โครงการ

การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ วิเคราะห์หาปริมาณเบสในน้ำมันไบโอแก๊สด้วยเทคนิคโพเทนทิโอเมทริกกรดเปอร์คลอริกไทเทรชัน โดยใช้ตัวทำละลายไซลีน

Total base number analysis in biogas oil using potentiometric perchloric acid titration in xylene

ชื่อนิสิต นางสาวธีรานุช เจริญชื่นสิริ เลขประจำตัว 6033046023

ภาควิชา เคมี

ปีการศึกษา 2563

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิเคราะห์หาปริมาณเบสในน้ำมันไบโอแก๊สด้วยเทคนิคโพเทนทิโอเมทริกกรด เปอร์คลอริกไทเทรชัน โดยใช้ตัวทำละลายไซลีน

Total base number analysis in biogas oil using potentiometric perchloric acid titration in xylene

โดย

นางสาวธีรานุช เจริญชื่นสิริ

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2563

โครงการ วิเคราะห์หาปริมาณเบสในน้ำมันไบโอแก๊สด้วยเทคนิคโพเทนทิโอเมทริกกรดเปอร์คลอริกไทเทรชัน โดยใช้ตัวทำละลายไซลีน

โดย นางสาวธีรานุช เจริญชื่นสิริ

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ

ศาสตราจารย์ ดร.วิทยา เรืองพรวิสุทธิ์	ประธานกรรมการ
ศาสตราจารย์ ดร.ปรีชา ภูวไพรศิริศาล	กรรมการ
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เจริญขวัญ ไกรยา	อาจารย์ที่ปรึกษา
ศาสตราจารย์ ดร.ธวัชชัย ตันฑุลานิ	อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี

.....

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เจริญขวัญ ไกรยา)
อาจารย์ที่ปรึกษา

.....

(รองศาสตราจารย์ ดร. วรวีร์ โฮเว่น)
หัวหน้าภาควิชาเคมี

.....

(ศาสตราจารย์ ดร.ธวัชชัย ตันฑุลานิ)
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

วันที่ 25 เดือนธันวาคม พ.ศ. 2563

ชื่อโครงการ การวิเคราะห์หาปริมาณเบสในน้ำมันไบโอแก๊สด้วยเทคนิคโพเทนทิโอเมทริกกรดเปอร์คลอริกไทเทรชัน โดยใช้ตัวทำละลายไซลีน
ชื่อนิสิตในโครงการ นางสาวธีรานุช เจริญชื่นสิริ เลขประจำตัว 6033046023
ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เจริญขวัญ ไกรยา
ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ศาสตราจารย์ ดร.ธวัชชัย ตันฑุลานิ
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2563

บทคัดย่อ

การวิเคราะห์ปริมาณเบสในน้ำมันด้วยเทคนิคโพเทนทิโอเมทริกกรดเปอร์คลอริกไทเทรชันเป็นเทคนิคที่ถูกใช้อย่างแพร่หลาย โดยวิธีนี้จะใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene ซึ่งเป็นสารเคมีที่เป็นอันตรายต่อมนุษย์และสัตว์ ดังนั้นจึงเลือกตัวทำละลายทางเลือก เช่น ตัวทำละลาย Xylene มาใช้แทน Chlorobenzene

ในงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อทดสอบว่าตัวทำละลาย Xylene สามารถแทนที่ตัวทำละลาย Chlorobenzene ได้ในทุกขั้นตอนการวิเคราะห์ค่าความเป็นเบสทั้งหมด (Total Base Number; TBN) ซึ่งประกอบด้วย 1) ขั้นการ Standardize $HClO_4$, 2) ขั้น TBN Blank และ 3) ขั้นการวิเคราะห์ค่า TBN ในน้ำมันตัวอย่าง โดยน้ำมันตัวอย่างจะแบ่งได้เป็น 3 ประเภทได้แก่ น้ำมันประเภท Validated oil, น้ำมันไบโอแก๊สประเภท Used oil และ น้ำมันไบโอแก๊สประเภท New oil ซึ่งจะวัดค่า TBN ของน้ำมันเหล่านี้ที่ใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene หรือ Xylene มาเปรียบเทียบและวิเคราะห์ผลทางสถิติ โดยผลการทดลองจะแสดงให้เห็นว่าร้อยละของความคลาดเคลื่อนจะมีค่าสูงเมื่อใช้ตัวทำละลาย Xylene ในขั้น Standardization ดังนั้นจึงไม่สามารถหลีกเลี่ยงการใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene ได้ แต่ในขั้นของการไตเตรตหรือการวิเคราะห์ค่า TBN พบว่าค่า TBN ที่ได้จากการใช้ตัวทำละลายที่ต่างกันมีค่าใกล้เคียงกันจึงสามารถใช้ตัวทำละลาย Xylene แทน Chlorobenzene ได้ และการแทนที่ด้วยตัวทำละลาย Xylene จะสมบูรณ์เมื่อมีการทำความสะอาดและปรับสภาพผิวหน้าขั้วสม่ำเสมอ

การใช้ตัวทำละลาย Xylene แทนตัวทำละลาย Chlorobenzene ในขั้นการวิเคราะห์ค่า TBN นอกจากจะช่วยลดปริมาณการใช้สารเคมีที่เป็นพิษอย่าง Chlorobenzene แล้วยังช่วยลดต้นทุนในการวิเคราะห์น้ำมันตัวอย่างลงถึง 50%

คำสำคัญ: TBN, เทคนิคโพเทนทิโอเมทริกไทเทรชัน, น้ำมัน

Project Title Total base number analysis in biogas oil using potentiometric perchloric acid titration in xylene
Student Name Miss Theeranuch Jaroenchuensiri Student ID 6033046023
Advisor Name Assistant Professor Charoenkwan Kraiya, Ph.D
Co-advisor Name Professor Thawatchai Tuntulani, Ph.D.
Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Academic Year 2020

Abstract

Potentiometric perchloric acid titration is a widely used technique for basidic measurement in oil samples. This method involves the use of chlorobenzene which is a toxic chemical to both human and animals. Therefore, an alternative solvent such as xylene has been considered as a replacement chemical.

This work aims to verify whether the xylene can completely replaces the use of chlorobenzene in each step of the total base number (TBN) analysis; which includes 1) $HClO_4$ standardization, 2) TBN blank and 3) TBN measurement in oil samples. The oil samples were separated into 3 groups; validated oils, new biogas-oils and used biogas-oils. Their TBN values measured in chlorobenzene or xylene solvent were compared and statistically analyzed. The results show that high-percent error was frequently observed when xylene was used as a solvent in the standardization step. Thus, it was not possible to avoid the chlorobenzene usage in this step. However, in the samples titration step, the TBN values obtained when used chlorobenzene or xylene as a solvent were comparable. This indicates a possibility to replace the chlorobenzene usage with xylene. The replacement was completely success when a periodic cleaning and refreshing electrode active-surface area was applied.

The xylene replacement in this TBN analysis reduces not only the use of a toxic chemical, chlorobenzene, but also the analysis cost as the xylene is 50% cheaper than chlorobenzene.

Keywords: TBN, Potentiometric titration, Oils

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้สำเร็จลุล่วงเพราะได้รับความกรุณาให้การช่วยเหลืออย่างดีจาก ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เจริญขวัญ ไกรยา และศาสตราจารย์ ดร.ธวัชชัย ตันฑุลานิ ที่ให้คำแนะนำและตรวจสอบแก้ไขข้อบกพร่องมาโดยตลอด

ขอขอบคุณศาสตราจารย์ ดร.วิทยา เรืองพรวิสุทธิ์ และศาสตราจารย์ ดร.ปรีชา ภูวไพรศิริศาล ที่ให้ความกรุณามาเป็นกรรมการสอบการวิจัยอีกทั้งตรวจแก้ไขรายงานให้มีความสมบูรณ์

สุดท้ายนี้ผู้วิจัยขอขอบคุณคณาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยทุกท่านที่ได้ให้ความรู้และประสบการณ์ และขอขอบคุณพี่ๆ บริษัทโฟกัสแลปที่ได้ให้คำแนะนำเกี่ยวกับกระบวนการทำงาน ตลอดจนเอื้อเฟื้อสถานที่สำหรับการทำงานวิจัยในครั้งนี้ จนสามารถดำเนินงานวิจัยสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

ธีรานุช เจริญชื่นสิริ
ผู้วิจัย

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ **ง**

Abstract **จ**

กิตติกรรมประกาศ **ฉ**

สารบัญ **ช**

สารบัญรูปภาพ **ฌ**

สารบัญภาคผนวก **ฎ**

บทที่ 1 บทนำ **1**

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา 1

1.2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง 2

1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 3

1.4 วัตถุประสงค์ของโครงการ 4

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ 4

บทที่ 2 การทดลอง **5**

2.1 รายการเครื่องมือและอุปกรณ์ 5

2.2 รายการสารเคมี 5

2.3 การเตรียมความพร้อมเครื่องมือก่อนเริ่มทำการทดลอง 6

2.4 ขั้น Standardization เพื่อหาความเข้มข้นที่แน่นอนของกรดเปอร์คลอริก 7

2.5 การทำ TBN Blank 8

2.6 การ Verification หรือการทวนสอบเครื่องมือโดยตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบ Interlaboratory Comparison (ทุกครั้งก่อนทำการทดลอง) 9

2.7 การให้ความร้อนและกรองน้ำมันด้วยกระดาษกรองกับน้ำมันตัวอย่างประเภท Used oil ก่อนการวิเคราะห์ค่า TBN 10

2.8 การทดสอบน้ำมันไบโอแก๊สตัวอย่างประเภท New oil และ Used oil เพื่อหาค่า TBN ด้วยตัวทำละลาย Chlorobenzene และ Xylene 12

2.9 การทดลองหาตัวทำละลายที่เหมาะสมกับการล้างขั้ว 13

2.10 การทดสอบความเที่ยงระหว่างกรณีใช้ตัวทำละลาย Xylene และ Chlorobenzene 13

2.11 การดูแลเก็บรักษา pH electrode 13

บทที่ 3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง 14

3.1 เปรียบเทียบผลจากการใช้ปริมาตรตัวทำละลายที่ต่างกันในการวิเคราะห์ค่า TBN 14

3.2 ผลการสังเกตการเกิดตะกอนของน้ำมันตัวอย่างประเภท Validated oil, New oil และ Used oil กรณีใช้ตัวทำละลาย Xylene 15

3.3 เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ค่า TBN ในขั้นตอนการหาความเข้มข้นของ $HClO_4$ เมื่อใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene และ Xylene 24

3.4 เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ค่า TBN ในน้ำมันตัวอย่างเมื่อใช้ตัวทำละลาย Xylene และ Chlorobenzene 27

3.5 เปรียบเทียบความเที่ยงในการวิเคราะห์ค่าTBN เมื่อใช้ตัวทำละลาย Xyleneและ Chlorobenzene 29

3.6 เปรียบเทียบระยะเวลาที่ใช้ในขั้นตอนการวิเคราะห์ค่า TBN ของน้ำมันประเภท Validated oil และ Used oil โดยใช้ตัวทำละลาย Xylene และ Chlorobenzene 30

3.7 ผลการเก็บรักษาขั้วด้วยน้ำกลั่น 32

3.8 เปรียบเทียบค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำมัน 33

บทที่ 4 35

สรุปผลการทดลอง 35

เอกสารอ้างอิง 36

ภาคผนวก 37

ประวัติผู้วิจัย 54

สารบัญรูปภาพ

รูปภาพ **หน้า**

รูปที่ 1.1 โครงสร้างของซิลิกอนออกไซด์ 2
รูปที่ 2.1 ส่วนประกอบของเครื่อง Potentiometric titrator ยี่ห้อ Metrohm รุ่น 848 Tritrino Plus 6
รูปที่ 2.2 ขั้น Standardization เพื่อหาความเข้มข้นที่แน่นอนของกรดเปอร์คลอริก 6
รูปที่ 3.1 กราฟแสดงการเปรียบเทียบ %Error ระหว่าง Procedure A และ B 15
รูปที่ 3.2 การกรองน้ำมันประเภท Validated oil ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 21
รูปที่ 3.3 หลังการวิเคราะห์ค่า TBN ของน้ำมันประเภท Validated oil ที่ผ่านการให้ความร้อนและการกรอง 21
รูปที่ 3.4 แผนภูมิแสดงการเพิ่มขึ้นของ %Error อันเนื่องมาจากตะกอน (ข้อมูลโดยละเอียดอยู่ในภาคผนวก ตาราง ก) 22
รูปที่ 3.5 น้ำมันตัวอย่างประเภท Validated oil หมายเลข 2004256 (a) ตะกอนที่เกิดขึ้นหลังการวิเคราะห์ค่า TBN ด้วยตัวทำละลาย Xylene (b) ตะกอนจากรูป a มาละลายด้วยตัวทำละลาย Chlorobenzene 23
รูปที่ 3.6 แผนภูมิแสดงการเปรียบเทียบค่า %Error ก่อนและหลังล้างขั้วด้วย TBN Solvent (ข้อมูลโดยละเอียดอยู่ในภาคผนวกตาราง ก) 23
รูปที่ 3.7 กราฟไตเตรตของการ Standardize ที่ผิดปกติเมื่อใช้ตัวทำละลาย Xylene 24
รูปที่ 3.8 กราฟไตเตรตการ Standardize เมื่อใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene 24
รูปที่ 3.9 กราฟไตเตรตในช่วงแรกของการ Standardize เมื่อใช้ตัวทำละลาย Xylene 24
รูปที่ 3.10 แผนภูมิแสดงการเปรียบเทียบผ่านและไม่ผ่านการแช่ขั้วด้วยน้ำกลั่น (ข้อมูลโดยละเอียดแสดงในภาคผนวกตาราง ฉ และ ตาราง ช) 33

สารบัญตาราง

ตาราง **หน้า**

ตารางที่ 3.1 ผลการวิเคราะห์ค่า TBN แบบ Procedure A และ B ด้วยตัวทำละลาย Chlorobenzene 14
ตารางที่ 3.2 ลักษณะทางกายภาพของน้ำมันตัวอย่างก่อนการทดลอง 16
ตารางที่ 3.3 สรุปการสังเกตลักษณะทางกายภาพที่เกิดขึ้นของน้ำมันทั้งสามประเภท กรณีใช้ตัวทำละลาย Xylene 17
ตารางที่ 3.4 สรุปการสังเกตลักษณะทางกายภาพที่เกิดขึ้นของน้ำมันทั้งสามประเภท กรณีใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene 18
ตารางที่ 3.5 ผลการวิเคราะห์ค่า TBN และ %Error ของน้ำมันประเภท Used oil หมายเลข 20073481 และ Validated oil หมายเลข 19073591 ที่ผ่านการให้ความร้อนและการกรองด้วยกระดาษกรอง 20
ตารางที่ 3.6 ผลการ Standardize โดยใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene 25
ตารางที่ 3.7 ผลการ Standardize โดยใช้ตัวทำละลาย Xylene 25
ตารางที่ 3.8 ผลการวิเคราะห์ค่า TBN ของน้ำมันประเภท Validated oil หมายเลข 19073591 ด้วยตัวทำละลาย Xylene เมื่อใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene ในขั้น Standardization 26
ตารางที่ 3.9 ผลการวิเคราะห์ค่า TBN ด้วยตัวทำละลาย Xylene และ Chlorobenzene 28
ตารางที่ 3.10 เปรียบเทียบความเที่ยงในการวิเคราะห์ค่า TBN ในตัวทำละลาย Xylene และ Chlorobenzene 29
ตารางที่ 3.11 เวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์ค่า TBN กรณีใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene และ Xylene 31
รูปที่ ก

สารบัญภาคผนวก

หน้า

ตาราง ก ผลการทดลองก่อนและหลังการล้างขั้วด้วย TBN Solvent 38
ตาราง ข ผลการวิเคราะห์ค่า TBN และ %Error ของน้ำมันประเภท Used oil และ Validated oil ที่ผ่านการให้ความร้อนและการกรองด้วยกระดาษกรอง 39
ตาราง ค ผลการวิเคราะห์ค่า TBN โดยใช้ตัวทำละลาย Xylene 39
ตาราง ง ผลการวิเคราะห์ค่า TBN โดยใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene 48
ตาราง จ ผลการทดลองของการเปลี่ยนตัวทำละลายจาก Chlorobenzene แทน Xylene ในขั้น Standardization 50
ตาราง ฉ ผลการทดลองวิเคราะห์ค่า TBN ที่ไม่ได้ผ่านการแช่ขั้วด้วยน้ำกลั่น (โดยใช้ตัวทำละลาย Xylene) 52
ตาราง ช ผลการทดลองวิเคราะห์ค่า TBN ที่ผ่านการแช่ขั้วด้วยน้ำกลั่น (โดยใช้ตัวทำละลาย Xylene) 53
รูปที่ ก น้ำมัน Validated oil หมายเลข 20040256 หลังละลายด้วย Chlorobenzene 53
รูปที่ ข น้ำมัน Validated oil หมายเลข 20040256 หลังไตเตรตด้วย $HClO_4$ กรณีใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene 53

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

น้ำมันหล่อลื่น (Lubricating oil) โดยทั่วไปจะใช้ในการหล่อลื่นชิ้นส่วนของเครื่องยนต์หรือเป็นเชื้อเพลิงให้แก่เครื่องยนต์ต่างๆ โดยส่วนประกอบหลักของน้ำมันทั่วไปจะประกอบด้วย น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน (Base oil) และสารเพิ่มคุณภาพ (Additives) โดยน้ำมันพื้นฐานจะสามารถจำแนกได้เป็น 3 ประเภท ได้แก่ น้ำมันพื้นฐานที่ทำจากพืชและสัตว์, น้ำมันพื้นฐานที่ทำจากปิโตรเลียมหรือน้ำมันแร่และน้ำมันพื้นฐานจากน้ำมันสังเคราะห์ น้ำมันไบโอแก๊สคือน้ำมันที่มี Base oil มาจากพืชและสัตว์และมีการเติมสารเพิ่มคุณภาพหลายชนิด ซึ่งหนึ่งในนั้นคือ สารเพิ่มความเป็นเบส โดยเมื่อเครื่องยนต์เกิดการสันดาปจะเกิดกรด สารเพิ่มความเป็นเบสนี้จะไปช่วยสะเทินกรดที่เกิดขึ้น ดังนั้นการตรวจปริมาณเบสในน้ำมันจึงเป็นสิ่งจำเป็น ซึ่งการตรวจค่าความเป็นเบส (Total Base Number, TBN) จะช่วยทำนายอายุการใช้งานของน้ำมันและสามารถปรับปรุงคุณภาพน้ำมันและบำรุงรักษาเครื่องยนต์ได้ [1]

ค่า TBN มีหน่วยเป็น mgKOH/g เป็นเพราะสารเพิ่มความเป็นเบสที่เติมในน้ำมันนั้นมีหลากหลายชนิดยากที่จะระบุสารเคมีนั้นๆ จึงแทนความเป็นเบสด้วยโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) และทำการรายงานผลออกมาเป็น mgKOH/g เพื่อให้ง่ายตอนการเปรียบเทียบโดยปฏิกิริยาความสัมพันธ์ระหว่างสารละลายโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) และสารละลายกรดเปอร์คลอริก ($HClO_4$) มีดังสมการนี้ [2]

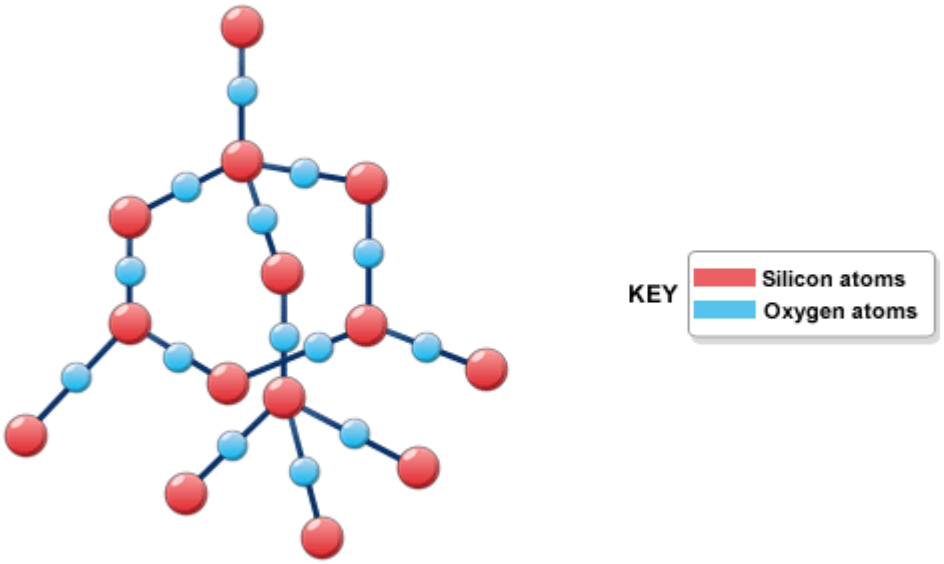
$$HClO_{4\ (aq)} + KOH_{\ (aq)} \longrightarrow KClO_{4\ (aq)} + H_2O \qquad \text{----------(1.1)}$$

โดยค่า TBN ไม่ควรน้อยกว่า 1 mgKOH/g หรือหากค่า TBN ลดลงต่ำกว่า 50% ของน้ำมันใหม่เป็นการบ่งบอกว่าควรเปลี่ยนถ่ายน้ำมันเครื่อง [3] ดังนั้นการวิเคราะห์ค่า TBN จึงมีความสำคัญ การวิเคราะห์ค่า TBN ในน้ำมันไบโอแก๊สของทางบริษัท Focus lab จะวิเคราะห์ด้วยเทคนิคโพเทนทิโอเมทริกกรดเปอร์คลอริกไทเทรชัน ซึ่งจะใช้สารละลาย 0.1 N ของกรดเปอร์คลอริกในสารละลายกรดอะซิติกในการไตเตรตหาค่า TBN โดยใช้ตัวทำละลายคือ คลอโรเบนซีน ซึ่งวิธีดังกล่าวเป็นวิธีของ ASTM D-2896 [1,4]

แต่เนื่องจากคลอโรเบนซีนมีราคาแพงและสามารถก่อให้เกิดปัญหาสุขภาพ เช่น ระคายเคืองต่อระบบทางเดินหายใจซึ่งหากสูดดมในระยะยาวอาจมีผลต่อระบบหายใจ และเมื่อสัมผัสถูกผิวหนังจะทำให้เกิดการระคายเคือง [5] ดังนั้นการเปลี่ยนตัวทำละลายไปใช้ตัวทำละลายทางเลือกซึ่งมีราคาต่ำกว่าน่าจะช่วยลดต้นทุนในการวิเคราะห์และลดปัญหาสุขภาพอันเนื่องมาจากคลอโรเบนซีนได้ ในการทดลองนี้เลือกใช้ตัวทำละลายไซลีน (mixture of isomers) เป็นตัวทำละลายทางเลือกทดแทนคลอโรเบนซีน เพราะมีราคาถูกกว่าและมีอันตรายต่อสุขภาพที่น้อยกว่า คลอโรเบนซีน ไม่เป็นอันตรายต่อสัตว์น้ำ [6] อีกทั้งยังเป็นสารที่สามารถหาซื้อได้ง่ายอีกด้วย

1.2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

การหาค่าความเป็นด่างทั้งหมดในน้ำมันสามารถทำได้หลายวิธีแต่วิธีหนึ่งที่นิยมใช้คือ Potentiometric titration เป็นการวิเคราะห์ปริมาณของสารโดยอาศัยปฏิกิริยาทางเคมีระหว่างสารที่รู้ค่าความเข้มข้นที่แน่นอนในที่นี้คือ กรดเปอร์คลอริก 0.1 N โดยใส่ titrant เติมลงในน้ำมันตัวอย่าง จากนั้นนำปริมาตรและความเข้มข้นของกรดเปอร์คลอริกมาคำนวณหาเพื่อหาค่าความเป็นด่าง [1] โดยการวิเคราะห์ค่าความเป็นด่างของบริษัท Focus lab จะใช้เครื่องโพเทนทิโอเมทริกไทเทรชันในการไตเตรต และขั้วที่ใช้คือ pH electrode ยี่ห้อ Metrohm รุ่น 6.0228.010 ซึ่งใช้สำหรับสารละลายที่ไม่ใช่น้ำ (Non-aqueous solution) ซึ่งวิธีโพเทนทิโอเมทริกไทเทรชัน คือวิธีวัดศักย์ไฟฟ้าของขั้วชี้บอกที่ไวต่อไอออนที่ต้องการวัดหาปริมาณ เป็นเทคนิคที่สามารถใช้กับปฏิกิริยาเคมีแบบต่างๆ เช่น ปฏิกิริยากรด-เบส โดยเครื่องจะทำการติดตามวัดค่าศักย์ไฟฟ้าที่เกิดจากปฏิกิริยาชนิดนั้นๆ โดยในการทดลองวิเคราะห์ค่า TBN จะเลือกใช้ขั้ว pH electrode ซึ่งทำมาจาก Glass body เหมาะสำหรับการวัดค่า pH ในสารละลาย ดังนั้นหากสารละลายมีตะกอนหรือสิ่งปนเปื้อนก็จะมีผลต่อการทำงานของขั้วได้เช่นกัน เนื่องจากหลักการทำงานของ pH electrode คือ การใช้ขั้วไฟฟ้าชี้บอกซึ่งมีลักษณะเป็นเมมเบรนแก้วซึ่งทำจากซิลิกอนออกไซด์ (SiO_2) ดังรูปที่ 1.1 [7]



รูปที่ 1.1 โครงสร้างของซิลิกอนออกไซด์

ซึ่งจะมีรูพรุนเพื่อให้เกิดการแลกเปลี่ยนไอออน [8] จึงทำให้สามารถรายงานเป็นค่า pH ได้ ดังนั้นหากมีสิ่งปนเปื้อนไปอุดตันตามรูพรุนของเมมเบรนก็จะทำให้เกิดความคลาดเคลื่อนในการวัดที่มีค่าสูงได้ โดยเครื่องที่บริษัทใช้คือ Potentiometric titrator ยี่ห้อ Metrohm รุ่น 848 Tritrino Plus ซึ่งจะสามารถรายงานค่าเป็นค่า TBN ที่มีหน่วยเป็น mgKOH/g

1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

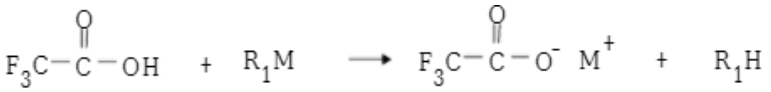
การหาค่าความเป็นกรดหรือเบสในระบบสารละลาย Non-aqueous ไม่สามารถวัดค่าได้โดยตรง เหมือนในระบบสารละลาย Aqueous ดังนั้นจึงต้องทำการวัดค่าโดยอ้อมผ่านการทำปฏิกิริยากับสารมาตรฐาน ซึ่งแบ่งออกเป็น 3 วิธีดังนี้

<u>วิธีที่ 1</u> การวิเคราะห์ค่าความเป็นกรดและเบสทั้งหมดในน้ำมันด้วยเทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR spectroscopy)

การวิเคราะห์ค่าความเป็นกรดทั้งหมดในน้ำมัน (Total Acid Number, TAN) เป็นการวิเคราะห์จากเส้นสเปกตรัมของน้ำมันตัวอย่างประเภท Used oil ระหว่างก่อนและหลังเติมด้วยสารละลายโปแตสเซียมไฮ-ดรอกไซด์ (KOH) โดย KOH จะทำการเกิดปฏิกิริยากับสารที่มีความเป็นกรดในน้ำมัน โดยได้ผลิตภัณฑ์ในรูปคาร์บอกซิเลตแอนไอออน (carboxylate anion)

Carboxylate anion ดังกล่าวจะถูกตรวจวัดด้วย FT-IR spectroscopy เพื่อวิเคราะห์ปริมาณความเป็นกรดในน้ำมัน โดยจะทำการหักลบกันระหว่างสเปกตรัมหลังการเติม KOH ในน้ำมันลบด้วยสเปกตรัมของน้ำมันที่ไม่ได้เติม KOH

นอกจากสามารถวัดค่า TAN ได้แล้วยังสามารถวิเคราะห์ค่า TBN ได้ด้วย โดยใช้ไตรฟลูออโรอะซิติกแอซิด (TFA) แทน KOH โดยจะทำการตรวจวัดสเปกตรัมก่อนและหลังการเติมด้วย TFA โดย TFA เป็นสารอินทรีย์มีความเป็นกรดแก่มากเมื่อเติมลงไปในน้ำมันจะไปทำปฏิกิริยากับเบสในน้ำมัน ทำให้เกิดเป็นเกลือของ TFA ดังนี้



----------(1.2)

ซึ่งเครื่อง FT-IR spectroscopy จะทำการวัดไตรฟลูออโรอะซิเตดแอนไอออน (TFA anion) เพื่อวิเคราะห์ค่า TBN โดยการหักลบสเปกตรัมของน้ำมันระหว่างหลังกับก่อนเติมด้วย TFA [9]

<u>วิธีที่ 2</u> การหาค่าความเป็นด่างทั้งหมด (Total base number, TBN) ในน้ำมันด้วยเทคนิค โพเทนทิโอเมทริก กรดเปอร์คลอริกไทเทรชัน เป็นการวิเคราะห์ปริมาณความเป็นเบสในน้ำมันตัวอย่าง โดยนำสารที่รู้ค่าความเข้มข้นที่แน่นอน ในที่นี้คือ กรดเปอร์คลอริกมาตรฐาน ($HClO_4$) มาไตเตรตกับน้ำมันตัวอย่างที่ละลายกับคลอโรเบนซีน และเติมด้วยสารละลายกรดอะซิติกโดยอัตราส่วนปริมาตรของตัวทำละลายคลอโรเบนซีนต่อกรดอะซิติกคือ 2:1 จากนั้นนำปริมาตรกรดเปอร์คลอริกที่ใช้ในการไตเตรตไปใช้คำนวนเพื่อวิเคราะห์ค่า TBN [1,4] (mgKOH/g) ซึ่งปฏิกิริยาความสัมพันธ์ระหว่าง KOH และ $HClO_4$ มีดังนี้

$$HClO_{4\ (aq)} + KOH_{\ (aq)} \rightarrow KClO_{4\ (aq)} + H_2O \qquad \text{----------(1.3)}$$

ซึ่งเทคนิคนี้เป็นที่นิยมมากในบริษัทตรวจคุณภาพน้ำมันเพราะใช้เวลาน้อยและมีขั้นตอนที่ไม่ยุ่งยาก

<u>วิธีที่ 3</u> การวิเคราะห์ค่า TAN ด้วยวิธีการไตเตรตโดยติดตามการเปลี่ยนสีของอินดิเคเตอร์ (Colorimetric Titration) วิธีการทดสอบนี้ใช้สารละลายมาตรฐานทุติยภูมิ คือ สารละลายโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) ที่ไม่สามารถหาความเข้มข้นที่แน่นอนได้โดยตรง จึงต้องนำไปไตเตรตกับสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิคือโปแตสเซียมไฮโดรเจนพทาเลต (KHP) เมื่อนำสารละลาย KOH มาทำปฏิกิริยากับ KHP จะเกิดปฏิกิริยาดังนี้

$$KOH_{(aq)} + KHC_8H_4O_{4\,(aq)} \longrightarrow H_2O + K_2C_8H_4O_{4\,(aq)} \qquad \text{----------(1.4)}$$

ส่วนการหาค่า TAN ในน้ำมันตัวอย่างจะใช้ α-Naphtholbenzein เป็นอินดิเคเตอร์โดยจะเปลี่ยนสีในช่วง pH 8.2 – 10.0 ซึ่งอยู่ในช่วงเดียวกับ pH ของปฏิกิริยาที่จุดสมมูลพอดี โดยนำปริมาตรสารละลาย KOH ที่ใช้ไตเตรตไปคำนวณหาค่าความเป็นกรดในน้ำมันตัวอย่าง

เนื่องจากในการวิเคราะห์ค่า TAN จะนำน้ำมันตัวอย่างมาละลายกับตัวทำละลาย TAN ซึ่งประกอบด้วยสารละลายโทลูอีนและสารละลายไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ ดังนั้นค่าความเป็นกรดที่ได้จึงเป็นค่ารวมของตัวทำละลาย TAN กับสารตัวอย่าง แต่เนื่องจากต้องการค่า TAN ของน้ำมันตัวอย่างเพียงอย่างเดียวดังนั้นจึงต้องหา TAN_{Blank} ของตัวทำละลายและนำไปลบออกกับค่ารวม จะได้เป็นค่า TAN ของตัวอย่างที่ต้องการเพียงตัวเดียว ดังสมการต่อไปนี้ [2]

จาก $$TAN = V_{KOH} \times [KOH] \times MW_{KOH} \qquad \text{----------(1.5)}$$

จะได้ว่า $$TAN_{Sample} = TAN_{Total} - TAN_{Blank} \qquad \text{----------(1.6)}$$

$$TAN_{Sample} = \frac{(V_{KOH} - V_{KOH\,BLANK}) \times [KOH] \times MW_{KOH}}{W} \qquad \text{----------(1.7)}$$

1.4 วัตถุประสงค์ของโครงการ

1. เพื่อวิเคราะห์และเปรียบเทียบผลการวัดค่า Total base number (TBN) ในน้ำมันไบโอแก๊สด้วยตัวทำละลายไซลีนและคลอโรเบนซีน
2. เพื่อศึกษาและปรับปรุงการวัดค่า TBN ในน้ำมันไบโอแก๊สด้วยเทคนิค Potentiometric Perchloric titration ให้เหมาะสมกับการใช้ตัวทำละลายไซลีน

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถนำตัวทำละลายไซลีนมาใช้ทดแทนคลอโรเบนซีน เพื่อลดต้นทุนในการวัดค่า TBN ด้วยเทคนิค Potentiometric Perchloric titration
2. ได้วิธีการและขั้นตอนใหม่ที่เหมาะสมกับการวัดค่า TBN โดยใช้ตัวทำละลายไซลีน

บทที่ 2

การทดลอง

2.1 รายการเครื่องมือและอุปกรณ์

1. บีกเกอร์ (beaker) ขนาด 100 มิลลิลิตร
2. เครื่องชั่ง (analytical balance) 4 ตำแหน่ง
3. ขาตั้งและที่หนีบ (stand and clamp)
4. ตู้ดูดควัน (hood)
5. ขวดแก้วสีชา (amber glass) ขนาด 1 ลิตร
6. เครื่องพิมพ์ (printer)
7. สารดูดซับ (molecular sieves)
8. เครื่องดูดจ่ายสารละลาย (dispenser) ขนาด 25 และ 50 มิลลิลิตร
9. แท่งแม่เหล็กกวนสาร (magnetic bar)
10. ไมโครวาล์ว (micro valve)
11. เครื่องกวนสารละลาย (Magnetic stirrer)
12. กระดาษกรอง (filter paper) เบอร์ 1
13. Potentiometric titrator ยี่ห้อ Metrohm รุ่น 848 Tritrino Plus (Potentiometric titration with non-aqueous difference electrode, cylinder size 20 mL)
14. pH electrode ยี่ห้อ Metrohm รุ่น 6.0228.010
15. กระบอกตวงขนาด 100 mL
16. อ่างน้ำร้อน (Water bath)

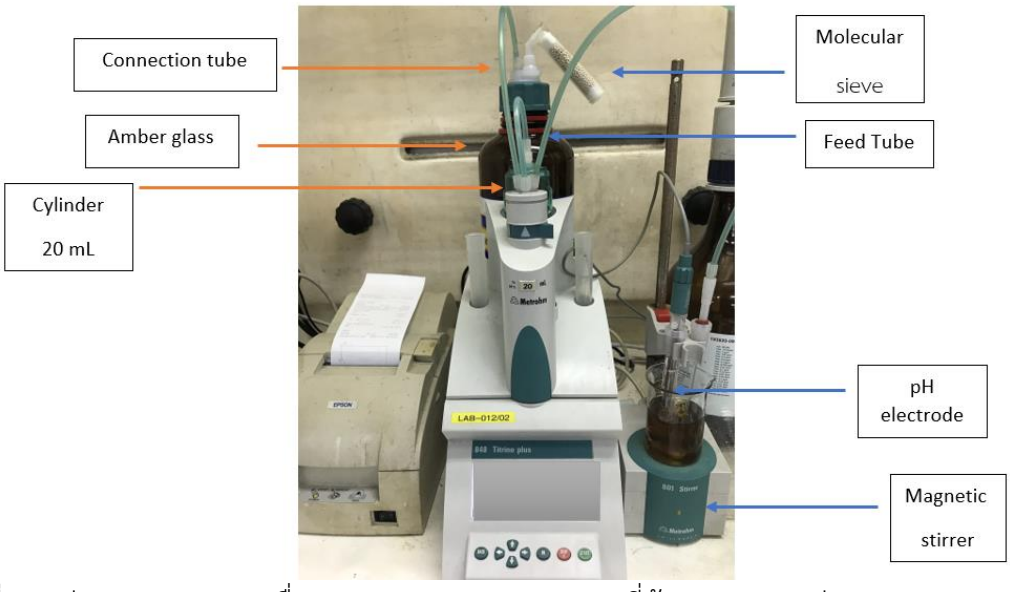
2.2 รายการสารเคมี

1. กรดแกลเชียลแอซีติก (glacial acetic acid) ยี่ห้อ QRëC เกรด AR
2. คลอโรเบนซีน (chlorobenzene) ยี่ห้อ RCl Labscan เกรด AR
3. กรดเปอร์คลอริกในสารละลายกรดแอซิติก 0.1 N (perchloric acid 0.1N in Glacial acetic acid for non-aqueous titration) ยี่ห้อ Reagecon
4. โปแตสเซียมไฮโดรเจนพทาเลต (potassium hydrogen phthalate)
5. สารละลายอิเล็กโทรไลต์ลิเทียมคลอไรด์ที่อิ่มตัวในเอทานอล (lithium chloride electrolyte (sat.LiCl in EtOH), non-aqueous solution)
6. ไซลีน (xylene) ยี่ห้อ RCl Labscan เกรด AR
7. น้ำกลั่น (deionized water)
8. น้ำมันตัวอย่างประเภท Validated oil หมายเลข 2004256, 425395 และ19073591
9. น้ำมันตัวอย่างไบโอแก๊สประเภท New oil หมายเลข 409363

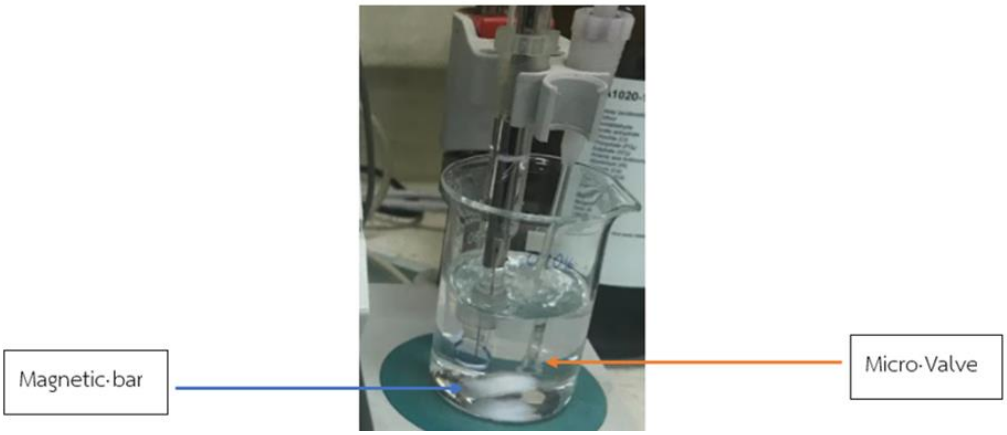
10. น้ำมันตัวอย่างไบโอแก๊สประเภท Used oil หมายเลข 20073478 ถึง 20073484, 20073542 ถึง 20073544 และ 20073605 ถึง 20073609

2.3 การเตรียมความพร้อมเครื่องมือก่อนเริ่มทำการทดลอง

1. ตรวจเช็คฟองอากาศภายใน Cylinder จากรูปที่ 2.1
2. หากมีฟองอากาศภายใน Feed tube และ Connection Tube (รูปที่ 2.1) ให้ทำการกดที่ปุ่ม Menu แล้ว ไปที่ Manual control จากนั้นกดเลือกโหมด Dosing กดเลื่อนไปที่ PREP จากนั้น กดปุ่ม OK เครื่องจะทำการไล่ฟองอากาศที่ค้างในสายยางจนหมดและทำการเติมสารละลาย $HClO_4$ จนเต็ม Connection tube



รูปที่ 2.1 ส่วนประกอบของเครื่อง Potentiometric titrator ยี่ห้อ Metrohm รุ่น 848 Tritrino Plus



รูปที่ 2.2 ขั้น Standardization เพื่อหาความเข้มข้นที่แน่นอนของกรดเปอร์คลอริก

2.4 ขั้น Standardization เพื่อหาความเข้มข้นที่แน่นอนของกรดเปอร์คลอริก

1. ตรวจสอบปริมาณสารละลาย $HClO_4$ ความเข้มข้น 0.1 N หากสารละลาย $HClO_4$ ใน Amber glass (รูปที่ 2.1) มีปริมาณน้อยกว่าครึ่งขวด ให้เติมสารละลาย $HClO_4$ ความเข้มข้น 0.1 N ลงใน Amber glass
2. ชั่งน้ำหนัก KHP ใกล้เคียง 0.1 กรัม ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL และจดน้ำหนักของ KHP ที่ชั่งได้เป็นทศนิยม 4 ตำแหน่ง จากนั้นเติมสารละลาย Glacial acetic acid 20.00 mL ด้วย Dispenser ขนาด 25 mL
3. ใส่ Magnetic bar แล้วนำไปวางบน Stirrer (รูปที่ 2.1) จน KHP ละลายหมดแล้วเติมสารละลาย Chlorobenzene ลงไป 40.00 mL ด้วย Dispenser ขนาด 50 mL หรือหากใช้ตัวทำละลาย Xylene ให้เติมสารละลาย 40.0 mL แทนตัวทำละลาย Chlorobenzene ด้วยกระบอกตวงขนาด 100 mL จากนั้นปั่นจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
4. ทำการจุ่ม pH electrode และ Micro valve ลงในบีกเกอร์ที่ประกอบด้วย Chlorobenzene และ Glacial acetic acid ผสมกันด้วยอัตราส่วน 2:1 (TBN Solvent) ใส่ Magnetic bar แล้วทำการเปิด Stirrer เพื่อล้าง pH electrode และ Micro valve
5. นำ pH electrode และ Micro valve (รูปที่ 2.2) จุ่มลงในสารละลายที่เตรียมไว้จากข้อ 2.4.3
6. เลือกโปรแกรมสำหรับการทำ Standardization (StdTBN2896)
7. ป้อนน้ำหนัก KHP ที่ชั่งมาจากข้อ 2.4.2 ลงในช่อง Sample size เป็นทศนิยม 4 ตำแหน่งจากนั้นทำการกดปุ่ม Start เพื่อเริ่มการวิเคราะห์ความเข้มข้นที่แน่นอนของ $HClO_4$
8. เครื่องจะทำการคำนวณตามสูตรเพื่อให้ได้ค่าความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย $HClO_4$ ใน Amber glass (ความเข้มข้นของ $HClO_4$; N) เครื่องจะทำการบันทึกค่าความเข้มข้นของ $HClO_4$ ที่ได้จากการ Standardize จากนั้นเครื่องจะทำการพิมพ์ข้อมูลดังกล่าวออกมา
9. ความเข้มข้นของสารละลาย $HClO_4$ ที่วัดได้จากเครื่อง มีสูตรคำนวณดังนี้

$$N_A = \frac{1000 \times W}{[204.22 \times (V - b)]} \qquad \text{----------(2.1)}$$

N_A = ความเข้มข้นของสารละลาย $HClO_4$ที่วัดได้ (normality)

W = น้ำหนักของ KHP (g)

V = ปริมาตรของ $HClO_4$ ที่ใช้ไตเตรต (mL)

b = ปริมาตรของสารละลาย $HClO_4$ ที่ใช้ไตเตรต Blank (mL)

หมายเหตุ: 1000 คือค่าคงที่สำหรับการเปลี่ยนหน่วยจากลิตร (L) เป็นมิลลิลิตร (mL) และ 204.22 คือมวลโมเลกุลของ KHP

10. ค่า %Error จากขั้น Standardization โดยเทียบความเข้มข้นที่แท้จริงของ $HClO_4$ ที่เติมลงใน Amber glass กับความเข้มข้นที่วัดได้จากข้อ 2.4.6 มีสูตรคำนวณดังนี้

$$\%Error = \frac{(0.1 - N_A)}{0.1} \times 100\% \qquad \text{----------(2.2)}$$

หมายเหตุ: 0.1 N *คือ ความเข้มข้นที่แท้จริงของ* $HClO_4$ *ที่เติมใน* Amber Glass

11. ซับ pH Electrode และ Micro valve ด้วยกระดาษทิชชู จากนั้นจุ่ม pH electrode และ Micro valve ลงในบีกเกอร์ที่มีสารละลาย TBN Solvent ใส่ Magnetic bar แล้วทำการเปิด Stirrer เพื่อล้าง Electrode และ Micro valve
12. นำ pH electrode และ Micro Valve ขึ้นจาก TBN Solvent ซับด้วยกระดาษทิชชู

2.5 การทำ TBN Blank

1. สารละลาย Chlorobenzene 40.00 mL และ Glacial acetic acid 20.00 mL (จาก Dispenser ขนาด 50 และ 25 mL ตามลำดับ) เติมลงในบีกเกอร์ หรือ กรณีที่ทำการวิเคราะห์หาค่า TBN ด้วยตัวทำละลาย Xylene ให้ใช้ตัวทำละลาย Xylene 40.0 mL ตวงด้วยกระบอกตวงขนาด 100 mL
2. จากนั้นใส่ Magnetic bar แล้วนำไปวางบน Stirrer ปั่นจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
3. ทำการจุ่ม pH electrode และ Micro valve ลงไปในบีกเกอร์ที่มีสารละลาย TBN Solvent ใส่ Magnetic bar แล้วทำการเปิด Stirrer เพื่อล้าง pH electrode และ Micro valve
4. ส่วนในกรณีใช้ตัวทำละลาย Xylene ในการทำ TBN Blank หลังล้าง pH electrode และ Micro valve ด้วย TBN Solvent แล้วให้ซับ pH electrode และ Micro valve ด้วยกระดาษทิชชู จากนั้นจุ่มขั้วลงในสารละลายที่ประกอบด้วยตัวทำละลาย Xylene 40.0 mL กับ Glacial acetic acid 20.00 mL ก่อน เพื่อให้ pH electrode และ Micro valve พร้อมสำหรับการวิเคราะห์ TBN Blank ในกรณีที่ใช้ตัวทำละลาย Xylene จากนั้นซับ pH electrode และ Micro valve ด้วยกระดาษทิชชู
5. นำ pH electrode และ Micro valve จุ่มลงในสารละลายที่เตรียมในข้อ 2.5.2
6. เลือกโปรแกรมสำหรับการทำ TBN Blank (BlkTBN2896)
7. ป้อนน้ำหนักลงในช่อง Sample size เป็น 1.0000 กรัม จากนั้นทำการกดปุ่ม Start เพื่อเริ่มการวิเคราะห์ค่า TBN Blank
8. เมื่อวิเคราะห์เสร็จเครื่องจะบันทึกค่า Blank โดยอัตโนมัติ โดยค่า TBN Blank ที่ได้จะถูกใช้คำนวณเพื่อหาค่า TBN ในขั้น 2.6 และ 2.7 จากนั้นเครื่องจะทำการพิมพ์ข้อมูลค่า TBN Blankดังกล่าวออกมา
9. ซับ pH electrode และ Micro valve ด้วยกระดาษทิชชู จากนั้นจุ่ม pH electrode และ Micro valve ลงใน TBN Solvent ใส่ Magnetic bar แล้วทำการเปิด Stirrer เพื่อล้าง pH electrode และ Micro valve
10. นำ pH electrode และ Micro valve ขึ้นจาก TBN Solvent ซับด้วยกระดาษทิชชู

หมายเหตุ: ขั้นตอนที่ 2.5.4 เป็นขั้นตอนกรณีทำ TBN Blank ที่ใช้ตัวทำละลาย Xylene เท่านั้น

2.6 การ Verification หรือ การทวนสอบเครื่องมือโดยตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบ Interlaboratory Comparison (ทุกครั้งก่อนทำการทดลอง)

1. ชั่งน้ำหนักของน้ำมันตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบ Interlaboratory Comparison (น้ำมัน Validated oil) ใกล้เคียง 1 กรัมใส่ในบีกเกอร์ และจดน้ำหนักของน้ำมันประเภท Validated oil ที่ชั่งได้เป็นทศนิยม 4 ตำแหน่ง จากนั้นละลายน้ำมันตัวอย่างด้วยการเติมตัวทำละลาย Chlorobenzene 40.00 mL ด้วย Dispenser

   ในกรณีใช้ตัวทำละลาย Xylene ให้เติมตัวทำละลาย Xylene แทนตัวทำละลาย Chlorobenzene 40.0 mL ตวงด้วยกระบอกตวง
2. เติม Glacial acetic acid 20.00 mL จากนั้นใส่ Magnetic bar ลงในบีกเกอร์ นำบีกเกอร์ไปวางบน Stirrer ปั่นจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
3. จุ่ม pH electrode และ Micro valve (ที่ผ่านการทำความสะอาดด้วย TBN Solvent และผ่านการจุ่มขั้วลงในสารละลายที่ประกอบด้วยตัวทำละลาย Xylene 40.0 mL กับ Glacial acetic acid 20.00 mL สำหรับกรณีใช้ตัวทำละลาย Xylene ในการวิเคราะห์) ลงในบีกเกอร์ที่เตรียมในข้อ 2.6.2
4. เลือกโปรแกรมสำหรับหาค่า TBN (TBN2896) ในน้ำมันตัวอย่าง
5. กรอกน้ำหนักน้ำมันที่ชั่งมาจากข้อ 2.6.1 ลงในช่อง Sample size จากนั้นทำการกดปุ่ม Start เพื่อเริ่มการวิเคราะห์
6. เมื่อวิเคราะห์เสร็จเครื่องจะแสดงค่า TBN ที่ได้จากน้ำมันตัวอย่างประเภท Validated oil จากนั้นเครื่องจะทำการพิมพ์ข้อมูลค่า TBN ดังกล่าวออกมา ซึ่งค่า TBN มาจากสูตรการคำนวณดังนี้

$$TBN = \frac{(V_{Sample} - b) \times N_A \times 56.1}{W_{Sample}} \qquad \text{----------(2.3)}$$

แทนค่าเพื่อพิสูจน์หน่วยวัดได้ดังนี้

$$\frac{mg_{KOH}}{g_{Sample}} = \frac{mL \times \frac{mol}{1000\ mL} \times \frac{g}{mol} \times \frac{1000\ mg}{g}}{g_{Sample}} \qquad \text{----------(2.4)}$$

TBN	=	ปริมาณด่างทั้งหมดในน้ำมันตัวอย่าง (หน่วย mg.KOH/g_{sample})
N_A	=	ความเข้มข้นของสารละลาย $HClO_4$ (normality)
W_{sample}	=	น้ำหนักของน้ำมันตัวอย่างที่ชั่งมา (g)
V_{sample}	=	ปริมาตรของ $HClO_4$ ที่ใช้ไตเตรตตัวอย่าง (mL)
b	=	ปริมาตรของสารละลาย $HClO_4$ ที่ใช้ไตเตรต Blank (mL) ที่ได้จาก (2.5)
56.1	=	มวลโมเลกุลของ KOH

7. การหาค่า %Error ค่า TBN ของน้ำมันตัวอย่างประเภท Validated oil มีสูตรคำนวณดังนี้

$$\%Error = \frac{(TBN_{Real} - TBN)}{TBN_{Real}} \times 100\% \qquad \text{----------(2.5)}$$

%Error = ความคลาดเคลื่อนค่า TBN ของน้ำมันตัวอย่างประเภท Validated oil เมื่อเทียบกับค่า TBN มาตรฐาน (mgKOH/g)

TBN_{Real} = ค่า TBN มาตรฐานที่ผ่านการทดสอบ Interlaboratory Comparison (mgKOH/g)

TBN = ค่า TBN ของน้ำมันประเภท Validated oil ที่วิเคราะห์ได้จาก (2.6.6)

หมายเหตุ:

a) น้ำมัน Validated oil หมายเลข 2004256 มีค่า TBN = 8.82 mgKOH/g โดยค่า TBN ควรอยู่ในช่วง 8.30 – 9.34 mgKOH/g

b) น้ำมัน Validated oil หมายเลข 425395 มีค่า TBN = 10.42 mgKOH/g โดยค่า TBN ควรอยู่ในช่วง 9.14 – 11.70 mgKOH/g

c) น้ำมัน Validated oil หมายเลข 19073591 มีค่า TBN = 4.67 mgKOH/g โดยค่า TBN ควรอยู่ในช่วง 3.50 – 5.87 mgKOH/g

2.7 การให้ความร้อนและกรองน้ำมันด้วยกระดาษกรองกับน้ำมันตัวอย่างประเภท Used oil ก่อนการวิเคราะห์ค่า TBN

1. นำน้ำมันตัวอย่างประเภท Used oil ไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60.0 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 15 นาที ด้วยอ่างน้ำร้อน
2. จากนั้นนำน้ำมันที่ผ่านการให้ความร้อนในข้อ 2.7.1 มาชั่งน้ำหนักให้ใกล้เคียง 1 กรัม จดน้ำหนักของน้ำมันตัวอย่างเป็นทศนิยม 4 ตำแหน่ง จากนั้นละลายน้ำมันตัวอย่างด้วยการเติมตัวทำละลาย Xylene 40.0 mL ด้วยกระบอกตวง จากนั้นคนให้น้ำมันละลายจนหมด
3. จากนั้นนำสารละลายที่เตรียมไว้ในข้อ 2.7.2 กรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1
4. นำน้ำมันที่กรองได้จากข้อ 2.7.3 เติม Glacial acetic acid 20 mL จากนั้นใส่ Magnetic bar ลงในบีกเกอร์ นำบีกเกอร์ไปวางบน Stirrer ปั่นจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
5. จุ่ม pH electrode และ Micro valve (ที่ผ่านการล้างทำความสะอาดด้วย TBN Solvent และผ่านการจุ่มขั้วลงในสารละลายที่ประกอบด้วยตัวทำละลาย Xylene 40.0 mL กับ Glacial acetic acid 20.00 mL) ลงในบีกเกอร์ที่เตรียมไว้ในข้อ 2.7.4
6. เลือกโปรแกรมสำหรับหาค่า TBN (TBN2896) ในน้ำมันตัวอย่างประเภท Used oil

7. ป้อนน้ำหนักน้ำมันที่ชั่งมาจากข้อ 2.7.2 ลงในช่อง Sample size จากนั้นทำการกดปุ่ม Start เพื่อเริ่มการวิเคราะห์
8. เมื่อวิเคราะห์เสร็จเครื่องจะแสดงค่า TBN ของน้ำมันประเภท Used oil โดยสูตรคำนวณหาค่า TBN จะเหมือนในข้อ 2.6.6 จากนั้นเครื่องจะทำการพิมพ์ข้อมูลค่า TBN ดังกล่าวออกมา
9. การคำนวณค่า %Error ค่า TBN ของน้ำมันตัวอย่างในขั้นตอนนี้จะใช้สูตรคำนวณดังนี้

$$\%Error = \frac{(TBN_{Chlorobenzene} - TBN)}{TBN_{Chlorobenzene}} \times 100\% \quad \text{----------(2.6)}$$

%Error = ความคลาดเคลื่อนค่า TBN ของน้ำมันตัวอย่างประเภท New oil และ Used oil เมื่อเทียบกับค่า TBN ที่ได้จากกรณีที่ใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene

$TBN_{Chlorobenzene}$ = ค่า TBN ที่วิเคราะห์ได้จากกรณีที่ใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene

TBN = ค่า TBN ของน้ำมันประเภท New oil และ Used oil ที่วิเคราะห์ได้จากข้อ 2.7.8

หมายเหตุ: ค่า TBN กรณีใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene จะแสดงไว้ในภาคผนวกตาราง ง

10. ซับ pH electrode และ Micro valve ด้วยกระดาษทิชชู จากนั้นจุ่ม pH electrode และ Micro valve ลงใน TBN Solvent ใส่ Magnetic bar แล้วทำการเปิด Stirrer เพื่อล้าง pH electrode และ Micro valve
11. นำ pH electrode และ Micro Valve ขึ้นจาก TBN Solvent ซับด้วยกระดาษทิชชู

2.8 การทดสอบน้ำมันไบโอแก๊สตัวอย่างประเภท New oil และ Used oil เพื่อหาค่า TBN ด้วยตัวทำละลาย Chlorobenzene และ Xylene

1. ชั่งน้ำมันไบโอแก๊สตัวอย่างประเภท Used oil ให้ใกล้เคียง 1 กรัม จดน้ำหนักของน้ำมันตัวอย่างเป็นทศนิยม 4 ตำแหน่ง จากนั้นละลายน้ำมันตัวอย่างด้วยตัวทำละลาย Chlorobenzene 40.00 mL หรือ Xylene 40.0 mL ในกรณีวิเคราะห์ด้วยตัวทำละลาย Xylene
2. เติม Glacial acetic acid 20.00 mL จากนั้นใส่ Magnetic bar ลงในบีกเกอร์ นำบีกเกอร์ไปวางบน Stirrer ปั่นจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
3. จุ่ม pH electrode และ Micro valve (ที่ผ่านการทำความสะอาดด้วย TBN Solvent และผ่านการจุ่มขั้วลงในสารละลายที่ประกอบด้วยตัวทำละลาย Xylene 40.0 mL กับ Glacial acetic acid 20.00 mL สำหรับกรณีใช้ตัวทำละลาย Xylene ในการวิเคราะห์) ลงในบีกเกอร์ที่เตรียมไว้จากข้อ 2.8.2
4. เลือกโปรแกรมสำหรับหาค่า TBN (TBN2896) ในน้ำมันตัวอย่างประเภท New oil และ Used oil
5. ป้อนน้ำหนักน้ำมันที่ชั่งมาจากข้อ 2.8.1 ลงในช่อง Sample size จากนั้นทำการกดปุ่ม Start เพื่อเริ่มการวิเคราะห์
6. เมื่อวิเคราะห์เสร็จเครื่องจะแสดงค่า TBN ของน้ำมันทั้งสองประเภท โดยสูตรคำนวณหาค่า TBN จะเหมือนในข้อ 2.6.6 ทุกประการทั้งกรณีที่ใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene และ Xylene
7. ส่วนการคำนวณ %Error ค่า TBN ของน้ำมันตัวอย่างประเภท New oil และ Used oil กรณีที่ใช้ตัวทำละลาย Xylene จะมีสูตรคำนวณเช่นเดียวข้อ 2.7.9
8. ซับ pH electrode และ Micro valve ด้วยกระดาษทิชชู จากนั้นจุ่ม pH electrode และ Micro valve ลงใน TBN Solvent ใส่ Magnetic bar แล้วทำการเปิด Stirrer เพื่อล้าง pH electrode และ Micro valve
9. นำ pH electrode และ Micro Valve ขึ้นจาก TBN Solvent ซับด้วยกระดาษทิชชู

2.9 การทดลองหาตัวทำละลายที่เหมาะสมกับการล้างขั้ว

1. นำตะกอนในบีกเกอร์ที่เกิดขึ้นจากการทดลองในขั้นที่ 2.6, 2.7และ 2.8 มาหาตัวทำละลายที่สามารถละลายตะกอนเหล่านี้ได้
2. เติมตัวทำละลาย Chlorobenzene ลงในบีกเกอร์จากข้อ 2.9.1

2.10 การทดสอบความเที่ยงระหว่างกรณีใช้ตัวทำละลาย Xylene และ Chlorobenzene

1. นำค่า TBN ที่วิเคราะห์ได้จากขั้นที่ 2.6 และ 2.8 คำนวณเพื่อหาร้อยละของ Relative Standard Deviation (%RSD)
2. การคำนวณ %RSD สามารถทำได้ดังนี้

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \qquad \text{----------(2.7)}$$

%RSD = ร้อยละของส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์

SD = ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard Deviation, SD)

$\bar{x}$ = ค่าเฉลี่ยของค่า TBN ที่วิเคราะห์ได้จากขั้นที่ 2.6 และ 2.8

2.11 การดูแลเก็บรักษา pH electrode

1. ทุกครั้งที่ทำการวิเคราะห์เสร็จให้นำ pH electrode และ Micro valve ซับด้วยกระดาษทิชชู จากนั้นจุ่ม pH electrode และ Micro valve ลงใน TBN Solvent ใส่ Magnetic bar แล้วทำการเปิด Stirrer เพื่อล้าง pH electrode และ Micro valve ให้พร้อมกับการใช้งานครั้งต่อไป
2. นำ pH electrode และ Micro Valve ขึ้นจาก Solvent ซับด้วยกระดาษทิชชู
3. หากค่าการวิเคราะห์น้ำมันประเภท Validated oil มี %Error ที่สูงให้นำ pH electrode แช่ในน้ำกลั่นเป็นเวลา 15 ถึง 20 นาที
4. ทำ Verification เหมือนในขั้นตอนที่ 2.6 หากค่า TBN ที่ได้อยู่ในช่วงที่กำหนด (ค่า TBN จริงของน้ำมัน Validated oil ±2SD) จึงสามารถทำการทดลองต่อได้ หากไม่ได้ให้ทำการล้างขั้วด้วย TBN Solvent แล้วแช่น้ำกลั่นอีกครั้งจนกว่าค่า TBN ของน้ำมัน Validated oil อยู่ในช่วงที่กำหนด
5. การเปรียบเทียบประสิทธิภาพของการวิเคราะห์ค่า TBN ของ pH electrode ก่อนและหลังการล้างขั้วด้วยน้ำกลั่น โดยจะใช้การคำนวณ %Error ค่า TBN น้ำมัน Validated oil เหมือนข้อ 2.6.6

บทที่ 3
ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

3.1 เปรียบเทียบผลจากการใช้ปริมาตรตัวทำละลายที่ต่างกันในการวิเคราะห์ค่า TBN

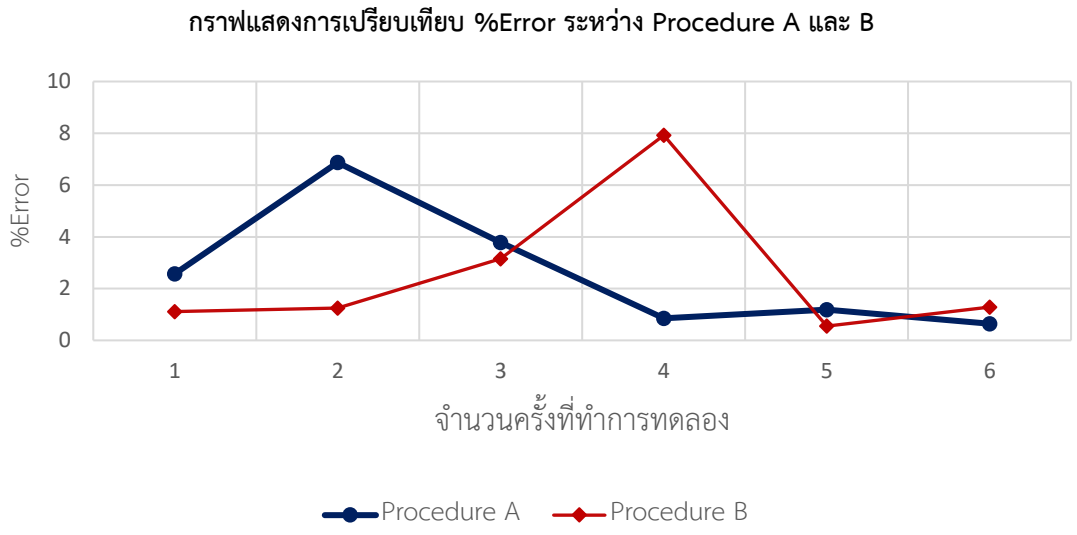
จากการศึกษาข้อมูลจาก ASTM D-2896 พบว่าในการวิเคราะห์ค่า TBN มี 2 วิธีในการใช้ปริมาตรตัวทำละลายที่ต่างกัน โดยวิธีแรกจะมีชื่อเรียกว่า Procedure A เป็นวิธีที่ใช้ปริมาตรตัวทำละลาย Chlorobenzene 80.00 mL ผสมกับ Glacial acetic acid 40.00 mL ดังนั้นปริมาตรรวมของ Procedure A คือ 120.00 mL ส่วนวิธีที่สองมีชื่อเรียกว่า Procedure B เป็นวิธีที่ทางบริษัท Focus Lab เลือกใช้ ซึ่งจะใช้ปริมาตรน้อยกว่า Procedure A โดยใช้ปริมาตรตัวทำละลายรวมระหว่าง Chlorobenzene 40.00 mL ผสมกับ Glacial acetic acid 20.00 mL ดังนั้นปริมาตรรวมของ Procedure B คือ 60.00 mL [4] โดยคาดว่า Procedure A ที่ใช้ตัวทำละลายที่มากกว่าอาจทำให้ผลการวิเคราะห์มี %Error ที่น้อยกว่า Procedure B

จากการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ค่า TBN ด้วยปริมาตรตัวทำละลายที่ต่างกันระหว่าง ปริมาตรรวม 120.00 mL (Chlorobenzene 80.00 mL กับ Acetic acid 40.00 mL) หรือ Procedure A และปริมาตรรวม 60.00 mL (Chlorobenzene 40.00 mL กับ Acetic acid 20.00 mL) หรือ Procedure B โดยใช้น้ำมันตัวอย่างประเภท Validated oil หมายเลข 2004256 ที่มีค่า TBN ประมาณ 8.82 mgKOH/g ได้ผลการทดลองดังตารางที่ 3.1 และ รูปที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ผลการวิเคราะห์ค่า TBN แบบ Procedure A และ B ด้วยตัวทำละลาย Chlorobenzene

หมายเลข Sample	Procedure	ครั้งที่	Sample size (g)	TBN (mgKOH/g)	%Error
20040256 (Validated oil)	A	1	3.5234	8.5933	**2.57**
		2	3.5061	8.2141	**6.87**
		3	3.5178	8.4860	**3.79**
		4	1.0083	8.7452	**0.848**
		5	1.0022	8.7158	**1.18**
		6	1.0166	8.8768	**0.644**
	B	1	1.0208	8.9180	**1.11**
		2	1.0198	8.9305	**1.25**
		3	1.0091	9.0986	**3.16**
		4	1.0146	9.5188	**7.92**
		5	1.0145	8.7714	**0.551**
		6	1.0020	8.7062	**1.29**

จากรูปที่ 3.1 จะพบว่าการใช้ปริมาตรตัวทำละลายที่ต่างกันไม่ได้มีผลต่อการทดลองวิเคราะห์ค่า TBN



รูปที่ 3.1 กราฟแสดงการเปรียบเทียบ %Error ระหว่าง Procedure A และ B

ดังนั้น Procedure B จึงมีความเหมาะสมกับการทดลองมากกว่า Procedure A เพราะใช้ปริมาตรสารละลายรวมที่น้อยกว่า

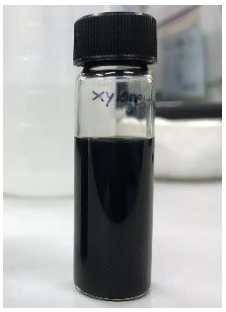
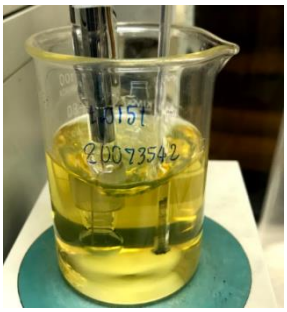
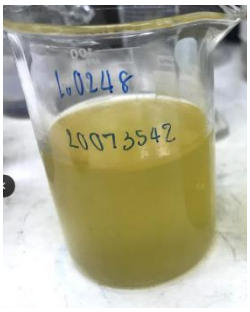
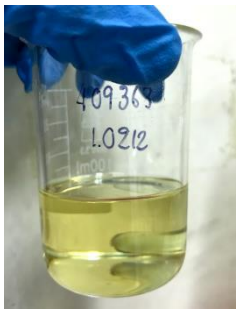
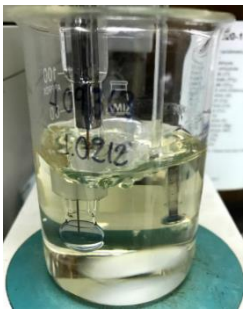
3.2 ผลการสังเกตการเกิดตะกอนของน้ำมันตัวอย่างประเภท Validated oil, New oil และ Used oil กรณีใช้ตัวทำละลาย Xylene

จากการทดลองด้วยน้ำมันตัวอย่างประเภท Validated oil หมายเลข 20040256, น้ำมันประเภท Used oil หมายเลข 20073542 และ น้ำมันตัวอย่างประเภท New oil หมายเลข 409363 ซึ่งมีลักษณะทางกายภาพของน้ำมันเหล่านี้เป็นดังตารางที่ 3.2 ชั่งมาประมาณ 1 กรัม ละลายด้วยตัวทำละลาย Xylene 40.0 mL จากนั้นเติมด้วย Glacial acetic acid 20.00 mL และไปทำการไตเตรตด้วย $HClO_4$ จะเกิดการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพในแต่ละขั้นตอน ดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.2 ลักษณะทางกายภาพของน้ำมันตัวอย่างก่อนการทดลอง

หมายเลข Sample	ลักษณะทางกายภาพก่อนการทดลอง
20040256 (Validated oil)	ของเหลวสีดำ มีความหนืด
20073542 (Used oil)	ของเหลวสีน้ำตาล มีความหนืด
409363 (New oil)	ของเหลวใสไม่มีสี มีความหนืด

ตารางที่ 3.3 สรุปการสังเกตลักษณะทางกายภาพที่เกิดขึ้นของน้ำมันทั้งสามประเภท กรณีใช้ตัวทำละลาย Xylene

หมายเลข Sample	ลักษณะทางกายภาพ		
	หลังละลายด้วย Xylene	หลังเติม Acetic acid	หลังการไตเตรตด้วย $HClO_4$
20040256 (Validated oil)	 สารละลายสีดำ	สารละลายสีเหลืองอ่อนเกิดตะกอนสีดำ	สารละลายสีเหลืองเกิดตะกอนสีดำ
20073542 (Used oil)	สารละลายใสสีเหลือง	 สารละลายใสสีเหลือง	 สารละลายสีเหลืองขุ่น เกิดตะกอนสีน้ำตาล
409363 (New oil)	 สารละลายใสสีเหลือง	 สารละลายใสสีเหลือง	สารละลายสีขาวขุ่นเกิดตะกอนสีน้ำตาล

ตารางที่ 3.4 สรุปการสังเกตลักษณะทางกายภาพที่เกิดขึ้นของน้ำมันทั้งสามประเภท กรณีใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene

หมายเลข Sample	ลักษณะทางกายภาพ		
	หลังละลายด้วย Chlorobenzene	หลังเติม Acetic acid	หลังการไตเตรตด้วย $HClO_4$
20040256 (Validated oil)	สารละลายสีดำ ไม่เกิดตะกอน	สารละลายสีดำ ไม่เกิดตะกอน	สารละลายสีดำ ไม่เกิดตะกอน
20073542 (Used oil)	สารละลายใสสีเหลือง ไม่เกิดตะกอน	สารละลายใสสีเหลือง ไม่เกิดตะกอน	สารละลายใสสีเหลือง ไม่เกิดตะกอน
409363 (New oil)	สารละลายใสสีเหลือง ไม่เกิดตะกอน	สารละลายใสสีเหลือง ไม่เกิดตะกอน	สารละลายใสสีเหลือง ไม่เกิดตะกอน

ข้อมูลจากตารางที่ 3.3 แสดงให้เห็นการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของน้ำมันทั้งสามประเภท ระหว่างการทดลองในกรณีที่ใช้ตัวทำละลาย Xylene โดยน้ำมันประเภท Validated oil จะเกิดการเปลี่ยนแปลงเมื่อเติมด้วย Glacial acetic acid โดยจะพบตะกอนสีดำเกิดขึ้น และตะกอนเหล่านี้ก็ยังคงพบในขั้นตอนหลังการไตเตรตด้วย $HClO_4$ ส่วนในกรณีน้ำมันประเภท Used oil และ New oil จะให้ผลที่เหมือนกัน คือ เกิดตะกอนขึ้นตอนหลังการไตเตรตด้วย $HClO_4$ โดยเมื่อเปรียบเทียบผลกับตารางที่ 3.4 จะเห็นถึงความต่างของการเกิดตะกอน โดยกรณีที่ใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene น้ำมันทั้งสามประเภทจะไม่เกิดตะกอนขึ้น (ข้อมูลโดยละเอียดอยู่ในรูปที่ ก และ ข ในภาคผนวก)

ในตอนแรกของการทดลองเมื่อพบการเกิดตะกอนในน้ำมันประเภท Used oil คาดว่าอาจเป็นเพราะน้ำมันประเภท Used oil ผ่านการใช้งานมาทำให้มีสิ่งปนเปื้อนหรือเศษโลหะที่ติดมากับน้ำมัน จึงทำให้เกิดการตกตะกอน จึงได้นำน้ำมันประเภท New oil ที่ไม่เคยผ่านการใช้งานมาทดสอบร่วมด้วย พบว่าเกิดตะกอนในขั้นตอนเหมือนกับน้ำมันประเภท Used oil จึงทำให้สมมติฐานที่ว่า การเกิดตะกอนหลังการทดลองโดยใช้ตัวทำละลาย Xylene เกิดจากองค์ประกอบบางอย่างในน้ำมันทั้งสามประเภทมีแนวโน้มเป็นไปได้สูง

เนื่องจากต้องการพิสูจน์ว่าตะกอนที่เกิดขึ้นในกรณีน้ำมันประเภท Used oil ไม่ได้เกิดจากการที่น้ำมันผ่านการใช้งานมาแล้วจริง จึงได้ทำการเตรียมน้ำมันตัวอย่างก่อนการทดลองตามคำแนะนำของ ASTM D-2896 โดยให้ความร้อน [4] และกรองน้ำมันด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 ก่อนการวิเคราะห์ค่า TBN โดยนำน้ำมันประเภท Used oil และ Validated oil ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60.0 องศาเซลเซียสด้วยอ่างน้ำร้อน เป็นเวลา 15 นาที เพื่อให้องค์ประกอบในน้ำมันมีความผสมเป็นเนื้อเดียวกันได้ดีขึ้น จากนั้นชั่งน้ำมันตัวอย่างใกล้เคียง 1 กรัม ละลายด้วยตัวทำละลาย Xylene และกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 (รูปที่ 3.2) (ขั้นตอนที่ 2.7) ก่อนการวิเคราะห์ค่า TBN โดยคาดว่าการกรองด้วยกระดาษกรองอาจช่วยลดปัญหาการเกิดตะกอนหลังการไตเตรตอันเนื่องมาจากสิ่งปนเปื้อนบางอย่างในน้ำมันและอาจช่วยลด %Error ที่เกิดขึ้นได้

โดยนอกจากทดลองกับน้ำมันประเภท Used oil แล้ว ยังทดลองกับน้ำมันประเภท Validated oil มาวิเคราะห์ด้วยเพื่อเป็นการทดสอบว่าการให้ความร้อนและกรองด้วยกระดาษกรองก่อนการวิเคราะห์ค่า TBN มีความเหมาะสมหรือไม่ เพราะน้ำมันประเภท Validated oil เป็นน้ำมันที่รู้ค่าจริงทำให้สามารถวิเคราะห์ %Error ผลการวิเคราะห์ค่า TBN กรณีผ่านและไม่ผ่านการให้ความร้อนและการกรองด้วยกระดาษกรองผลการวิเคราะห์ค่า TBN จะเป็นดังตารางที่ 3.5

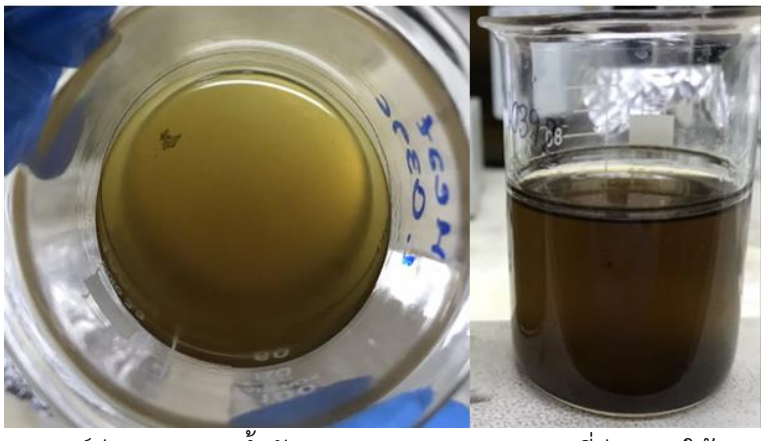
ตารางที่ 3.5 ผลการวิเคราะห์ค่า TBN และ %Error ของน้ำมันประเภท Used oil หมายเลข 20073481 และ Validated oil หมายเลข 19073591 ที่ผ่านการให้ความร้อนและการกรองด้วยกระดาษกรอง

หมายเลข Sample	ครั้งที่	ไม่ผ่านการให้ความร้อนและกรอง		ผ่านการให้ความร้อนและกรอง	
		TBN (mgKOH/g)	%Error	TBN (mgKOH/g)	%Error
20073481 (Used oil)	1	3.5626	0.658	3.7050	-3.31
	2	3.4676	3.31	4.1854	-16.7
	3	3.7546	-4.69	3.7161	-3.62
		ค่าเฉลี่ยของ %Error	**2.89**	**ค่าเฉลี่ยของ %Error**	**7.88**
19073591 (Validated oil)	1	4.9120	5.18	5.525	18.3
	2	4.8536	3.93	4.8372	3.58
	3	5.2023	11.4	5.5137	18.1
	4	5.378	15.2	5.4724	17.2
	5	5.0772	8.72	4.4612	-4.47
	6	5.1179	9.59	5.5619	19.1
	7	5.0485	8.10	2.4781	-46.9
		ค่าเฉลี่ยของ %Error	**8.87**	**ค่าเฉลี่ยของ %Error**	**3.55**

หมายเหตุ: ข้อมูลโดยละเอียดอยู่ในภาคผนวกตาราง ข

* น้ำมันประเภท Used oil หมายเลข 20073481 มีค่า TBN เฉลี่ยจากการใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene ในการวิเคราะห์ เท่ากับ 3.5862 mgKOH/g
* น้ำมันประเภท Validated oil หมายเลข 19073591 มีค่า TBN เท่ากับ 4.67 mgKOH/g

รูปที่ 3.2 การกรองน้ำมันประเภท Validated oil ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1

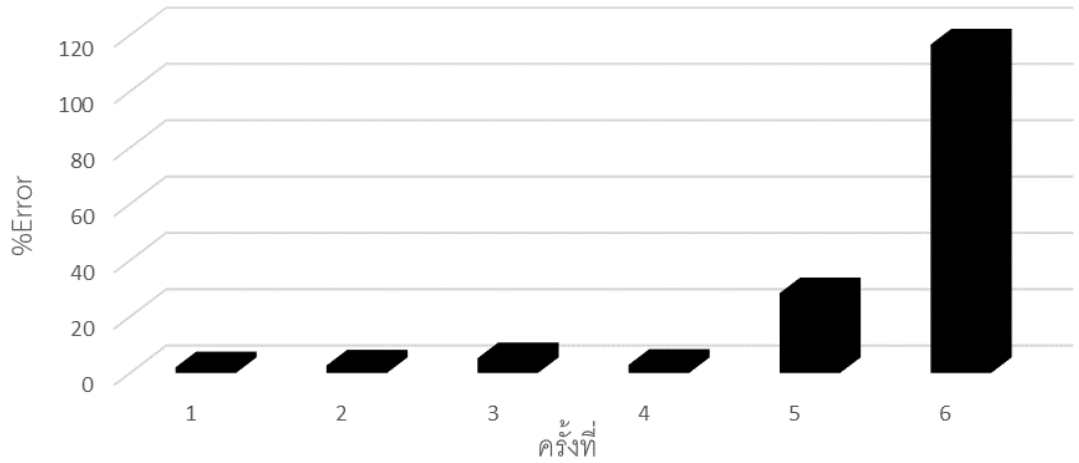


รูปที่ 3.3 หลังการวิเคราะห์ค่า TBN ของน้ำมันประเภท Validated oil ที่ผ่านการให้ความร้อนและการกรอง

จากผลการทดลองวิเคราะห์ค่า TBN พบว่า %Error ของน้ำมันทั้งสองประเภท (ตารางที่ 3.5) หลังให้ความร้อนและกรองน้ำมันด้วยกระดาษกรองไม่ได้มีแนวโน้มที่จะลดลงไปกว่ากรณีไม่ผ่านการให้ความร้อนและกรองน้ำมันก่อนการทดลอง อีกทั้งตะกอนหลังการไตเตรตยังคงเกิดขึ้น (รูปที่ 3.3) และยิ่งไปกว่านั้น %Error ของน้ำมันประเภท Validated oil หมายเลข 19073591 ในครั้งที่ 7 มีค่าเท่ากับ -46.9 % สาเหตุมาจากการกรองด้วยกระดาษกรองที่ทำให้สูญเสียน้ำมันบางส่วนติดไปกับกระดาษกรอง ซึ่งทำให้เห็นถึงข้อจำกัดของการใช้กระดาษกรองเบอร์ 1 ในการกรองไม่เหมาะสมสำหรับการกรองน้ำมัน และยังสรุปได้ว่าตะกอนที่เกิดขึ้นของน้ำมันประเภท Used oil ไม่น่ามาจากสิ่งปนเปื้อนหรือเศษโลหะจากการที่น้ำมันถูกใช้งานมาแล้วแต่น่าจะเป็นเพราะองค์ประกอบบางอย่างในน้ำมันซึ่งคาดว่าเป็นเกลือที่มาจาก Additives ต่างๆในน้ำมัน เมื่อใช้ตัวทำละลาย Xylene ที่ความเป็นขั้วต่ำจึงทำให้เกิดการตกตะกอนของเกลือดังกล่าว หรืออาจเป็นเพราะกระดาษกรองเบอร์ 1 ไม่สามารถกรองสิ่งปนเปื้อนหรือเศษโลหะเหล่านั้นออกได้

จากการเกิดตะกอนในน้ำมันทั้งสามประเภทพบว่าไม่สามารถลดการเกิดตะกอนดังกล่าวได้ด้วยการให้ความร้อนและการกรองน้ำมันด้วยกระดาษกรองก่อนการทดลอง จึงคาดว่าตะกอนดังกล่าวอาจมีผลต่อการ

วิเคราะห์ค่า TBN ในครั้งต่อไป จึงได้ทำการวิเคราะห์ค่า %Error ของการวิเคราะห์ค่า TBN ว่าตะกอนดังกล่าวส่งผลต่อการวิเคราะห์ค่า TBN หรือไม่ โดยใช้น้ำมันประเภท Validated oil หมายเลข 20040256 ในการวิเคราะห์ ซึ่งได้ผลดังรูปที่ 3.4

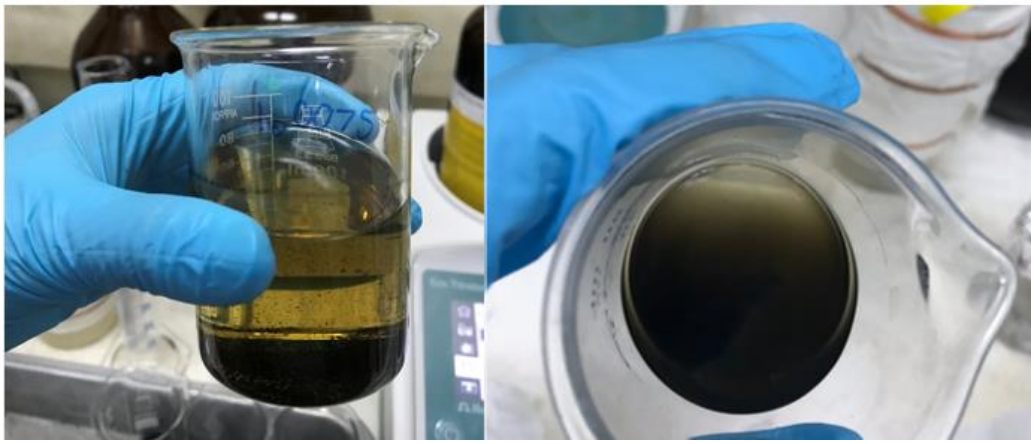


รูปที่ 3.4 แผนภูมิแสดงการเพิ่มขึ้นของ %Error อันเนื่องมาจากตะกอน (ข้อมูลโดยละเอียดอยู่ในภาคผนวก ตาราง ก)

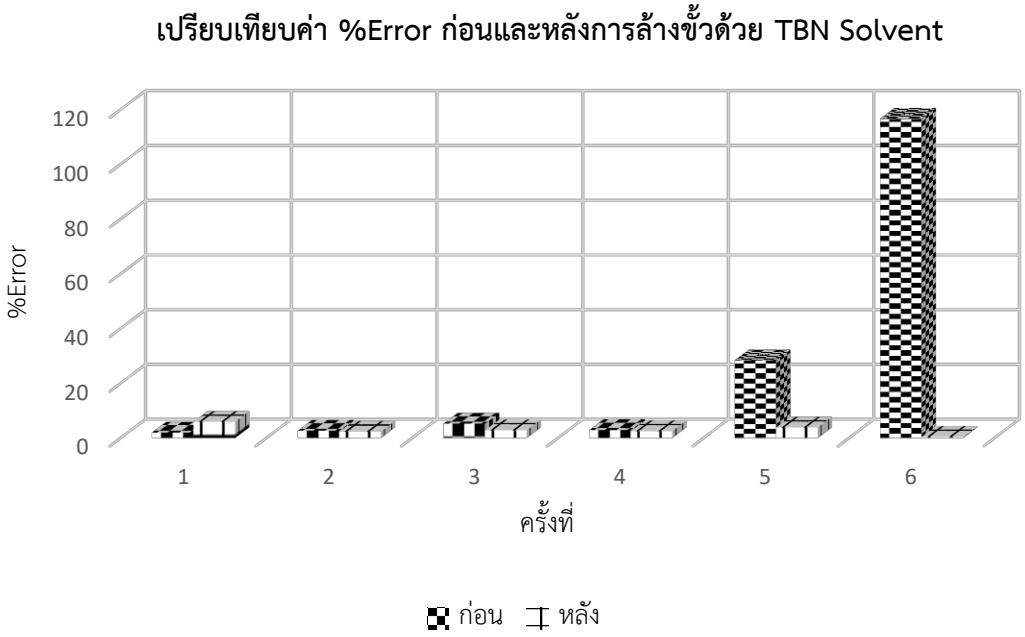
จากรูปที่ 3.4 พบว่าตะกอนที่เกิดขึ้นไม่ได้มีผลกับการทดลองในขณะที่วิเคราะห์ เนื่องจากครั้งที่ 1-4 ของการทดลองค่า %Error มีค่าน้อยมากแต่กับเพิ่มสูงขึ้นเมื่อทำการทดลองไปหลายครั้ง โดยพบว่าในการทดลองครั้งที่ 5-6 มีแนวโน้ม %Error ที่เพิ่มสูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัด

ทำให้เห็นว่าตะกอนที่เกิดขึ้นมีผลต่อการทำงานของขั้วในครั้งถัดไปของการทดลอง เนื่องจากตะกอนอาจจะไปขัดขวางการทำงานของผิวหน้าขั้วจึงทำให้ %Error เพิ่มขึ้นเมื่อทำการทดลองไปหลายครั้ง

ตะกอนที่เกิดขึ้นจากน้ำมันตัวอย่างประเภท Validated oil หมายเลข 20040256 ซึ่งแสดงในรูปที่ 3.5 a สามารถละลายได้ในตัวทำละลาย Chlorobenzene (รูปที่ 3.5 b) จึงคาดว่าสารละลายที่ใช้ในการล้างขั้วจึงควรมีตัวทำละลาย Chlorobenzene เป็นองค์ประกอบหลัก ซึ่งก็คือ TBN Solvent โดยผลการเปรียบเทียบค่า %Error ก่อนและหลังจากล้างขั้วด้วย TBN Solvent เป็นดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.5 น้ำมันตัวอย่างประเภท Validated oil หมายเลข 2004256 (a) ตะกอนที่เกิดขึ้นหลังการวิเคราะห์ค่า TBN ด้วยตัวทำละลาย Xylene (b) ตะกอนจากรูป a มาละลายด้วยตัวทำละลาย Chlorobenzene

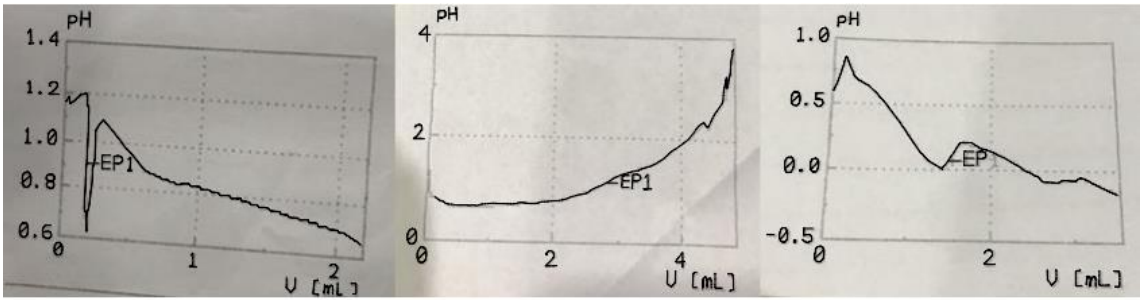


รูปที่ 3.6 แผนภูมิแสดงการเปรียบเทียบค่า %Error ก่อนและหลังล้างขั้วด้วย TBN Solvent (ข้อมูลโดยละเอียดอยู่ในภาคผนวกตาราง ก)

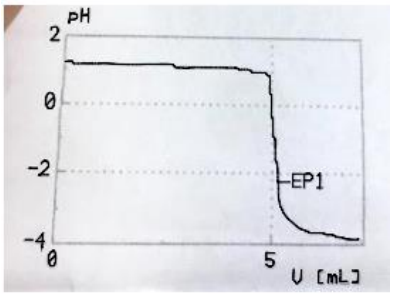
จากรูปที่ 3.6 จะเห็นว่า %Error หลังการล้างขั้วด้วย TBN Solvent มีแนวโน้มลดลงเมื่อเทียบกับก่อนการล้างขั้วด้วย TBN Solvent อีกทั้งหลังล้างขั้วด้วย TBN Solvent %Error ในแต่ละครั้งที่ทำการทดลองมีค่าต่ำและไม่มีแนวโน้มที่เพิ่มสูงขึ้นเหมือนกรณีก่อนล้างขั้วด้วย TBN Solvent ดังนั้นการล้างขั้วด้วย TBN Solvent ทุกครั้งหลังการทดลองจะช่วยลด %Error ที่จะเกิดขึ้นในการทดลองครั้งต่อไปได้

3.3 เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ค่า TBN ในขั้นตอนการหาความเข้มข้นของ $HClO_4$ เมื่อใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene และ Xylene

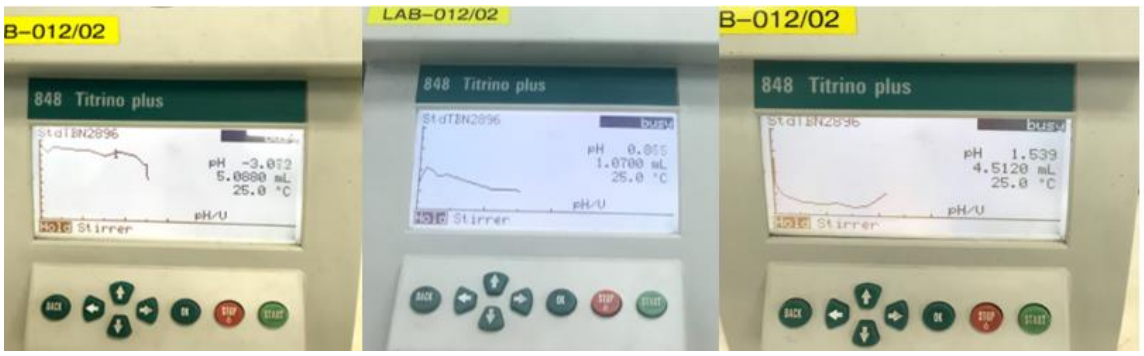
ในขั้นแรกของการทดลองวิเคราะห์ค่า TBN คือ ขั้นตอนการ Standardize โดยใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene หรือ Xylene เพื่อหาความเข้มข้นของ $HClO_4$ ตามขั้นตอนที่ 2.4 พบว่าในหลายครั้งของการ Standardize โดยใช้ตัวทำละลาย Xylene มี %Error ของการวิเคราะห์ความเข้มข้น $HClO_4$ สูง (ความเข้มข้นของ $HClO_4$ ที่ควรเป็นคือ 0.1 ± 0.002 N) และ กราฟไตเตรตที่มีลักษณะผิดแปลกดังรูปที่ 3.7 และไม่สมบูรณ์เท่ากราฟกรณีที่ใช้ Chlorobenzene (รูปที่ 3.8) และจะเห็นว่าช่วงแรกของการไตเตรต กราฟมีสัญญาณรบกวนไม่เรียบดังรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.7 กราฟไตเตรตของการ Standardize ที่ผิดปกติเมื่อใช้ตัวทำละลาย Xylene



รูปที่ 3.8 กราฟไตเตรตการ Standardize เมื่อใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene



รูปที่ 3.9 กราฟไตเตรตในช่วงแรกของการ Standardize เมื่อใช้ตัวทำละลาย Xylene

ผลการ Standardize เพื่อหาความเข้มข้นของ $HClO_4$ เมื่อใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene และ Xylene ได้ผลดังตารางที่ 3.6 และ ตารางที่ 3.7 ตามลำดับ

ตารางที่ 3.6ผลการ Standardize โดยใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene

$[HClO_4]$	%Error
0.0984	-1.60
0.0978	-2.20
0.0939	-6.10
0.0995	-0.500
0.0997	-0.300
0.0993	-0.700
0.0987	-1.30

ตารางที่ 3.7 ผลการ Standardize โดยใช้ตัวทำละลาย Xylene

$[HClO_4]$	%Error
0.0991	-0.900
0.2337	133.7
0.1160	16.00
0.3291	229.1
0.2112	111.2
0.0953	-4.70
0.0964	-3.60

จากตารางที่ 3.6 จะเห็นว่าการ Standardize โดยใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene %Error มักได้ผลเป็น negative error ในปริมาณที่น้อยเมื่อเทียบกับใช้ตัวทำละลาย Xylene (ตารางที่ 3.7)

โดยจากตารางที่ 3.7 จะเห็นว่าหลายครั้งของการทดลองที่ความเข้มข้นของ $HClO_4$ ที่ได้จากการใช้ตัวทำละลาย Xylene ไม่อยู่ในช่วงที่ควรจะเป็น (0.1 ± 0.002 N) และส่วนมาก %Error (สูตรการคำนวณจากข้อ 2.4.10) จะเป็น positive error ที่มีขนาดที่สูงมาก (มากกว่า 100%) ซึ่งหมายความว่ามีการใช้ปริมาตรตัว titrant หรือ $HClO_4$ มากกว่าที่ควรซึ่งคาดว่าตัวทำละลาย Xylene อาจมีผลไปเพิ่มความเป็นเบสของสารละลายในขั้นตอนการ Standardize เมื่อมีการใช้ร่วมกับ KHP และ Glacial acetic acid หรือตะกอนที่เกิดขึ้นเมื่อใช้

ตัวทำละลาย Xylene ไปส่งผลต่อการทำงานของขั้ว นอกจากนี้กราฟไตเตรตยังมีลักษณะที่ผิดปกติไม่เหมือนกรณีใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene

จากปัญหาข้างต้นจึงได้ลองแก้ไขปัญหาหลายวิธี เช่น การล้างขั้วด้วยสารละลายที่มีตัวทำละลาย Chlorobenzene (TBN Solvent) ให้นานขึ้นก่อนทำ Standardize โดยใช้ตัวทำละลาย Xylene หรือ การลองแช่ขั้วด้วยน้ำกลั่นก่อนการ Standardize โดยใช้ตัวทำละลาย Xylene เป็นต้น แต่วิธีที่กล่าวมาไม่สามารถแก้ไขปัญหาหรือลด %Error ในขั้นตอนการ Standardize โดยใช้ตัวทำละลาย Xylene ได้ทุกครั้ง ดังนั้นผู้วิจัยจึงเสนอให้คงการใช้วิธีการ Standardize โดยใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene ไว้ เนื่องจากการ Standardize เป็นเพียงการหาความเข้มข้นที่แน่นอนของ $HClO_4$ ใน Amber glass เพื่อที่เครื่องจะทำการบันทึกค่าความเข้มข้นนั้นไปใช้ในการคำนวณค่า TBN ต่อไป ซึ่งการใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene ในขั้นตอนการ Standardize ไม่น่ามีผลกับค่า TBN ที่วิเคราะห์ได้ในกรณีที่วิเคราะห์น้ำมันตัวอย่างโดยใช้ตัวทำละลาย Xylene

เพื่อยืนยันข้อสรุปข้างต้นจึงได้ทำการทดลองใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene ในขั้น Standardization เพื่อหาความเข้มข้นที่แน่นอนของ $HClO_4$ หลังจากนั้นทำขั้นตอนการวิเคราะห์ค่า TBN ของน้ำมันตัวอย่างประเภท Validated oil หมายเลข 19073591 โดยใช้ตัวทำละลาย Xylene ซึ่งค่า TBN จริงของน้ำมันหมายเลขนี้ คือ 4.67 mgKOH/g ซึ่งน้ำมันดังกล่าวควรมีค่า TBN อยู่ในช่วง 3.50 – 5.87 mgKOH/g จากการทดลองข้างต้นได้ผลดังตารางที่ 3.8

ตารางที่ 3.8 ผลการวิเคราะห์ค่า TBN ของน้ำมันประเภท Validated oil หมายเลข 19073591 ด้วยตัวทำละลาย Xylene เมื่อใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene ในขั้น Standardization

TBN (mgKOH/g)	%Error
5.9825	28.1
4.1815	-10.5
4.8749	4.39
4.9164	5.28
4.4431	-4.86
4.7758	2.27

ตารางที่ 3.8 จะเห็นได้ว่าเมื่อใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene ในขั้นตอนการ Standardize ค่า %Error มักจะอยู่ในช่วง 2-10% แต่จะมีบางครั้งที่ %Error สูงซึ่งคาดว่าเป็นเพราะผิวขั้วไม่สะอาด ดังนั้นจากการทดลองจะเห็นว่าการใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene ในขั้น Standardization ไม่มีผลกับค่า TBN ที่ได้จากการใช้ตัวทำละลาย Xylene ในการทดลอง ดังนั้นสำหรับการวิเคราะห์ค่า TBN ด้วยตัวทำละลาย Xylene ในขั้นตอน Standardization สามารถใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene ได้

3.4 เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ค่า TBN ในน้ำมันตัวอย่างเมื่อใช้ตัวทำละลาย Xylene และ Chlorobenzene

ต่อจากขั้นตอนการ Standardize และ TBN Blank (ข้อที่ 2.4 และ 2.5 ตามลำดับ) จะเป็นการวิเคราะห์ค่า TBN ในน้ำมันตัวอย่าง (ข้อที่ 2.8) โดยการชั่งน้ำมันตัวอย่างประเภท Used oil มาประมาณ 1 กรัม ละลายด้วยตัวทำละลาย Xylene หรือ Chlorobenzene และเติมด้วย Glacial acetic acid แล้วจึงทำการวิเคราะห์หาค่า TBN

ในที่นี้ได้ยกตัวอย่างผลการวิเคราะห์น้ำมันประเภท Used oil บางส่วน โดยเปรียบเทียบกับค่า TBN ที่วัดได้จากการใช้ตัวทำละลายทั้งสอง (สูตรการคำนวณจากข้อ 2.7.9) (ข้อมูลทั้งหมดอยู่ในภาคผนวกในตาราง ค และ ตาราง ง) ได้ผลการวิเคราะห์ดังตารางที่ 3.9

ตารางที่ 3.9 ผลการวิเคราะห์ค่า TBN ด้วยตัวทำละลาย Xylene และ Chlorobenzene

หมายเลข Sample	ครั้งที่	TBN (mgKOH/g) เมื่อใช้ Xylene	TBN เมื่อใช้ Chlorobenzene	%Error เมื่อเทียบกับค่า TBN ใน Chlorobenzene
20073478	1	3.9148	3.9954	
	2	4.0647	3.9521	
	3	3.9703	3.8688	
	ค่าเฉลี่ย	**3.9833**	**3.9388**	**-1.13**
20073479	1	4.6091	4.9927	
	2	4.6915	5.2704	
	3	4.7175	4.9755	
	ค่าเฉลี่ย	**4.6727**	**5.0795**	**8.009**
20073482	1	0.5584	0.3523	
	2	2.3843	0.3236	
	3	1.0447	0.5343	
	4	1.3060	1.3978	
	ค่าเฉลี่ย	**1.3233**	**0.57312**	**-130.90**
20073542	1	4.2381	4.7968	
	2	4.1588	5.2674	
	3	4.1374	4.2504	
	ค่าเฉลี่ย	**4.1781**	**4.6896**	**10.91**
20073544	1	7.0834	7.5195	
	2	7.1635	7.6528	
	3	6.9527	7.2372	
	ค่าเฉลี่ย	**7.0665**	**7.4698**	**5.399**
20073605	1	3.9897	3.7710	
	2	4.0049	3.8276	
	3	3.9585	3.685	
	ค่าเฉลี่ย	**3.9844**	**3.7612**	**-5.933**

จากตารางที่ 3.9 เปรียบเทียบน้ำมันตัวอย่างประเภท Used oil ทั้งหมด 6 ตัว พบว่า %Error ส่วนใหญ่อยู่ในช่วง 1 ถึง 10% ยกเว้นน้ำมันตัวอย่างหมายเลข 20073482 ที่มี %Error ที่สูงมาก เป็นเพราะค่า TBN ในน้ำมันหมายเลข 20073482 มีค่าต่ำมาก จึงทำให้การวิเคราะห์ค่า TBN เกิด %Error มาก ส่วนในกรณีของน้ำมันตัวอย่างหมายเลข 20073542 พบว่ามี %Error ถึง 10.91% คาดว่าสาเหตุมาจากเรื่องความสะอาดของขั้ว ซึ่งขั้วอาจมีสิ่งปนเปื้อนขัดขวางการทำงานที่ผิวหน้าขั้วจึงทำให้มี %Error สูง ดังนั้นการใช้ตัวทำละลาย Xylene แทน Chlorobenzene ในการวิเคราะห์ค่า TBN ในตัวอย่างน้ำมันสามารถทำได้ เนื่องจากค่า %Error ที่เทียบกับกรณีการใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene มีค่าต่ำ

3.5 เปรียบเทียบความเที่ยงในการวิเคราะห์ค่า TBN เมื่อใช้ตัวทำละลาย Xylene และ Chlorobenzene

การเปรียบเทียบความเที่ยงของการทดลองจะใช้สูตรคำนวณในข้อที่ 2.10.2 โดยค่า %RSD สามารถบ่งบอกถึงความเที่ยงในการทดลองกรณีที่ใช้ตัวทำละลายต่างกันได้ โดยการทดลองในครั้งนี้จะทำการวิเคราะห์น้ำมันประเภท Used oil หมายเลข 20073482, 20073544, 20073605 และน้ำมันประเภท Validated oil หมายเลข 425395 ได้ผลการวิเคราะห์ดังแสดงในตารางที่ 3.10

ตารางที่ 3.10 เปรียบเทียบความเที่ยงในการวิเคราะห์ค่า TBN ในตัวทำละลาย Xylene และ Chlorobenzene

หมายเลข Sample	ตัวทำละลาย	ค่า TBN เฉลี่ย (mgKOH/g)	S.D	%RSD
20073482	Xylene	0.5084	0.2032	39.97
	Chlorobenzene	0.5731	0.4224	73.71
20073544	Xylene	7.0070	0.1653	2.359
	Chlorobenzene	7.3117	0.3122	4.270
20073605	Xylene	3.8863	0.1120	2.882
	Chlorobenzene	3.8123	0.1014	2.659
425395	Xylene	10.895	0.2159	1.981
	Chlorobenzene	11.685	1.309	11.20

หมายเหตุ: ข้อมูลโดยละเอียดอยู่ในภาคผนวกตาราง ค และ ตาราง ง

จากตารางที่ 3.10 จะเห็นว่าในทุกๆ ตัวอย่างที่ใช้ตัวทำละลาย Xylene มีแนวโน้มของ %RSD ที่ต่ำกว่ากรณีใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene ในการวิเคราะห์ค่า TBN ดังนั้นการใช้ตัวทำละลาย Xylene ทำให้ผลการทดลองวิเคราะห์ค่า TBN มีความเที่ยงมากกว่า และจากค่า TBN เฉลี่ยในตารางจะเห็นว่ามีค่าใกล้กันแม้จะใช้ตัวทำละลายที่ต่างกัน ดังนั้นจึงสามารถใช้ตัวทำละลาย Xylene ในการวิเคราะห์ค่าTBN ของน้ำมันตัวอย่าง

3.6 เปรียบเทียบระยะเวลาที่ใช้ในขั้นตอนการวิเคราะห์ค่า TBN ของน้ำมันประเภท Validated oil และ Used oil โดยใช้ตัวทำละลาย Xylene และ Chlorobenzene

เนื่องจากการทำงานวิเคราะห์ค่า TBN ในหนึ่งวันของบริษัทต้องวิเคราะห์น้ำมันตัวอย่างหลายตัว ระยะเวลาในการทดลองจึงสำคัญสำหรับการทำงานมาก ผู้วิจัยจึงได้ทำการเปรียบเทียบเวลาที่ใช้ในการทดลองในขั้นตอนการวิเคราะห์ค่า TBN โดยใช้น้ำมันตัวอย่างประเภท Validated oil และ Used oil ซึ่งได้ผลตามตารางที่ 3.11

ตารางที่ 3.11 เวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์ค่า TBN กรณีใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene และ Xylene

หมายเลขSample	ครั้งที่	ตัวทำละลาย	Time (s)
425395 (Validated oil)	1	Chlorobenzene	770.5
	2		461.8
	3		363.9
	4		448.3
	1	Xylene	778.2
	2		718.4
	3		723.8
	4		957.9
20073479 (Used oil)	1	Chlorobenzene	497.9
	2		538.9
	3		520.7
	1	Xylene	723.4
	2		679.0
	3		736.7
20073544 (Used oil)	1	Chlorobenzene	552.0
	2		492.1
	3		552.7
	1	Xylene	925.9
	2		825.5
	3		739.6
20073605 (Used oil)	1	Chlorobenzene	498.6
	2		397.0
	3		415.9
	1	Xylene	934.9
	2		968.5
	3		829.3

หมายเหตุ: ข้อมูลโดยละเอียดอยู่ในภาคผนวกตาราง ค และ ตาราง ง

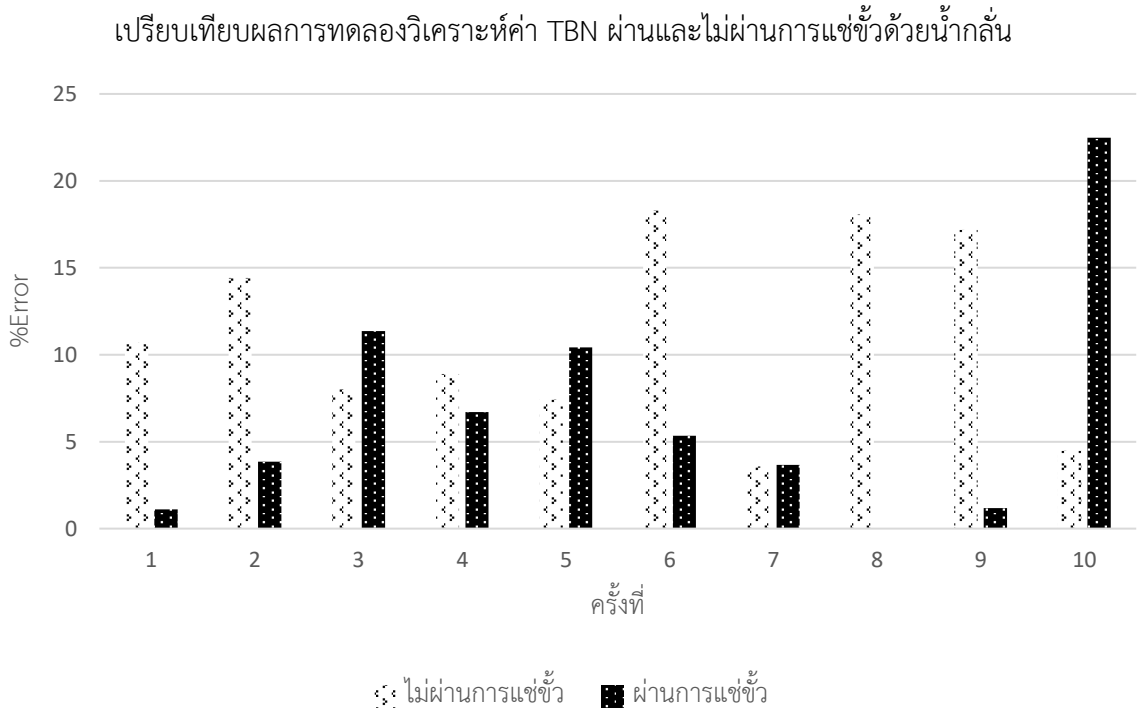
จากตารางที่ 3.11 จะเห็นว่าในกรณีที่ใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene ในขั้นการวิเคราะห์ค่า TBN จะใช้เวลาน้อยกว่ากรณีใช้ตัวทำละลาย Xylene ดังนั้นหากให้ความสำคัญกับระยะเวลาในการทดลอง การใช้ตัวทำละลาย Xylene อาจไม่เหมาะสมเนื่องจากใช้เวลาวิเคราะห์นานกว่าตัวทำละลาย Chlorobenzene มาก

3.7 ผลการเก็บรักษาขั้วด้วยน้ำกลั่น

จากการทำการทดลองที่ผ่านมาเราเลือกใช้ TBN Solvent ในการล้างขั้วและพบว่าการล้างขั้วด้วย TBN Solvent มีแนวโน้มลด %Error ที่เกิดขึ้นในการทดลองครั้งต่อไปได้จริง แต่จากการศึกษาข้อมูลเกี่ยวกับการเก็บรักษาขั้วที่ใช้ในการวิเคราะห์ค่า TBN ของบริษัทแห่งหนึ่งพบว่า บริษัทดังกล่าวมีการแช่ขั้วด้วยน้ำกลั่นเมื่อการวิเคราะห์ค่า TBN มี %Error ที่เพิ่มสูงขึ้น [10]

ดังนั้นขั้วที่ใช้ทดสอบควรมีการแช่น้ำกลั่นประมาณอาทิตย์ละครั้งเพื่อให้ผิวหน้าขั้วมีความชุ่มชื้นและสามารถแลกเปลี่ยนโปรตอนได้ดีขึ้น โดยจากการทดลองได้ลองแช่ขั้วด้วยน้ำกลั่นก่อนการทดลอง 15-20 นาที ตามวิธีการทดลองในข้อ 2.11 จากนั้นซับขั้วให้แห้งด้วยกระดาษทิชชูและนำไปจุ่มใน TBN Solvent เพื่อเป็นการล้างขั้วและเมื่อต้องการวิเคราะห์ค่า TBN โดยกรณีใช้ตัวทำละลาย Xylene ให้ทำการจุ่มขั้วลงในตัวทำละลาย Xylene ที่ผสมกับ Glacial acetic acid อัตราส่วนประมาณ 2:1 ก่อนการวิเคราะห์เพื่อปรับสภาพผิวขั้วก่อนการวิเคราะห์ค่า TBN

ในการทดลองนี้เราทำการชั่งน้ำมันตัวอย่างประเภท Validated oil หมายเลข 19073591 ที่มีค่า TBN เท่ากับ 4.67 mgKOH/g ซึ่งเป็นน้ำมันตัวอย่างที่รู้ค่า TBN ที่แน่นอน โดยผลการทดลองการวิเคราะห์ค่า TBN ผ่านการแช่น้ำกลั่นและไม่ผ่านการแช่น้ำกลั่นในการวัดน้ำมันตัวอย่างต่อเนื่อง จะเป็นดังรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 แผนภูมิแสดงการเปรียบเทียบผ่านและไม่ผ่านการแช่ขั้วด้วยน้ำกลั่น (ข้อมูลโดยละเอียดแสดงในภาคผนวกตาราง ฉ และ ตาราง ช)

จากรูปที่ 3.10 จะเห็นว่ากรณีไม่ได้แช่ขั้วในน้ำกลั่นก่อนการทดลองประมาณ 15 นาที มีแนวโน้ม %Error ที่สูงกว่ากรณีแช่ขั้วในน้ำกลั่น เพราะการแช่ด้วยน้ำกลั่นเป็นการทำให้ขั้วอยู่ในสภาพพร้อมก่อนการวิเคราะห์ค่า TBN มากกว่า

ดังนั้นก่อนการทดลองทุกสัปดาห์หรือกรณีที่วิเคราะห์ค่า TBN ของน้ำมันประเภท Validated oil แล้วมี %Error ที่สูงหรือค่า TBN ที่ได้ไม่อยู่ในช่วงที่กำหนด ให้ทำการแช่ขั้วในน้ำกลั่นเป็นเวลาประมาณ 15 นาทีแล้วค่อยเริ่มทำการทดลอง จะช่วยลด %Error ที่เกิดขึ้นได้

3.8 เปรียบเทียบค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำมัน

สำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำมันตัวอย่าง 1 ชนิดต่อหนึ่งการทดลอง จะใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene หรือ Xylene ปริมาตร 40 mL ซึ่ง Chlorobenzene เกรด AR ราคาต่อสี่ลิตรประมาณ 1600 บาท และ Xylene เกรด AR ราคาประมาณ 760 บาท ดังนั้นหากใช้ตัวทำละลาย Xylene แทน Chlorobenzene จะสามารถลดต้นทุนการวิเคราะห์ต่อครั้ง ได้ดังนี้

Chlorobenzene 40 mL ราคาประมาณ $\frac{1600 \times 40}{4000} = 16$ บาท

Xylene 40 mL ราคาประมาณ $\frac{40 \times 760}{4000} \approx 8$ บาท

ซึ่งจะลดต้นทุนในการวิเคราะห์น้ำมันตัวอย่าง 1 ตัว ไปได้ $\frac{16\text{-}8}{16} \times 100\% = 50\%$

ดังนั้นในการใช้ตัวทำละลาย Xylene ในขั้นตอนการวิเคราะห์ค่า TBN แทน Chlorobenzene จะสามารถลดต้นทุนการวิเคราะห์ประมาณ 50%

บทที่ 4
สรุปผลการทดลอง

เมื่อทำการเปรียบเทียบผลจากการใช้ปริมาตรตัวทำละลายที่ต่างกันในการวิเคราะห์ค่า Total Base Number (TBN) พบว่าทั้ง Procedure A และ B ไม่ได้ให้ผลการวิเคราะห์ค่า TBN ที่ต่างกันมาก ดังนั้น Procedure B (ปริมาตรรวมเท่ากับ 60.00 mL) มีความเหมาะสมกับการทดลองมากกว่าเพราะใช้ปริมาตรน้อยกว่า

เนื่องจากพบว่าในบางขั้นตอนของการเติมสารละลายในการหาค่า TBN พบตะกอนที่เกิดขึ้น โดยน้ำมันประเภท Validated oil จะเกิดตะกอนขึ้นในขั้นตอนหลังการเติม Glacial acetic acid จึงคาดว่าเป็นเพราะองค์ประกอบบางอย่างในน้ำมันที่เมื่อใช้ตัวทำละลาย Xylene จึงทำให้เกิดการตกตะกอน ส่วนน้ำมันประเภท Used oil พบว่าเกิดตะกอนขึ้นหลังการไตเตรตด้วย $HClO_4$ จึงได้นำน้ำมันประเภท Used oil มาให้ความร้อนและกรองด้วยกระดาษกรองก่อนการไตเตรต แต่พบว่าหลังการให้ความร้อนและการกรองด้วยกระดาษกรองยังคงมีตะกอนเกิดขึ้นหลังการไตเตรต นอกจากนั้นเมื่อลองทดสอบการตกตะกอนกับน้ำมันประเภท New oil พบว่าเกิดการตกตะกอนในขั้นหลังการไตเตรตเช่นเดียวกับกรณีน้ำมันประเภท Used oil ดังนั้นตะกอนของน้ำมันประเภท Used oil ที่เกิดขึ้นหลังการไตเตรตด้วย $HClO_4$ ไม่น่าเกิดจากการที่น้ำมันถูกใช้งานมาแล้ว จากการทดลองทั้งหมดจึงสรุปได้ว่า ในตัวทำละลาย Xylene ตะกอนที่เกิดขึ้นจากน้ำมันทั้งสามประเภทคาดว่าเกิดจากเกลือซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ของปฏิกิริยาการไตเตรตกรด-เบส โดยแนวทางในการแก้ปัญหา %Error อันเนื่องมาจากตะกอนสามารถแก้ได้ด้วยการล้างผิวขั้วด้วย TBN Solvent เพื่อทำความสะอาดตะกอนที่ติดแน่นบนผิวขั้ว ซึ่งหลังการล้างด้วย TBN Solvent พบว่าแนวโน้ม %Error มีค่าลดลง ดังแสดงในรูปที่ 3.6

ในขั้นตอนการ Standardization เพื่อหาความเข้มข้นที่แน่นอนของ $HClO_4$ ในตัวทำละลาย Xylene พบว่าหลายครั้ง %Error มีค่าสูง จึงยังต้องใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene ในขั้นตอนการทำ Standardization โดยการใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene แทน Xylene ในขั้นตอนการทำ Standardization ไม่เป็นปัญหาสำหรับขั้นตอนการวิเคราะห์ค่า TBN ในน้ำมันตัวอย่าง

เมื่อทำการทดสอบความเที่ยงของการวิเคราะห์พบว่าการใช้ตัวทำละลาย Xylene ในการวิเคราะห์ค่า TBN มี %RSD ต่ำกว่าหรือความเที่ยงในการทดลองมากกว่ากรณีใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene และเมื่อเปรียบเทียบเรื่องของเวลาที่ใช้ในขั้นตอนการวิเคราะห์ค่า TBN ในน้ำมันตัวอย่างแล้วพบว่า การใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene ใช้เวลาน้อยกว่าการใช้ตัวทำละลาย Xylene

ส่วนของการเก็บรักษาขั้วด้วยน้ำกลั่น พบว่าขั้วที่ผ่านการแช่ด้วยน้ำกลั่นก่อนการทดลอง 15-20 นาที มีแนวโน้มทำให้ %Error ในการวิเคราะห์ค่า TBN ของน้ำมันประเภท Validated oil ลดลงดังแสดงในรูปที่ 3.10 และการใช้ตัวทำละลาย Xylene แทน Chlorobenzene จะสามารถลดต้นทุนการวิเคราะห์ค่า TBN (ต่อหนึ่งตัวอย่าง) ประมาณ 50%

เอกสารอ้างอิง

[1] Focus lab, Test method for determination of total base number by potentiometric perchloric acid titration, Focus lab, 2017, 1, 3-15.

[2] Focus lab, Test method for analysis total acid number in oils by color indicator titration, Focus lab, 2020, 7, 3-6.

[3] SW OCEAN WORLD, รายงานการวิเคราะห์น้ำมันเครื่องใช้แล้ว, SW OCEAN WORLD, 2015, 1, 1.

[4] ASTM D2896, Standard test method for base number of petroleum by potentiometric perchloric titration, ASTM international, 5, 1.

[5] Merck, คลอโรเบนซีนสำหรับสารสังเคราะห์, เอกสารข้อมูลความปลอดภัย, 2015, 2.1, 1.

[6] Merck, ไซลีนสารผสมไอโซเมอร์, เอกสารข้อมูลความปลอดภัย, 2014, 1.0, 1.

[7] Nanografi, SiO_2 Nano powder. Retrieved from. https://nanografi.com/blog/sio2-nano-powder-properties-applications/

[8] LibreTexts, pH electrodes, Chemistry, 2020, 1, 1.

[9] J.Dong, F.R. vande Voort, V. Yaylatan, A.A. Ismail, Determination of total base number (TBN) in lubricating oils by MID-FT-IR spectroscopy, Journal of the society of Tribologists and Lubricating Engineers, 1, 1.

[10] KYOTO ELECTRONICS, Base number of lubricant, KYOTO ELECRONICS, 1, 1.

ภาคผนวก

ตาราง ก ผลการทดลองก่อนและหลังการล้างขั้วด้วย TBN Solvent

หมายเลข Sample	TBN Solvent	Sample size (g)	$V_{titrant}$ (mL)	TBN (mgKOH/g)
20040256	ก่อนล้าง	1.0075	1.5726	8.6446
		1.0087	1.5636	8.5844
		1.0199	1.5393	8.3567
		1.0118	1.6571	9.0755
		1.0165	2.0724	11.3209
		1.017	3.4877	19.1069
	หลังล้าง	1.0081	1.6924	9.3416
		1.0156	1.6470	9.0228
		1.024	1.6690	9.0686
		1.0093	1.5608	8.6020
		1.0195	1.5545	8.4814
		1.0083	1.5916	8.8556

ตาราง ข ผลการวิเคราะห์ค่า TBN และ %Error ของน้ำมันประเภท Used oil และ Validated oil ที่ผ่านการให้ความร้อนและการกรองด้วยกระดาษกรอง

หมายเลข Sample	Sample size (g)	Time (s)	$V_{titrant}$ (mL)	TBN (mgKOH/g)
19073591	1.0295	757.2	1.0403	5.525
	1.0098	1165.1	0.8963	4.8372
	1.0396	807.3	1.0482	5.5137
	1.0038	846.7	1.0054	5.4724
	1.0185	806.7	0.8351	4.4612
	1.0979	707.8	1.1154	5.5619
	1.0277	660.6	0.4770	2.4781
	1.0639	884.5	1.0054	4.9219
	1.0392	1015.2	0.8917	4.4532
20073481	1.0634	737.0	0.7114	3.7161
	1.0335	965.4	0.7070	3.7050
	1.0363	652.5	0.7981	4.1854

ตาราง ค ผลการวิเคราะห์ค่า TBN โดยใช้ตัวทำละลาย Xylene

หมายเลข Sample	Sample size (g)	Time (s)	$V_{titrant}$ (mL)	TBN (mgKOH/g)
20040256	1.0075	1099.0	1.5726	8.6446
	1.0087	1279.0	1.5636	8.5844
	1.0199	1144.0	1.5393	8.3567
	1.0118	1055.0	1.6571	9.0755
	1.0165	1035.0	2.0724	11.3209
	1.0170	1204.0	3.4877	19.1069
	1.0081	819.0	1.6924	9.3416
	1.0156	1309.0	1.6470	9.0228
	1.0240	1200.0	1.6690	9.0686
	1.0093	1211.0	1.5608	8.6020

หมายเลข Sample	Sample size (g)	Time (s)	$V_{titrant}$ (mL)	TBN (mgKOH/g)
20040256	1.0195	931.0	1.5545	8.4814
	1.0115	1176.2	1.5382	8.5311
	1.0170	1188.4	1.6723	9.2247
	1.0083	1336.7	1.5916	8.8556
	1.0118	1129.3	1.6387	9.0857
	1.0281	1420.6	1.7203	9.3871
	1.0196	1188.8	1.6886	9.2908
	1.0205	1175.2	1.648	9.0597
	1.0099	1143.5	1.6191	8.9130
	1.0290	988.8	1.6622	8.9807
	1.0205	976.9	1.6183	8.8164
	1.0102	942.5	1.6903	9.3022
	1.0157	1335.3	1.5979	8.7462
	1.0683	1310.6	1.6171	8.4155
	1.0180	1241.5	1.7142	9.3615
	1.0087	1306.2	1.6212	8.9353
	1.0175	1079.1	1.4641	7.9997
	1.0050	1184.3	1.5869	8.4019
	1.0207	1328.9	1.5759	8.2142
	0.8812	1000.2	1.4057	8.4658
425395	1.0135	872.0	2.0196	10.6496
	1.0016	1143.3	1.9019	10.1384
	1.0045	1148.1	1.9978	10.6276
	1.0214	877.1	2.0423	10.6884
	1.0000	928.8	1.9481	10.4053
	1.0141	810.5	2.0207	10.6494
	1.0102	892.3	2.0416	10.8029
	1.0025	875.4	1.9682	10.4882
	1.0168	874.1	1.9181	10.0730

หมายเลข Sample	Sample size (g)	Time (s)	$V_{titrant}$ (mL)	TBN (mgKOH/g)
425395	1.0083	1123.1	1.9814	10.5856
	1.0139	1397.2	1.9236	10.215
	1.0131	1176.0	1.9984	10.6276
	1.0001	942.8	1.9137	10.1963
	1.0139	1178.2	1.9902	10.4667
	1.0284	1140.3	1.9786	10.0891
	1.0115	833.2	2.0067	10.4094
	1.0176	1203.9	2.2204	11.4932
	1.0082	878.3	2.0620	10.6100
	1.0181	1065.0	2.0671	10.534
	1.0120	931.7	2.0494	10.7957
	1.0246	815.0	2.0057	10.4270
	1.0149	753.3	2.0405	10.7161
	1.0064	677.4	2.0665	11.2267
	1.0168	837.2	2.0504	11.0243
	1.0207	863.7	1.9961	10.6884
	1.0131	922.8	1.9731	10.6429
	1.0109	809.5	2.0144	10.8920
	1.0048	796.0	1.9899	10.3248
	1.0290	778.2	1.9462	9.8611
	1.0402	718.4	1.9934	9.9945
	1.0266	723.8	1.8597	9.4400
	1.0183	957.9	1.9446	9.9567
	1.0286	780.4	2.0707	10.9949
	1.0178	828.9	2.0078	10.7706
	1.0275	758.4	2.0716	11.0114
	1.0700	738.9	2.0417	10.4199
	1.0292	693.0	1.9750	10.4752
	1.0278	830.6	2.0351	10.8121

หมายเลข Sample	Sample size (g)	Time (s)	$V_{titrant}$ (mL)	TBN (mgKOH/g)
425395	1.0107	824.5	2.0005	10.8061
	1.0106	811.5	1.9502	10.5325
	1.0034	997.0	1.9320	10.3679
	1.0338	837.0	2.2548	11.7725
	1.0452	866.1	1.9478	10.0362
	1.0032	644.5	1.9912	10.6934
	1.0420	895.3	2.1270	11.1079
	1.0415	857.8	2.0299	10.5998
	1.0105	737.9	1.9535	10.5082
	1.0070	757.6	1.8422	10.1192
	1.0073	707.3	2.1533	11.8439
	1.0147	928.5	1.9790	10.7969
	1.0370	805.8	1.9878	10.6118
19073591	1.0494	561.6	1.0080	5.2644
	1.0035	706.4	0.8984	4.8942
	1.0062	727.5	1.0005	5.4487
	1.0327	608.6	0.9286	4.9120
	1.0071	987.6	2.9786	16.4312
	1.0406	674.9	0.9233	4.8536
	1.0626	927.9	1.0116	5.2023
	1.0067	773.8	0.9912	5.3780
	1.0249	788.3	0.9535	5.0772
	1.0072	893.6	0.9447	5.1179
	1.0222	732.2	0.9457	5.0485
	1.0295	757.2	1.0403	5.5250

หมายเลข Sample	Sample size (g)	Time (s)	$V_{titrant}$ (mL)	TBN (mgKOH/g)
19073591	1.0098	1165.1	0.8963	4.8372
	1.0396	807.3	1.0482	5.5137
	1.0038	846.7	1.0054	5.4724
	1.0185	806.7	0.8351	4.4612
	1.0639	884.5	1.0054	4.9219
	1.0392	1015.2	0.8917	4.4532
20073478	1.0249	793.3	0.7488	3.9148
	1.0161	749.7	0.7702	4.0647
	1.0359	709.3	0.7671	3.9703
20073479	1.0269	723.4	0.8794	4.6091
	1.0531	679.0	0.9155	4.6915
20073480	1.0489	834.0	0.8247	4.2246
	1.0405	802.4	0.8267	4.2694
	1.0110	766.1	0.7853	4.1678
20073481	1.0222	718.9	0.6817	3.5626
	1.0474	731.6	0.6799	3.4676
	1.0082	700.6	0.7077	3.7546
	1.0558	666.5	0.7191	3.6163
	1.0421	686.5	0.7061	3.5951
	1.0364	637.4	0.6906	3.5327
	1.0334	667.5	0.7023	3.6053
	1.0345	679.0	0.6902	3.5373
	1.0385	659.7	0.7238	3.7015

หมายเลข Sample	Sample size (g)	Time (s)	$V_{titrant}$ (mL)	TBN (mgKOH/g)
20073482	1.0165	831.4	0.2449	1.1372
	1.0098	831.0	0.1598	0.6871
	1.0228	774.3	0.7441	3.7810
	1.0170	891.7	0.1573	0.6744
	1.0165	878.6	0.1818	0.8067
	1.0011	917.0	0.1529	0.6613
	1.0180	889.8	0.2250	1.0381
	1.0174	910.1	0.2180	1.0010
	1.0176	853.4	0.2584	0.9689
	1.0113	774.5	0.4399	1.9543
	1.0104	741.0	0.2480	1.3060
	1.0245	774.3	0.4414	1.9819
	1.0638	665.9	2.5240	12.9831
	1.0569	646.6	0.1786	0.8179
	1.0623	648.2	2.5842	13.3143
	1.0365	581.3	0.1770	0.8253
	1.0498	549.2	0.1816	0.8394
	1.0629	806.4	0.1951	0.8403
	1.0397	614.7	0.1030	0.4056
	1.0239	658.3	1.6915	8.8744
	1.0323	628.9	1.9075	9.9479
	1.0097	629.1	1.6706	8.8857
	1.0286	686.6	1.9922	10.4343
	1.0194	614.9	2.0906	11.0569
	1.0127	612.2	1.8738	9.9581
	1.0244	628.0	0.1001	0.3961
	1.0397	614.7	0.1030	0.4056

หมายเลข Sample	Sample size (g)	Time (s)	$V_{titrant}$ (mL)	TBN (mgKOH/g)
20073542	1.0240	566.6	0.2914	1.4525
	1.0221	599.1	0.3063	1.5355
	1.0066	585.5	0.3092	1.5750
	1.0184	680.1	0.3184	1.5815
	1.0029	625.6	0.2687	1.3333
	1.0254	662.2	0.3110	1.5314
	1.0213	554.9	0.3311	1.6457
	1.0376	621.5	0.3126	1.5215
	1.0410	575.1	0.3131	1.5195
	1.0151	802.6	0.6764	3.4476
	1.0248	980.3	0.8093	4.1191
	1.0022	814.1	0.8422	4.2381
	1.0295	912.9	0.8483	4.1588
	1.0063	784.5	0.8270	4.1374
	1.0168	758.0	0.8512	4.2261
	1.0119	922.0	0.8398	4.1845
	1.0238	916.6	0.8663	4.2789
	1.0266	703.6	0.1484	0.6549
20073543	1.0347	544.4	0.0862	0.2868
	1.0192	483.7	0.08	0.2581
	1.0168	569.0	0.0657	0.1814
	1.0173	479.9	0.0769	0.2416
	1.0160	474.6	0.0725	0.218
	1.0333	619.6	0.0754	0.2302

หมายเลข Sample	Sample size (g)	Time (s)	$V_{titrant}$ (mL)	TBN (mgKOH/g)
20073544	1.0200	925.9	1.3405	7.1442
	1.0217	825.5	1.2671	6.7350
	1.0128	673.8	1.3296	7.1353
	1.0041	690.6	1.2962	7.0135
	1.0042	739.6	1.2960	7.0116
	1.0070	731.0	1.3063	7.0486
	1.0349	695.4	1.3309	7.0834
	1.0495	866.5	1.3644	7.1635
20073605	1.0255	934.9	0.8404	4.2809
	1.0126	968.5	0.7607	3.9082
	1.0247	829.3	1.5958	8.2133
	1.0081	554.1	2.8146	15.0361
	1.0122	609.9	0.7621	3.7588
	1.0107	597.4	0.7755	3.8377
	1.0074	609.0	0.7808	3.8793
	1.0089	613.4	0.7447	3.6754
	1.0051	569.5	0.7604	3.7760
	1.0093	934.9	0.7894	3.9200
	1.0210	878.0	0.7654	3.9897
	1.0018	781.2	0.7543	4.0049
	1.0269	738.5	0.7639	3.9585

หมายเลข Sample	Sample size (g)	Time (s)	$V_{titrant}$ (mL)	TBN (mgKOH/g)
20073606	1.0062	897.1	0.8754	4.552
	1.0116	988.3	0.9170	4.7510
	1.0166	666.5	0.8214	4.0653
	1.0095	749.4	0.8780	4.4040
	1.0209	582.9	0.8369	4.1319
	1.0096	669.6	0.8186	4.0778
	1.0098	735.6	0.8498	4.2482
	1.0336	777.6	0.8397	4.3367
	1.0173	658.4	0.8522	4.4740
	1.0687	690.6	0.8681	4.3411
	1.0558	947.7	0.8740	4.4250
20073608	1.0352	734.4	1.3192	6.8082
	1.0195	859.4	1.1233	5.8608
	1.0056	733.8	1.1358	6.0099
	1.0264	760.5	1.1555	5.9936
	1.0054	836.9	1.1482	6.0787
20073609	1.0061	907.3	1.2594	6.6797
	1.0053	958.3	1.2691	6.7381
	1.0395	868.2	1.2938	6.6464
	1.0614	725.1	1.3310	6.7733
	1.0359	844.9	1.2953	6.7504
	1.0324	807.8	1.3016	6.8067

ตาราง ง ผลการวิเคราะห์ค่า TBN โดยใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene

หมายเลข Sample	Sample size (g)	Time (s)	$V_{titrant}$ (mL)	TBN (mgKOH/g)
20073478	1.0393	463.5	0.7769	3.9954
	1.0553	695.6	0.7802	3.9521
	1.0704	469.7	0.7749	3.8688
20073479	1.0558	497.9	0.9790	4.9927
	1.0054	538.9	0.9820	5.2704
	1.0168	520.7	0.9388	4.9755
20073480	1.0556	766.0	0.8597	4.5181
	1.0181	858.0	0.8121	4.4230
	1.0158	839.0	0.8562	4.6758
	1.0256	447.3	0.8014	4.1894
	1.0474	563.2	0.8239	4.2212
20073481	1.0264	572.3	0.6934	3.6025
	1.0638	591.6	0.7005	3.5128
	1.0882	743.5	0.7416	3.6433
20073482	1.0040	318.2	0.1128	0.3523
	1.0600	443.7	0.1109	0.3236
	1.0408	406.3	0.1491	0.5343
	1.0101	945.0	0.3240	1.3978
	1.0037	841.0	0.1157	0.2576
20073483	1.0083	399.6	0.6705	3.4350
	1.0259	486.5	0.6995	3.5336
	1.0235	453.9	0.6879	3.4785
	1.0416	484.0	0.6931	3.5483
	1.0795	507.3	0.7028	3.4733
20073484	1.0481	744.9	0.2972	1.4306
	1.0267	736.1	0.2629	1.2748
	1.0500	560.7	0.1148	0.4641

หมายเลข Sample	Sample size (g)	Time (s)	$V_{titrant}$ (mL)	TBN (mgKOH/g)
20073542	1.0962	574.5	0.9747	4.7968
	1.0843	596.7	1.0564	5.2674
	1.048	465.7	0.8298	4.2504
	1.0184	674.4	0.8427	4.4439
20073543	1.0546	548.6	0.0563	0.1539
	1.0398	487.0	0.0571	0.1606
20073544	1.0013	552.0	1.3996	7.5195
	1.0050	492.1	1.4286	7.6528
	1.0192	552.7	1.3722	7.2372
	1.0095	503.6	1.2872	6.8375
	1.0884	545.0	1.4135	7.0681
	1.0706	518.4	1.4105	7.1699
20073605	1.0096	498.6	0.7321	3.7710
	1.0078	397.0	0.7412	3.8276
	1.0137	415.9	0.7193	3.6850
	1.0031	1005.0	0.6837	3.7656
	1.0734	570.9	0.8039	4.0156
	1.0610	544.1	0.7555	3.8093
20073606	1.0405	374.1	0.8788	4.4452
	1.0367	617.9	0.8265	4.1800
	1.0148	477.1	0.8368	4.3267
	1.0722	692.4	0.9632	4.8446
	1.0811	602.7	0.8728	4.3408
	1.0828	924.1	0.8726	4.3289
	1.0256	833.5	0.7935	4.1468
20073607	1.0610	751.0	1.1411	5.9785
	1.0199	860.0	1.1654	6.3527
	1.0183	726.0	1.1683	6.3786

หมายเลข Sample	Sample size (g)	Time (s)	$V_{titrant}$ (mL)	TBN (mgKOH/g)
20073608	1.0168	574.2	1.2295	6.5616
	1.0157	502.2	1.3688	7.3297
20073609	1.0437	532.5	1.3716	7.1480
	1.0521	554.4	1.3202	6.8199

ตาราง จ ผลการทดลองของการเปลี่ยนตัวทำละลายจาก Chlorobenzene แทน Xylene ในขั้น Standardization

หมายเลข Sample	Sample size (g)	Time (s)	$V_{titrant}$ (mL)	TBN (mgKOH/g)
19073591	1.0029	867.6	0.9710	5.2435
	1.0379	888.4	0.9667	5.0435
	1.0310	738.0	0.7209	3.7495
	1.0534	823.3	0.9825	5.0531
	1.0427	886.7	1.0309	5.3634
	1.0424	932.7	1.0054	5.2289
	1.0054	771.7	0.8840	4.7196
	1.0109	896.4	0.8825	4.6861
	1.0105	757.8	0.9563	5.0924
	1.0314	846.1	1.1391	5.9825
	1.0484	868.4	0.8171	4.1815
	1.0593	967.7	0.9577	4.8749
	1.0720	707.1	0.9769	4.9164
	1.0299	672.8	0.8517	4.4431
	1.0262	667.4	0.9103	4.7758
	1.0336	815.5	1.0923	5.7186
	1.0540	791.1	0.9955	5.0980

หมายเลข Sample	Sample size (g)	Time (s)	$V_{titrant}$ (mL)	TBN (mgKOH/g)
20073478	1.0505	742.7	0.9487	4.8580
	1.0532	707.2	0.8513	4.3334
	1.0553	695.6	0.7802	3.9521
20073479	1.0673	741.1	0.8859	4.4650
	1.0717	679.1	0.9016	4.5281
	1.0265	736.7	0.8992	4.7175
20073480	1.0164	709.3	0.7797	4.1086
	1.0299	703.7	0.8026	4.1781
20073481	1.0570	659.2	0.7500	3.7951
	1.0882	743.5	0.7416	3.6433
20073482	1.0246	690.9	0.0899	0.3359
	1.0107	704.5	0.1202	0.5041
	1.0342	774.7	0.1972	0.9001
	1.0244	628.0	0.1001	0.3961
20073483	1.0972	878.6	0.7493	3.6527
	1.0161	907.6	0.6264	3.2731
20073484	1.0443	712.8	0.4420	2.2049
	1.0136	641.9	0.3090	1.5436
	1.0481	744.9	0.2972	1.4306
20073542	1.0732	787.4	0.9932	4.9950
	1.0156	1009.4	0.9810	5.2120
20073543	1.0782	580.3	0.0580	0.1593
	1.0538	570.5	0.0546	0.1452
20073544	1.0679	743.8	1.3652	6.9527
	1.0410	1154.1	1.3440	7.0192
20073605	1.0230	709.7	0.7320	3.8235
	1.0372	826.4	0.8235	4.2609

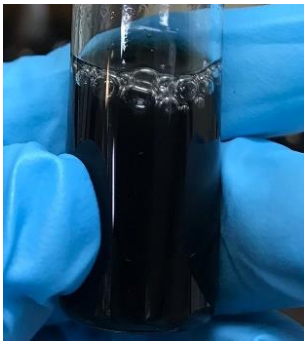
หมายเลข Sample	Sample size (g)	Time (s)	$V_{titrant}$ (mL)	TBN (mgKOH/g)
20073606	1.0828	924.1	0.8726	4.3289
	1.0256	833.5	0.7935	4.1468
20073607	1.0755	987.6	1.2367	6.2404
	1.0517	676.8	1.1279	5.8078
20073608	1.0241	861.9	1.2465	6.6067
	1.0882	908.8	1.2041	6.0017
20073609	1.0763	843.9	1.3604	6.8735
	1.0810	877.8	1.3465	6.7726

ตาราง ฉ ผลการทดลองวิเคราะห์ค่า TBN ที่ไม่ได้ผ่านการแช่ขั้วด้วยน้ำกลั่น (โดยใช้ตัวทำละลาย Xylene)

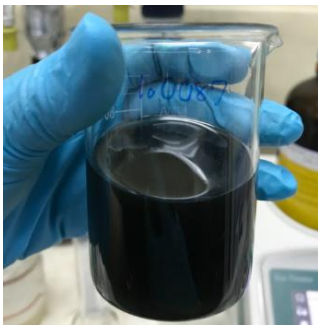
หมายเลข Sample	Sample size (g)	Time (s)	$V_{titrant}$ (mL)	TBN (mgKOH/g)
19073591	1.0626	927.9	1.0116	5.2023
	1.0067	773.8	0.9912	5.3780
	1.0249	788.3	0.9535	5.0772
	1.0072	893.6	0.9447	5.1179
	1.0222	732.2	0.9457	5.0485
	1.0295	757.2	1.0403	5.5250
	1.0098	1165.1	0.8963	4.8372
	1.0396	807.3	1.0482	5.5137
	1.0038	846.7	1.0054	5.4724
	1.0185	806.7	0.8351	4.4612

ตาราง ช ผลการทดลองวิเคราะห์ค่า TBN ที่ผ่านการแช่ขั้วด้วยน้ำกลั่น (โดยใช้ตัวทำละลาย Xylene)

หมายเลข Sample	Sample size (g)	Time (s)	$V_{titrant}$ (mL)	TBN (mgKOH/g)
190735891	1.0349	992.8	0.9009	4.6186
	1.0489	770.2	0.9571	4.8500
	1.0484	1095.5	1.0238	5.2006
	1.0200	1036.5	0.8396	4.3573
	1.0573	861.7	1.0573	5.1570
	1.0325	1032.0	0.9556	4.9194
	1.0273	886.5	0.8719	4.4988
	1.0737	995.5	0.9435	4.6691
	1.0120	861.6	0.8809	4.6151
	1.0607	738.8	1.1363	4.7325



รูปที่ ก น้ำมัน Validated oil หมายเลข 20040256 หลังละลายด้วย Chlorobenzene



รูปที่ ข น้ำมัน Validated oil หมายเลข 20040256 หลังไตเตรตด้วย $HClO_4$ กรณีใช้ตัวทำละลาย Chlorobenzene

ประวัติผู้วิจัย

นางสาวธีรานุช เจริญชื่นสิริ เกิดเมื่อวันที่ 4 ธันวาคม พ.ศ. 2541 ที่จังหวัดกรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาตอนปลายจากโรงเรียนซางตาครู้สคอนแวนท์ จังหวัดกรุงเทพมหานคร เมื่อปีการศึกษา 2559 เคยได้รับรางวัลเรียนดีอันดับ 3 แผนการเรียนคณิต-วิทย์ เมื่อ พ.ศ. 2559 เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ เมื่อปีการศึกษา 2560 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ บ้านเลขที่ 165/96 หมู่บ้านกานดา ซอยบางแค 10 ถนนสุขาภิบาล 1 แขวงบางแค เขตบางแค จังหวัดกรุงเทพมหานคร รหัสไปรษณีย์ 10160 อีเมล pream.theeranuch@gmail.com