธีการทดลองต่างๆเพื่อใช้เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์จากทั้งสองเทคนิคว่าเหตุใดจึงได้ค่าปริมาณสารต้านอนุมูลอิสระที่ต่างกัน โดยทำการสกัดน้ำมันตัวอย่างด้วยสารละลาย green solution จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยทั้งสองเทคนิค พบว่าลักษณะพีคที่ได้เกิดการดูดกลืนในช่วง wave number ที่กว้างมากจนบดบังตำแหน่งพีคเดิมที่ใช้หาพื้นที่ใต้กราฟ จึงทำให้ปริมาณสารต้านอนุมูลอิสระที่วิเคราะห์ได้นั้นไม่มีความน่าเชื่อถือ และไม่สามารถบอกได้ว่าการวิเคราะห์ทั้งสองเทคนิคแตกต่างกันเพราะเหตุใด ต่อมาได้ทำการเติมสารมาตรฐานชนิดต่างๆที่มีคุณสมบัติคล้ายคลึงกับ additives และนำไปวิเคราะห์ด้วยทั้งสองเทคนิค พบว่าสารที่เติมลงในน้ำมันแล้วมีผลต่อการเพิ่มขึ้นของปริมาณสารต้านอนุมูลอิสระที่ได้จากการวิเคราะห์ทั้งสองเทคนิคคือ 2,6-di-tert-butyl-4-methylphenol (BHT) โดยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR ร้อยละของสารต้านอนุมูลอิสระที่เพิ่มขึ้นน้อยกว่าเทคนิค LSV เป็นผลมาจากพีคของหมู่ -OH จากสารอื่นถูกวิเคราะห์รวมไปด้วยจึงทำให้ร้อยละที่เพิ่มขึ้นไม่มากเมื่อเทียบกับ LSV ที่มีความจำเพาะในการวิเคราะห์ต่อสารประกอบฟีนอลเพียงอย่างเดียวและสารที่ไม่มีผลต่อปริมาณสารต้านอนุมูลอิสระชนิดสารประกอบฟีนอลคือ N-methylaniline , lauric acid , palmitic acid และ stearic acid เนื่องจากลักษณะพีคของ FTIR ที่ได้ไม่ครอบคลุมบริเวณที่ใช้สำหรับคำนวณหาสารต้านอนุมูลอิสระ และจากการเติมสารประกอบฟีนอลลงไปนั้นส่งผลให้มีการเพิ่มขึ้นของปริมาณสารต้านอนุมูลอิสระจากการวิเคราะห์ด้วยทั้งสองเทคนิคจึงยังไม่สามารถบอกได้ว่าทั้งสองเทคนิคแตกต่างกันอย่างไร จึงได้นำตัวอย่างน้ำมันไปวิเคราะห์หาองค์ประกอบด้วยเทคนิคแมสสเปกโตรเมทรี พบว่าน้ำมันที่ผ่านการสกัดด้วย green solution จะมีลักษณะพีคที่ชัดเจน และมี intensity ที่สูงกว่าน้ำมันที่ไม่ได้สกัด เนื่องจากลิเทียมที่อยู่ในสารละลาย green solution จะไปทำปฏิกิริยากับสารประกอบฟีนอลในน้ำมันเกิดเป็นลิเทียมฟีนอลเอท ทำให้องค์ประกอบที่พบมีความใกล้เคียงกันคือเป็นสารประกอบขนาดใหญ่ที่มีมวลโมเลกุลตั้งแต่ 200 m/z ขึ้นไปซึ่งคาดว่าน่าจะเป็นสารประกอบฟีนอลที่มีหมู่แทนที่แตกต่างกันไป และอาจจะเป็นสารประกอบอื่นๆ เพราะจากมวลโมเลกุลอย่างเดียวไม่สามารถที่จะระบุได้ว่าองค์ประกอบที่แท้จริงแล้วเป็นสารชนิดใด จากการทดลองทั้งหมดจึงสรุปได้ว่ายังไม่สามารถบอกได้ว่าการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค LSV และเทคนิค FTIR มีความแตกต่างกันเพราะเหตุใด ฉะนั้นในการวิเคราะห์หาปริมาณสารต้านอนุมูลอิสระเพื่อใช้ในการบอกอายุการใช้งานที่เหลืออยู่ของน้ำมันนั้นควรจะใช้เทคนิคการวิเคราะห์อื่น ๆ ร่วมเพื่อให้การวิเคราะห์มีความน่าเชื่อถือมากยิ่งขึ้น

เอกสารอ้างอิง

- [1] Make:Community, 4 Types of Lubricants and How to Use Them. Retrieved from. <https://makezine.com/2016/09/15/skill-builder-lubricants/> (accessed 8.11.20).
- [2] Machinery Lubrication, Should You Use a Lubricant After Its Expiration Date?. Retrieved from. <https://www.machinerylubrication.com/Read/30254/lubricant-expiration-date> (accessed 8.11.20).
- [3] Motor Verso, Does Motor Oil Expire?. Retrieved from. <https://www.motorverso.com/does-motor-oil-expire/> (accessed 8.11.20).
- [4] Oil square, น้ำมันเครื่อง/น้ำมันหล่อลื่น สำคัญอย่างไร Retrieved from. <https://www.oilsquare.com/645653/> (accessed 8.11.20).
- [5] Majid Soleimani, Leila Dehabadi, Lee D. Wilson and Lope G. Tabil, Antioxidants Classification and Applications in Lubricants, Intechopen, 2017, 10.5772/intechopen.72621.
- [6] Focus lab, Test method for determination of remaining antioxidants in lubricants by voltammetry method, Focus lab, 2019, 4, 3.
- [7] ASTM Designation D-6971-09, Standard test method for measurement of hindered phenolic and aromatic amine antioxidants content in non-zinc turbine oil by linear sweep voltammetry, ASTM international, 2014, 5, 1.
- [8] ASTM Designation D2668-07, Standard test method for 2,6-di-tert-butyl-p-cresol and 2,6-di-tert-butyl phenol in electrical insulating oil by infrared absorption, ASTM international, 2013, 10, 185.
- [9] Songwon industrial group, Fuel and lubes antioxidants, Songwon, 2020, 6, 4.
- [10] ASTM Designation D-6810-13, Standard test method for measurement of hindered phenolic antioxidants content in non-zinc turbine oil by linear sweep voltammetry, ASTM international, 2013, 5, 1.
- [11] Saranthum Phurijaruyangkun, FTIR analysis of soil and determination of soil color, Silpakorn university, 2559, 1, 30.
- [12] Focus lab, Test method for determination of physical properties and contaminations in used lubricants by FTIR spectrometer, Focus lab, 2020, 3, 3.
- [13] S. Capelo, P. M. Homem, J. Cavalheiro, I. T. E. Fonseca, Linear sweep voltammetry: a cheap and powerful technique for the identification of the silver tarnish layer constituents, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2012, 1, 223.
- [14] Focus lab, Test method for oxidation stability of steam turbine oils by rotating pressure vessel, Focus lab, 2017, 1, 3.

- [15] Focus lab, Test method for determination of total base number in lubricants, Focus lab, 2020, 5, 3.
- [16] Focus lab, Test method for analysis total acid number in oils by color indicator titration, Focus lab, 2020, 7, 3.

ภาคผนวก

ตารางที่ ก. 1 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์หาค่า %antioxidants ของสารประกอบฟีนอลที่เหลืออยู่ในน้ำมัน used oil ด้วยเทคนิค RULER และ FTIR

Sample ID	Oil type	% Antioxidants with New Oil	
		RULER	FTIR
20073199	MOBIL DTE 846 ISO 46	12.2	57
20073198	MOBIL DTE 846 ISO 46	18.7	73
20073149	MOBIL DTE 846 ISO 46	97.7	99
20072990	MOBIL DTE 846 ISO 46	9.4	6
20072988	MOBIL DTE 846 ISO 46	8.4	6
20072986	MOBIL DTE 846 ISO 46	14.2	61
20072985	MOBIL DTE 846 ISO 46	11.8	60
20072984	MOBIL DTE 846 ISO 46	15.1	69
20072983	MOBIL DTE 846 ISO 46	12.3	64
20072780	MOBIL DTE 846 ISO 46	9.5	73
20072779	MOBIL DTE 846 ISO 46	12.7	73
20072154	MOBIL DTE 846 ISO 46	17.9	70
20072152	MOBIL DTE 846 ISO 46	45.9	85
20072151	MOBIL DTE 846 ISO 46	40.8	80
20072047	MOBIL DTE 846 ISO 46	14.5	51
20072046	MOBIL DTE 846 ISO 46	24.1	93
20072045	MOBIL DTE 846 ISO 46	19.5	81
20071337	MOBIL DTE 846 ISO 46	62.8	100
20071319	MOBIL DTE 846 ISO 46	19.6	64
20071318	MOBIL DTE 846 ISO 46	11.9	63
20071316	MOBIL DTE 846 ISO 46	10.1	60
20070754	MOBIL DTE 846 ISO 46	16	95
20070485	MOBIL DTE 846 ISO 46	10.1	60
20070483	MOBIL DTE 846 ISO 46	11.2	54
20070482	MOBIL DTE 846 ISO 46	12.2	54
20070481	MOBIL DTE 846 ISO 46	11.6	54
20070480	MOBIL DTE 846 ISO 46	11	54
20070347	MOBIL DTE 846 ISO 46	10.2	69

Sample ID	Oil type	% Antioxidants with New Oil	
		RULER	FTIR
20063422	MOBIL DTE 846 ISO 46	23.8	84
20063421	MOBIL DTE 846 ISO 46	14.5	84
20063420	MOBIL DTE 846 ISO 46	7.3	58
20063419	MOBIL DTE 846 ISO 46	24.6	87
20063418	MOBIL DTE 846 ISO 46	20.8	85
20063310	MOBIL DTE 846 ISO 46	17.7	100
20063303	MOBIL DTE 846 ISO 46	0	46
20063301	MOBIL DTE 846 ISO 46	23.8	84
20063300	MOBIL DTE 846 ISO 46	39.3	83
20062800	MOBIL DTE 846 ISO 46	48.8	79
20062793	MOBIL DTE 846 ISO 46	94.4	76
20062792	MOBIL DTE 846 ISO 46	46.3	84
20062737	MOBIL DTE 846 ISO 46	50.5	100
20062736	MOBIL DTE 846 ISO 46	66.5	100
20062735	MOBIL DTE 846 ISO 46	44.6	91
20062734	MOBIL DTE 846 ISO 46	43.2	100
20062733	MOBIL DTE 846 ISO 46	46.5	100
20062670	MOBIL DTE 846 ISO 46	9.2	59
20062669	MOBIL DTE 846 ISO 46	33.4	85
20062661	MOBIL DTE 846 ISO 46	31.4	100
20062660	MOBIL DTE 846 ISO 46	42.3	100
20062658	MOBIL DTE 846 ISO 46	45.8	68
20062586	MOBIL DTE 846 ISO 46	23.2	63
20062585	MOBIL DTE 846 ISO 46	5.8	62
20062584	MOBIL DTE 846 ISO 46	22.3	77
20062582	MOBIL DTE 846 ISO 46	16.9	69
20062581	MOBIL DTE 846 ISO 46	17.2	84
20062580	MOBIL DTE 846 ISO 46	19.7	71
20062508	MOBIL DTE 846 ISO 46	20	50
20061627	MOBIL DTE 846 ISO 46	0	46

Sample ID	Oil type	% Antioxidants with New Oil	
		RULER	FTIR
20061381	MOBIL DTE 846 ISO 46	14.4	80
20061379	MOBIL DTE 846 ISO 46	33.2	53
20061377	MOBIL DTE 846 ISO 46	31.7	55
20061375	MOBIL DTE 846 ISO 46	38.2	75
20061374	MOBIL DTE 846 ISO 46	36.8	86
20061176	MOBIL DTE 846 ISO 46	12.2	65
20061175	MOBIL DTE 846 ISO 46	6.3	62
20061173	MOBIL DTE 846 ISO 46	3.8	62
20060808	MOBIL DTE 846 ISO 46	17.4	86
20060807	MOBIL DTE 846 ISO 46	19.2	86
20060806	MOBIL DTE 846 ISO 46	22.4	57
20060804	MOBIL DTE 846 ISO 46	33.4	82
20060803	MOBIL DTE 846 ISO 46	33	83
20060802	MOBIL DTE 846 ISO 46	22.5	50
20060748	MOBIL DTE 846 ISO 46	99	60
20060747	MOBIL DTE 846 ISO 46	62.3	68
20060746	MOBIL DTE 846 ISO 46	58.9	96
20060745	MOBIL DTE 846 ISO 46	62.6	96
20060740	MOBIL DTE 846 ISO 46	43.3	65
20060188	MOBIL DTE 846 ISO 46	39.6	93
20060187	MOBIL DTE 846 ISO 46	36.7	91
20060185	MOBIL DTE 846 ISO 46	50.5	74
20050865	MOBIL DTE 846 ISO 46	55.3	90
20050755	MOBIL DTE 846 ISO 46	16.9	66
20050754	MOBIL DTE 846 ISO 46	10.8	63
20050752	MOBIL DTE 846 ISO 46	7.8	62
20050731	MOBIL DTE 846 ISO 46	26.5	75
20050724	MOBIL DTE 846 ISO 46	35.7	76
20050723	MOBIL DTE 846 ISO 46	34.9	75
20050686	MOBIL DTE 846 ISO 46	0	47

Sample ID	Oil type	% Antioxidants with New Oil	
		RULER	FTIR
20050685	MOBIL DTE 846 ISO 46	31.2	85
20050684	MOBIL DTE 846 ISO 46	43.6	86
20050206	MOBIL DTE 846 ISO 46	45.6	86
20043429	MOBIL DTE 846 ISO 46	14.9	73
20043428	MOBIL DTE 846 ISO 46	7.3	67
20043427	MOBIL DTE 846 ISO 46	0	58
20043426	MOBIL DTE 846 ISO 46	14.5	73
20043425	MOBIL DTE 846 ISO 46	6.8	68
20043424	MOBIL DTE 846 ISO 46	0	61
20043189	MOBIL DTE 846 ISO 46	25.3	80
20043187	MOBIL DTE 846 ISO 46	32.5	88
20043186	MOBIL DTE 846 ISO 46	33.7	90
20042406	MOBIL DTE 846 ISO 46	9.7	59
20042405	MOBIL DTE 846 ISO 46	38.7	87

หมายเหตุ : ข้อมูลที่มีการแรเงาคือ %antioxidants ที่มีค่ามากกว่า

ประวัติผู้วิจัย

นางสาวกวิสรา ศรีภูซงค์ เกิดเมื่อวันที่ 16 เดือนเมษายน พ.ศ. 2541 ที่จังหวัดแพร่ สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาตอนปลายจากโรงเรียนสาธิตมหาวิทยาลัยเชียงใหม่ จังหวัดเชียงใหม่ เมื่อปีการศึกษา 2559 เคยได้รับทุนการศึกษาโครงการสนับสนุนการจัดตั้งห้องเรียนวิทยาศาสตร์ในโรงเรียน โดยการกำกับดูแลของมหาวิทยาลัย (โครงการ วมว.) เมื่อ พ.ศ. 2557 เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2560 ได้รับทุนการศึกษากองทุนสมเด็จพระบรมโอรสาธิราช เจ้าฟ้ามหาวชิราลงกรณ สยามกุฎราชกุมาร เมื่อ พ.ศ. 2563 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ บ้านเลขที่ 69/1 หมู่ที่ 2 ตำบลบางงา อำเภอท่าม่วง จังหวัดลพบุรี รหัสไปรษณีย์ 15150 อีเมล nae_254116@hotmail.co.th