

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

วศ
กม
อว 11

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 7ว.

เรื่องที่ 1

การศึกษาหาค่าประกอบของสารกำจัดเชื้อรา Zinc pyrithione

ผู้ดำเนินการ

นางวารุณี วงศ์พยัค

นักวิทยาศาสตร์ 6ว.

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3

กองเคมี

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยี และสิ่งแวดล้อม

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 7ว.

เรื่องที่ 1

การศึกษาหองค์ประกอบของสารกำจัดเชื้อรา Zinc pyriithione

เลขที่	๐๗
ทพ	๐๖/๑
เลขทะเบียน	๙๙๕๙
วันที่	14 พฤษภ 44

ผู้ดำเนินการ

นางวารุณี วงศ์พยัค

นักวิทยาศาสตร์ 6ว.

ด้วยอธิบดี จาก

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3

กองเคมี

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยี และสิ่งแวดล้อม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

ศึกษาองค์ประกอบของสารกำจัดเชื้อรา Zinc pyrithione โดยการตรวจสอบสมบัติทางฟิสิกส์ ทางเคมี พบว่าตัวอย่างมีน้ำ ในโตรเจน ซัลไฟด์ ซัลเฟต สังกะสี และโซเดียมเป็นองค์ประกอบ การตรวจโดยใช้ Infrared spectroscopy พบว่า ตัวอย่างมีสเปกตรัมคล้าย Zinc pyrithione และอาจมีสารอื่นผสมอยู่ด้วย จึงได้ทำการสกัดแยกโดยใช้ตัวทำละลาย อะซีโตน และน้ำ พบว่าสกัดด้วยอะซีโตนไม่พบสารอื่น สกัดด้วยน้ำพบว่าสารที่ละลายได้ในน้ำมีประมาณร้อยละ 3 และมีอินฟราเรดสเปกตรัมคล้าย Sodium dinaphthyl methane sulfonate เมื่อนำตัวอย่างไปวิเคราะห์หาปริมาณ Zinc pyrithione โดยวิธี Iodometric titration หาปริมาณ Sodium dinaphthyl methane sulfonate โดยวิธีการสกัดด้วยน้ำ แล้วอบให้แห้ง และหาปริมาณน้ำโดยวิธี Dean-Stark จากผลการวิเคราะห์ พบว่าตัวอย่างมีส่วนประกอบดังนี้

Zinc pyrithione	ร้อยละ	48.6
Sodium dinaphthyl methane sulfonate	ประมาณร้อยละ	3
น้ำ	ประมาณร้อยละ	48

และเมื่อทดสอบทางจุลชีววิทยาพบว่าตัวอย่างมีสมบัติเป็น fungicide

สารบัญ

	หน้า
1. บทนำ	i
1.1 คำนำ	1
1.2 ปัญหาและที่มาของการวิเคราะห์	3
1.3 วัตถุประสงค์	3
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ	3
1.5 ระยะเวลาดำเนินการ	3
2. วัสดุ อุปกรณ์ วิธีการ	3
3. ผลการวิเคราะห์	13
4. วิจารณ์	17
5. สรุป	18
6. กิตติกรรมประกาศ	19
7. เอกสารอ้างอิง	20
8. ภาคผนวก	
8.1 สารละลายและวิธีเตรียม	22
8.2 ตารางที่ 1 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญของ Zinc pyrithione	24
8.3 ตารางที่ 2 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญของ Sodium dinaphthyl methane sulfonate	25
8.4 ตารางที่ 3 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญของ Sodium sulfate	26
8.5 ตารางที่ 4 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญของ Zinc oxide	26
8.6 รูปที่ 1 IR-spectrum ของตัวอย่าง	27
8.7 รูปที่ 2 IR-spectrum ของ standard Zinc pyrithione	28
8.8 รูปที่ 3 ก IR-spectrum ของตัวอย่างส่วนที่ละลายในอะซีโตน	29
รูปที่ 3 ข IR-spectrum ของตัวอย่างส่วนที่ไม่ละลายในอะซีโตน	
8.9 รูปที่ 4 IR-spectrum ของตัวอย่างส่วนที่ละลายน้ำ	30
8.10 รูปที่ 5 IR-spectrum ของ standard Sodium dinaphthyl methane sulfonate	31

8.11 รูปที่ 6	IR-spectrum ของ ash	32
8.12 รูปที่ 7	IR-spectrum ของ standard sodium sulfate	33
8.13 รูปที่ 8	IR-spectrum ของ standard Zinc oxide	34

1. บทนำ

1.1 คำนำ

เราอาจจะคุ้นเคยกับสารเคมีชื่อ Zinc pyrithione ที่ใช้เป็นส่วนประกอบสำคัญในแชมพูขจัดรังแค (antidandruff shampoo) แต่หากจะกล่าวถึงชื่อ Tomicide Z-50 อาจจะมีน้อยคนที่รู้จักว่า คือ Zinc pyrithione นั่นเอง

Zinc Pyrithione เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่เป็น aromatic salt มีสูตรโมเลกุลเป็น $C_{10}H_8N_2O_2S_2Zn$ น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 317.7 มีสูตรโครงสร้างดังนี้



Zinc pyrithione (pyrithione Zinc) มีชื่อทางเคมีหลายชื่อ เช่น
Zinc , bis (2-pyridylthio)- , N , N'-dioxide
Bis [1- hydroxy - 2(1H) - pyridinethionato] Zinc
Bis [1-hydroxy - 2 (1H) - pyridinethionato - O,S] - (T-4) - Zinc
2 - Pyridinethiol - 1 - oxide , Zinc salt.

Zinc pyridine - 2 - thiol - 1 - oxide

Zinc 2-pyridinethiol - 1 - oxide เป็นต้น

นอกจากนี้ยังมีชื่อทางการค้าอีกมากมาย เช่น Zinc Omadine ,
Zinc pyrion , Zinc PT , ZnPT , ZPT และ Tomicide Z-50 เป็นต้น

การเตรียม Zinc pyrithione เตรียมได้จากปฏิกิริยาของ Sodium pyrithione กับ Ferrus sulfate

คุณสมบัติของ Zinc pyrithione

Zinc pyrithione ที่ใช้ในการค้าทั่วไป จะมีลักษณะเป็นผง (powder) และของเหลวแขวนลอยในน้ำ (aqueous dispersion) ซึ่งทั้ง 2 ชนิดมีคุณสมบัติทางกายภาพดังนี้

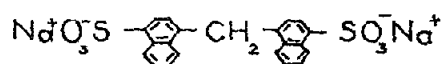
	ชนิด powder	ชนิด 48% dispersion
Molecular weight	317.7	-
Specific gravity (25 ° C)	1.78	-
Density (lb/gal)	-	10.0
Bulk density (g/cm ³)	0.35	-
pH (10% in H ₂ O)	7.3	7.5
Melting point (°C)	240 (d)	-

สำหรับการละลายของ Zinc pyrithione ที่ 25 °C ใน ethanol, isopropanol , propylene glycol เท่ากับ 0.01 , 0.008 , 0.02 % ตามลำดับ ขณะที่ความสามารถในการละลายน้ำได้น้อยมาก 0.0015 %

ประโยชน์ของ Zinc pyrithione

1. เป็นสาร anti-bacterial (ซึ่งสามารถ ต้านแบคทีเรีย *Bacillus subtilis* , *Staphylococcus aureus* , *Escherichia coli* etc) และเป็น fungicide agent (ซึ่งสามารถกำจัดเชื้อรา *Trichopyton mentagrophytes* , *Aspergillus niger* etc) ในเครื่องสำอางและผลิตภัณฑ์ที่ใช้ในห้องน้ำ (toiletary formulation)
2. ใช้เป็น antidandruff agent ในแชมพูสระผม

Sodium dinaphthyl methane sulfonate หรือมีชื่อว่า Dinaphthalene-methane sulfonate sodium salt มีชื่อทางการค้าว่า Geropon RM/77 หรือ Geropon RM/77-D เป็นสารประกอบอินทรีย์ชนิด aromatic salt เป็นของแข็ง มีสูตรโมเลกุลเป็น C₂₁H₁₄S₂O₆Na₂ มีสูตรโครงสร้างดังนี้



มีสมบัติเป็น anionic มีประโยชน์ใช้เป็นสาร dispersant , colloidal protective , stabilizer of natural and synthetic elastomer.

1.2 ปัญหาและที่มาของการวิเคราะห์

กรมวิทยาศาสตร์บริการ ได้รับตัวอย่าง Tomicide Z-50 จากกรมศุลกากร โดยต้องการทราบ องค์ประกอบทางเคมี และตัวอย่าง มีสมบัติเป็น fungicide ใช่หรือไม่ เพื่อนำข้อมูลที่ได้ไปประกอบการพิจารณาจัดเก็บพิกัดอัตราศุลกากร

1.3 วัตถุประสงค์

1.3.1 เพื่อศึกษาพัฒนาและหาแนวทางการวิเคราะห์หาองค์ประกอบของ ตัวอย่าง Tomicide Z-50

1.3.2 เพื่อให้กรมศุลกากรสามารถจัดพิกัดอัตราภาษีนำเข้าสารประกอบ Tomicide Z- 50 ได้อย่างถูกต้อง

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

1.4.1 ได้วิธีการวิเคราะห์ทดสอบตัวอย่าง Tomicide Z-50

1.4.2 สามารถนำข้อมูลที่ได้ไปประกอบการพิจารณาจัดเก็บภาษีอัตรา ศุลกากร

1.4.3 นำหลักการและวิธีการนี้ไปใช้เป็นแนวทางสำหรับวิเคราะห์ ทดสอบตัวอย่างอื่นๆ ต่อไป

1.5 ระยะเวลาดำเนินการ

11 พฤศจิกายน 2531 - 10 กุมภาพันธ์ 2532 รวม 3 เดือน

2. วัสดุ อุปกรณ์ วิธีการ

2.1 วัสดุ อุปกรณ์

- เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Infrared spectrophotometer)
รุ่น 1720 ยี่ห้อ Perkin Elmer จากประเทศอังกฤษ
- เครื่องชั่งไฟฟ้า (Analytical balance)
- ตู้อบความร้อน (oven)

- เครื่องอังไอน้ำ (water bath)
- แผ่นให้ความร้อน (Hot plate)
- เครื่อง ultracentrifuge
- ลวดทองแดง(copper wire)
- ลวดแพลตินัม (platinum wire)
- เครื่องแก้วสำหรับใช้ในห้องปฏิบัติการ
- เครื่องกลั่นหาปริมาณน้ำ (Dean - Stark Apparatus)
- กระดาษกรอง
- กระดาษลิตมัส

2.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- สารละลายแอมโมเนีย (ammonia solution) ชนิด laboratory grade
- อะซีโตน (acetone) ชนิด purified commercial grade
- เอทานอล (ethanol) ชนิด purified commercial grade
- แบเรียมคลอไรด์ (barium chloride) ชนิด reagent grade
- แบเรียมไฮดรอกไซด์ (barium hydroxide) ชนิด reagent grade
- กรดซิตริก (citric acid) ชนิด reagent grade
- คลอโรฟอร์ม (chloroform) ชนิด purified commercial grade
- กอปเปอร์ซัลเฟต (copper sulfate anhydrous) ชนิด reagent grade
- เฟอรัสซัลเฟต (ferrous sulphate) ชนิด reagent grade
- กรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid) เข้มข้น 36% ชนิด reagent grade
- ไอโอดีน (Iodine) ชนิด laboratory grade
- เลดอะซิเตต (lead acetate)ชนิด reagent grade
- เมอร์คิวรี (II) ไอโอไดด์ (mercury(II) iodide)ชนิด reagent grade
- กรดโมลิบดีก (molybdcic acid) ชนิด reagent grade
- กรดไนตริก (nitric acid) ชนิด reagent grade
- ปีโตรเลียมอีเธอร์ (petroleum ether) ชนิด purified commercial grade

- โพแทสเซียมโบรไมด์ (potassium bromide) ชนิด reagent grade
- โพแทสเซียมไอโอไดด์ (potassium iodide) ชนิด reagent grade
- โพแทสเซียมเฟอร์โรไซยาไนด์ (potassium ferrocyanide) ชนิด reagent grade
- ควิโนลีน (synthetic quinoline) ชนิด reagent grade
- ซิลเวอร์ไนเตรต (silver nitrate) ชนิด reagent grade
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide) ชนิด reagent grade
- กรดซัลฟูริก (sulphuric acid) เข้มข้น ชนิด reagent grade
- โซดาไลม์ (sodalime) ชนิด reagent grade
- โทลูอีน (toluene) ชนิด purified commercial grade

2.3 รายละเอียดตัวอย่าง

ชื่อตัวอย่าง	Tomicide Z-50
หมายเลขปฏิบัติการ	NZ 304
ลักษณะตัวอย่าง	เป็นของเหลวชั้นสีครีม

2.4 วิธีการ

ดำเนินการวิเคราะห์เป็น 2 ขั้นตอนดังนี้

1. การวิเคราะห์ทางเคมี (Chemical Analysis)

1.1 การวิเคราะห์โดยคุณภาพ (Qualitative Analysis)

1.2 การวิเคราะห์โดยปริมาณ (Quantitative Analysis)

2. การวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ (Instrumental Analysis)

2.4.1 การวิเคราะห์โดยคุณภาพ (Qualitative Analysis)

2.4.1.1 การทดสอบการละลาย (solubility test)

นำตัวอย่างที่แห้งแล้วประมาณ 20 มิลลิกรัม ใส่ในหลอดทดสอบ แล้วเติมน้ำกลั่น 1 มิลลิลิตรพร้อมเขย่าให้เข้ากัน สังเกตผลที่เกิดขึ้น นำตัวอย่างที่แห้งแล้วทดลองในตัวทำละลายอื่นๆ ได้แก่ ปีโตรเลียมอีเธอร์ คลอโรฟอร์ม อะซีโตน และเอทานอล ตามลำดับ สังเกตผลที่เกิดขึ้น

2.4.1.2 การทดสอบการเผาไหม้

ใส่ตัวอย่างที่แห้งแล้วประมาณ 1 กรัม ลงบนฝาครุชชีเบิล ชนิดพอร์ซเลนและนำไปให้ความร้อนบน open flame ของ ตะเกียงเบนเซน สังเกตดูการเปลี่ยนแปลงของตัวอย่างว่ามีการติดไฟได้หรือไม่ มีเปลวไฟสีอะไร มีเขม่าเกิดขึ้นหรือไม่ และมีเถ้าเหลืออยู่หลังการเผาไหม้หรือไม่

เถ้าที่เหลือหลังการเผาไหม้นำมาทดลองต่อ(ข้อ 2.4.1.7-2.4.1.13)

2.4.1.3 การทดสอบน้ำ

นำตัวอย่างประมาณ 20 มิลลิกรัมใส่ในหลอดทดสอบ และเติม anhydrous copper sulfate ลงไปประมาณ 10 มก. สังเกตผลที่เกิดขึ้น ถ้าเกิดสารสีน้ำเงินเข้ม แสดงว่าของเหลวนั้นมีน้ำผสมอยู่

2.4.1.4 การทดสอบใน ไครเจน

นำตัวอย่างประมาณ 20 มิลลิกรัมใส่ลงในหลอดทดสอบ และเติม โซดาไลม์ (sodalime) ลงไปให้มากหน่อย หลังจากนั้นนำไปให้ความร้อนและอังปากหลอดทดสอบด้วยกระดาษลิตมัส ที่มี pH 1-14 สังเกตผลที่เกิดขึ้น ถ้ามีการเปลี่ยนสีของกระดาษลิตมัสจากสีเหลืองเป็นสีน้ำเงิน แสดงว่ามีไนโตรเจน

2.4.1.5 การทดสอบฮาโลเจน (Beilstein's test)

การทดสอบนี้จะใช้ตรวจสอบสารอินทรีย์ที่มีองค์ประกอบของฮาโลเจน คือ Cl, Br และ I ในสารประกอบเฮไลด์ (halides) และเกลือเฮไลด์ของแอมโมเนียมหรือเอมีน (halide salts) โดยการเผาสารอินทรีย์ที่ส่งสัยกับหลอดทองแดงบนตะเกียงเบนเซน ถ้ามีฮาโลเจนเป็นส่วนประกอบจะเกิดการแตกตัวและรวมตัวกับโลหะทองแดง เกิดเป็นเกลือเฮไลด์ของทองแดงซึ่งให้เปลวไฟสีเขียว

นำลวดทองแดงยาวประมาณ 5-6 นิ้วมาขดให้ปลายข้างหนึ่งเป็นห่วงมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 2-3 มิลลิเมตร ปลายอีกข้างหนึ่งเสียบในจุกคอร์กหรือมีพลาสติกหุ้มอยู่ซึ่งใช้เป็นที่จับเผาผลาญทองแดงให้ร้อนแดงโดยใช้ตะเกียงก๊าซในส่วนที่ร้อนที่สุด (ขอบนอกของเปลวไฟสีน้ำเงิน) จนกระทั่งเปลวไฟสีเขียวจางหายไป ปลดปล่อยให้ลวดเย็นลงและนำห่วงไปจุ่มในสารตัวอย่าง จากนั้นนำไปเผาไฟอีกครั้ง สังเกตผลที่เกิดขึ้น ถ้ามีเปลวไฟสีเขียวเกิดขึ้นแสดงว่ามีฮาโลเจน

2.4.1.6 การทดสอบ โซเดียม (Sodium test)

ใช้ลวดแพลตินัม (platinum wire) จุ่มลงในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นและนำไปเผาบนตะเกียงก๊าซตรงส่วนที่ร้อนที่สุด (ขอบนอกของเปลวไฟสีน้ำเงิน) ทำซ้ำหลายครั้งจนกระทั่งเปลวไฟสีเหลืองได้จางหายไป จากนั้นนำลวดแพลตินัมจุ่มลงในสารละลายของตัวอย่างที่เตรียมไว้ นำไปเผาบนตะเกียงก๊าซอีกครั้งหนึ่ง สังเกตผลที่เกิดขึ้น ถ้ามีเปลวไฟสีเหลืองจ้าเกิดขึ้นซึ่งไม่สามารถมองเห็นได้โดยการมองเห็นผ่านตะลูดกระจกโคบอลต์ แสดงว่ามีโซเดียมไอออน

นำตัวอย่างที่เผาแล้ว (ash จากข้อ 2.4.1.2) มาทำการทดลองดังนี้

2.4.1.7 การทดสอบซัลไฟด์ (S^{2-})

นำตัวอย่าง ประมาณ 20 มิลลิกรัมใส่ลงในหลอดทดสอบเติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเจือจางลงไป จนกระทั่งสารละลายมีฤทธิ์เป็นกรด อังปากหลอดทดสอบด้วยกระดาษกรองที่ชุบเลดอะซิเตต หลังจากนั้นนำไปต้ม สังเกตผลที่เกิดขึ้น ถ้าเกิดสีน้ำตาลเป็นเงากับกระดาษกรองที่ชุบด้วยเลดอะซิเตตที่นำมาอัง แสดงว่ามีซัลไฟด์ไอออน

2.4.1.8 การทดสอบซัลเฟตไอออน (Sulphate test)

นำตัวอย่าง ประมาณ 20 มิลลิกรัม ใส่ลงในหลอดทดสอบ
เติม 6N HCl 2 มิลลิลิตร จนกระทั่งตัวอย่างละลายจนหมด หลัง
จากนั้นเติมสารละลาย 10% ของแบเรียมคลอไรด์ 2 หยด สังเกต
ผลที่เกิดขึ้น ถ้าได้ตะกอนขาวเกิดขึ้น แสดงว่า มีซัลเฟตไอออน

2.4.1.9 การทดสอบฟอสเฟตไอออน (Phosphate test)

นำตัวอย่างประมาณ 20 มิลลิกรัม ใส่ลงในหลอดทดสอบ
เติม 6N HNO₃ 2 มิลลิลิตร และเขย่าจนกระทั่งตัวอย่างละลายจน
หมด หลังจากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปต้มในน้ำเดือด 2 นาที
เติมสารละลายซิงค์ริทโมลีนบด 1 มิลลิลิตร ต้มในน้ำเดือดอีก 1
นาที เติมสารละลาย ควินไนลิเนียมคลอไรด์ 1 มิลลิลิตร
สังเกตผลที่เกิดขึ้น ถ้าเกิดตะกอนสีเหลือง แสดงว่ามีฟอสเฟต
ไอออน

2.4.1.10 การทดสอบคาร์บอเนตไอออน

นำตัวอย่าง ประมาณ 20 มิลลิกรัม ใส่ในหลอดทดสอบ ใส่
6N HCl ให้มากเกินพอ แล้วผ่านแก๊สที่เกิดขึ้นลงในสารละลาย
แบเรียมไฮดรอกไซด์ สังเกตผลที่เกิดขึ้น ถ้าเกิดตะกอนสีขาว
แสดงว่ามีคาร์บอเนตไอออน

2.4.1.11 การทดสอบไนเตรตไอออน (Nitrate test)

นำตัวอย่าง ประมาณ 20 มิลลิกรัม ใส่ในหลอดทดสอบ
เติมน้ำกลั่น 2 มิลลิลิตร เขย่าจนกระทั่งตัวอย่างละลายจนหมด
เติมสารละลาย FeSO₄ 1 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันเอียงหลอดค่อยๆ
ริน conc.H₂SO₄ ลงไปข้างๆหลอดประมาณ 1 มิลลิลิตร สังเกต
ผลที่เกิดขึ้น สารละลายจะแยกเป็น 2 ชั้น ถ้าเห็นวงแหวนสี
น้ำตาลเกิดขึ้นระหว่างชั้นของเหลวทั้งสอง แสดงว่ามี
ไนเตรตไอออน

2.4.1.12 การทดสอบคลอไรด์ไอออน (Chloride test)

นำตัวอย่าง ประมาณ 20 มิลลิกรัม ใส่ลงในหลอดทดสอบ
เติม 6N HNO₃ 2 มิลลิลิตร และเขย่าจนกระทั่งตัวอย่างละลายจน

หมด ต้มไล่ S^{2-} ออกให้หมด หลังจากนั้นนำสารละลายที่ได้มา
เติมด้วยสารละลาย 10% ของ

ซิลเวอร์ไนเตรด 2-3 หยด สังเกตผลที่เกิดขึ้น ถ้ามีตะกอนขาว
เกิดขึ้นและสามารถละลายได้ในสารละลายแอมโมเนียเจือจางได้
หมด แสดงว่ามีคลอไรด์ไอออน

2.4.1.13 การทดสอบสังกะสี

นำตัวอย่าง ประมาณ 20 มิลลิกรัม ใส่ลงในหลอดทดสอบ
เติม 6N HCl 2 มิลลิลิตรและเขย่าจนกระทั่งตัวอย่างละลายจน
หมด หลังจากนั้นนำสารละลายที่ได้มาเติมด้วยสาร
ละลาย 0.025M ของ potassium hexacyano-ferrate (II)
trihydrate, $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$ สังเกตผลที่เกิดขึ้น ถ้าได้ตะกอน
สีขาวเกิดขึ้น แสดงว่ามีสังกะสีไอออน

2.4.1.14 การสกัดตัวอย่างด้วยอะซีโตน

1. นำตัวอย่างส่วนที่ไม่ระเหยประมาณ 1 กรัม ใส่ลงใน
บีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ละลายด้วยอะซีโตน 10 มิลลิลิตร
3. กรองด้วยกระดาษกรอง
4. ล้างตะกอนด้วยอะซีโตนหลายๆครั้ง
5. นำสารละลายที่สกัดได้ และส่วนที่เหลือจากการสกัด
มาทำให้แห้ง นำไปพิสูจน์โครงสร้างต่อไป

2.4.1.15 การทดสอบสมบัติในการกำจัดเชื้อรา

1. นำกระดาษกรองกลม (Antibiotic Test Paper) ขนาด
เส้นผ่าศูนย์กลาง 6 มิลลิเมตร ซึ่งชุบตัวอย่างที่จะทดสอบและไม่
ชุบตัวอย่างวางบน Potato dextrose agar ซึ่งเพาะเชื้อรา โดยวิธี
เกลี่ยเชื้อลงบนผิวหน้าของอาหารเลี้ยงเชื้อให้ทั่ว

2. แล้วนำไปอบเพาะเชื้อที่ อุณหภูมิ 35-37 °C เป็นเวลา
5 วัน สังเกตผลที่เกิดขึ้น

ถ้าตัวอย่างที่ใช้ทดสอบมีสมบัติในการกำจัดเชื้อราหรือสามารถทำลายเชื้อราที่ใช้ทดลองได้ เชื้อรานั้นจะไม่สามารถเจริญบนกระดาษกรองที่ชุบตัวอย่าง หรือเกิดส่วนใส (clear zone) ขึ้นโดยรอบ ส่วนกระดาษกรองที่ไม่ได้ชุบตัวอย่าง เชื้อราที่ใช้ทดสอบจะเจริญขึ้นบนกระดาษกรองได้ หรือไม่เกิดส่วนใสรอบกระดาษกรอง

2.4.2 การวิเคราะห์โดยปริมาณ (Quantitative Analysis)

2.4.2.1 การวิเคราะห์หาปริมาณน้ำโดยวิธี Dean - Stark

1. ชั่งตัวอย่างประมาณ 10 กรัมให้อ่านค่าละเอียดถึง 1 มิลลิกรัม ใส่ลงในขวดแก้วกันกลมสำหรับกลั่นขนาด 250 มิลลิลิตร
2. เติมโทลูอีน (toluene) 100 มิลลิลิตร ลงในขวดกลั่นพร้อมทั้งใส่ลูกบิดแก้ว (anti-bumping granule) 2-3 ชิ้น นำขวดกลั่นไปต่อกับ receiver tube และต่อกับเครื่องควบแน่นของเครื่องกลั่น
3. ให้ความร้อนกับขวดกลั่นจนกระทั่ง โทลูอีนเริ่มเดือด และมีของเหลวกลั่นตัวออกมาพร้อมน้ำในตัวอย่างไหลลงไปที่ตัวรองรับ (receiver) น้ำและโทลูอีนจะแยกตัวออกจากกัน เนื่องจากน้ำเป็น polar และมี ค.พ.มากกว่าโทลูอีนซึ่งเป็นสารอินทรีย์ (non polar) น้ำจึงอยู่ส่วนล่างของตัวรองรับ (receiver)
4. กลั่นจนกระทั่งปริมาณน้ำที่กลั่นได้ ไม่เพิ่มขึ้นอีก

$$\% \text{น้ำ} = \frac{\text{ปริมาตรน้ำที่กลั่นได้ (มิลลิลิตร)} \times 100}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)}}$$

2.4.2.2 การวิเคราะห์ปริมาณสารไม่ระเหย (Non volatile matter)

1. ชั่งตัวอย่างประมาณ 2-3 กรัม โดยอ่านค่าได้ละเอียดถึง 1 มิลลิกรัม ใส่ลงใน Porcelain basin หรือ Aluminium foil basin
2. ระบายบนเครื่องอังไอน้ำจนแห้ง
3. อบในตู้อบที่มีอุณหภูมิ 100 ± 5 °C จนน้ำหนักคงที่
4. ใส่ใน Desiccator ทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ชั่งน้ำหนัก

5. คำนวณจากสูตร

ปริมาณสารที่ไม่ระเหยร้อยละ = $\frac{(A - B) \times 100}{W}$

W

A = น้ำหนักตัวอย่าง + น้ำหนัก Basin หลังอบ (กรัม)

B = น้ำหนัก Basin (กรัม)

W = น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)

2.4.2.3 การวิเคราะห์หาปริมาณ Zinc pyrithione

1. ชั่งตัวอย่างประมาณ 2 กรัม ให้อ่านค่าละเอียดถึง 1 มิลลิกรัม ใส่ลงในขวดไอโอดีนขนาด 500 มิลลิลิตร
2. เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 20 มิลลิลิตร แกว่งเบาๆจนได้สารละลายเนื้อเดียวกัน เติมน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร
3. นำไปไทเตรตด้วยสารละลายไอโอดีนความเข้มข้น 0.1N ขณะไทเตรตให้แกว่งขวดตลอดเวลาหรืออาจใช้แท่งคนแม่เหล็ก เมื่อใกล้ถึงจุดยุติให้เติมสารละลายแป้ง 3 มิลลิลิตร แล้วไทเตรตต่อไปจนถึงจุดยุติซึ่งจะได้สีน้ำเงินคงอยู่นานหลายนาที
4. ทำแบลคก์ (blank) โดยทำเช่นเดียวกับตัวอย่างแต่ไม่ต้องใส่ตัวอย่าง

การคำนวณ

ซิงค์ไพริไทโอนร้อยละ โดยน้ำหนัก = $\frac{(A - B) \times N \times F \times 100}{1000 W}$

A = ปริมาณสารละลายมาตรฐานไอโอดีนที่ใช้ไทเตรตกับตัวอย่าง (มิลลิลิตร)

B = ปริมาณสารละลายมาตรฐานไอโอดีนที่ใช้ไทเตรต blank (มิลลิลิตร)

N = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่ใช้ไทเตรต (นอร์มอล)

F = ค่ากรัมสมมูลของ Zinc pyrithione (158.8)

W = น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)

2.4.2.4 การวิเคราะห์หาปริมาณสารที่ละลายน้ำ

1. ชั่งตัวอย่าง 1 กรัม โดยอ่านค่าได้ละเอียดถึง 1 มิลลิกรัม ใส่ลงในหลอด centrifuge
2. ละลายตัวอย่างด้วยน้ำกลั่น 10 มิลลิลิตร คนของผสมนี้ด้วยไม้แก้ว เพื่อให้ผสมกันอย่างสม่ำเสมอ
3. นำหลอดเข้าเครื่องเหวี่ยงให้ตะกอนนอนกัน
4. แยกน้ำใสตอนบนในหลอดออก โดยการรินหรือดูดด้วย capillary dropper
5. ทำซ้ำ(ข้อ2ถึงข้อ4) อย่างน้อยอีกหนึ่งหรือสองครั้ง
6. นำน้ำใสที่ได้ไประเหยบนเครื่องอังไอน้ำจนแห้ง
7. อบในตู้อบที่อุณหภูมิ $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$ จนน้ำหนักคงที่
8. ทิ้งไว้ให้เย็นในเคซิเคเตอร์และชั่ง ดังนั้นปริมาณของสารที่ละลายได้ในน้ำสามารถคำนวณได้จากสูตร

$$\text{สารที่ละลายได้ในน้ำ, ร้อยละ} = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

เมื่อ m_1 คือน้ำหนักของส่วนที่เหลือจากการระเหยเป็นกรัม

m_0 คือน้ำหนักของตัวอย่างเป็นกรัม

2.4.3 การวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ (Instrumental Analysis)

การวิเคราะห์ โครงสร้าง ด้วยเครื่องมือ Infrared Spectrophotometer เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาทางธรรมชาติทางเคมีของสาร โดยอาศัยรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่น 0.8 - 200 μm หรือรังสีที่มีเลขคลื่น 12500 - 50 cm^{-1} แต่ที่ใช้ศึกษาตัวอย่างใช้ mid IR ซึ่งมีเลขคลื่นอยู่ในช่วง 4000 - 400 cm^{-1}

หลักการ

โมเลกุลของสารใดๆ ประกอบด้วยอะตอมมายึดเกาะจับกันเข้าด้วยสิ่งที่เรียกว่า พันธะเคมี อะตอมเหล่านี้มิได้อยู่นิ่งแต่จะมีการเคลื่อนไหว หรือสั่นตลอดเวลา การสั่นแบบยืดและงอของแต่ละพันธะนี้ จะมี

ค่าความถี่โดยเฉพาะ เมื่อโมเลกุลได้รับรังสี IR ที่มีความถี่ตรงกับการสั่นของพันธะใด ก็จะถูกคลื่นรังสีที่มีความถี่นั้น

นำสารที่ไม่ระเหย สารที่ละลายในอะซิโตน สารที่ไม่ละลายในอะซิโตน สารที่ละลายน้ำ และถ้ำ มาวิเคราะห์ IR ดังนี้

วิธีวิเคราะห์

นำสารตัวอย่าง 2 มิลลิกรัม ผสมกับโปคัลเซียมโบรไมด์ที่อบแห้งแล้ว 100 มิลลิกรัม บดให้ละเอียด และนำไปอัดเม็ดให้เป็น KBr disc โดยใช้เครื่องอัดเม็ด จากนั้นนำ KBr disc ที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมโดยใช้เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ และแปลผลสเปกตรัมที่ได้

3. ผลการวิเคราะห์

3.1 ผลการตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยคุณภาพ

พบน้ำ , ใน โครเจน , ซัลไฟด์ , ซัลเฟต , สังกะสี และ โซเดียม

3.2 ผลการตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยปริมาณ

Zinc pyrithione	ร้อยละ	48.6
Sodium dinaphthyl methane sulfonate	ประมาณร้อยละ	3
น้ำ	ประมาณร้อยละ	48

3.3 ผลการตรวจพิสูจน์โครงสร้างด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

3.3.1 ยืนยันการดูดกลืนแสงที่สำคัญของ Zinc pyrithione (แสดงอยู่ในตารางที่ 1)

3.3.2 ยืนยันการดูดกลืนแสงที่สำคัญของ Sodium dinaphthyl methane sulfonate (แสดงอยู่ในตารางที่ 2)

3.3.3 ยืนยันการดูดกลืนแสงที่สำคัญของ Sodium sulfate (แสดงอยู่ในตารางที่ 3)

3.3.4 ยืนยันการดูดกลืนแสงที่สำคัญของ Zinc Oxide (แสดงอยู่ในตารางที่ 4)

รายละเอียดผลการวิเคราะห์

1. ตัวอย่างมีลักษณะเป็นของเหลวขุ่น สีครีม

- ผลการวิเคราะห์ด้วยอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ได้ IR spectrum (รูปที่ 1) มีลักษณะคล้าย Zinc pyrithione (รูปที่ 2) มีย่านการดูดกลืนแสงตามตารางที่ 1

- ตัวอย่างนำมาหาปริมาณ Zinc pyrithione โดยวิธี iodometric titration ได้ร้อยละ 48.6

5. ตัวอย่างส่วนที่ไม่ระเหยนามาสกัดด้วยอะซิโตน มีส่วนที่ละลายได้ในอะซิโตนเล็กน้อย แต่ส่วนใหญ่จะไม่ละลายในอะซิโตน ได้ผลการวิเคราะห์ดังนี้

5.1 ส่วนที่สกัดได้ในอะซิโตน นำมาระเหยแห้งแล้วอบที่ 100 ± 5 องศาเซลเซียส มีลักษณะเป็นผงสีเหลืองเป็นเงา มีอินฟราเรดสเปกตรัม (รูปที่ 3ก) คล้าย Zinc pyrithione (รูปที่ 2) มีย่านการดูดกลืนแสงตามตารางที่ 1

5.2 ส่วนที่เหลือจากการสกัดด้วยอะซิโตนมีลักษณะเป็นผงสีขาว มีอินฟราเรดสเปกตรัม (รูปที่ 3ข) คล้าย Zinc pyrithione (รูปที่ 2) มีย่านการดูดกลืนแสงตามตารางที่ 1

6. ตัวอย่างส่วนที่ไม่ระเหยนามาสกัดด้วยน้ำได้ผลการวิเคราะห์ดังนี้

- ส่วนที่สกัดได้ในน้ำ นำมาระเหยแห้ง แล้วอบที่ 100 ± 5 องศาเซลเซียส มีลักษณะเป็นของแข็งสีน้ำตาลคิดเป็นร้อยละ 3

- ผลการวิเคราะห์ด้วยอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ได้ IR spectrum (รูปที่ 4) มีลักษณะคล้าย Sodium dinaphthyl methane sulfonate (รูปที่ 5) มีย่านการดูดกลืนแสงตามตารางที่ 2

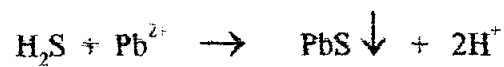
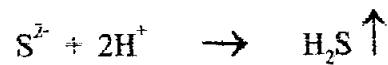
7. ตัวอย่างส่วนที่เป็น ash นำมาวิเคราะห์ต่อ ได้ผลการวิเคราะห์ดังนี้

- ash ไม่ละลายน้ำ แต่ละลายใน 6N HCl ได้กลิ่น H_2S

- ash นำมาวิเคราะห์ทางเคมีคุณภาพเพื่อหาธาตุ ชัลไฟด์ ชัลเฟต ฟอสเฟต คาร์บอนเนต ไนเตรต คลอไรด์ สังกะสี และโซเดียม ที่อาจเป็นองค์ประกอบในสารตัวอย่าง ได้ผลดังนี้

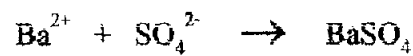
__เกิดสีน้ำตาลเป็นเงากับกระดาษกรองที่ชุบด้วยเลดอะซิเตต แสดงว่าตัวอย่างมีชัลไฟด์เป็นองค์ประกอบ

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังนี้



- เกิดตะกอนสีขาว แสดงว่าตัวอย่างมีซัลเฟตเป็นองค์ประกอบ

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังนี้



ตะกอนสีขาว

- ไม่เกิดตะกอนสีเหลือง แสดงว่าตัวอย่างไม่มีฟอสเฟตเป็นองค์ประกอบ

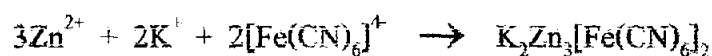
- ไม่เกิดตะกอนสีขาว แสดงว่าตัวอย่างไม่มีคาร์บอเนตเป็นองค์ประกอบ

- ไม่เกิดวงแหวนสีน้ำตาล แสดงว่าตัวอย่างไม่มีไนเตรตเป็นองค์ประกอบ

- ไม่เกิดตะกอนสีขาวซึ่งละลายได้ในสารละลายแอมโมเนียเจือจาง แสดงว่าตัวอย่างไม่มีคลอไรด์เป็นองค์ประกอบ

- เกิดตะกอนสีขาว แสดงว่าตัวอย่างมีสังกะสีเป็นองค์ประกอบ

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังนี้



ตะกอนขาว

- เกิดเปลวไฟสีเหลืองจางซึ่งไม่สามารถมองเห็นได้โดยการมองผ่านตะลุดกระจกโคบอลต์ แสดงว่าตัวอย่างมีโซเดียมเป็นองค์ประกอบ เนื่องจากสารประกอบที่มีโซเดียม เมื่อเผากับ platinum wire จะเกิดเปลวไฟสีเหลืองจางซึ่งไม่สามารถมองเห็นได้โดยการมองผ่านตะลุดกระจกโคบอลต์

- ผลการวิเคราะห์ด้วยอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ได้ IR spectrum (รูปที่ 6) มีลักษณะคล้าย Sodium sulfate (รูปที่ 7) และ Zinc oxide (รูปที่ 8) ผสมกัน มีย่านการดูดกลืนแสงตามตารางที่ 3, 4

8. ผลการทดสอบสมบัติในการกำจัดเชื้อรา เชื้อราไม่สามารถเจริญบนกระดาษกรองที่ชุบตัวอย่างหรือเกิดส่วนใส (clear zone) ขึ้นโดยรอบกระดาษกรองที่ชุบตัวอย่าง

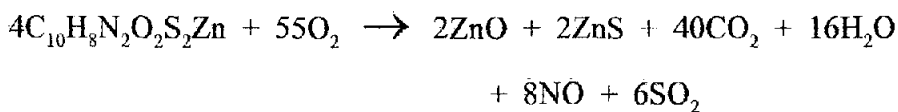
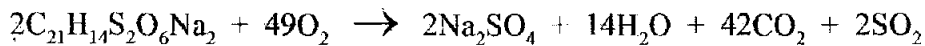
4. วิจารณ์

1. - การวิเคราะห์ทดสอบทางเคมีของสารตัวอย่างที่เป็น unknown ที่อาจจะเป็นสารประกอบเชิงเดี่ยวและเชิงซ้อน ต้องวิเคราะห์ทั้งโดยคุณภาพก่อน เพื่อให้ทราบว่ามีส่วนประกอบทางเคมีอะไรบ้าง ขั้นตอนต่อไปจึงวิเคราะห์โดยปริมาณ เพื่อให้ทราบว่ามีความร้อยละเท่าใด และขั้นตอนสุดท้ายของการวิเคราะห์ คือ การตรวจพิสูจน์โครงสร้างทางเคมีโดยใช้เครื่องอินฟราเรด เพื่อยืนยันผลการวิเคราะห์ สำหรับขั้นตอนการวิเคราะห์ Zinc pyrithione ไม่มี วิเคราะห์โดยตรงตามมาตรฐานหรือโดยวิธีอื่นใด จำเป็นต้องพัฒนาวิธีวิเคราะห์ขึ้นเอง โดยเริ่มการวิเคราะห์ทดสอบขั้นพื้นฐานโดยวิธีทางเคมีและการวิเคราะห์ด้วยเครื่องมืออินฟราเรด การวิเคราะห์ทดสอบด้วยวิธีทางเคมีสรุปได้ว่า ตัวอย่างเป็นเกลืออินทรีย์ที่มีน้ำ ในโตรเจน ซัลไฟด์ ซัลเฟต สังกะสีและโซเดียมเป็นองค์ประกอบ จากผลการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของตัวอย่าง (รูปที่ 1) โดยเปรียบเทียบกับสเปกตรัมอ้างอิงของ Zinc pyrithione (รูปที่ 2) พบว่า มีโครงสร้างคล้ายกัน แสดงว่าตัวอย่างส่วนใหญ่ประกอบด้วย Zinc pyrithione
2. - จากผลการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของตัวอย่างส่วนที่ละลายในอะซีโตน(รูปที่ 3ก) และส่วนที่ไม่ละลายในอะซีโตน(รูปที่ 3ข) โดยการเปรียบเทียบกับสเปกตรัมอ้างอิงของ Zinc pyrithione (รูปที่ 2) พบว่า มีโครงสร้างคล้ายกัน แสดงว่าอะซีโตนไม่สามารถแยกสารอื่นออกมาได้
3. - จากผลการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของตัวอย่างส่วนที่ละลายน้ำ (รูปที่ 4) โดยการเปรียบเทียบกับสเปกตรัมอ้างอิงของ sodium dinaphthyl methane sulfonate (รูปที่ 5) พบว่า มีโครงสร้างคล้ายกัน แสดงว่า ตัวอย่างส่วนที่ละลายน้ำเป็น sodium dinaphthyl methane sulfonate
4. - จากผลการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของ ash (รูปที่ 6) โดยการเปรียบเทียบกับสเปกตรัมอ้างอิงของ Na_2SO_4 (รูปที่ 7) และ ZnO (รูปที่ 8) พบว่า มี

โครงสร้างคล้าย Na_2SO_4 ผสมกับ ZnO (เพราะมี peak ของ Na_2SO_4 ที่ 1120 cm^{-1} และ $610 - 630\text{ cm}^{-1}$ และ peak ของ ZnO ที่ $500 - 434\text{ cm}^{-1}$) แสดงว่า ash ส่วนใหญ่ประกอบด้วย Na_2SO_4 และ ZnO การตรวจสอบยืนยันผลโดยการวิเคราะห์เคมีคุณภาพพบ S^{2-} , SO_4^{2-} , Zn^{2+} และ Na^+

- การที่สเปกตรัมของ ash ไม่มี peak ของ ZnS อาจเนื่องจากขณะ run IR ash ไม่ผสมเป็นเนื้อเดียวกัน นำส่วนที่มี ZnS น้อยมา run peak จึงถูกบัง

- การตรวจพบ Na_2SO_4 และ ZnO ใน ash เป็นการยืนยันผลการตรวจพบ Zinc pyrithione และ sodium dinaphthyl methane sulfonate ได้อีกทางหนึ่ง เพราะ Na_2SO_4 และ ZnO เกิดจากการเผาตัวอย่างซึ่งปฏิกิริยาการสลายตัวที่เกิดขึ้นขณะเผาตัวอย่างเป็นดังนี้



5. จากผลการทดสอบทางจุลชีววิทยา พบว่า ตัวอย่างมีสมบัติเป็น fungicide ซึ่งเป็นสมบัติของ Zinc pyrithione ตามเอกสารทางวิชาการหมายเลข 5 และ 7

6. จากเอกสารทางวิชาการหมายเลข 6 พบว่า sodium dinaphthyl methane sulfonate มีสมบัติเป็น anionic มีประโยชน์ใช้เป็น dispersing agent

5. สรุป

ผลการวิเคราะห์ตัวอย่าง Tomicide Z-50 ประกอบด้วย

Zinc pyrithione	ร้อยละ	48.6
Sodium dinaphthyl methane sulfonate	ประมาณร้อยละ	3
น้ำ	ประมาณร้อยละ	48

และตัวอย่างมีสมบัติเป็น fungicide

6. กิตติกรรมประกาศ

ผู้เขียนขอแสดงความขอบคุณ คุณส่องแสง เลี้ยวชวลิต ผู้อำนวยการกองเคมี และคุณยุพา รุ่งเวชวุฒิวิทยา ที่กรุณาให้คำปรึกษาแนะนำ รวมทั้งข้าราชการในกลุ่มงาน จุฬชีวะวิทยา กองวิทยาศาสตร์ชีวภาพ ที่มีส่วนร่วมในการช่วยให้งานนี้สำเร็จสมบูรณ์ ด้วยดี

7. เอกสารอ้างอิง

1. Hawley , Gessner G. **The Condensed Chemical Dictionary**. 10th ed.
Taipei: MEI YA PUBLICATIONS , INC. , 1983. P.952 , P.1110 , P.1112.
2. Howard , Philip H. and Neal , Michael. **Dictionary of Chemical Names and Synonyms**. London : Newis Publishers , 1992. P.I-1009 - I-1010.
3. Hummel , DO. **IR Spectra of Organic Surfactants**. Munchen : Carl Hanser Verlag , 1962. Spectrum no. 116.
4. Kobara , Jon J. **cosmetic and drug preservation: principles and practice**. New York : MARCEL DEKKER , INC. , 1984. P.115-126.
5. MARTINDALE : **The Extra Pharmacopoeia** 30th ed. London : The pharma cautical press , 1993. P.766.
6. Mc Cutcheon's. **Functional Materials** INT ed. USA : Mc Cutcheon's Directories , 1993. P.48.
7. Nikitakis , Joanne M. **CTFA International Cosmetic Ingredient Dictionary** 4th ed. washington : The cosmetic , Toiletry and Fragrance Association , 1991. P.650.
8. Nyquist , RA and Kagel , RO. **Infrared Spectra of Inorganic Compounds**. (3800-45 cm⁻¹) New York : Academic press, 1971. Spectrum No. 346 and 433
9. **Sadtler IR Spectra of Inorganic Compounds** vol. 2 . Philadelphia : Sadtler research Laboratories , inc ., 1965 . Y5355.
10. Svehla , H. **Vogel's Qualitative Inorganic Analysis**. 3rded.London : Scientific & Technical , 1987. P.145-199, P.291-296
11. Vogel , Arthur I. **Quantitative Inorganic Analysis**. 3rded.London: Löwe & Bryclone LTD, 1961. P.355 , P.401.

ภาคผนวก

8. ภาคผนวก

สารละลายและวิธีเตรียม

1. สารละลาย 10% แบเรียมคลอไรด์

ละลายแบเรียมคลอไรด์ 10 กรัมในน้ำ 100 มิลลิลิตร

2. สารละลายซิงค์โมลิบดิก

เตรียมสารละลายซิงค์โมลิบดิกโดยซิงค์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์

(Molybdenumtrioxide, MoO_3) 54 กรัม และโซเดียมไฮดรอกไซด์ 12 กรัม เติมน้ำกลั่น 400 มิลลิลิตร คนให้ละลายบนแท่นให้ความร้อน ปล่อยให้เย็น ละลายซิงค์ 60 กรัมในสารละลายไฮโดรคลอริกที่เตรียมจากกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (36% HCL) 140 มิลลิลิตรและน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร จากนั้นค่อยๆเติมสารละลายกรดโมลิบดิกลงในสารละลายกรดซิงค์ คนให้เข้ากันและกรองลงในขวดปริมาตร 1000 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร เก็บสารละลายนี้ไว้ในขวดสีชา

3. สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 6 N

เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 500 มิลลิลิตร ลงในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร

4. สารละลายไอโอดีน ความเข้มข้น 0.1 N

ละลายไอโอดีนชั้นคุณภาพวิเคราะห์จำนวน 12.7 กรัม ในสารละลายของโพแทสเซียมไอโอไดด์ ปราศจากไอโอดีน 20 กรัม ในน้ำ 50 มิลลิลิตรกวนให้เป็นเนื้อเดียวกัน เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตรครบ 1000 มิลลิลิตร ใส่ขวดแก้วกันแสง และเก็บไว้ในที่เย็น

5. สารละลายกรดไนตริก 6 N

เติมกรดไนตริกเข้มข้น 375 มิลลิลิตร ลงในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 1000 มิลลิลิตร

6. สารละลายโพแทสเซียมเฮกซะไซยาโนเฟอร์เรท II (โพแทสเซียมเฟอร์โรไซยาไนด์)

ละลายโพแทสเซียมเฮกซะไซยาโนเฟอร์เรท II ไตรไฮเดรต (potassium hexacyanoferrate (II) trihydrate, $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) 10.5 กรัมในน้ำกลั่น 1000 มิลลิลิตร

7. ละลายเลดอะซิเตต (Lead acetate)

ละลายเลดอะซิเตต [Lead acetate , $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$] 95 กรัม ใน สารละลาย glacial acetic acid ที่เตรียมจาก glacial acetic acid (CH_3COOH) 10 มิลลิลิตร ในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 1000 มิลลิลิตร

8. สารละลายควิโนลิเนียมคลอไรด์

เติมควิโนลีน 50 มิลลิลิตร ลงในสารละลายของกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 60 มิลลิลิตร ในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร กวนให้เป็นเนื้อเดียวกัน และเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร เก็บสารละลายที่เตรียมได้ในขวดสีชา

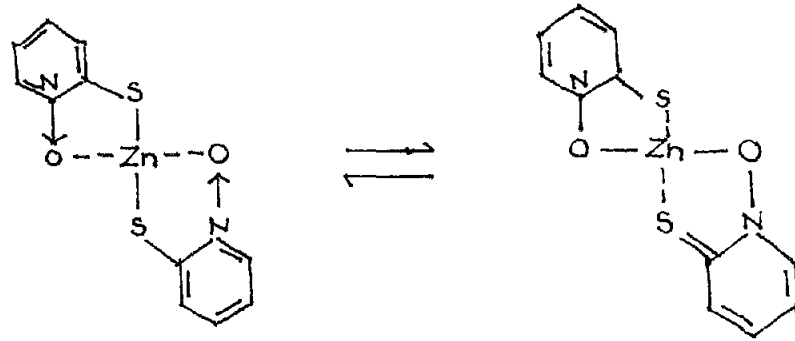
9. สารละลาย 10% ซิลเวอร์ไนเตรต

ละลายซิลเวอร์ไนเตรต 10 กรัม ในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร

10. สารละลายแป้ง

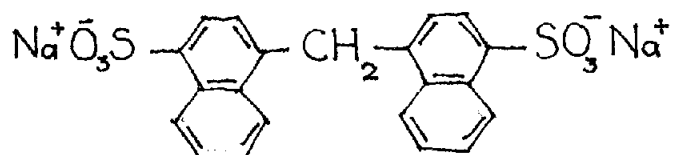
บดแป้งชนิดละลายได้ (soluble starch) 1 กรัมกับเมอร์คิวรี (II)ไอโอไดด์ 10 มิลลิกรัม เติมน้ำกลั่นจำนวนเล็กน้อยให้มีลักษณะคล้ายแป้งเปียก เติมน้ำกลั่นที่กำลังเดือด จำนวน 200 มิลลิลิตร คนตลอดเวลานาน 1 นาที ยกลงทิ้งไว้ให้เย็น

ตารางที่ 1 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญของสาร Zinc pyrithione



Frequency (cm ⁻¹)	Assignment
3448	O-H stretching due to hydrogen bonding
3076	C-H stretching of heterocyclic ring
1600	C=N stretching of heterocyclic ring
1538	C=C ring stretching
1149	N→O group stretching
751	4 adjacent H of heterocyclic ring
704	C-S stretching

ตารางที่ 2 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญของสาร Sodium dinaphthyl methane sulfonate



Frequency (cm ⁻¹)	Assignment
3448	O-H stretching
1183	S=O stretching
1117	probably caused by residual amounts of Na ₂ SO ₄
1030	sulfonate absorption non split or little split
826	2 adjacent H-atom in the ring
793	3 adjacent H-atom in the ring
751	4 adjacent H-atom in the ring
677	sulfonate group
2985	C-H stretching vibration of methylene bridge
1449	rock bending vibration of methylene bridge
1351	wagging vibration of methylene bridge
892	rocking vibration of methylene bridge

ตารางที่ 3 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญของสาร Sodium Sulfate (Na_2SO_4)

Frequency (cm^{-1})	Assignment
1120	SO_4^{2-} stretching
610-630	SO_4^{2-} bending

ตารางที่ 4 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญของสาร Zinc Oxide

Frequency (cm^{-1})	Assignment
500-434	Zn-O stretching

รูปที่ 1 IR-spectrum ของตัวอย่าง

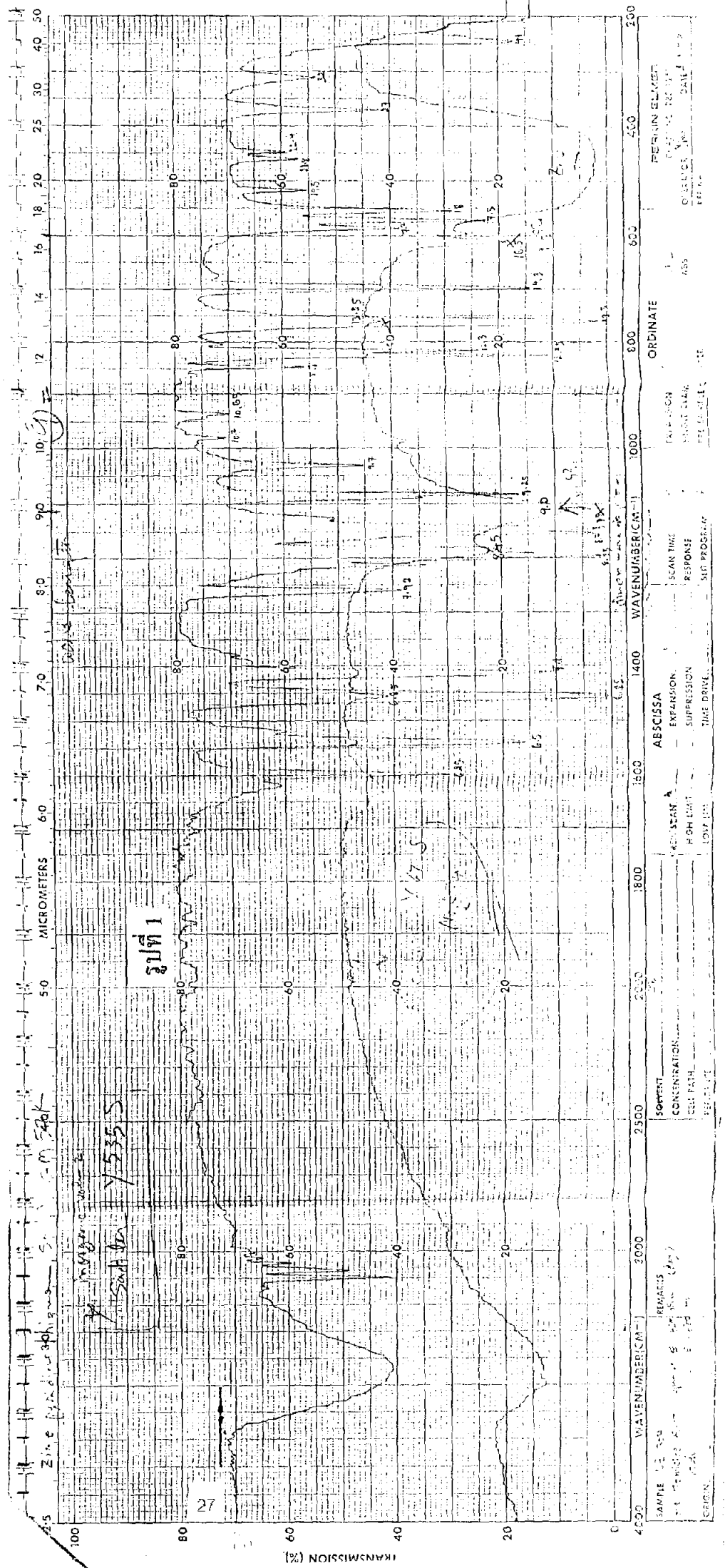


Figure 2 IR-spectrum of standard Zinc pyrrhithione

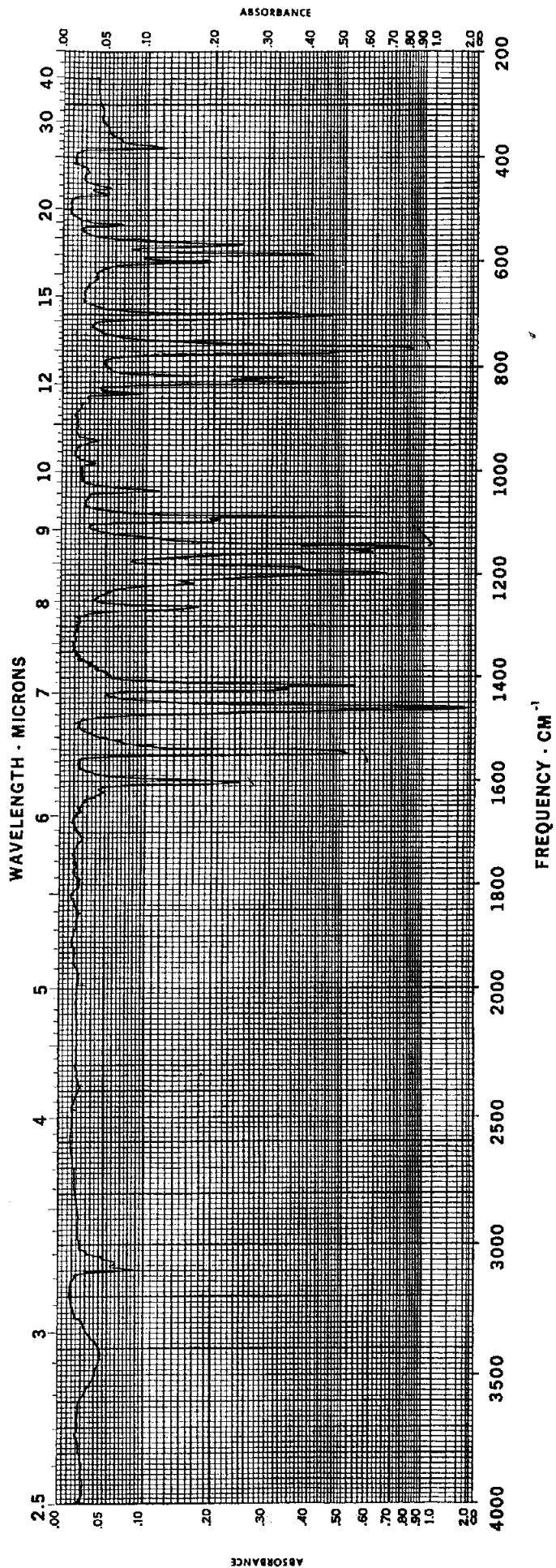
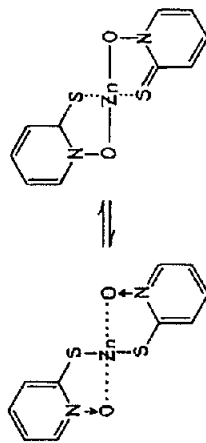
BIS(2-PYRIDYLTHIO)ZINC, 1,1'-DIOXIDE

Mol. Form. $C_{10}H_8N_2O_2S_2Zn$

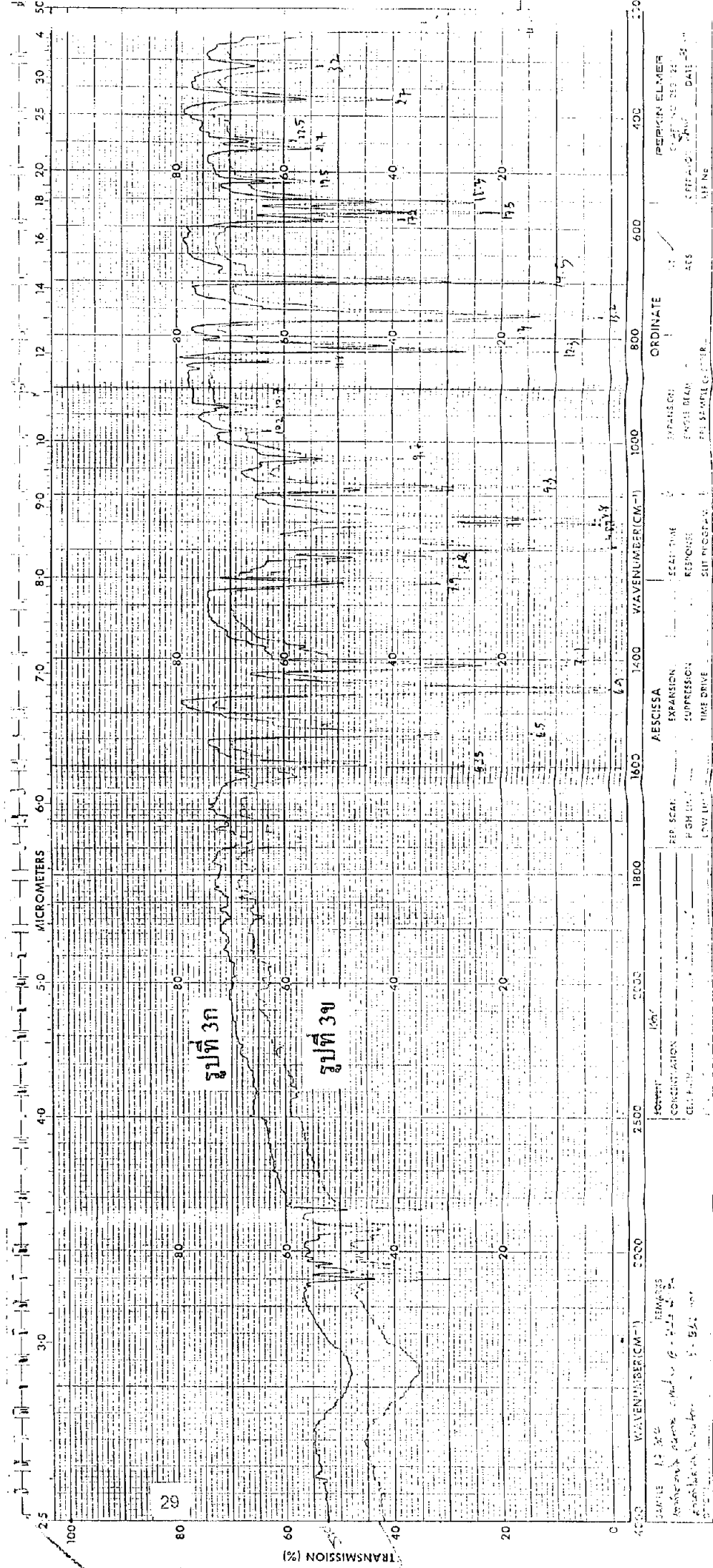
Mol. Wt. 317.68

Source: Chemicals Division, Olin Mathieson Chem. Corp., New York, N. Y.

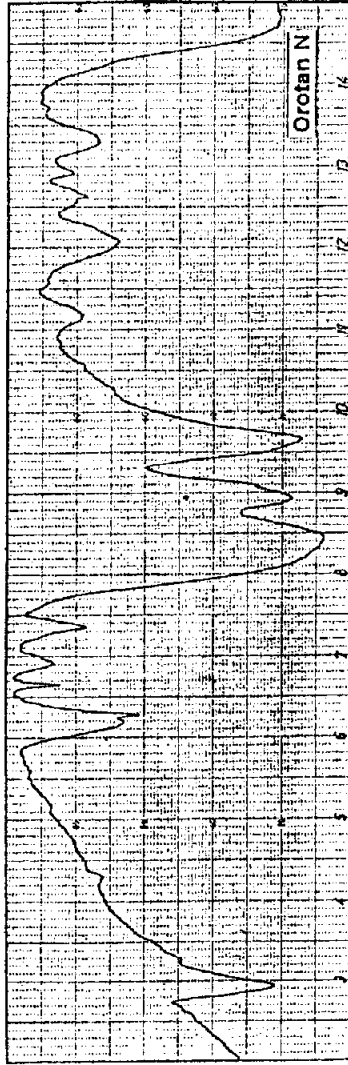
Method: KBr Wafer



รูปที่ 3 ก IR-spectrum ของตัวอย่างส่วนที่ละลายในอะซิโตน
 รูปที่ 3 ข IR-spectrum ของตัวอย่างส่วนที่ไม่ละลายในอะซิโตน



รูปที่ 5 IR-spectrum ของ standard Sodium dinaphthyl methane sulfonate



Manufacturer: Rohm & Haas, Philadelphia

Composition: chief constituent dinaphthylmethanesulfonate

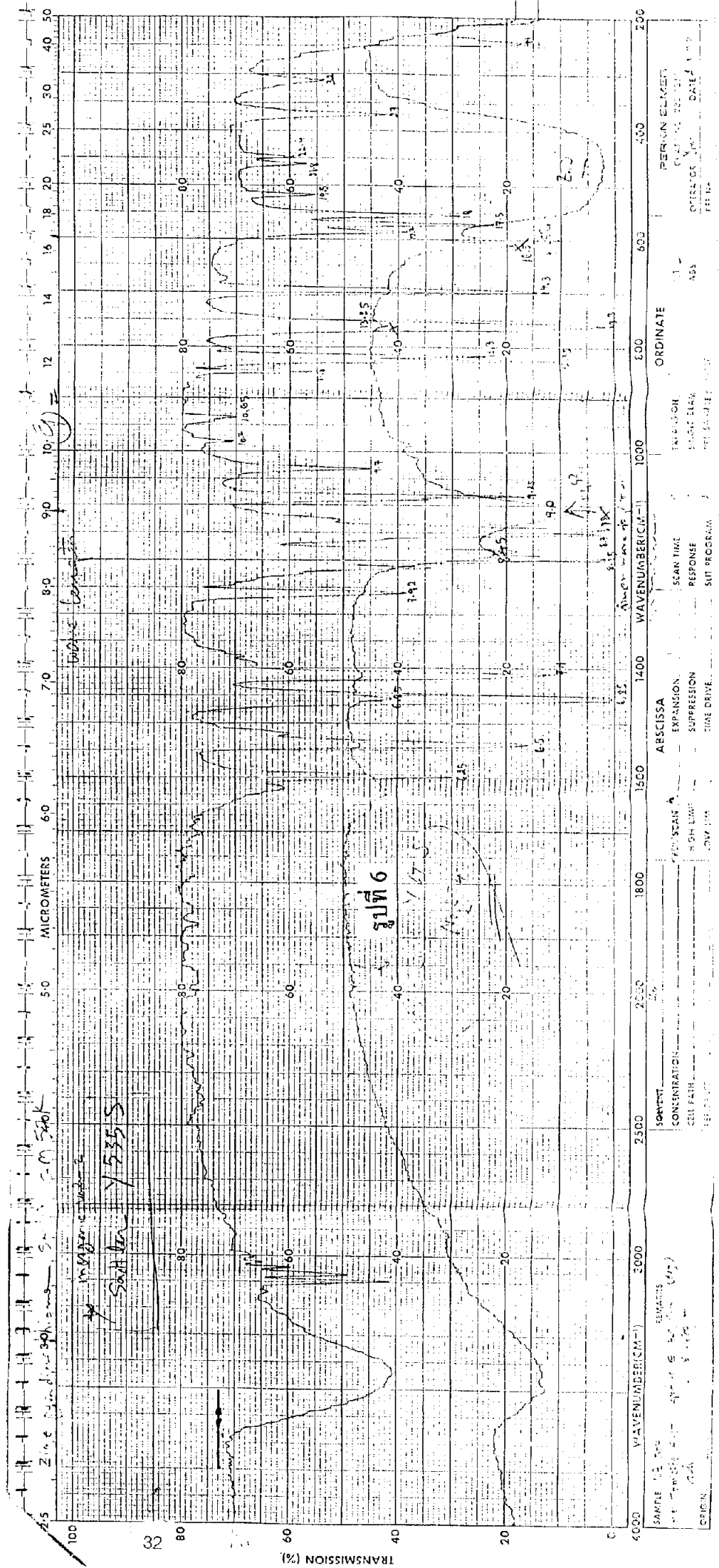
Use: dispersing agent

Technique of preparation: KBr

An III B 2 b

116

รูปที่ 6 IR-spectrum ของ ash



SAMPLE NO. 200	FORMATS	PERIOD ELIMET
CONCENTRATION	EXPANSION	DATE
CELL PATH	SUPPRESSION	OFFICE OF
SCAN TIME	TIME DRIVE	PERIOD
RESPONSE	TIME DRIVE	DATE
SUIT PROGRAM	TIME DRIVE	DATE

รูปที่ 7 IR-spectrum ของ standard sodium sulfate

SODIUM SULFATE

Mol. Form. $\text{Na}_2\text{O}_4\text{S}$

Mol. Wt. 142.04

Source: Mallinckrodt Chemical Works,
St. Louis, Mo.

Method: KBr Wafer

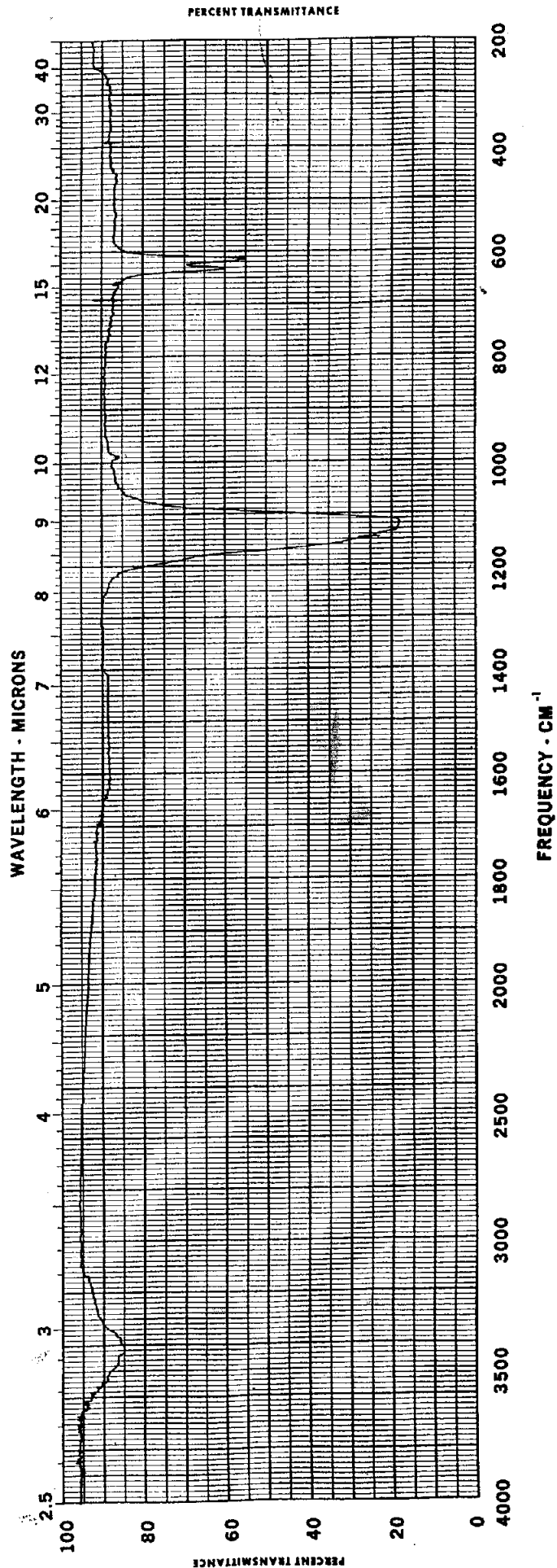


Figure 8 IR-spectrum of standard Zinc oxide

