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

วศ
กม
อว 9

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง

นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

เรื่องที่ 1

การศึกษาวิธีวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณซีโอไลท์ ในตัวอย่างผงซักฟอก

ผู้ดำเนินการ

นาง สุนี ลาวัณยากุล นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

กลุ่มงานเคมีวิเคราะห์เชิงฟิสิกส์

กองเคมี

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง

นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

เรื่องที่ 1

การศึกษาวิธีวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณซีโอไลท์

ในตัวอย่างผงซักฟอก

ผู้ดำเนินการ

นางสุนี ลาวัณยากุล

นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

เลขหมู่ วฝ
กม
ต29
เลขทะเบียน 9957
วันที่ 14 พ.ค. 44

กลุ่มงานเคมีวิเคราะห์เชิงฟิสิกส์

กองเคมี

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

ด้วยอภินันทนาการ

จาก

วฝ

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

ซีโอไลท์เป็นสารอลูมิเนียมซิลิเกตที่มีน้ำเป็นองค์ประกอบของโซเดียม โปแตสเซียม แมกนีเซียม แคลเซียม สตรอนเทียม และแบเรียม ซีโอไลท์ใช้เป็นองค์ประกอบหนึ่งของผงซักฟอก ซึ่งมีคุณสมบัติใช้เป็นสารลดความกระด้างของน้ำ ที่ใช้กันมาก คือ ซีโอไลท์ A มีสูตร $Na_2O.Al_2O_3.2SiO_2.nH_2O$

การศึกษาพัฒนาวิธีวิเคราะห์ เพื่อหาปริมาณซีโอไลท์ในผงซักฟอกโดยการนำวิธีหาปริมาณ Al โดยวิธี Complexometric titration มาทดลองวิเคราะห์หาปริมาณ Al ในซีโอไลท์ที่เป็นส่วนประกอบของผงซักฟอก แล้วคำนวณเป็นซีโอไลท์ ในการศึกษาทดลองนี้ได้ทำการทดลองรวม 3 วิธีคือ วิธีที่ 1 เติมสารละลายอีดีทีเอให้มากเกินพอแล้วไทเทรตอีดีทีเอที่เหลือด้วยสารละลายมาตราฐานซิงค์ซัลเฟต โดยใช้ไดไทโซนเป็นอินดิเคเตอร์ วิธีที่ 2 ไทเทรตย้อนกลับอีดีทีเอที่เหลือด้วยสารละลายมาตราฐานคอปเปอร์ซัลเฟต โดยใช้แพน (PAN) อินดิเคเตอร์ วิธีที่ 3ไทเทรตย้อนกลับอีดีทีเอที่เหลือด้วยสารละลายมาตราฐานซิงค์อะเซเตทโดยใช้ไซรีนอลออเรนจ์เป็นอินดิเคเตอร์

จากการศึกษาทดลองนี้พบว่าวิธีที่ได้ผลดี ทำได้ 2 วิธี คือวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 โดยวิธีที่ 1ให้ปรับ pH ของสารละลายก่อนไทเทรตให้ได้ประมาณ 4 และวิธีที่ 2ปรับ pH ของสารละลายก่อนไทเทรตให้ได้ประมาณ 4.6 ซึ่งจะทำให้ปฏิกิริยาการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะและอินดิเคเตอร์สมบูรณ์ ทำให้เห็นจุดยุติของปฏิกิริยาได้ชัดเจน การตรวจสอบยืนยันว่า Al ในตัวอย่างเป็นองค์ประกอบของสารซีโอไลท์ทำได้โดยการวิเคราะห์ด้วยเอ็กเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์

สารบัญ

1. บทนำ	4
1.1 คำนำ	4
1.2 ปัญหาและที่มาของการวิเคราะห์	14
1.3 วัตถุประสงค์	15
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ	15
1.5 ระยะเวลาดำเนินการ	15
2. วัสดุ อุปกรณ์ วิธีการ	15
2.1. ขั้นตอนการดำเนินการ	15
2.2. วิธีวิเคราะห์	17
2.3. รายละเอียดการดำเนินการวิเคราะห์	25
2.4. รายละเอียดตัวอย่าง	25
3. ผลการวิเคราะห์	26
4. วิจารณ์	29
5. สรุป	30
6. คำขอบคุณ	31
7. เอกสารอ้างอิง	32
8. ภาคผนวก	33

1. บทนำ

1.1 คำนำ

1.1.1 ซีโอไลท์ (Zeolite)

ซีโอไลท์เป็น Crystalline hydrous aluminium silicate ของโซเดียม โปตัสเซียม แมกนีเซียม แคลเซียม สตรอนเทียม และแบเรียม ลักษณะโครงสร้างของซีโอไลท์ เป็นร่างแห 3 มิติ ประกอบด้วยการเชื่อมโมเลกุล O_2 ของ AlO_4 และ SiO_4 ชนิด tetrahedra มีสูตรโมเลกุล $M_{2/n}O . Al_2O_3 x SiO_2 .yH_2O$ (M เป็น alkali หรือ alkali earth แคทอิออน n เป็นวาเลนซีของแคทอิออน x เป็นจำนวนตัวเลขตั้งแต่ 2 ขึ้นไป y เป็นจำนวนโมเลกุลของน้ำ)

โครงสร้างของซีโอไลท์เป็นแบบเปิดประกอบด้วย channels และ inter-connected void เป็นจำนวนมาก ซึ่งมีแคทอิออนและโมเลกุลของน้ำเกาะเชื่อมอยู่ภายใน แคทอิออนมีความสามารถแลกเปลี่ยนกับแคทอิออนอื่นได้ มีคุณสมบัติเป็น ion exchanger เมื่อโมเลกุลของน้ำผ่านเข้ามาในช่องว่างทำให้อิออนที่มีอยู่ในสารละลายสามารถแลกเปลี่ยน กับอิออนที่มีอยู่ในโครงสร้างได้ คุณสมบัติดังกล่าวนำไปใช้ในขบวนการ water softening และ water treatment ปฏิกริยานี้ซีโอไลท์ A (Sodium aluminium silicate)จะแลกเปลี่ยน Na^+ กับ Ca^{++} ที่มีอยู่ในน้ำกระด้างในขณะที่ปล่อยให้น้ำกระด้างไหลผ่านเม็ดของซีโอไลท์ ดังนั้นน้ำที่ผ่านออกมาจะมีปริมาณ Na^+ เพิ่มขึ้นก็จะลดความกระด้างของน้ำและป้องกันการเกิดตะกรันขึ้น นอกจากนี้โลหะหนักอื่น ๆ เช่น ตะกั่ว ปรอท แคดเมียม ซิลเวอร์อิออน ก็สามารถแลกเปลี่ยนได้เช่นเดียวกัน

ซีโอไลท์มีทั้งที่พบตามธรรมชาติ (Natural หรือ mineral zeolite) และทั้งที่สังเคราะห์ขึ้น (Synthetic zeolite) แต่ละชนิดจะมีโครงสร้างที่แตกต่างกันที่พบตามธรรม-

ชาติมีมากกว่า 35 ชนิด ส่วนซีโอไลท์ที่สังเคราะห์มีถึง 100 ชนิดแต่จะมีบางชนิดที่สามารถใช้ประโยชน์ได้ดี

โครงสร้างของโมเลกุลจะสัมพันธ์กับคุณสมบัติของซีโอไลท์ดังนี้

1. High degree of hydration
2. Low density and large void volume when dehydrated
3. Stability of crystal structure
4. Cation exchange properties
5. Uniform molecular sized
6. Various physical properties
7. Adsorption of gas and vapour
8. Catalytic properties

ซีโอไลท์ธรรมชาติ (Natural zeolite)

ซีโอไลท์ธรรมชาติพบทั้งที่มีอยู่บนผิวโลก และใต้มหาสมุทรจะพบมากในโพรงของหินบาซอลท์ และหินภูเขาไฟ

ซีโอไลท์ที่พบตามธรรมชาติ ได้มีการให้ชื่อของซีโอไลท์ที่ค้นพบตามคุณสมบัติ เช่น โครงสร้างและองค์ประกอบ Stibite เป็นซีโอไลท์ที่พบครั้งแรกโดย Cronstedt ในปี พ. ศ . 2299

ซีโอไลท์ธรรมชาติเดิมนำมาใช้ประโยชน์ในการก่อสร้างในทางอุตสาหกรรมใช้เป็น fillerในอุตสาหกรรมกระดาษ และเมื่อค้นพบคุณสมบัติการเป็น molecular sieve และ ion exchanger จึงใช้เป็น molecular sieve adsorbent ในอุตสาหกรรมแยกก๊าซธรรมชาติ แยกแอมโมเนียในขบวนการกำจัดน้ำเสีย

ซีโอไลท์สังเคราะห์ (Synthetic zeolite)

ซีโอไลท์สังเคราะห์ เป็นซีโอไลท์ที่เตรียมขึ้นจากปฏิกริยาทางเคมี โดยมีการควบคุมสภาวะเพื่อให้เกิดผลึกจำนวนมากขึ้นอย่างสม่ำเสมอได้แก่ Zeolite A Zeolite X Zeolite Y Zeolite L Zeolite F Zeolite M เป็นต้น

สภาวะที่ใช้ในปฏิกริยามีดังนี้

1. สารเริ่มต้นได้แก่ Coprecipitated gel หรือ amorphous solid เช่น silica gel metakaolin , silicic acid

2. สารที่ให้ความเป็นด่างในปฏิกริยาซึ่งอยู่ในรูปของ alkali metal hydroxideหรือด่างแก่อื่นๆ เช่น NaOH LiOH KOH $Ca(OH)_2$ $Ba(OH)_2$ เป็นต้น

3. การควบคุมอุณหภูมิและความดันที่มีสภาวะอิ่มตัวด้วยไอน้ำซึ่งอุณหภูมิที่ใช้ตั้งแต่อุณหภูมิห้องถึง 175 องศาเซลเซียสหรือ 300 องศาเซลเซียส

4. ปฏิกริยาการเตรียม zeolite crystal ดังนี้

$$NaOH\ (aq) + NaAl(OH)_4\ (aq) + Na_2SiO_3\ (aq)$$

$$\Big\downarrow T\,1 = 25\ ^{\circ}C$$

$$[\,Na_a\,(AlO_2)_b\,(SiO_2)_c\,.\,NaOH\,.\,H_2O\,]\ gel$$

$$\Big\downarrow T\,2 = 25 - 175\ ^{\circ}C$$

$$Na_x\,\{\,(AlO_2)_x\,(SiO_2)\,\}_m\,H_2O + Solution$$

(Zeolite crystal)

ประโยชน์ของซีโอไลท์

ซีโอไลท์สังเคราะห์มีประโยชน์และถูกนำมาใช้มากกว่าซีโอไลท์ธรรมชาติ เนื่องจากมีองค์ประกอบที่สม่ำเสมอ มีโครงสร้างแน่นอนและค่อนข้างบริสุทธิ์ มีสารปนเปื้อนเล็กน้อย

ปัจจุบันซีโอไลท์มีประโยชน์และมีบทบาทในทางอุตสาหกรรมหลายด้านดังนี้

1. ใช้เป็นสาร Adsorbent ในการแยกและทำให้บริสุทธิ์ในขบวนการอุตสาหกรรมทางเคมี เช่นใช้ในขบวนการ drying ของ natural gas แยก CO_2 และสารประกอบซัลเฟอร์จากก๊าซธรรมชาติ แยกสารที่ทำให้เกิดมลภาวะ เช่น SO_2 NO_2 Hg แยก O_2 จากอากาศ เป็นต้น

2. ใช้เป็นสาร Catalyst ในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น ใช้เป็น Cracking catalyst ในอุตสาหกรรมน้ำมัน ใช้เป็น Catalyst ในปฏิกริยาการเปลี่ยน methanol เป็น gasoline

3. ใช้เป็น ion exchanger เช่น แยกสาร radioisotope จากกากของเสีย กำจัดแอมโมเนียในน้ำทิ้ง กำจัดสารโลหะหนัก เช่น ตะกั่ว ปรอท ใช้เป็น detergent builder เป็นต้น

ซีโอไลท์แต่ละชนิดจะมีคุณสมบัติเหมาะสมในการนำไปใช้งานได้ต่างกันดังนี้

คุณสมบัติในการใช้งาน	ชนิดของซีโอไลท์
แยกสารRadioisotope Cs++ Sr++	Linde AW - 500
	mordenite
	Clinoptilolite
แยกแอมโมเนียจากกากน้ำเสีย	Linde F Linde W
	Clinoptilolite
Detergent builder	Zeolite A Zeolite X

1.1.2 ผงซักฟอก

ผงซักฟอกเป็นผลิตภัณฑ์ที่ใช้ทำความสะอาดสิ่งต่างๆได้เกือบทุกประเภทลักษณะเป็นผง มีส่วนประกอบหลักคือ สารลดแรงตึงผิว แบ่งเป็น 2 ชนิด คือ ชนิดซักฟอกด้วยมือและชนิดซักฟอกด้วยเครื่องซักผ้า ทั้งสองชนิดมีส่วนผสมของสารเคมีต่างกันเล็กน้อย

องค์ประกอบที่สำคัญมีดังนี้

1.1.2.1 สารลดแรงตึงผิว (Surface active agent)

เป็นสารที่เมื่อละลายน้ำแล้วทำให้แรงตึงผิวของน้ำลดลงช่วยทำให้สิ่งสกปรกเปียกน้ำได้ง่าย สารนี้มีโครงสร้างของโมเลกุลเป็นเส้นยาวที่ปลายข้างหนึ่งชอบน้ำ (hydrophilic) ส่วนปลายอีกข้างหนึ่งชอบไขมัน (hydrophobic) เมื่อละลายผงซักฟอกในน้ำแล้วใส่ผ้าสกปรกลงไป ปลายที่ชอบไขมันของสารลดแรงตึงผิวจะเข้าจับและล้อมรอบไขมันไว้ ส่วนปลายอีกข้างซึ่งชอบน้ำก็จะพยายามไปรวมตัวกับน้ำจึงเกิดแรงดึงทำให้ไขมันพร้อมที่จะหลุดออกจากผ้าได้เมื่อใช้แรงซักหรือแรงเหวี่ยงจากเครื่องซักผ้า สิ่งสกปรกก็จะหลุดง่ายขึ้น

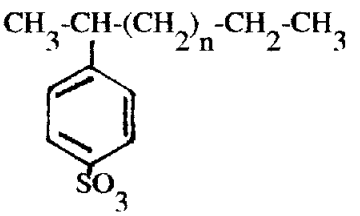
สารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในผงซักฟอกเป็นสารเคมีประเภทแอนอิออนิก (anionic) ที่ไม่มีโครงสร้างเป็นแบบกิ่ง แคทอิออนิก (cationic) หรือ นอนอิออนิก (nonionic) ประเภทใดประเภทหนึ่งหรือส่วนผสมของสารเหล่านี้

- สารเคมีประเภทแอนอิออนิก (Anionic surfactant) เป็นสารที่นิยมใช้กันมาก เนื่องจากมีราคาถูกให้ฟองมากได้แก่

อัลคิลซัลเฟต $CH_3\text{-}CH_2\text{-}(CH_2)_n\text{-}CH_2\text{-}O\text{-}SO^-_3$

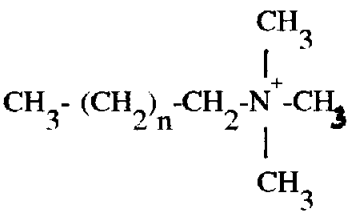
อัลคิลซัลโฟเนต $CH_3\text{-}CH_2\text{-}(CH_2)_n\text{-}CH_2\text{-}SO^-_3$

อัลคิลเบนซีนซัลโฟเนต

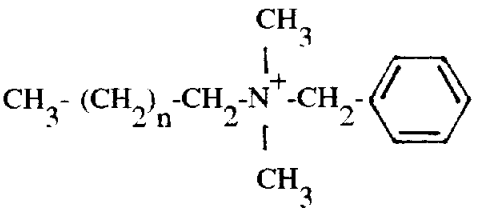


- สารเคมีประเภทแคทอิออนิก (Cationic surfactant) สารประเภทนี้ไม่ค่อยนิยมใช้ในผงซักฟอกมากนัก เนื่องจากทำให้เกิดการแพ้และระคายเคืองได้ง่าย แต่มีคุณสมบัติช่วยให้สีของผ้าคงตัวดีได้แก่

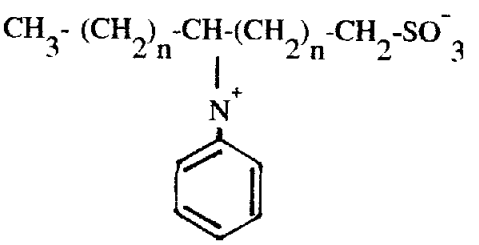
อัลคิลไทรเมทิลแอมโมเนียม



อัลคิลไดเมทิลเบนซีนแอมโมเนียม



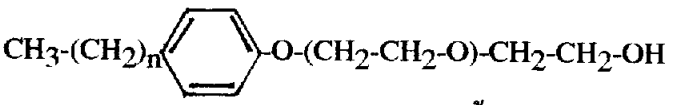
ซัลโฟอัลคิลไพริดิเนียม



- สารเคมีประเภทนอนอิออนิก (Nonionic surfactant) นิยมใช้ในผงซักฟอกด้วยเครื่อง เนื่องจากมีฟองน้อยสามารถใช้ได้ดีกับเส้นใยสังเคราะห์ แต่มีราคาสูงได้แก่

อัลคิลเอทอกซีเลท $CH_3\text{-}(CH_2)_n\text{-}CH_2\text{-}O\text{-}(CH_2\text{-}CH_2\text{-}O)_n\text{-}CH_2\text{-}CH_2\text{-}OH$

อัลคิลฟีนอลเอทอกซีเลท



1.1.2.2 สารลดความกระด้าง (sequestering builder) สารนี้จะช่วยลดความกระด้างของน้ำทำให้สารลดแรงตึงผิวทำหน้าที่ได้อย่างมีประสิทธิภาพได้แก่ โซเดียมไทรโพลีฟอสเฟต กรดไนตริโลไตรอะซิติก (NTA) กรดเอทิลีนไดอะมีนเตตระอะซิติก (EDTA) กรดซิตริกและอนุพันธ์ของกรดซิตริก ซีโอไลท์ เป็นต้น

1.1.2.3 สารรักษาระดับความเป็นด่าง (Alkali builder) สารนี้จะช่วยรักษาระดับความเป็นด่างของน้ำให้คงที่ตลอดช่วงการซักฟอก เนื่องจากผงซักฟอกจะทำงานได้ดีมีประสิทธิภาพในน้ำที่มีระดับเป็นด่างประมาณ 9 -11 เช่น โซเดียมคาร์บอเนต โซเดียมซิลิเกต โซเดียมเซสควิคาร์บอเนต โซเดียมเตตระบอเรต

นอกจากนี้โซเดียมซิลิเกตยังช่วยป้องกันการกัดกร่อนของโลหะที่ใช้เป็นภาชนะในการซักด้วย

1.1.2.4 โซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (CMC) หรือ Sodium cellulose gluonate สารนี้ลักษณะเป็นผงเมื่อละลายน้ำจะมีลักษณะเป็นเจล มีคุณสมบัติทำปฏิกริยากับ metal ion เช่น Alkali earth และโลหะหนัก เกิดตะกอนขึ้น ดังนั้นจึงทำหน้าที่

สำคัญในผงซักฟอกคือดึงสิ่งสกปรกออกจากเส้นใยของผ้าและจับสิ่งสกปรกไว้ไม่ให้กลับไปจับเนื้อผ้าอีก

1.1.2.5 สารเพิ่มความสดใส เป็น Fluorescent dyes จะสะท้อนแสงเมื่อถูกแสงอุลตราไวโอเลต ทำให้ผ้าแลดูขาวขึ้น

นอกจากนี้ผู้ผลิตอาจใส่ส่วนผสมอื่นๆลงไปเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพเพื่อประโยชน์ในการแข่งขันทางการตลาด เช่น น้ำหอม เอนไซม์ สารเพิ่มฟอง สารลดฟอง สารกันหมอง สารต้านจุลินทรีย์ สารช่วยผ้านุ่ม สารต้านไฟฟ้าสถิตย์ หรือสารเพิ่มเนื้อ (filler) โซเดียมคาร์บอเนต โซเดียมซัลเฟต เป็นต้น

ปริมาณของส่วนประกอบแต่ละตัวขึ้นกับผงซักฟอกสูตรต่างๆ ตามวัตถุประสงค์ในการนำไปใช้งานสูตรของผงซักฟอกชนิดต่างๆ ตามตาราง

ตารางที่ 2 สูตรของผงซักฟอกชนิดต่าง ๆ

ส่วนประกอบ	ปริมาณร้อยละโดยน้ำหนัก					
	ผงซักฟอกชนิดซักด้วยมือ (มอก 78 -2533)	ผงซักฟอกชนิดซักด้วยเครื่อง (มอก 78 -2533)	Heavy duty powder	Light duty powder	Domestic laundry	ผงซักฟอกสูตรซีโอไลท์
สารลดแรงตึงผิว(Surfactant)	ไม่น้อยกว่า 18	ไม่น้อยกว่า 5	14 - 20	25-32	20-25	13
ลอริลแอลกอฮอล์โกโกโมโนเอทานอลอะมีด	-	-	1.5 - 2.0	-	-	-
โซเดียมไทรโพลีฟอสเฟต	ไม่เกิน 22	ไม่เกิน 31	40 - 60	2-15	15-25	13
Zeolite A	-	-	-	-	-	15
โซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส	ไม่น้อยกว่า 0.2	ไม่น้อยกว่า 0.2	0.5 - 0.9	-	0.3-0.5	-
โซเดียมซิลิเกต	ไม่น้อยกว่า 1.1	ไม่น้อยกว่า 1.1	5 - 7	0.02-0.08	3-8	10
สารเพิ่มความสดใส	มี	มี	0.3 - 0.75	-	0.05-0.25	-
เอนไซม์	-	-	0.2 - 0.75	6-8	-	-
โซเดียมคาร์บอเนต	-	-	เติมจนครบ	-	15-30	-
โซเดียมซัลเฟต	-	-	-	เติมจนครบ	-	37

1.1.3 Complexometric titration

เป็นการหาปริมาณโลหะ (metal ions) โดยการไทเทรตกับอีดีทีเอที่มี metallochromic indicators ที่เหมาะสม อินดิเคเตอร์นี้จะทำปฏิกริยากับโลหะอิออนในสารละลายให้สารประกอบเชิงซ้อน (metal - indicator complex) ซึ่งจะมีสีเฉพาะสำหรับอินดิเคเตอร์แต่ละตัวเช่น การไทเทรตอีดีทีเอ (EDTA ,H_4Y) กับสารละลายแมกนีเซียม (Mg) โดยใช้เออริโอโครมแบลกที (H_2I) เป็นอินดิเคเตอร์ ในสภาวะความเป็น กรด -ด่าง ประมาณ 10 สีของสารละลายจะเปลี่ยนจากสีแดงของสารประกอบเชิงซ้อน (Magnesium indicator complex) เป็นสีน้ำเงิน ดังปฏิกริยา

$$MgI + HY \rightleftharpoons MgY + HI$$

MgI เป็นสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะอิออนและอินดิเคเตอร์

HY เป็นสารประกอบเชิงซ้อน

MgY เป็นสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะแมกนีเซียม

HI เป็นสารอินดิเคเตอร์ (Uncomplexed indicator)

การไทเทรตโดยวิธีนี้เป็นการไทเทรตกับอีดีทีเอโดยตรงเรียกว่า วิธี direct titration แต่ในทางปฏิบัติการเห็นจุดยุติจะไม่ชัดเจน เนื่องจากปฏิกริยาการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนเป็นไปอย่างช้า ๆ สามารถใช้วิธีให้ความร้อนช่วยจะทำให้ปฏิกริยาเกิดเร็วขึ้น แต่ในบางกรณีก็ไม่มีอินดิเคเตอร์ที่เหมาะสม หรือการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนเป็นไปช้ามาก เช่น ปฏิกริยาระหว่างอลูมิเนียม กับ อีดีทีเอ ดังนั้นจึงต้องใช้วิธีไทเทรตย้อนกลับ (back titration)โดยใส่สารละลายอีดีทีเอให้มากเกินพอ แล้วไทเทรต อีดีทีเอที่เหลือด้วยสารละลายโลหะมาตรฐาน (Standard metal ion solution) ปฏิกริยาควรเติมอีดีทีเอ ในสภาวะที่เป็นกรดหรือเป็นกลาง แล้วทำให้เป็นด่างโดยใส่สารละลายบัฟเฟอร์ก่อนไทเทรตย้อนกลับ

อินดิเคเตอร์ที่ใช้ในปฏิกริยา Complexometric titration

อินดิเคเตอร์	ชื่อทางเคมี
Eriochrom black - T (Erio -T)	2, Hydroxy - 1-(1-hydroxy-2-naphthalazo) -6nitro naphthalene -4-sulfonic acid sodium salt
Xylenol orange	3,3- Bis [N,N- di (carboxymethyl) aminomethyl] -O- cresolsulphonphthalein
PAN indicator	1- (1 pyridylazo) -2 - naphthol
Dithizone	2- phenylhydroxide-phenylazo-thioformic acid

1.2 ปัญหาและที่มาของการวิเคราะห์

ปัจจุบันผู้ผลิตผงซักฟอกจำนวนมากได้นำซีโอไลท์มาใช้เป็นสารลดความกระด้างของน้ำในผงซักฟอก แทนสารฟอสเฟตซึ่งใช้อยู่เดิมด้วยเหตุผลที่ว่าสารฟอสเฟตสร้างปัญหามลภาวะทางน้ำโดยผงซักฟอกที่มีส่วนประกอบของสารฟอสเฟตหลังจากใช้แล้วส่วนที่เหลือทิ้งจะมีสารฟอสเฟตตกค้างอยู่ ดังนั้นเมื่อถูกทิ้งไปตามท่อและไหลลงสู่แม่น้ำ ลำคลองก็จะเป็นอาหารที่ดีของพืชน้ำทำให้พืชน้ำเจริญเติบโตได้รวดเร็วและเมื่อพืชเหล่านี้ตายลงก็จะทำให้เกิดการเน่าเสียเกิดปัญหามลภาวะทางน้ำขึ้น

สารซีโอไลท์ เป็นสารประกอบอนินทรีย์ไม่มีส่วนประกอบของสารฟอสเฟต และสามารถใช้ลดความกระด้างของน้ำได้ดี ดังนั้นเมื่อนำมาใช้แทนสารฟอสเฟตก็จะทำให้ลดปัญหามลพิษอันเนื่องมาจากฟอสเฟตได้

เมื่อผู้ผลิตได้นำสารซีโอไลท์มาใช้เป็นส่วนประกอบในผงซักฟอก จึงได้มีผู้ส่งตัวอย่างผงซักฟอกเพื่อให้กรมวิทยาศาสตร์บริการวิเคราะห์หาปริมาณซีโอไลท์ เนื่องจากการวิเคราะห์ซีโอไลท์ในผงซักฟอกไม่มีเอกสารอ้างอิงวิธีการวิเคราะห์เฉพาะเรื่อง ดังนั้นจึงจำเป็นต้องศึกษาทดลองเพื่อหาวิธีวิเคราะห์ที่เหมาะสมให้ได้ผลที่ถูกต้องสะดวกและรวดเร็ว

1.3 วัตถุประสงค์

1.3.1 เพื่อศึกษาวิธีการวิเคราะห์ที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณซีโอไลท์ที่มีในผงซักฟอก

1.3.2 เพื่อให้ความร่วมมือกับภาคเอกชนในการปรับปรุงสูตรของผงซักฟอกในการนำสารซีโอไลท์มาใช้เพื่อประโยชน์ในการลดมลภาวะทางน้ำของผงซักฟอก

1.3.3 เป็นการส่งเสริมให้มีการพัฒนาผลิตภัณฑ์ใหม่ขึ้นในประเทศ

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ได้วิธีวิเคราะห์ที่เหมาะสมสำหรับการหาปริมาณซีโอไลท์ในผงซักฟอก

1.4.2 ใช้เป็นแนวทางสำหรับการวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการต่อไป

1.4.3 ช่วยสนับสนุนการลดมลภาวะของสิ่งแวดล้อมได้อีกทางหนึ่ง

1.5 ระยะเวลาดำเนินการ

พค. 34 - กค. 34 รวม 3 เดือน

2. วัสดุ อุปกรณ์ วิธีการ

2.1 ขั้นตอนการดำเนินการ

2.1.1 ศึกษาวิธีการวิเคราะห์จากเอกสารอ้างอิง

2.1.2 รวบรวมข้อมูล สรุป เพื่อใช้เป็นแนวทางในการศึกษาทดลองวิเคราะห์

2.1.3 วิเคราะห์ข้อมูล

2.1.3.1 จากเอกสารอ้างอิงไม่มีวิธีวิเคราะห์หาปริมาณซีโอไลท์ในผงซักฟอก

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

2.1.3.2 วิเคราะห์จากสูตรซีโอไลท์ที่ใช้ในผงซักฟอก ดังนี้

ซีโอไลท์ A มีสูตร $Na_2O.Al_2O_3.2SiO_2.nH_2O$

2.1.3.3 วิเคราะห์องค์ประกอบของผงซักฟอกประกอบด้วย

- สารลดแรงตึงผิว (Sodium alkylbenzene sulfonate)
- โซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส
- สารฟอสเฟต
- โซเดียมซิลิเกต
- สารเพิ่มเนื้อ (โซเดียมซัลเฟต โซเดียมคาร์บอเนต)

2.1.3.4 จากข้อมูล 2.1.3.2 และ 2.1.3.3 สูตรซีโอไลท์ประกอบด้วยธาตุ Al Na Si ดังนั้นถ้าทราบสูตรโมเลกุลของซีโอไลท์ แล้วหาปริมาณธาตุใดธาตุหนึ่ง แล้วคำนวณเป็นซีโอไลท์ก็จะหาปริมาณได้ แต่ธาตุที่จะหาจะต้องไม่เป็นส่วนประกอบตัวใดตัวหนึ่งในผงซักฟอก ดังนั้นจึงต้องพิจารณาจากองค์ประกอบในผงซักฟอกด้วยดังนี้

Na ในผงซักฟอกมี Na_2SO_4 Na_2CO_3 Na_2SiO_4 และ Sodium alkylben-sulfonate ดังนั้นจึงวิเคราะห์ Na ไม่ได้

Al ในส่วนประกอบของผงซักฟอกไม่มีธาตุ Al เป็นส่วนประกอบ ดังนั้นสามารถวิเคราะห์หา Al ได้

Si ในส่วนประกอบของผงซักฟอกมี Na_2SiO_4 ฉะนั้นวิเคราะห์ Si ไม่ได้ จากเอกสารอ้างอิง ให้ตรวจสอบยืนยันโดยวิธี X - ray analysis

2.1.4 ดำเนินการค้นคว้าเอกสารทางวิชาการเพื่อหาวิธีวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณ Al ในตัวอย่างและทดลองวิเคราะห์กับตัวอย่างผงซักฟอกเปรียบเทียบกับสารซีโอไลท์และผงซักฟอกอ้างอิงที่ไม่มีซีโอไลท์

2.2 วิธีวิเคราะห์

2.2.1 วิธีที่ 1 (Ref 6)

2.2.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

(1) เครื่องชั่ง

(2) แท่นทำความร้อน

(3) บีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร

(4) กระบอกตวงขนาด 10 , 20 มิลลิลิตร

(5) ขวดปริมาตรขนาด 200 มิลลิลิตร

(6) ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร

(7) ปิเปตขนาด 10 , 25 มิลลิลิตร

(8) บิวเรตต์ขนาด 50 มิลลิลิตร

(9) เครื่องกวนด้วยแม่เหล็ก

2.2.1.2. สารเคมีและวิธีเตรียม

(1) สารละลายมาตรฐาน EDTA (Disodium ethylene diamine tetraacetate) 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ละลาย EDTA (เกรดคุณภาพ) 18.6 กรัมในน้ำ ถ่ายใส่ขวดปริมาตรทำให้เป็น 1ลิตร

สอบเทียบมาตรฐานโดยชั่งลวดอลูมิเนียมมาตราฐานประมาณ 2 กรัมใส่ในขวดปริมาตร1 ลิตร เติมกรดไฮโดรคลอริก (1 : 1) 50 มิลลิลิตร เขย่าให้ละลายเติมน้ำให้มีปริมาตร 1ลิตร ปิเปตสารละลายนี้ 10 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมEDTA 25 มิลลิลิตร คนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก เติมบัฟเฟอร์ [2.2.1.2 (4)] 20 มิลลิลิตรต้มให้ร้อน 5นาที ทำให้เย็นแล้วเติมเอทานอล [2.2.1.2(5)] 50 มิลลิลิตร ไดไทโซน [2.2.1.2(6)] 2 มิลลิลิตร ไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานซิงค์ซัลเฟต 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

คำนวณ $M\ EDTA = \frac{W}{26.98\ V}$

M = ความเข้มข้นของ EDTA เป็นโมลาร์

W = น้ำหนักอลูมิเนียมเป็นมิลลิกรัมของสารละลายที่นำมาไทเทรต

V = ปริมาตร EDTA ที่ใช้ไทเทรต

(2) สารละลายมาตรฐานซิงค์ซัลเฟต 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ละลายซิงค์ซัลเฟต 14.4 กรัม ในน้ำ ถ่ายใส่ขวดปริมาตร 1 ลิตร

สอบเทียบมาตรฐานโดยปิเปตสารละลายมาตรฐาน EDTA 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร10 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่ 125 มิลลิลิตร เติมบัพเฟอร์ [2.2.1.2 (4)] 10 มิลลิลิตร เอทานอล 50 มิลลิลิตร ไดไทโซน [2.2.1.2(6)] 2 มิลลิลิตรไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานซิงค์ซัลเฟต จนได้จุดยุติสีชมพูอมแดง

(3) กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น

(4) กรดอะเซติก - แอมโมเนียมอะเซเตทบัฟเฟอร์

ละลาย แอมโมเนียมอะเซเตท 320 กรัมในน้ำ 500 มิลลิลิตร เติมเกลเซียลอะเซติก 5 มิลลิลิตรเจือจางด้วยน้ำทำให้มีปริมาตร 1 ลิตร

(5) เอทานอลร้อยละ 95

(6) ไดไทโซน

ละลายไดไทโซน 25. 6 มิลลิกรัมในเอทานอล 100 มิลลิลิตรเก็บในที่เย็นใช้ภายใน 1 เดือน

2.2.1.3 วิธีเตรียมตัวอย่าง

ชั่งตัวอย่างประมาณ 0.5 กรัม ใส่บีกเกอร์ 250 มิลลิลิตร เติมน้ำ 20 มิลลิลิตร กรดไฮโดรคลอริก 10 มิลลิลิตร ต้มให้ร้อนบนเตาให้ความร้อน คนให้ตัวอย่างละลาย ทำให้เย็น ถ้ามีตะกอนกรอง ถ่ายใส่ขวดปริมาตร ทำให้เป็น 200 มิลลิลิตร

2.2.1.4 วิธีวิเคราะห์

ปิเปตสารละลายตัวอย่าง (2.2.1.3) 20 มิลลิลิตรใส่ขวดแก้วรูปชมพู่ เติมน้ำ 20 มิลลิลิตร เติมสารละลาย EDTA 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 25 มิลลิลิตร คนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก เติมบัฟเฟอร์ 20 มิลลิลิตร ให้ความร้อนบนแท่นทำความร้อนจนใกล้เดือด 5 นาที ทำให้เย็น ปรับสภาพความเป็นกรดด่างของสารละลายให้ได้ประมาณ 4 ด้วยสารละลายแอมโมเนีย (ความหนาแน่น 0.9 กรัม/มิลลิลิตร) 1 : 1 หรือกรดเกลเชียลอะเซติก (ความหนาแน่น 1.05 กรัม/มิลลิลิตร) เติมเอทานอล 50 มิลลิลิตร, ไดไทโซน 2 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน ไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานซิงค์ซัลเฟต 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร จุดยุติสีเปลี่ยนจากสีเขียวอมม่วงเป็นชมพูอมแดง

ทำแบลงค์เปรียบเทียบตาม 2.2.1.4 ยกเว้นใส่สารตัวอย่าง

คำนวณ

$$Al_2O_3 \text{ ร้อยละโดยน้ำหนัก} = \frac{(B - A) * M * 51}{W}$$

B = ปริมาณสารละลายมาตรฐานซิงค์ซัลเฟต 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตรที่ไทเทรตกับแบลงก์เป็นมิลลิลิตร

A = ปริมาณสารละลายตัวอย่างเป็นมิลลิลิตร

M = ความเข้มข้นของซิงค์ซัลเฟตเป็นโมลาร์

W = น้ำหนักตัวอย่างเป็นกรัม

2.2.2. วิธีที่ 2 (1)

2.2.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

(1.) เครื่องชั่ง

(2.) แท่นทำความร้อน

(3.) เครื่องมือวัดความเป็นกรดด่าง

(4.) บีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร

(5.) กระบอกตวงขนาด 50 มิลลิลิตร

(6.) ขวดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร

(7.) ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร

(8.) ปิเปตขนาด 25 มิลลิลิตร

(9.) บิวเรตต์ขนาด 50 มิลลิลิตร

2.2.2.2. สารเคมีและวิธีเตรียม

(1) กรดไนตริก 5 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ละลายไนตริกเข้มข้น 300 มิลลิลิตร ในน้ำกลั่นทำให้มีปริมาตร 1 ลิตร

(2) สารละลายมาตรฐาน EDTA0.01โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ละลาย EDTA (Disodium ethylenediamine tetraacetate) 3.72 ในน้ำ ถ่ายใส่ขวดปริมาตรทำให้เป็น 1 ลิตร สอบเทียบมาตรฐานตาม 2.2.1.2 (1)

(3) บัฟเฟอร์ pH 4.6

ละลายโซเดียมอะเซเตท 126 กรัม เกลเซียลอะเซติก 106 กรัม ด้วยน้ำกลั่น ใส่ขวดปริมาตรทำให้เป็น 1 ลิตร

(หมายเหตุ 1 : เอกสารวิธีวิเคราะห์ บริษัท ลีเวอร์บราเทอร์ ประเทศไทย)

(4) สารละลายมาตรฐานคอปเปอร์ซัลเฟต 0.1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ละลาย $CuSO_4 .5H_2O$ 25 กรัม ในน้ำกลั่น ใส่ขวดปริมาตรทำให้เป็น 1 ลิตร

สอบเทียบมาตรฐานโดยปิเปตสารละลายมาตรฐาน EDTA 0.01 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดรูปชมพู่ 250 มิลลิลิตร เติมบัฟเฟอร์ 5 มิลลิลิตรน้ำ 100 มิลลิลิตร เติม PAN อินดิเคเตอร์ 1 มิลลิลิตร ไทเตรทกับสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟต 0.1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตรจุดยุติเปลี่ยนจากเหลืองเป็นม่วง

(5) PAN อินดิเคเตอร์

ชั่ง PAN อินดิเคเตอร์ 0.1กรัม ละลายในเอทานอลร้อยละ 95 ทำให้เป็น 100 มิลลิลิตร

2.2.2.3 วิธีเตรียมตัวอย่าง

ชั่งตัวอย่างประมาณ 0.5 กรัม ในบีกเกอร์ 250 มิลลิลิตร เติมกรดไนตริก 5 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 50 มิลลิลิตรคนให้ละลายต้มให้ร้อนบนแท่นความร้อนที่ 80 °ซ 15 นาที ทำให้เย็นเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร จนได้ความเป็นกรด - ด่างประมาณ 1 ถ่ายใส่ขวดปริมาตร 250 มิลลิลิตร

2.2.2.4 วิธีวิเคราะห์

ปิเปตสารละลายตัวอย่าง 25 มิลลิลิตร ใส่ขวดรูปชมพู่ 250 มิลลิลิตร ปรับความเป็นกรด - ด่าง ให้เท่ากับ 3 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เจือจางเติมสารละลายมาตรฐาน EDTA 0.01 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 25 มิลลิลิตร ต้มให้เดือดบนแท่นทำความร้อน 5 นาที ทำให้เย็นเติมสารละลายบัฟเฟอร์ 5 มิลลิลิตร ปรับความเป็นกรด - ด่าง ให้ได้ประมาณ 4.6 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (5 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร) หรือกรดเกลเชียลอะเซติก เติม PAN อินดิเคเตอร์ 1 มิลลิลิตร ไทเทรตกับสารละลายมาตราฐานคอปเปอร์ซัลเฟต 0.1 โมล ต่อลูกบาศก์เดซิเมตร จุดยุติสารละลายจะเปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นม่วง

ทำแบลงค์เปรียบเทียบโดยวิเคราะห์ตาม 2.2.2. 4 ยกเว้นใส่สารตัวอย่าง

คำนวณ Al_2O_3 ร้อยละโดยน้ำหนัก $= \frac{(B - A) * M * 51}{W}$

B = ปริมาตรสารละลายมาตรฐานคอปเปอร์ซัลเฟต 0.1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร ที่ไทเทรตกับแบลงค์เป็นมิลลิลิตร

A = ปริมาตรสารละลายมาตรฐานคอปเปอร์ซัลเฟต 0.1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร ที่ไทเทรตกับสารตัวอย่างเป็นมิลลิลิตร

M = ความเข้มข้นของคอปเปอร์ซัลเฟตเป็นโมลาร์

W = น้ำหนักตัวอย่างเป็นกรัม

2.2.3. **วิธีที่** 3 (2)

2.2.3.1. เครื่องมือและอุปกรณ์

(1.) เครื่องชั่ง

(2.) แท่นทำความร้อน

(3.) เครื่องวัดความเป็นกรด - ด่าง

(4.) เครื่องกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก

(5.) บีกเกอร์ 200 , 250 มิลลิลิตร

(6.) กระบอกตวงขนาด 10 , 20 , 50 มิลลิลิตร

(7.) ขวดปริมาตรขนาด 100 , 250 , 500 , 1000 มิลลิลิตร

(8.) ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร

(9.) ปิเปตขนาด 10 , 25 มิลลิลิตร

(10.) บิวเรตต์ขนาด 50 มิลลิลิตร

(หมายเหตุ 2 : เอกสารวิธีวิเคราะห์บริษัทคาโออินดัสเตรียลประเทศไทย)

2.2.3.2 สารเคมีและวิธีเตรียม

(1.) กรดไนตริกเข้มข้น

(2.) สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ร้อยละ 20

ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 20 กรัม ในน้ำทำให้มีปริมาตร 100 มิลลิลิตร

(3.) สารละลายโซเดียมอะเซเตท 1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ละลายโซเดียมอะเซเตท 82 กรัมในน้ำ ถ่ายใส่ขวดปริมาตรทำให้เป็น 1 ลิตร

(4.) สารละลายแอมโมเนียมอะเซเตท 1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ละลายแอมโมเนียมอะเซเตท 77 กรัมในน้ำ ถ่ายใส่ขวดปริมาตร ทำให้เป็น 1 ลิตร

(5.) สารละลายซิงค์อะเซเตท 0.01 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ชั่งซิงค์อะเซเตท 1.10 กรัมละลายน้ำ ถ่ายใส่ขวดปริมาตร ทำให้เป็น 500 มิลลิลิตร

สอบเทียบมาตรฐานตาม 2.2.1.2 (2)

(6.) สารละลายไซรีนอลออเรนจ์ อินดิเคเตอร์ร้อยละ 0.1

ละลายไซรีนอลออเรนทจ์ 0.1 กรัมในน้ำ ทำให้มีปริมาตร 100 มิลลิลิตร

(7.) สารละลายมาตรฐาน EDTA 0.01 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

เตรียมตาม 2.2.2.2. (2)

2.2.3.3. วิธีเตรียมตัวอย่าง

ชั่งตัวอย่างประมาณ 0.5 กรัม ใส่บีกเกอร์ 250 มิลลิลิตร เติมน้ำ 50 มิลลิลิตร ไนตริกเข้มข้น 10 มิลลิลิตร คนให้ละลายด้วยเครื่องกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก ต้มให้ร้อนบนแท่นทำความร้อน 15 นาที ทำให้เย็น ถ่ายใส่ขวดปริมาตร เติมน้ำให้เป็น 250 มิลลิลิตร

2.2.3.4. วิธีวิเคราะห์

ปิเปตสารละลายตัวอย่าง 25 มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์ 200 มิลลิลิตร เติมน้ำ 50 มิลลิลิตร ปรับความเป็นกรด - ด่างให้ได้ 2.0 - 2.5 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ร้อยละ 20 ปรับความเป็นกรด - ด่าง ให้ได้ 3.0 - 3.5 โดยเติมสารละลายโซเดียมอะเซเตท 1 โมลต่อเดซิเมตร เติมสารละลายมาตรฐานEDTA 0.01 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 10 มิลลิลิตร ต้มให้ร้อนบนแท่นทำความร้อน 15 นาที ทำให้เย็นเติมสารละลายแอมโมเนียมอะเซเตท 20 มิลลิลิตร

เติมน้ำได้ปริมาตรประมาณ 150 มิลลิลิตร ใส่ไซรีนอลออเรนจ์ 4 - 5 หยด ไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานซิงค์อะเซเตท 0.01โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร จนได้จุดยุติสารละลายจะเปลี่ยนจากเหลืองเป็นแดง

ทำแบลงค์เปรียบเทียบ โดยวิเคราะห์ตาม 2.2.3.4 ยกเว้นใส่ตัวอย่าง

คำนวณ Al_2O_3 ร้อยละโดยน้ำหนัก $= \frac{(B - A) * M * 51}{W}$

B = ปริมาตรสารละลายมาตราฐานซิงค์อะเซเตท 0.01 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร ที่ไทเทรตกับแบลงค์เป็นมิลลิลิตร

A = ปริมาตรสารละลายมาตรฐานซิงค์อะเซเตท 0.01 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร ที่ไทเทรตกับสารตัวอย่างเป็นมิลลิลิตร

M = ความเข้มข้นของซิงค์อะเซเตทเป็นโมลาร์

W = น้ำหนักตัวอย่างเป็นกรัม

2.2.4. วิธีแยกสารซีโอไลท์ในตัวอย่างผงซักฟอก

ชั่งตัวอย่างผงซักฟอกใส่บีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร ประมาณ 5 กรัม เติมคลอโรฟอร์ม 100 มิลลิลิตร ปิดด้วยกระจกนาฬิกาตั้งบนเครื่องอังไอน้ำ 30 นาทีรินส่วนใสทิ้ง

สกัดซ้ำด้วยเคลอโรฟอร์มครั้งละ 50 มิลลิลิตร อีก 2 ครั้ง สกัดด้วยน้ำกลั่น แล้วรินส่วนใสทิ้งอีก 2-3 ครั้ง ส่วนที่เหลือในบีกเกอร์จะเป็นสารซีโอไลท์และส่วนที่ไม่ละลายน้ำและคลอโรฟอร์มนำไประเหยและอบให้แห้ง

2.3 รายละเอียดการดำเนินการวิเคราะห์

2.3.1. วิเคราะห์ตัวอย่างผงซักฟอกโดยใช้วิธี 2.2.1 , 2.2.2 , 2.2.3

2.3.2. วิเคราะห์สารซีโอไลท์ที่ทราบสูตรโมเลกุล ตามวิธี 2.2.1 , 2.2.2 , 2.2.3โดยใช้ผงซักฟอกอ้างอิงตาม มอก. 78 - 2528 (ภาคผนวก) เป็น base

2.3.3. วิเคราะห์ผงซักฟอกอ้างอิง (มอก . 78 - 2528) โดยวิธี 2.2.1 , 2.2.2 , 2.2.3

2.3.4. Run X - Ray diffractionของตัวอย่างผงซักฟอกเปรียบเทียบกับสารซีโอไลท์ผงซักฟอกอ้างอิงและซีโอไลท์ที่แยกได้ตามข้อ 2.2.4

2.4 รายละเอียดตัวอย่าง

ตัวอย่าง No . 1 : ตัวอย่างผงซักฟอกบริษัท ลีเวอร์บราเธอร์

ตัวอย่าง No . 2 : ตัวอย่างผงซักฟอกบริษัท ลีเวอร์บราเธอร์

ตัวอย่าง No . 3 : ตัวอย่างผงซักฟอกบริษัท ลีเวอร์บราเธอร์

ตัวอย่าง No . 4 : ตัวอย่างผงซักฟอกบริษัท ลีเวอร์บราเธอร์

ตัวอย่าง No . 5 : ตัวอย่างผงซักฟอกบริษัทคาโออินดัสเตรียล จำกัด

สารซีโอไลท์ : สารซีโอไลท์ A อบที่ 800 °ซ 1/2 ช.ม.

($SiO_2 : Al_2O_3 : Na_2O$ = 1.95 : 1.0 : 1.02)

ความบริสุทธิ์ร้อยละ 97 จากบริษัทลีเวอร์บราเดอร์ ประเทศไทย

ผงอ้างอิง : ผงซักฟอกอ้างอิงตาม มอก. 578-2528 ภาคผนวก. ก (ผงซักฟอกอ้างอิงมาตราฐานที่ไม่มีส่วนประกอบของซีโอไลท์)

3. ผลการวิเคราะห์

3.1. ปริมาณ Al คำนวณเป็น Al_2O_3 (ตารางที่ 1)

3.2. ปริมาณ Al คำนวณเป็นซีโอไลท์ ($Na_2O.\ Al_2O_3.2SiO_2$) ตารางที่ 2

ตารางที่ 1

ตัวอย่าง	Al คำนวณเป็น Al_2O_3 ร้อยละ		
	วิธีที่ 1	วิธีที่ 2	วิธีที่ 3
ผงซักฟอก No .1	10.7	10.7	11.4
ผงซักฟอก No .2	9.3	9.4	-
ผงซักฟอก No .3	10.6	10.6	-
ผงซักฟอก No .4	9.2	9.5	-
ผงซักฟอก No .5	2.3	1.8	2.2
สารซีโอไลท์ A	35.4	35.0	37.8
ผงซักฟอกอ้างอิง	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ

ตารางที่ 2

ตัวอย่าง	Al คำนวณเป็น $Na_2O . Al_2O_3.2 SiO_2$ ร้อยละ		
	วิธีที่ 1	วิธีที่ 2	วิธีที่ 3
ผงซักฟอก No .1	29.8	29.8	31.8
ผงซักฟอก No .2	25.8	26.3	-
ผงซักฟอก No .3	29.6	29.7	-
ผงซักฟอก No .4	25.7	26.6	-
ผงซักฟอก No .5	6.4	5.1	6.1
สารซีโอไลท์ A	98.5	97.5	105.2
ผงซักฟอกอ้างอิง	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ

หมายเหตุ : ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างเปรียบเทียบกับสารซีโอไลท์ A ของบริษัท ลีเวอร์บราเดอร์ ประเทศไทย ความบริสุทธิ์ ร้อยละ 97 และผงซักฟอกอ้างอิงมาตราฐานที่ไม่มีส่วนประกอบซีโอไลท์ โดยเตรียมขึ้นตาม มอก. 578-2538 (วิธีวิเคราะห์ผงซักฟอก)

(วิธีที่ 1 mean : 30.83 / standard deviation : 32.10)

(วิธีที่ 2 mean : 30.71 / standard deviation : 31.88)

F .05 = 4.25 , F .01 = 8.47 , F = 1.0149

ค่าความแปรปรวน (variance) ของทั้ง 2 วิธี ไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ

t .05 = 2.179 , t .01 = 3.055 , t = 0.0116

ค่าเฉลี่ยของ Al คำนวณเป็น $Na_2O . Al_2O_3 . 2 SiO_2$ ของทั้ง 2 วิธี ไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ

3.3. ผลการวิเคราะห์ด้วย X - ray diffractometer ได้ X- ray diffraction pattern ของตัวอย่างผงซักฟอก No. 1- 5 เปรียบเทียบกับสารซีโอไลท์และผงซักฟอกอ้างอิงและสารซีโอไลท์ที่แยกจากผงซักฟอกตามข้อ 3.2.4 ตามรูปที่ 1- 8 ตามลำดับ ซึ่งแต่ละ pattern มีค่า angle of diffraction d - spacing , intensity ของ strong peak ตามตารางที่ 4 - 10 condition ในการวิเคราะห์ X - ray diffractometer เป็นดังนี้

X - ray tube : Cobolt isotope

Voltage : 35 KV , 25 MA

Filter : Fe

3.4 ผลการเปรียบเทียบข้อดีข้อเสียของการวิเคราะห์ทั้ง 3 วิธี (ตารางที่ 3)

	วิธีที่ 1	วิธีที่ 2	วิธีที่ 3
วิธีที่ใช้	back titration	back titration	back titration
การปรับ pH ก่อนไทเทรต	4.0	4.6	-
อินดิเคเตอร์ที่ใช้	dithizone	PAN	Xylenol orange
จุดยุติ	เขียวอมม่วง--> ชมพู	เหลือง--> ม่วง	เหลือง--> แดง
การเห็นจุดยุติ	ชัดเจน	ชัดเจน	ไม่ค่อยชัด
pH ที่ให้ปฏิกิริยาสมบูรณ์ระหว่างอินดิเคเตอร์กับสารละลายโลหะที่ใช้ไทเทรต (Ref 2)	4-5	4-5	5-6

จากตารางวิธีทั้ง 3 ใช้วิธี back titration เหมือนกันต่างกันที่อินดิเคเตอร์ที่ใช้ และวิธีที่ 3 ไม่ได้มีการปรับ pH ก่อนไทเทรตให้เหมาะสมสำหรับการเกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ที่ pH 5 - 6 และอินดิเคเตอร์สีเปลี่ยนจากเหลืองเป็นแดงนั้น การดูจุดยุติอาจยากกว่าวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 เนื่องจากสีค่อยๆเปลี่ยนจากเหลืองเป็นเหลืองเข้ม ส้ม และแดง

4. วิจารณ์

4.1 จากผลการวิเคราะห์ตามตารางที่ 1 จะเห็นได้ว่าการวิเคราะห์ปริมาณ Al ในผงซักฟอกอ้างอิง (ที่ไม่มีสารซีโอไลท์) จะไม่พบ Al ทั้ง 3 วิธี แสดงว่าสารประกอบในผงซักฟอกอ้างอิงไม่มีสารที่ให้ปฏิกิริยาเดียวกับ Al หรือมีสารอื่นที่รบกวนปฏิกิริยา ดังนั้น จึงสรุปได้ว่าวิธีทั้ง 3 สามารถใช้หาปริมาณซีโอไลท์โดยการวิเคราะห์ Al ในตัวอย่างผงซักฟอกได้

4.2 จากผลการวิเคราะห์ซีโอไลท์ A (ตารางที่ 2) จะเห็นได้ว่าวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 ได้ผลใกล้เคียงกัน ไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ส่วนวิธีที่ 3 มีค่ามากกว่าร้อยละ 100 แสดงว่าให้ผลไม่ดี ทั้งนี้ อาจเนื่องจากไม่มีการปรับ pH ให้เหมาะสมสำหรับการเกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ และอินดิเคเตอร์ที่ใช้สีเปลี่ยนจากเหลืองเป็นแดงนั้น ทำให้การดูจุดยุติยากกว่า เนื่องจากสีจะเปลี่ยนจากเหลืองเป็นส้ม และแดง

4.3 จากการวิเคราะห์พบว่า การปรับ pH ของสารละลายให้ถูกต้องมีความสำคัญทำให้ปฏิกิริยาการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะและอินดิเคเตอร์สมบูรณ์ ทำให้เห็นจุดยุติของปฏิกิริยาได้ชัดเจน โดยปฏิกิริยาการไทเทรตอีดีทีเอที่เหลือด้วยสารละลายที่เหลือด้วสารละลายมาตราฐานซิงค์ซัลเฟตโดยใช้ไดไทโซนเป็นอินดิเคเตอร์ ปรับความเป็นกรด - ด่างสารละลายที่ 4 และปฏิกิริยาการไทเทรตอีดีทีเอด้วยสารละลายมาตราฐานคอปเปอร์ซัลเฟต โดยใช้ PAN อินดิเคเตอร์ ปรับความเป็นกรด - ด่างสารละลายที่ 4.6

4.4 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กเรย์ดิฟแฟรกเตอร์ จากการเปรียบเทียบดิฟแฟรกโตแกรม และค่า d-spacing ของตัวอย่างผงซักฟอก No 1-5 (ตามรูปที่ 1-5) และตารางที่ 4-8

กับสารซีโอไลท์รูปที่ 6 ตารางที่ 4 พบว่าผงซักฟอกตัวอย่างมีค่า d-spacing ตรงกับสารซีโอไลท์ทุกตำแหน่ง และตรงกับโซเดียม A ซีโอไลท์มาตราฐานตาม powder diffraction file No 11-590 (ตารางที่ 11) ด้วย แสดงว่าผงซักฟอกทั้ง 5 ตัวอย่างมีส่วนประกอบของสารซีโอไลท์ แต่ peak area น้อยกว่าของสารซีโอไลท์ตามปริมาณซีโอไลท์ที่มีในตัวอย่าง ซึ่งสอดคล้องกับผลวิเคราะห์ทางเคมี

ส่วนผงซักฟอกอ้างอิง รูปที่ 7 ตารางที่ 10 มีดิฟแฟรกโตแกรมและค่า d-spacing ต่างกับดิฟแฟรกโตแกรมของสารซีโอไลท์ แสดงว่าในผงซักฟอกอ้างอิงไม่มีส่วนประกอบของสารซีโอไลท์

ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ 5 มีค่า d-spacing ตรงกับสารซีโอไลท์และมีค่า intensity ต่ำ เนื่องจากตัวอย่าง No 5 มีค่า Al คำนวณเป็นซีโอไลท์น้อยกว่าตัวอย่างอื่น ทำให้การเปรียบเทียบดิฟแฟรกโตแกรมไม่ชัดเจน ดังนั้นจึงได้ทดลองแยกซีโอไลท์จากผงซักฟอกโดยแยกส่วนที่ไม่ละลายในคลอโรฟอร์มและน้ำออก แล้วนำส่วนที่เหลือ run x-ray diffraction ได้ดิฟแฟรกโตแกรมตามรูปที่ 8 จะเห็นได้ว่า ได้ peak ที่ชัดเจนเหมือนสารซีโอไลท์ตามรูปที่ 6

4.5 การตรวจสอบยืนยันว่า Al ในสารตัวอย่างไม่ได้มีส่วนประกอบของ Al ที่มาจากสารประกอบอะลูมิเนียมอื่น เช่น อะลูมิเนียมออกไซด์ หรืออะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ทำได้โดยการเปรียบเทียบ d-spacing ของตัวอย่างกับอะลูมิเนียมออกไซด์และอะลูมีเนียมไฮดรอกไซด์ จาก powder diffraction file No 10-173 และ 33-18 ตามตารางที่ 11 ซึ่งจะเห็นได้ว่าได้ผลแตกต่างกัน

5. สรุป

การวิเคราะห์หาปริมาณซีโอไลท์ในผงซักฟอกสามารถวิเคราะห์โยวิธี complexomtric Titration โดยเติมสารละลายอีดีทีเอให้มากเกินพอ แล้วไทเทรตกับสารละลายซิงค์ซัลเฟต

โดยใช้ไดไทโซนเป็นอินดิเคเตอร์ โดยปรับความเป็นกรด - ด่างของสารละลายให้ได้ 4 หรือไทเทรตกับสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟต โดยใช้ PAN อินดิเคเตอร์ปรับความเป็นกรด - ด่างของสารละลายให้ได้ 4.6 เนื่องจากการปรับความเป็นกรด - ด่างของสารละลายให้เหมาะสมจะทำให้ปฏิกิริยาการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะและอินดิเคเตอร์สมบูรณ์ และสามารถเห็นจุดยุติของปฏิกิริยาได้ชัดเจน

การตรวจพิสูจน์โครงสร้างของซีโอไลท์สามารถวิเคราะห์ได้โดยเครื่องเอ็กเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์

ผลการศึกษาวิเตราะห์ได้นำไปใช้ประโยชน์ โดยเป็นวิธีวิเคราะห์สำหรับห้องปฏิบัติการกองเคมี

6. คำขอบคุณ

ขอขอบคุณ คุณวรรณา ต. แสงจันทร์ ที่ได้ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่อง X - ray diffractometer

7. เอกสารอ้างอิง

1. Belcher , Ronald. Quantitative inorganic analysis by R. Belcher and A. J. Nutten. 3 rd ed. London , Butterworths , 1970. P. 258

2. Bishop,Edmund. Indicators.Oxford, Pergamon Press,1972. P. 231- 236, 321, 358, 378

3. Breck, Donald W. Zeolite molecular sieves, N.Y. , Wiley Interscience, 1974. P. 5 - 26

4. Kirk - Othmer, Encyclopedia of chemical Technology. 3 rd ed ; Vol 5 , New York , N. Y. : Wiley , 1978. P. 145 - 149

5. Sittig, Marshall. Detergent manufacture including zeolite builders and other new materials. Park Ridge, N. J. , Noyes Data Corp. , 1979. P. 387- 399

6. United States Pharmacopial Convention , Inc. The Unite States Pharmacopia. Prepared by Committee of Revesion and Published by the Board of Trustees. Vol XX , 1982 P. 23 - 25

7. Vogel , Arthur Israel. A Text - book of quantitative inorganic analysis ; including elementary instrumental analysis , 3d ed (London) Longmans 1961

8. Zeolite : Science and technology / edited by F. Ramoa Ribeiro (et al) The Hague ; Boston : M. Nijhoff ; Hiugham, Mass, Distributors for the United Stated and Canada, Kluwer Boston, 1984

9. Zeolite technology and application recent advances, edited by Jeanette Scott, Park Ridge, N. J. , Noyes Data corp. , 1980. P. 315 - 331

10. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม : ผงซักฟอก (มอก 78 - 2528)

11. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม : วิธีวิเคราะห์ผงซักฟอก (มอก 578 - 2528)

8. ภาคผนวก

ตารางที่ 4 ผลการวิเคราะห์ด้วย X - ray diffractometer สารซีโอไลท์

Angle of diffraction	d - spacing	intensity
8.371	12.2650	1937
11.852	8.6698	1981
14.540	7.0733	1697
18.770	5.4893	1112
25.274	4.0916	1572
27.986	3.7018	2222
30.481	3.4051	750
31.667	3.2807	2490
34.981	2.9783	2775
40.1023	2.6158	1624

Angle of diffraction เป็นมุมสะท้อนของแสงที่ตกกระทบบนระนาบของผลึก

d-spacing เป็นระยะห่างระหว่างระนาบผลึกแต่ละด้าน ซึ่งค่านี้จะเป็นค่าเฉพาะของสาร ซึ่งจะบอกถึงโครงสร้างของผลึกและขนาดอะตอม ดังนั้น สารที่มีองค์ประกอบและโครงสร้างผลึกเหมือนกันจะให้ค่า d-spacing ที่ตำแหน่งเดียวกัน ค่า d-spacing ซึ่งคำนวณได้จาก angle of diffraction สามารถนำมาใช้ในการตรวจพิสูจน์โครงสร้างของผลึกได้

สูตรการคำนวณ d-spacing

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

d = ค่า d-spacing

λ = ความยาวคลื่นของรังสี x-ray

n = order of interference (เป็นเลขจำนวนเต็ม)

ค่า Intensity จะบอกถึงความเข้มของ peak ที่ตำแหน่งของ d-spacing นั้นใน x-ray diffractogram ค่า intensity นี้ จะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณสาร

ตารางที่ 5 ผลการวิเคราะห์ด้วย X - ray diffractometer ของตัวอย่างผงซักฟอก No. 1

Angle of diffraction	d - spacing	intensity
8.337	12.2555	861
11.858	8.6656	773
14.544	7.0716	742
18.782	5.4858	542
25.287	4.0896	695
28.039	3.6951	1290
30.482	3.4051	418
31.677	3.2797	972
35.043	2.9732	1402
40.030	2.6153	943

ตารางที่ 6 ผลการวิเคราะห์ X - ray diffractometer ของตัวอย่างผงซักฟอก No . 2

Angle of diffraction	d - spacing	intensity
8.439	12.1651	1003
11.883	8.6471	565
14.571	7.0588	600
18.848	5.4667	601
25.352	4.0791	801
28.067	3.6914	1171
30.547	3.3980	501
31.750	3.2723	1043
35.180	2.9620	1172
40.063	2.6132	1234

ตารางที่ 7 ผลการวิเคราะห์ด้วย X - ray diffractometer ตัวอย่างผงซักฟอก No . 3

Angle of diffraction	d - spacing	intensity
8.461	12.1342	1000
11.942	8.6046	797
14.634	7.0283	698
18.872	5.4600	565
25.380	4.0748	722
28.132	3.6831	1231
30.576	3.3948	446
31.768	3.2705	1056
35.138	2.9654	1322
40.086	2.6118	869

ตารางที่ 8 ผลการวิเคราะห์ด้วย X - ray diffractometer ตัวอย่างผงซักฟอก No . 4

Angle of diffraction	d - spacing	intensity
8.549	12.0096	946
12.025	8.5455	677
14.680	7.0064	519
18.955	5.4362	489
25.465	4.0614	657
28.177	3.6773	893
30.659	3.3859	412
31.857	3.2616	922
35.307	2.9517	1218
40.171	2.6065	1001

ตารางที่ 9 ผลการวิเคราะห์ด้วย X - ray diffractometer ตัวอย่างผงซักฟอก No . 5

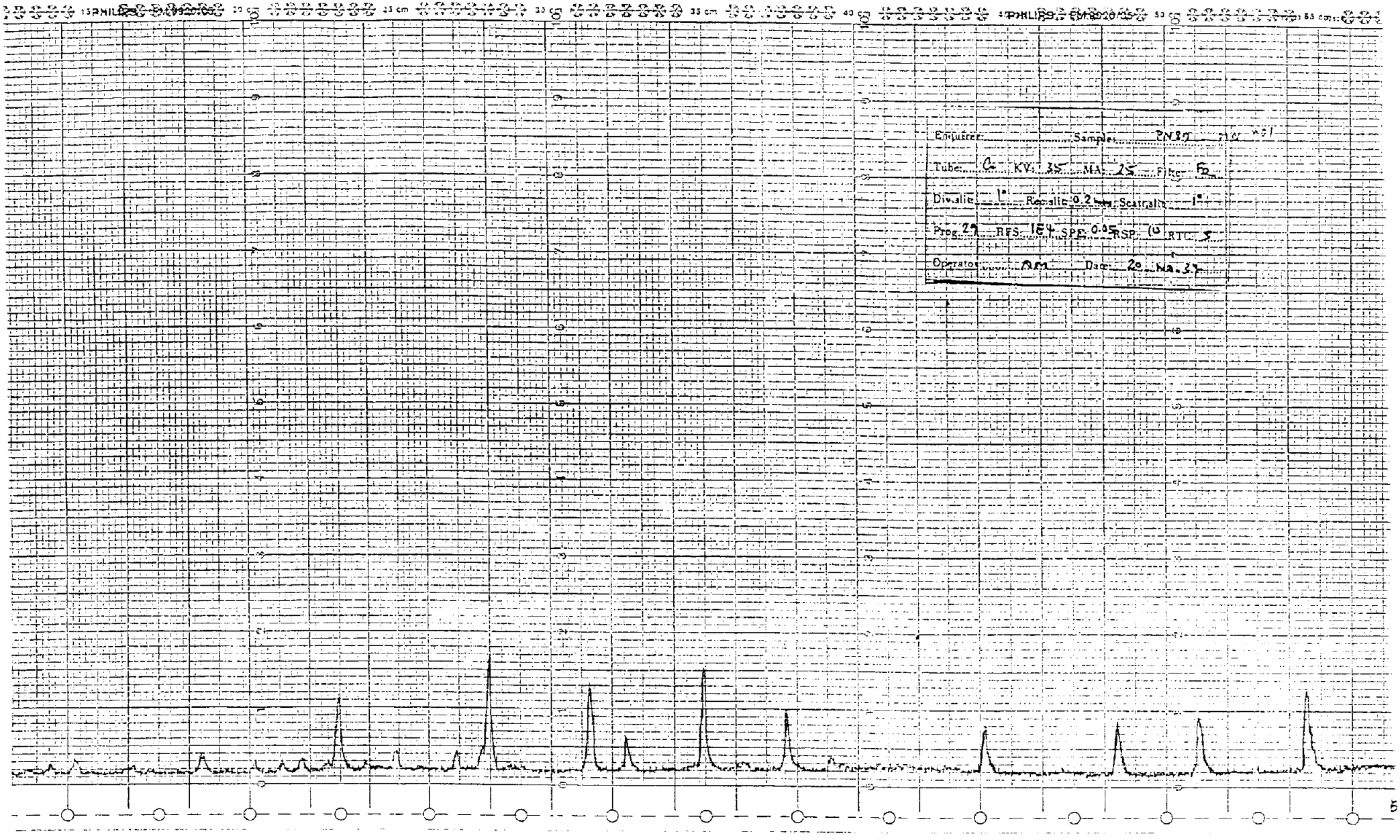
Angle of diffraction	d - spacing	intensity
8.377	12.2550	509
11.861	8.6632	415
14.553	7.0671	407
18.777	3.4871	352
25.342	4.0808	452
28.045	3.6942	584
30.550	3.3977	348
31.683	3.2791	435
35.081	2.9701	582
40.1023	2.6178	498

ตารางที่ 10 ผลการวิเคราะห์ด้วย X - ray diffractometer ตัวอย่างผงซักฟอกอ้างอิง

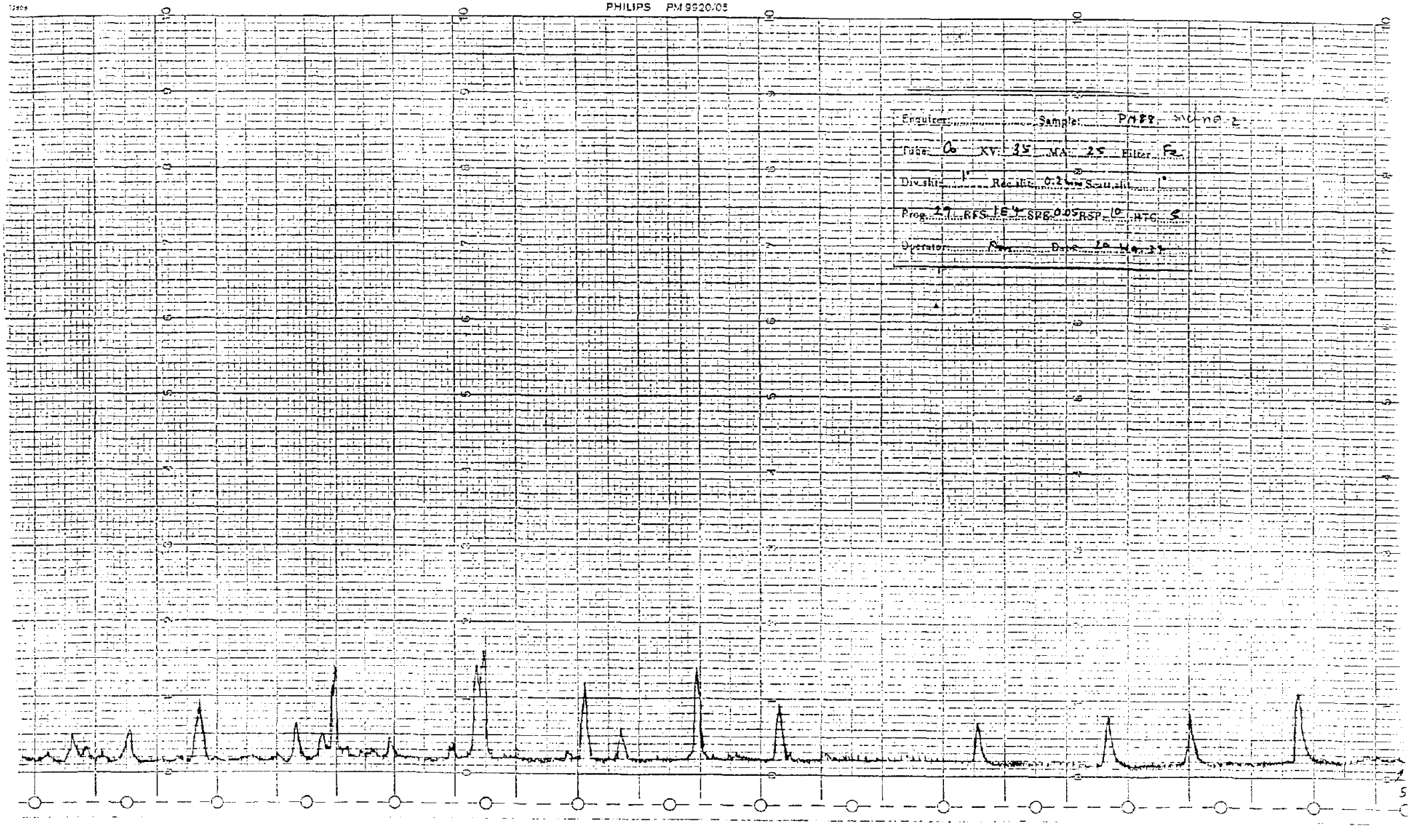
Angle of diffraction	d - spacing	intensity
22.239	4.6413	2444
32.787	3.1715	844
33.855	3.0655	1505
37.638	2.7749	1691
39.655	2.6390	1481
45.325	2.3232	803

ตารางที่ 11 X - ray diffraction index เปรียบเทียบค่า d - spacing ของโซเดียม A ซีโอไลท์ (File No. 11 - 590) , อลูมิเนียมออกไซด์ (File No . 10 - 173) และอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (File No . 33 - 18)

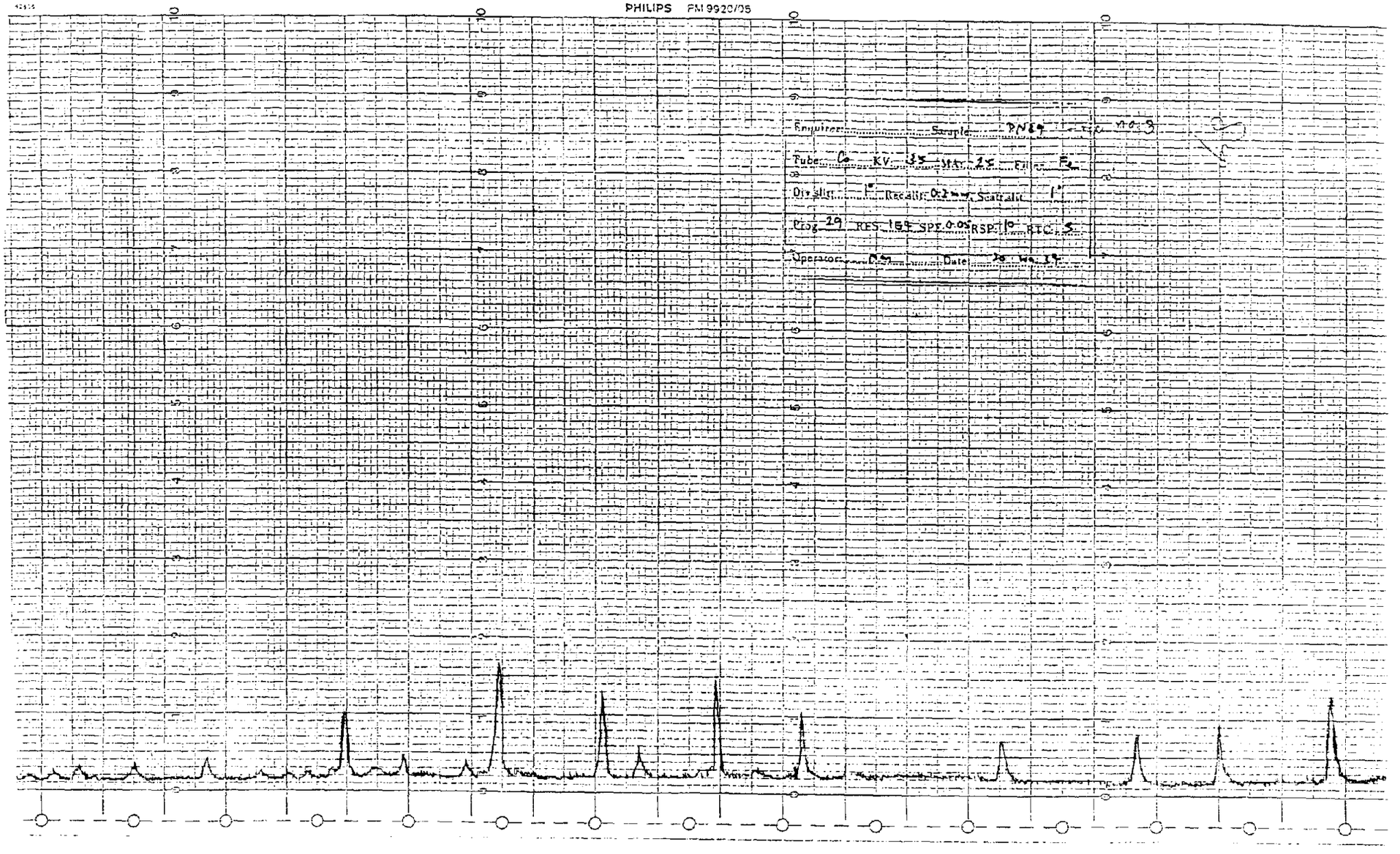
d - spacing		
โซเดียม A ซีโอไลท์	อลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3)	อลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ($Al_2(OH)_3$)
12.3	3.479	4.8486
8.71	2.552	4.3711
7.11	2.379	4.3187
5.51	2.085	3.3590
4.11	1.740	3.3122
3.714	1.601	3.1829
3.417	1.404	2.4658
3.293	1.374	2.4522
2.987	1.239	2.3851
2.626	1.2343	2.0489



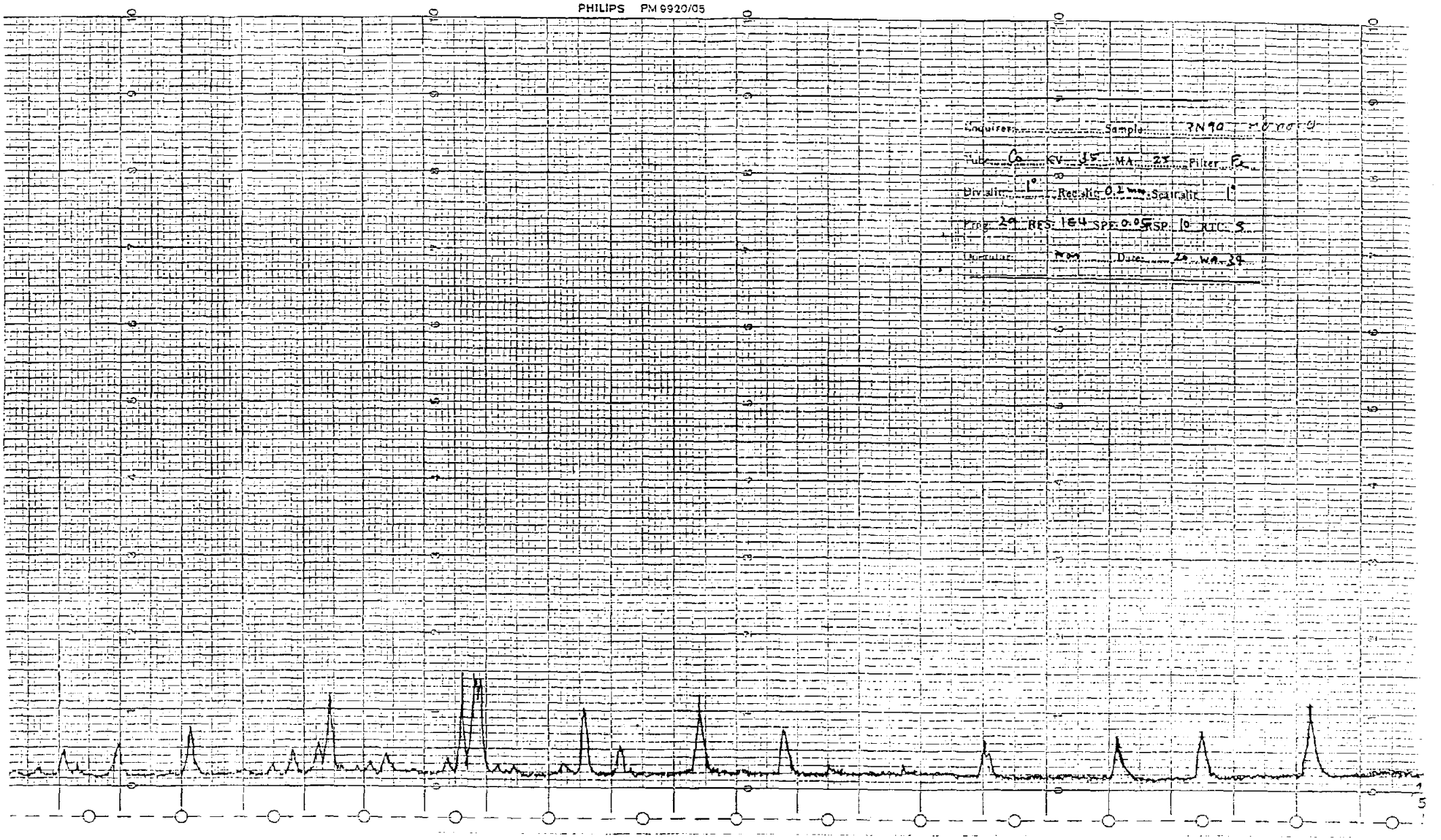
รูปที่ 1 X - Ray diffractogram ของตัวอย่างที่ 1



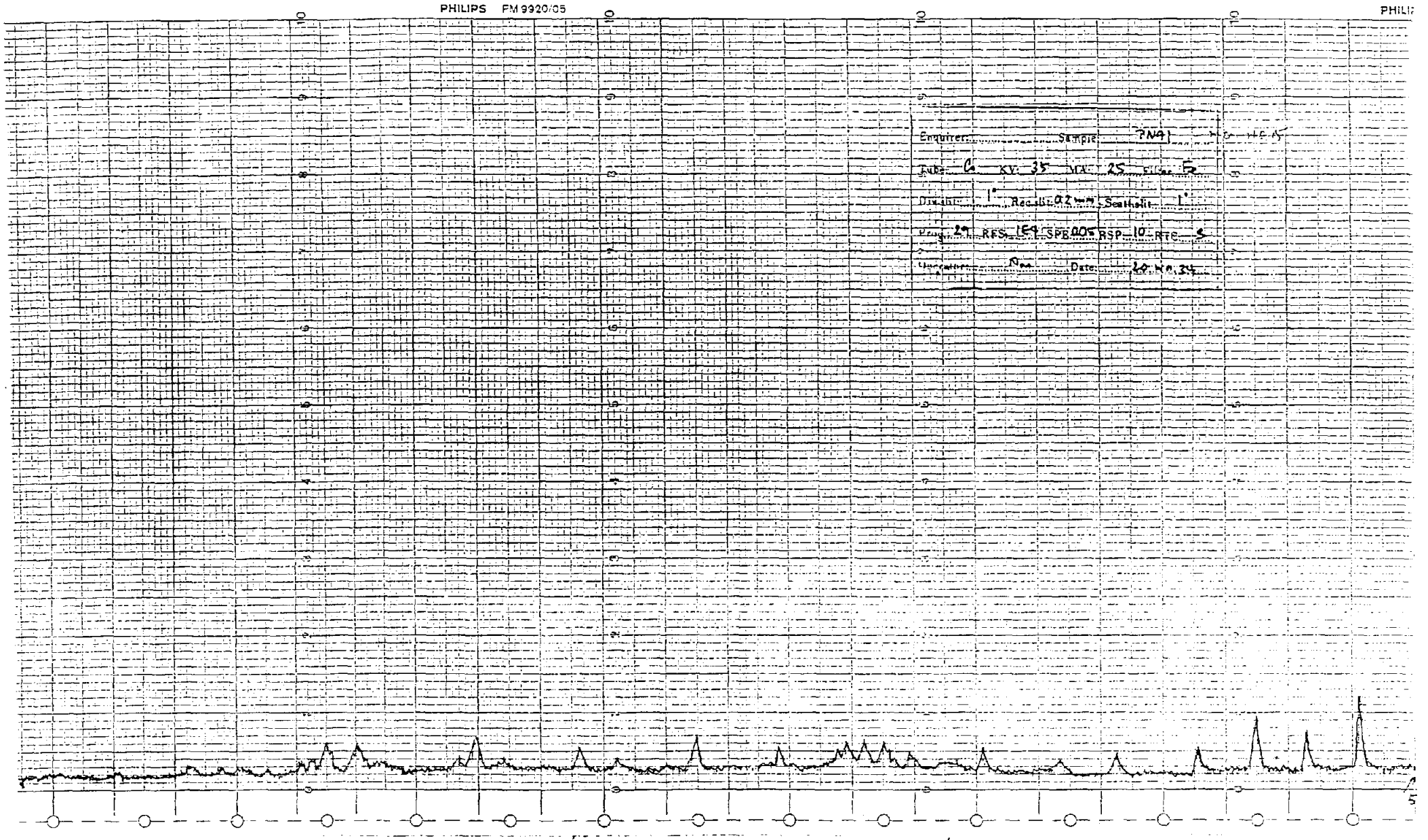
รูปที่ 2 X - Ray diffractogram ของตัวอย่างที่ 2



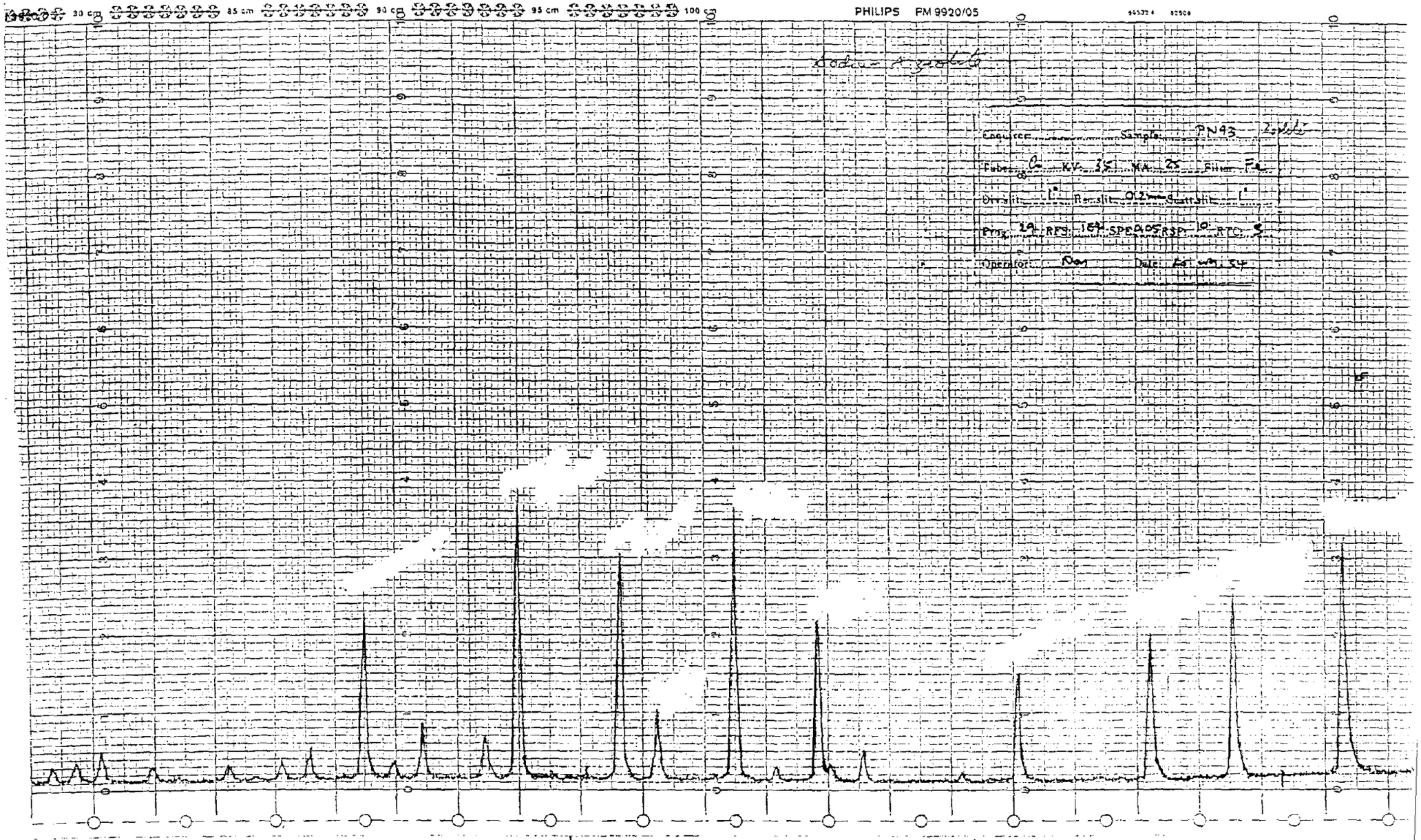
รูปที่ 3 X - Ray diffractogram ของตัวอย่างที่ 3



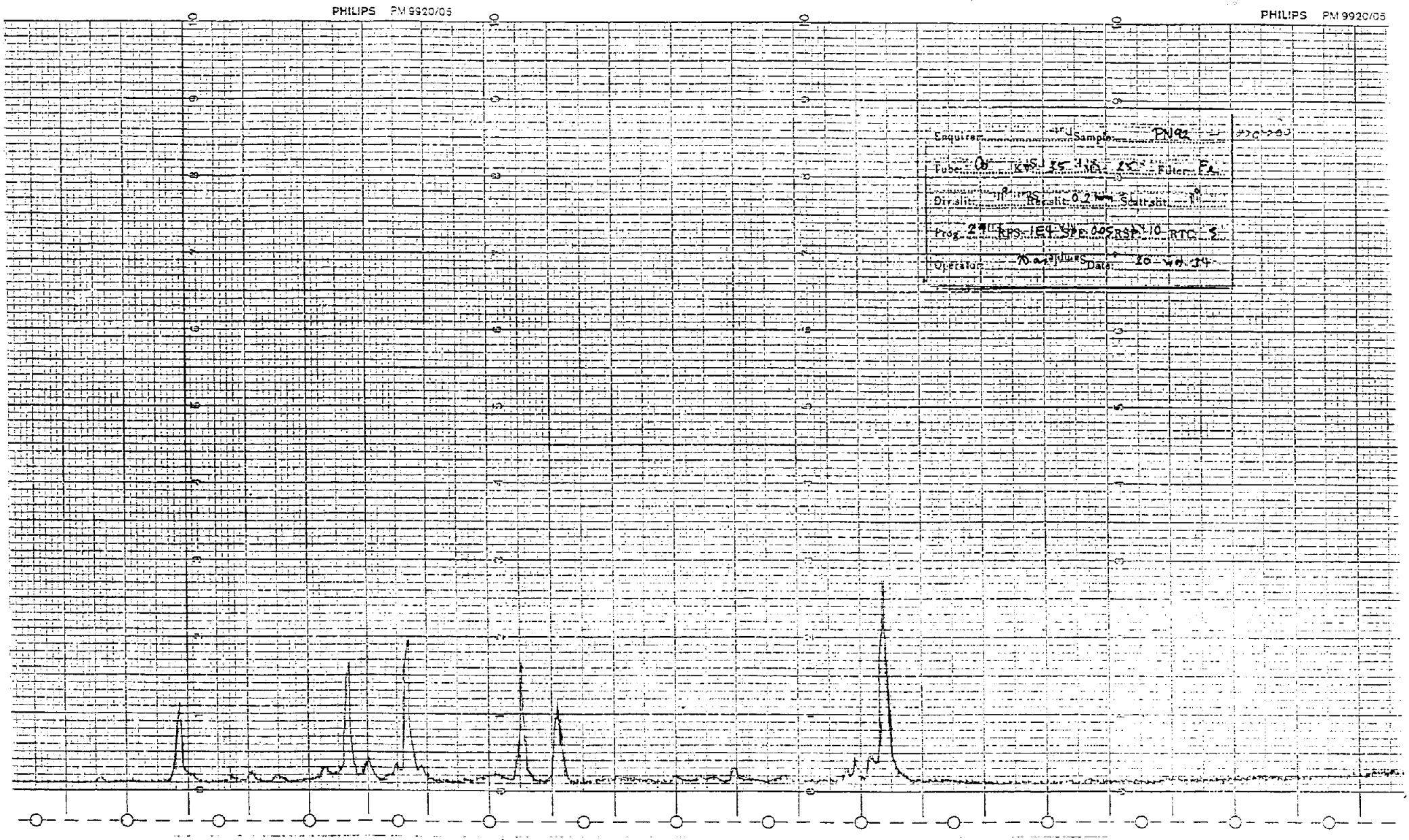
รูปที่ 4 X - Ray diffractogram ของตัวอย่างที่ 4



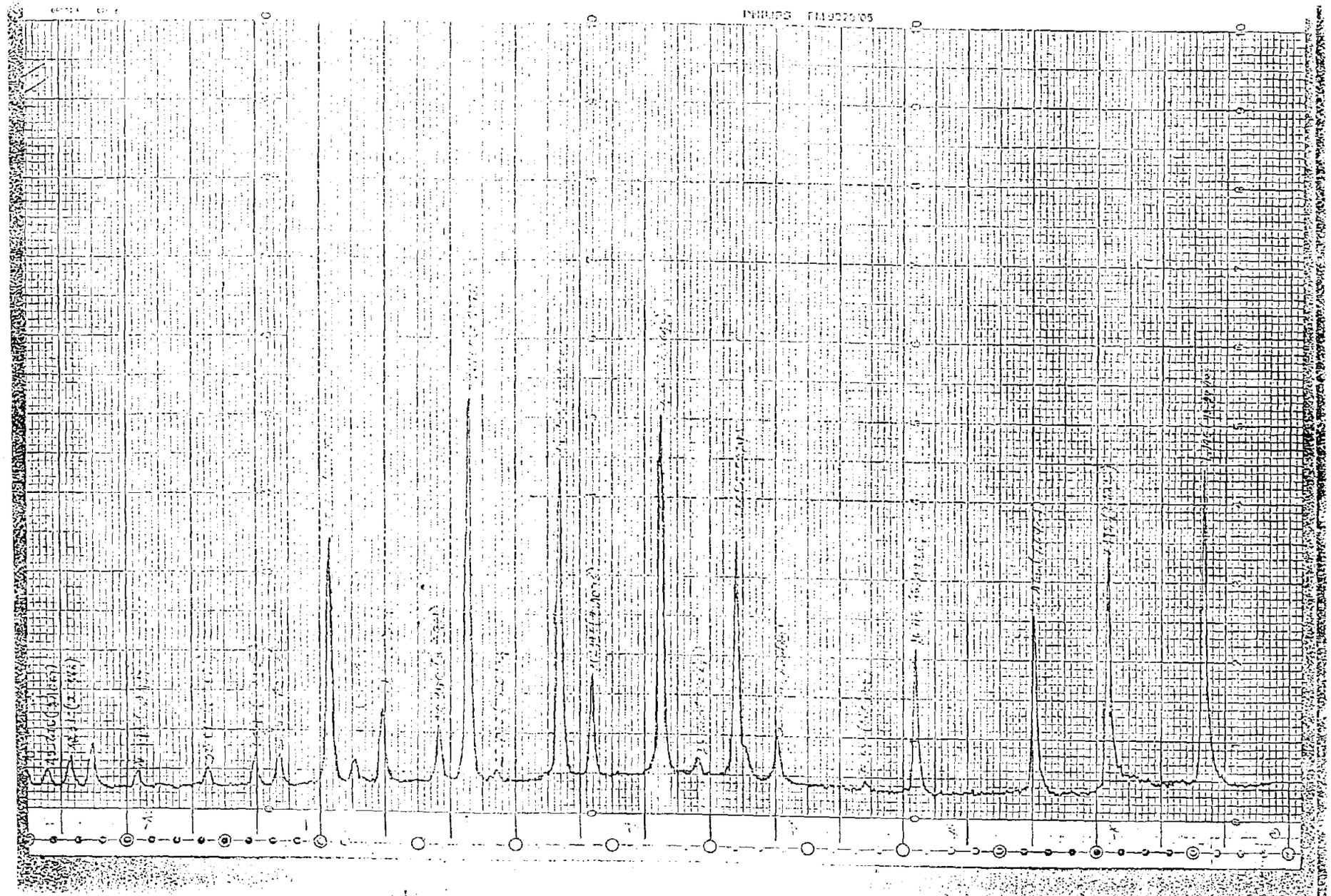
รูปที่ 5 X - Ray diffractogram ของตัวอย่างที่ 5



รูปที่ 6 X - Ray diffractogram ของสารซีโอไลท์



รูปที่ 7 X - Ray diffractogram ของผงซักฟอกอ้างอิง



รูปที่ 8 X - Ray diffractogram ของสารซีโอไลท์ที่แยกได้จากผงซักฟอก