

บทที่ 3

วิธีการวิจัย

การวิจัยครั้งนี้มีการดำเนินการ คือ ออกแบบ และสร้างชุดเครื่องมือจากนั้นเป็นการทดลองใช้และประเมินประสิทธิภาพและความถูกต้องและความแม่นยำในการวัดอุณหภูมิและการเก็บความร้อนของชุดเครื่องมือที่สร้างขึ้น และทดลองใช้เครื่องมือในการวัดการคงรูปของอีพอกซีเรซินทั้ง มอนออีพอกไซด์ (mono-epoxide) และ ไดอีพอกไซด์ (di-epoxide)

3.1 สารเคมี

3.1.1 อีพอกซีเรซินชนิด diglycidyl ether of bisphenol A (DGEBA) EPON 828 ผลิตโดยบริษัท Shell ลักษณะเป็นของเหลวหนืดสีขาว

3.1.2 ฟีนิลไกลซิดิอีเทอร์ phenyl glycidyl ether (PGE) ผลิตโดยบริษัท Aldrich ความบริสุทธิ์ 99% เป็นของเหลวสีขาว

3.1.3 เอทิลีนไดเอมีน (ethylene diamine; $H_2NCH_2CH_2NH_2$) MW = 60.10 g/mol ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศญี่ปุ่น ลักษณะเป็นของเหลวสีขาว

3.1.4 กรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid; HCl) ความเข้มข้น 37% โดยน้ำหนัก ผลิตโดยบริษัท Merck ประเทศเยอรมันนี

3.1.5 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide; NaOH) MW = 40.00 g/mol ผลิตโดยบริษัท Ajax Finechem ประเทศออสเตรเลีย ลักษณะเป็นของแข็งสีขาว

3.1.6 อะซิโตน (acetone; $(CH_3)_2CO$) MW = 58.08 g/mol ผลิตโดยบริษัท JT.Baker ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.7 ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ (dimethylformamide; $HCON(CH_3)_2$) MW = 73.09 g/mol ผลิตโดยบริษัท Ajax Fine Chem ประเทศออสเตรเลีย

3.2 วัสดุและอุปกรณ์

3.2.1 อุปกรณ์วัดอุณหภูมิประกอบด้วยหัววัดและเครื่องมือวัดแบบ RTD (Digion)

3.2.2 อุปกรณ์เครื่องแก้ว เช่น บีกเกอร์ กระจกตวง หลอดหยด

3.2.3 เครื่องชั่งไฟฟ้า 4 ตำแหน่ง รุ่น TR403 น้ำหนักชั่งสูงสุด 410 g ($d = 0.001$ g) ผลิตโดยบริษัท Denver Instrument company ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3 การออกแบบและสร้างชุดเครื่องมือ

ลักษณะของเครื่องมือที่จะสร้างมีลักษณะเป็นภาชนะจนวนความร้อนทำจากเหล็กกล้าไร้สนิมที่สามารถบรรจุเรซินที่เป็นของเหลวและสามารถให้อุณหภูมิแก่เรซินนั้นตามต้องการเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาของรูป สาเหตุที่ภาชนะบรรจุเรซินนั้นต้องเป็นจนวนความร้อนก็เพื่อป้องกันการถ่ายเทความร้อนที่เกิดจากปฏิกิริยาของรูปสู่สิ่งแวดล้อม ภายนอกอันจะทำให้เกิดความผิดพลาดในการวัดได้ นอกจากนี้ภาชนะบรรจุเรซินนี้จะมีหัววัดอุณหภูมิติดตั้งอยู่ซึ่งจะทำหน้าที่วัดอุณหภูมิของเรซินภายในภาชนะและส่งค่าอุณหภูมิกับเวลาไปเก็บไว้ในคอมพิวเตอร์ตลอดระยะเวลาการทดลอง การอ่านข้อมูลและบันทึกข้อมูลอุณหภูมินี้สามารถอ่านได้โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป (ชื่อโปรแกรม Digicon รุ่น SW-U801-WIN ผลิตโดยบริษัท Digicon Cooperation) โปรแกรม Digicon นี้ได้ถูกพัฒนามาจากโปรแกรม Microsoft Visual Basics 6.0

3.4 การประเมินประสิทธิภาพการทำงานของชุดเครื่องมือที่สร้างขึ้น

3.4.1. นำชุดเครื่องมือที่สร้างขึ้น ไปทดสอบความแม่นยำในการอ่านและบันทึกอุณหภูมิ โดยกระทำได้ 2 วิธีคือ

ก. ตรวจสอบมาตรฐานของเครื่องมือวัดว่าเครื่องมือวัดสามารถอ่านความแม่นยำของอุณหภูมิได้แม่นยำ หรือ ผิดพลาดมากน้อยเพียงใด เพื่อใช้เป็นข้อมูลในการอ้างอิงถึงผลการทดลองที่ได้จากงานวิจัย ซึ่งการหาค่าความแม่นยำในการวัดอุณหภูมิมียุ่ขั้นตอน และวิธีการดังนี้

1. เตรียมกรด (HCl) 2 M กับเบส (NaOH) 2 M
2. บีบกรด (HCl) มา 5 ml ใส่ลงในภาชนะแก้วในเครื่องวัดอุณหภูมิ
3. บีบเบส (NaOH) มา 5 ml ใส่ลงในบีกเกอร์
4. วัดอุณหภูมิของกรดและเบสทุก ๆ 30 วินาที จนครบ 5 นาที บันทึกค่าอุณหภูมิที่อ่านได้
5. ผสมกรด(HCl)กับเบส (NaOH) ให้เข้ากันในเครื่องวัดอุณหภูมิ
6. วัดอุณหภูมิของสารผสมในเครื่องวัดอุณหภูมิแล้วบันทึกค่าอุณหภูมิที่อ่านได้
7. นำผลของอุณหภูมิจากการทดลองมาเปรียบเทียบกับผลการคำนวณทฤษฎีเพื่อค่าอุณหภูมิที่คลาดเคลื่อนไป
8. สรุปค่ามาตรฐานอุณหภูมิของเครื่องวัดอุณหภูมิเพื่อใช้อ้างอิงในงานวิจัย

วิธีการคำนวณอุณหภูมิทางทฤษฎีซึ่งเกิดจากการผสมกรดกับเบส

เมื่อสารละลายกรดสารละลายไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 2 mol/L ทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 2 mol/L เช่นเดียวกัน โดยไปเปิดมา 5 mL

หมายความว่า มีเนื้อสารอยู่ 0.01 mol เนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่ได้คือโซเดียมคลอไรด์ จำนวน 0.01 mol การคำนวณหาอุณหภูมิของการคายความร้อนของสาร ปฏิกิริยาดังกล่าว เป็นคายความร้อนโดยค่าความร้อนของปฏิกิริยามีค่า -58.3 kJmol^{-1} โดยค่าความจุความร้อน (C_p) มีค่าเท่ากับ 3.9 kJmol^{-1} ดังนั้นโซเดียมคลอไรด์จำนวน 1 mol คายความร้อน $\Delta H = -58.3 \text{ kJ}$ ดังนั้นโซเดียมคลอไรด์ 0.01 mol จะคายความร้อน 0.583 kJ

จากสูตร
$$\Delta H = mC_p\Delta T \quad (3.1)$$

แทนค่า

$$\begin{aligned} \Delta H &= -0.583 \text{ kJ} \\ m &= 10 \text{ g หรือ } 0.01 \text{ kg} \\ C_p &= 3.9 \text{ kJkg}^{-1}\text{K}^{-1} \\ T_1 &= 31 \text{ }^\circ\text{C} \\ -0.583 &= (0.010 \text{ kg})(3.9 \text{ kJkg}^{-1}\text{K}^{-1})(T_2 - 31 \text{ }^\circ\text{C}) \\ T_2 &= -45.94 \text{ }^\circ\text{C} \end{aligned}$$

เพราะฉะนั้นปฏิกิริยาจะต้องคายความร้อนออกมา $46 \text{ }^\circ\text{C}$

3.4.2 การหาค่าความจุความร้อนของเครื่องมือวัด (C_c)

ความจุความร้อนของเครื่องมือวัด คือ ค่าความสามารถในการเก็บความร้อนของเครื่องมือวัด ซึ่งความร้อนที่ทำกรวัดได้มาจากความร้อนจากการทำปฏิกิริยาของฟริพอลิเมอร์กับสารคงรูป เมื่อสารเริ่มทำปฏิกิริยากันก็จะมีการคายความร้อนออกมา ซึ่งในการทดลองจะวัดค่าความร้อนของปฏิกิริยาที่คายออกมา โดยในหัวข้อ 3.2.2 นี้เป็นการวัดค่าความจุความร้อนของเครื่องมือวัด เพื่อต้องการทราบความสามารถในการเก็บความร้อนของเครื่องมือวัดเพื่อใช้ในการอ้างอิงถึงการเก็บความร้อน หรือถ่ายความร้อนของเครื่องมือวัด โดยจะมีขั้นตอนและวิธีการดังนี้

1. ตวงน้ำกลั่นเย็น 6 ml ด้วยกระบอกตวงแล้วใส่ในแคลอริมิเตอร์
2. ปิดฝาเครื่องมือวัดวัดอุณหภูมิทุกๆ 1 นาที เป็นเวลา 5 นาที แล้วบันทึกอุณหภูมิของน้ำเย็น
3. ต้มน้ำกลั่นให้ร้อน แล้วบันทึกอุณหภูมิของน้ำอุ่นที่ได้
4. ตวงน้ำอุ่น 6 ml ลงในบีกเกอร์
5. ผสมน้ำอุ่นลงในเครื่องมือวัด คนให้ทั่ว และวัดอุณหภูมิทุกๆ 1 นาทีเป็นเวลา 5 นาที แล้วบันทึกอุณหภูมิน้ำผสมที่อ่านได้
6. คำนวณค่าคงของเครื่องเครื่องมือวัด

สูตรในการคำนวณ

$$C_c = \frac{ms(T_1 - T_2)}{T_2} \quad (3.2)$$

เมื่อ m = ปริมาตรของสารจากการทดลอง

$$S = 1 \text{ cal / } ^\circ\text{C}$$

$$\Delta T_1 = T_{\text{น้ำผสม}} - T_{\text{น้ำร้อน}} \quad (\text{น้อยกว่า } 0)$$

$$\Delta T_2 = T_{\text{น้ำผสม}} - T_{\text{น้ำเย็น}} \quad (\text{มากกว่า } 0)$$

7. ทำการทดลอง 3 ซ้ำ แล้วนำข้อมูลที่ได้จากการทดลองมาหาค่าเฉลี่ย C_c แล้วนำค่า C_c ที่ได้จากการทดลองมาอ้างอิงในงานวิจัยในครั้งนี้

3.5 ศึกษาการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในระหว่างการคงรูปของอีพอกซีเรซิน

3.5.1 สารมอนออีพอกไซด์ (monoepoxide)

เป็นสาร phenyl glycidyl ether (PGE) เป็นสารที่คล้ายกับอีพอกซีเรซิน โดยมีหมู่อีพอกไซด์เพียง 1 หมู่ หรือมีฟังก์ชันนัลลิตีเท่ากับ 1 จึงนำมาใช้เป็นสารจำลองในงานวิจัย เพราะในการทดลอง PGE ไม่สามารถเชื่อมโยงกันได้ ซึ่งทำให้ปราศจากผลจากความหนืดและการแข็งตัวของเรซินต่อระยะเวลาการคงรูป และเนื่องจากเป็นสารที่มีความคล้ายคลึงกับไดอีพอกซี (diglycidyl ether of bis phenol A, DGEBA) จึงเลือกใช้ PGE เป็นสารจำลองในงานวิจัยนี้ เพื่อจะนำผลการทดลองที่ได้มาใช้เป็นข้อมูลในการอ้างอิงกับอีพอกซีเรซิน โดยในการทดลองในหัวข้อ 3.3.1 นี้ จะทำการทดลองการศึกษาอุณหภูมิของสารจำลองที่สภาวะปกติ ในการทดลองจะใช้สารใน อัตราส่วนโดยโมล เท่ากับ 4: 1

1. ชั่งน้ำหนัก PGE ด้วยเครื่องชั่งไฟฟ้าละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง (ใช้สาร 3 กรัม)
2. ชั่งน้ำหนักเอทิลีนไดเอมีนด้วยเครื่องชั่งไฟฟ้าละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง
3. คนสารให้เข้ากันเป็นเวลา 2 นาที
4. ปิดจุก แล้วทำการวัดอุณหภูมิจากปฏิกิริยา โดยจะบันทึกค่าระหว่างอุณหภูมิกับเวลา ซึ่งจะบันทึกค่าอุณหภูมิทุก ๆ 1 นาที
5. นำข้อมูลที่ได้จากการทดลองมาพล็อตกราฟ เพื่อหาอัตราเร็วของปฏิกิริยาของสารจำลองที่สภาวะปกติ
6. คำนวณหาค่า ΔH จากปฏิกิริยา โดยคำนวณได้จากสูตร

$$\Delta H = \frac{mC_p \Delta T_{ad}}{n} \quad (3.3)$$

m คือ มวลของอีพอกซีรวมกับมวลของเอทิลีนไดเอมีน

n คือ โมลของวงอีพอกไซด์ที่ถูกเปิดออก

C_p คือ ค่าความจุความร้อนจำเพาะของสาร

ΔT_{ad} คือ ความแตกต่างของอุณหภูมิอุณหภูมิสูงสุดที่วัดได้ (T_{max}) และที่สถานะเริ่มต้น (T_0)

7. หาค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 3 ครั้งแล้วนำข้อมูลที่ได้จากการทดลองสารจำลองมาใช้ในการอ้างอิงกับปฏิกิริยาของอีพอกซีเรซิน

3.5.2 สารไดอีพอกไซด์(diepoxide)

ในงานวิจัยนี้มีเป้าหมายคือ การศึกษาระยะเวลาการคงรูปของอีพอกซีเรซิน เพื่อนำไปใช้ประโยชน์ในการแปรรูป โดยใช้อีพอกซีเรซินทำปฏิกิริยากับเอทิลีนไดเอมีน ซึ่งวัดค่าความร้อนจากปฏิกิริยา แล้วนำข้อมูลที่ได้มาวิเคราะห์และเปรียบเทียบกับสารจำลอง โดยทำการทดลองเช่นเดียวกับสารจำลอง แต่ อีพอกซีเรซินจะใช้ในอัตราส่วน 2 : 1 กับเอทิลีนไดเอมีน โดยจะใช้อีพอกซี 3 กรัมต่อเอทิลีนไดเอมีน 0.26 กรัม โดยจะทำการทดลองที่สถานะปกติ ซึ่งวิธีการทดลองมีดังนี้

1. ชั่งน้ำหนักอีพอกซีเรซิน ด้วยเครื่องชั่งไฟฟ้าละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง
2. ชั่งน้ำหนักเอทิลีนไดเอมีนด้วยเครื่องชั่งไฟฟ้าละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง
3. คนสารให้เข้ากันเป็นเวลา 2 นาที
4. ปิดจุก แล้วทำการวัดอุณหภูมิจากปฏิกิริยา โดยจะบันทึกค่าระหว่างอุณหภูมิกับเวลา ซึ่งจะบันทึกค่าอุณหภูมิทุก ๆ 1 นาที
5. นำข้อมูลที่ได้จากการทดลองมาพล็อตกราฟ เพื่อหาอัตราเร็วของปฏิกิริยาของอีพอกซีเรซินที่สถานะปกติ
6. คำนวณหาค่า ΔH จากปฏิกิริยา โดยใช้สมการ (3.3)
7. หาค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 3 ครั้งแล้วนำข้อมูลที่ได้จากการทดลองมาเปรียบเทียบกับข้อมูลของ PGE
8. นำข้อมูลการทดลองที่ได้มาประยุกต์ในการแปรรูปของอีพอกซีเรซิน