

ข้อมูลข่าวสารของกรมวิทยาศาสตร์บริการ  
ตาม พ.ร.บ. ข้อมูลข่าวสารของราชการ พ.ศ. 2540

วศ  
กม  
อว 10

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง

นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

## เรื่องที่ 2

การศึกษาวิธีวิเคราะห์เพื่อหาองค์ประกอบ

ของสารที่ใช้เติมแต่งน้ำมันหล่อลื่น

ผู้ดำเนินการ

นางสุนี ลาวัณยากุล นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

ผู้ร่วมดำเนินการ

นางศิริวรรณ ศิลปสกุลสุข นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

กลุ่มงานเคมีวิเคราะห์เชิงฟิสิกส์

กองเคมี

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

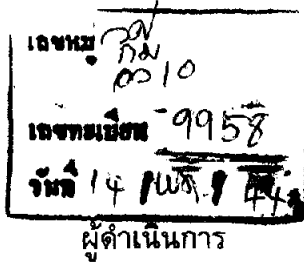
เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง

นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

เรื่องที่ 2

การศึกษาวิธีวิเคราะห์เพื่อหาค่าประกอบ

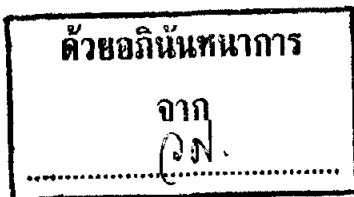
ของสารที่ใช้เติมแต่งน้ำมันหล่อลื่น



นางสุนี ลาวัณยากุล นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

ผู้ร่วมดำเนินการ

นางศิริวรรณ ศิลป์สกุลสุข นักวิทยาศาสตร์ 6 ว



กลุ่มงานเคมีวิเคราะห์เชิงฟิสิกส์

กองเคมี

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

## บทคัดย่อ

การวิเคราะห์องค์ประกอบส่วนใหญ่ของตัวอย่างที่ใช้เป็นสารเติมแต่งน้ำมันหล่อลื่น สามารถวิเคราะห์โดยเทคนิคอินฟราเรด สเปกโตรสโคปี ส่วนองค์ประกอบอื่นวิเคราะห์ได้โดยวิธีคอลัมน์ โครมาโตกราฟี ส่วนที่แยกได้ในแต่ละตัวทำละลายที่มีความ polar ต่างกัน สามารถหาปริมาณโดยประมาณได้โดยระเหยตัวทำละลายออกแล้วชั่งน้ำหนัก นำแต่ละส่วนวิเคราะห์โดยอินฟราเรด สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ก็จะทราบชนิดและปริมาณสารแต่ละตัว

ในตัวอย่างที่เป็นของผสมที่เป็น isomer กัน การวิเคราะห์ด้วยอินฟราเรด สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ จะให้ผลไม่ชัดเจน การตรวจพิสูจน์ด้วยเทคนิค Thermal analysis โดยวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Differential Scanning Pararimeter (DSC) และแมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (NMR) จะสามารถยืนยันผลการวิเคราะห์ได้

การศึกษาวิเคราะห์ ตัวอย่าง ประกอบด้วย โพลีไอโซบิวทีลีน โพลีบิวทีน และสารประกอบไฮโดรคาร์บอน

การศึกษาคุณสมบัติทางเคมีเชิงฟิสิกส์พบว่าตัวอย่างมีคุณสมบัติทางเคมีเชิงฟิสิกส์รายการ ดัชนีความหนืด และ จุดวาบไฟ ต่ำกว่าเกณฑ์คุณภาพน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์

## สารบัญ

	หน้า
1. บทนำ	4
1.1 คำนำ	4
1.2 ปัญหาและที่มาของการวิเคราะห์	10
1.3 วัตถุประสงค์	10
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ	10
1.5 ระยะเวลาดำเนินการ	10
2. วัสดุ อุปกรณ์ วิธีการ	11
3. ผลการวิเคราะห์	24
4. วิจัย	25
5. สรุป	27
6. คำขอขอบคุณ	27
7. เอกสารอ้างอิง	28
8. ภาคผนวก	29
8.1 ตารางที่ 1 ผลการตรวจสอบเบื้องต้น และการวิเคราะห์ทางเคมี	29
8.2 ตารางที่ 2 ยานการดูดกลืนแสงที่สำคัญของโพลีไอโซบิวทีลีน	29
8.3 ตารางที่ 3 ยานการดูดกลืนแสงที่สำคัญของ Aliphatic hydrocarbon	30
8.4 ตารางที่ 4 ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติทางเคมีเชิงฟิสิกส์	30
8.5 ตารางที่ 5 คุณสมบัติทางเคมีและฟิสิกส์ของน้ำมันหล่อลื่นเหลว ตามประกาศกระทรวงพาณิชย์	31
8.6 ตารางที่ 6 Copper strip classification	32
8.6 รูปที่ 1 IR-spectrum ของตัวอย่าง	33
8.7 รูปที่ 2 IR-spectrum ของโพลีไอโซบิวทีลีน	34
8.8 รูปที่ 3 IR-spectrum ของตัวอย่างส่วนที่กลั่นได้	35
8.9 รูปที่ 4 IR-spectrum ของ Aliphatic hydrocarbon	36
8.10 รูปที่ 6 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC	37
8.11 รูปที่ 7 NMR-spectrum ของตัวอย่าง	38
8.12 รูปที่ 8 NMR-spectrum ของโพลีไอโซบิวทีลีน	39
8.13 รูปที่ 9 NMR-spectrum ของโพลีบิวทีน	39
8.14 รูปที่ 10 IR-spectrum ของ Polybutene mixture	40
8.15 รูปที่ 11 IR-spectrum ของโพลีบิวทีน	40

## 1. บทนำ

### 1.1 คำนำ

สารเติมแต่งน้ำมันหล่อลื่น (Additive) เป็นสารเคมีที่ใช้เติมในน้ำมันหล่อลื่น เพื่อเพิ่มคุณสมบัติเฉพาะให้กับน้ำมัน เริ่มมีการใช้ครั้งแรกตั้งแต่ปี ค.ศ. 1920 น้ำมันที่ใช้ในการหล่อลื่นจะมีการเติมสารเติมแต่งอย่างน้อย 1 ชนิด น้ำมันบางตัวอาจมีการเติมสารเติมแต่งหลายชนิด ในการเติมสารเติมแต่งควรเติมในปริมาณน้อยที่สุดที่จะทำให้เกิดประโยชน์สูงสุด และต้องแน่ใจว่าส่วนผสมจะไม่ทำให้เกิดผลเสียข้างเคียงขึ้น เช่นเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารเติมแต่งหลายตัว หรือสารเติมแต่งคุณสมบัติด้านหนึ่ง แต่ทำให้คุณสมบัติด้านอื่นเสียไป

สารเติมแต่งน้ำมันหล่อลื่นเพื่อเพิ่มคุณสมบัติด้านต่างๆ เช่น สารเติมแต่งเพื่อลดจุดไหลเทของน้ำมัน (Pour point depressants) เป็นสารโพลีเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง ทำหน้าที่ป้องกันการจับตัวเป็นผลึก ของสารประเภท wax ในน้ำมัน ซึ่งจะช่วยให้น้ำมันสามารถไหลได้ดีเมื่ออุณหภูมิต่ำลง ได้แก่ Alkyl aromatic polymer Polymethacrylates สารเติมแต่งเพื่อเพิ่มค่าดัชนีความหนืด (Viscosity index improvers) เป็นสารโพลีเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง จะช่วยปรับสภาพความหนืด ไม่ให้ข้นหรือใสไป เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น หรือต่ำลง ได้แก่ Polymethacrylates Polyisobutylene Ethylene propylene copolymer เป็นต้น สารเติมแต่งเพื่อป้องกันการเกิดฟอง ได้แก่สารประเภท Silicone polymers สารเติมแต่งเพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยา oxidation ได้แก่ Zinc dithiophosphate (Ref 1)

โพลีไอโซบิวทิลีน หรือโพลีไอโซบิวทีน เป็น synthetic hydrocarbons ที่สังเคราะห์ได้จากขบวนการ polymerize ของไอโซบิวทิลีน ซึ่งเป็นโพลีเมอร์ในกลุ่มโอเลฟิน

โอเลฟิน หรืออัลคีน เป็น aliphatic hydrocarbon ที่มี 1 double bond โอเลฟินจะไม่พบในธรรมชาติ แหล่งที่สำคัญจะได้จากขบวนการ cracking petroleum fraction หรือได้จากขบวนการ distillation ของ coal tar ตัวอย่างสารโอเลฟินได้แก่

ethylene  $\text{CH}_2 = \text{CH}_2$

propylene  $\text{CH}_3\text{CH} = \text{CH}_2$

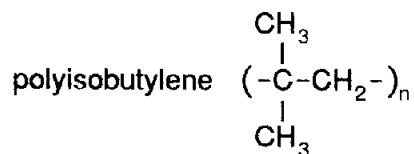
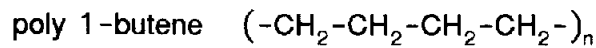
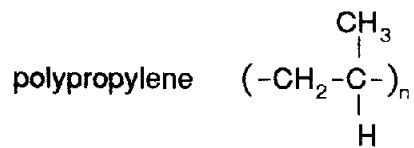
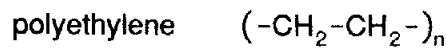
butylenes มี 4 isomer ดังนี้

1-butene  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH} = \text{CH}_2$

cis and trans 2-butene  $\text{CH}_3\text{CH} = \text{CHCH}_3$

isobutylene  $(\text{CH}_3)_2\text{CH} = \text{CH}_2$

## โพลีเมอร์ในกลุ่มโอเลฟินได้แก่



โมโนเมอร์ที่ใช้ในการเตรียมโพลีไอโซบิวทีลีน ได้แก่ 2-methyl propene (isobutylene) หรือ 2-methyl-1,3-butadiene (isoprene)

โพลีไอโซบิวทีลีนได้จากการ polymerization ของ high purity isobutylene ในสารละลายเฮกเซนที่อุณหภูมิ  $-10$  ถึง  $-40$  °ซ โดยใช้  $\text{AlCl}_3$  หรือ  $\text{BF}_3$  เป็น catalyst บริษัท Exxon Chemical Company ในสหรัฐอเมริกา ผลิตสารนี้จาก ไอโซบิวทีลีน ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก และ เฮกเซน ร้อยละ 70 โดยน้ำหนัก ผสมใน reactor โดยใช้ สารละลาย  $\text{AlCl}_3$  ในเฮกเซน เป็น catalyst โดยควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ที่  $-10$  °ซ เป็น เวลา 3-4 ชม. เมื่อการ polymerize สมบูรณ์จะได้โพลีไอโซบิวทีลีน ประมาณร้อยละ 98

การผลิตโพลีไอโซบิวทีลีนที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงทำได้โดย polymerization ที่ อุณหภูมิ  $-95$  °ซ น้ำหนักโมเลกุลและความหนืดของโพลีไอโซบิวทีลีนจะเพิ่มขึ้นเมื่อ อุณหภูมิการ polymerize ลดลง

โพลีไอโซบิวทีลีนที่ได้จะไม่มีสี เป็นของเหลวไม่มีกลิ่น ละลายได้ดีในสาร ละลาย hydrocarbon และ chlorinated hydrocarbon ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ในอุณหภูมิ ห้องจะไหลได้ แต่ถ้าน้ำหนักโมเลกุลสูงจะหนืด ต้องให้ความร้อนจึงจะสามารถไหล ผ่านปั๊มได้

โพลีไอโซบิวทีลีน มีความหนืดตั้งแต่ 5 ถึงมากกว่า  $600 \text{ mm}^2/\text{sec}$  (cSt) ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ขึ้นอยู่กับน้ำหนักโมเลกุล ซึ่งจะมี c อะตอม ตั้งแต่ 20 ถึงมากกว่า 100 ลักษณะของโพลีไอโซบิวทีลีนขึ้นอยู่กับน้ำหนักโมเลกุล ที่มีโมเลกุลต่ำ จะมีลักษณะเป็น oily liquid ถึง semi liquid ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงจะมีลักษณะเป็น elastomer

โพลีไอโซบิวทีลีนน้ำหนักโมเลกุลต่ำ (MW 400-1300) ใช้เป็น adhesives, sealants, coating, synthetic lubricant, plasticizer น้ำหนักโมเลกุลปานกลาง (MW>10,000)ใช้เป็นสารเพิ่มคุณภาพค่าดัชนีความหนืด ( viscosity index improver ) ในสารหล่อลื่น น้ำหนักโมเลกุลสูงใช้เป็น additive สำหรับอุตสาหกรรม thermoplastics

น้ำมันหล่อลื่นที่ใช้โพลีไอโซบิวทีลีนเป็นสารเพิ่มดัชนีความหนืด จะใช้ประมาณร้อยละ 3-10 ในน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ 2 จังหวะ โพลีไอโซบิวทีลีนจะช่วยลดปัญหาการสะสมของสิ่งตกค้าง และการเกิดคังัน ป้องกันการสึกหรอหรือขูดขีดในเครื่องยนต์ได้เป็นอย่างดี

โพลีไอโซบิวทีลีน เป็นสารที่ไม่เป็นพิษ ไม่กัดกร่อน ละลายได้ดีในตัวทำละลายอินทรีย์ เมื่อเปรียบเทียบกับผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียมที่มีความหนืดใกล้เคียงกัน โพลีไอโซบิวทีลีนจะมีสีอ่อนกว่า มีคุณสมบัติทางไฟฟ้าดี มีจุดไหลเทต่ำ สามารถใช้เป็นสารหล่อลื่นในอุตสาหกรรมที่ทนความร้อนสูงได้ จากเอกสารทางวิชาการสามารถใช้เป็นสารหล่อลื่นในอุตสาหกรรมอาหารได้ ซึ่งได้รับการรับรองจาก FDA

น้ำมันหล่อลื่นที่ดีจะประกอบด้วย

1. น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน
2. สารเคมีเพิ่มคุณภาพ

น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน ได้จากการกลั่นน้ำมันดิบ น้ำมันดิบที่ใช้ในการผลิตน้ำมันหล่อลื่นมี 2 ชนิดใหญ่ๆคือ พาราฟินิก (Paraffinic) และแนพธีนิค (Naphthenic) ซึ่งทั้ง 2 ชนิดมีคุณสมบัติแตกต่างกันดังนี้

พาราฟินิก	แนพธีนิค
ดัชนีความหนืดสูง ไม่รวมกับออกซิเจนง่าย จุดไหลเทสูง	ดัชนีความหนืดต่ำ รวมตัวกับออกซิเจนได้ง่าย จุดไหลเทต่ำ

การผลิตน้ำมันหล่อลื่นประกอบด้วยกระบวนการผลิต ดังนี้

1. การกลั่น คือการแยกส่วนที่เป็นน้ำมันหล่อลื่นออกจากน้ำมันดิบ โดยผ่านหอกลั่นสุญญากาศ
2. การสกัดด้วยตัวทำละลาย คือการกำจัดสารอะโรแมติกด้วยตัวทำละลาย
3. การแยกไขออก เพื่อให้มีจุดไหลเทต่ำ สามารถใช้ในที่มีอุณหภูมิต่ำได้

4. การแยกแอสฟัลท์ คือการแยกเอาสารจำพวกยางมะตอย และสารเหนียวๆ อื่นๆ ออกจากน้ำมันหล่อลื่น

5. การกลั่นกรองและปรับปรุงครั้งสุดท้าย คือการกำจัดสารจำพวกทำปฏิกิริยาไว เช่น กรด กำมะถัน โอเลฟิน และอะโรเมติกต่างๆ

สารเคมีเพิ่มคุณภาพ จะถูกผสมเข้ากับน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานด้วยสัดส่วนที่พอเหมาะ เพื่อให้มีคุณสมบัติอื่นๆ นอกเหนือไปจากการหล่อลื่นเพิ่มขึ้นมา

หน้าที่ของสารเคมีเพิ่มคุณภาพที่มีอยู่ในน้ำมันหล่อลื่น มีดังนี้

1. เพิ่มดัชนีความหนืด
2. ชะล้างสิ่งสกปรก
3. ทำให้สิ่งสกปรกกระจายตัวออก
4. ป้องกันมิให้น้ำมันรวมตัวกับออกซิเจนในอากาศ
5. ป้องกันสนิม และการกัดกร่อน
6. ป้องกันการสึกหรอ
7. ต้านทานการเกิดฟอง

ความหนืดเป็นคุณสมบัติที่สำคัญของน้ำมันหล่อลื่น ในการที่น้ำมันจะไหลแทรกซึมเข้าไปอยู่ในระหว่างผิวสัมผัส ซึ่งอาจจะเป็นแบร็งและเพลลา เพื่อรับแรงกดและทำการหล่อลื่น เราอาจกล่าวได้ว่าความหนืดของของเหลวคือความต้านทานในการไหลของเหลวที่มีความหนืดสูงจะมีความต้านทานการไหลสูง เช่น น้ำเชื่อมมีความหนืดสูงกว่าน้ำ จึงไหลได้ช้ากว่า น้ำมันหล่อลื่นที่ผลิตออกจำหน่าย จะมีความหนืดอยู่ในระดับต่างๆ กันซึ่งแต่ละระดับจะเหมาะกับการหล่อลื่นเครื่องจักร และสภาพของการหล่อลื่นแต่ละชนิด

น้ำมันมีคุณสมบัติในการเปลี่ยนแปลงความหนืด คล้ายกับของเหลวหลายชนิด คือ น้ำมันจะไหลลงเมื่ออุณหภูมิสูงและชันขึ้นเมื่ออุณหภูมิต่ำ ฉะนั้นค่าความหนืดค่าใดค่าหนึ่งที่บอกไว้ จะต้องมึค่าของอุณหภูมิกำกับไว้ด้วยเสมอ อัตราการเปลี่ยนแปลงของค่าความหนืดเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนไป เรียกว่า “ดัชนีความหนืด” ( Viscosity Index หรือ VI ) ถ้าน้ำมันชนิดที่หนึ่งมีอัตราการเปลี่ยนแปลงของค่าความหนืดน้อยกว่าอัตราการเปลี่ยนแปลงของค่าความหนืดของน้ำมันชนิดที่สอง เมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนไปเท่ากัน น้ำมันชนิดที่หนึ่งจะมีดัชนีความหนืดสูงกว่าน้ำมันชนิดที่สอง

น้ำมันที่มีดัชนีความหนืดสูง เป็นน้ำมันหล่อลื่นที่ดี เพราะคุณสมบัติในการหล่อลื่นนั้นขึ้นอยู่กับความหนืดของน้ำมันด้วย

การวิเคราะห์คุณสมบัติทางเคมีเชิงฟิสิกส์ที่สำคัญของน้ำมันหล่อลื่น

- ได้แก่
1. ค่าความหนืด ( Viscosity )
  2. ดัชนีความหนืด ( Viscosity index )



3. จุดวาบไฟหรือจุดติดไฟ ( Flash and Fire point )
4. จุดไหลเท ( pour point )
5. การกัดกร่อนแผ่นทองแดง ( Copper strip corrosion )

### 1. ความหนืด ( Viscosity )

ความหนืดเป็นคุณสมบัติสำคัญของน้ำมันปิโตรเลียม ค่านี้ใช้วัดความต้านทานการไหล ( resistance to flow ) เนื่องจากในการใช้งาน น้ำมันจะต้องมีการไหลผ่านท่อ หรือเครื่องมือเครื่องจักรต่างๆ สำหรับน้ำมันหล่อลื่นก็จะต้องมีความหนืดพอดีกับเครื่องยนต์ขณะใช้งาน ดังนั้นจึงต้องเลือกให้เหมาะสม กับเครื่องยนต์แต่ละชนิด โดยทั่วไปจะระบุความหนืดเป็น SAE NO. ( Society of Automotive Engineers ) ซึ่งเป็นเกรดของน้ำมันหล่อลื่น SAE NO. จะบอกค่าความหนืด เช่น

SAE NO.	ความหนืด Centistoke (cSt) ที่ 100°ซ
10 W	min 4.1
20	5.6-9.3
30	9.3-12.5
40	12.5-16.3
50	16.3-21.9

ในการวิเคราะห์ค่าความหนืดของน้ำมันปิโตรเลียม มีหลายวิธี เช่น

1. Kinematic viscosity เป็นอัตราส่วนระหว่าง absolute viscosity กับ density มีหน่วยเป็น stokes หรือ centistokes วิเคราะห์โดยให้ตัวอย่างไหลผ่าน U-tube viscometer แล้วจับเวลาในการไหล
2. Dynamic viscosity วิเคราะห์โดยหาค่า density ของตัวอย่างแล้วคำนวณจากสูตร

$$\text{Kinematic viscosity ( St )} = \frac{\text{Dynamic viscosity ( poise )}}{\text{density}}$$

3. Redwood viscosity หาโดยให้ตัวอย่างไหลผ่านช่องที่กำหนดไว้ตามมาตรฐาน จับเวลาในการไหล หน่วยเป็น วินาที
4. Saybolt viscosity ใช้หลักการเดียวกับ Redwood viscosity หน่วยเป็น SUS

ในการหาค่า viscosity จำเป็นจะต้องระบุอุณหภูมิด้วย เนื่องจาก อุณหภูมิมีผลกับการเปลี่ยนแปลงค่า viscosity โดยตรงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ค่า viscosity จะลดลง การเปลี่ยนแปลงมากหรือน้อยจะขึ้นกับชนิดของน้ำมัน

## 2. ดัชนีความหนืด ( Viscosity index )

เป็นค่าความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดและอุณหภูมิ หาโดยการวิเคราะห์ค่าความหนืดที่อุณหภูมิ 100°F และ 210°F แล้วนำไปอ่านค่าดัชนีความหนืดจากตารางตาม ASTM หรือคำนวณตาม ASTM D2270

อัตราการเปลี่ยนแปลงความหนืดเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนไปของน้ำมันแต่ละชนิดจะต่างกัน น้ำมันที่ไหลลงน้อยเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นและขึ้นขึ้นน้อยเมื่ออุณหภูมิต่ำ จะเป็นน้ำมันที่มีค่าดัชนีความหนืดสูง ดังนั้นสำหรับงานที่มีสภาพการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิมาก ต้องเลือกใช้น้ำมันที่มีดัชนีความหนืดสูง

## 3. จุดวาบไฟและจุดติดไฟ ( Flash and Fire point )

จุดวาบไฟหมายถึง อุณหภูมิต่ำสุดที่น้ำมันปิโตรเลียมจะสร้างกลุ่มไอขึ้นแต่ยังไม่ติดไฟภายใต้สภาวะที่กำหนดไว้ตามมาตรฐาน

จุดติดไฟหมายถึงอุณหภูมิต่ำสุดที่น้ำมันจะติดไฟ เมื่อผ่าน test flame ไปบนผิวหน้าของน้ำมัน ภายใต้สภาวะที่กำหนดไว้ตามมาตรฐาน

คุณสมบัติข้อนี้ จะทำให้ทราบได้ว่าน้ำมันนั้นๆมีการระเหยอย่างไร มีความไวไฟมากน้อยอย่างไร ซึ่งจะเป็นประโยชน์สำหรับการเก็บรักษาและการใช้

## 4. จุดไหลเท ( Pour point )

เป็นค่าที่เกี่ยวกับการไหลของน้ำมัน หมายถึงอุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิต่ำสุดที่น้ำมันไม่ไหลเมื่อถูกทำให้เย็นสภาวะที่กำหนด 5°F ซึ่งจะบอกถึงอุณหภูมิต่ำสุดที่น้ำมันจะไหลได้ เป็นคุณสมบัติที่สำคัญอย่างหนึ่งของน้ำมันหล่อลื่นและน้ำมันปิโตรเลียม

## 1.2 ปัญหาและที่มาของการวิเคราะห์

เนื่องจากกรมศุลกากรได้ส่งตัวอย่างสารเคมี ลักษณะเป็นของเหลว หนืด ไม่มีสี ให้กรมวิทยาศาสตร์บริการวิเคราะห์ โดยแจ้งว่าใช้เป็นสารเติมแต่งน้ำมันหล่อลื่น เครื่องยนต์ กรมศุลกากรต้องการทราบว่าเป็นสารเคมีชนิดใด มีองค์ประกอบอะไร เพื่อนำข้อมูลไปจัดพิกัตอัตราศุลกากร และเนื่องจากเป็นการวิเคราะห์สารที่ไม่ทราบชนิด และองค์ประกอบ ดังนั้นจึงจำเป็นต้องศึกษา และหาวิธีทดลองวิเคราะห์ เพื่อที่จะสามารถสรุปและยืนยันผลวิเคราะห์ได้อย่างถูกต้อง

## 1.3 วัตถุประสงค์

- 1.3.1 เพื่อศึกษาหาชนิดและองค์ประกอบของตัวอย่างสารเติมแต่งน้ำมันหล่อลื่น
- 1.3.2 เพื่อศึกษาพัฒนาหาวิธีและแนวทางในการวิเคราะห์ทดสอบ โดยใช้เครื่องมือที่มีเทคโนโลยีสูง
- 1.3.3 เพื่อเป็นการให้ความร่วมมือกับหน่วยราชการเพื่อนำข้อมูลที่ได้ไปประกอบการพิจารณาจัดเก็บพิกัตอัตราศุลกากร

## 1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

- 1.4.1 ได้วิธีการวิเคราะห์ทดสอบ หาชนิดและองค์ประกอบของตัวอย่างที่ใช้เป็นสารเติมแต่งน้ำมันหล่อลื่น
- 1.4.2 ใช้เป็นแนวทางในการวิเคราะห์ตัวอย่างอื่นๆต่อไป
- 1.4.3 เป็นการให้ความร่วมมือกับกรมศุลกากร โดยกรมศุลกากรได้ทำข้อมูลผลการวิเคราะห์ที่ได้ประกอบการพิจารณาจัดพิกัตอัตราศุลกากรได้อย่างถูกต้อง

## 1.5 ระยะเวลาดำเนินการ

มี.ค. 35 - ม.ค. 36 รวม 11 เดือน

## 2. วัสดุ อุปกรณ์ วิธีการ

### 2.1 วัสดุ อุปกรณ์

- เครื่องอินฟราเรด สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Infrared spectrophotometer)
- เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (Nuclear Magnetic - Resonance Spectrometer )
- เครื่องดิฟเฟอเรนเชียล สแกนนิ่ง พารามิเตอร์ ( Differential Scanning - Pararimeter ) DSC
- เครื่องวิเคราะห์ค่าความหนืด (Kinematic viscosity) ASTM D445
- เครื่องวิเคราะห์หาจุดวาบไฟแบบถ้วยเปิด (Flash point apparatus by cleveland open cup) ASTM D92
- เครื่องวิเคราะห์หาจุดไหลเท (Pour point) ASTM D97
- เตาให้ความร้อน (Electrothermal)
- เครื่องอ่างไอน้ำ (Water bath)
- ตู้อบ (Oven)
- เครื่องชั่ง (Analytical balance)
- บีกเกอร์ (Beaker)
- ขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer flask)
- ขวดแก้วก้นกลม (Round bottom flask)
- คอนเดนเซอร์ (Condenser)
- คอลัมน์ (Column) ขนาด 25x350 มม.
- แผ่นทีแอลซี ( TLC plate ) เคลือบด้วยซิลิกาเจล หนา 0.2 มม. ขนาด 25x60 มม.

### 2.2 สารเคมี

- ซิลิกาเจล ขนาด 100-230 mesh
- ปีโตรเลียมอีเทอร์
- คลอโรฟอร์ม
- อะเซโตน

- เอทิลแอลกอฮอล์
- โทลูอิน
- เฮกเซน

### 2.3 รายละเอียดตัวอย่าง

หมายเลขปฏิบัติการ	ชื่อตัวอย่าง	ลักษณะตัวอย่าง
QB 552	Mitsubishi (Polyisobutylene)	ของเหลวใส หนืด ไม่มีสี

### 2.4 วิธีการ

#### 2.4.1 ขั้นตอนการวิเคราะห์

- ศึกษาหาวิธีวิเคราะห์ ศึกษารายละเอียดเฉพาะเรื่อง จากเอกสารอ้างอิง (Ref 2 )
- กำหนดขั้นตอนการวิเคราะห์ทดสอบ
- ตรวจสอบเบื้องต้น เพื่อศึกษาลักษณะตัวอย่าง เช่น การละลาย ความเป็นกรด-ด่าง การเผาไหม้ (ignition test) เพื่อเป็นแนวทางในการวิเคราะห์ทดสอบต่อไป
- การวิเคราะห์ทดสอบทางเคมี เช่น หาปริมาณสารไม่ระเหย ปริมาณกำมะถัน
- การวิเคราะห์โครงสร้างขององค์ประกอบหลักโดยใช้เครื่องมือพิเศษ ได้แก่ อินฟราเรด สเปคโตรโฟโตมิเตอร์
- การวิเคราะห์โดย ทินเลเยอร์โครมาโตกราฟี ( TLC ) เพื่อหาความบริสุทธิ์ของตัวอย่าง
- ตรวจสอบวิเคราะห์หาองค์ประกอบอื่น และหาปริมาณ โดยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี แล้วตรวจสอบพิสูจน์ว่าเป็นสารใด โดยเครื่องมือ อินฟราเรด สเปคโตรโฟโตมิเตอร์
- ตรวจสอบยืนยันผลด้วยเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปคโตรมิเตอร์ (NMR) และ เครื่อง ดีฟเฟอเรนเชียล สแกนนิ่ง พาราริมิเตอร์ (DSC)

- ตรวจวิเคราะห์คุณสมบัติทางเคมีเชิงฟิสิกส์ เพื่อประกอบการพิจารณาผลการวิเคราะห์ ว่าตัวอย่าง สามารถใช้เป็นสารเติมแต่งน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ ได้โดยไม่ทำให้คุณสมบัติของน้ำมันหล่อลื่นเปลี่ยนแปลงไป

## 2.4.2 วิธีวิเคราะห์

### การตรวจสอบเบื้องต้น

- การละลาย

ทดสอบการละลายของตัวอย่างในปิโตรเลียมอีเทอร์ คลอโรฟอร์ม โทลูอีน เฮกเซน อะเซโตน เอทิลแอลกอฮอล์ และน้ำ สังเกตผลการละลาย

- การเผาไหม้ (ignition test)

ชั่งตัวอย่างใส่ถ้วยครุชชีเบลประมาณ 1 กรัม นำไปให้ความร้อนบนเปลวไฟของตะเกียงเบนเซนจนตัวอย่างลุกไหม้ สังเกตเปลวไฟขณะลุกไหม้ และลักษณะของเถ้าหลังจากตัวอย่างถูกเผาไหม้จนหมด

### การวิเคราะห์ทดสอบทางเคมี

- ปริมาณสารไม่ระเหย ( Non-volatile matter )

### วิธีวิเคราะห์

1. ชั่งตัวอย่างใน porcelain basin หรือ aluminium foil basin ประมาณ 2-3 กรัม
2. อบในตู้อบที่อุณหภูมิ  $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$  จนน้ำหนักคงที่
3. ใส่ desicator ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ชั่งน้ำหนัก
4. คำนวณจากสูตร

ปริมาณสารที่ไม่ระเหย ร้อยละ =  $(A - B / W) \times 100$

A = น้ำหนักตัวอย่าง + น้ำหนักbasinหลังอบ

B = น้ำหนักbasin

W = น้ำหนักตัวอย่าง

- ปริมาณเถ้า ( Ash )

วัสดุ อุปกรณ์

1. ถ้วยกระเบื้อง ( Dish or crucible porcelain )
2. เตาเผาที่  $775 \pm 25^{\circ}\text{C}$

วิธีวิเคราะห์

1. เมาถ้วยกระเบื้องที่อุณหภูมิ  $700-800^{\circ}\text{C}$  10 นาที ทำให้เย็นใน desicator แล้วชั่งน้ำหนัก
2. ชั่งตัวอย่างประมาณ 10 กรัม ( ให้มีปริมาณเถ้าประมาณ 20 มก. ) ในถ้วยกระเบื้อง
3. ให้ความร้อนตัวอย่างจนกระทั่งติดไฟ คงอุณหภูมิให้ตัวอย่างติดไฟอย่างสม่ำเสมอ จนเผาไหม้หมด
4. นำเข้าเตาเผาที่  $775 \pm 25^{\circ}\text{C}$  จนกระทั่งเขม่าดำหายไปหมด
5. นำออกใส่ desicator ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ชั่งน้ำหนัก
6. คำนวณจากสูตร

$$\text{ปริมาณเถ้า ร้อยละ} = (w / W) \times 100$$

$$w = \text{น้ำหนักของปริมาณเถ้า}$$

$$W = \text{น้ำหนักตัวอย่าง}$$

- การกลั่น (Distillation test)

ชั่งตัวอย่างใส่ขวดแก้วกันกลมขนาด 250 มิลลิลิตร ประมาณ 50 กรัม นำไปต่อเข้ากับเตาให้ความร้อนและชุดคอนเดนเซอร์สำหรับกลั่น ปลายคอนเดนเซอร์รองรับสารที่กลั่นได้ด้วยกระบอกลง จดอุณหภูมิที่ตัวอย่างกลั่นออกมาหยดแรกเป็นจุดเริ่มกลั่น เก็บสารที่กลั่นได้ทุกๆ อุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น 10 องศาเซลเซียส

การวิเคราะห์ด้วยอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

นำตัวอย่างอบที่  $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$  ประมาณ 1-2 ชั่วโมง เพื่อระเหยน้ำ ออก ป้ายตัวอย่างบางลงบนแผ่นผลึกโซเดียม คลอไรด์ (NaCl Plate)

รูปกลมขนาด เส้นผ่านศูนย์กลาง 25 มิลลิเมตร แล้วนำแผ่นโซเดียมคลอไรด์อีกแผ่นประกบลง ระวังไม่ให้มีฟองอากาศเหลืออยู่ นำไปประกอบกับชุดหน้าต่างเซลล์ แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

### การวิเคราะห์โดยวิธี ทินเลเยอร์ โครมาโตกราฟี (TLC)

ละลายตัวอย่างประมาณ 0.1 กรัมในปิโตรเลียมอีเทอร์ 5 มิลลิลิตร spot สารละลายตัวอย่างด้วย capillary tube ลงบนแผ่น TLC ให้ห่างจากขอบด้านล่างประมาณ 5 มิลลิเมตร spot ซ้ำอีกประมาณ 4-5 ครั้ง ก่อน spot แต่ละครั้งต้องรอให้ spot เดิมแห้งก่อน นำแผ่น TLC ที่ spot ตัวอย่างแล้ววางในภาชนะแก้วในแนวตั้งที่มีสารละลายปิโตรเลียมอีเทอร์ อยู่สูงจากก้นภาชนะไม่เกิน 4 มิลลิเมตร ควรตัดกระดาษกรองใส่อยู่ภายในภาชนะโดยรอบ เพื่อให้แผ่น TLC อยู่ในบรรยากาศที่อิ่มตัวด้วยสารละลายปิโตรเลียมอีเทอร์ ปิดปากภาชนะด้วยแผ่นกระจก ตั้งทิ้งให้ปิโตรเลียมอีเทอร์ระเหยซึมไปบนแผ่น TLC จนเกือบถึงขอบบนของแผ่น TLC ห่างประมาณ 10 มิลลิเมตร ทำเครื่องหมายไว้เป็น solvent front นำออกมาวางไว้ให้แห้ง นำแผ่น TLC มาส่องด้วยแสง อัลตราไวโอเล็ต จะเห็น spot ของ โครมาโตแกรม บนแผ่น TLC ทำเครื่องหมายไว้ หรืออาจใช้วิธีวางแผ่น TLC ในภาชนะปิดที่บรรจุเกล็ดไอโอดีนไว้ จะเห็นโครมาโตแกรมเป็นสีน้ำตาล

### การวิเคราะห์โดยวิธีคอลัมน์ โครมาโตกราฟี

เตรียมคอลัมน์ขนาด 25x350 มิลลิเมตร ปลายคอลัมน์บรรจุใยแก้ว (glass wool) ปิดทับด้วยแผ่นใยแก้ว (glass fibre) คอลัมน์ บรรจุด้วยซิลิกาเจลขนาด 70-230 mesh ประมาณ 140 กรัม ให้สูงประมาณ 15-20 เซนติเมตร ในสารละลายปิโตรเลียมอีเทอร์ ปิดทับส่วนบนซิลิกาเจลด้วยทรายละเอียด ประมาณ 1-2 เซนติเมตร ระวังไม่ให้ระดับของปิโตรเลียมอีเทอร์ต่ำกว่า adsorbent ที่บรรจุในคอลัมน์

ซึ่งตัวอย่างประมาณ 0.5 กรัม ละลายในปิโตรเลียมอีเทอร์เล็กน้อย ใส่ลงในคอลัมน์ ไซก๊อกของคอลัมน์ให้ตัวอย่างผ่านลงในคอลัมน์อย่างช้าๆ จนระดับสารละลายพอดีกับระดับของ adsorbent ผ่านสาร



ละลายอินทรีย์ตามลำดับความ polar ดังนี้ ปิโตรเลียมอีเทอร์ คลอโรฟอร์ม อะเซโตน เอทิลแอลกอฮอล์ ในอัตรา 1 หยด/วินาที เก็บสารละลายแต่ละส่วน (fraction) ประมาณ 10 มิลลิลิตร ผ่านสารละลายดังกล่าวที่ละตัวจนกระทั่งไม่มีสารแยกออกมาอีกกับสารละลาย โดยตรวจสอบจากการระเหยสารละลายออกแล้วไม่พบสารที่แยกได้เหลือตกค้างอยู่ หรืออาจใช้วิธีทำ TLC แล้วไม่ให้โครมาโตแกรมบนแผ่นทดสอบ สารที่แยกได้ในแต่ละตัวทำละลาย นำไประเหยสารละลายออกโดยใช้เครื่องอังไอน้ำ (water bath) หรือใช้ Rotary evaporator ชั่งน้ำหนัก รวมน้ำหนักที่ได้แต่ละ fraction ของตัวทำละลายเดียวกันแล้วคำนวณ

$$\text{ปริมาณสารที่แยกได้ร้อยละ} = \frac{w}{W} \times 100$$

w = น้ำหนักสารที่แยกได้เป็นกรัม

W = น้ำหนักตัวอย่างเป็นกรัม

สารที่แยกได้นำไปวิเคราะห์ด้วย อินฟราเรด สเปคโตรโฟโตมิเตอร์

#### การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC

นำตัวอย่างอบที่  $100 \pm 5^\circ\text{C}$  1-2 ชั่วโมง ซึ่งตัวอย่างประมาณ 4-5 มิลลิกรัม ใส่ถ้วยครุชีเบลสำหรับวิเคราะห์ของเครื่อง นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC โดยวิเคราะห์เปรียบเทียบกับครุชีเบลเปล่าไม่มีตัวอย่าง ตั้งโปรแกรมสำหรับหา melting point โดยให้อุณหภูมิเพิ่มในอัตรา  $5^\circ\text{C}/\text{นาที}$

#### การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR

นำตัวอย่างอบที่  $100 \pm 5^\circ\text{C}$  ประมาณ 1-2 ชั่วโมง ซึ่งตัวอย่างประมาณ 10-30 มิลลิกรัม ละลายตัวอย่างด้วยคาร์บอนเตตระคลอไรด์ 0.5 มิลลิลิตร บรรจุตัวอย่างในหลอดแก้วขนาด 0.4 มิลลิลิตร นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR

## วิธีวิเคราะห์คุณสมบัติทางเคมีและเคมีเชิงฟิสิกส์

### **Kinematic viscosity of transparent and opaque liquid ( ASTM D445 )**

#### วัสดุ อุปกรณ์

1. Viscometer - หลอดแก้วซึ่งได้ Calibrated แล้วมี 3 แบบ
  - A Ostwald type for transparent liquid
    - Cannon Fenske Routine
  - B Suspended - level type for transparent liquid
    - Ubbelohde
  - C Reverse - Flow type for transparent and Opaque liquid
    - Cannon - Fenske Opaque
2. Viscometer holders
3. Viscometer thermostat and bath โดยใช้ transparent liquid เป็น bath ( โดยเติมลงไป bath ให้ลึกพอโดยให้ตัวอย่างใน viscometer ต่ำกว่าผิวของ bath อย่างน้อย 20 มม. และให้เหนือก้นของ bath อย่างน้อย 20 มม. )
4. นาฬิกาจับเวลาอ่านได้ละเอียด 0.2 วินาที หรือดีกว่า
5. thermometer

#### วิธีทำ

1. เลือกหลอดทดลอง Viscometer ตามชนิดของตัวอย่าง ( น้ำมันโปร่งแสงใช้แบบ A, B แต่ถ้าน้ำมันทึบแสงใช้แบบ C ) และตามความหนืดของตัวอย่าง ( ถ้าหนืดมากเลือกหลอดที่มีค่า C ( Calibration constant ) สูง เวลาที่ใช้ในการไหลผ่านปริมาตรที่กำหนด ต้องไม่น้อยกว่า 200 วินาที หลอดจะต้องสะอาดและแห้ง
2. ปรับอุณหภูมิของ bath ให้ได้ตามต้องการ ( 100°ฟ , 210°ฟ )
3. ถ้าตัวอย่างมีตะกอนจะต้องกรองโดยผ่าน sieve No.200 ( 75  $\mu\text{m}$  )
4. ใส่ตัวอย่างลงในหลอด Viscometer และนำไปแช่ใน bath 20 นาที ( bath นั้นอาจใส่ Viscometer หลายหลอดแต่ในระหว่างที่กำลังจับเวลาของ Viscometer อันหนึ่งอยู่ไม่ควรนำ Viscometer อันอื่นเข้าหรือออกเพราะอาจทำให้อุณหภูมิใน bath ไม่คงที่ )
5. ดูตัวอย่างขึ้นมาโดยใช้ Suction โดยให้ตัวอย่างอยู่เหนือขีดข้างบนประมาณ 5 มม. และปล่อยให้ตัวอย่างไหลจากขีดบนถึงขีดล่าง อ่านเวลาเป็นวินาทีละเอียด 0.2 วินาที ถ้าเวลาน้อยกว่า 200 วินาที ให้เลือก Viscometer อันใหม่โดยมี capillary เล็กลง

## 6. ทดลองซ้ำโดย

ถ้าใช้หลอดแบบ A, B ให้ทำซ้ำข้อ 5

ถ้าใช้หลอดแบบ C ให้ใช้ Viscometer อันใหม่ หรือ อันเก่านำมาล้างก่อนและทำซ้ำตั้งแต่ข้อ 4

ถ้าค่าต่างกันไม่เกินร้อยละ 0.2 ให้นำค่าทั้ง 2 มาเฉลี่ย ไปคำนวณหาค่า Kinematic viscosity ส่วน reverse flow ต้องแตกต่างกันไม่เกินร้อยละ 0.35 ถ้าเกินให้ทำใหม่

### วิธีคำนวณ

Kinematic viscosity  $V = Ct$

$V$  = kinematic viscosity , cSt

$C$  = calibration constant , cSt / sec

$t$  = flow time , sec

Dynamic viscosity  $\eta = \rho V$

$\eta$  = dynamic viscosity , cP

$\rho$  = density , g/cm<sup>3</sup> ที่อุณหภูมิเดียวกับการวัด viscosity

$V$  = kinematic viscosity

### การ Calibrate หลอด Viscometer

ทำได้ 2 แบบ

#### 1. ใช้ Liquid standard

$$C = V / t$$

$V$  เป็น viscosity ของ standard oil

#### 2. ใช้ Standard viscometer

- เลือกน้ำมันที่ให้ค่า flow time อย่างน้อย 200 วินาที ทั้งใน standard viscometer และ หลอดที่จะ Calibrated

- นำ standard viscometer ที่รู้ค่า  $C$  ไปหาค่าความหนืดของน้ำมัน เทียบกับหลอดที่จะ Calibrated ใน bath เดียวกัน

$$C_1 = (t_2 \cdot C_2) / t_1$$

$C_1$  = ค่า constant ของ viscometer ที่จะ Calibrate

- $t_1$  = เวลา ของ viscometer ที่จะ Calibrate  
 $C_2$  = ค่า constant ของ viscometer standard  
 $t_2$  = เวลา ของ viscometer standard

## Flash point ( ASTM D92 )

### Flash and Fire point by Cleveland Open Cup

วิธีนี้ใช้หาค่า flash point และ fire point ของ product ทั้งหมด ยกเว้น fuel oil และพวกที่มี flash point แบบ open cup ต่ำกว่า ( 79°ซ )

#### วิธีชั่งตัวอย่าง

1. อย่าเปิดขวดโดยไม่จำเป็น เพราะจะทำให้ได้ค่า Flash point สูงกว่าความเป็นจริง และขณะถ่ายเทตัวอย่าง จะต้องทำให้อุณหภูมิของตัวอย่างต่ำกว่า Flash point ที่คาดไว้อย่างน้อย 18°ฟ และอย่าใช้ Sample ในขวดที่รีวทำการทดสอบ
2. อย่าเก็บตัวอย่างในขวดพลาสติก เพราะพวก Volatile material อาจจะมี diffuse ผ่านไปได้

#### วิธีเตรียมเครื่องมือทดสอบ

1. ทดลองในที่ๆไม่มีลมพัดผ่าน ( ทำใน hood แต่ห้ามเปิดพัดลมใน hood ก่อนถึงค่า Flash point 56°ซ )
2. ล้างถ้วยด้วย solvent เพื่อกำจัด oil ที่ยังหลงเหลืออยู่ออกให้หมดก่อนทำการทดสอบ และทำให้แห้งเพื่อไล่ solvent ออกให้หมด ทำให้เย็นอย่างน้อยต่ำกว่า Flash point ที่คาดไว้ 56°ซ ก่อนนำไปใช้
3. ไล่ thermometer ในแนวตั้ง ให้กันกระเปาะอยู่เหนือจากกันถ้วย 6.4 มม.

#### วิธีทำ

1. เติมตัวอย่างลงในถ้วยจนถึงขีด ถ้าเติมมากไปให้ใช้ dropper ดูดส่วนที่มากเกินไปออก แต่ถ้ามีตัวอย่างตกค้างอยู่นอกถ้วย ให้เทตัวอย่างออกและทำความสะอาดถ้วยใหม่ อย่าให้มีฟองอากาศบนผิวของตัวอย่าง ถ้าตัวอย่างหนืดมากควรจะอุ่นก่อนจนสามารถไหลได้ แต่อุณหภูมิไม่ควรสูงกว่าค่าที่ต่ำกว่า Flash point ที่คาดไว้ 100°ฟ ( 56°ซ )
2. จุด test flame ปรับให้มีขนาด 3.2-4.8 มม.

3. ให้ความร้อนแก่ตัวอย่างโดยเพิ่มด้วยอัตรา 25-30°ฟ / นาที เมื่อให้อุณหภูมิของตัวอย่างต่ำกว่า Flash point ที่คาดไว้ 100°ฟ ( 56°ซ ) ให้ลดไฟลงโดยให้เพิ่มขึ้นด้วยอัตรา 9-11°ฟ ( 5-6°ซ ) / นาที
4. เมื่ออุณหภูมิต่ำกว่า Flash point ที่คาดไว้ 50°ฟ ( 28°ซ ) ให้ผ่าน test flame ทุกๆ 5°ฟ ( 2°ซ ) โดยให้ผ่านจากด้านหนึ่งไปยังอีกด้านหนึ่ง ช่วงเวลาผ่านถ้วย 1 วินาที
5. จุดอุณหภูมิที่ทำให้จุดต่างๆบนผิวของน้ำมันเกิดวาบไฟเป็นค่า Flash point
6. ค่า Fire point ให้ทำต่อไปเหมือนเดิม จนน้ำมันติดไฟนานอย่างน้อย 5 วินาที จุดอุณหภูมิและรายงานอุณหภูมินี้เป็นค่า Fire point

### **Pour point ( ASTM D97 )**

#### **Pour point of petroleum oil**

##### วิธีทำ

1. รินน้ำมันลงใน test jar จนถึงขีด ( ถ้าจำเป็นอาจอุ่นตัวอย่างใน water bath เพื่อให้สามารถไหลได้ก่อน )
2. ปิด test jar ด้วยจุกคออร์กที่เสียบ thermometer และจัดให้ thermometer ตั้งตรง และให้คอคอดปรอทอยู่ต่ำกว่าผิวน้ำมัน 3 มม.
3. ถ้าน้ำมันมี Pour point มากกว่า -33°ซ อุ่นตัวอย่างโดยไม่กวนให้อุณหภูมิสูงกว่า expected pour point 9°ซ แต่อย่างไรก็ตามต้องไม่น้อยกว่า 45°ซ ( โดยอุ่นใน bath ที่อุณหภูมิสูงกว่า Pour point ที่คาดไว้ 12°ซ หรือ bath ที่มีอุณหภูมิต่ำอย่างน้อย 48°ซ ) และนำ test jar ไปไว้ใน bath ที่ 24°ซ
4. disk , gasket , ข้างใน jacket ต้องสะอาดและแห้ง วาง disk ไว้ด้านล่างของ jacket และสวม gasket รอบ test jar ให้เรียบร้อยโดยสวมสูงจากด้านล่าง 25 มม. ( 1 นิ้ว ) นำ test jar ลงไปใน jacket ( อย่าให้ test jar ) สัมผัสกับ cooling medium โดยตรง )
5. หลังจากน้ำมันถูกทำให้เย็นลงจะเกิด paraffin wax crystal ควรระวังอย่าให้ thermometer เคลื่อนย้าย
6. เริ่มทดสอบเมื่อน้ำมันมีอุณหภูมิสูงกว่า expected pour point 9°ซ ( และเป็นอุณหภูมิที่ 3 ทารลงตัว ) และทำการอ่านทุกๆ 3°ซ ที่อุณหภูมิลดลง โดยยก test jar ออกมา และเช็ดข้างหลอดด้วยน้ำสะอาดที่ชุบแอลกอฮอล์และดูการไหลของน้ำมัน ใช้เวลาทั้งหมดไม่มากกว่า 3 วินาที

7. ถ้าน้ำมันไม่ไหล เมื่อเอียงหลอดทดลองในแนวนอน นาน 5 วินาที จุดอุณหภูมินั้นไว้ ( ถ้าน้ำมันไหลให้วางกลับไปใน jacket ทันที และดูการไหลเมื่ออุณหภูมิลดลงอีก 3°ซ )
8. ค่าที่อ่านได้ +3°ซ เป็นค่า Pour point

### **Sulphur in petroleum products ( general bomb method ASTM D129 )**

#### สารเคมี

1. น้ำกลั่น
2. Barium chloride ( 85 กรัม / ลิตร )  
ละลาย barium chloride dihydrate (  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ) 100 กรัม ในน้ำกลั่น และทำให้เป็น 1 ลิตร
3. Bromine water ( saturated )
4. Hydrochloric acid ( sp. gr 1.19 )
5. Oxygen ซึ่งปราศจาก sulphur compounds และให้ pressure 40 atm.
6. Liquid paraffin B.P,

#### วิธีทำ

1. ชั่งตัวอย่าง 0.5 กรัมใน alloy metal crucible
2. เติมน้ำกลั่น 10 มล. ลงใน oxygen bomb
3. ประกอบ alloy metal crucible เข้ากับ oxygen bomb โดยใช้ firing wire เส้นด้าย และ liquid paraffin เป็นตัวนำความร้อนในการเผาไหม้
4. อัดก๊าซออกซิเจน 30 atm. ลงใน oxygen bomb
5. นำ oxygen bomb ลงไปใน bomb calorimeter และกดสวิตช์ fire ตั้ง oxygen bomb ไว้อย่างน้อย 10 นาที
6. นำ oxygen bomb ออกจากเครื่อง calorimeter ค่อยๆปล่อย  $\text{O}_2$  อย่างช้าๆภายใน 1 นาที
7. เปิดฝา bomb และล้างทุกส่วนใน oxygen bomb ด้วยน้ำกลั่นและกรองน้ำที่ล้างลงในบีกเกอร์
8. เติม 10 มล. saturated bromine , 2 มล. HCl
9. ต้มจนเดือดแล้วค่อยๆเติม 10 มล.  $\text{BaCl}_2$  solution พร้อมกับคนสารละลายทำให้ตกตะกอนบน hot plate ประมาณ 2 ซม. โดยเปิดไฟให้เดือดอ่อนๆ

10. นำบีกเกอร์มาตั้งให้เย็นประมาณ 1 ชม. ก่อนกรอง
11. กรองตะกอนด้วย gooch crucible ที่รองด้วย asbestos และเผาที่ 750°ซ 30 นาที และชั่งน้ำหนัก ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อนจนหมด chloride เผาตะกอนที่ 750°ซ 30 นาที ชั่งน้ำหนัก
12. Blank ทำเช่นเดียวกับตัวอย่าง แต่ใช้ liquid paraffin ปริมาณเท่ากับที่ใส่ในตัวอย่าง เพียงอย่างเดียว

#### การคำนวณ

$$\text{Sulphur, \%} = (P - B) \times 13.73 / W$$

P = ปริมาณ BaSO<sub>4</sub> ที่ได้จากตัวอย่าง

B = ปริมาณ BaSO<sub>4</sub> ที่ได้จาก Blank

W = น้ำหนักตัวอย่างที่ใช้

#### **Total acid number by color - Indicator titration ( ASTM D974 )**

Total acid number คือปริมาณของด่าง ที่กำหนดในรูปของจำนวนมิลลิกรัม ของ KOH ที่ใช้ในการ titrate กับปริมาณของกรดทั้งหมดที่อยู่ในสารตัวอย่าง 1 กรัม

#### สารเคมี

1. น้ำกลั่น
2. Potassium Hydroxide solution , standard alcoholic ( 0.1 N )  
ละลาย KOH 6 กรัมด้วย anhydrous isopropyl alcohol 1 ลิตร ต้มให้เดือด 10-15 นาที ทำให้เย็นแล้วกรอง และนำไป Standardize ด้วย potassium acid phthalate
3. p-Naphtholbenzein indicator solution  
ชั่ง 10 กรัมของ p-naphtholbenzein ละลายใน titrate solvent 1 ลิตร
4. Titration solvent ของผสมโทลูอีน 500 มล. น้ำ 5 มล. และ anhydrous isopropyl alcohol ทำเป็น 1 ลิตร

#### วิธีทำ

1. ชั่งตัวอย่าง 20 กรัม ลงใน Erlenmeyer flask ขนาด 250 มล.
2. เติม titration solvent 100 มล.

3. ใส่ p-naphtholbenzein indicator 0.5 มล.
4. เขย่าจนตัวอย่างละลายใน solvent
5. titrate ด้วย 0.1 N KOH solution จนสารละลายเปลี่ยนเป็นสีเขียว หรือ เขียวเหลือง
6. ทำ Blank เช่นเดียวกับตัวอย่าง

### วิธีคำนวณ

$$\text{TAN , mg KOH / g} = [ ( A - B ) / N \times 56.1 ] / W$$

A = ml ของ KOH ที่ใช้ titrate ตัวอย่าง

B = ml ของ KOH ที่ใช้ titrate Blank

N = normality ของ KOH solution

W = น้ำหนักของตัวอย่าง

### **Detection of copper corrosion from petroleum product by the copper strip tamish test ( ASTM D130 )**

#### วัสดุ อุปกรณ์

1. Test tube ขนาด 25 × 150 มม.
2. bath ที่ควบคุมอุณหภูมิได้ที่ 100°ซ
3. แผ่นทองแดง ( Copper strip ) ขนาด 12.5 × 75 มม.หนา 1.5-3.0 มม.
4. กระดาษทราย ( Polishing materials )
5. Isooctane
6. ASTM Copper strip corrosion standard

#### วิธีทำ

1. ตวงตัวอย่าง 30 มล. ลงในหลอด test tube
2. ขัดแผ่นทองแดง ( copper strip ) ทั้ง 6 ด้าน ด้วยกระดาษทรายและขัดฝุ่นให้สะอาด
3. ใช้คีมทำด้วยโลหะสแตนเลส หยิบแผ่นทองแดงลงใน tube ทันทีหลังจากขัดเสร็จภายใน 1 นาที
4. ปิดจุกแล้วนำ tube ไปแช่ใน bath ที่ 100°ซ เป็นเวลา 3 ชม.
5. หยิบแผ่นทองแดงออกแล้วล้างด้วย isooctane ทำให้แห้งด้วยกระดาษกรอง



6. ตรวจสอบการกัดกร่อนด้วยการเปรียบเทียบกับมาตรฐาน ASTM Copper strip corrosion standard

copper strip classification ตาม ตารางที่ 6

### 3. ผลการวิเคราะห์

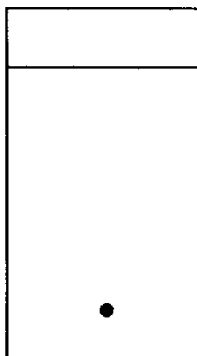
3.1 ผลการตรวจสอบเบื้องต้นพบว่าตัวอย่างละลายได้ดีในสารละลายอินทรีย์ และไม่ละลายน้ำ ตัวอย่างสามารถเผาไหม้ได้หมด ได้เปลวไฟสีเหลือง มีเขม่าเหลือเล็กน้อย แสดงว่าตัวอย่างเป็นสารอินทรีย์ (Ref 2 )

ผลการทดสอบทางเคมี ตัวอย่างมีปริมาณสารไม่ระเหยร้อยละ 93 ส่วนที่ระเหยได้ (จุดเดือด 70-140°ซ) ประมาณร้อยละ 7 ปริมาณแก๊วร้อยละ 0.02 จุดเริ่มกลั่นที่อุณหภูมิ 70°ซ ผลการวิเคราะห์ตาม (ตารางที่ 1 )

3.2 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่าง (ที่ได้รับ) ด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ได้ IR-spectrum ตาม (รูปที่ 1 ) มีรูปร่างคล้าย IR-spectrum ของโพลีไอโซบิวทีลีน ตามหนังสือ IR-spectra of polymer : Hummel V.1 No.423 (รูปที่ 2 ) มีย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญ ตาม (ตารางที่ 2 ) แต่ Spectrum ทั้ง 2 มีข้อแตกต่างกันตรงย่านการดูดกลืนแสงที่ 1389, 1370, 1235  $\text{cm}^{-1}$  สันนิษฐานว่าย่านการดูดกลืนแสงของ โพลีไอโซบิวทีลีน และย่านการดูดกลืนแสงที่ 1389 และ 1370  $\text{cm}^{-1}$  ไม่แยกเป็น double band เหมือน โพลีไอโซบิวทีลีน

3.3 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างส่วนที่กลั่นได้ช่วง 70-140°ซ (เป็นส่วนระเหยได้ที่พบว่ามีอยู่ประมาณ 7%) ด้วยเครื่องอินฟราเรด สเปคโตรโฟโตมิเตอร์ ได้ IR-spectrum ตาม (รูปที่ 3 ) มีรูปร่างเหมือน aliphatic hydrocarbon ตามหนังสือ Atlas of polymer V.3 No.6600 (รูปที่ 4) มีย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญตาม (ตารางที่ 3)

3.4 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างโดยวิธีทีนเลเยอร์โครมาโตกราฟี (Thin layer chromatography) ได้โครมาโตแกรม (chromatogram) แยกเป็น 2 spot (รูปที่ 5) แสดงว่าตัวอย่างประกอบด้วยสารอย่างน้อย 2 ตัว



รูปที่ 5 TLC chromatogram ของตัวอย่างสารเติมแต่งน้ำมันหล่อลื่น

- 3.5 ตัวอย่างวิเคราะห์ด้วยคอลัมน์ โครมาโตกราฟฟี พบว่าสารที่แยกได้ส่วนใหญ่อยู่ในสารละลายปิโตรเลียมอีเทอร์ ประมาณร้อยละ 86 ส่วนสารละลายอื่นแยกได้น้อยมาก เมื่อนำส่วนที่แยกได้ในชั้นของปิโตรเลียมอีเทอร์ มาวิเคราะห์ต่อด้วยเครื่องอินฟราเรด สเปคโตรโฟโตมิเตอร์แล้วได้ IR-spectrum เหมือนรูปที่ 1
- 3.6 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC พบว่าตัวอย่างส่วนที่ไม่ระเหยมี melting point 2 จุด ที่ 285.17 และ 424.18°ซ ตาม(รูปที่ 6) แสดงว่าในส่วนที่ไม่ระเหยประกอบด้วยสาร 2 ตัว
- 3.7 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างส่วนที่ไม่ระเหยด้วยเครื่องแมกเนติก-เรโซแนนซ์สเปคโตรสโคปี  
ได้ NMR-spectrum ตาม(รูปที่7) มี peak ที่ 1.1,1.4 intensity 12,3.6 คล้ายโพลีไอโซบิวทีลีน ตาม NMR sadtler polymer D 22 M ตาม (รูปที่8) และมี peak ที่ .87, .99, 1.1, 1.3, 1.4 intensity 4.7, 7.0, 12.0, 2.7, 3.6 คล้ายโพลีบิวทีน ตาม NMR Sadtler polymer D 21 M (รูปที่9) แสดงว่าตัวอย่างส่วนที่ไม่ระเหยประกอบด้วยโพลีไอโซบิวทีลีน และโพลีบิวทีนเป็นส่วนใหญ่
- 3.8 ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติทางเคมีเชิงฟิสิกส์ ตาม (ตารางที่ 4)

#### 4. วิจารณ์

เนื่องจากผลการวิเคราะห์ตัวอย่างโดยแยกด้วยคอลัมน์โครมาโตกราฟฟี แล้วได้สารส่วนใหญ่มีลักษณะไม่ระเหยอยู่ในชั้นของปิโตรเลียมอีเทอร์ และมีสาร

ระเหยประมาณร้อยละ 7 ที่สามารถแยกได้โดยการกลั่น จาก IR-spectrum ของ สารระเหยพบว่า เป็น aliphatic hydrocarbon สารที่แยกได้ในชั้นของปิโตรเลียม อีเทอร์มี IR-spectrum คล้ายโพลีไอโซบิวทีลีน แต่ยังมีส่วนที่แตกต่างกันอยู่บ้าง ดังนั้นจึงต้องวิเคราะห์เพิ่มเติมเพื่อยืนยันว่าสารที่แยกได้นั้นเป็นสารผสมของสาร โดหรือ copolymer กับสารโด โดยวิเคราะห์ตัวอย่างส่วนที่ไม่ระเหยด้วยเครื่อง DSC พบว่าประกอบด้วย melting point 2 จุด แสดงว่าน่าจะประกอบด้วยสาร 2 ตัว และผลการวิเคราะห์ต่อไปด้วยเครื่อง NMR พบว่าตัวอย่างประกอบด้วยโพลีไอโซบิวทีลีนและโพลีบิวทีนเป็นส่วนใหญ่

จากการค้นหา IR-spectrum และศึกษาโครงสร้างโมเลกุลของโพลีไอโซบิวทีลีน และโพลีบิวทีน พบว่า IR-spectrum ของตัวอย่างเหมือน standard polybutene mixture (รูปที่10) ตามหนังสือ IR-spectrum of polyaromatic hydrocarbon : Hummel scholl V.15 No. 7140

เมื่อเปรียบเทียบกับ IR-spectrum ของ โพลีบิวทีนมาตรฐาน (รูปที่11) IR-spectrum of polymer : Hummel V. 1 No.428 กับ IR-spectrum ของโพลีไอโซบิวทีลีนมาตรฐาน (รูปที่ 2) พบว่าโพลีบิวทีนมีย่านการดูดกลืนแสงสำคัญที่ ตำแหน่ง  $1379\text{ cm}^{-1}$  เพียง peak เดียว ส่วนโพลีไอโซบิวทีลีนมีย่านการดูดกลืนแสงสำคัญที่  $1389, 1370\text{ cm}^{-1}$  เป็น double band ซึ่งเป็นลักษณะบ่งชี้โครงสร้างโมเลกุลของโพลีไอโซบิวทีลีนที่มี  $\text{CH}_3$  group 2 group เกาะที่อะตอมเดียวกัน (Ref 3 ) ส่วนโพลีบิวทีนจะมีโครงสร้างเป็น symmetric C-H bending band ของ  $\text{CH}_3$  group ดังนั้นจึงทำให้ peak ที่  $1389\text{ cm}^{-1}$  ของตัวอย่างสันไปเนื่องจาก มีสารทั้ง 2 ตัว ปนกันอยู่

จากผลการศึกษาวิเคราะห์ทั้งหมดสรุปได้ว่าตัวอย่างในส่วนที่ไม่ระเหย ประกอบด้วย สารผสมโพลีไอโซบิวทีลีน และโพลีบิวทีน เนื่องจากสารทั้ง 2 ตัว เป็นไอโซเมอร์กัน มีสูตรเหมือนกันแต่ต่างกันที่โครงสร้าง ดังนั้นการใช้เทคนิคการวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือที่มีเทคโนโลยีสูง มาพัฒนาวิธีวิเคราะห์ จะสามารถให้ผลการวิเคราะห์ และยืนยันผลการวิเคราะห์ได้อย่างถูกต้อง

ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติทางเคมีเชิงฟิสิกส์พบว่า ตัวอย่างมีค่า ดัชนีความหนืด และ จุดวาบไฟ ต่ำกว่าเกณฑ์คุณภาพของน้ำมันหล่อลื่นเครื่องยนต์ ตามประกาศกระทรวงพาณิชย์ ตามตารางที่ 5 ทั้งนี้เนื่องจากตัวอย่างมี Aliphatic hydrocarbon ปน ดังนั้นถ้าจะนำไปเพิ่มคุณภาพน้ำมันหล่อลื่นด้านอื่น เช่น เพื่อลดจุดไหลเทของน้ำมัน จะต้องเติมในปริมาณที่ไม่ทำให้ค่าความหนืด และจุดวาบไฟต่ำกว่าเกณฑ์คุณภาพของน้ำมันหล่อลื่นด้วย

## 5. สรุป

- 5.1 ตัวอย่างประกอบด้วย โพลีไอโซบิวทีลีน โพลีบิวทีน และ Aliphatic hydro-carbon  
ตัวอย่างมีคุณสมบัติทางเคมีเชิงฟิสิกส์รายการ ดัชนีความหนืดและจุดวาบไฟ ต่ำกว่าเกณฑ์คุณภาพน้ำมันหล่อลื่นเหลว ตามประกาศกระทรวงพาณิชย์ (ฉบับที่ 2) 2538
- 5.2 ผลการศึกษาวิเคราะห์นี้นำไปใช้ประโยชน์โดย กรมศุลกากรสามารถจัดพิกัดอัตราศุลกากรได้ จากชนิดและองค์ประกอบของตัวอย่าง เช่น ถ้าตัวอย่างประกอบด้วย โพลีไอโซบิวทีลีน ตัวเดียว สามารถจัดเข้าพิกัด 3902.02 อัตราภาษีร้อยละ 40 ถ้าเป็นสารผสมที่เป็น impurity ที่เกิดจากกระบวนการผลิตก็จัดเข้าพิกัด 3902.02 แต่ถ้าเป็นสารผสมที่เติม เพื่อประโยชน์อื่น ก็อาจจัดตามพิกัดที่เหมาะสมต่อไป
- 5.3 วิธีที่ได้จากการศึกษาวิเคราะห์นี้ ได้ใช้เป็นแนวทางในการวิเคราะห์ทดสอบสารเติมแต่งน้ำมันหล่อลื่นอื่นๆได้ นอกจากนี้ยังสามารถใช้วิเคราะห์สารอินทรีย์อื่นๆที่มีโครงสร้างลักษณะเดียวกันต่อไปได้

## 6. คำขอบคุณ

ขอขอบคุณท่านรองอธิบดี ทศน์ วัชรรังษี ที่ได้กรุณาให้คำปรึกษาแนะนำในการเขียนรายงานฉบับนี้เป็นอย่างดี และขอขอบคุณ ดร. มาริสา อรัญชัยยะ ที่ได้ให้ความอนุเคราะห์ ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR

## 7. เอกสารอ้างอิง

1. J.George Wills . Lubrication Fundamentals , 1980 Mobil oil corporation. Marcel Decker , Inc . New York and Basel. P. 27-44.
2. Ralph L. Shriner . The systematic identification of organic compounds , 6<sup>th</sup> edition . 1980 by John Wiley & Sons , Inc .
3. Dieter O.Hummel . Infrared Analysis of polymers Resins and Additive , VI , Part 1. Wiley-Interscience
4. American Society for Testing and Materials . Annual book of ASTM Standards, Petroleum products , Lubricants and Fossil Fuel . section 5 . vol 05.01. 1994
5. Chemistry & Technology of Lubricants . Edited by R.M. Mortier & S.T. Orszulik Blackie . USA . and Canada : VCH Publisher , Inc . New York . 1992 P. 39-40
6. Kirk-othmer . Encyclopedia of chemical technology 2nd. ed. vol 14 New York, N.Y : Wiley & Sons . 1991-1993 . P. 39-313
7. Kirk-othmer . Encyclopedia of chemical technology 3rd . ed . vol 4 New York, N.Y : Wiley & Sons . 1991-1993 . P. 370-372
8. Lubrication and Lubricants . Edited by Eric R. Braith waite , Elsevier publishing company 1967 . P. 129-133
9. Mark , Herman F . Encyclopedia of polymer science and engineering . 2nd. ed. vol 8. New York , N.Y. : Interscience Publishers , 1985-1991 . P. 423-445
10. Snell , Foster Dee and Clifford L . Hilton . Encyclopedia of industrial chemical analysis . New York , Interscience Publishers . 1966-1974 . P. 305-308 , 313-319

## 8. ภาคผนวก

ตารางที่ 1 ผลการตรวจสอบเบื้องต้น และการวิเคราะห์ทางเคมี

รายการทดสอบ	ผลการวิเคราะห์
การละลาย	
ตัวทำละลายอินทรีย์	ละลาย
น้ำ	ไม่ละลาย
การเผาไหม้	เผาไหม้ได้หมด
ปริมาณเถ้า ร้อยละ	0.02
ปริมาณสารไม่ระเหย ร้อยละ	93.2
ปริมาณส่วนที่แยกได้ในชั้น	
ปิโตรเลียมอีเทอร์ ประมาณร้อยละ	86
โพลีไอโซบิวทีลีน + โพลีบิวทีน	
ร้อยละ	86
Aliphatic hydrocarbon ร้อยละ	7

ตารางที่ 2 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญของโพลีไอโซบิวทีลีน

Frequency ( $\text{cm}^{-1}$ )	Assignment
2958	CH stretching
1470	CH bending
1389	symmetric CH bending band ของ $\text{CH}_3$
1389, 1370 ( double band )	$\text{CH}_3$ group 2 group เกาะที่ C อะตอมเดียวกัน

ตารางที่ 3 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญของ Aliphatic hydrocarbon

Frequency ( $\text{cm}^{-1}$ )	Assignment
1470	CH bending
1388	symmetric CH bending band ของ $\text{CH}_3$

ตารางที่ 4 ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติทางเคมีเชิงฟิสิกส์

รายการวิเคราะห์	ผลการวิเคราะห์
ความหนืดคิเนมาติก เซนติสโตกส์ ที่ 100°ฟ	870
ที่ 210°ฟ	33.1
ดัชนีความหนืด	60
จุดไหลเท °ซ	-15
จุดวาบไฟ °ซ	182
การกักความร้อนแผ่นทองแดง ที่อุณหภูมิ 100°ซ 3 ซม.	1a
ปริมาณกำมะถัน ร้อยละ	0.18
ค่าความเป็นกรด (ASTM D974) mg KOH / g	0.42
ปริมาณน้ำ ( ASTM D95 )	เล็กน้อย

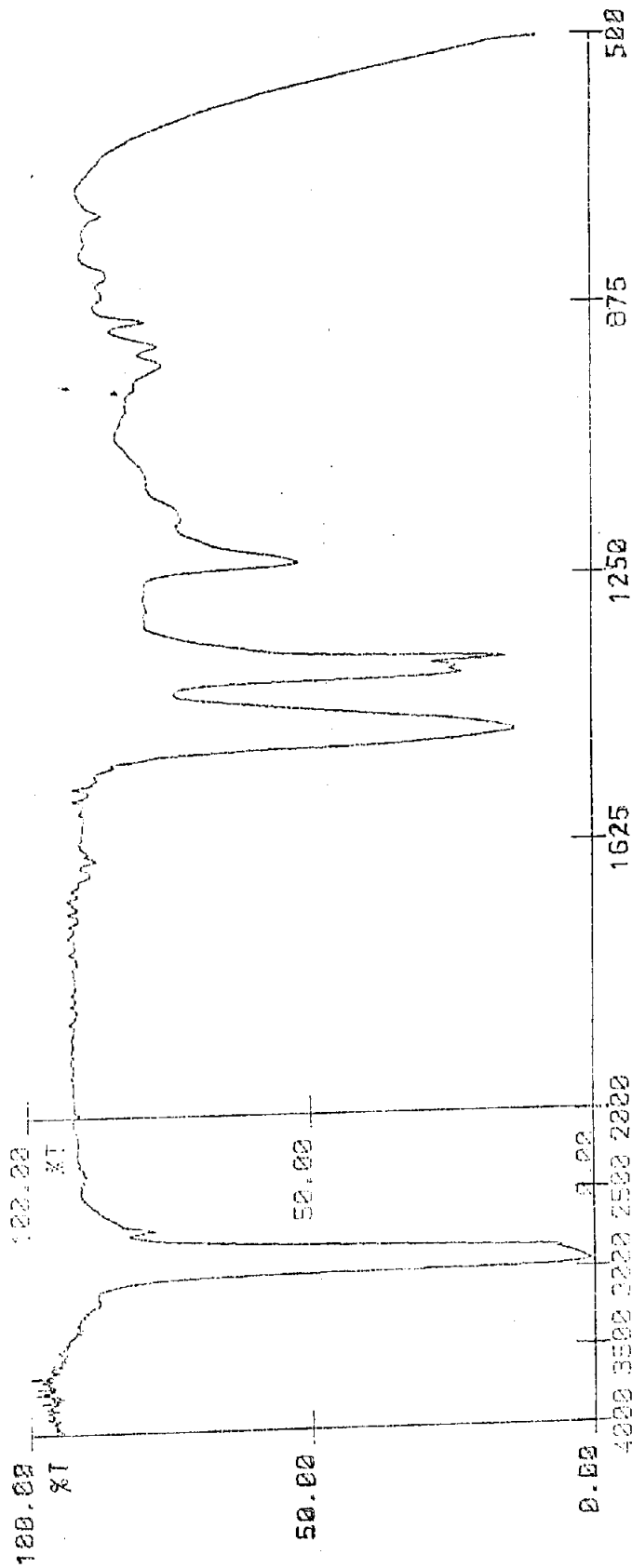
ตารางที่ 5 คุณสมบัติทางเคมีและทางฟิสิกส์ของน้ำมันหล่อลื่นเหลว ตามประกาศกระทรวงพาณิชย์ ฉบับที่ 2 ( พ.ศ. 2538 )

ข้อกำหนด	อัตรา สูงต่ำ	ชนิดความหนืด									วิธีทดสอบ	
		5W	10W	15W	20W	25W	20	30	40	50		60
1. ความหนืด ( VISCOSITY ) 1.1 ทดสอบ ณ อุณหภูมิ . °ซ โดยวิธีโคลแล็งกิงซีมูลเลอร์, เซนต์โฮยส์ ( COLD CRANKING SIMULATOR at . ° C , cP ) 1.2 ทดสอบ ณ อุณหภูมิ 100 °ซ โดยวิธีทีแมติก , เซนต์สโตกส์ ( KINEMATIC at 100 ° C , cSt )	-25 3,500 ไม่สูงกว่า	-20 3,500	-15 3,500	-10 4,500	-5 6,000	-	-	-	-	-	-	ASTM D 2602 หรือ ASTM D 5293
2. ดัชนีความหนืด ( VISCOSITY INDEX )	3.8	4.1	5.6	5.6	9.3	5.6	9.3	12.5	16.3	21.9	26.1	ASTM D 445
3. จุดวาบไฟ ทดสอบโดยวิธีเคลท์แดนส์โอเพ่นคัพ, ซ ( FLASH POINT , CLEVELAND OPEN CUP , ° C )	-	-	-	-	-	-	-	92	92	92	92	ASTM D 2270
4. จุดไหลเท , °ซ ( POUR POINT , ° C )	182	182	199	199	199	199	199	199	204	204	204	ASTM D 92
5. การกัดกร่อนแผ่นทองแดง ณ อุณหภูมิ 100°ซ เป็น เวลา 3 ชั่วโมง ( COPPER STRIP CORROSION at 100 ° C, HOURS )	-	-	-	-	-	-6	-6	-6	-6	-6	-6	ASTM D 97
6. ปริมาณน้ำในน้ำมัน , ร้อยละโดยปริมาตร ( WATER CONTENT by DISTILLATION , % vol )	2 a 0.05	2 a 0.05	2 a 0.05	2 a 0.05	2 a 0.05	2 a 0.05	2 a 0.05	2 a 0.05	2 a 0.05	2 a 0.05	2 a 0.05	ASTM D 130 ASTM D 95



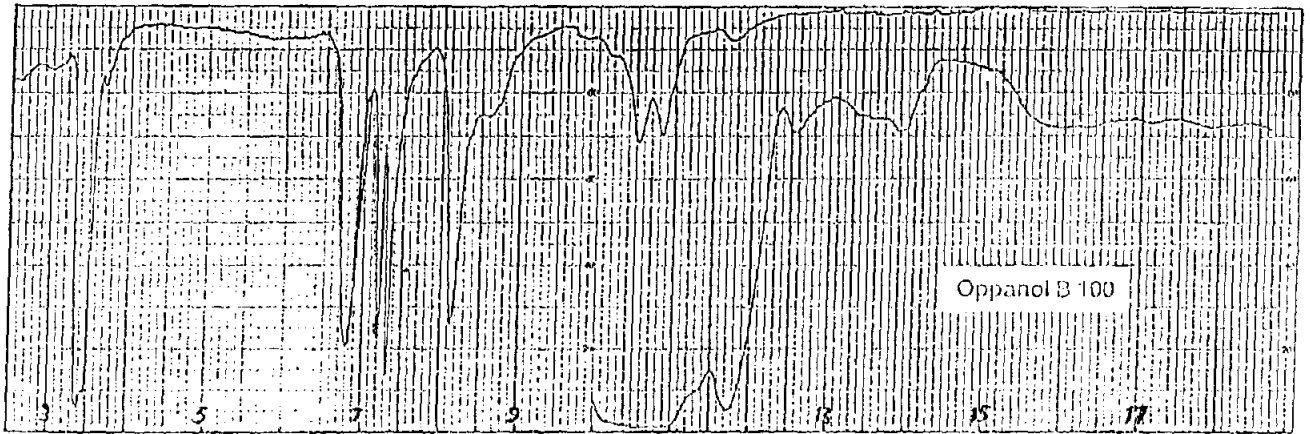
ตารางที่ 6 copper strip classification

Classification	Designation	Description
Freshly polished strip		B
1	slight tarnish	a. Light orange, almost the same freshly polished strip b. Dark orange
2	moderate tarnish	a. Claret red b. Lavender c. Multicolored with lavender blue or silver, or both, overlaid on claret red d. Silvery e. Brassy or gold
3	dark tanish	a. Magenta over cast on brassy strip b. Muticolored with red and green showing ( peacock ), but no gray
4	corrosion	a. Transparent black, dark grey or brown with peacock green barely showing b. Graphite or lusterless black c. Glossy or jet black



รูปที่ 1 IR - Spectrum ของตัวอย่าง

SN ๕๕

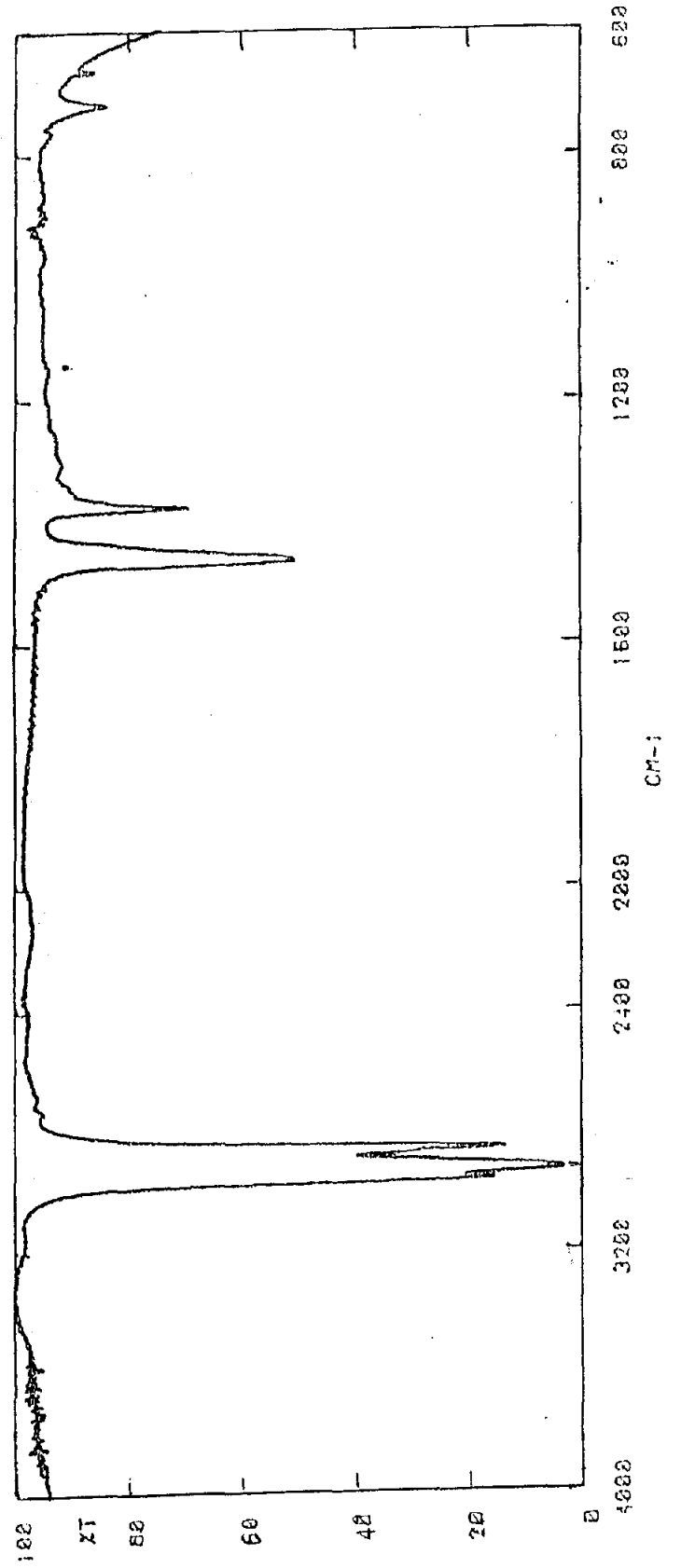


Hersteller: **BASF**  
 Zusammensetzung: **Polyisobutylene**  
 Verwendung: elastisches Polymeres als Zusatz zu Kautschukmischungen, Dielektrikum  
 Präparation: Schicht aus CS<sub>2</sub>-Lösung  
 Dezimalziffer: 4.14

Manufacturer: **BASF**  
 Composition: **polyisobutene**  
 Use: elastic polymer as additive to rubber mixtures, and as dielectric material  
 Preparation: film from CS<sub>2</sub> solution  
 Decimal No.: 4.14

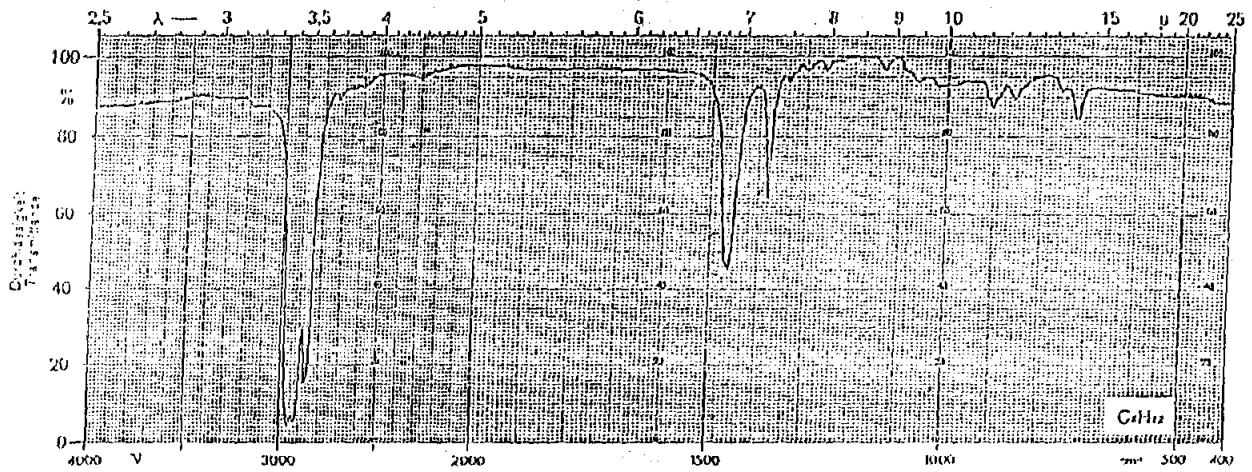
รูปที่ 2 IR - Spectrum ของโพลีไอโซบิวทีลีน

รูปที่ 3 IR - Spectrum ของส่วนที่กัดได้



Lösungsmittel  
1. Kohlenwasserstoffe  
1.1. Aliphatische Kohlenwasserstoffe

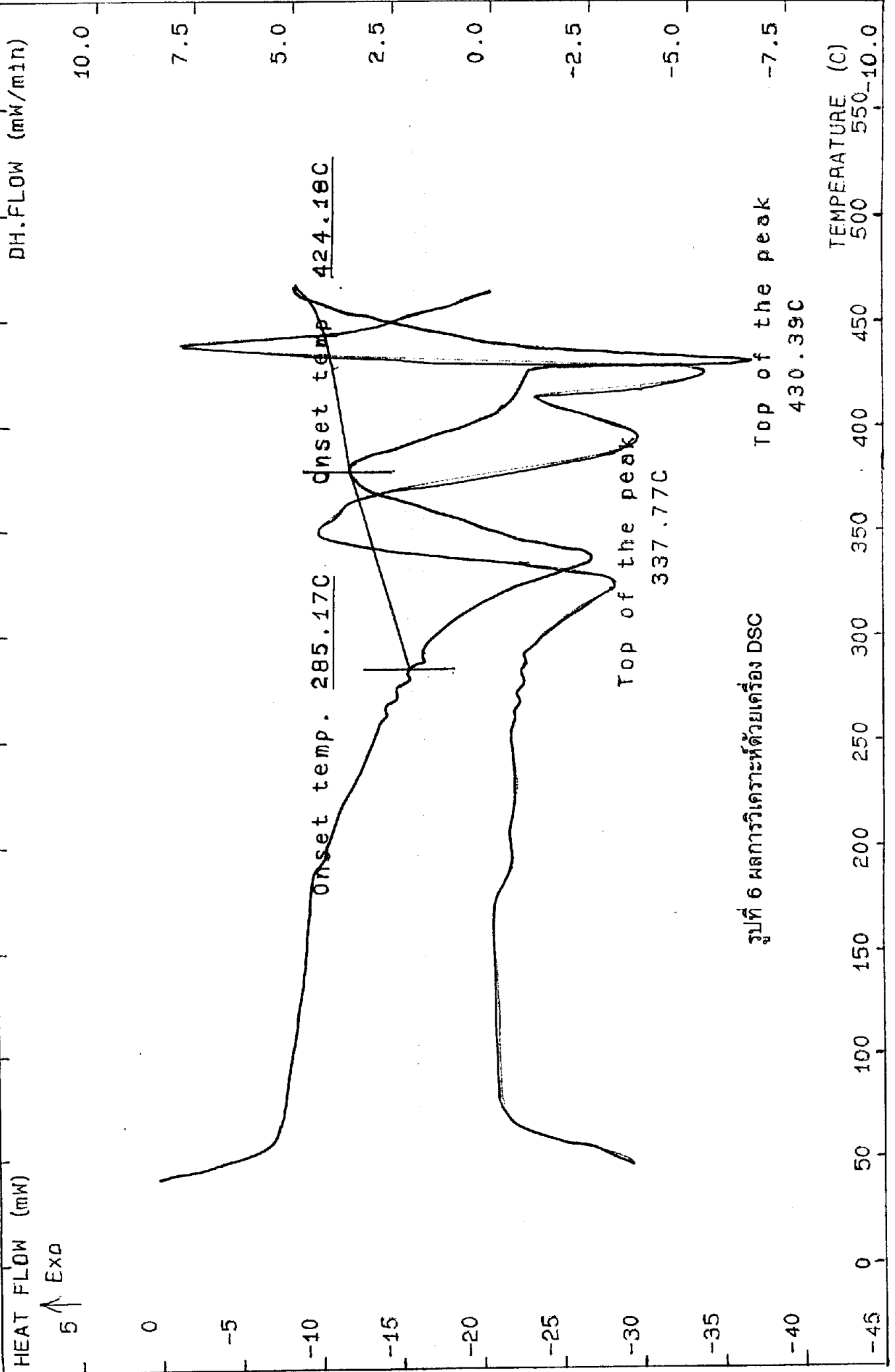
Solvents  
1. Hydrocarbons  
1.1. Aliphatic hydrocarbons



รูปที่ 4 IR - Spectrum ของ Aliphatic hydrocarbon

SETARAM Fig.: Sample: QB 552 Polyisobutene  
DSC92 01-06-93 P: Polyisobutene 40-550C (10c/mn)

Mass: 2.1 mg Ctn: ALU  
Atm: AIR

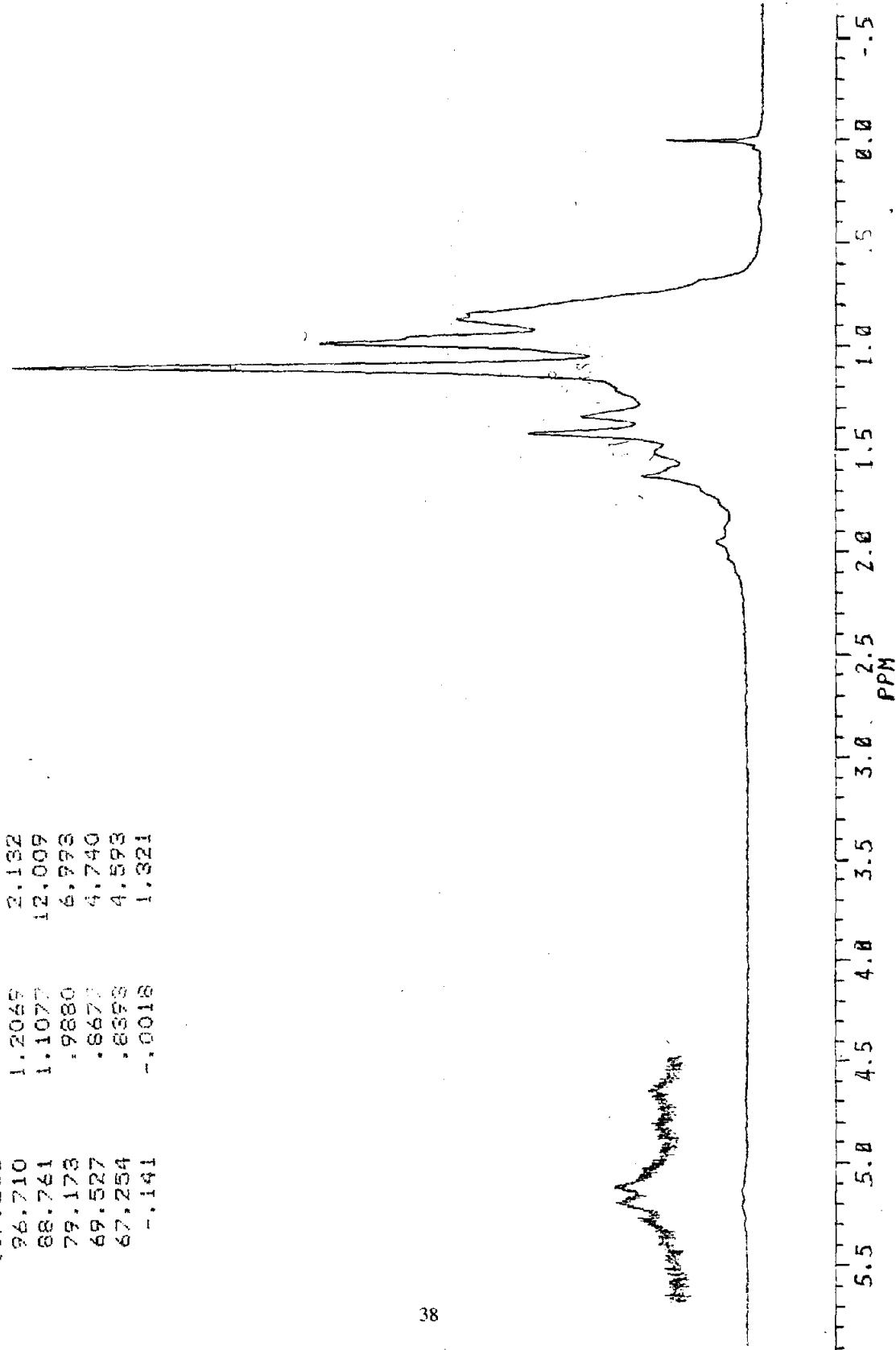


รูปที่ 6 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC



ODCB.005  
 DATE 1-10-92  
 SF 80.131  
 SY 80.1300000  
 Q1 1631.000  
 SI 32768  
 TD 32768  
 SW 1501.502  
 HZ/FT .092  
 FW 4.0  
 RD 0.0  
 AQ 10.912  
 RG 2  
 NS 16  
 TE 297  
 FW 1900  
 OZ -3000.000  
 DF 20L.F0  
 LB 0.0  
 GB 0.0  
 CX 22.00  
 CY 12.00  
 F1 5.900P  
 F2 7.663P  
 HZ/CM 23.923  
 PPM/CM .299  
 SR 1110.25

FREQUENCY	PPM	INTENSITY
130.435	1.6284	1.678
121.412	1.5152	1.467
113.894	1.4218	3.560
107.266	1.3386	2.676
96.710	1.2069	2.182
88.761	1.1077	12.009
79.173	.9880	6.998
69.527	.8677	4.740
67.254	.8393	4.593
-.141	-.0018	1.321



รูปที่ 7 NMR-spectrum ของตัวอย่าง

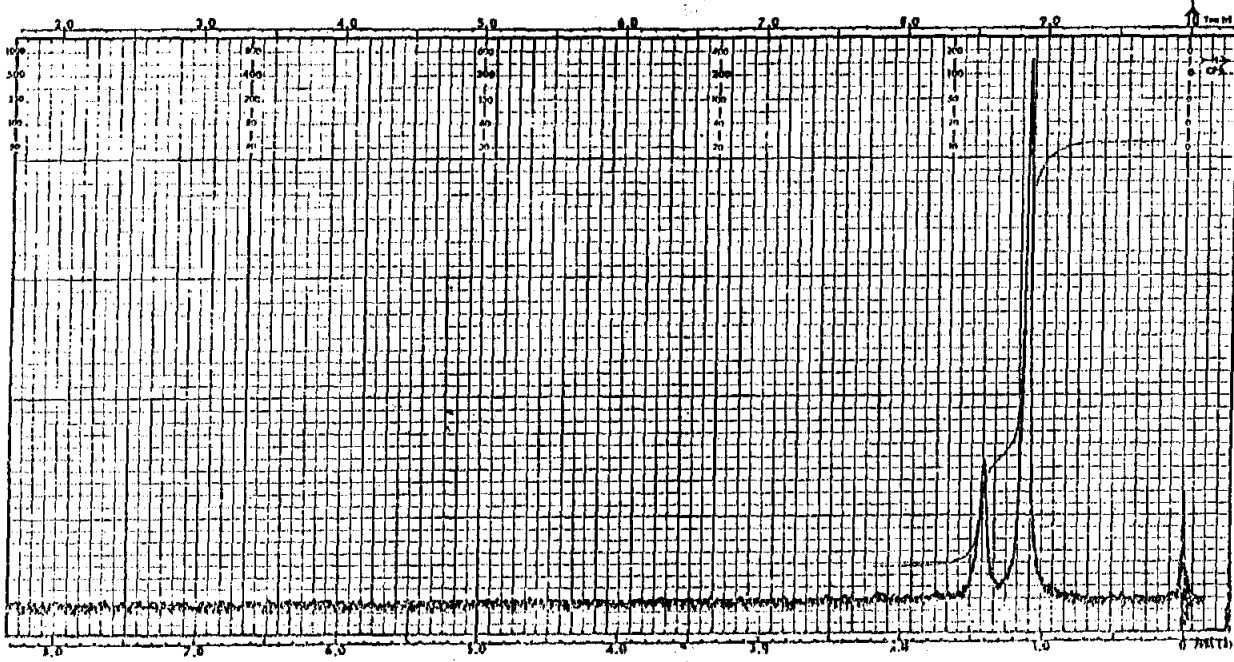
VISTANEX LM-MH

D 4703

POLYISOBUTYLENE

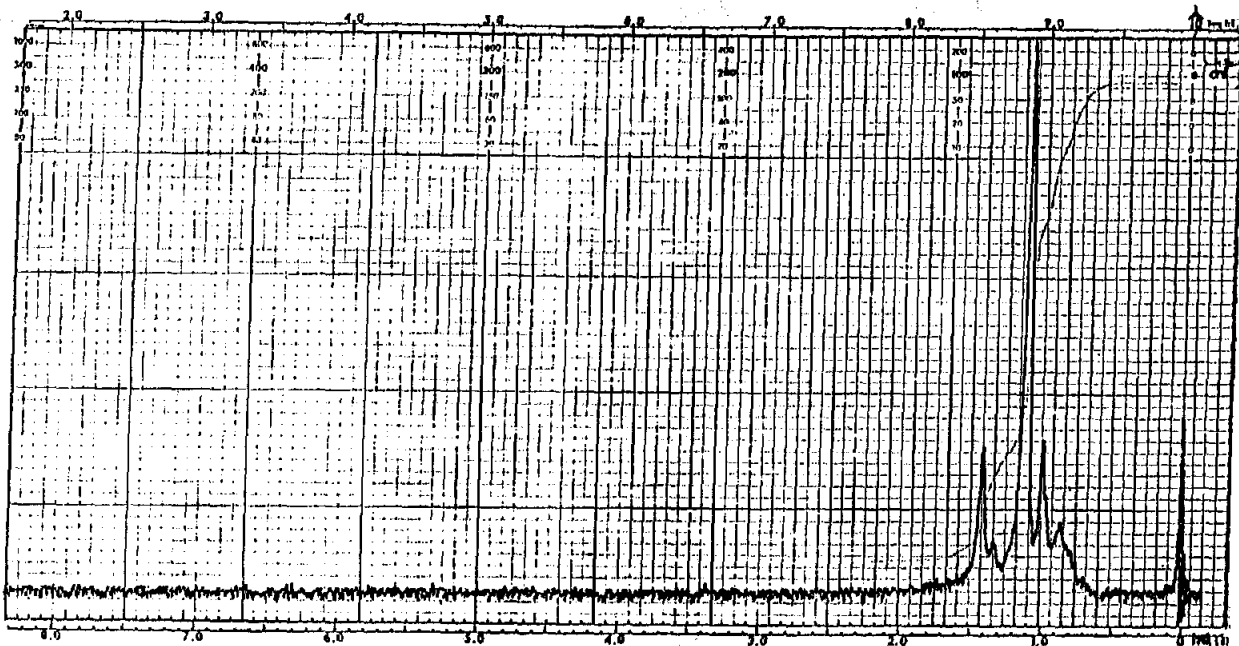
Sp. Gr. 0.92 M. W. 10,000-11,700  
Source: Enjay Chemical Co.

Filter Bandwidth: 4 Hz  
Sweep time: 250 sec  
Sweep width: 500 Hz  
Sweep offset: - Hz  
Spectrum amp: 10  
Integral amp: 80 (spec. amp. 3.2)  
Solvent: CCl<sub>4</sub>



D 22M

รูปที่ 8 NMR-spectrum ของโพลีไอโซบิวทีลีน



D 21M

รูปที่ 9 NMR-spectrum ของโพลีบิวทีน

POLYVIS 10-SH

POLYBUTENE

Sp. Gr. 60/60°F 0.889 M. W. 875  
Flash Point 365°F  
Source: Cosden Oil & Chemical Co.

Sweep time: 250 Hz  
Sweep width: 500 Hz  
Sweep offset: - Hz  
Spectrum amp: 12.5  
Integral amp: 80 (spec. amp. 3.2)  
Solvent: CCl<sub>4</sub>