

## บทที่ 3

### อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

#### 3.1 รูปแบบการทดลอง

เป็นการวิจัยเชิงทดลองในห้องปฏิบัติการ (Experimental research) เพื่อศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในกระบวนการสังเคราะห์สารประกอบอัลคิลเบนซีนโซ่ตรง รวมทั้งศึกษาหาภาวะที่เหมาะสม เพื่อทำการวิเคราะห์องค์ประกอบของสารผลิตภัณฑ์หลักที่เกิดขึ้นจากเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี และสามารถใช้เป็นข้อมูลในการผลิต หรือนำไปใช้ประโยชน์อย่างเหมาะสมต่อไป

#### 3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

3.2.1 ขวดก้นกลมแบบ 3 คอ ขนาด 250 มิลลิลิตร (รวมข้อต่อและจุกปิด)

3.2.2 เครื่องควบแน่นแบบไส้เกลียว (condenser)

3.2.3 เครื่องให้ความร้อนและควบคุมการกวน (hot plate)

3.2.4 เทอร์โมมิเตอร์ (thermometer)

3.2.5 กรวยแยกสารเคมี ขนาด 250, 500 มิลลิลิตร (separation funnel)

3.2.6 เครื่องชั่งชนิดชั่งได้ละเอียด 4 ตำแหน่ง

3.2.7 ตู้อบไฟฟ้า

3.2.8 นาฬิกาจับเวลา

3.2.9 อ่างน้ำมัน

3.2.10 เครื่องแก้ว ได้แก่ บีกเกอร์ ขวดรูปชมพู่ กระจกตวง กรวยกรอง และขวดใส่สารตัวอย่าง

3.2.11 เครื่องระเหยหมุนแบบสูญญากาศ (evaporator) เพื่อใช้แยกส่วนที่เป็นผลิตภัณฑ์หลักออกจากเบนซีนที่เหลือจากปฏิกิริยา ซึ่งช่วยลดเวลาในการแยกสารดังกล่าวได้อย่างมีประสิทธิภาพดังรูปที่ 3.2

3.2.12 เครื่องมือวิเคราะห์สารผลิตภัณฑ์แก๊สโครมาโทกราฟี แสดงดังรูปที่ 3.3

ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ประกอบด้วย

เครื่องมือ : GC-14B บริษัท Shimadzu

คอลัมน์ : แคปิลลารีคอลัมน์ยาว 30 เมตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.53 มิลลิเมตร เฟสคงที่ (stationary phase) เป็น DB-PSWAX

แก๊สพา : แก๊สฮีเลียม

เครื่องตรวจวัด : Flame ionization detector (FID)

เครื่องฉีดสารอัตโนมัติ : AOC-17 Automatic Injector

### 3.3 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.3.1 โทเดคซีน
- 3.3.2 โทเดคซิลเบนซีน
- 3.3.3 เฮกเซน
- 3.3.4 เบนซีน
- 3.3.5 โซเดียมซัลเฟต
- 3.3.6 อะลูมิเนียมคลอไรด์
- 3.3.7 เมทานอล
- 3.3.8 ไอโอดีน
- 3.3.9 อะซิโตน
- 3.3.10 น้ำกลั่น

### 3.4 การดำเนินการวิจัย

- 3.4.1 ศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมและตัวแปรที่มีผลต่อปฏิกิริยา
  - ก. การทดลองเพื่อศึกษาผลของเวลาที่มีต่อปฏิกิริยา โดยแปรค่าเวลาเป็น 30 45 60 120 180 และ 360 นาที ตามลำดับ ภาวะที่ใช้สำหรับทำปฏิกิริยา คือ ที่อุณหภูมิ 36 องศาเซลเซียส โดยใช้ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา 0.1 กรัม และใช้ปริมาณเบนซีน 50 มิลลิลิตร

ข. การทดลองเพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อร้อยละการเปลี่ยนโดเดคซินไปเป็นสารผลิตภัณฑ์หลัก โดยแปรค่าอุณหภูมิเป็น 0 36 60 70 และ 80 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ภาวะที่ใช้สำหรับทำปฏิกิริยา คือ ใช้เวลา 60 นาที โดยใช้ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา 0.1 กรัม และใช้ปริมาณเบนซีน 50 มิลลิลิตร

ค. การทดลองเพื่อศึกษาผลของปริมาณเบนซีนที่มีต่อร้อยละการเปลี่ยนโดเดคซินไปเป็นสารผลิตภัณฑ์หลัก โดยแปรค่าปริมาณของเบนซีนเป็น 5 10 20 30 และ 50 มิลลิลิตร ตามลำดับ ภาวะที่ใช้สำหรับทำปฏิกิริยา คือ ใช้เวลา 60 นาที ภายใต้อุณหภูมิ 36 องศาเซลเซียส โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.1 กรัม

ง. การทดลองเพื่อศึกษาผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อร้อยละการเปลี่ยนโดเดคซินไปเป็นสารผลิตภัณฑ์หลัก โดยแปรค่าปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 0.01 0.05 0.1 0.15 0.2 0.25 และ 0.3 กรัม ตามลำดับ ภาวะที่ใช้สำหรับทำปฏิกิริยา คือ ใช้เวลา 60 นาที ภายใต้อุณหภูมิ 36 องศาเซลเซียส โดยใช้ปริมาณของเบนซีน 20 มิลลิลิตร

3.4.2 ศึกษาภาวะที่เหมาะสมเพื่อวัดค่าองค์ประกอบของสารผลิตภัณฑ์หลักเป็นร้อยละได้

### 3.5 ขั้นตอนการวิจัย

#### 3.5.1 การทำปฏิกิริยาอัลคิลเลชัน

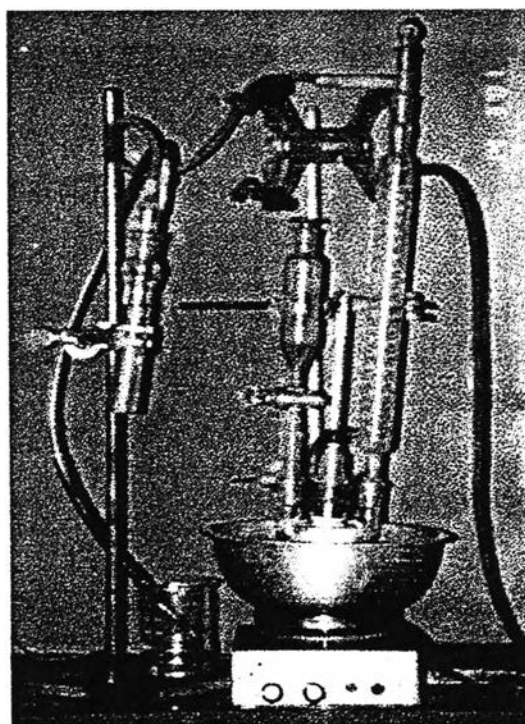
- ชั่งน้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยาตามอัตราส่วนที่กำหนดไว้
- เมื่อตั้งระบบได้อุณหภูมิตามที่ต้องการแล้ว นำเบนซีนมาทำปฏิกิริยากับตัวเร่งปฏิกิริยาก่อนในอัตราส่วนตามกำหนด แล้วจัดชุดอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.1
- หลังจาก 30 นาที ค่อยๆ หยดโดเดคซินแล้วปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาตามระยะเวลาที่ต้องการศึกษา สังเกตการเปลี่ยนแปลงภายในขวดทดลอง
- เมื่อครบระยะเวลาการทำปฏิกิริยา จึงหยุดปฏิกิริยาด้วยน้ำเย็น จากนั้นนำสารผลิตภัณฑ์ที่ได้ใส่กรวยแยกเขย่า เพื่อให้สารละลายแยกชั้นกัน
- นำสารผลิตภัณฑ์ออกจากกรวยแยกไปดูดความชื้นออกให้หมด จากนั้นระเหยแยกเบนซีนส่วนเกินออกด้วยเครื่องระเหยแบบสูญญากาศ ดังรูปที่ 3.2

### 3.5.2 การวิเคราะห์สารผลิตภัณฑ์

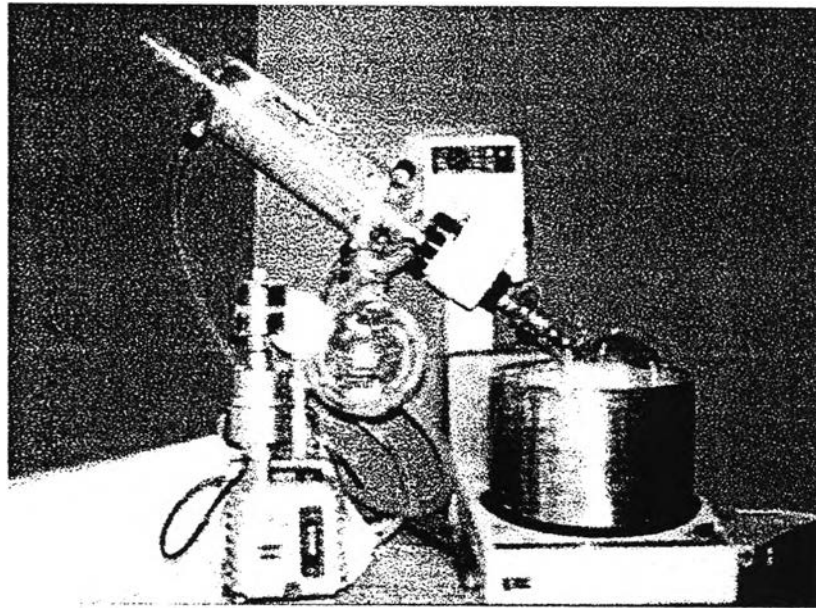
นำสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี เพื่อหาองค์ประกอบและปริมาณสารผลิตภัณฑ์ โดยฉีดสารผลิตภัณฑ์ที่ได้เข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ปริมาตร 0.1 ไมโครลิตร

จากการศึกษาได้ภาวะที่เหมาะสมเพื่อวัดหาค่าองค์ประกอบของสารผลิตภัณฑ์ ดังนี้

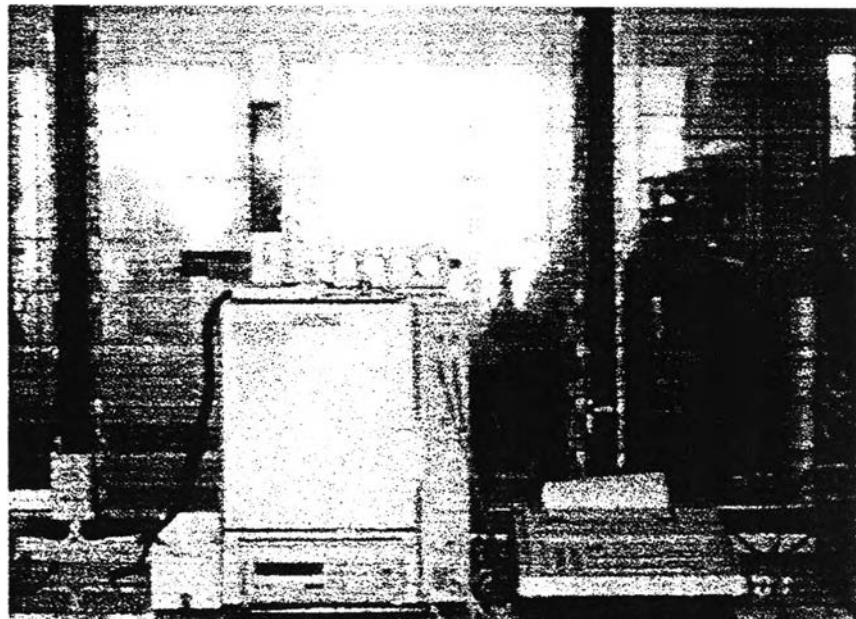
- อุณหภูมิระบบฉีดสาร : 230 องศาเซลเซียส  
 อุณหภูมิเครื่องตรวจจับ : 230 องศาเซลเซียส  
 อุณหภูมิคอลัมน์ : อุณหภูมิเริ่มต้น 150 องศาเซลเซียส ให้อุณหภูมิคงที่ 2 นาที จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิเป็น 180 องศาเซลเซียส โดยเพิ่มด้วยอัตรา 2 องศาเซลเซียสต่อนาที และให้ อุณหภูมิคงที่ 2 นาที  
 อัตราการไหลแก๊สพา : 8.0 มิลลิลิตรต่อนาที  
 อัตราส่วนการแยก (split ratio) : 100:1



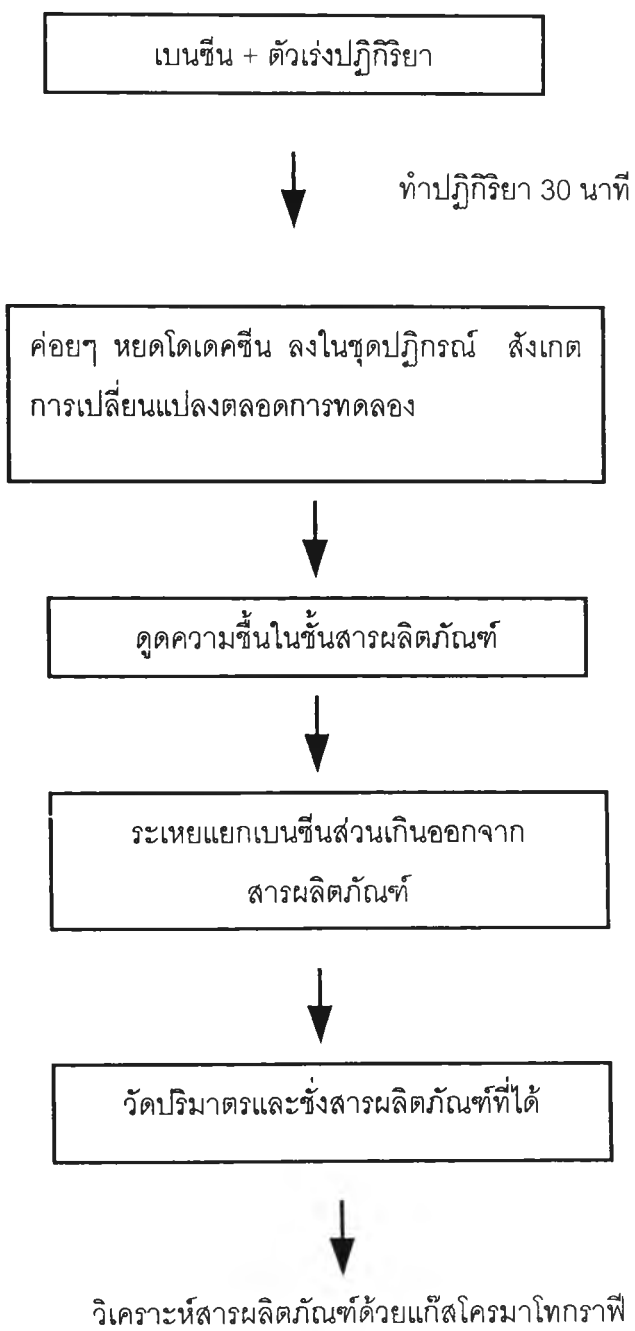
รูปที่ 3.1 ชุดอุปกรณ์ขณะทำปฏิกิริยา



รูปที่ 3.2 เครื่องระเหยหมุนแบบสูญญากาศ



รูปที่ 3.3 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี



รูปที่ 3.4 แผนผังขั้นตอนการทดลอง