บทที่ 3

วิธีการวิจัย

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

3.1 สารเคมี

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

3.1.2 ฟีนิลไกลซิดิลอีเทอร์ phenyl glycdyl ether (PGE) ผลิตโดยบริษัท Aldrich ความบริสุทธิ์ 99% เป็นของเหลวสีขาว

3.1.3 เอทิลีนไดเอมีน (ethylene diamine; $H_2NCH_2\ CH_2NH_2$) 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 ประเทศออสเตรีย ลักษณะเป็นของแข็งสีขาว

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

3.1.7 ไดเมทธิลฟอร์มาไมด์ (dimethyformamide; $HCON(CH_3)_2$) MW = 73.09 g/mol ผลิตโดยบริษัท Ajax Fine Chem ประเทศออสเตรีย

3.2 วัสดุและอุปกรณ์

3.2.1 อุปกรณ์วัดอุณหภูมิประกอบด้วยหัววัดและเครื่องมือวัดแบบ RTD (Digion)

3.2.2 อุปกรณ์เครื่องแก้ว เช่น บีกเกอร์ กระบอกตวง หลอดหยด

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

3.3 การออกแบบและสร้างชุดเครื่องมือ

ลักษณะของเครื่องมือที่จะสร้างมีลักษณะเป็นภาชนะฉนวนความร้อนทำจากเหล็กกล้าไร้สนิมที่สามารถบรรจุเรซินที่เป็นของเหลวและสามารถให้อุณหภูมิแก่เรซินนั้นตามต้องการเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาคงรูป สาเหตุที่ภาชนะบรรจุเรซินนั้นต้องเป็นฉนวนความร้อนก็เพื่อป้องกันการถ่ายเทความร้อนที่เกิดจากปฏิกิริยาคงรูปสู่สิ่งแวดล้อม ภายนอกอันจะทำให้เกิดความผิดพลาดในการวัดได้ นอกจากนั้นภาชนะบรรจุเรซินนี้จะมีหัววัดอุณหภูมิติดตั้งอยู่ซึ่งจะทำหน้าที่วัดอุณหภูมิของเรซินภายในภาชนะและส่งค่าอุณหภูมิกับเวลาไปเก็บไว้ในคอมพิวเตอร์ตลอดระยะเวลาการทดลอง 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.ตรวจสอบมาตฐานของเครื่องมือวัดว่าเครื่องมือวัดสามารถอ่านความแม่นยำของอุณหภูมิได้แม่นยำ หรือ ผิดพลาดมากน้อยเพียงใด เพื่อใช้เป็นข้อมูลในการอ้างอิงถึงผลการทดลองที่ได้จากงานวิจัย ซึ่งการหาค่าความแม่นยำในการวัดอุณหภูมิมีขั้นตอน และวิธีการดังนี้

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

<u>วิธีการคำนวณอุณหภูมิทางทฤษฎีซึ่งเกิดจากการผสมกรดกับเบส</u>

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

หมายความว่า มีเนื้อสารอยู่ 0.01 mol เนื่องจาก ผลิตภัณฑ์ที่ได้คือโซเดียมคลอไรด์ จำนวน 0.01 mol การคำนวณ หาอุณหภูมิของการคายความร้อนของสาร ปฏิกิริยาดังกล่าว เป็นคายความร้อนโดยค่าความร้อนของปฏิกิริยามีค่า -58.3 $kJmol^{-1}$ โดยค่าความจุความร้อน (C_p) มีค่าเท่ากับ 3.9 $kJmol^{-1}$ดังนั้นโซเดียมคลอไรด์จำนวน 1 mol คายความร้อน ΔH = -58.3 kJ ดังนั้นโซเดียมคลอไรด์ 0.01 mol จะคายความร้อน 0.583 kJ

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

แทนค่า

ΔH = -0.583 kJ

m = 10 g หรือ 0.01 kg

C_p = 3.9 $kJkg^{-1}K^{-1}$

$T_1 = 31\ ^{\circ}C$

$-0.583 = (0.010\ kg)(3.9\ kg)(T_2 - 31\ ^{\circ}C)$

$T_2 = -45.94\ ^{\circ}C$

เพราะฉะนั้นปฏิกิริยาจะต้องคายความร้อนออกมา 46 ^{0}C

3.4.2 การหาค่าความจุความร้อนของเครื่องมือวัด (C_c)

ความจุความร้อนของเครื่องมือวัด คือ ค่าความสามารถในการเก็บความร้อนของเครื่องมือวัด ซึ่งความร้อนที่ทำการวัดได้มาจากความร้อนจากการทำปฏิกิริยาของพรีพอลิเมอร์กับสารคงรูป เมื่อสารเริ่มทำปฏิกิริยากันก็จะมีการคายความร้อนออกมา ซึ่งในการทดลองจะวัดค่าความร้อนของปฏิกิริยาที่คายออกมา โดยในหัวข้อ 3.2.2 นี้ เป็นการวัดค่าความจุความร้อนของเครื่องมือวัด เพื่อต้องการทราบความสามารถในการเก็บความร้อนของเครื่องมือวัด เพื่อใช้ในการอ้างอิงถึงการเก็บความร้อน 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

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

เมื่อ m = ปริมาตรของสารจากการทดลอง

S = 1 cal / ^{0}C

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

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

7. ทำการทดลอง 3 ซ้ำ แล้วนำข้อมูลที่ได้จากการทดลองมาหาค่าเฉลี่ย C_c แล้วนำค่า C_c ที่ได้จากการทดลองมาอ้างอิงในงานวิจัยในครั้งนี้

3.5 ศึกษาการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในระหว่างการคงรูปของอิพอกซีเรซิน

3.5.1 สารมอนออิพอกไซด์ (monoepoxide)

เป็นสาร phenyl glycdyl ether (PGE) เป็นสารที่คล้ายกับอิพอกซีเรซินโดยมีหมู่อิพอกไซด์เพียง1 หมู่ หรือมีฟังก์ชันนัลลิตี้เท่ากับ 1 จึงนำมาใช้เป็นสารจำลองในงานวิจัย เพราะในการทดลอง PGE ไม่สามารถเชื่อมโยงกันได้ ซึ่งทำให้ปราศจากผลจากความหนืดและการแข็งตัวของเรซินต่อระยะเวลาการคงรูป และเนื่องจากเป็นสารที่มีความคล้ายคลึงกับไดอิพอกซี (diglycidyl ether of bis phenol A, DGEBA) จึงเลือกใช้ PGE เป็นสารจำลองในงานวิจัยนี้ เพื่อจะนำผลการทดลองที่ได้มาใช้เป็นข้อมูลในการอ้างอิงกับอิพอกซีเรซินโดยในการทดลองในหัวข้อ 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

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

m คือ มวลของอิพอกซีรวมกับมวลของเอทิลีนไดเอมีน

n คือ โมลของวงอิพอกไซด์ที่ถูกเปิดออก

C_p คือ ค่าความจุความร้อนจำเพาะของสาร

ΔT_{ad} คือ ความแตกต่างของอุณหภูมิอุณหภูมิสูงสุดที่วัดได้ (T_{max}) และที่สภาวะเริ่มต้น (T_o)

7. หาค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 3 ซ้ำแล้วนำข้อมูลที่ได้จากการทดลองสารจำลองมาใช้ในการอ้างอิงกับปฏิกิริยาของอิพอกซีเรซิน

3.5.2 สารไดอิพอกไซด์(diepoxide)

ในงานวิจัยนี้มีเป้าหมายคือ การศึกษาระยะเวลาการคงรูปของอิพอกซีเรซิน เพื่อนำไปใช้ประโยชน์ในการแปรรูป โดยใช้อิพอกซีเรซินทำปฏิกิริยากับเอทธิลียไดอมีน ซึ่งวัดค่าความร้อนจากปฏิกิริยา แล้วนำข้อมูลที่ได้มาวิเคราะห์และเปรียบเทียบกับสารจำลอง โดยทำการทดลองเช่นเดียวกับสารจำลอง แต่ อิพอกซีเรซินจะใช้ในอัตราส่วน 2 : 1 กับเอทธิลีนไดเอมีน โดยจะใช้อิพอกซี 3 กรัมต่อเอทธิลีนไดเอมีน 0.26 กรัม โดยจะทำการทดลองที่สภาวะปกติ ซึ่งวิธีการทดลองมีดังนี้

1. ชั่งน้ำหนักอิพอกซีเรซิน ด้วยเครื่องชั่งไฟฟ้าละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง
2. ชั่งน้ำหนักเอทิลีนไดเอมีนด้วยเครื่องชั้งไฟฟ้าละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง
3. คนสารให้เข้ากันเป็นเวลา 2 นาที
4. ปิดจุก แล้วทำการวัดอุณหภูมิจากปฏิกิริยา โดยจะบันทึกค่าระหว่างอุณหภูมิกับเวลาซึ่งจะบันทึกค่าอุณหภูมิทุก ๆ 1 นาที
5. นำข้อมูลที่ได้จากการทดลองมาพล็อตกราฟ เพื่อหาอัตราเร็วของปฏิกิริยาของอิพอกซีเรซินที่สภาวะปกติ
6. คำนวณหาค่า ΔH จากปฏิกิริยา โดยใช้สมการ (3.3)
7. หาค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 3 ซ้ำแล้วนำข้อมูลที่ได้จากการทดลองมาเปรียบเทียบกับข้อมูลของ PGE
8. นำข้อมูลการทดลองที่ได้มาประยุกต์ในการแปรรูปของอิพอกซีเรซิน