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

วศ
กม
อว 16

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง

นักวิทยาศาสตร์ 7ว

เรื่องที่ 1

การศึกษาวิธีวิเคราะห์เพื่อหาองค์ประกอบของตัวอย่าง DIBENZYL DISULFIDE

ผู้ดำเนินการ

นายสมชาติ น้อยฉายา

นักวิทยาศาสตร์ 6ว

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 7ว.

เรื่องที่ 1

การศึกษาวิธีวิเคราะห์เพื่อหาองค์ประกอบของตัวอย่าง DIBENZYL DISULFIDE

เลขหมู่ กม 6316
เลขทะเบียน 9964
วันที่ 14 เมษ. 44

ผู้ดำเนินการ

ด้วยอภินันทนาการ
จาก
กว.

นายสมชาติ น้อยฉายา

นักวิทยาศาสตร์ 6ว.

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3

กองเคมี

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยี และสิ่งแวดล้อม

บทคัดย่อ

การศึกษาพัฒนาวิธีวิเคราะห์ตัวอย่างสารผสมระหว่าง dibenzyl disulfide กับ benzyl trisulfide ด้วยวิธี thin layer chromatography โดยใช้ตัวทำละลายผสมระหว่าง petroleum ether กับ chloroform ในอัตราส่วน 1:1 สามารถแยกสารทั้งสองออกจากกันได้ เมื่อวิเคราะห์ปริมาณสารองค์ประกอบด้วยวิธี column chromatography โดยใช้ silica gel เป็น stationary phase และใช้ single solvents เรียงลำดับ polarity จากต่ำไปสูง ได้แก่ petroleum ether, chloroform และ acetone เป็น mobile phase ทำหน้าที่ elute สารจาก column สามารถแยกสารทั้งสองออกจากกันได้อย่างบริสุทธิ์โดยสารตัวที่ 1 elute ออกมากับ petroleum ether มีปริมาณ ประมาณร้อยละ 70 มีลักษณะเป็นผลึกสีขาวมีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 46 - 48° ซ. สารตัวที่ 2 elute ออกมากับ chloroform มีปริมาณประมาณร้อยละ 30 มีลักษณะเป็นผลึกสีชมพู และมีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 69 - 72°ซ. จากการศึกษาโครงสร้างของสารทั้งสองด้วย infrared spectroscopy (IR) เพื่อยืนยันผลการวิเคราะห์ทางเคมี ผลการตรวจพิสูจน์หมู่ฟังก์ชั่นจากสเปกตรัมที่ได้จากการฉายรังสี IR ต่อสารทั้งสองสรุปได้ว่าสารตัวที่ 1 คือ benzyl trisulfide มีสูตรเป็น $(C_6H_5CH_2)_2S_3$ สารตัวที่ 2 คือ dibenzyl disufide มีสูตรเป็น $(C_6H_5CH_2)_2S_2$

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

สารบัญ

หน้า

1. บทนำ 3
    1.1 ปัญหาและที่มาของการวิเคราะห์.. 3
    1.2 คำนำ 3
    1.3 วัตถุประสงค์ 4
    1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ 4
    1.5 ระยะเวลาดำเนินการ 4
2. วัสดุ อุปกรณ์ วิธีการ 4
3. ผลการวิเคราะห์ 11
4. วิจารณ์ 15
5. สรุป 17
6. เอกสารอ้างอิง 18
7. ภาคผนวก 19
    7.1 วิธีเตรียมรีเอเจนต์ที่ใช้ในการทดสอบ 19
    7.2 ความหมายของสัญลักษณ์ที่ใช้ 19
    7.3 ตารางที่ 1 ผลการตรวจวิเคราะห์จุดหลอมเหลวองค์ประกอบที่แยกได้จาก column 20
    7.4 ตารางที่ 2 ผลการวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยปริมาณ 20
    7.5 ตารางที่ 3 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญขององค์ประกอบที่ 1 22
    7.6 ตารางที่ 4 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญขององค์ประกอบที่ 2 22
    7.7 รูปที่ 1 การเตรียมแผ่น TLC 23
    7.8 รูปที่ 2 การวางแผ่น TLC ลงใน developing tank 23
    7.9 รูปที่ 3 การตรวจหาตำแหน่ง 23
    7.10 รูปที่ 4 การบรรจุส่วนต่าง ๆ ภายใน glass column 24
    7.11 รูปที่ 5 สเปกตรัมของตัวอย่าง dibenzyl disulfide ส่วนที่ elute ด้วย PE 25

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

7.12 รูปที่ 6a สเปกตรัมของตัวอย่าง dibenzyl disulfide ส่วนที่ elute ด้วย $CHCl_3$ (fraction แรก) 26

7.13 รูปที่ 6b สเปกตรัมของตัวอย่าง dibenzyl disulfide ส่วนที่ elute ด้วย $CHCl_3$ (fraction สุดท้าย) 27

7.14 รูปที่ 7 สเปกตรัมมาตรฐานของ dibenzyl disulfide 28

7.15 รูปที่ 8 สเปกตรัมมาตรฐานของ benzyl trisulfide 29

1. บทนำ

1.1 ปัญหาและที่มาของการวิเคราะห์

กรมวิทยาศาสตร์บริการได้รับตัวอย่าง dibenzyl disulfide จากกรมศุลกากรโดยแจ้งวัตถุประสงค์ว่าตัวอย่างนี้มี dibenzyl disulfide ล้วนหรือไม่ การได้รับตัวอย่างที่มีชื่อตามที่แจ้งมองดูน่าจะเป็นเรื่องง่าย แต่จริงแล้วไม่มีข้อมูลที่พอจะดำเนินการวิเคราะห์ได้เช่นวิธีวิเคราะห์ ทำให้เกิดความยุ่งยากและลำบากต่อผู้วิเคราะห์

1.2 คำนำ

dibenzyl disulfide เป็นสารประกอบอินทรีย์ประเภท aromatic sulfide มีชื่อทางเคมีหลายชื่อดังนี้

- benzyl disulfide
- bis (phenylmethly) disulfide
- ∝- (benzyldithio) toluene
- di (phenylmethyl) disulfide

dibenzyl disulfide มีสูตรโมเลกุล $C_{14}H_{14}S_2$ มีสูตรโครงสร้าง $C_6H_5CH_2SSCH_2C_6H_5$ เตรียมได้จากปฏิกิริยาของ benzyl chloride และ sodium disulfide หรือ polysulfide

คุณสมบัติของ dibenzly disulfide

1. เป็นของแข็งสีชมพู มีกลิ่น sulfide
2. ละลายได้ในตัวทำละลายอินทรีย์ (organic solvent) แต่ไม่ละลายน้ำ
3. มีจุดหลอมเหลว (melting point) ที่อุณหภูมิ 70 - 72°ซ.

ประโยชน์ของ dibenzyl disulfide

1. เป็น antioxidant ใน rubber compounding
2. เป็น antisludging agent ในอุตสาหกรรม petroleum oil
3. เป็น additive to silicone oil

Benzyl trisulfide เป็นสารประกอบอินทรีย์ประเภท aromatic sulfide เป็นของแข็งสีขาว มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 46 - 48°ซ. ประโยชน์ใช้ในการสังเคราะห์ iron-sulfur clusters

1.3 วัตถุประสงค์

1.3.1 เพื่อศึกษาหาแนวทางในการวิเคราะห์ทดสอบและหาองค์ประกอบของตัวอย่าง dibenzyl disulfide

1.3.2 เพื่อเป็นการให้ความร่วมมือกับหน่วยงานราชการเพื่อนำข้อมูลที่ได้ไปประกอบการพิจารณาจัดเก็บพิกัดอัตราศุลกากร

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

1.4.1 ได้วิธีการวิเคราะห์ทดสอบตัวอย่าง dibenzyl disulfide และตัวอย่างผสม benzyl trisulfide

1.4.2 กรมศุลกากรสามารถใช้ผลการวิเคราะห์ทดสอบจัดพิกัดอัตราศุลกากรได้อย่างถูกต้อง

1.4.3 นำหลักการและวิธีการนี้ไปใช้เป็นแนวทางสำหรับวิเคราะห์ทดสอบตัวอย่างอื่นต่อไป

1.5 ระยะเวลาดำเนินการ

7 มิถุนายน 2531 - 27 กรกฎาคม 2531 รวม 49 วัน

2. <u>วัสดุ อุปกรณ์ วิธีการ</u>

2.1 วัสดุ อุปกรณ์

เครื่องอินฟราเรดสเปกโตโฟโตมิเตอร์ (Infrared spectrophotometer)

เครื่องหาจุดหลอมเหลว (melting point)

เครื่องชั่ง (Analytical balance)

เครื่องอังไอน้ำ (Water bath)

คอลัมน์ (glass column) ขนาด 350 x 25 มม.

บีกเกอร์ (beaker)

แผ่นทดลอง TLC

หลอดทดลอง (test tube)

หลอดหา melting point (capillary tube)

ถ้วยกระเบื้อง (crucible)

กระดาษกรอง (filter paper)

2.2 สารเคมี

sodium metal ชนิด reagent grade

sodium nitroprusside ชนิด reagent grade

benzidinium acetate ชนิด reagent grade

copper chloride ชนิด reagent grade

silver nitrate ชนิด reagent grade

citric molybdic ชนิด reagent grade

quinoline ชนิด reagent grade

37% formaldehyde ชนิด reagent grade

iodine ชนิด reagent grade

silica gel ขนาด 230 - 240 เมช

acetic acid ชนิด reagent grade

nitric acid ชนิด reagent grade

sulfuric acid ชนิด reagent grade

petroleum ether (PE) ชนิด purified commercial grade

chloroform ($CHCl_3$) ชนิด purified commercial grade

acetone (CH_3COCH_3) ชนิด purified commercial grade

2.3 รายละเอียดตัวอย่าง

ชื่อตัวอย่าง	dibenzyl disulfide
หมายเลขปฏิบัติการ	NT. 267
ลักษณะตัวอย่าง	เป็นของแข็งสีชมพูอ่อน มีกลิ่นฉุน sulfide

2.4 วิธีการ

ดำเนินการวิเคราะห์เป็น 2 ขั้นตอน ดังนี้

1. การวิเคราะห์ทางเคมี (Chemical Analysis)

    1.1 การวิเคราะห์โดยคุณภาพ (qualitative analysis)

    1.2 การวิเคราะห์โดยปริมาณ (quantitative analysis)

2. การวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ (Instrumental Analysis)

2.4.1 <u>การวิเคราะห์โดยคุณภาพ</u>

2.4.1.1 ทดสอบการละลาย

ตัวอย่างประมาณ 0.2 กรัมใส่หลอดทดลอง นำมาละลายด้วยตัวทำละลายอินทรีย์เรียงลำดับ polarity จากต่ำไปสูงดังนี้

- petroleum ether
- chloroform
- acetone
- น้ำกลั่น

2.4.1.2 ทดสอบการเผาไหม้

ตัวอย่างประมาณ 0.3 กรัมใส่ crucible นำมาเผาไฟสังเกตการติดไฟและการเปลี่ยนแปลงขณะเผาไหม้

2.4.1.3 ทดสอบจุดหลอมเหลว

บรรจุสารตัวอย่างที่บดละเอียดลงหลอด capillary tube นำไปหาจุดหลอมเหลวด้วยเครื่องมือหา *melting point* สังเกตุอุณภูมิที่สารเริ่มหลอมละลายและอุณภูมิที่หลอมละลายหมดพอดี

2.4.1.4 ทดสอบธาตุ (sodium fusion test)

ใส่ชิ้น sodium (Na) ขนาดเท่าเมล็ดถั่วเขียวที่ล้างสะอาดด้วย petroleum ether ลงในหลอดทดลองขนาด 5 x 45 มม. นำหลอดทดลองไปเผาบนตะเกียงบุนเสนโดยใช้ไฟอ่อน ๆ จนกระทั่ง sodium หลอม เติมสารตัวอย่าง 0.05 กรัม นำหลอดทดลองไปเผาต่อโดยใช้ไฟแรงขึ้นจนกระทั่งก้นหลอดเริ่มร้อนแดง นำหลอดทดลองออกจากเปลวไฟและจุ่มลงในบีกเกอร์ขนาด 25 มล. ที่มีน้ำกลั่น 10 มล. ทันทีพร้อมกับกระแทกก้นหลอดให้แตกออก

กรองสารละลายที่ได้บนกระดาษกรองและนำสารละลายที่กรองได้ (filtrate) ซึ่งมีฤทธิ์เป็นด่างไปวิเคราะห์หาส่วนประกอบของ cyanide(CN^-) sulfide (s^{2-}) phosphide (p^{3-}) และ halide (Cl, Br, I) ดังต่อไปนี้

$$\text{organic compound (N, S, X, P)} \xrightarrow[\Delta]{Na} \begin{cases} Nax \\ NaCN \\ Na_3P \\ Na_2S \end{cases}$$

x = halogen (Cl, Br, I)

ไนโตรเจน (N)

แบ่ง filtrate มา 1 มล. ใส่หลอดทดลองเติม mixture ของสารละลาย benzidinium acetate และสารละลาย copper chloride ในกรด acetic ในอัตราส่วน 1:1 จำนวน 1 มล. ถ้าเกิดสารละลายสีม่วงแกมน้ำเงินแสดงว่ามีไนโตรเจน

กำมะถัน (S)

แบ่ง filtrate มา 1 มล. ใส่หลอดทดลองเติมสารละลาย sodium nitroprusside ลงไป 2 หยดพร้อมทั้งเขย่าให้เข้ากัน ถ้าเกิดสารละลายสีม่วงแกมน้ำเงินแสดงว่ามีกำมะถัน ดังปฏิกิริยา

$$Na_2S \quad + \quad Na_2Fe(CN)_5NO \quad \rightarrow \quad Na_4[Fe(CN)_5NOS]$$

(sodium nitroprusside) (blue violet complex)

ฟอสฟอรัส (P)

แบ่ง filtrate มา 3 มล. ใส่หลอดทดลองเติมสารละลายกรดไนตริกจนสารละลายมีฤทธิ์เป็นกรดและต้ม 2 นาที เติมสารละลาย citric molybdic 1 มล. และต้มต่อไปอีก 1 นาที เติมสารละลาย quinoline 1 มล. ถ้าได้ตะกอนสีเหลืองแสดงว่ามี ฟอสฟอรัส

ธาตุ halogen (Cl, Br, I)

แบ่ง filtrate มา 3 มล. ใส่หลอดทดลองเติมสารละลายกรดไนตริกเจือจางจนสารละลายมีฤทธิ์เป็นกรด เติมสารละลาย silver nitrate 1 มล. ถ้าได้ตะกอนสีขาวหรือสีเหลืองแสดงว่ามีธาตุ halogen

2.4.1.5 ทดสอบการแยกสารผสม

Thin Layer Chromatograph (TLC) เป็นเทคนิคในการแยกสารอินทรีย์โดยใช้ตัวทำละลายผสม (mixed solvent) แทน single solvent มีวิธีดำเนินการดังนี้

1. TLC ทำด้วยแผ่นพลาสติกขนาด 40x20 มม. เคลือบด้วย silica gel ที่มีความหนา 0.2 มม.
2. เตรียมสารละลายตัวอย่างในขวดตัวอย่างโดยใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสมเช่น chloroform
3. spot สารตัวอย่างลงบนด้านล่างของแผ่น TLC ห่างจากปลายด้านล่างประมาณ 1 ซม. ด้วยปริมาณที่เหมาะสม และเป่าให้แห้ง (ตามรูปที่ 1)
4. เตรียมตัวทำละลายผสม petroleum ether และ chloroform ด้วยอัตราส่วน 1:1 ปริมาตร 10 มล. และเทลงในบีกเกอร์ ขนาด 30 มล. โดยใช้กระดาษกรองเบอร์ 1 ขนาด 10 x 5 ซม. วางไว้ด้านในติดกับผนังของบีกเกอร์ โดยให้ปลายด้านล่างจุ่มอยู่ในตัวทำละลายและปิดปากบีกเกอร์ด้วยกระจกนาฬิกาพร้อมเขย่าเล็กน้อยเพื่อให้เกิดการอิ่มตัวของไอตัวทำละลาย
5. จุ่มแผ่น TLC โดยวางด้านที่มี spot ให้อยู่เหนือระดับของตัวทำละลายเล็กน้อยพร้อมปิดปาก บีกเกอร์ด้วยกระจกนาฬิกา (ตามรูปที่ 2)
6. หลังจากปล่อยให้ตัวทำละลายเคลื่อนที่ขึ้นไปถึงระดับของ solvent front นำแผ่น TLC ออกจากบีกเกอร์และเป่าไล่ตัวทำละลายออกให้แห้ง
7. ตรวจสอบตำแหน่งของสารตัวอย่างบนแผ่น TLC ดังนี้

   วางแผ่น TLC ลงใน tank ที่มีไอโอดีน 2-3 เกร็ด และทิ้งไว้นาน 5-10 นาที จะเห็น spot ของสารตัวอย่างเป็นสีน้ำตาลบนพื้นสีขาวจำนวน 2 spot (ตามรูปที่ 3)

2.4.2 <u>การวิเคราะห์โดยปริมาณ</u>

วิเคราะห์โดยวิธี column chromatography ซึ่งเป็นเทคนิคที่ใช้ในการแยกสารอินทรีย์ตั้งแต่ 50 มก. จนถึง 20 กรัม (preparative scale) โดยใช้ glass column ที่บรรจุด้วยสารดูดซับ (adsorbent) และใช้ตัวทำละลายให้ไหลผ่านลงมาตามแรงโน้มถ่วง

<u>วิธีการทดลอง</u>

1. เตรียม glass column และบรรจุ glass microfibre filter ลงในส่วนล่างของ column เติมตัวทำละลายที่มี polarity ต่ำได้แก่ PE. ให้อยู่สูงจาก filter ขึ้นมาประมาณ 10 ซม.
2. ชั่ง silica gel จำนวน 40 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มล. เติมตัวทำละลาย PE. ปริมาตร 100 มล.กวน silica gel ด้วยแท่งแก้วเพื่อให้เกิดการอิ่มตัวด้วยตัวทำละลายและไม่มีฟองอากาศในsilica gel จนกระทั่งได้ slurry และเทลงใน column ปล่อยให้ silica gel ตกตะกอนอยู่ในระดับกึ่งกลางของ column (ดังรูปที่ 4)
3. เปิด stopcock ให้ตัวทำละลายไหลออกมาจนกระทั่งมีตัวทำละลายเหลืออยู่เล็กน้อยเหนือระดับของ silica gel ประมาณ 2-3 มม. และปิด stopcock ทันที
4. ชั่งสารตัวอย่างให้รู้น้ำหนักแน่นอน ประมาณ 0.2 กรัม และละลาย chloroform ประมาณ 2 มล. หยดสารละลายตัวอย่างลงใน column โดยใช้ dropper จนหมด เปิด stopcock เพื่อให้สารตัวอย่างถูกดูดซับอยู่ใน silica gel ปิด stopcock ล้างสารตัวอย่างที่เหลือค้างในภาชนะด้วย chloroform อีกเล็กน้อยและใส่ลง column เปิด stopcock อีกครั้งเพื่อให้สารตัวอย่างถูกดูดซับบน silica gel จนหมด ปิด stopcock และค่อย ๆ เติมตัวทำละลาย PE. ลงไปจนมีระดับถึงส่วนบนของ column
5. เปิด stopcock ปล่อยให้ตัวทำละลายไหลออกมาในอัตราเร็วที่เหมาะสม (40 หยด/นาที) และเก็บตัวทำละลายในบีกเกอร์ ขนาด 30 มล. ที่รู้น้ำหนักทีละใบ (fraction) เก็บตัวทำลายไว้ทั้งหมด 15 fraction แต่ละ fraction ประมาณ 25

มล. เปลี่ยนตัวทำละลายที่มี polarity สูงขึ้น ได้แก่ chloroform และเก็บตัวทำละลายในบีกเกอร์ขนาด 30 มล. ที่รู้น้ำหนักเก็บทั้งหมด 8 fraction เปลี่ยนตัวทำละลายที่มี polarity สูงขึ้น ได้แก่ acetone ดำเนินการเก็บตัวทำละลายจาก column ทำนองเดียวกับที่กล่าวมาจำนวน 3 fraction

6. ระเหยตัวทำละลายทุก fraction บนเครื่องอังไอน้ำ
7. ชั่งน้ำหนักบีกเกอร์ทุกใบอีกครั้ง ผลต่างของน้ำหนักบีกเกอร์ทั้งสองครั้งคือน้ำหนักของสารที่แยกได้
8. นำสารที่แยกได้ไปทดสอบดังนี้
   8.1 สารที่ออกมากับ PE.(สารตัวที่ 1) เป็นผลึกสีขาวนำ fraction แรก และ fraction สุดท้ายไปวิเคราะห์หาจุดหลอมเหลว และพิสูจน์โครงสร้างด้วยเครื่อง IR (รูปที่ 5)
   8.2 สารที่ออกมากับ chloroform (สารตัวที่ 2) เป็นผลึกสีชมพู นำ fraction แรก และ fraction สุดท้ายไปวิเคราะห์หาจุดหลอมเหลวและพิสูจน์โครงสร้างด้วยเครื่องมือ IR (รูปที่ 6a) และ (รูปที่ 6b)
   8.3 ไม่มีสารใดออกมาเมื่อ elute ด้วย acetone

หมายเหตุ ผลการวิเคราะห์โดยปริมาณอยู่ในตารางที่ 2a และ 2b

2.4.3 <u>การวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ Infrared Spectrophotometer (IR)</u>

การตรวจพิสูจน์โครงสร้างของสารอินทรีย์สามารถทำได้โดยอาศัยข้อมูลจากอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (Infrared Spectroscopy) ซึ่งเป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาธรรมชาติทางเคมีของสารโดยอาศัยรังสีแม่เหล็กไฟฟ้า อะตอมที่ยึดจับกันอยู่ด้วยพันธะเคมี (chemical-bond) ในโมเลกุลจะเคลื่อนไหวหรือสั่นไปมาและจะมีความถี่ที่มีค่าเฉพาะ เมื่อโมเลกุลได้รับรังสี IR. ที่มีความถี่ตรงกับการสั่นของพันธะใด ๆ ก็จะดูดกลืนรังสีที่มีความถี่นั้น

ผลที่ได้จากการฉายรังสี IR. ต่อโมเลกุลของสารทั้งสองที่แยกออกมาจาก column chromatography และวัดรังสีที่ผ่านออกมาจะปรากฏในรูปของสเปกตรัม (spectrum) ผลจากการแปลหมู่ฟังก์ชั่น (interprete) ของย่านการดูดกลืนแสงสำคัญ (absorbance) จากสารทั้งสองปรากฏในตารางที่ 3 และ 4

3. ผลการวิเคราะห์

3.1 ผลการตรวจวิเคราะห์จุดหลอมเหลวองค์ประกอบที่แยกได้จาก column (แสดงอยู่ในตารางที่ 1)

3.2 ผลการตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยปริมาณ (แสดงอยู่ในตารางที่ 2a และ 2b)

3.3 ผลการตรวจพิสูจน์โครงสร้างด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

3.3.1 ย่านการดูดกลืนแสงสำคัญขององค์ประกอบที่ 1 (แสดงอยู่ในตารางที่ 3)

3.3.2 ย่านการดูดกลืนแสงสำคัญขององค์ประกอบที่ 2 (แสดงอยู่ในตารางที่ 4)

รายละเอียดผลการวิเคราะห์

เนื่องจากข้อมูลเกี่ยวกับวิธีวิเคราะห์ dibenzyl disulfide ไม่มี ความยุ่งยากในการวิเคราะห์จึงมีมาก อย่างไรก็ตามผู้วิเคราะห์เคยวิเคราะห์ตัวอย่างแปลก ๆ ใหม่ ๆ มามากจึงเห็นลู่ทางการแก้ปัญหาเป็นอย่างดี จากเอกสารวิชาการ dibenzyl disulfide มีคุณสมบัติ ดังนี้

- เป็นสารประกอบอินทรีย์ประเภท aromatic sulfide มีสูตรโมเลกุล $C_{14}H_{14}S_2$
- ละลายได้ด้วยตัวทำละลายอินทรีย์แต่ไม่ละลายน้ำ
- มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 70-72°ซ. (Ref.3) หรือ 68-72°ซ. (Ref.6)

จึงได้ศึกษาทดลองกับสารตัวอย่างโดยการตรวจสอบคุณสมบัติทางเคมีและฟิสิคส์ เพื่อนำผลการทดลองมาเปรียบเทียบกับคุณสมบัติของ dibenzyl disulfide ดังนี้

1. โดยการละลายด้วยตัวทำละลายอินทรีย์เรียงลำดับ polarity จากต่ำไปสูง ได้แก่ petroleum ether, chloroform, acetone และน้ำกลั่น ผลการทดลองกับสารตัวอย่างตรงตามข้อมูลดังนี้

- ละลาย petroleum ether ได้บ้าง
- ละลาย chloroform ได้
- ละลาย acetone ได้
- ไม่ละลายน้ำ

2. หาจุดหลอมเหลวพบว่าสารตัวอย่างหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 59-62°ซ. ซึ่งต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของ dibenzyl disulfide ปัญหาเกิดขึ้นทันทีเมื่อจุดหลอมเหลวไม่ตรงกัน นั่นหมายความว่าตัวอย่างอาจไม่ใช่ dibenzyl disulfide (หรืออาจเป็นสารผสมระหว่าง dibenzyl disulfide กับสารอื่น) จึงต้องวิเคราะห์ทดสอบรายการอื่น ๆ ต่อไปเพื่อให้ได้ข้อมูลที่เป็นประโยชน์มากขึ้น

3. วิเคราะห์ธาตุ ไนโตรเจน กำมะถัน ฟอสฟอรัส และหมู่ธาตุ halogen คือ Cl, Br และ I ที่อาจเป็นองค์ประกอบในสารตัวอย่างโดยทำ sodium fusion test ผลการวิเคราะห์มีดังนี้

- ไม่เกิดสารละลายสีม่วงแกมน้ำเงิน แสดงว่าตัวอย่างไม่มีไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบ
- เกิดสารละลายสีม่วงแกมน้ำเงิน แสดงว่าตัวอย่างมีกำมะถันเป็นองค์ประกอบตรงตามข้อมูล
- ไม่เกิดตะกอนสีเหลือง แสดงว่าตัวอย่างไม่มีฟอสฟอรัสเป็นองค์ประกอบ
- ไม่เกิดตะกอนใด ๆ แสดงว่าตัวอย่างไม่มีหมู่ธาตุ halogen เป็นองค์ประกอบ

4. เผาตัวอย่างเพื่อดูลักษณะการติดไฟพบว่าเกิดการลุกไหม้มีเขม่าแต่ไม่มีเถ้า ลักษณะการเผาไหม้เช่นนี้สามารถบอกได้ว่าตัวอย่างเป็นสารประกอบอินทรีย์ประเภท aromatic

5. จากเอกสารวิชาการถ้าสารอินทรีย์ที่เป็นของแข็งสองชนิดผสมกันจุดหลอมเหลวจะลดต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของสารใดสารหนึ่งที่บริสุทธิ์ ดังนั้นการที่จุดหลอมเหลวของสารตัวอย่างต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของ dibenzyl disulfide น่าจะเป็นไปได้ว่าตัวอย่างอาจเป็นสารผสม จึงได้ทดลองแยกสารตัวอย่างดูด้วยเทคนิค thin layer chromatograph (TLC) โดยเลือก silica gel เป็น stationary phase และใช้ตัวทำละลายเดี่ยวได้แก่ PE, $CHCl_3$ และตัวทำละลายผสมระหว่าง PE กับ $CHCl_3$ ในอัตราส่วน (1:1) เป็น mobile phase ทำหน้าที่ develop สารและใช้ iodine ทำหน้าที่บอกตำแหน่งของสาร (visualize) ผลการทดลองหลังจาก spot สารตัวอย่างบนแผ่น TLC เป็นดังนี้

- develop ด้วย PE และ visualize ด้วย iodine สารที่ spot ไม่มีการแยก
- develop ด้วย $CHCl_3$ และ visualize ด้วย iodine สารที่ spot เคลื่อนที่ไปถึง solvent front ไม่มีการแยก
- develop ด้วยตัวทำละลายผสมของ PE : $CHCl_3$ (1:1) และ visualize ด้วย iodine สารที่ spot ไว้แยกออกให้ 2 spot มีระยะห่างกันอย่างชัดเจน

จากการทดลองแสดงว่าสารตัวอย่างเป็นของผสมของสาร 2 ชนิดโดยตัวอย่างแยกองค์ประกอบออกให้สององค์ประกอบ จากนี้ต้องวิเคราะห์ต่อไปว่าองค์ประกอบทั้งสองเป็นสารอะไรและมีปริมาณเท่าใด

6. ดำเนินการวิเคราะห์โดยหาปริมาณเป็นร้อยละขององค์ประกอบด้วยวิธี column chromatography โดยใช้ silica gel เป็น stationary phase และใช้ตัวทำละลายเดี่ยว (single solvent) เรียงลำดับ polarity ต่ำไปสูงโดยเริ่มจาก PE, $CHCl_3$ และ acetone เป็น mobile phase ทำหน้าที่ elute สารใน column ผลการทดลองมีดังนี้

elute ด้วย PE ได้สารตัวที่ 1 ซึ่งเป็นผลึกทั้งหมด 13 fraction รวมทั้งหมดมีปริมาณร้อยละ 70.2 และเพื่อพิสูจน์ว่าทั้ง 13 fraction เป็นสารชนิดเดียวกันหรือไม่ จึงนำ fraction แรกและ fraction สุดท้ายไปวิเคราะห์หาจุดหลอมเหลว ผลการทดลองทั้งสอง fraction มีจุดหลอมเหลว 46-48°ซ. เหมือนกัน แสดงว่าทั้ง 13 fraction เป็นสารเดียวกัน

elute ด้วย $CHCl_3$ ได้สารตัวที่ 2 ซึ่งเป็นผลึกทั้งหมด 6 fraction รวมทั้งหมดมีปริมาณร้อยละ 29.2 และเพื่อยืนยันว่า 6 fraction เป็นสารชนิดเดียวกันหรือไม่ ได้นำ fraction แรกและสุดท้ายไปวิเคราะห์หาจุดหลอมเหลว ผลการทดลองทั้งสอง fraction มีจุดหลอมเหลว 69-72°ซ. เหมือนกัน แสดงว่าทั้ง 6 fraction เป็นสารตัวเดียวกัน

เมื่อ elute ด้วย acetone ไม่มีสารใดออกมา

สารตัวที่ 1 มีจุดหลอมเหลว 46-48°ซ. ยังไม่สามารถบอกได้ว่าเป็นสารอะไร ต้องพิสูจน์โครงสร้างโมเลกุลต่อไป สารตัวที่ 2 ซึ่งมีจุดหลอมเหลว 69-72°ซ. อาจสรุปได้ว่า สารนี้น่าจะเป็น dibenzyl disulfide เพราะมีคุณสมบัติทางฟิสิคส์ตรงกันโดยเฉพาะมีค่าจุดหลอมเหลวตรงตามเอกสารวิชาการ อย่างไรก็ตามไม่สามารถสรุปไปทันทีต้องยืนยัน (confirm) ต่อด้วยการพิสูจน์โครงสร้างโมเลกุลก่อน มิฉะนั้นอาจเกิดการผิดพลาดขึ้นได้

7. การพิสูจน์โครงสร้างของสารเคมีที่ดีวิธีหนึ่งได้แก่การใช้เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (IR) สมบัติที่ทำให้ IR เป็นประโยชน์ต่อการศึกษาสารเคมีเป็นอย่างยิ่งก็คือตำแหน่งและลักษณะของย่านการดูดกลืนแสงสำคัญ (absorbance) ที่ปรากฏในสเปกตรัม (spectrum) เป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละหมู่ฟังก์ชั่นผลที่ได้จากการฉายรังสี IR ต่อโมเลกุลของสารทั้ง 2 และวัดรังสีที่ผ่านออกมาจะปรากฏในรูปของ spectrum ผลการแปลหมู่ฟังก์ชั่น nterprete) ของย่านการดูดกลืนแสงจากสารทั้งสองแสดงอยู่ในตารางที่ 3, 4

จากสเปกตรัมของสารทั้งสองปรากฏแบนด์การดูดกลืนแสงสำคัญจำนวนหลาย peak อธิบายได้ดังนี้

<u>สารตัวที่ 2</u> ย่านการดูดกลืนแสงสำคัญมีดังนี้ (ตารางที่ 4)

- ที่ frequency 3100-3020 cm^{-1} เป็นลักษณะของ -CH และ =CH stretching ซึ่งบอกว่าสารตัวอย่างเป็น organic compound
- ที่ frequency 2920 cm^{-1} เป็นลักษณะของ CH_2 แบบยืดหด (stretching) ระหว่าง bond ของ C กับ H
- ที่ frequency 1600 cm^{-1} เป็นลักษณะของ C=C แบบยืดหดระหว่าง bond ของ C กับ C จาก benzene ring
- ที่ frequency 1580-1450 cm^{-1} เป็นลักษณะของ monosubstituted peak ที่ benzene ring ซึ่งหมายความว่าสารตัวที่ 2 เป็น aromatic compound โดยที่ benzene ring ถูกแทนที่ไปหนึ่งตำแหน่ง
- ที่ frequency 800-760 cm^{-1} เป็นลักษณะของ ring substituted band ซึ่งหมายความว่าสาร ตัวนี้เป็น aromatic compound
- ที่ frequency 1415-910 cm^{-1} มีการดูดกลืนแสงเป็นจำนวนมาก (6 peak) ที่เกิดจากการสั่นแบบงอ (scissoring & rocking) รวมทั้งการสั่นแบบยืด (stretching) ของ C-C และบางแบนด์จะเป็นเพียง shoulder (คือ แบนด์ขนาดเล็กที่ซ้อนกับแบนด์ขนาดใหญ่และเป็นส่วนที่ยื่นออกมาเป็นหัวไหล่ของแบนด์ใหญ่เท่านั้น) ย่านนี้เรียกว่าย่านรอยนิ้วมือ (Finger Print Region) เป็นลักษณะเฉพาะของสารแต่ละตัว เมื่อนำมาเทียบกับสเปกตรัมมาตรฐาน dibenzyl disulfide (รูปที่ 7) จะตรงกันทุก peak จึงสรุปได้ว่าสารตัวที่ 2 เป็น dibenzyl disulfide

<u>สารตัวที่ 1</u> ย่านการดูดกลืนแสงสำคัญมีดังนี้ (ตารางที่ 3)

- ที่ frequency 1595 cm^{-1} เป็นลักษณะของ C=C แบบ stretching ของ bond C กับ C จาก benzene ring
- ที่ frequency 1490-1450 cm^{-1} เป็นลักษณะของ monosubstituted peak ที่ benzene ring ซึ่งหมายความว่าสารตัวที่ 1 เป็น aromatic โดยที่ benzene ring ถูกแทนที่ไปหนึ่งตำแหน่ง
- ที่ frequency 800-760 cm^{-1} เป็นลักษณะของ ring substituteded band ซึ่งหมายความว่าสารตัวนี้เป็น aromatic compound
- ที่ frequency 1410-910 cm^{-1} เป็นลักษณะของ peak ย่านรอยนิ้วมือ มีการดูดกลืนรังสีจำนวนมาก และเป็นลักษณะเฉพาะของสารตัวนี้
- เมื่อศึกษาลักษณะของสเปกตรัมโดยเปรียบเทียบระหว่าง peak ของสารตัวที่ 1 กับสารตัวที่ 2 แล้ว น่าจะเป็นสารประเภทเดียวกัน ความแตกต่างอยู่ที่ frequency 3100-2920 cm^{-1} ในขบวนการผลิต dibenzyl disulfide ที่ใช้ Na_2S หรือ polysulfide เป็นวัตถุดิบการผลิตอาจเป็นไปได้ที่จะเกิด side reaction ขึ้นได้ เกิดเป็น sulfide ตัวอื่น จึงได้ศึกษาโครงสร้างโมเลกุลของสารประกอบ sulfide อื่นที่มี S สูงกว่า dibenzyl disulfide ในที่สุดก็พบว่า aromatic sulfide ที่มีจุดหลอมเหลว 46-48°ซ. คือ benzyl trisufide เมื่อตรวจดูโครงสร้างจาก infrared โดยนำมาเปรียบเทียบกับสเปกตรัมมาตรฐาน benzyl trisulfide (รูปที่ 8) แล้วทุกหมู่ฟังก์ชั่นตรงกัน สามารถสรุปได้ว่า สารตัวที่ 1 เป็น benzyl trisulfide

4. วิจารณ์

การวิเคราะห์ทดสอบทางเคมีของสารตัวอย่างที่เป็น unknown ที่อาจจะเป็นสารประกอบเชิงเดี่ยวและเชิงซ้อน ต้องวิเคราะห์ทั้งโดยคุณภาพก่อนเพื่อให้ทราบว่ามีองค์ประกอบทางเคมีอะไรบ้างและขั้นตอนต่อไปจึงวิเคราะห์โดยปริมาณเพื่อให้ทราบว่ามีปริมาณร้อยละเท่าใด สำหรับขั้นตอนการวิเคราะห์ dibenzyl disulfide ไม่มีวิธีวิเคราะห์โดยตรงตามมาตรฐานหรือวิธีอื่นใดจำเป็นต้องพัฒนาวิธีวิเคราะห์ขึ้นเองโดยเริ่มการวิเคราะห์ทดสอบขั้นพื้นฐานโดยวิธีเคมีและการวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ infrared การวิเคราะห์ทดสอบด้วยวิธีเคมีสรุปได้ว่าตัวอย่างเป็นสารประกอบ aromatic มี sulfur เป็นองค์ประกอบ แต่ไม่ใช่ dibenzyl disulfide เนื่องจาก

ค่าจุดหลอมเหลวไม่ตรงกัน หรือตัวอย่างอาจเป็น dibenzyl disulfide ผสมกับสารอื่นจึงทำให้ค่าจุดหลอมเหลวต่ำลง นั่นหมายความว่าตัวอย่างไม่ใช่สารเดี่ยวแน่นอนอาจเป็นสารผสมก็ได้ ต้องหาวิธีแยกองค์ประกอบออกให้ได้

การแยกสารผสมโดยวิธี adsorption chromatography เป็นเทคนิคที่อาศัยความแตกต่างใน partition coefficient ของสารระหว่าง mobile phase กับ stationary phase โดยมี mobile phase หรือตัวทำละลายทำหน้าที่เป็นตัวดึงให้เคลื่อนที่ผ่าน stationary phase หรือสารดูดซับ (adsorbent) ทำหน้าที่เป็นตัวหน่วงเหนี่ยวให้สารเคลื่อนที่ในระยะเวลาต่างกัน ในการแยกสารผสมจำเป็นต้องเลือกใช้ phase ทั้งสองให้ถูกต้องเพื่อให้สารที่ต้องการแยกออกได้ง่าย TLC เป็นเทคนิคในการแยกสารอินทรีย์โดยใช้ตัวทำละลายผสม (mixed solvent) แทน single solvent จากการทดลองการละลายตัวอย่างละลาย PE ได้บ้าง แต่ละลาย $CHCl_3$ ได้หมด จึงนำคุณสมบัตินี้มาเป็นตัวกำหนดระดับ polarity ในการเลือก mobile phase ในที่สุดสามารถเลือกตัวทำละลายผสมระหว่าง PE กับ $CHCl_3$ ได้ในอัตรา 1:1 ตัวอย่างจึงแยกองค์ประกอบออกให้สององค์ประกอบ

column chromatography เป็นเทคนิคในการแยกสารอินทรีย์และสามารถวิเคราะห์ได้ทั้งคุณภาพและปริมาณและด้วยการ elute สารใน column ด้วย single solvent โดยเรียงลำดับ polarity จากต่ำคือ PE และสูงขึ้นได้แก่ $CHCl_3$ และ acetone จน elute องค์ประกอบออกมาได้สององค์ประกอบ แยกออกจากกันได้อย่างบริสุทธิ์โดยพิสูจน์ได้จากค่า melting point ของสารทั้งสอง อย่างไรก็ตามอาจเกิด error ขึ้นได้จากการทดลองเช่นการถ่ายเทสารจากบีกเกอร์ลงไปใน column ไม่หมดหรืออาจมีสารติดค้างอยู่กับ column อยู่บ้าง จึงทำให้ปริมาณสารทั้ง 2 รวมกันไม่ถึง 100%

โดยทั่วไปในการตรวจพิสูจน์โครงสร้างสารเคมีจะใช้เครื่องอินฟราเรดเพื่อยืนยัน (confirm) ในขั้นตอนสุดท้ายของการวิเคราะห์เสมอ สมบัติที่ทำให้อินฟราเรดเป็นประโยชน์ต่อการศึกษาสารเคมีเป็นอย่างยิ่งก็คือตำแหน่งและลักษณะของย่านการดูดกลืนแสง (absorbance) ในสเปกตรัมเป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละหมู่ฟังก์ชั่น จากการฉายรังสีอินฟราเรดต่อโมเลกุลของสารทั้งสอง และวัดรังสีที่ผ่านออกมาปรากฏเป็นสเปกตรัม เมื่อนำมาแปลผล (interprete) ระหว่าง peak ของสารที่กำลังศึกษาทดลองกับ peak ของสารมาตรฐาน (standard spectrum) แล้วจะสอดคล้องตรงกันดังนี้ สารตัวที่ 1 คือ benzyl trisulfide สารตัวที่ 2 คือ dibenzyl disulfide

5. สรุป

ผลการวิเคราะห์ตัวอย่าง dibenzyl disulfide ประกอบด้วย

1. benzyl trisulfide ประมาณร้อยละ 70
2. dibenzyl disulfide ประมาณร้อยละ 30

6. เอกสารอ้างอิง

1. Gessner G Hawley "The Condensed chemical dictionary" 8^{th} edition, Van Nostrank reinhold company N.Y. 1971

2. Charles J. Pouchert "The Aldrich library of infrared spectra" 3^{rd} edition : Aldrich Chemical Co. 1981

3. The Merck index; an encyclopedia of chemicals and drugs. Editor : Paul G, Stecher [and others] 7^{th} ed. Rahway, Merck, 1960. P. 339

4. Stahl, Eagon. Thin layer chromatography a laboratory handbook New york : Springer-Verlag, 1969. P. 52 - 57

5. Shriner, Ralph L., et al. The systematic identification of organic compounds a laboratory manual, 6^{th} ed. New york : John Wiley & Sons. P.375 - 378

6. Aldrich chemical company, Inc. Catalog handbook of fine chemicals. 1988 - 1989. Milwaukee, wis : 1988. P.171

7. ภาคผนวก

รีเอเจนต์ที่ใช้ในการทดสอบ

1. สารละลาย 1% Benzidinium acetate

เติม Benzidinium 1 กรัม ลงในกรดอะซิติก 10 มิลลิลิตร นำไปต้มบนเครื่องอังไอน้ำ จนละลายหมด เติมน้ำกลั่นจนครบ 100 มิลลิลิตร

2. สารละลาย Citric Molybdic

เตรียมสารละลาย Citric Molybdic โดยชั่ง Molybdenumtrioxide (MoO_3) 54 กรัม และโซเดียมไฮดรอกไซด์ 12 กรัม เติมน้ำกลั่น 400 มิลลิลิตร คนให้ละลายบน hot plate ปล่อยให้เย็น ละลายกรดซิตริก 60 กรัม ในสารละลายไฮโดรคลอริก ที่เตรียมจากกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (36% HCl) 140 มิลลิลิตร และน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร จากนั้นค่อย ๆ เติมสารละลายกรด Citric Molybdic ลงในสารละลายกรด Citric คนให้เข้ากันและกรองลงในขวด ปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร เก็บไว้ในขวดสีชา

3. สารละลาย 0.1% Copper Chloride

เติม Copper Chloride (CuCl) 0.1 กรัม ลงในกรดอะซิติก 5 มิลลิลิตร นำไปต้มบนเครื่องอังไอน้ำจนละลายหมด เติมน้ำกลั่นจนครบ 100 มิลลิลิตร

4. สารละลายกรดไนตริก 2N

เติมกรดไนตริกเข้มข้น (69% HNO_3) 13 มิลลิลิตร ลงในน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 100 มิลลิลิตร

5. สารละลาย Quinoline

เติม Quinoline ($C_9H_7N.HCl$) 50 มิลลิลิตร ลงในสารละลายของกรดไฮโดรคลอริก (HCl) เข้มข้น 60 มิลลิลิตร ในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร กวนให้เป็นเนื้อเดียวกัน และเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร เก็บสารละลายที่เตรียมได้ในขวดสีชา

6. สารละลาย 5% Silver nitrate

ละลาย Silver nitrate ($AgNO_3$) 5 กรัม ในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร

7. สารละลาย 2% Sodium nitroprusside

ละลาย Sodium nitroprusside 2 กรัม ในน้ำ 100 มิลลิลิตร

ความหมายของสัญลักษณ์ที่ใช้

1. X หมายถึง หมู่ธาตุ halide ได้แก่ Chloride (Cl), Bromide (Br), Iodide (I)

2. Δ หมายถึง การเผา (burning)

ตารางที่ 1 ผลการตรวจวิเคราะห์จุดหลอมเหลว องค์ประกอบที่แยกได้จาก column

องค์ประกอบ	จุดหลอมเหลว °ซ.
ตัวที่ 1	46 - 48
ตัวที่ 2	69 - 72

ตารางที่ 2 ผลการวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยปริมาณด้วย column chromatography

(a)

ตัวทำละลาย / fraction ที่	น้ำหนักสารที่ elute ได้ (กรัม)
petroleum ether	
1	0.0129
2	0.0330
3	0.0151
4	0.0111
5	0.0116
6	0.0189
7	0.0125
8	0.0105
9	0.0109
10	0.0110
11	0.0087
12	0.0071
13	0.0130
14	-
15	-
รวม	0.1763
	(70.5%)

(b)

ตัวทำละลาย / fraction ที่	น้ำหนักสารที่ elute ได้ (กรัม)
petroleum ether	
1	0.0140
2	0.0241
3	0.0175
4	0.0120
5	0.0137
6	0.0195
7	0.0112
8	0.0100
9	0.0105
10	0.0096
11	0.0084
12	0.0061
13	0.0109
14	-
15	-
รวม	0.1675
	(69.8%)

ตารางที่ 2 ผลการวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยปริมาณด้วย column chromatography (ต่อ)

(a)

ตัวทำละลาย / fraction ที่	น้ำหนักสารที่ elute ได้ (กรัม)
chloroform	0.0139
1	0.0126
2	0.0132
3	0.0122
4	0.0101
5	0.0102
6	-
7	-
8	0.0722
รวม	(28.9%)
acetone	-
1	-
2	-
3	

(b)

ตัวทำละลาย / fraction ที่	น้ำหนักสารที่ elute ได้ (กรัม)
chloroform	0.0122
1	0.0111
2	0.0124
3	0.0115
4	0.0109
5	0.0127
6	-
7	-
8	0.0708
รวม	(29.5%
acetone	-
1	-
2	-
3	

หมายเหตุ

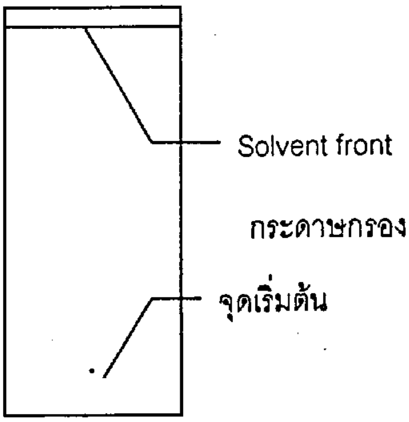
1. การทดลองวิเคราะห์ปริมาณทำซ้ำ 2 (a, b)
2. (a) - ทดลองโดยใช้น้ำหนักตัวอย่าง 0.25 กรัม
   (b) - ทดลองโดยใช้น้ำหนักตัวอย่าง 0.24 กรัม
3. - ปริมาณเฉลี่ยองค์ประกอบที่ 1 elute มากับ PE. ร้อยละ 70.2
   - ปริมาณเฉลี่ยองค์ประกอบที่ 2 elute มากับ $CHCl_3$ ร้อยละ 29.2

ตารางที่ 3 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญขององค์ประกอบที่ 1

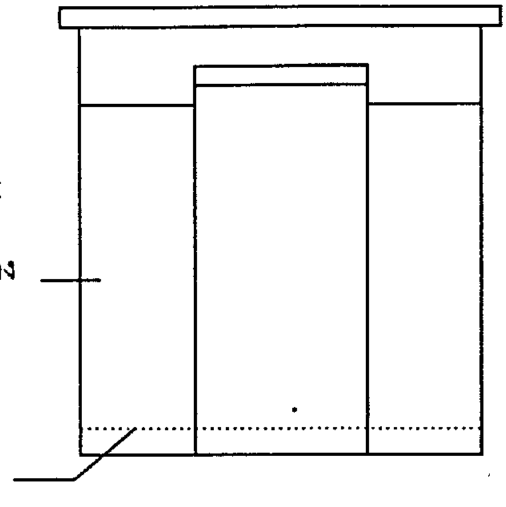
Frequency (cm^{-1})	Assignment
1595	c = c stretching
1490	} monosubstituted peak
1450	
1405 - 910	finger print region
800 - 760	ring substituted band

ตารางที่ 4 ย่านการดูดกลืนแสงที่สำคัญขององค์ประกอบที่ 2

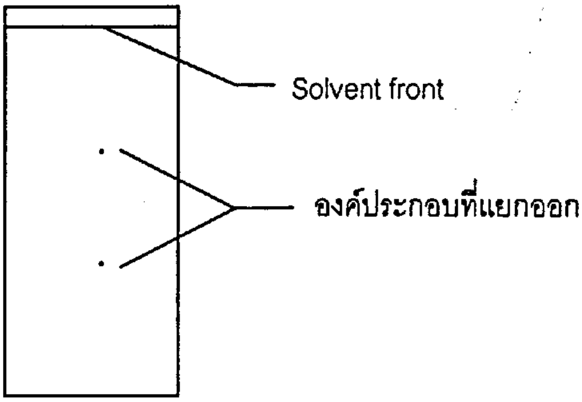
Frequency (cm^{-1})	Assignment
	- CH
3100 - 3020	} stretching
	= CH
2920	CH_2 stretching
1600	C = C stretching
1580	
1490	} monosubstituted peak
1450	
1415 - 910	finger print region
800	
	} ring substituted band หรือ aromatic
760	compound



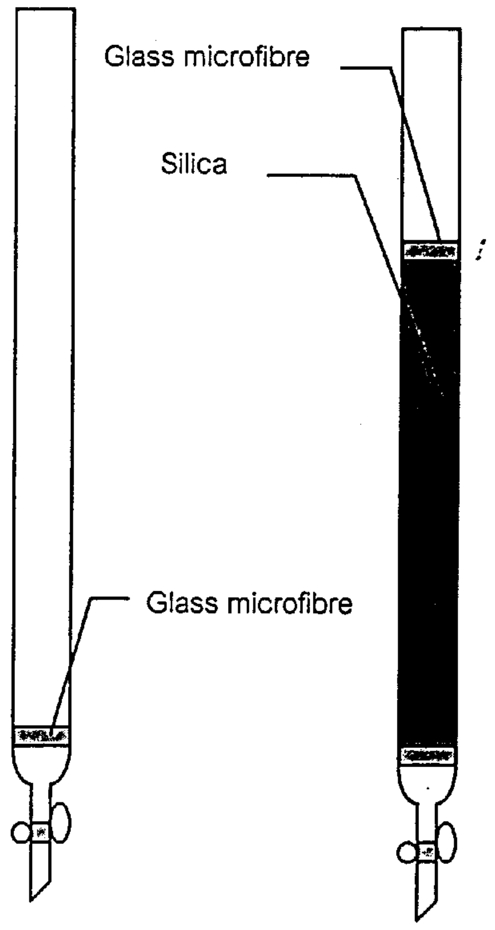
<u>รูปที่ 1</u> การเตรียมแผ่น TLC



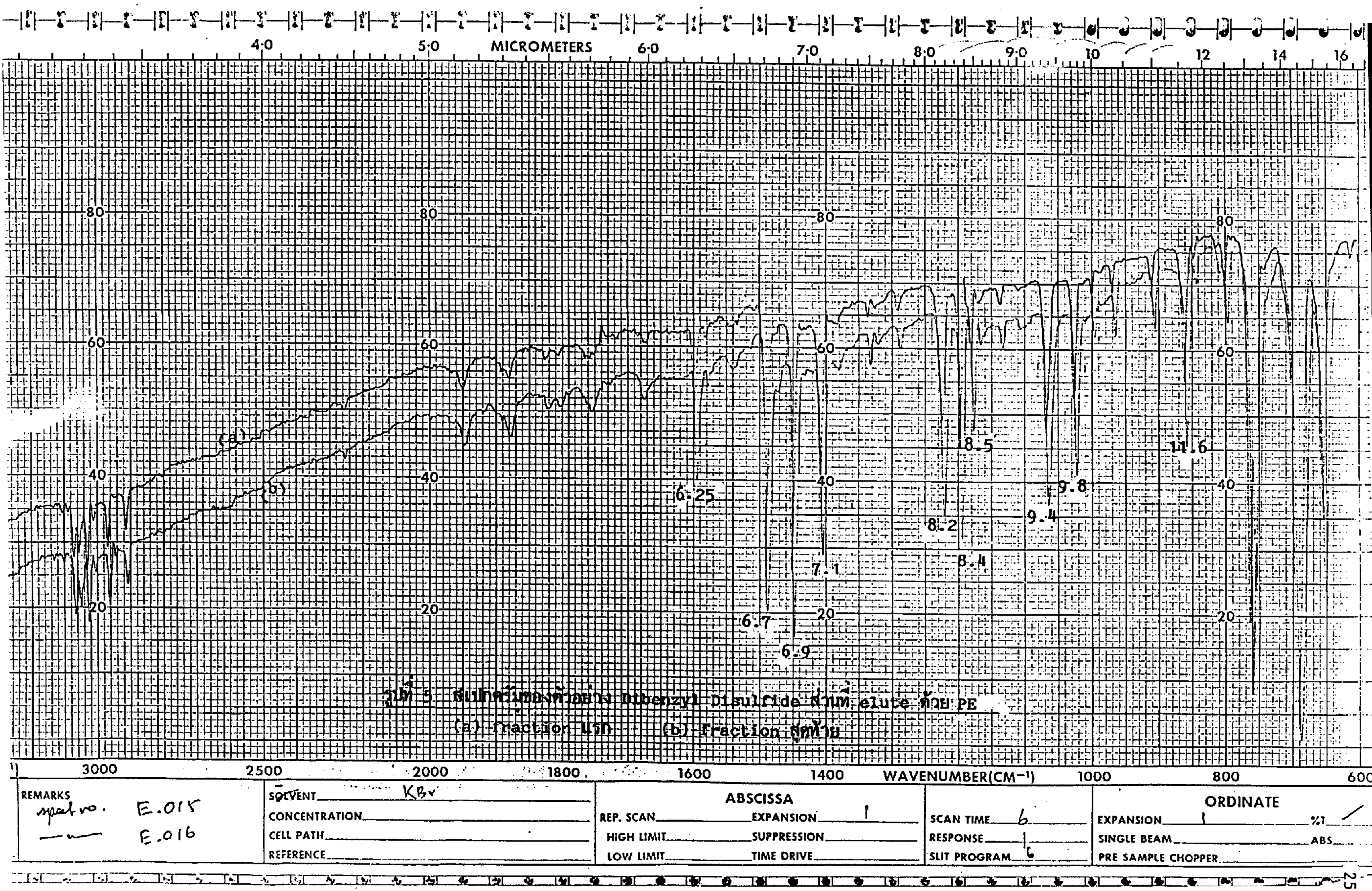
<u>รูปที่ 2</u> การวางแผ่น TLC ลงใน developing tank



<u>รูปที่ 3</u> การตรวจหาตำแหน่ง

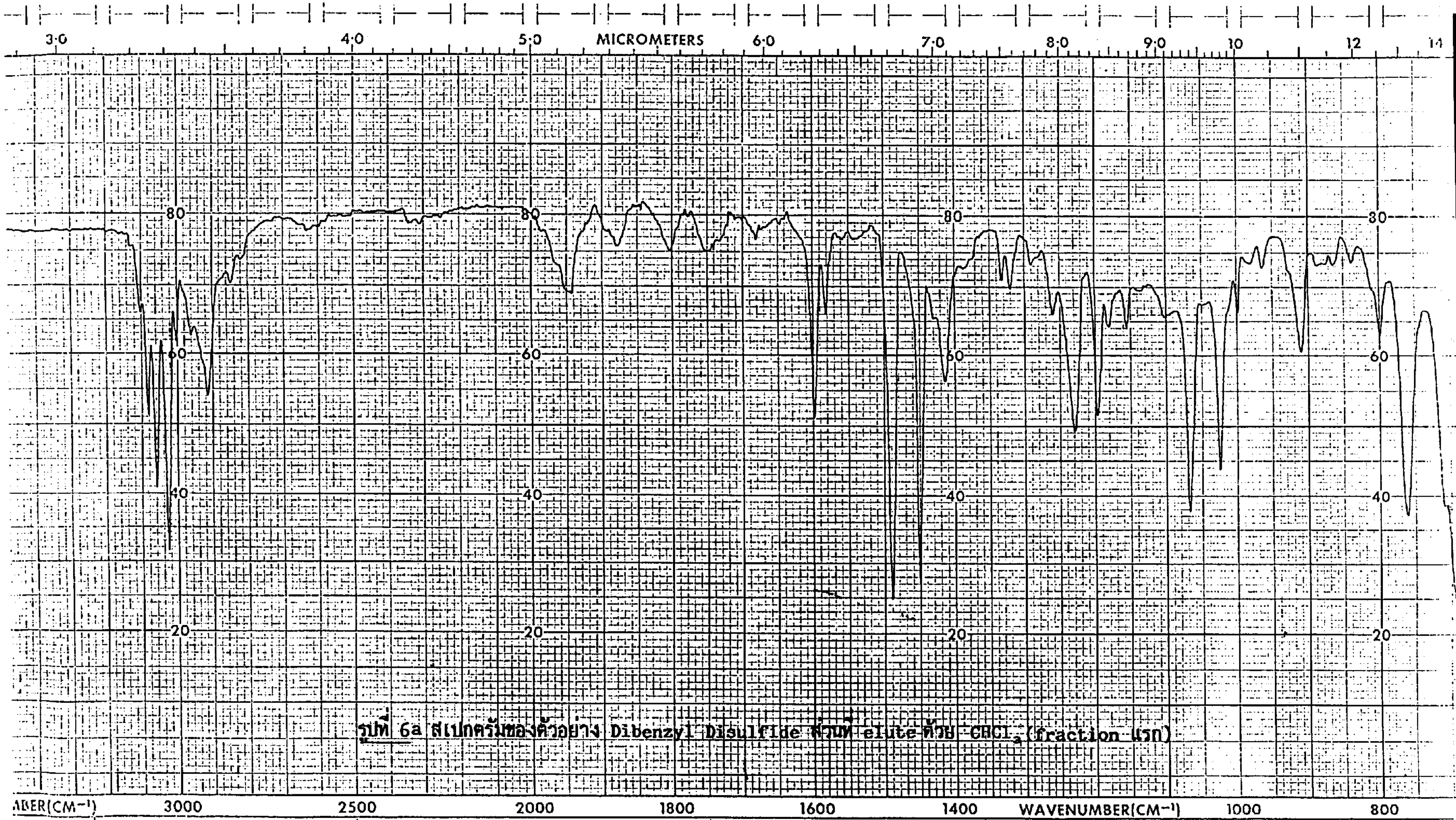


<u>รูปที่ 4</u> การบรรจุส่วนต่าง ๆ ภายใน Glass column



รูปที่ 5 สเปคตรัมของตัวอย่าง Dibenzyl Disulfide ส่วนที่ elute ด้วย PE

(a) fraction แรก (b) fraction สุดท้าย



รูปที่ 6a สเปกตรัมของตัวอย่าง Dibenzyl Disulfide ส่วนที่ elute ด้วย $CHCl_3$ (fraction แรก)

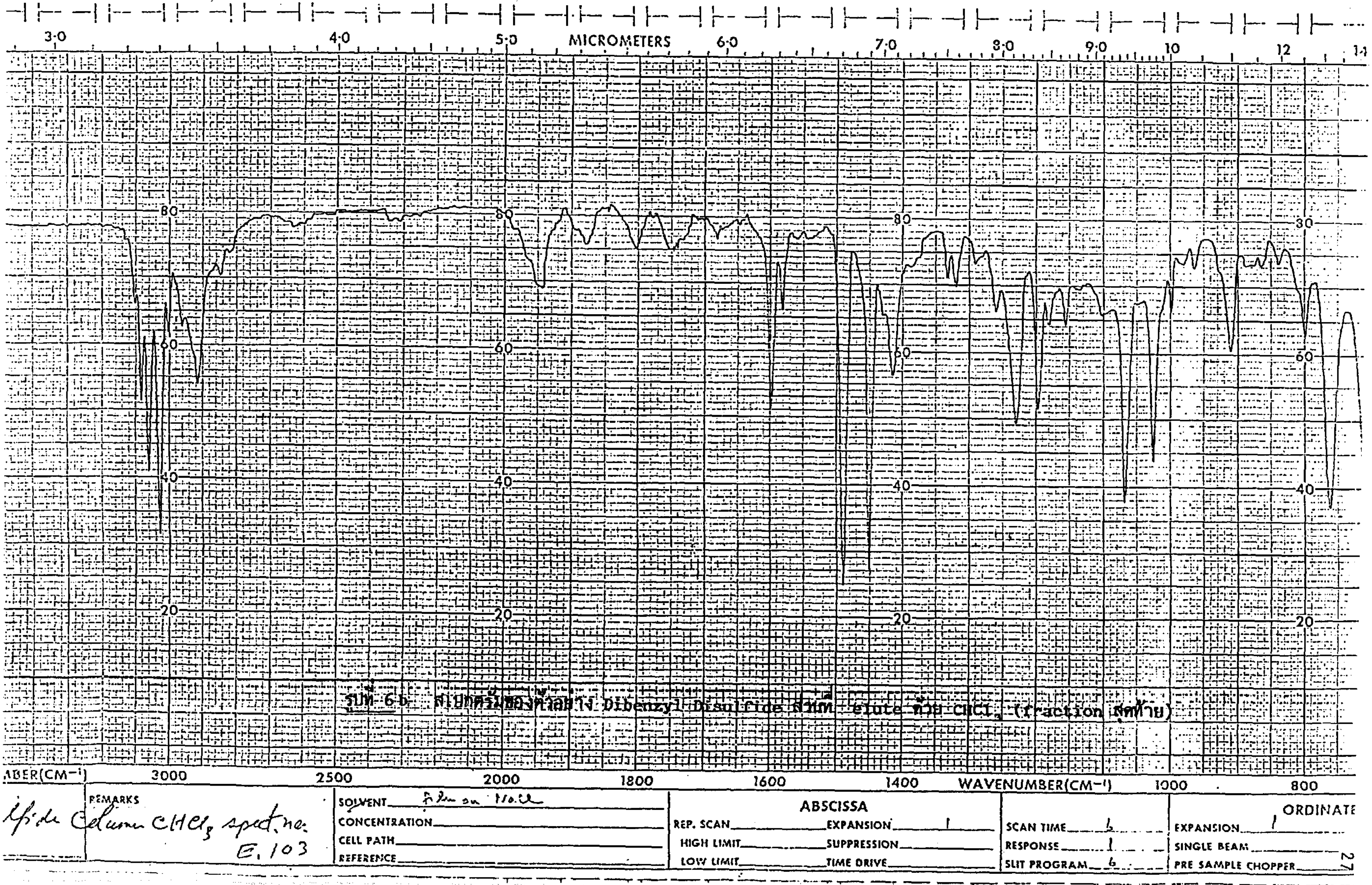
REMARKS: Column $CHCl_3$ spect. no. E-102

SOLVENT: film on NaCl
CONCENTRATION
CELL PATH
REFERENCE

ABSCISSA
REP. SCAN — EXPANSION 1
HIGH LIMIT — SUPPRESSION
LOW LIMIT — TIME DRIVE

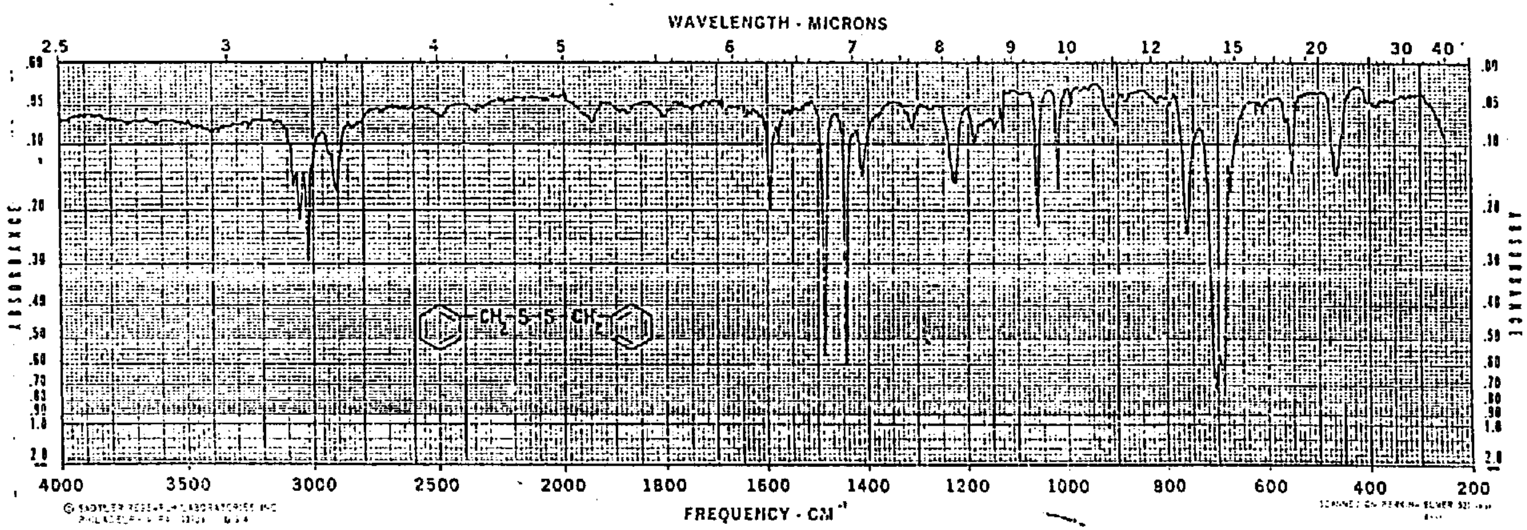
SCAN TIME 6
RESPONSE 1
SLIT PROGRAM 6

ORDINATE
EXPANSION
SINGLE BEAM
PRE SAMPLE CHOPPER



รูปที่ 6b สเปกตรัมของตัวอย่าง Dibenzyl Disulfide ที่ถูก elute ด้วย $CHCl_3$ (fraction สุดท้าย)

BENZYL DISULFIDE



$C_{14}H_{14}S_2$

M.W. 246.39
M.P. 65-66°C (lit.)

Capillary Cell: Melt

SADTLER RESEARCH LABORATORIES INC.
©1969

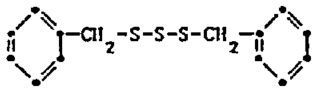
Source: Fluka AG, Buchs, Switzerland

15336 K

รูปที่ 7 สเปกตรัมมาตรฐานของ Dibenzyl Disulfide

39753P

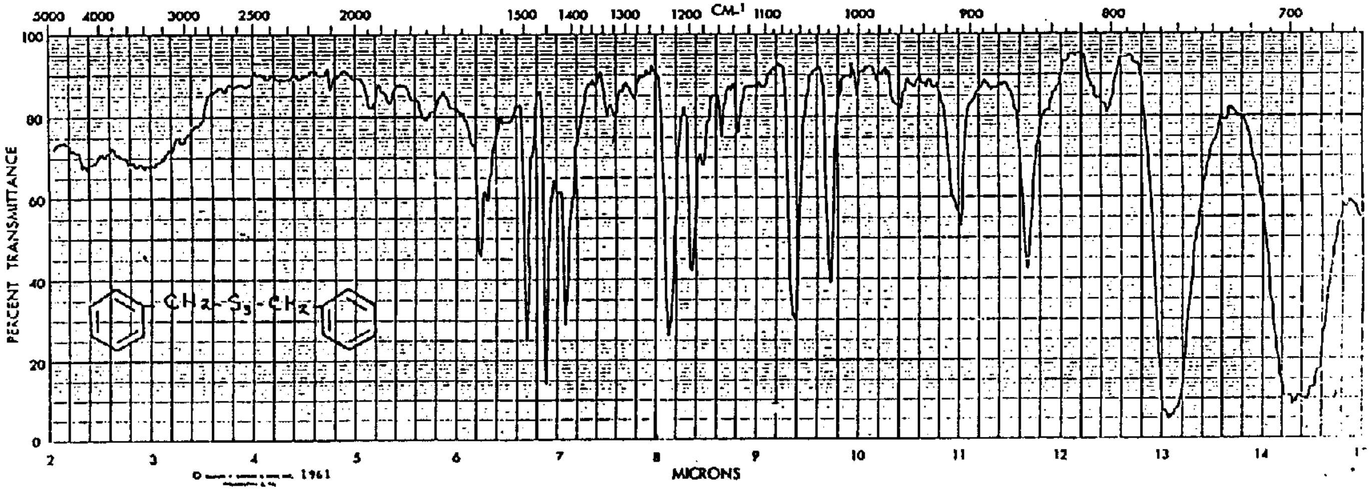
BENZYL TRISULFIDE



$C_{14}H_{14}S_3$ Mol. Wt. 278.46

Source of Sample: J. Tsurugi,
University of Osaka,
Osaka, Japan

KBr Wafer.



รูปที่ 8 สเปกตรัมมาตรฐานของ Benzyl Trisulfide