ข้อมูลข่าวสาร วศ.

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

วศ
กม
อว 2

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

เรื่องที่ 2
การวิเคราะห์องค์ประกอบของโคลทาร์อีนาเมล

ผู้ดำเนินการ
นางวรรณี อู่ไพบูรณ์ นักวิทยาศาสตร์ 5

กลุ่มงานเคมีวิเคราะห์เชิงฟิสิกส์
กองเคมี
กรมวิทยาศาสตร์บริการ
กระทรวงวิทยาศาสตร์เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

เรื่องที่ 2

การวิเคราะห์องค์ประกอบของโคลทาร์อีนาเมล

เลขหมู่ วศ กม 00 2
เลขทะเบียน -9950
วันที่ 14 / พ.ค. / 44

ผู้ดำเนินการ

นางวรรณี อู่ไพบูรณ์ นักวิทยาศาสตร์ 5

ด้วยอภินันทนาการ
จาก
วศ.

กลุ่มงานเคมีวิเคราะห์เชิงฟิสิกส์

กองเคมี

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

โคลทาร์อีนาเมล (coal tar enamel) คือสารที่ใช้เป็นวัสดุเคลือบป้องกันพื้นผิว (protective coating) ส่วนมากใช้เคลือบผิวโลหะเช่น เคลือบท่อ หลังคา ผลิตมาจากโคลทาร์ (coal tar) ซึ่งเป็นของเหลวสีดำที่ได้จากการกลั่นถ่านหิน นำมาผ่านกรรมวิธีการผลิตโดยการเติม filler ลงไป ทำให้อุณหภูมิการใช้งานกว้างขึ้นกว่าที่ใช้โคลทาร์เพียงอย่างเดียว

การวิเคราะห์โคลทาร์อีนาเมลด้วยการแยกส่วนประกอบ ใช้เทคนิคการละลายโดยการสกัดด้วยโทลูอีนจะได้สาร 2 ส่วนคือส่วนที่ละลายในโทลูอีนเป็นของเหลวหนืดและส่วนที่ไม่ละลายในโทลูอีนเป็นของแข็งสีดำนำทั้ง 2 ส่วนมาศึกษาหาองค์ประกอบต่อไป โดยส่วนที่ไม่ละลายนำมาศึกษาหาองค์ประกอบโดยวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ CHN Analyzer และวิธีทางเคมี พบว่าประกอบด้วย คาร์บอนประมาณร้อยละ 18 ไฮโดรเจนประมาณร้อยละ 1 ไนโตรเจนประมาณร้อยละ 0.3 เถ้าประมาณร้อยละ 30 เถ้ามีองค์ประกอบส่วนใหญ่เป็นซิลิกอนไดออกไซด์

ส่วนที่ละลายในโทลูอีนนำมาระเหยให้แห้งแล้วนำมาวิเคราะห์หาองค์ประกอบด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟฟี และวิธีฟูเรียทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมทรี พบว่าประกอบด้วยน้ำมันโคลทาร์ (coal tar oil) และโคลทาร์พีช (coal tar pitch) ในปริมาณร้อยละ 27 และร้อยละ 20 ตามลำดับ

สารบัญ

	หน้า
1. บทนำ	4
1.1 คำนำ	4
1.2 ปัญหาและที่มาของการวิเคราะห์	5
1.3 วัตถุประสงค์	5
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ	5
1.5 ระยะเวลาดำเนินการ	5
2. เครื่องมือ วัสดุ อุปกรณ์	6
3. ผลการวิเคราะห์	12
4. วิจารณ์	14
5. สรุป	15
6. คำขอบคุณ	15
7. เอกสารอ้างอิง	16
8. ภาคผนวก	17
8.1 ตารางที่ 7 ย่านการดูดกลืนแสงสำคัญของน้ำมันโคลทาร์	17
8.2 ตารางที่ 8 ย่านการดูดกลืนแสงสำคัญของโคลทาร์พืช	17
8.3 รูปที่ 1 IR - spectrum ของตัวอย่างที่ไม่ละลายในโทลูอีน	18
8.4 รูปที่ 2 IR - spectrum ของซิลิกา	19
8.5 รูปที่ 3 IR - spectrum ของตัวอย่างที่ละลายในโทลูอีน	20
8.6 รูปที่ 4 IR - spectrum ของโคลทาร์ (mainly aromatic)	21
8.7 รูปที่ 5 IR - spectrum ของโคลทาร์พืช	22
8.8 รูปที่ 6 IR - spectrum ของตัวอย่างส่วนที่ละลายในโทลูอีน fraction ที่ 1	23
8.9 รูปที่ 7 IR - spectrum ของตัวอย่างส่วนที่ละลายในโทลูอีน fraction ที่ 2	24
8.10 รูปที่ 8 IR - spectrum ของตัวอย่างส่วนที่ละลายในโทลูอีน fraction ที่ 3	25

1. บทนำ

1.1 คำนำ

โคลทาร์ (coal tar) เป็นของเหลวที่ได้จากการกลั่นถ่านหิน แต่ละส่วนที่กลั่นได้ (fraction) ส่วนมากจะเป็นของเหลวหนักและประกอบด้วยสารหลายชนิดเช่น light oil, brown oil, paraffin, wax, fluorescent oil และ aromatic hydrocarbon

มีการนำโคลทาร์มาใช้งานอย่างแพร่หลายเนื่องจากมีราคาถูกและมีประโยชน์หลายด้าน ส่วนมากนำมาใช้เป็นสารเคลือบท่อ หลังคา เพื่อป้องกันการซึมของน้ำ มีคุณสมบัติติดแน่นกับโลหะและทนต่อสภาพกรดด่างของดินได้ดี แต่มีข้อเสียคือมีจุดอ่อนตัว (softening point) ต่ำ ทำให้ไหลเยิ้มที่อุณหภูมิสูง และแข็งตัวเปราะแตกง่ายที่อุณหภูมิต่ำ จึงมีการปรับปรุงคุณภาพโคลทาร์ที่ใช้กันในปัจจุบัน โดยการเพิ่มขบวนการผลิตและมีการเติม filler ลงไปเรียกผลิตภัณฑ์นี้ว่า โคลทาร์อีนาเมล (coal tar enamel)

โคลทาร์อีนาเมล ที่ใช้ในการเคลือบพื้นผิวต่างๆ แบ่งตามประเภทการใช้งานได้ 2 ประเภทคือ

1. Hot applied coating ต้องผ่านกรรมวิธีก่อนนำมาใช้
2. Cold applied coating ใช้งานได้เลยที่อุณหภูมิปกติ

Hot applied coating แบ่งตามกรรมวิธีการผลิตได้ 2 ชนิดคือ unplasticized และ plasticized ชนิด plasticized คือชนิดที่การผลิตมีการผ่านขบวนการ coal digestion มีอุณหภูมิการใช้งานกว้างกว่าชนิด unplasticized

<u>วัตถุดิบที่ใช้ในการผลิตโคลทาร์อีนาเมลชนิด Hot applied coating</u>

1. โคลทาร์พีช (coal tar pitch) คือกากที่เหลือจากการกลั่นโคลทาร์ชนิดอุณหภูมิสูง
2. High boiling coal tar distillate (coal tar oil) เป็น fraction ของโคลทาร์ที่มีจุดเดือดสูงๆจะใช้ในการผลิตชนิด semiplasticized หรือ fully plasticized
3. Bituminous coal เป็น filler ชนิดหนึ่ง ใช้ผลิตโคลทาร์อีนาเมลที่มีช่วงอุณหภูมิการใช้งานกว้าง โดยผ่านขบวนการที่เรียกว่า coal digestion คือจะมีการเติมผงถ่านหินลงในน้ำมันโคลทาร์ โคลทาร์พีชอย่างใดอย่างหนึ่งหรือในของผสมของทั้งสองอย่าง เมื่อโดนความร้อนผงถ่านหินจะละลายในสารละลายโคลทาร์ ทำให้เกิดสารแขวนลอยกระจายตัวอยู่ทั่วไป หรือเกิดเป็นเจล ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของค่าเพนิเตรชัน (penetration) และค่าจุดอ่อนตัว (softening point) ได้สูงขึ้นมาก ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขบวนการนี้เมื่อนำไปใช้งานจะทนต่ออุณหภูมิสูงได้ดีและที่อุณหภูมิต่ำก็จะมีความยืดหยุ่นได้ดีไม่เปราะแตกง่าย

4. Mineral filler ช่วยปรับปรุงทำให้เกิดช่องว่างและเพิ่มความยืดหยุ่นในการเคลือบผิว ปกติจะใช้ประมาณร้อยละ 20 - 30 สามารถทำให้จุดอ่อนตัวมีอุณหภูมิเพิ่มขึ้นอีก 3 - 5 องศาเซลเซียส filler ที่ใช้ได้แก่ wood, flour, clay, fly ash, silica, slate flour

Cold applied coating มีวัตถุดิบและขั้นตอนการผลิตเหมือนกับการทำ hot applied coating แต่จะมีตัวทำละลายเพิ่มขึ้นมา

1.2 ปัญหาและที่มาของการวิเคราะห์

เนื่องจากกรมศุลกากรได้ส่งตัวอย่างโคลทาร์อีนาเมล มีลักษณะเป็นของแข็งสีดำเป็นมันวาว มีกลิ่นฉุน ให้กรมวิทยาศาสตร์บริการวิเคราะห์ โดยต้องการทราบองค์ประกอบของตัวอย่าง เพื่อนำข้อมูลไปจัดพิกัดอัตราศุลกากร ดังนั้นจึงจำเป็นต้องศึกษาทดลองหาวิธีวิเคราะห์เพื่อที่จะให้ได้ผลการวิเคราะห์เพื่อสามารถสรุปและยืนยันผลการวิเคราะห์ได้อย่างถูกต้อง

1.3 วัตถุประสงค์

1.3.1 เพื่อหาองค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่างโคลทาร์อีนาเมล

1.3.2 เพื่อเป็นการให้ความร่วมมือกับหน่วยราชการเพื่อนำข้อมูลผลการวิเคราะห์ที่ได้ไปประกอบการพิจารณาจัดพิกัดอัตราศุลกากร

1.3.3 เพื่อให้ได้วิธีวิเคราะห์ทดสอบที่ใช้เป็นแนวทางวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการ

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

1.4.1 ได้วิธีวิเคราะห์ทดสอบ เพื่อหาองค์ประกอบของตัวอย่างโคลทาร์อีนาเมล

1.4.2 เป็นการให้ความร่วมมือกับกรมศุลกากร โดยกรมศุลกากรได้นำข้อมูลผลการวิเคราะห์ที่ได้ประกอบการพิจารณาจัดพิกัดอัตราศุลกากรได้อย่างถูกต้อง

1.5 ระยะเวลาดำเนินการ

มิ.ย. 39 - ม.ค. 40 รวม 7 เดือน

2. เครื่องมือ วัสดุและอุปกรณ์

2.1 เครื่องมือ อุปกรณ์

- เครื่องฟูเรียทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer) บริษัท Bruker รุ่น ISF 28 ประเทศสวิสเซอร์แลนด์
- เครื่องหาองค์ประกอบคาร์บอน ไฮโดรเจน ไนโตรเจน บริษัท LECO รุ่น CHN 1000 ประเทศสหรัฐอเมริกา
- เครื่องสกัดด้วยตัวทำละลาย (Extraction apparatus for determination of sediment ASTM D 473)
- ทิมเบิล (Thimble)
- เครื่องอังไอน้ำ (Water bath)
- ตู้อบ (Oven) ตั้งอุณหภูมิได้ถึง 120 องศาเซลเซียส
- เครื่องชั่ง (Electronic balance) อ่านได้ละเอียด 4 ตำแหน่ง
- บีกเกอร์ (Beaker)
- ขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer flask)
- ขวดแก้วก้นกลม (Round bottom flask)
- คอลัมน์ (Column) ขนาด 25 x 350 มม.
- เตาเผา (Furnace) ตั้งอุณหภูมิได้ถึง 1000 องศาเซลเซียส
- ถ้วยกระเบื้อง (Porcelain crucible)
- ถ้วยทองคำขาว (Platinum crucible)
- แท่นให้ความร้อน (Hot plate)
- เดสิกเคเตอร์ (Desiccator)
- กระดาษกรอง (Whatman) เบอร์ 42 ขนาด 11 ซม.

2.2 สารเคมี

- ซิลิกาเจลขนาด 100 - 230 mesh ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- ปิโตรเลียมอีเทอร์ ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- โทลูอีน ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- ไดคลอโรมีเทน ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- คาร์บอนไดซัลไฟด์ ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck

- คลอโรฟอร์ม ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- อะซีโตน ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- เพนเทน ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- กรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น 37% ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- กรดไฮโดรฟลูออริก เข้มข้น 48% ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- เบนซีน ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- โซเดียมคาร์บอเนตแอนไฮดรัส ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck

2.3 รายละเอียดตัวอย่าง

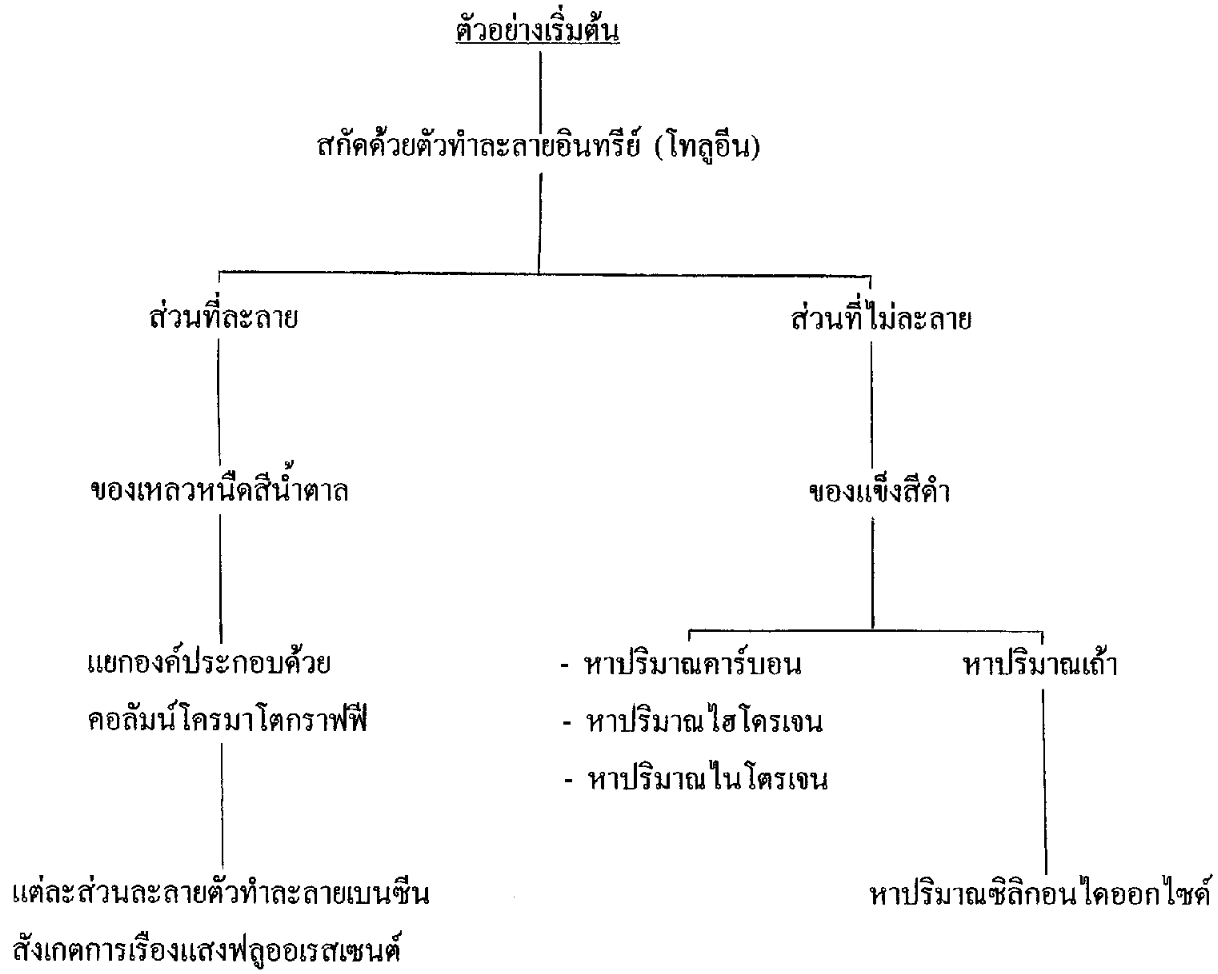
หมายเลขปฏิบัติการ	ชื่อตัวอย่าง	ลักษณะตัวอย่าง
SQ 412	coal tar enamel	ของแข็งสีดำ มันวาว มีกลิ่นฉุน

2.4 วิธีการ

2.4.1 ขั้นตอนการวิเคราะห์

- ศึกษาข้อมูลเกี่ยวกับตัวอย่างจากเอกสารอ้างอิง (1)
- กำหนดขั้นตอนเพื่อศึกษาลักษณะตัวอย่างเช่น การละลาย
- แยกองค์ประกอบของตัวอย่างด้วยการละลาย โดยการสกัดด้วยโทลูอีน ด้วยเครื่องสกัดด้วยตัวทำละลาย แยกเป็นส่วนที่ละลายและไม่ละลายในโทลูอีน
- นำส่วนที่ไม่ละลายในโทลูอีน วิเคราะห์ทดสอบทางเคมีเช่น การวิเคราะห์หาคาร์บอน ไฮโดรเจน ไนโตรเจน ปริมาณเถ้าและปริมาณซิลิกาในเถ้า
- นำส่วนที่ละลายในโทลูอีนแยกหาองค์ประกอบหลักและปริมาณโดยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟฟีและตรวจดูว่าเป็นสารใดด้วยเครื่องฟูเรียทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์
- ตรวจสอบและยืนยันสารที่แยกได้ว่าเป็นโคลทาร์หรือไม่ ด้วยการทดสอบการเรืองแสงฟลูออเรสเซนต์ในตัวทำละลายเบนซีน (2)

- แผนภูมิแสดงการวิเคราะห์ตัวอย่าง



2.4.2 วิธีวิเคราะห์

การตรวจสอบเบื้องต้น

- การละลาย ทดสอบการละลายของตัวอย่างในเพนเทน ปิโตรเลียมอีเทอร์ ไดคลอโรมีเทน คาร์บอนไดซัลไฟด์ คลอโรฟอร์ม โทลูอีน อะซีโตน สังเกตผลการละลาย

การแยกองค์ประกอบของตัวอย่างโดยการสกัดด้วยตัวทำละลาย

วิธีวิเคราะห์

1. อบทิมเบิลที่อุณหภูมิ 115 - 120 องศาเซลเซียส ทิ้งให้เย็นในเดสิกเคเตอร์ชั่งน้ำหนัก

2. ชั่งตัวอย่างประมาณ 2 กรัมใส่ในทิมเบิล
3. นำทิมเบิลใส่ลงในเครื่องสกัด (Extraction apparatus for determination of sediment)
4. สกัดด้วยโทลูอีนประมาณ 100 มล. ให้ความร้อนจนกระทั่งสารละลายที่ออกมาจากทิมเบิลใส ไม่มีสี
5. นำทิมเบิลไปอบที่ 115 - 120 องศาเซลเซียส ทิ้งให้เย็นในเดสิกเคเตอร์ ชั่งน้ำหนัก
6. นำสารละลายที่สกัดได้ไประเหยจนน้ำหนักคงที่
7. สูตรการคำนวณ

   สารที่สกัดได้ (soluble) ร้อยละ = (A / W) x 100

   A = น้ำหนักของสารที่สกัดได้

   W = น้ำหนักตัวอย่าง

   สารที่เหลือจากการสกัด (insoluble) = 100 - สารที่สกัดได้

<u>การวิเคราะห์ทดสอบทางเคมี</u>

<u>การหาปริมาณคาร์บอน ไฮโดรเจน ไนโตรเจน ด้วยเครื่อง CHN Analyzer</u>

<u>วิธีวิเคราะห์</u>

1. เปิดเครื่องทิ้งไว้ประมาณ 0.5 ชม. จนเครื่องอยู่ในสภาวะพร้อมใช้งานเปิดก๊าซออกซิเจนและอากาศ
2. ทำ calibration curve ด้วย standard EDTA เครื่องพล็อตกราฟระหว่างค่าคาร์บอน ไฮโดรเจน ไนโตรเจน ที่วัดได้กับค่าคาร์บอน ไฮโดรเจน ไนโตรเจนจริงของ standard
3. ชั่งตัวอย่างส่วนที่ไม่ละลายในโทลูอีน ประมาณ 0.06 กรัม ลงในถ้วยที่ทำจากแผ่นอลูมิเนียม (aluminium foil) ใส่ลงในเครื่องวิเคราะห์
4. ตัวอย่างจะถูกเผาไหม้ด้วยก๊าซออกซิเจนที่อุณหภูมิ 1050 องศาเซลเซียส เกิดเป็นก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และไอน้ำและถูกจับด้วย IR - Cell detector และคำนวณเป็นปริมาณคาร์บอนและไฮโดรเจนร้อยละโดยน้ำหนัก ไนโตรเจนในตัวอย่างเผาไหม้เป็นก๊าซไนโตรเจนถูกจับด้วย TC - Cell detector คำนวณเป็นปริมาณไนโตรเจนร้อยละโดยน้ำหนัก

ปริมาณเถ้า (Ash)

วิธีวิเคราะห์

1. เผาถ้วยกระเบื้องที่อุณหภูมิ 775 ± 25 องศาเซลเซียสนาน 30 นาที ทำให้เย็นในเดสิกเคเตอร์ แล้วชั่งน้ำหนักถ้วยกระเบื้อง
2 ชั่งตัวอย่างส่วนที่ไม่ละลายในโทลูอีนประมาณ 1 กรัม ลงในถ้วยกระเบื้องที่ชั่งน้ำหนักไว้แล้ว
3. ให้ความร้อนจนกระทั่งติดไฟปล่อยให้ตัวอย่างเผาไหม้จนหมดควัน
4. นำเข้าเตาเผาที่ 775 ± 25 องศาเซลเซียส จนกระทั่งเขม่าดำหายไปหมด
5. นำออกจากเตาเผาทิ้งให้เย็นในเดสิกเคเตอร์ แล้วชั่งน้ำหนัก
6. คำนวณจากสูตร

ปริมาณเถ้าร้อยละ = (w / W) x 100

w = น้ำหนักของปริมาณเถ้า

W = น้ำหนักตัวอย่าง

การวิเคราะห์โดยวิธีคอลัมน์โครมาโตรกราฟฟี

เตรียมคอลัมน์ขนาด 25 x 350 มม. ปลายคอลัมน์บรรจุใยแก้ว (glass wool) บรรจุด้วยซิลิกา-เจลขนาด 70 - 230 mesh ให้สูงประมาณ 15 - 20 ซม. ด้วยตัวทำละลายปิโตรเลียมอีเทอร์ ระวังไม่ให้ระดับของปิโตรเลียมอีเทอร์ต่ำกว่าระดับของซิลิกาเจล ชั่งตัวอย่างส่วนที่ละลายในโทลูอีนประมาณ 0.5 กรัม ใส่ลงในคอลัมน์ ผ่านตัวทำละลายอินทรีย์ตามลำดับความมีขั้ว (polarity) ดังนี้ ปิโตรเลียมอีเทอร์ ไดคลอโรมีเทน คลอโรฟอร์ม อะซีโตน เอทิลแอลกอฮอล์ในอัตรา 1 หยด/วินาที เก็บสารละลายแต่ละส่วนครั้งละประมาณ 10 มล. ด้วยบีกเกอร์ ผ่านตัวทำละลายดังกล่าวทีละตัวจนกระทั่งไม่มีสารแยกออกมากับตัวทำละลาย โดยตรวจสอบจากการระเหยตัวทำละลายออกแล้วไม่พบสารที่แยกได้เหลือตกค้างอยู่ สารที่แยกได้แต่ละตัวทำละลายนำไปประเหย โดยใช้เครื่องอังไอน้ำ ชั่งน้ำหนัก รวมน้ำหนักที่ได้แต่ละ fraction ของตัวทำละลายเดียวกันแล้วคำนวณ

ปริมาณสารที่แยกได้ร้อยละ = (b / W) x 100

b = น้ำหนักสารที่แยกได้เป็นกรัม

W = น้ำหนักตัวอย่างเป็นกรัม

สารที่แยกได้นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์

การหาปริมาณซิลิกา

วิธีวิเคราะห์

- นำตัวอย่างส่วนที่ไม่ละลายในโทลูอีนมาเผาให้เป็นเถ้า
- ชั่งเถ้าของตัวอย่างน้ำหนักประมาณ 0.1- 0.5 กรัม (C) ใส่ในถ้วยทองคำขาว
- เติมโซเดียมคาร์บอเนตแอนไฮดรัส 2 - 3 กรัม ผสมให้เข้ากันเผาที่ 1000 องศาเซลเซียสประมาณ 2 ชั่วโมง
- นำถ้วยทองคำขาวมาใส่บีกเกอร์ขนาด 250 มล. เติมน้ำกลั่นประมาณ 100 มล. ใส่กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 10 มล. ให้ความร้อนตะกอนจะละลายออกมาและระเหยให้แห้ง
- นำมาเติมน้ำ 100 มล. เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 5 มล. ต้มให้เดือดกรองสารละลายที่ได้ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 ล้างตะกอนที่ได้ด้วยน้ำร้อนจนกระทั่งน้ำที่ล้างปราศจากคลอไรด์
- ปล่อยกระดาษกรองให้แห้ง นำมาใส่ถ้วยทองคำขาวเผาด้วยตะเกียงบุนเซนจนหมดควันแล้วจึงนำไปเผาที่ 1000 องศาเซลเซียสจนได้เถ้าสีขาว ทิ้งให้เย็นในเดสิกเคเตอร์ชั่งน้ำหนัก (A)
- นำเถ้าที่ได้เติมกรดไฮโดรฟลูออริกประมาณ 2 มล. นำไประเหยจนแห้ง เผาต่อที่ 1000 องศาเซลเซียส ประมาณ 2 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในเดสิกเคเตอร์ ชั่งน้ำหนัก (B)
- การคำนวณ

    ซิลิกอนไดออกไซด์ ร้อยละ = $[(A - B) / C] \times 100$

    A = น้ำหนักถ้วยทองคำขาวก่อนหยดกรดไฮโดรฟลูออริก

    B = น้ำหนักถ้วยทองคำขาวหลังหยดกรดไฮโดรฟลูออริก

    C = น้ำหนักเถ้า

การทดสอบการเรืองแสงฟลูออเรสเซนต์ในตัวทำละลายเบนซีน

นำแต่ละ fraction ที่แยกได้จากคอลัมน์ ละลายด้วยตัวทำละลายเบนซีน นำไปส่องด้วยแสงฟลูออเรสเซนต์ เมื่อละลายโคลทาร์ในตัวทำละลายเบนซีน จะให้สารละลายสีเหลืองเขียวหรือน้ำตาลที่เรืองแสงฟลูออเรสเซนต์

3. ผลการวิเคราะห์

ตารางที่ 1 การทดสอบการละลายของตัวอย่างในตัวทำละลายต่างๆ

สารละลาย	ผลการทดสอบ
1. เพนเทน	ละลายได้เล็กน้อย
2. ปิโตรเลียมอีเทอร์	ละลายได้เล็กน้อย
3. ไดคลอโรมีเทน	ละลายได้ดีบางส่วน เห็นผงสีดำแขวนลอยอยู่
4. คาร์บอนไดซัลไฟด์	ละลายได้ดีบางส่วน เห็นผงสีดำแขวนลอยอยู่
5. โทลูอีน	ละลายได้ดีบางส่วน เห็นผงสีดำแขวนลอยอยู่
6. คลอโรฟอร์ม	ละลายได้ดีบางส่วน เห็นผงสีดำแขวนลอยอยู่
7. อะซีโตน	ละลายได้ดีบางส่วน เห็นผงสีดำแขวนลอยอยู่

ตารางที่ 2 การแยกองค์ประกอบของสารด้วยการละลายโดยใช้โทลูอีน

ลักษณะของสารที่แยกได้	ลักษณะตัวอย่าง	ปริมาณร้อยละ
1. ส่วนที่ไม่ละลาย	ของแข็งสีดำ IR - spectrum (รูปที่ 1) เหมือน IR - Spectrum ของซิลิกาตาม (3) (รูปที่ 2)	53
2. ส่วนที่ละลาย	ของเหลวหนืดสีน้ำตาล มีกลิ่นฉุน IR - Spectrum (รูปที่ 3)	47

ตารางที่ 3 การวิเคราะห์ส่วนประกอบของส่วนที่ไม่ละลายในโทลูอีน

ผลการวิเคราะห์	ร้อยละ	ร้อยละของตัวอย่าง
คาร์บอน	34	18
ไฮโดรเจน	2	1
ไนโตรเจน	0.6	0.3
เถ้า	57	30

ตารางที่ 4 ผลการวิเคราะห์ปริมาณซิลิกอนไดออกไซด์ในเถ้า

ผลการวิเคราะห์	ร้อยละ	ร้อยละของตัวอย่าง
ซิลิกอนไดออกไซด์	51	15

ตารางที่ 5 แยกองค์ประกอบของส่วนที่ละลายในโทลูอีนโดยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟฟี

ลักษณะตัวอย่าง	ร้อยละ	ร้อยละของตัวอย่าง	IR-spectrum
1. Oil สีเหลือง	20	9.4	IR-spectrum (รูปที่ 6) เหมือนโคลทาร์ตาม (4) No. 3640 (รูปที่ 4) มีย่านการดูดกลืนแสงสำคัญตามตารางที่ 7
2. Oil สีส้ม	37	17.4	IR-spectrum (รูปที่ 7) เหมือนโคลทาร์ตาม (4) No. 3640 (รูปที่ 4) มีย่านการดูดกลืนแสงสำคัญตามตารางที่ 7
3. ของเหลวหนืดสีน้ำตาลเข้ม	42	20	IR-spectrum (รูปที่ 8) เหมือนโคลทาร์พิชตาม (4) No. 3646 (รูปที่ 5) มีย่านการดูดกลืนแสงสำคัญตามตารางที่ 8

ตารางที่ 6 ทดสอบการเรืองแสงฟลูออเรสเซนต์ของแต่ละส่วนที่แยกได้จากตารางที่ 5

ตัวอย่าง	ผลการวิเคราะห์
1 Oil สีเหลือง	เรืองแสงฟลูออเรสเซนต์
2 Oil สีเหลือง	เรืองแสงฟลูออเรสเซนต์
3 ของเหลวหนืดสีน้ำตาลเข้ม	เรืองแสงฟลูออเรสเซนต์

4. วิจารณ์

ตัวอย่างละลายได้บางส่วนในตัวทำละลายอินทรีย์ แต่ส่วนใหญ่ไม่ละลายเป็นของแข็งสีดำ แสดงว่าตัวอย่างประกอบด้วย 2 ส่วน ดังนั้นในการวิเคราะห์เบื้องต้น จึงต้องแยกส่วนประกอบทั้ง 2 ออกจากกัน โดยอาศัยคุณสมบัติของการละลายได้ดีในตัวทำละลายอินทรีย์ แล้วสกัดแยกส่วนที่ละลายได้โดยวิธีสกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ เมื่อแยกทั้ง 2 ส่วนได้แล้ว การใช้เทคนิคการวิเคราะห์ด้วยอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี จะทำให้ทราบว่าแต่ละส่วนเป็นสารประเภทใดบ้าง จากการศึกษาเอกสารทางวิชาการเรื่องโคลทาร์อีนาเมลประกอบ จะทำให้ทราบถึงองค์ประกอบทางทฤษฎีและเป็นแนวทางการวิเคราะห์ต่อไปได้

ผลจาก IR-spectrum ของส่วนที่ไม่ละลาย (รูปที่1) ประมาณร้อยละ 53 เหมือน IR-spectrum ของซิลิกา (รูปที่ 2) ตาม (3) No. Y169 S

ส่วนที่ไม่ละลายนี้นำมาหาองค์ประกอบโดยเทคนิคการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์หาปริมาณคาร์บอนและเทคนิคการวิเคราะห์ทางเคมีพบว่ามีปริมาณคาร์บอนประมาณร้อยละ 34 (คิดเป็นปริมาณในตัวอย่างร้อยละ 18) ไฮโดรเจนประมาณร้อยละ 2 (คิดเป็นปริมาณในตัวอย่างร้อยละ 1) ไนโตรเจนประมาณร้อยละ 0.6 (คิดเป็นปริมาณในตัวอย่างร้อยละ 0.3) เถ้าคิดเป็นปริมาณในตัวอย่างร้อยละ 30 และซิลิกาในเถ้าประมาณร้อยละ 51 (คิดเป็นปริมาณในตัวอย่างร้อยละ 15) แสดงว่าองค์ประกอบส่วนใหญ่ประกอบด้วยคาร์บอนและซิลิกา

ส่วนที่ละลายในตัวทำละลายอินทรีย์เป็นของเหลวหนืดสีน้ำตาล กลิ่นฉุนประมาณร้อยละ 47 ผลจาก IR - spectrum (รูปที่ 3) คล้าย IR - spectrum ของโคลทาร์ (mainly aromatic) ตาม (4) No. 3640 (รูปที่ 4) และ IR-spectrum ของโคลทาร์พืช No. 3646 (รูปที่ 5) ดังนั้นจึงต้องนำส่วนนี้ไปแยกด้วยเทคนิคคอลัมน์โครมาโตกราฟฟี ผลการวิเคราะห์แยกได้ 3 ส่วนได้ IR-spectrum ของ

ส่วนที่เป็นน้ำมันสีเหลืองและสีส้มตามรูปที่ 6-7 เหมือนโคลทาร์ (mainly aromatic) ตามรูปที่ 4 ประมาณร้อยละ 57 (คิดเป็นปริมาณในตัวอย่างร้อยละ 27) ส่วนที่เป็นของเหลวหนืดสีน้ำตาล (รูปที่ 8) เหมือนโคลทาร์พิช (ตามรูปที่ 5) ประมาณร้อยละ 42 (คิดเป็นปริมาณในตัวอย่างร้อยละ 20) แสดงว่าองค์ประกอบในส่วนที่ละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ประกอบด้วยน้ำมันโคลทาร์และโคลทาร์พิช

จากการศึกษาเอกสารอ้างอิง (1) กล่าวถึงการผลิตโคลทาร์อีนาเมล จะมีการเติม filler ซึ่งเป็นสารประเภท clay, fly ash, slate flour ซึ่งสารเหล่านี้จะประกอบด้วยซิลิกาเป็นส่วนใหญ่ นอกจากนี้ยังมีการเติมผงถ่านหินในขบวนการ coal digestion เพื่อให้เกิดผลิตภัณฑ์โคลทาร์อีนาเมลที่มีช่วงอุณหภูมิการใช้งานได้กว้างขึ้นการใช้น้ำมันโคลทาร์ผสมกับโคลทาร์พิชในขบวนการ coal digestion จะทำให้ได้ค่าเพนิเตรชัน (penetration) และจุดอ่อนตัว (softening point) ตามต้องการ ดังนั้นการตรวจคาร์บอน ซิลิกา น้ำมันโคลทาร์และโคลทาร์พิชจึงเป็นไปตามทฤษฎีของการผลิตและการเติม filler ในขบวนการผลิตซึ่งเป็นการตรวจสอบยืนยันผลได้ถูกต้องอีกทางหนึ่ง

ผลการตรวจสอบการเรืองแสงฟลูออเรสเซนต์ของส่วนที่ละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ในส่วนที่แยกได้แต่ละ fraction เป็นการยืนยันว่าตัวอย่างมีส่วนประกอบของโคลทาร์ (2)

5. สรุป

1. ตัวอย่างประกอบด้วยน้ำมันโคลทาร์ประมาณร้อยละ 27 โคลทาร์พิชประมาณร้อยละ 20 และ filler มีส่วนประกอบของคาร์บอนประมาณร้อยละ 18 ไฮโดรเจนประมาณร้อยละ 1 ไนโตรเจนประมาณร้อยละ 0.3 ซิลิกาประมาณร้อยละ 15
2. ตัวอย่างจัดเป็นโคลทาร์อีนาเมลชนิด hot applied coating ประเภท plasticized ที่ผ่านขบวนการ coal digestion
3. วิธีที่ได้จากการศึกษาวิเคราะห์สามารถนำไปใช้เป็นแนวทางในการวิเคราะห์ทดสอบตัวอย่างอื่นในห้องปฏิบัติการต่อไป
4. ผลการศึกษาวิเคราะห์นี้นำไปใช้ประโยชน์ได้โดยกรมศุลกากรสามารถจัดพิกัดอัตราศุลกากรได้อย่างถูกต้อง

6. คำขอบคุณ

ขอขอบคุณ คุณสุนี ลาวัณยากุล หัวหน้ากลุ่มงานเคมีวิเคราะห์เชิงฟิสิกส์ที่กรุณาให้คำปรึกษาแนะนำในการเขียนรายงานฉบับนี้เป็นอย่างดี และขอขอบคุณกลุ่มงานเคมีประยุกต์ที่ได้ให้ความอนุเคราะห์ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์

7. เอกสารอ้างอิง

1. Hoiberg, A J. **Bituminous materials : Asphalts, Tars and Pitches**. Vol 3. New York and London : Interscience pubishers, 1966. p. 84-85.
2. Gardner, H A. **Paint testing manual : Physical and Chemical examination paints, vanishes, lacquer and colors**. 13 th ed. USA: Gardner laboratory Inc., 1972 . p. 461-470.
3. **The Sadtler Standard Spectra : Inorganic.** Philadelphia : Sadtler Research Laboratories Inc, 1965. Y169 S.
4. Hummel, D O. **Atlas of Polymer and Plastics Analysis.** Vol 2. Germany. 1984. p. 597, 599.

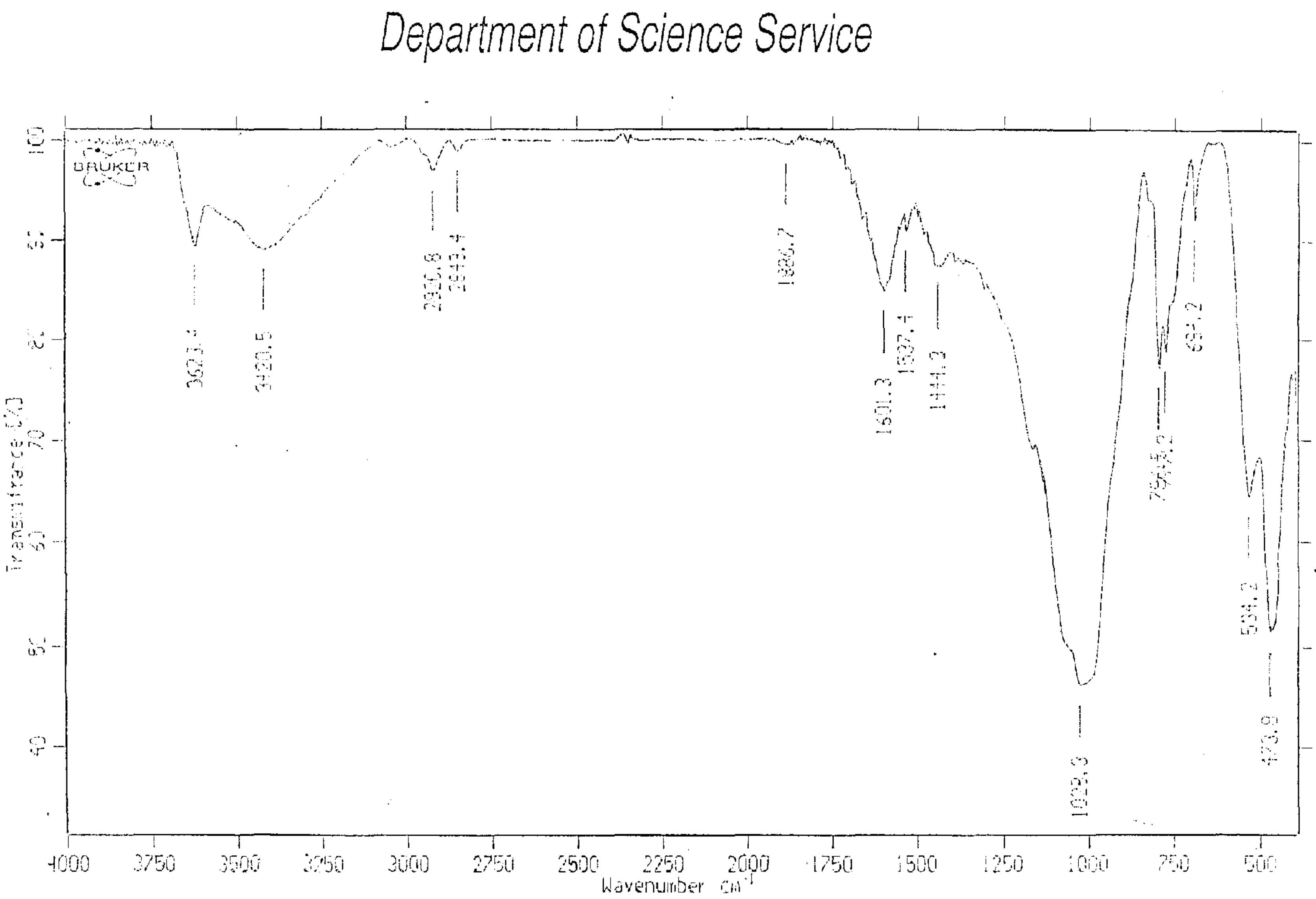
8. ภาคผนวก

ตารางที่ 7 ย่านการดูดกลืนแสงสำคัญของน้ำมันโคลทาร์

Frequency (cm^{-1})	Assignment
3041	C - H streching
1598, 1454	ring C = C streching
1182	ring H-rocking
842, 776, 746, 710	ring substitution bonds

ตารางที่ 8 ย่านการดูดกลืนแสงสำคัญของโคลทาร์พืช

Frequency (cm^{-1})	Assignment
3050	= C - H streching
2921	C - H streching
1602, 1441	ring C = C streching
1441	C - H bonding
1263	ring H - rocking
840, 748	ring substitution bonds



<u>รูปที่ 1.</u> IR - spectrum ของตัวอย่างส่วนที่ไม่ละลายในโทลูอีน

SADTLER Research Laboratories, Inc.

© 1965

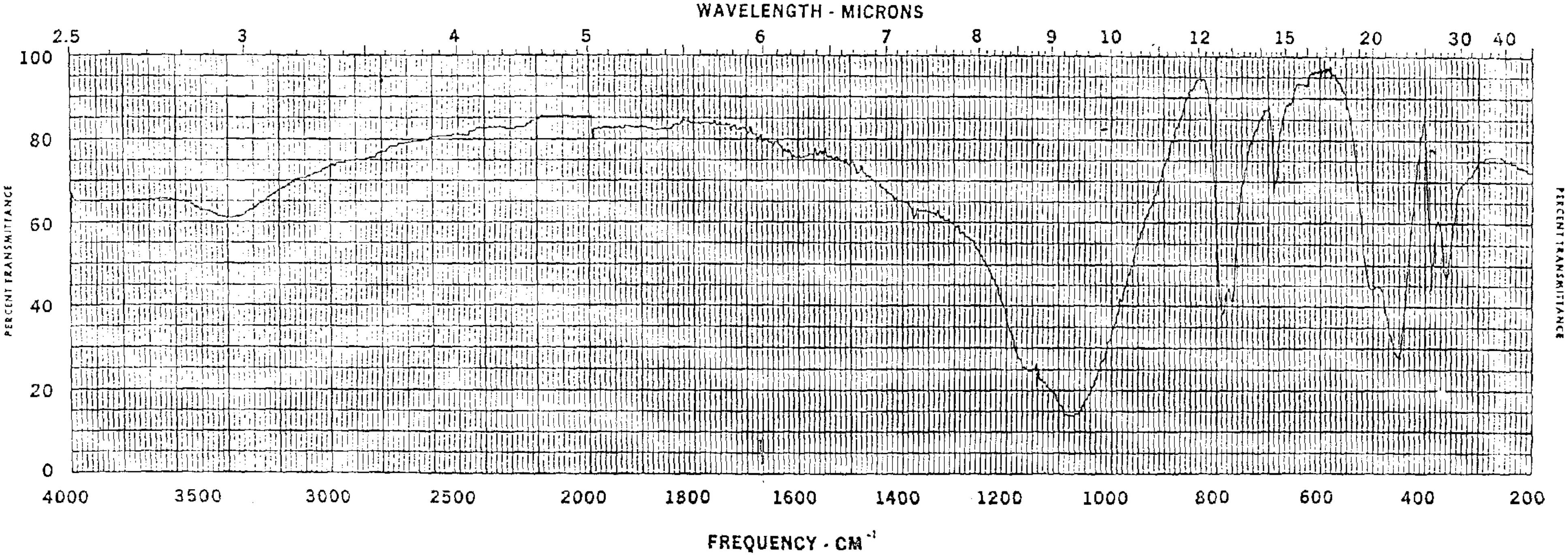
HIGH RESOLUTION INORGANICS

Y 169 S

SILICA

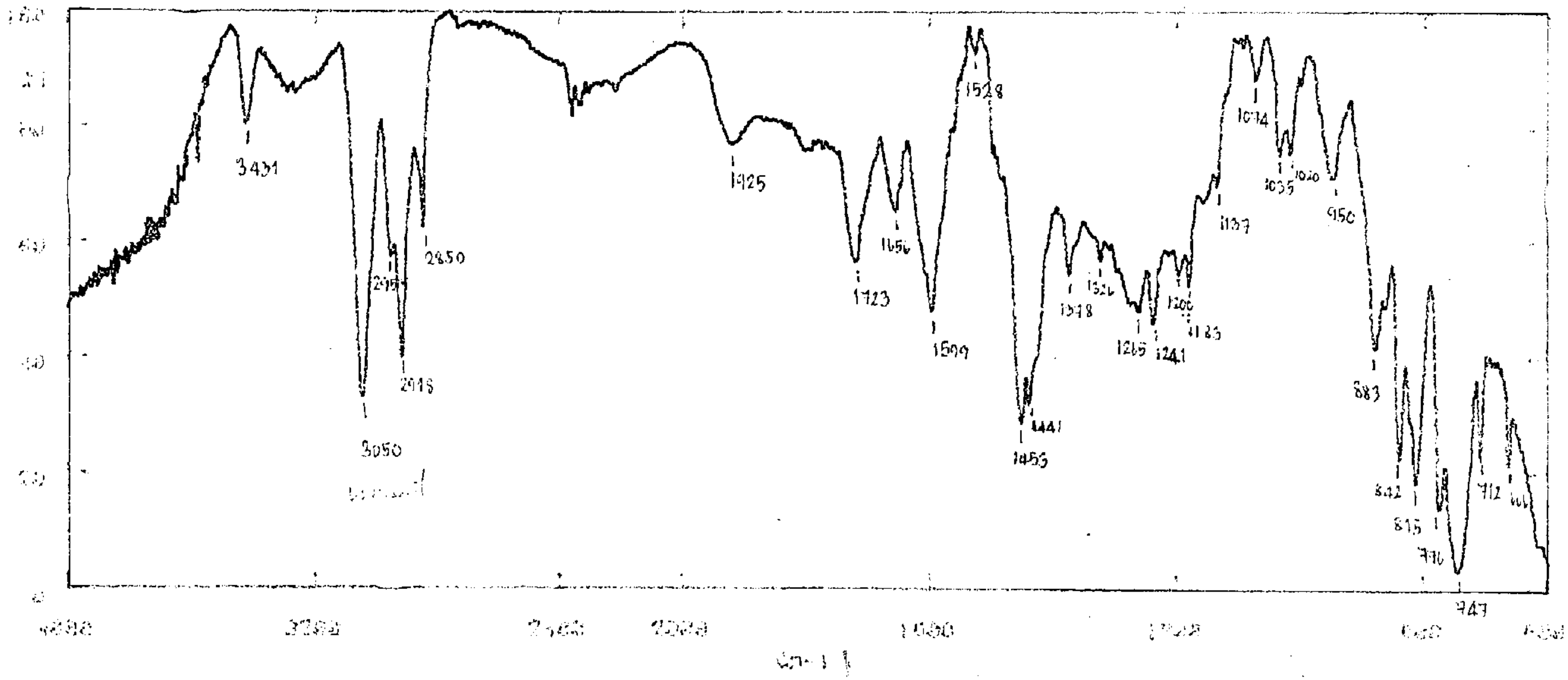
Mol. Form.	O_2Si
Mol. Wt.	60.09
Source:	The Matheson Co., Inc., Cincinnati, Ohio
Method:	KBr Wafer

SiO_2



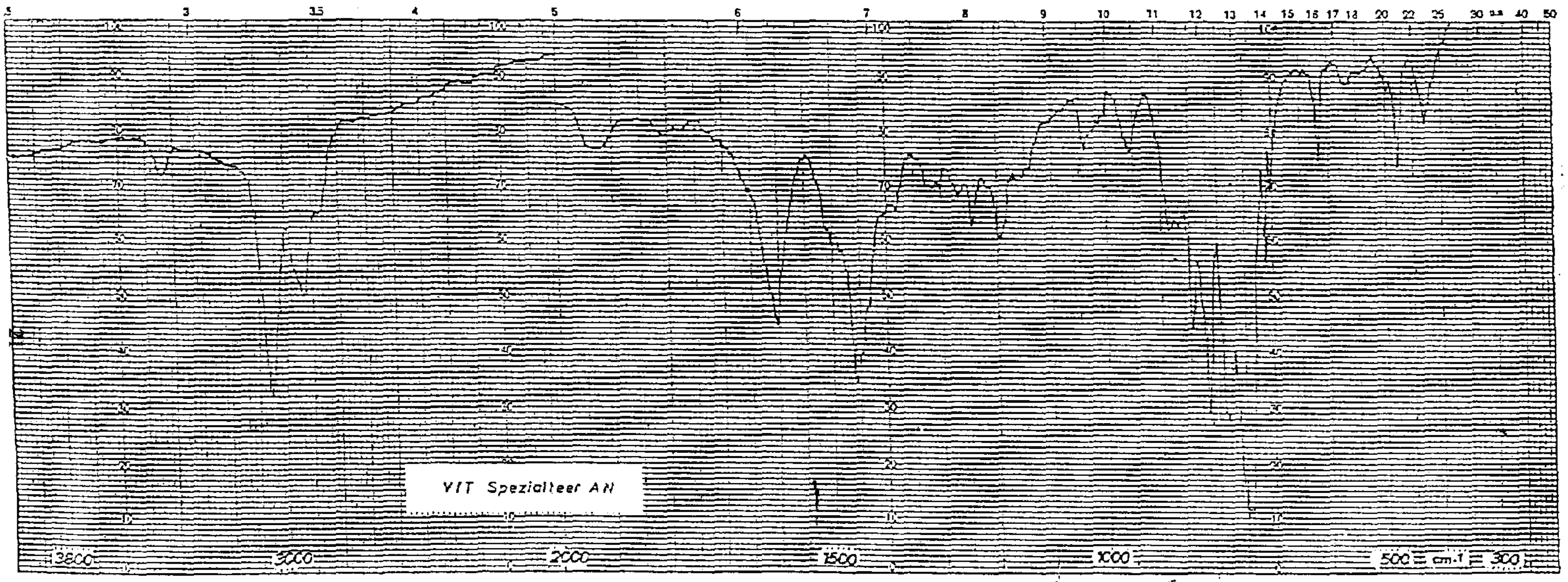
© SADTLER RESEARCH LABORATORIES INC
PHILADELPHIA, PA. 19104. U.S.A

รูปที่ 2. IR - spectrum ของซิลิกา



รูปที่ 3. IR - spectrum ของตัวอย่างส่วนที่ละลายในโทลูอีน

1741 3640



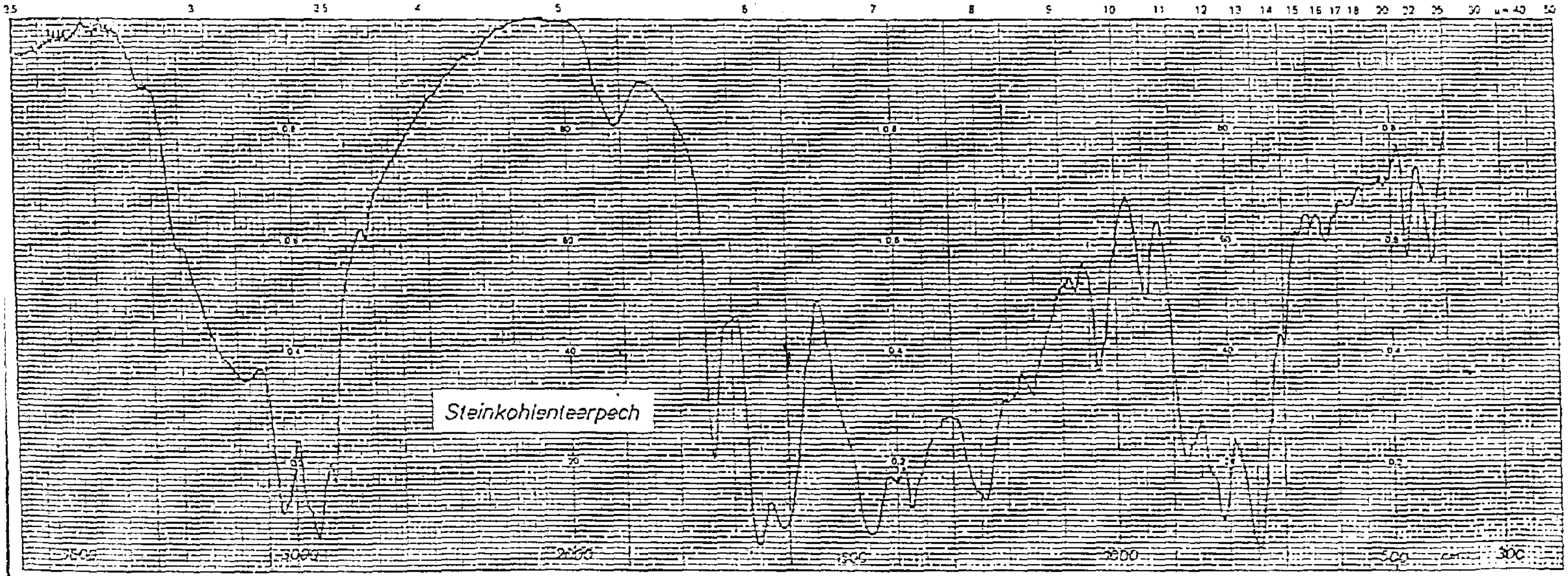
597

(1) VIT Spezialteer AN
(3) Steinkohlenteer (überwiegend aromatisch)
(4) braunschwarze, stark riechende Flüssigkeit
(5) Rohstoff
(6) Schicht zwischen CsI, Ordinate gedehnt

(2) Rütgerswerke AG, Duisburg-Meiderich
(3) coal tar (mainly aromatic)
(4) brownish-black liquid with a powerful odor
(5) raw material
(6) film between CsI, ordinate expanded

รูปที่ 4. IR - spectrum ของ Coal tar (Mainly aromatic)

1753 3646



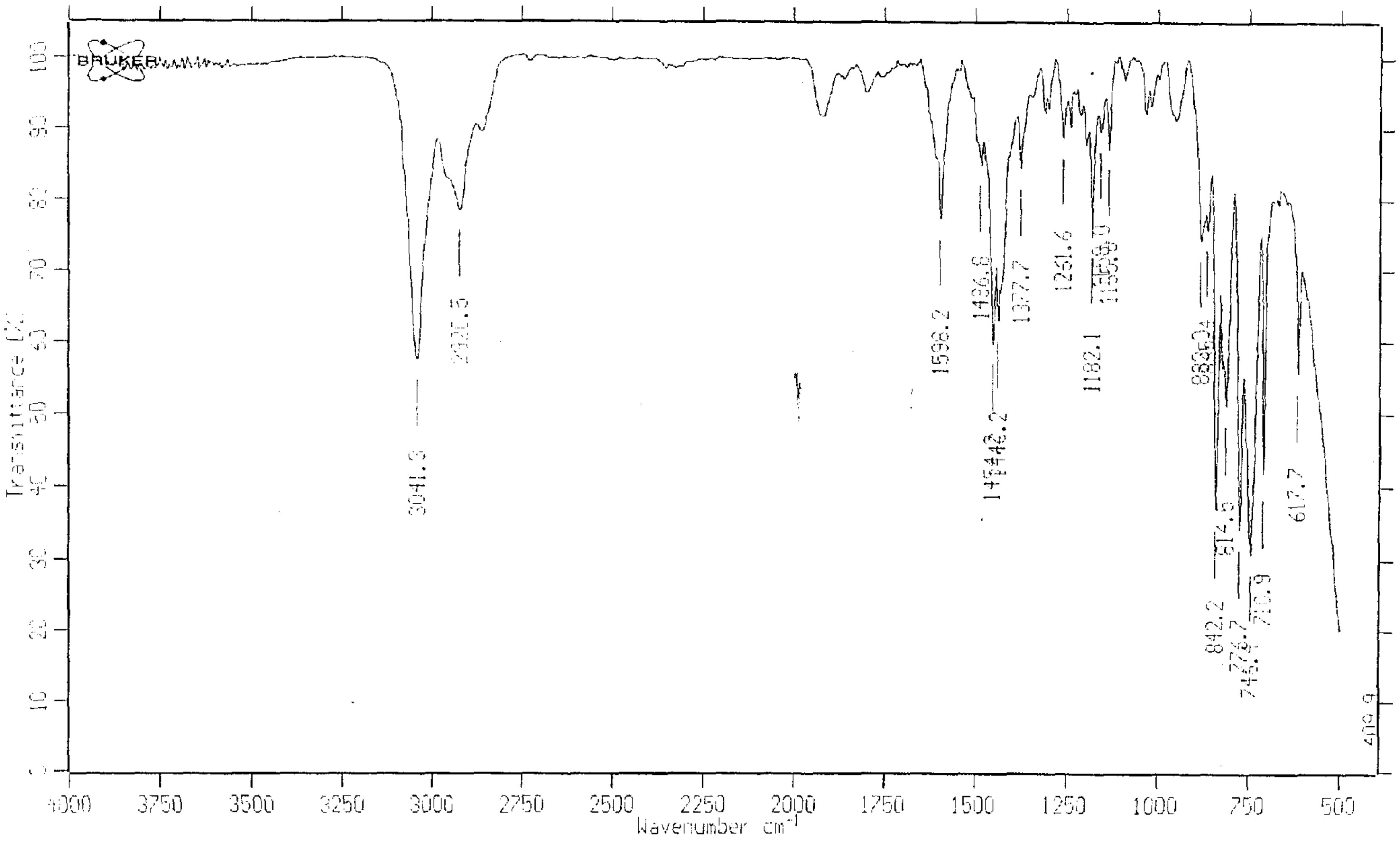
599

(1) Steinkohlenteerpech
(2) Laborpräparat IPC Köln, aus Eßkohle 170 (Ruhrkohle, Essen)
(3) Gemisch aromatisch-aliphatischer Körper
(4) schwarzbraunes Pech
(6) Kohle über offener Flamme pyrolysiert (Tiegel/Uhrglas), Pyrolysat mit CLF abgelöst, mit Na_2SO_4 getrocknet, Schicht auf KBr
(7) PE 580 B, ABEX 2.17

(1) coal tar pitch
(2) laboratory preparation IPC Köln, from steam coal 170 (Ruhrkohle, Essen)
(3) mixture of aliphatic and aromatic bodies
(4) black-brown pitch
(6) coal pyrolyzed over a naked flame (crucible and clock glass), pyrolysate dissolved in CLF, dried with Na_2SO_4, film on CsI
(7) PE 580 B, ABEX 2.17

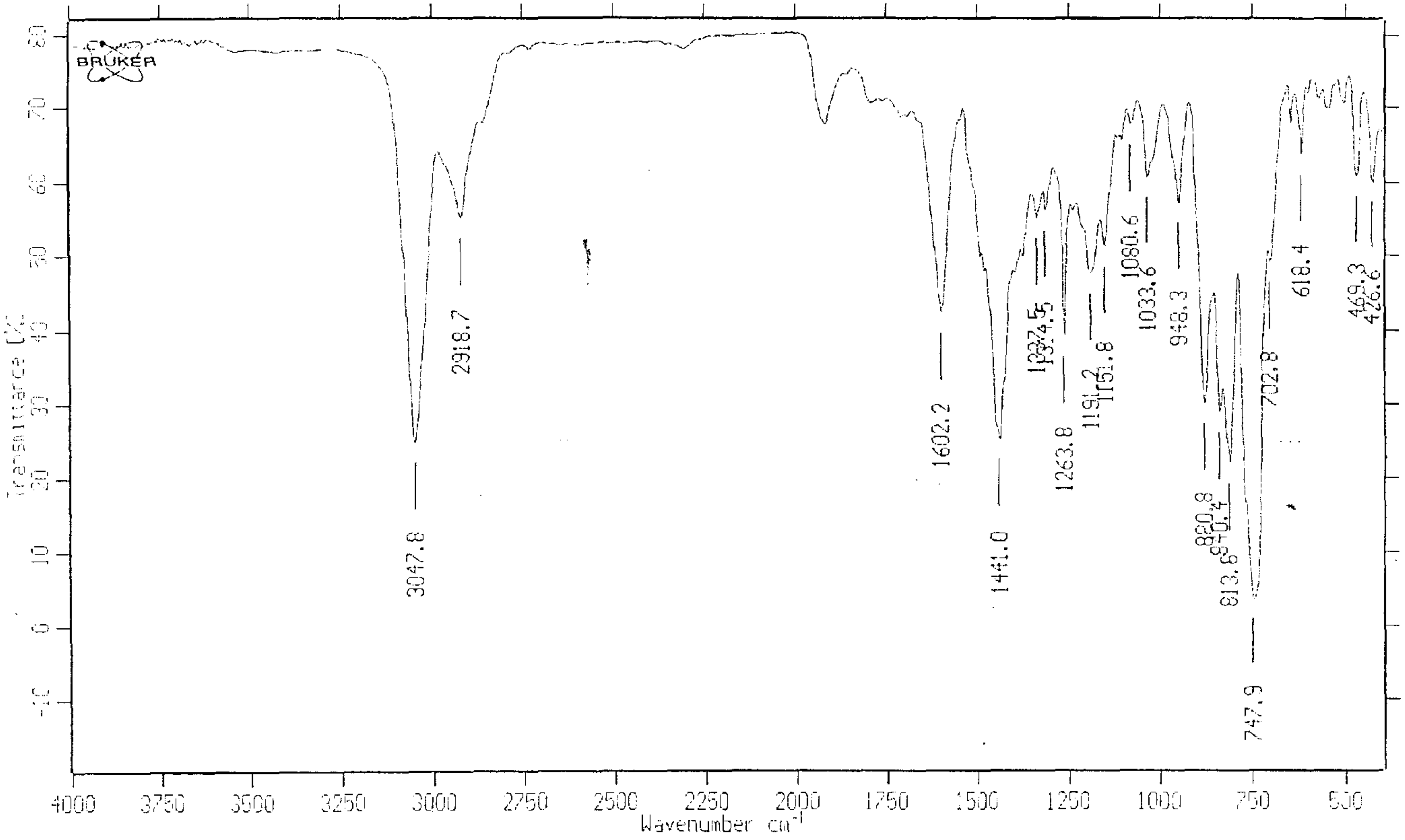
รูปที่ 5. IR - spectrum ของ โคลทาร์ พิช

Department of Science Service

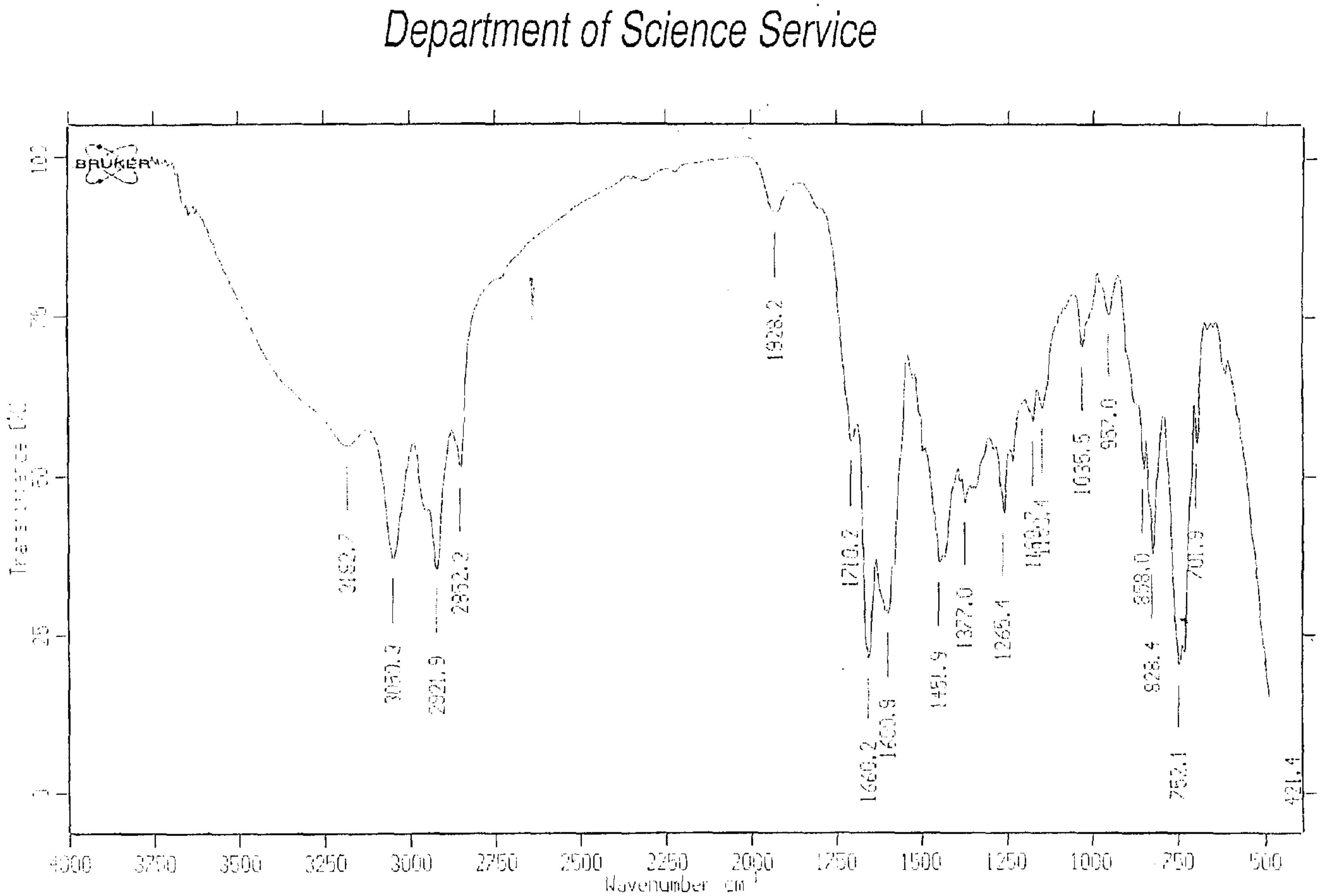


รูปที่ 6 IR - spectrum ของตัวอย่างส่วนที่ละลายในโทลูอีน fraction ที่ 1

Department of Science Service



รูปที่ 7 IR - spectrum ของตัวอย่างส่วนที่ละลายในโทลูอีน fraction ที่ 2



รูปที่ 8 IR - spectrum ของตัวอย่างส่วนที่ละลายในโทลูอีน fraction ที่ 3