

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

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 7ว.

เรื่องที่ 2

การศึกษาหองค์ประกอบของ CALCIUM NITRATE FIELD GRADE

ผู้ดำเนินการ

นางวารุณี วงศ์พยัคฆ์
นักวิทยาศาสตร์ 6ว.

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3

กองเคมี

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยี และสิ่งแวดล้อม

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 7ว.

เรื่องที่ 2

การศึกษาหาค่าประกอบของ CALCIUM NITRATE FIELD GRADE

เลขที่ กว กข 0012
เลขที่บันทึก 9960
วันที่ 14 พฤศจิกายน 44

ผู้ดำเนินการ

ด้วยอธิบดี
จาก กว

นางวารุณี วงศ์พยัค
นักวิทยาศาสตร์ 6ว.

กลุ่มงานอินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3

กองเคมี

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยี และสิ่งแวดล้อม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

ศึกษาองค์ประกอบของ Calcium nitrate field grade โดยการตรวจสอบสมบัติทางฟิสิกส์และทางเคมี พบว่าตัวอย่างมี NH_4^+ , Ca^{2+} , NO_3^- และ PO_4^{3-} เป็นองค์ประกอบ การตรวจโดยใช้ Infrared Spectroscopy พบว่าตัวอย่างมีสเปกตรัมคล้าย $5\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{NH}_4\text{NO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ผสมกับ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ และอาจมีสารอื่นผสมอยู่ด้วย จึงได้ทำการสกัดแยกโดยใช้ตัวทำละลาย น้ำและไดคลอโรมีเทน สกัดด้วยน้ำ พบว่า สารที่ไม่ละลายน้ำมีประมาณร้อยละ 1 มีอินฟราเรดสเปกตรัมคล้าย Calcium phosphate สกัดด้วยไดคลอโรมีเทน พบว่า สารที่ละลายได้ในไดคลอโรมีเทนมีประมาณร้อยละ 0.3 มีอินฟราเรดสเปกตรัมคล้าย High melting paraffin wax เมื่อนำตัวอย่างไปวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดโดยวิธี Ferrous Sulfate Zinc - soda หาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนโดยวิธีกลั่นกับ sodium hydroxide หาปริมาณแคลเซียมโดยวิธี oxidation with potassium permanganate หาปริมาณน้ำผลึกโดยวิธี Karl Fischer ร่วมกับวิธี Dean - Stark หาปริมาณ Calcium phosphate โดยวิธี Gravimetric และหาปริมาณ High melting paraffin wax โดยวิธีสกัดด้วยไดคลอโรมีเทน จากผลการวิเคราะห์ พบว่าตัวอย่างมีส่วนประกอบดังนี้

$5\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{NH}_4\text{NO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	ร้อยละ	84.9
$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$	ร้อยละ	12.1
Calcium phosphate	ร้อยละ	1
High melting paraffin wax	ร้อยละ	0.3

สารบัญ

	หน้า
1. บทนำ	1
1.1 คำนำ	1
1.2 ปัญหาและที่มาของการวิเคราะห์	4
1.3 วัตถุประสงค์	4
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ	4
1.5 ระยะเวลาดำเนินการ	4
2. วัสดุ อุปกรณ์ วิธีการ	4
3. ผลการวิเคราะห์	20
4. วิจัยรณ	23
5. สรุป	26
6. กิตติกรรมประกาศ	26
7. เอกสารอ้างอิง	27
8. ภาคผนวก	
8.1 สารละลายและวิธีเตรียม	30
8.2 ตารางที่ 1 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญของตัวอย่าง	32
8.3 ตารางที่ 2 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญของตัวอย่างส่วนที่ละลายน้ำ	32
8.4 ตารางที่ 3 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญของตัวอย่างส่วนที่ไม่ละลายน้ำ	32
8.5 ตารางที่ 4 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญ ของตัวอย่างส่วนที่ละลายใน ไดคลอโรมีเทน	32
8.6 รูปที่ 1 การเตรียมแผ่น TLC	33
8.7 รูปที่ 2 การวางแผ่น TLC ลงใน developing tank	33
8.8 รูปที่ 3 การตรวจหาค่าแห่ง	33
8.9 รูปที่ 4 IR-spectrum ของตัวอย่าง	34
8.10 รูปที่ 5 IR-spectrum ของตัวอย่างส่วนที่ละลายน้ำ	35
8.11 รูปที่ 6 IR-spectrum ของ standard calcium nitrate tetrahydrate	36
8.12 รูปที่ 7 IR-spectrum ของ standard ammonium nitrate	37

8.13 รูปที่ 8	IR-spectrum ของตัวอย่างส่วนที่ไม่ละลายน้ำ	38
8.14 รูปที่ 9	IR-spectrum ของ standard calcium phosphate	39
8.15 รูปที่ 10	IR-spectrum ของตัวอย่างส่วนที่ละลายในไดคลอโรมีเทน	40
8.16 รูปที่ 11	IR-spectrum ของ standard High melting paraffin wax	41

1. บทนำ

1.1 คำนำ

ไนโตรเจน (N) เป็นธาตุอาหารที่พืชต้องการมาก และจัดเป็นหนึ่งในธาตุอาหารหลักของพืช ทั้งนี้เนื่องจากไนโตรเจนเป็นส่วนประกอบของโปรตีน-พลาสซิม เอนไซม์ คลอโรฟิลล์ โครโมโซม และสารประกอบที่สำคัญอื่นๆ อีกมากมายในพืช ดังนั้นปุ๋ยที่ใช้โดยทั่วไปจึงมีไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบที่สำคัญ

ปุ๋ยไนโตรเจนส่วนมากอยู่ในรูปของสารประกอบแอมโมเนียเช่น ปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟต ปุ๋ยแอมโมเนียมฟอสเฟต เป็นต้น นอกจากนี้ปุ๋ยไนโตรเจนอาจอยู่ในรูปสารประกอบไนเตรด เช่น แคลเซียมไนเตรด เป็นต้น

calcium nitrate หรือที่รู้จักในชื่อว่า lime nitrate , nitrocalcite , lime salt-peter , Norwegian saltpeter เตรียมได้จากปฏิกิริยาของ

1. limestone กับกรดไนตริก

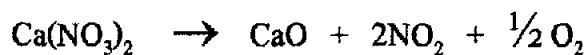


2. หินฟอสเฟต กับ กรดไนตริก



คุณสมบัติของแคลเซียมไนเตรด

1. เป็นผลึกสีขาว ดูดความชื้นได้ดี
2. ละลายได้ดีในน้ำ เมทานอล เอทานอล และอะซีโตน
3. มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 561 องศาเซลเซียส
4. สลายตัวที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ขึ้นไป



5. สามารถที่จะ form double salt กับ NH_4NO_3 ในรูปของ

$5\text{Ca(NO}_3)_2 \cdot \text{NH}_4\text{NO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเป็นสารที่สำคัญในการผลิต $\text{Ca(NO}_3)_2$ ชนิดเม็ด

6. สามารถที่จะ form double salt กับ Urea ในรูปของ $\text{Ca(NO}_3)_2 \cdot 4\text{CO(NH}_2)_2$ เป็นสารที่เป็น nonhygroscopic และสามารถทำเป็นปุ๋ยได้

ประโยชน์ของแคลเซียมไนเตรต

1. ใช้เป็นปุ๋ยในโตรเจน
2. ใช้เป็น granulation aid สำหรับ ground basic slag ,ammonium และ potassium sulfates , ammonium nitrate และปุ๋ยอื่น ๆ
3. ใช้เป็น oxidizing additive ใน water - containing explosives
4. ช่วยให้คุณภาพในการเผาไหม้ของ heating oil และไบโอสูปดีขึ้น
5. ใช้เป็นตัวหล่อเย็น (cooling) สำหรับตัวอย่างทางการแพทย์
6. นำไปใช้ในการเตรียม cooling brine และ ในการกำจัดน้ำเสีย

$5\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{NH}_4\text{NO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ เป็นของแข็งสีขาวมีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 102 องศาเซลเซียส นอกจากนี้จะใช้เป็นปุ๋ยในโตรเจนยังเป็นสารที่สำคัญในการผลิต $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ชนิดเม็ดอีกด้วย

calcium phosphate , tribasic หรือที่รู้จักในชื่อว่า calcium orthophosphate; tricalcium phosphate ; precipitated calcium phosphate ; tricalcium orthophosphate; tertiary calcium phosphate มีสูตร โมเลกุล $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ เตรียมได้จาก

1. phosphate rock ,apatite และ phosphorite
2. ปฏิกิริยาระหว่าง calcium chloride และ Sodium triphosphate
3. ปฏิกิริยาระหว่าง hydrated lime และ phosphoric acid

คุณสมบัติของ Calcium phosphate , tribasic

1. เป็นผงสีขาว ไม่มีกลิ่น
2. ละลายได้ดีในกรด
3. ไม่ละลายน้ำ แอลกอฮอล์
4. มีจุดหลอมเหลว 1670 องศาเซลเซียส
5. ไม่ติดไฟ

ประโยชน์ของ Calcium phosphate , tribasic

1. ใช้ในการผลิต Ceramics
2. ใช้ในการผลิต Calcium acid phosphate , phosphorus และ phosphoric-acid

3. ใช้ในการผลิตผงขัด (polishing powder)
4. ใช้ในการผลิตอาหารสัตว์ (Cattle foods)
5. ใช้เป็นสารฟอกสีน้ำตาล (Clarifying sugar syrups)
6. ใช้ในการผลิตยารักษาโรค
7. ใช้เป็นนํย
8. ใช้เป็น stabilizer สำหรับพลาสติก
9. ใช้ในการหมักเนื้อให้นุ่ม
10. ใช้เป็น anticaking agent , buffer , อาหารเสริมในอาหาร

paraffin wax เป็นสารประกอบอินทรีย์ประกอบด้วย Solid hydrocarbon ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง เช่น $C_{36}H_{74}$

คุณสมบัติของ paraffin wax

1. เป็นของแข็งสีขาว ไม่มีกลิ่น
2. ละลายใน Benzene , ligroin , alcohol , Chloroform , turpentine, carbondisulfide และ olive oil
3. ไม่ละลายน้ำ และกรด
4. จุดหลอมเหลว 47-65 องศาเซลเซียส
5. ติดไฟได้

ประโยชน์ของ paraffin wax

1. ใช้ทำเทียนไข (candle)
2. ใช้เคลือบกระดาษ เช่น กระดาษไข
3. เป็นสารเคลือบป้องกันการรั่วซึมสำหรับผลิตภัณฑ์อาหาร , เครื่องดื่ม และอื่นๆ
4. ใช้เตรียมนํยาทำความสะอาดกระจก
5. ใช้เป็นตัวหล่อลื่น
6. ใช้ทำดินสอเทียน (crayon)
7. ใช้ทำจุกสำหรับขวดน้ำกรด
8. ใช้ทำฉนวนไฟฟ้า
9. ใช้ผสมกับสารเคมีตัวอื่นเพื่อให้ได้เป็นผลิตภัณฑ์ใหม่สำหรับใช้ขัดเงา

10. ใช้เป็นส่วนผสมในเครื่องสำอาง , หมากฝรั่ง
11. ใช้เป็นสารขจัดฟอง (anti-frothing agent) ในอุตสาหกรรมน้ำตาล
12. ใช้ป้องกันยางไม่ให้ปริหรือแตกจากแสงอาทิตย์

1.2 ปัญหาและที่มาของการวิเคราะห์

กรมวิทยาศาสตร์บริการได้รับตัวอย่าง calcium nitrate field grade จากกรมศุลกากร โดยต้องการทราบองค์ประกอบทางเคมี เพื่อนำข้อมูลที่ได้ไปประกอบการพิจารณาจัดเก็บพิกัดอัตราศุลกากร

1.3 วัตถุประสงค์

- 1.3.1 เพื่อศึกษาพัฒนาและหาแนวทางการวิเคราะห์หาองค์ประกอบของตัวอย่าง calcium nitrate field grade
- 1.3.2 เพื่อให้กรมศุลกากรสามารถจัดพิกัดอัตราภาษีนำเข้าของสารประกอบ calcium nitrate ได้อย่างถูกต้อง

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

- 1.4.1 ได้วิธีการวิเคราะห์ทดสอบตัวอย่าง calcium nitrate
- 1.4.2 สามารถนำข้อมูลที่ได้ไปประกอบการพิจารณาจัดเก็บภาษีอัตราศุลกากร
- 1.4.3 นำหลักการและวิธีการนี้ไปใช้เป็นแนวทางสำหรับวิเคราะห์ทดสอบตัวอย่างอื่นต่อไป

1.5 ระยะเวลาดำเนินการ

21 สิงหาคม 2541 - 25 พฤศจิกายน 2541 รวม 3 เดือน

2. วัสดุ อุปกรณ์ วิธีการ

2.1 วัสดุ อุปกรณ์

- เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer) รุ่น IFS 28 ยี่ห้อ Bruker ประเทศสวิตเซอร์แลนด์

- เครื่องกลั่นไนโตรเจน (kjeldahl apparatus) ยี่ห้อ Gallenkamp ประเทศ
อังกฤษ

- เครื่องชั่งไฟฟ้า (Analytical balance) รุ่น R300s ยี่ห้อ Sartorius
ประเทศเยอรมัน

- ตู้อบความร้อน (oven) รุ่น T 6120 ยี่ห้อ HERAEUS ประเทศ
เยอรมัน

- Soxhlet Extractor

- เครื่องอังไอน้ำ (water bath)

- Karl Fischer titrator

- Dean- Stark Apparatus

- แท่นให้ความร้อน (Hot plate)

- เครื่องแก้วสำหรับใช้ในห้องปฏิบัติการ

- ลวดแพลตินัม (Platinum wire)

- แผ่น TLC

- Thimble

- กระดาษกรองวัตแมน เบอร์ 42 (whatman No. 42)

2.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- สารละลายแอมโมเนีย (ammonia solution) เข้มข้น 25 % ชนิด
laboratory grade

- แอมโมเนียมออกซาเลต (ammonium oxalate) ชนิด reagent grade

- แบเรียมคลอไรด์ (barium chloride) ชนิด reagent grade

- แบเรียมไฮดรอกไซด์ (barium hydroxide) ชนิด reagent grade

- กรดซิตริก (citric acid) ชนิด reagent grade

- ไดคลอโรมีเทน (dichloromethane) ชนิด purified commercial grade

- เฟอรัสซัลเฟต (Ferrous sulphate) ชนิด reagent grade

- กรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid) เข้มข้น 36 % ชนิด
reagent grade

- เมทานอล (methanol) ชนิด reagent grade
- เมทิลเรด อินดิเคเตอร์ (Methyl red indicator) ชนิด reagent grade
- เมอร์คิวรี (II) คลอไรด์ (mercury II chloride) ชนิด reagent grade
- กรดโมลิบดิก (molybdic acid) ชนิด reagent grade
- กรดไนตริก (nitric acid) ชนิด reagent grade
- บีโตรเลียมอีเธอร์ (petroleum ether) ชนิด purified commercial grade
- กรดฟอสฟอโมลิบดิก (phosphomolybdic acid) ชนิด reagent

grade

- โพแทสเซียมไอโอไดด์ (potassium iodide) ชนิด reagent grade
- โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (potassium permanganate) ชนิด

reagent grade

- โพแทสเซียมโบรไมด์ (potassium bromide) ชนิด reagent grade
- ควิโนลีน (Synthetic quinoline) ชนิด reagent grade
- ซิลเวอร์ไนเตรต (silver nitrate) ชนิด reagent grade
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide) ชนิด reagent grade
- กรดซัลฟิวริก (sulphuric acid) เข้มข้น ชนิด reagent grade
- โทลูอีน (toluene) ชนิด purified commercial grade
- Karl Fischer reagent
- ผงสังกะสี (Zinc powder) ชนิด reagent grade
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide) ชนิด commercial grade

2.3 รายละเอียดตัวอย่าง

ชื่อตัวอย่าง	calcium nitrate field grade
หมายเลขปฏิบัติการ	TV 295
ลักษณะตัวอย่าง	เป็นเม็ดกลมสีขาว ไม่มีกลิ่น ดูดความชื้นได้ดี

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

2.4.1.1 การทดสอบการละลาย (Solubility test)

นำตัวอย่างประมาณ 20 มิลลิกรัม ใส่ในหลอดทดสอบแล้วเติมน้ำกลั่น 1 มิลลิลิตร พร้อมเขย่าให้เข้ากัน สังเกตผลที่เกิดขึ้น นำตัวอย่างมาทดลองในตัวทำละลายอื่นๆ คือ กรดเกลือเจือจาง กรดเกลือเข้มข้น ปิโตรเลียมอีเธอร์ ไคคลอโรมีเทน ตามลำดับสังเกตผลที่เกิดขึ้น

2.4.1.2 การทดสอบการเผาไหม้ (Ignition test)

ใส่ตัวอย่างประมาณ 1 กรัม ลงบนฝาครุชชีเบลชนิดพอร์ซเลนและนำไปให้ความร้อนบน open flame ของตะเกียงเบนเซน สังเกตการเปลี่ยนแปลงของตัวอย่างว่ามีการติดไฟได้หรือไม่ มีเปลวไฟสีอะไร มีเขม่าเกิดขึ้นหรือไม่ และมีเถ้าเหลืออยู่หลังการเผาไหม้หรือไม่

2.4.1.3 การทดสอบคลอไรด์ไอออน (Chloride test)

นำตัวอย่างประมาณ 20 มิลลิกรัม ใส่ลงในหลอดทดสอบ เติมน้ำกลั่น 2 มิลลิลิตร และเขย่าจนกระทั่งตัวอย่างละลายจนหมด เติมน้ำละลายกรดไนตริกเจือจางลงไปเล็กน้อย จนกระทั่งสารละลายมีฤทธิ์เป็นกรด หลังจากนั้นนำสารละลายที่ได้มาเติมด้วยสารละลาย 10 % ของซิลเวอร์ไนเตรต 2-3 หยด สังเกตผลที่เกิดขึ้น ถ้ามีตะกอนขาวเกิดขึ้น และสามารถละลายได้ในสารละลายแอมโมเนียเจือจางได้หมด แสดงว่ามีคลอไรด์ไอออน



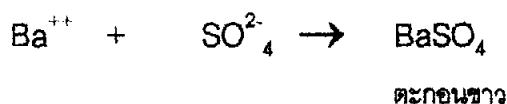
ตะกอนขาว



สารละลาย

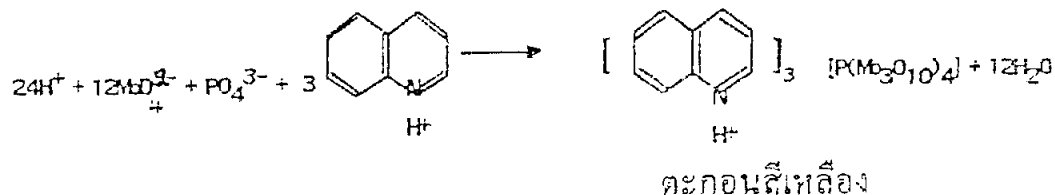
2.4.1.4 การทดสอบซัลเฟตไอออน (Sulphate test)

นำตัวอย่างประมาณ 20 มิลลิกรัม ใส่ลงในหลอดทดสอบ เติมน้ำกลั่น 2 มิลลิลิตร และเขย่าจนกระทั่งตัวอย่างละลายจนหมด เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเจือจางลงไปเล็กน้อย จนกระทั่งสารละลายมีฤทธิ์เป็นกรด หลังจากนั้นเติมสารละลาย 10 % ของแบเรียมคลอไรด์ 2 หยด สังเกตผลที่เกิดขึ้น ถ้าได้ตะกอนขาวเกิดขึ้น แสดงว่ามีซัลเฟตไอออน



2.4.1.5 การทดสอบฟอสเฟตไอออน (Phosphate test)

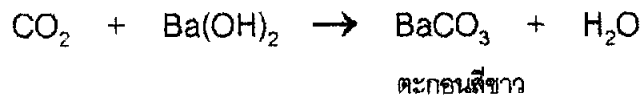
นำตัวอย่างประมาณ 20 มิลลิกรัม ใส่ลงในหลอดทดสอบ เติมน้ำกลั่น 2 มิลลิลิตร และเขย่าจนกระทั่งตัวอย่างละลายจนหมด หลังจากนั้นเติมสารละลายกรดไนตริกเจือจางจนกระทั่งมีฤทธิ์เป็นกรด นำสารละลายที่ได้ไปต้มในน้ำเดือด 2 นาที เติมสารละลายซีตริกโมลิบดีก 1 มิลลิลิตร ต้มในน้ำเดือดอีก 1 นาที เติมสารละลายควิโนลิเนียมคลอไรด์ 1 มิลลิลิตร สังเกตผลที่เกิดขึ้น ถ้าเกิดตะกอนสีเหลืองแสดงว่ามีฟอสเฟตไอออน



2.4.1.6 การทดสอบคาร์บอเนตไอออน

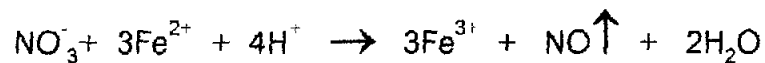
นำตัวอย่างประมาณ 20 มิลลิกรัม ใส่ในหลอดทดสอบ ใส่ 6 N HCl ให้มากเกินพอ แล้วผ่านแก๊สที่เกิดขึ้นลงในสารละลายแบเรียม

ไฮดรอกไซด์ สังเกตผลที่เกิดขึ้น ถ้าเกิดตะกอนสีขาวแสดงว่ามีคาร์บอเนตไอออน



2.4.1.7 การทดสอบไนเตรตไอออน (Nitrate test)

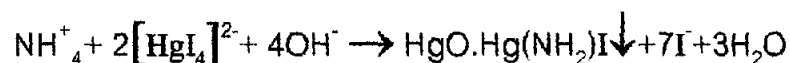
นำตัวอย่างประมาณ 20 มิลลิกรัม ใส่ในหลอดทดสอบ เติมน้ำกลั่น 2 มิลลิลิตร เขย่าจนกระทั่งตัวอย่างละลายจนหมด เติมสารละลาย FeSO_4 1 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน เขียงหลอดค่อยๆริน $\text{conc. H}_2\text{SO}_4$ ลงไปข้างๆหลอดประมาณ 1 มิลลิลิตร สารละลายจะแยกเป็น 2 ชั้น ถ้าเห็นวงแหวนสีน้ำตาลเกิดขึ้นระหว่างชั้นของเหลวทั้งสอง แสดงว่ามีไนเตรตไอออน



วงแหวนสีน้ำตาล

2.4.1.8 การทดสอบแอมโมเนียมไอออน (Ammonium test)

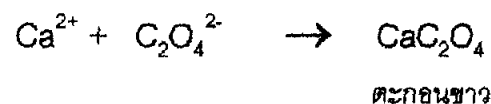
นำตัวอย่างประมาณ 20 มิลลิกรัม ใส่ลงในหลอดทดสอบ เติมน้ำกลั่น 1 มิลลิลิตร และเขย่าจนกระทั่งตัวอย่างละลายจนหมด เติมสารละลายของ Nessler's reagent 1 หยด ถ้าได้ตะกอนสีน้ำตาลแกมส้มเกิดขึ้น แสดงว่ามีแอมโมเนียมไอออน



2.4.1.9 การทดสอบแคลเซียม (Flame test)

-ใช้ลวดแพลตินัม (platinum wire) จุ่มลงในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น และนำไปเผาบนตะเกียงก๊าซตรงส่วนที่ร้อนที่สุด (ขอบนอกของเปลวไฟสีน้ำเงิน) ทำซ้ำหลายครั้ง จนกระทั่งไม่มีสีเกิดขึ้นที่เปลวไฟ แสดงว่าลวดนั้นสะอาดแล้ว จากนั้นนำลวดแพลตินัมจุ่มลงในสารละลายของตัวอย่างที่เตรียมไว้ (ประมาณ 20 มิลลิกรัมในน้ำ 1 มิลลิลิตร) นำไปเผาบนเปลวไฟอีกครั้งหนึ่ง สังเกตผลที่เกิดขึ้น ถ้ามีเปลวไฟสีแดงอิฐเกิดขึ้น แสดงว่ามีแคลเซียมไอออน

-นำตัวอย่างประมาณ 20 มิลลิกรัมใส่ในหลอดทดสอบเติมกรดไฮโดรคลอริก 6 N 2 มิลลิลิตรและเขย่าจนกระทั่งตัวอย่างละลายจนหมด ทำสารละลายเป็นสีชมพูอ่อนๆ (pH ประมาณ 5) โดยใช้ NH_4OH และ HCL โดยมีแมทิลเรดเป็นอินดิเคเตอร์ จากนั้นเติมสารละลายอิมัวแอมโมเนียมออกซาเลต $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ สังเกตผลที่เกิดขึ้น ถ้าเกิดตะกอนสีขาวแสดงว่ามีแคลเซียมไอออน



2.4.1.10 การทดสอบการแยกสารผสม

Thin Layer Chromotography (TLC) เป็นเทคนิคในการแยกสารอินทรีย์โดยการใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสม มีวิธีดำเนินการดังนี้

1. TLC ทำด้วยแผ่นพลาสติกขนาด 40 × 20 มิลลิเมตร เคลือบด้วย Silica gel ที่มีความหนา 0.2 มิลลิเมตร
2. เตรียมสารละลายตัวอย่างในขวดตัวอย่างโดยใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสม เช่น บีโตรีเนียมอีเธอร์

3. spot สารตัวอย่างลงบนด้านล่างของแผ่น TLC ห่างจากปลายด้านล่างประมาณ 1 เซนติเมตร ด้วยปริมาณที่เหมาะสม และเป่าให้แห้ง (ตามรูปที่ 1)
4. เติมตัวทำละลายที่เหมาะสม เช่น ไดคลอมีเทน 10 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร และวางแผ่นกระดาษกรองขนาด 100 × 50 มิลลิเมตร ไว้ด้านในติดกับผนังของบีกเกอร์ โดยให้ปลายด้านล่างจุ่มอยู่ในตัวทำละลายและปิดปากบีกเกอร์ด้วยกระดาษฟิวส์หรือกระดาษกรองเพื่อให้เกิดการอิมตัวของไอตัวทำละลาย
5. จุ่มแผ่น TLC โดยวางด้านที่มี spot ให้อยู่เหนือระดับของตัวทำละลายเล็กน้อยพร้อมปิดปากบีกเกอร์ด้วยกระดาษฟิวส์ (ตามรูปที่ 2)
6. หลังจากปล่อยให้ตัวทำละลายเคลื่อนที่ขึ้นไปถึงระดับของ Solvent front นำแผ่น TLC ออกจากบีกเกอร์และเป่าให้ตัวทำละลายให้แห้ง
7. นำ TLC plate ไปตรวจสอบโดยพ่นสเปรย์ด้วย 3 % phosphomolybdic acid in methanol และทำเครื่องหมายบนตำแหน่งของ spot ที่เคลื่อนขึ้นมา (ตามรูปที่ 3)
8. วัดระยะของ spot และ solvent front จากจุดเริ่มต้นเพื่อหาค่า R_f โดยใช้สูตรดังนี้

$$R_f = \frac{\text{ระยะทางจากจุดเริ่มต้นถึง spot center}}{\text{ระยะทางจากจุดเริ่มต้นถึง solvent front}}$$

R_f หมายถึง อัตราส่วนของระยะทางการเคลื่อนที่ของสารต่อระยะทางการเคลื่อนที่ของ eluent

กล่าวคือ

$$R_f = \frac{\text{ระยะทางการเคลื่อนที่ของตัวถูกละลาย}}{\text{ระยะทางการเคลื่อนที่ของตัวทำละลาย}}$$

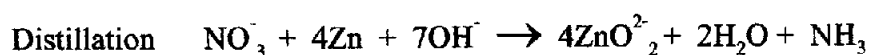
ค่า R_f จะคงที่สำหรับตัวถูกละลายชนิดหนึ่งๆ ซึ่งการวัดค่า R_f ของ สารสามารถบอกได้ ว่าสารนั้นคือสารใดในแง่ของคุณภาพวิเคราะห์เบื้องต้น

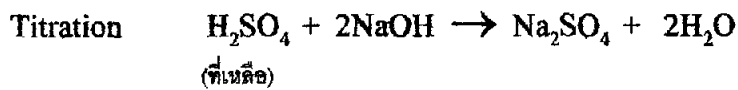
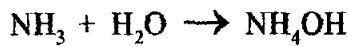
2.4.2 การวิเคราะห์โดยปริมาณ

2.4.2.1 วิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดโดย Ferrous Sulfate-Zinc-Soda Method

1. ชั่งตัวอย่าง 1 กรัม โดยอ่านค่าได้ละเอียดถึง 1 มิลลิกรัมใส่ลงในขวดกลั่นขนาด 1000 มิลลิลิตร
2. เติมผงสังกะสี (Zinc powder) 5 กรัม เพอร์รัสซัลเฟต ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 1-2 กรัม น้ำกลั่น 400 มิลลิลิตร และสารละลายเข้มข้น 30% ของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 50 มิลลิลิตร
3. นำขวดกลั่นไปต่อกับเครื่องควบแน่นของเครื่องกลั่นไนโตรเจน ส่วนปลายอีกด้านหนึ่งของเครื่องควบแน่นจุ่มลงในขวดรูปกรวยขนาด 500 มิลลิลิตรที่มีสารละลายกรดซัลฟิวริกเจือจาง (1 N) 25 มิลลิลิตร และมีเมทิลเรดเป็นอินดิเคเตอร์
4. ให้ความร้อนกับขวดกลั่นจนกระทั่งของผสมเริ่มเดือดและมีของเหลวกลั่นตัวออกมา กลั่นต่อไปจนกระทั่งของเหลวในขวดรูปกรวยมีปริมาตร 250 มิลลิลิตร
5. ปิดเครื่องกลั่นและนำสารละลายในขวดรูปกรวยมาไตเตรตกับสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (1 N) จนกระทั่งถึง end point (จากสารละลายสีแดงเปลี่ยนเป็นสีเหลือง) บันทึกปริมาตรของสารละลายค่าที่ใช้
6. ทำ blank โดยใช้สารละลายกรดซัลฟิวริกเจือจาง (1 N) 25 มิลลิลิตรไตเตรตกับสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (1 N) และบันทึกปริมาตรของสารละลายค่าที่ใช้

ปฏิกิริยา





สูตรการคำนวณ

$$\%N = \frac{(A-B) \times N \times 1.4}{W}$$

- เมื่อ A = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน โซเดียม ไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไทเทรต blank (มิลลิลิตร)
- B = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน โซเดียม ไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไทเทรตตัวอย่าง (มิลลิลิตร)
- N = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไทเทรต (นอร์มอล)
- W = น้ำหนักตัวอย่างที่ใช้ (กรัม)

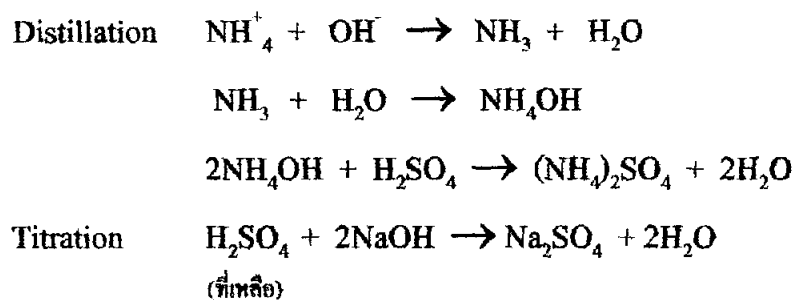
วิธีนี้เหมาะสำหรับตัวอย่างที่มี Nitrate และ Ammoniacal Nitrogen

2.4.2.2 การวิเคราะห์หาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจน (Ammoniacal Nitrogen) โดยวิธี กลั่นกับ Sodium hydroxide

1. ชั่งตัวอย่าง 1 กรัม โดยอ่านค่าได้ละเอียดถึง 1 มิลลิกรัมใส่ลงในขวดกลั่นขนาด 1000 มิลลิลิตร
2. เติมน้ำกลั่น 400 มิลลิลิตร และสารละลายเข้มข้น 30% ของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 50 มิลลิลิตร
3. นำขวดกลั่นต่อกับเครื่องควบแน่นของเครื่องกลั่นไนโตรเจน ส่วนปลายอีก ด้านหนึ่งของเครื่องควบแน่นจุ่มลงในขวดรูปกรวยขนาด 500 มิลลิลิตรที่มีสารละลายกรดซัลฟิวริกเจือจาง (1 N) 25 มิลลิลิตร และมีเมทิลเรดเป็นอินดิเคเตอร์
4. ให้ความร้อนกับขวดกลั่นจนกระทั่งของผสมเริ่มเดือด และมิของเหลวกลั่นตัวออกมา กลั่นต่อไปจนกระทั่งของเหลวในขวดรูปกรวยมีปริมาตรประมาณ 250 มิลลิลิตร

5. ปิดเครื่องกลั่นและนำสารละลายในขวดรูปกรวยมาไตเตรตกับสารมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (1 N) จนกระทั่งถึง end point (จากสารละลายสีแดงเปลี่ยนเป็นสีเหลือง) บันทึกปริมาตรของสารละลายต่างที่ใช้
6. ทำแบลнк (blank) โดยใช้สารละลายกรดซัลฟิวริกเจือจาง (1 N) 25 มิลลิลิตรไตเตรตกับสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (1 N) และบันทึกปริมาตรของสารละลายต่างที่ใช้

ปฏิกิริยา



สูตรการคำนวณ

$$\%N = \frac{(A-B) \times N \times 1.4}{W}$$

เมื่อ A = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไตเตรต blank (มิลลิลิตร)

B = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไตเตรตตัวอย่าง (มิลลิลิตร)

N = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไตเตรต (นอร์มอล)

W = น้ำหนักตัวอย่างที่ใช้ (กรัม)

2.4.2.3 การวิเคราะห์หาปริมาณแคลเซียม โดยวิธี Oxidations with Potassium permanganate

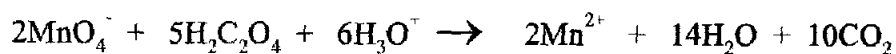
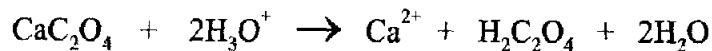
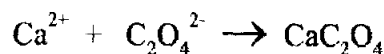
1. ชั่งตัวอย่าง 2.5 กรัม โดยอ่านค่าได้ละเอียดถึง 1 มิลลิกรัมใส่ลงในปิอกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร

2. เติมกรดไนตริกเข้มข้น 30 มิลลิลิตร กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 10 มิลลิลิตร ปิดบีกเกอร์ด้วยกระดาษฟิวส์
3. นำไปต้มบน hot plate ให้เดือดนานประมาณ 30 นาทีแล้วยกลง ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น ถ่ายสารละลายตัวอย่างทั้งหมดลงในขวดปริมาตร (volumetric flask) ขนาด 250 มิลลิลิตรแล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร เขย่าสารละลายใน volumetric flask ให้เข้ากันดีก่อนแล้วจึงกรอง
4. เปิดสารละลายตัวอย่างจำนวน 25 มิลลิลิตรใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ทำสารละลายเป็นสีชมพูอ่อนๆ (pH ประมาณ 5) โดยใช้ NH_4OH และ HCl (1+4) โดยมีเมทิลเรดเป็นอินดิเคเตอร์
5. เติมสารละลายอิมัวแอมโมเนียมออกซาลेट ($\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 30 มิลลิลิตร สารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีเหลืองและเกิดตะกอนแคลเซียมออกซาลेटสีขาว ปรับสารละลายให้มีสีชมพูอ่อนๆ อีกครั้ง จากนั้นนำไปต้มให้สารละลายเดือดเบาๆ ประมาณ 2-3 นาที สังเกตดูว่าสีเปลี่ยนไปหรือไม่ ถ้าสีเปลี่ยนไปต้องปรับใหม่อีกจนกระทั่งได้สารละลายสีชมพูอ่อนๆ จากนั้นนำไปอุ่นบนอ่างน้ำเดือด (water bath) ประมาณ 1 ชั่วโมง
6. กรองตะกอนออกมาด้วยกระดาษกรอง whatman No.42 ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อนจนหมดคลอรีน นำกระดาษกรองพร้อมด้วยตะกอนใส่ลงใน บีกเกอร์ใบเดิม (บีกเกอร์ที่ใช้ตกตะกอน)
7. ละลายตะกอนด้วยน้ำกลั่น 120 มิลลิลิตร และกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 5 มิลลิลิตร ใช้แท่งแก้วตีตะกอนให้ละลายและให้กระดาษกรองกระจายตัวเป็นสารแขวนลอย อุ่นสารละลายให้ได้อุณหภูมิ 60-70 องศาเซลเซียส ไตเตรตด้วยสารละลายมาตรฐาน โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตความเข้มข้น 0.1 N พร้อมทั้งผสมสารละลายในบีกเกอร์ตลอดเวลา จนกระทั่งสารละลาย

เป็นสีชมพูอยู่นานประมาณ 30 วินาที แสดงว่าถึงจุด end point บันทึกปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน โพลแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตที่ใช้ไปในการไตเตรต

8. ทำแบลงค์ (blank) โดยนำกระดาษกรอง Whatman No 42 ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 120 มิลลิลิตร กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 5 มิลลิลิตร ตีกระดาษกรอง ให้กระจาย อุ่นสารละลายให้ได้อุณหภูมิ 60-70 องศาเซลเซียส แล้วนำไปไตเตรตกับสารละลายมาตรฐาน โพลแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ความเข้มข้น 0.1 N จนกระทั่ง สารละลายเป็นสีชมพูนานประมาณ 30 วินาที บันทึก ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน โพลแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตที่ใช้ไตเตรต

ปฏิกิริยา



สูตรคำนวณ

$$\% \text{Ca} = \frac{(A - B) \times N \times F \times 250 \times 100}{1000 \quad 25 \quad W}$$

เมื่อ A = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน โพลแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ที่ใช้ไตเตรตตัวอย่าง

B = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน โพลแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ที่ใช้ไตเตรตแบลงค์

N = ความเข้มข้น ของสารละลายมาตรฐาน โพลแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (นอร์มอล)

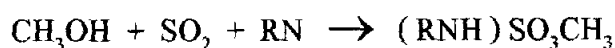
F = ค่ากรัมสมมูลของ Ca (20.04)

W = น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)

2.4.2.4 การวิเคราะห์หาปริมาณน้ำโดยวิธี Karl Fischer

หลักการ

สกัดน้ำออกจากตัวอย่างด้วยเมทานอลที่ปราศจากน้ำแล้วนำมาทำปฏิกิริยากับ Karl Fischer reagent ซึ่งมี SO_2 กับ I_2 ละลายในอิมิดาโซล และเมทานอล เมื่อนำมาทำปฏิกิริยาหมดจะเกิดสีของ I_2 ดังปฏิกิริยา



(RN = Base)

(methyl sulfurous acid)



(methyl sulfate)

วิธีวิเคราะห์

1. ปรับสภาพตัวทำละลายตัวอย่างให้ปราศจากน้ำโดยการไตเตรตด้วยน้ำยา Karl Fischer
 2. sampling ตัวอย่าง โดยใช้เข็มฉีดยา แล้วนำไปชั่งน้ำหนักรวมที่แน่นอน นำตัวอย่างมาฉีดใส่ภาชนะสำหรับไตเตรต จึงนำเข็มฉีดยามาชั่งน้ำหนักที่เหลือเพื่อนำไปคำนวณหาน้ำหนักที่ใช้ในการวิเคราะห์
 3. นำไปไตเตรตด้วย Karl Fischer Titrator
 4. อ่านผลที่ได้และคำนวณผล
- 2.4.2.5 การวิเคราะห์หาปริมาณความชื้น (โดยวิธี Dean - Stark)
1. ชั่งตัวอย่างประมาณ 10 กรัม ให้อ่านค่าละเอียดถึง 1 มิลลิกรัม ใส่ลงในขวดแก้วก้นกลมสำหรับกลั่นขนาด 250 มิลลิลิตร
 2. เติมโทลูอีน (toluene) 100 มิลลิลิตร ลงในขวดกลั่นพร้อมทั้งใส่ลูกปัดแก้ว (anti - bumping granule) 2 - 3 ชิ้น
 3. นำขวดกลั่นไปต่อกับ receiver tube และต่อกับเครื่องควบแน่นของเครื่องกลั่น
 4. ให้ความร้อนกับขวดกลั่นจนกระทั่งโทลูอีนเริ่มเดือด และมีของเหลวกลั่นตัวออกมาพร้อมน้ำในตัวอย่าง ให้ลดลงไม่อยู่ที่

ตัวรองรับ (receiver) น้ำและโทลูอินจะแยกตัวออกจากกัน เนื่องจากน้ำเป็นสาร โพลาร์ (polar) และมีถ.พ. มากกว่าโทลูอินซึ่งเป็นสารอินทรีย์ (nonpolar) น้ำจึงอยู่ส่วนล่างของตัวรองรับ (receiver)

5. กลั่นจนกระทั่งปริมาณน้ำที่กลั่นได้ไม่เพิ่มขึ้นอีก

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

2.4.2.6 วิเคราะห์หาปริมาณสารที่ไม่ละลายน้ำโดยวิธี Gravimetric

1. ชั่งตัวอย่าง 100 กรัม โดยอ่านค่าให้ละเอียดถึง 1 มิลลิกรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 1000 มิลลิลิตร
2. ละลายด้วยน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร ทำที่อุณหภูมิ 20-25 องศาเซลเซียส
3. กรองด้วย gooch crucible ที่ปูด้วย Glassmicrofibre filter ที่ทราบน้ำหนักที่แน่นอนแล้ว
4. ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง ครั้งละ 20 มิลลิลิตร
5. นำมาอบที่อุณหภูมิ 110 ± 5 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
6. ใส่ เดซิเคเตอร์ (Desiccator) ที่ทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ชั่งน้ำหนัก

$$\% \text{ สารที่ไม่ละลายน้ำ} = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

m_0 = น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)

m_1 = น้ำหนักสารที่ไม่ละลายน้ำ (กรัม)

2.4.2.7 การวิเคราะห์หาปริมาณสารที่ละลายในไคคโลโรมีเทน

1. ชั่งตัวอย่างประมาณ 10 กรัม โดยอ่านค่าให้ละเอียดถึง 1 มิลลิกรัม ใส่ลงในทิมเบอร์ (thimber) ขนาด 30×75 มิลลิเมตร

2. นำทิมเบอร์พร้อมตัวอย่างมาบรรจุไว้ในเครื่องสกัดแบบต่อเนื่อง (Soxhlet extractor) และใช้ไคลคลอโรมีเทน 100 มิลลิลิตรเป็นตัวทำละลาย สกัดด้วยไคลคลอโรมีเทนเป็นเวลา 2 วัน
3. นำสารละลายที่สกัดได้ระเหยบนเครื่องอังไอน้ำที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสจนหมดไคลคลอโรมีเทน
4. ทิ้งไว้ให้เย็นในเคซิเคเตอร์และชั่ง
ดังนั้นปริมาณของสารที่ละลายได้ในไคลคลอโรมีเทนสามารถคำนวณได้จากสูตร

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

เมื่อ m_1 คือ น้ำหนักของส่วนที่เหลือจากการระเหยเป็นกรัม

m_0 คือ น้ำหนักของตัวอย่างเป็นกรัม

2.4.3 การวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ (Instrumental Analysis)

2.4.3.1 การวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ Infrared Spectrophotometer (IR)

การตรวจพิสูจน์โครงสร้างสามารถทำได้โดยอาศัยข้อมูลจากอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (Infrared spectroscopy) ซึ่งเป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาทางธรรมชาติทางเคมีของสาร โดยอาศัยรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่น 0.8 - 200 μm หรือรังสีที่มีเลขคลื่น 12500 - 50 cm^{-1} แต่ที่ใช้ศึกษาตัวอย่างใช้ mid IR ซึ่งมีเลขคลื่นในช่วง 4000 - 400 cm^{-1}

หลักการ

โมเลกุลของสารใดๆประกอบด้วยอะตอมมายึดเกาะจับกันเข้าด้วยกันที่เรียกว่า “พันธะเคมี” อะตอมเหล่านี้มีได้ยู่หนึ่งแต่จะมีการเคลื่อนไหว หรือสั่นตลอดเวลา การสั่นแบบยืดและงอของแต่ละพันธะนี้จะมีค่าความถี่โดยเฉพาะ เมื่อโมเลกุลได้รับรังสี IR ที่ความถี่ตรงกับการสั่นของพันธะใด ก็จะดูดกลืนรังสีที่มีความถี่นั้น

นำตัวอย่างเดิม ตัวอย่างส่วนที่ละลายน้ำ ตัวอย่าง ส่วนที่ไม่ละลายน้ำ ตัวอย่างส่วนที่ละลายในไดคลอโรมีเทนมาวิเคราะห์ IR ดังนี้
วิธีวิเคราะห์

นำตัวอย่าง 2 มิลลิกรัม ผสมกับ โพแทสเซียม โบรไมด์ที่อบแห้งแล้ว 100 มิลลิกรัมบดให้ละเอียด และนำไปอัดเม็ดให้เป็น KBr disc. โดยใช้เครื่องอัดเม็ด จากนั้นนำ KBr disc. ที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัม โดยใช้เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์และแปลผลสเปกตรัมที่ได้

3. ผลการวิเคราะห์

3.1 ผลการวิเคราะห์ ตัวอย่าง โดยคุณภาพ

พบว่าตัวอย่าง มี NH_4^+ , Ca^{2+} , NO_3^- และ PO_4^{3-} เป็นองค์ประกอบ

3.2 ผลการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่าง โดยปริมาณ เป็นดังนี้

ไนโตรเจนทั้งหมด คำนวณเป็น N	ร้อยละ	15.3
แอมโมเนียมไนโตรเจน คำนวณเป็น N	ร้อยละ	1.1
แคลเซียม (Ca)	ร้อยละ	18.8
น้ำ (โดยวิธี Karl Fischer)	ร้อยละ	18.3
ความชื้น (โดยวิธี Dean - Stark)	ร้อยละ	4.3
สารที่ไม่ละลายน้ำ	ร้อยละ	1.0
สารที่ละลายได้ในไดคลอโรมีเทน	ร้อยละ	0.3

3.3 ผลการพิสูจน์โครงสร้างด้วยเครื่อง อินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

3.3.1 ย่านการดูดกลืนแสงสำคัญของตัวอย่าง (แสดงอยู่ในตารางที่ 1)

3.3.2 ย่านการดูดกลืนแสงสำคัญของตัวอย่างส่วนที่ละลายน้ำ (แสดงอยู่ในตารางที่ 2)

3.3.3 ย่านการดูดกลืนแสงสำคัญของตัวอย่างส่วนที่ไม่ละลายน้ำ (แสดงอยู่ในตารางที่ 3)

3.3.4 ย่านการดูดกลืนแสงสำคัญของตัวอย่างส่วนที่ละลายในไดคลอโรมีเทน (แสดงอยู่ในตารางที่ 4)

รายละเอียดผลการวิเคราะห์

1. ตัวอย่างมีลักษณะเป็นเม็ดกลมสีขาว ไม่มี กลิ่น คุณความชื้นได้ดี
2. ผลการทดสอบการละลายของตัวอย่างในตัวทำละลายต่างๆ เป็นดังนี้

ตัวทำละลาย	การละลาย
น้ำ	ได้สารละลายขุ่นขาว มีตะกอนเล็กน้อย มี oil หรือ wax ลอยอยู่ที่ผิวบนของของเหลว pH \approx 5-6
กรดไฮโดรคลอริกเจือจาง	ละลายเกือบหมด
กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น	ละลายได้หมด
ปิโตรเลียมอีเธอร์	ละลายได้เล็กน้อย
ไดคลอโรมีเทน	ละลายได้เล็กน้อย

3. การทดสอบการเผาไหม้ พบว่า ตัวอย่างเกิดการหลอมเหลวจนเดือด ให้เปลวไฟสีแคงอิฐ ไม่มีเขม่าเกิดขึ้น ปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้องกลายเป็นของแข็งสีขาว
4. ผลการวิเคราะห์คลอไรด์ ซัลเฟต ฟอสเฟต คาร์บอเนต ไนเตรต แอมโมเนียม และแคลเซียม
 - ไม่เกิดตะกอนสีขาวซึ่งละลายได้ในสารละลายแอมโมเนียเจือจาง แสดงว่าตัวอย่างไม่มีคลอไรด์เป็นองค์ประกอบ
 - ไม่เกิดตะกอนสีขาว แสดงว่า ตัวอย่างไม่มีซัลเฟตเป็นองค์ประกอบ
 - เกิดตะกอนสีเหลือง แสดงว่า ตัวอย่างมีฟอสเฟตเป็นองค์ประกอบ
 - ไม่เกิดตะกอนสีขาว แสดงว่า ตัวอย่างไม่มีคาร์บอเนตเป็นองค์ประกอบ
 - เกิดวงแหวนสีน้ำตาล แสดงว่า ตัวอย่างมีไนเตรตเป็นองค์ประกอบ
 - เกิดตะกอนสีน้ำตาลแกมส้ม แสดงว่า ตัวอย่างมีแอมโมเนียมเป็นองค์ประกอบ

■ เกิดเปลวไฟสีแดงอิฐ แสดงว่า ตัวอย่างมีแคลเซียมเป็นองค์ประกอบ

■ เกิดตะกอนสีขาว แสดงว่า ตัวอย่างมีแคลเซียมเป็นองค์ประกอบ แสดงว่าตัวอย่างมี NH_4^+ , Ca^{2+} , NO_3^- และ PO_4^{3-} เป็นองค์ประกอบ

5. ผลการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่าง โดยปริมาณ (แสดงไว้ในข้อ 3.2)
6. ผลการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของตัวอย่าง (รูปที่ 4) มีลักษณะคล้ายสเปกตรัม $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (รูปที่ 6) ผสม NH_4NO_3 (รูปที่ 7) ซึ่งให้ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญดังแสดงไว้ในตารางที่ 1
7. ตัวอย่างส่วนที่ละลายน้ำ นำมาระเหยแห้ง แล้วอบที่ 100 องศาเซลเซียส มีลักษณะเป็นของเหลวหนืดสีขาวดูความชื้นได้ดี นำมาวิเคราะห์ต่อได้ผลการวิเคราะห์ดังนี้
 - 7.1 ตัวอย่างนำมาวิเคราะห์เคมีคุณภาพพบ Ca^{2+} , NH_4^+ , NO_3^-
 - 7.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยอินฟราเรดสเปกตรัมได้ IR-spectrum (รูปที่ 5) มีลักษณะคล้าย $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (รูปที่ 6) ผสม NH_4NO_3 (รูปที่ 7) ซึ่งให้ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญดังแสดงไว้ในตารางที่ 2
8. ตัวอย่างส่วนที่ไม่ละลายน้ำ ตัวอย่างมีสารที่ไม่ละลายประมาณร้อยละ 1 มีลักษณะเป็นผงสีขาวขุ่น เมื่อนำมาวิเคราะห์ต่อได้ผลการวิเคราะห์ดังนี้
 - 8.1 ตัวอย่างนำมาวิเคราะห์ทางเคมีคุณภาพพบ Ca^{++} , PO_4^{3-}
 - 8.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยอินฟราเรดสเปกตรัมได้ IR spectrum (รูปที่ 8) มีลักษณะคล้าย Calcium phosphate (รูปที่ 9) ซึ่งให้ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญดังแสดงไว้ในตารางที่ 3
9. นำตัวอย่างมาสกัดด้วยไดคลอโรมีเทน ได้ผลการวิเคราะห์ดังนี้
 - 9.1 ส่วนที่สกัดได้ในไดคลอโรมีเทน นำมาระเหยแห้ง มีลักษณะคล้าย wax สีเหลือง มีปริมาณร้อยละ 0.3
 - 9.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ได้ IR spectrum (รูปที่ 10) มีลักษณะคล้าย High melting paraffin wax (รูปที่ 11) ซึ่งให้ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญ ดังแสดงไว้ในตารางที่ 4

9.3 ผลการทดสอบการเผาไหม้ พบว่าตัวอย่างสามารถติดไฟได้ ให้ เปลวไฟสีเหลือง เผาแล้วไม่พบเถ้าเหลืออยู่

9.4 ผลการวิเคราะห์โดยเทคนิค thin-layer chromatography โดยใช้ ไคคลอโรมีเทนเป็น mobile phase จะแยกได้ 3 จุด มีค่า Rf factor ดังนี้ 0.3 , 0.55 , 0.8 ตามลำดับ (ดังรูปที่ 3)

4. วิจารณ์

1. การวิเคราะห์ทดสอบทางเคมีของสารตัวอย่างที่เป็น unknown ที่อาจจะ เป็นสารประกอบเชิงเดี่ยวและเชิงซ้อน ต้องวิเคราะห์ทั้งโดยคุณภาพ ก่อนเพื่อให้ทราบว่ามีองค์ประกอบทางเคมีอะไรบ้าง ขั้นตอนต่อไปจึงวิเคราะห์โดย ปริมาณเพื่อให้ทราบว่ามีปริมาณร้อยละเท่าใด และขั้นตอนสุดท้ายของการ วิเคราะห์คือ การตรวจพิสูจน์โครงสร้างทางเคมีโดยใช้เครื่องอินฟราเรด เพื่อ ยืนยันผลการวิเคราะห์ สำหรับขั้นตอนการวิเคราะห์ calcium nitrate field grade ไม่มีวิธีวิเคราะห์โดยตรงตามมาตรฐานหรือวิธีอื่นใด จำเป็นต้องพัฒนา วิธีวิเคราะห์ขึ้นเอง โดยเริ่มการวิเคราะห์ทดสอบขั้นพื้นฐาน โดย วิเคราะห์และ การวิเคราะห์ด้วยเครื่องมืออินฟราเรด การวิเคราะห์ทดสอบด้วยวิธีเคมีสรุป ได้ว่าตัวอย่างเป็นเกลืออนินทรีย์ที่มี Ca^{2+} , NH_4^+ , NO_3^- และ PO_4^{3-} เป็น องค์ประกอบ จากผลการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของตัวอย่าง (รูปที่ 4) โดยการเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของตัวอย่างส่วนที่ละลายน้ำ (รูปที่ 5) พบ ว่าสเปกตรัมคล้ายกัน แสดงว่าตัวอย่างส่วนใหญ่ประกอบด้วยสารที่ละลาย น้ำได้ดี
2. จากผลการวิเคราะห์ตัวอย่างส่วนที่ละลายน้ำพบว่ามี Ca^{2+} , NH_4^+ , NO_3^- เป็นองค์ประกอบ และจากผลการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของตัวอย่าง ส่วนที่ละลายน้ำ (รูปที่ 5) โดยการเปรียบเทียบกับสเปกตรัมอ้างอิงของ $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ (รูปที่ 6) และ NH_4NO_3 (รูปที่ 7) พบว่ามีโครงสร้างคล้าย $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ ผสมกับ NH_4NO_3 แสดงว่า ตัวอย่างส่วนที่ละลายน้ำอาจเป็น $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ ผสมกับ NH_4NO_3 หรืออาจจะอยู่ในรูปของ double salt คือ $5Ca(NO_3)_2 \cdot NH_4NO_3 \cdot 10H_2O$ จึงต้องทำการพิสูจน์ต่อไป

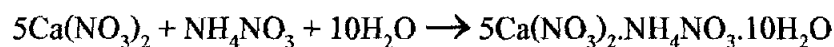
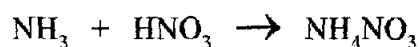
■ จากการวิเคราะห์หาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจน พบว่า มีปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนร้อยละ 1.1 ซึ่งคำนวณเป็น $5\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{NH}_4\text{NO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ได้ร้อยละ 84.9 และจากการวิเคราะห์หาปริมาณน้ำโดยวิธี Karl Fischer พบว่ามีปริมาณน้ำร้อยละ 18.3 (ซึ่งเป็นปริมาณความชื้นรวมกับปริมาณน้ำผลึก) จากการวิเคราะห์หาปริมาณความชื้นโดยวิธี Dean-Stark พบว่ามีปริมาณความชื้นร้อยละ 4.3 ดังนั้นตัวอย่างมีปริมาณ น้ำผลึกร้อยละ 14 ซึ่งคำนวณเป็น $5\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{NH}_4\text{NO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ได้ร้อยละ 84.0 จะเห็นได้ว่าปริมาณของ $5\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{NH}_4\text{NO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งคำนวณจากแอมโมเนียมไนโตรเจน และที่คำนวณจากปริมาณน้ำผลึกใกล้เคียงกัน แสดงว่าตัวอย่างต้องเป็น



- จากการศึกษากระบวนการผลิต ทำให้ทราบว่าตัวอย่างสังเคราะห์ขึ้นจากการย่อยหินฟอสเฟตด้วยกรดไนตริก ผลที่ได้คือ กรดฟอสฟอริกและแคลเซียมไนเตรต ดังปฏิกิริยา



จากนั้นแยกผลึกแคลเซียมไนเตรตออกมา แล้วนำมาทำให้หลอมเหลวและทำให้เป็นกลางด้วยแอมโมเนีย ซึ่งจะได้ $5\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{NH}_4\text{NO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ดังปฏิกิริยา



จากคุณสมบัติของแคลเซียมไนเตรตตามเอกสารอ้างอิงหมายเลข 10 พบว่า แคลเซียมไนเตรตสามารถ form double salt กับแอมโมเนียมไนเตรตในรูปของ $5\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{NH}_4\text{NO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเป็นการยืนยันผลการตรวจพบ $5\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{NH}_4\text{NO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ได้อีกทางหนึ่ง

- จากการวิเคราะห์หาปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจน พบว่ามีปริมาณแอมโมเนียมไนโตรเจนร้อยละ 1.1 ซึ่งคำนวณเป็น $5\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{NH}_4\text{NO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ได้ร้อยละ 84.9 (ซึ่งประกอบด้วย NH_4NO_3 ร้อยละ 6.3 $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ร้อยละ 64.6 และ H_2O ร้อยละ 14.0)

จากการวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด พบว่ามีปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดร้อยละ 15.3 ดังนั้นจะเป็นไนเตรตไนโตรเจนของ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ร้อยละ 13.1 ซึ่งคำนวณเป็น $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ได้ร้อยละ 76.7 (ซึ่งประกอบด้วยแคลเซียมร้อยละ 18.7) จะเห็นได้ว่าปริมาณ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ที่คำนวณได้จากไนเตรตไนโตรเจนมากกว่าปริมาณ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ของ $5\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{NH}_4\text{NO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ดังนั้นจะมี $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ เหลืออยู่ในตัวอย่างร้อยละ 12.1

ดังนั้นตัวอย่างส่วนที่ละลายน้ำประกอบด้วย

$5\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{NH}_4\text{NO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ร้อยละ 84.9

$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ร้อยละ 12.1

3. จากผลการวิเคราะห์ตัวอย่างส่วนที่ไม่ละลายน้ำพบว่ามี Ca^{2+} และ PO_4^{3-} เป็นองค์ประกอบ และจากผลการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัม ของตัวอย่างส่วนที่ไม่ละลายน้ำ (รูปที่ 8) มีลักษณะคล้าย Calcium phosphate (รูปที่ 9) แสดงว่าตัวอย่างส่วนที่ไม่ละลายน้ำเป็นแคลเซียมฟอสเฟต ซึ่งเป็นสารที่เหลือจากกระบวนการผลิต (วิธีที่ 2 หน้า 1)

4. - จากผลการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของตัวอย่างส่วนที่ละลายได้ในไดคลอโรมีเทน (รูปที่ 10) พบว่ามีลักษณะคล้าย High melting paraffin wax (รูปที่ 11) และจากผลการทดสอบการเผาไหม้ พบว่า เมื่อเผาแล้วไม่มีเถ้าเหลืออยู่ แสดงว่าตัวอย่างส่วนที่ละลายได้ในไดคลอโรมีเทนเป็น High melting paraffin wax

- จากผลการวิเคราะห์หาความบริสุทธิ์ของสารที่ละลายในไดคลอโรมีเทน โดยวิธีทินเลเยอร์โครมาโทกราฟี (thin - layer chromatography) ปรากฏว่าแยกได้ 3 จุด แสดงว่าสารที่ละลายในไดคลอโรมีเทนประกอบด้วยสาร 3 ตัว (ดังรูปที่ 1) โดยที่จุดที่ 1 และจุดที่ 2 เล็กและเจือจางมาก จึงถือเป็น impurity ส่วนจุดที่ 3 เป็น High melting paraffin wax ดังอินฟราเรดสเปกตรัม (รูปที่ 11)

- จากเอกสารทางวิชาการหมายเลข 9 พบว่า Paraffin wax ใช้เป็นสารเคลือบเมล็ดปุ๋ย เพื่อป้องกันความชื้นและป้องกันการจับ ตัวเป็นก้อนของปุ๋ย (anticaking)

5. สรุป

ผลการวิเคราะห์ตัวอย่าง calcium nitrate field grade ประกอบด้วย

- | | |
|--|-------------|
| 1. $5\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{NH}_4\text{NO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ | ร้อยละ 84.9 |
| 2. $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ | ร้อยละ 12.1 |
| 3. Calcium phosphate | ร้อยละ 1 |
| 4. High melting paraffin wax | ร้อยละ 0.3 |

6. กิตติกรรมประกาศ

ผู้เขียนขอแสดงความขอบคุณ คุณส่องแสง เลี้ยวชวลิต ผู้อำนวยการกองเคมี และคุณยุพา รุ่งเวชวุฒิวិทยา ที่กรุณาให้คำปรึกษาแนะนำ

7. เอกสารอ้างอิง

1. Cunniff, Patricia A. **Official Method of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists.** 16th ed. Vol.1. Arlington, Va : Association of Official Analytical Chemists International, 1995. Chapter 2, Fertilizers, P.15, P.27
2. Hawley, Gessner G. **The Condensed Chemical Dictionary.** 10th ed. Taipei : MEI YA PUBLICATIONS, INC., 1983. P.61, P.183.
3. Kirk - Othmer. **Encyclopedia of Chemical Technology.** 3rd ed. Vol.10. New York : John Wiley & sons, Inc. 1980. P.56.
4. Nyquist, R.A ; and Kagel, R.O. **Infrared Spectra of Inorganic Compounds.** (3800 - 45 cm⁻¹) New York : Academic press, 1971.
5. **Official Methods of Analysis of Fertilizers.** The National Institute of Agricultural Sciences. Ministry of Agriculture, Forestry, and Fisheries. Japan : Yatabe - machi, Iharaki - ken, 1982, P.10.
6. **Sadtler Commercial Infrared Spectra, Fat, Waxes & Derivatives.** vol.1. G3001-G3825 Philadelphia : Sadtler Research Laboratories, 1975. G3167.
7. **Sadtler IR Spectra of Inorganic Compounds.** Vol.1. Philadelphia : Sadtler research Laboratories, inc. 1874. Y85, Y455.
8. Svehla, H. **Vogel's Qualitative Inorganic Analysis.** 6th ed. New York : Longman Scientific & Technical. 1987. P.150-199.
9. Tisdale, Samuel L. and Nelson, Werner L. **Soil Fertility and Fertilizers.** 3rd ed. New York : Macmillan, 1975. P.163, P.379.
10. **Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry.** 5th ed. Vol.A17. Weinheim : VCH publisher, Inc., 1991. P.277-281.

11. United Nations Industrial Development Organization. **Fertilizer**

Manual. New York : United Nations , 1967. P.100-101.

12. Vogel , Arthur I. **Quantitative Inorganic Analysis.** 3rd ed. London :

Lowe & Bryclone LTD , 1961. P.233-294.

ภาคผนวก

8. ภาคผนวก

สารละลายและวิธีเตรียม

1. สารละลาย 10 % แบเรียมคลอไรด์
ละลายแบเรียมคลอไรด์ 10 กรัม ในน้ำ 100 มิลลิลิตร
2. สารละลายซัลฟริกโมลิบดีก
เตรียมสารละลายซัลฟริกโมลิบดีกโดยชั่งโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ (Molybdenumtrioxide, MoO_3) 54 กรัม และไฮเดียมไฮดรอกไซด์ 12 กรัม เติมน้ำกลั่น 400 มิลลิลิตร คนให้ละลายจนแน่นให้ความร้อน ปล่อยให้เย็น ละลายซัลฟริก 60 กรัม ในสารละลายไฮดรอกไซด์ที่เตรียมจากกรดไฮดรอกไซด์เข้มข้น (36 % HCl) 140 มิลลิลิตรและน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร จากนั้นค่อยๆ เติมสารละลายกรดโมลิบดีกลงในสารละลายกรดซัลฟริก คนให้เท่ากันและกรองลงในขวดปริมาตร 1000 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตรเก็บสารละลายนี้ไว้ในขวดสีชา
3. สารละลายกรดไฮดรอกไซด์ 1:4
เติมกรดไฮดรอกไซด์เข้มข้น 10 มิลลิลิตร ลงในขวดน้ำกลั่น 40 มิลลิลิตร
4. เมทิลเรดอินดิเคเตอร์
ละลาย 1 กรัม เมทิลเรดในแอลกอฮอล์ 200 มิลลิลิตร
5. Nessler's reagent
ชั่งโพแทสเซียมไอออไดด์ 10 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ที่มีน้ำกลั่น 10 มิลลิลิตรและกวนจนกระทั่งละลายหมด เติมสารละลายอิมคิวของเมอร์คิวรี(II) คลอไรด์ที่เตรียมไว้ (60 กรัมค่อน้ำกลั่น 1000 มิลลิลิตร ที่ละลายจนกระทั่งได้ตะกอนสีส้มของเมอร์คิวรี(II)คลอไรด์ หลังจากนั้นเติมสารละลายไฮเดียมไฮดรอกไซด์เจือจาง (9 โมลาร์) จำนวน 80 มิลลิลิตร และเจือจางด้วยน้ำอีก 200 มิลลิลิตร กวนจนกระทั่งตะกอนละลายจนหมดและตั้งทิ้งไว้ค้างคืน กรองและเก็บสารละลายไว้ในขวดสีน้ำตาล
6. 3 % phosphomolybdic acid in methanol

ละลาย 0.3 กรัม dodecamolybdophosphoric acid icosytetrahydrate ,
 $H_3PO_4 \cdot 12MoO_3 \cdot 24H_2O$ ในเมทานอล (methanol) 10 มิลลิลิตร

7. สารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตความเข้มข้น 0.1 N

ชั่งโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตประมาณ 3.2 - 3.25 กรัม บนกระจก
นาฬิกา ถ่ายในบีกเกอร์ขนาด 800 มิลลิลิตร จำนวน 2 ใบ ปริมาณเท่าๆกัน เติมน้ำ
กัลันลงไปในแต่ละบีกเกอร์ประมาณ 600 มิลลิลิตร ปิดด้วยกระจกนาฬิกา
ต้มให้เดือดเบาๆ 20 - 30 นาที เพื่อทำลายสารอินทรีย์ในน้ำ ตั้งทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง
ค้างคืนโดยใช้กระจกนาฬิกา ปิดบีกเกอร์เก็บไว้ในที่มืด (ตู้ทึบ) กรอง
ด้วยถุงกระดาษ (gooch crucible) ที่ปูด้วยแอสบสทอสโดยใช้ปั๊มดูดอากาศ
(suctionpump)

8. สารละลายควิโนลิเนียมคลอไรด์

เติมควิโนลิเนียม 50 มิลลิลิตร ลงในสารละลายของกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น
60 มิลลิลิตร ในน้ำกัลัน 500 มิลลิลิตร กวนให้เป็นเนื้อเดียวกัน และเติมน้ำ
กัลันจนได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร เก็บสารละลายที่เตรียมได้ในขวดสีชา

9. สารละลาย 10 % ซิลเวอร์ไนเตรต

ละลายซิลเวอร์ไนเตรต 10 กรัม ในน้ำกัลัน 100 มิลลิลิตร

10. สารละลาย 30 % โซเดียมไฮดรอกไซด์

เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 300 กรัม ลงในน้ำกัลัน 500 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำ
กัลันจนครบ 1000 มิลลิลิตร

11. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1N

เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (50% NaOH) 54 มิลลิลิตรในน้ำ
กัลัน 500 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกัลันจนครบ 1000 มิลลิลิตร

12. สารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1 N

ค่อยๆ เติมน้ำซัลฟิวริกเข้มข้น (95% H_2SO_4) 27 มิลลิลิตร ในน้ำกัลัน
500 มิลลิลิตร ทิ้งให้เย็น และเติมน้ำกัลันจนครบ 1000 มิลลิลิตร

ตารางที่ 1 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญของตัวอย่าง

Characteristic absorption เลขคลื่น, cm^{-1}	Ion	หมายเหตุ
1349	nitrate ion	strong band
1047		weak band
822		weak band

ตารางที่ 2 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญของตัวอย่างส่วนที่ละลายน้ำ

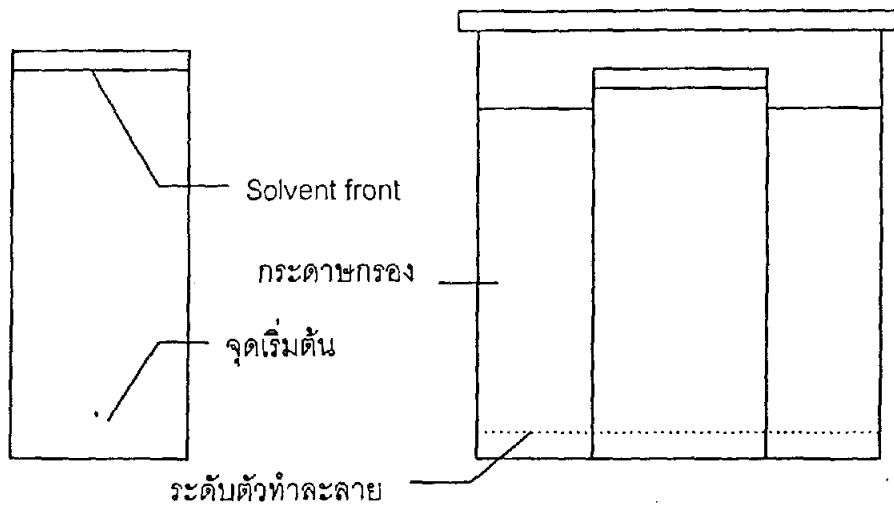
Characteristic absorption เลขคลื่น, cm^{-1}	Ion	หมายเหตุ
1353	nitrate ion	strong band
1047		weak band
823		weak band

ตารางที่ 3 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญของตัวอย่างส่วนที่ไม่ละลายน้ำ

Characteristic absorption เลขคลื่น, cm^{-1}	Ion	หมายเหตุ
1036	phosphate ion	strong band
606		weak band
569		weak band

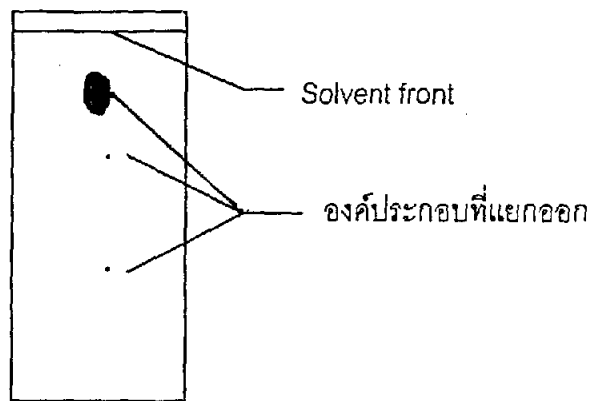
ตารางที่ 4 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญของตัวอย่างส่วนที่ละลายในไดคลอโรมีเทน

เลขคลื่น, cm^{-1}	หมู่ฟังก์ชัน	หมายเหตุ
2954, 2919, 2850	C-H stretching	strong band
1462	CH_2 bending	strong band
1377	CH_3 bending	weak band
719	CH_2 rocking	weak band

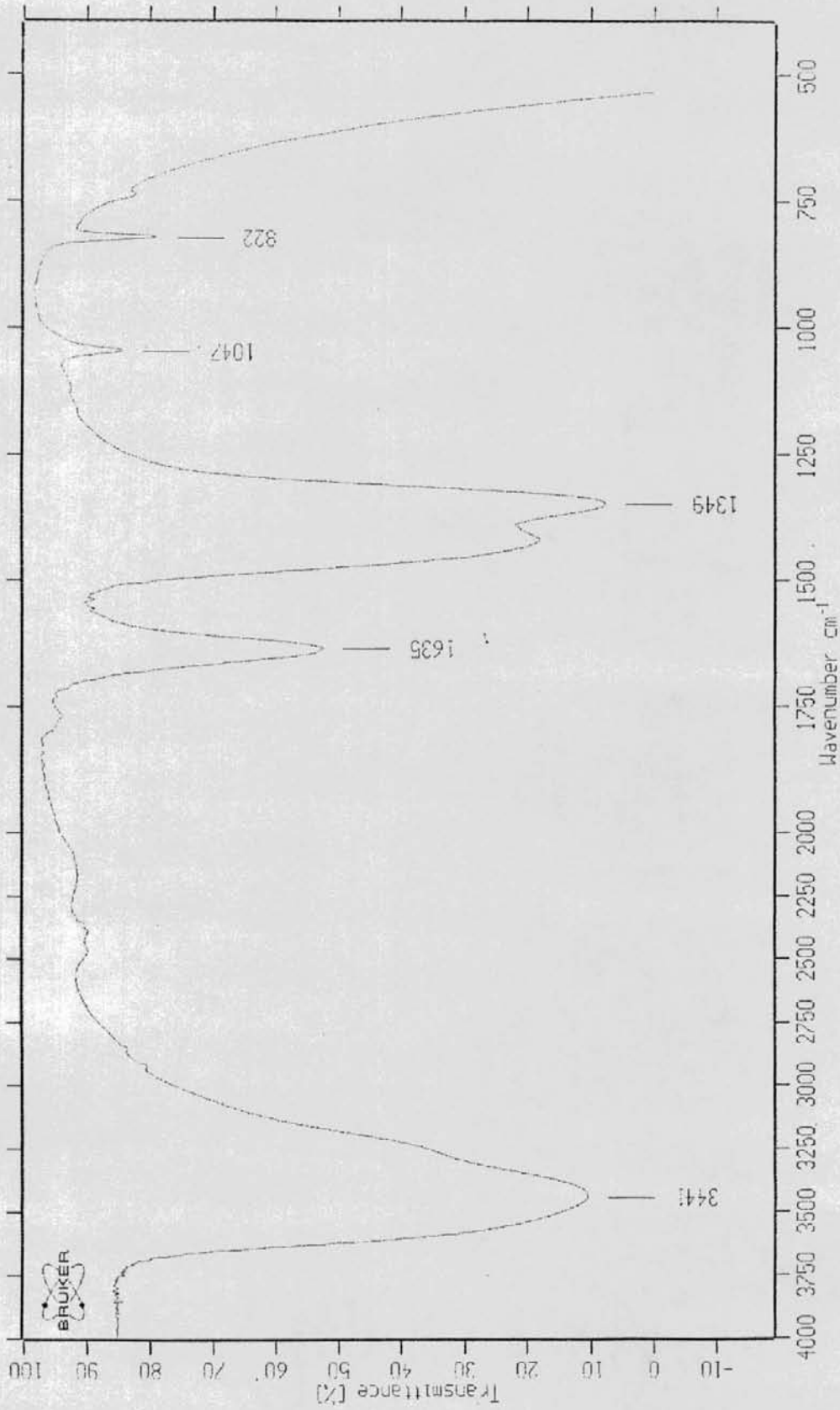


รูปที่ 1 การเตรียมแผ่น TLC

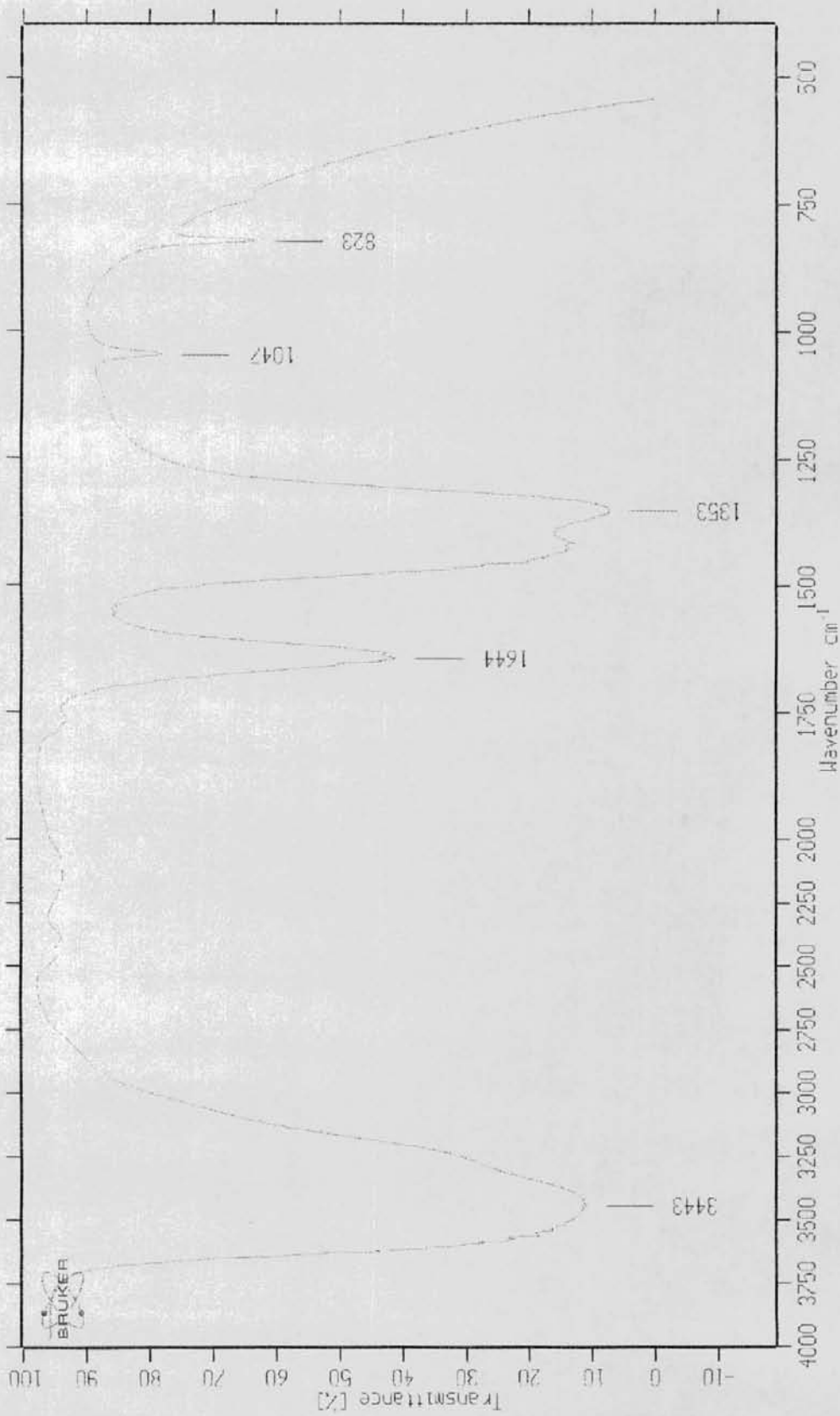
รูปที่ 2 การวางแผ่น TLC ลงใน developing tank



รูปที่ 3 การตรวจหาตำแหน่ง



รูปที่ 4 IR-spectrum ของตัวอย่าง



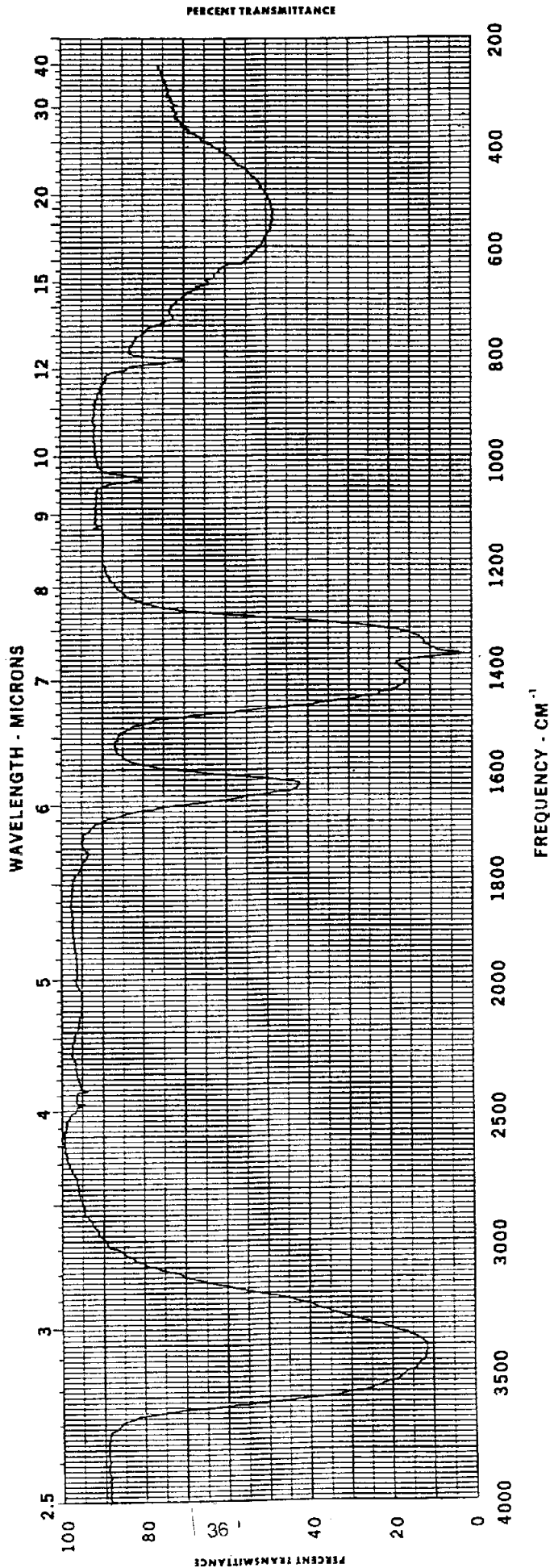
รูปที่ 5 IR-spectrum ของตัวอย่างสวมนที่ละลายน้ำ

CALCIUM NITRATE, TETRAHYDRATE

Mol. Form. $\text{CaN}_2\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

Mol. Wt. 236.15 M. P. 42.7°C Sp. gr. 1.82
 n_D 1.498 (lit.)

Source: Mallinckrodt Chemical Works,
 St. Louis, Mo.
 Method: KBr Wafer



SCANNED ON PERKIN-ELMER 571

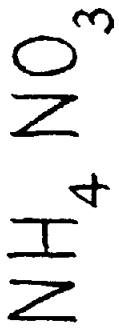
© SPECTRA RESEARCH LABORATORIES, INC.
 PHILADELPHIA, PA., 19104, U.S.A.

รูปที่ 6 IR-spectrum ของ standard calcium nitrate tetrahydrate

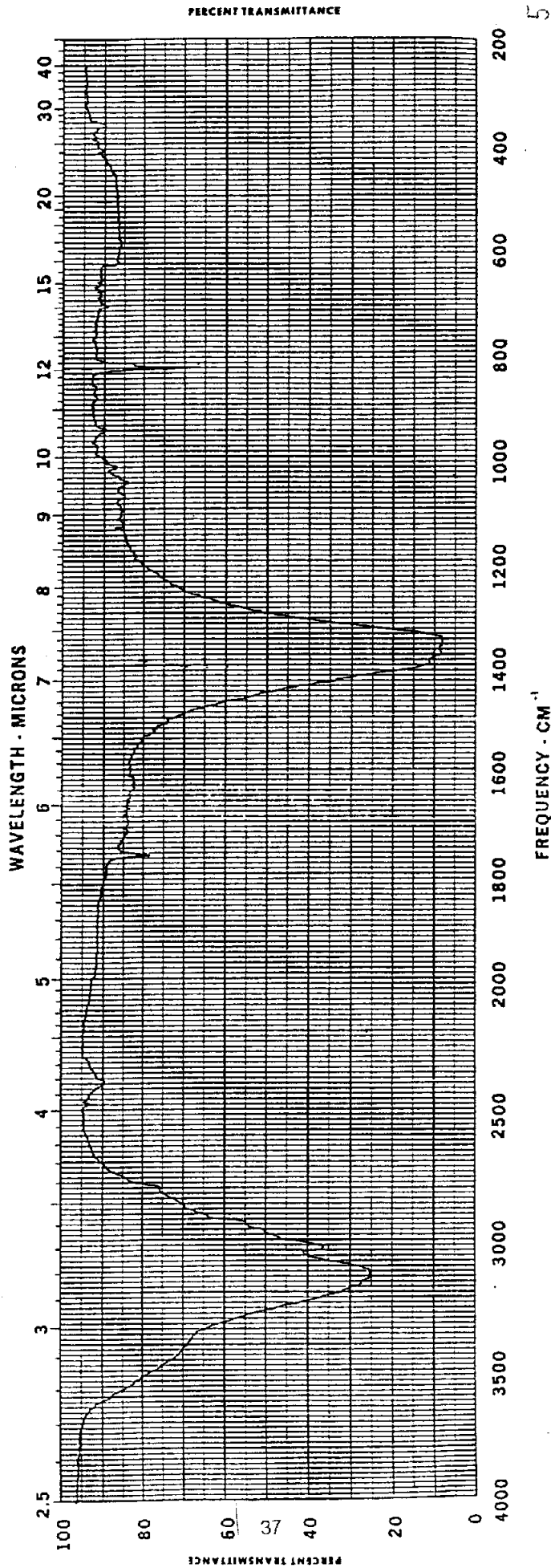
AMMONIUM-NITRATE

Mol. Form. $H_4N_2O_3$

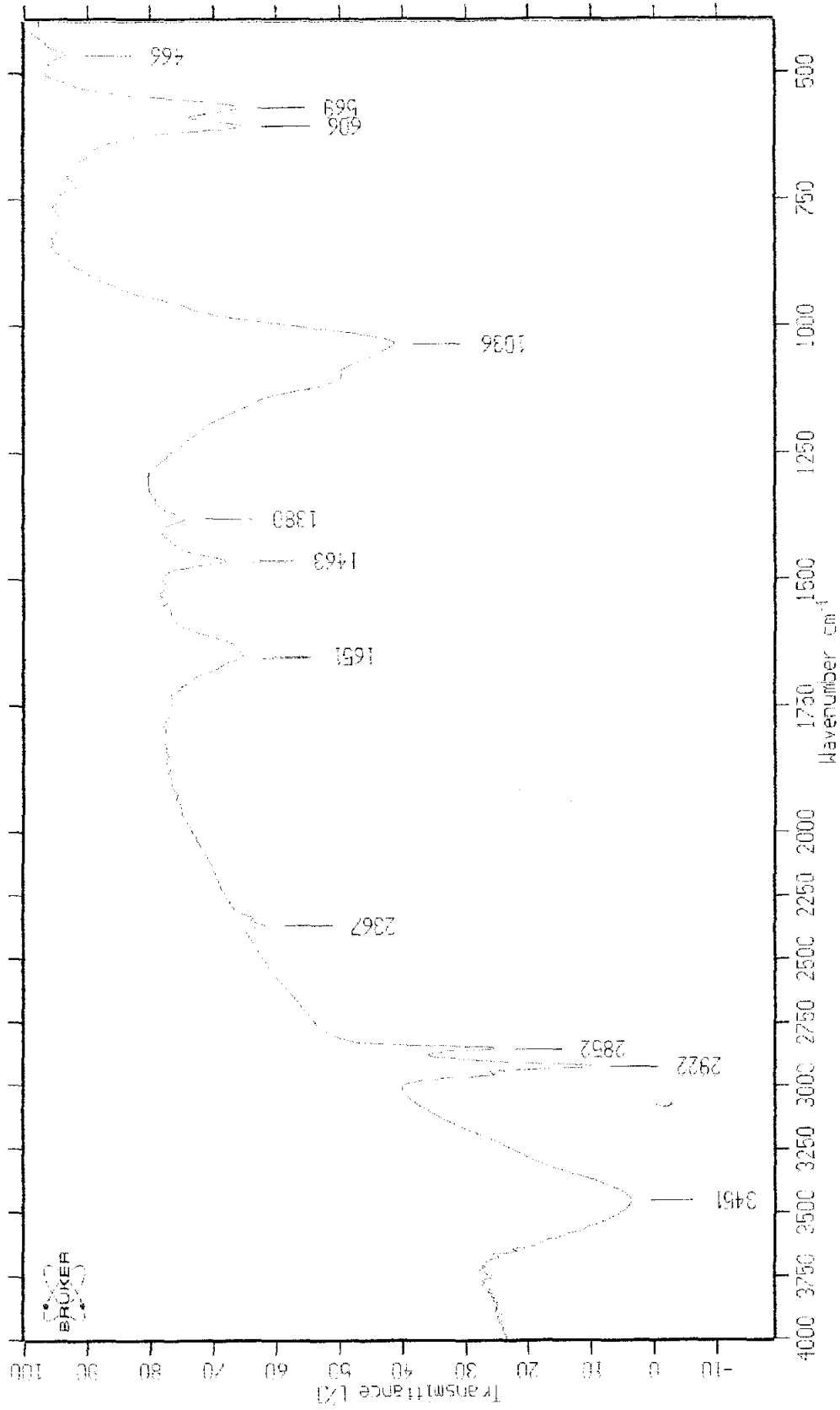
Mol. Wt. 80.04 B. P. 210°C (dec.) (lit.)



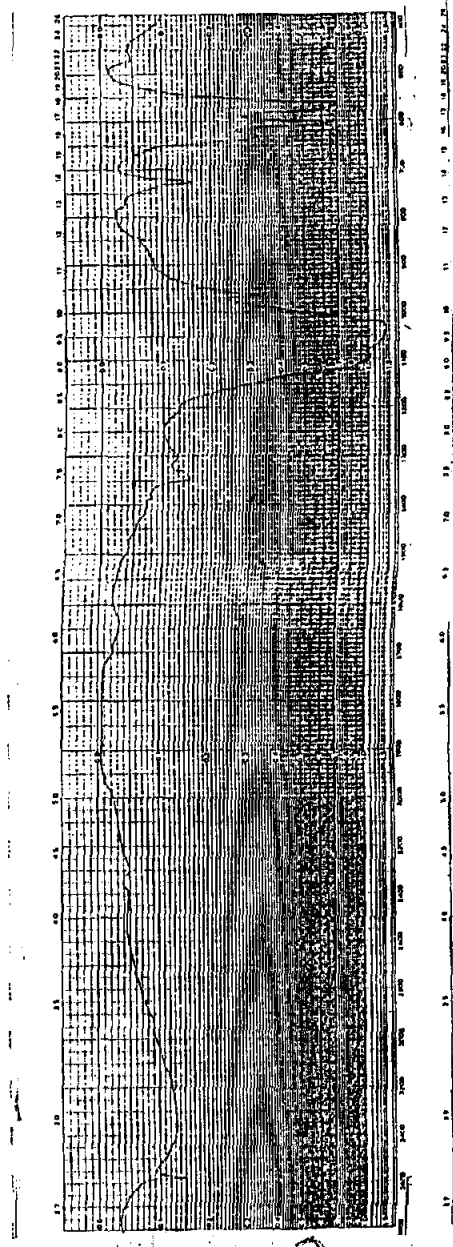
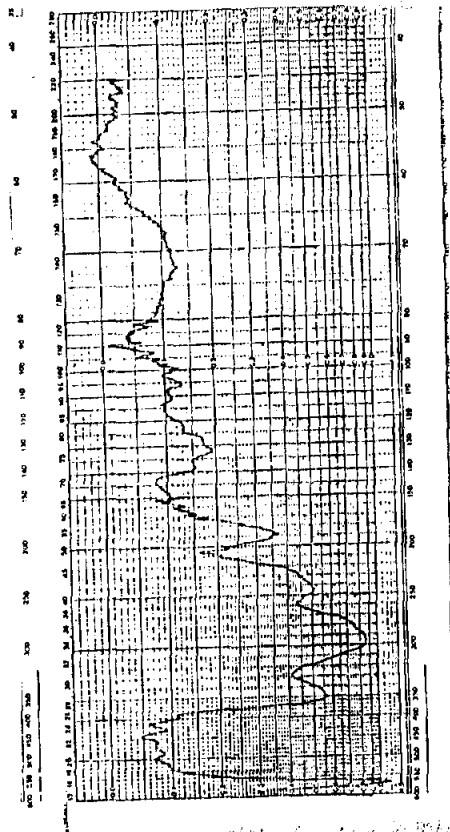
Source: Mallinckrodt Chemical Works,
St. Louis, Mo.
Method: KBr Wafer



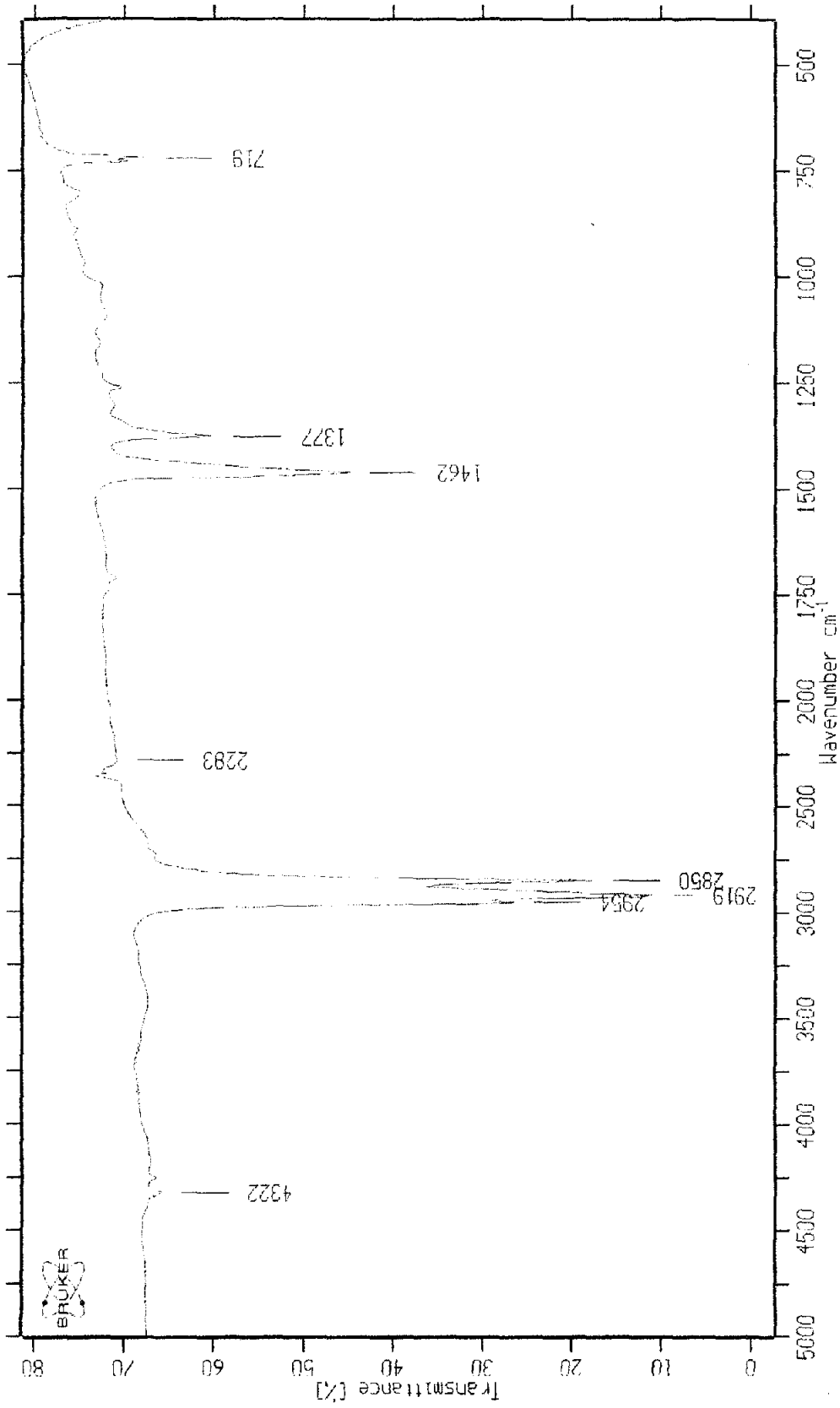
รูปที่ 7 IR-spectrum ของ standard ammonium nitrate



รูปที่ 8 IR-spectrum ของตัวอย่างส่วนที่ไม่ละลายน้ำ



รูปที่ 9 IR-spectrum ของ standard calcium phosphate



รูปที่ 10 IR-spectrum ของตัวอย่างส่วนที่ละลายในไดคลอโรมีเทน

HIGH MELTING PARAFFIN WAX

WHITE MICROCRYSTALLINE

M. P. 190-195° F

Source: Socony Mobil Oil Company
Film

SADTLER



COMMERCIAL-IR

FATS, WAXES, & DERIVATIVES

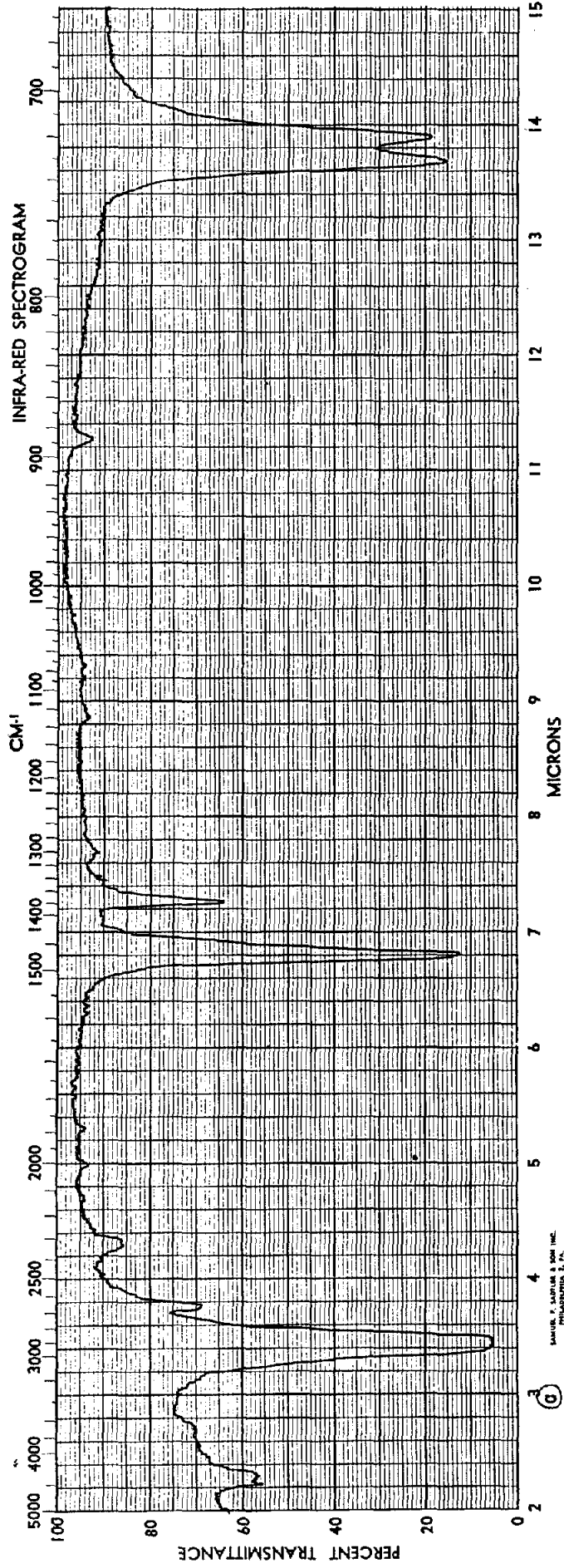


Figure 11 IR-spectrum of standard High melting paraffin wax