

๐๓๑๖ 'ม.ม. แสงส่องแสงส่องส่อง 'ก.ร.ม. แสง
แสงส่องแสงส่องแสงส่องส่อง

วศ
กม
อว 24

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 7 ว.

เรื่องที่ 1

การศึกษาองค์ประกอบของน้ำยาทำความสะอาดคอมพิวเตอร์

ผู้ดำเนินการ

น.ส. ยูพา รุ่งเวชวุฒิวินยา

กลุ่มงานเคมีประยุกต์

กองเคมี

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 7 ว.

เรื่องที่ 1

การศึกษาองค์ประกอบของน้ำยาทำความสะอาดพิวเตอร์

เลขที่	๑๕
ตาม	๐๖ ๒๔
เลขทะเบียน	๙๙๗๒
วันที่	14 มิ.ย. ๕๕

ผู้ดำเนินการ

น.ส. ยูพา รุ่งเวชวุฒิวิทยา

ด้วยฉันทินันทนาการ
จาก
๑๗.

กลุ่มงานเคมีประยุกต์

กองเคมี

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

การวิเคราะห์หาองค์ประกอบของน้ำยาทำความสะอาดผิวเตอร์ที่ได้จากต่างประเทศ วิเคราะห์โดยการตรวจสอบเบื้องต้น และวิเคราะห์ทางเคมีโดยใช้เทคนิคทินเลเยอร์โครมาโตกราฟี (TLC) และคอลัมน์โครมาโตกราฟี แยกส่วนประกอบต่าง ๆ นำมาวิเคราะห์ต่อด้วยเครื่องฟูเรียรทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT - IR) และใช้เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี (GC) หาชนิดและปริมาณของตัวทำละลาย หาปริมาณน้ำด้วยวิธีคาร์ลฟีชเชอร์ พบว่าน้ำยาทำความสะอาดผิวเตอร์มีส่วนประกอบดังนี้

1. ไอโซโพรพานอล	ประมาณร้อยละ	60
2. 1,2โพรเพนไดออล	ประมาณร้อยละ	34
3. Nonyl phenol - EO adduct	ประมาณร้อยละ	3
4. Fatty acid - EO adduct	ประมาณร้อยละ	1
5. Isopropyl palmitate	ประมาณร้อยละ	1
6. น้ำ	ประมาณร้อยละ	1

สารบัญ

	หน้า
1. บทนำ	
1.1 คำนำ	3
1.2 ปัญหาและที่มาของการวิเคราะห์	5
1.3 วัตถุประสงค์	5
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ	5
1.5 ระยะเวลาดำเนินการ	5
2. วัสดุ อุปกรณ์ วิธีการ	6
3. ผลการวิเคราะห์	27
4. วิจัยรณ	30
5. สรุป	31
6. คำขอขอบคุณ	31
7. เอกสารอ้างอิง	32
8. ภาคผนวก	33
8.1 ตารางที่ 1 ตัวทำละลายเรียงตามขั้ว	33
8.2 ตารางที่ 2 ข้อมูลอินฟราเรดของ Isopropyl palmitate	34
8.3 ตารางที่ 3 ข้อมูลอินฟราเรดของ Fatty acid - EO adduct	34
8.4 ตารางที่ 4 ข้อมูลอินฟราเรดของ Alkylphenol - EO adduct	35
8.5 ตารางที่ 5 ข้อมูลอินฟราเรดของ Isopropanol	35
8.6 ตารางที่ 6 ข้อมูลอินฟราเรดของ 1,2 Propanediol	35
8.7.1 รูปที่ 1 TLC chromatogram develope ด้วย ไดคลอโรมีเทน	36
8.7.2 รูปที่ 2 TLC chromatogram develope ด้วย อะซีโตน	36
8.7.3 รูปที่ 3 IR- spectrum ของ Isopropyl palmitate	37
8.8 รูปที่ 4 IR- spectrum ของ Standard Isopropyl palmitate	38
8.9 รูปที่ 5 IR- spectrum ของ Fatty acid - EO adduct	39

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
8.10 รูปที่ 6 IR- spectrum ของ Standard Fatty acid - EO adduct	40
8.11 รูปที่ 7 IR- spectrum ของ Alkylphenol -EO adduct	41
8.12 รูปที่ 8 IR- spectrum ของ Standard Nonylphenol - EO ₂₀ adduct	42
8.13 รูปที่ 9 IR- spectrum ของ Isopropanol	43
8.14 รูปที่ 10 IR- spectrum ของ Standard Isopropanol	44
8.15 รูปที่ 11 IR- spectrum ของ 1,2 Propanediol	45
8.16 รูปที่ 12 IR- spectrum ของ Standard Propanediol	46
8.17 รูปที่ 13 Chromatogram ของ ตัวอย่าง (ใช้ TCD)	47
8.18 รูปที่ 14 Chromatogram ของ Standard ที่มีน้ำ (ใช้ TCD)	48
8.19 รูปที่ 15 Chromatogram ของ 30% 1,2 Propanediol และ 70 % Isopropanol (ใช้ FID)	49
8.20 รูปที่ 16 Chromatogram ของ 35% 1,2 Propanediol และ 65 % Isopropanol (ใช้ FID)	50
8.21 รูปที่ 17 Chromatogram ของ 40% 1,2 Propanediol และ 60% Isopropanol (ใช้ FID)	51
8.22 รูปที่ 18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง area ratio กับ % 1,2 - Propanediol	52
8.23 รูปที่ 19 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง area ratio กับ % Isopropanol	53
8.24 รูปที่ 20 Chromatogram ของ Sample นี้ครั้งที่ 1	54
8.25 รูปที่ 21 Chromatogram ของ Sample นี้ครั้งที่ 2	55

1. บทนำ

1.1 คำนำ

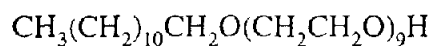
ในปัจจุบันน้ำยาทำความสะอาดคอมพิวเตอรืได้มีบทบาทสำคัญต่อผู้ใช้คอมพิวเตอรืเพิ่มมากขึ้น เพราะนอกจากทำความสะอาดคอมพิวเตอรืแล้วยังสามารถนำไปใช้กับเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ โทรศัพท์ โทรสาร เครื่องถ่ายเอกสาร เครื่องใช้สำนักงาน ฯลฯ

น้ำยาทำความสะอาดคอมพิวเตอรืเป็นผลิตภัณฑ์ที่ใช้ในการทำทำความสะอาดคราบไขมันอันเกิดจากผู้ใช้คอมพิวเตอรื คราบเขม่าที่ออกมาจากตัวเครื่อง และฝุ่นละอองทั่วไปจากภายนอก ดังนั้นการผลิตน้ำยาดังกล่าวจึงมีองค์ประกอบสำคัญ 4 อย่างคือ

1. ตัวทำความสะอาด (cleaner)
2. ตัวทำละลาย (solvent)
3. Emulsifying agent
4. Antistatic agent

1. ตัวทำความสะอาด มักนิยมใช้ nonionic surfactant เนื่องจากสามารถกำจัดคราบไขมันและดินได้ดี เช่น

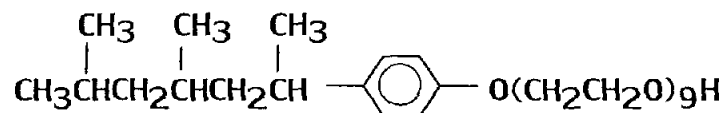
a. Alcohol - EO adduct ที่นิยมใช้มีสูตรเป็น



alcohol มี C 12 ตัว เป็น homologous series ที่ใช้

ทั่วไปมีค่า n ระหว่าง 7 - 9 ถ้าน้อยหรือมากกว่านี้ประสิทธิภาพในการทำทำความสะอาดจะลดลง

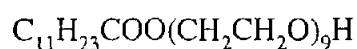
b. Alkylphenol - EO adduct



nonyl phenol 9 mole ethoxylate

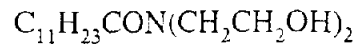
ในห้องตลาดมักเป็น branch chain เพราะสารเหล่านี้ใช้ในการกำจัด น้ำมันและดินได้ดีเยี่ยม

c. fatty acid - EO adduct



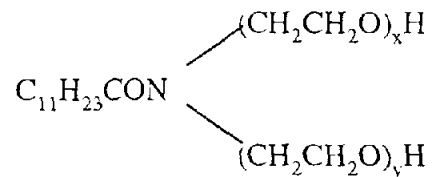
Dodecanoic acid nonaethylene glycol ester

d. Fatty acid alkanolamide

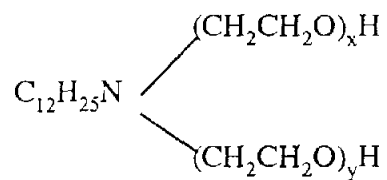


Dodecanoic acid diethanol

e. Alkanolamide - EO adduct



f. Amine - EO adduct



นอกจากจะใช้ surfactant เป็นตัวทำความสะอาดแล้ว อาจใช้ตัวทำละลายบางตัวเป็นตัวทำความสะอาดด้วยเช่น dipropylene glycol monomethyl ether

2. ตัวทำละลาย นอกจากจะมีหน้าที่ละลายตัวทำความสะอาดแล้ว ยังใช้เป็นตัวละลายไขมันได้ด้วยเช่น เอทานอล ไอโซโพรพานอล อะเซโตน เป็นต้น

3. Emulsifying agent เป็นตัวทำให้ไขมันรวมตัวกับตัวทำละลายได้ เช่น isopropyl palmitate fatty acid - EO adduct

4. Antistatic agent เนื่องจากตัวคอมพิวเตอรส์ส่วนใหญ่เป็นพลาสติก ขณะทำความสะอาดจะเกิดไฟฟ้าสถิต สามารถใช้ nonionic surfactant เป็นตัวป้องกันได้เช่นกัน

นอกจากนี้ยังมีการใช้สารเติมแต่งที่ละลายคราบไขมันได้ ได้แก่ แอมมีน หรือ แอมโมเนีย เป็นต้น

1.2 ปัญหาและที่มาของการวิเคราะห์

นิค้า รับเบอร์ เป็นบริษัทในเครือของ บริษัทโฟร์บราเคอร์ จำกัด เป็นผู้ผลิต และจัดจำหน่ายแผ่นยางรองเมาส์ (Mouse pad) และผ้าคลุมคอมพิวเตอร์ขนาดต่างๆ ให้กับร้านค้าปลีกส่งทั่วประเทศและต่างจังหวัด และยังเป็นผู้ผลิต และจัดจำหน่าย น้ำยาทำความสะอาดคอมพิวเตอร์อีกด้วย

บริษัท นิค้า รับเบอร์ จำกัด ได้มาติดต่อกับกลุ่มงานเคมีประยุกต์ กองเคมี ขอให้ช่วยวิเคราะห์น้ำยาทำความสะอาดคอมพิวเตอร์ ที่นำเข้ามาจากต่างประเทศเนื่องจากสูตรน้ำยาที่บริษัทเป็นผู้จัดจำหน่ายคุณภาพยังไม่ดีพอ อาทิเช่น หลังทำความสะอาดเกิดฟิล์มเคลือบ ซึ่งเมื่อสัมผัสเห็นเป็นรอยปรากฏชัดบนเครื่อง ซึ่งทางกลุ่มงานได้พิจารณาแล้วเห็นว่า สามารถนำความรู้ทางวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มาช่วยในการวิเคราะห์สูตรน้ำยาทำความสะอาดได้

1.3 วัตถุประสงค์

- เพื่อแยกองค์ประกอบ หาชนิดและปริมาณสารที่ผสมในน้ำยาทำความสะอาดเครื่องคอมพิวเตอร์

- เพื่อถ่ายทอดสูตรและเทคนิคการปฏิบัติ

1.4 ประโยชน์ที่จะได้รับ

- ได้เรียนรู้เทคนิคการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ประเภทนี้และเป็นแนวทางในสำหรับวิเคราะห์ตัวอย่างอื่นต่อไป

- สามารถนำเครื่องมือชั้นสูงมาใช้ให้คุ้มค่าและก่อให้เกิดประโยชน์ต่อการศึกษาและพัฒนาทางเคมี

- ได้ผลิตภัณฑ์ใหม่ที่มีคุณภาพดี

- เป็นการส่งเสริมอุตสาหกรรมในประเทศ ซึ่งเป็นผลต่อเนื่องถึงการพัฒนาด้านเศรษฐกิจและสังคมในด้านการสร้างงานและกระจายรายได้

1.5 ระยะเวลาดำเนินงาน พฤษภาคม 2537 - พฤษภาคม 2538

2 วัสดุ อุปกรณ์ วิธีการ

2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- เครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (FT - IR)
รุ่น IFS80 ยี่ห้อ Bruker จากประเทศสวิตเซอร์แลนด์ และรุ่น 1720
ยี่ห้อ Perkin Elmer จากประเทศอังกฤษ
- เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatograph) รุ่น 5880 ยี่ห้อ
Hewlett Packard จากประเทศสหรัฐอเมริกา
- เครื่องอ่างไอน้ำ (Water bath)
- ตู้อบ (Oven)
- เครื่องชั่ง (Balance)
- Karl Fisher titrator
- แท่นให้ความร้อน (Hot plate)
- เครื่องแก้วใช้ในห้องปฏิบัติการ

2.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- ฟอรัลดีไฮด์ (formaldehyde) ชนิด reagent grade
- กรดกำมะถัน (sulfuric acid) เข้มข้น ชนิด reagent grade
- 1,2 โพรเพนไดออล (1,2 - propanediol) ชนิด reagent grade
- กรดฟอสฟอริก (phosphoric acid) เข้มข้น ชนิด reagent grade
- ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ (isopropylalcohol) ชนิด reagent grade
- โซเดียมไนโตรพัสไซด์ (sodium nitropusside)
- ไดเอทานอลเอมีน (diethanolamine) ชนิด reagent grade
- ไดคลอโรมีเทน (dichloromethane) ชนิด purified commercial grade
- ซิลิกาเจล (silica gel) ขนาด 70 - 230 mesh
- ไอโอดีน (iodine sublime) ชนิด reagent grade
- อะซีโตน (acetone) ชนิด purified commercial grade
- เมทานอล (methanol) GR grade
- โพรพานอล - 1 (propanol-1) GR grade

2.3 รายละเอียดตัวอย่าง

หมายเลขปฏิบัติการ	ชื่อตัวอย่าง	ลักษณะตัวอย่าง
FE 432	น้ำยาทำความสะอาด คอมพิวเตอรื Comp Clean	ของเหลวใส หนืด ไม่มี สี มีกลิ่นหอม

2.4 วิธีการ

2.4.1 ขั้นตอนการวิเคราะห์

- ศึกษาหาวิธีวิเคราะห์ ศึกษารายละเอียดเฉพาะเรื่อง จากเอกสารอ้างอิง
- กำหนดขั้นตอนการวิเคราะห์ทดสอบ
- การตรวจพินิจและการตรวจสอบเบื้องต้นเพื่อศึกษาลักษณะตัวอย่าง เช่น การดูสี ดมกลิ่น การละลาย ความเป็น กรด-ด่าง การเผาไหม้ (Ignition test)
- การวิเคราะห์ทดสอบทางเคมี เช่น หาปริมาณสารไม่ระเหย ปริมาณ เถ้า การกลั่น การวิเคราะห์หาธาตุ
- การวิเคราะห์โดย ทินเลเยอร์โครมาโตกราฟี (TLC) เพื่อหาความบริสุทธิ์ของตัวอย่าง
- การวิเคราะห์โดยคอลัมน์โครมาโตกราฟีเพื่อแยกให้ได้สารบริสุทธิ์
- การวิเคราะห์โครงสร้างขององค์ประกอบหลักโดยใช้เครื่องมือพิเศษ เครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (FT-IR)
- การใช้ปฏิกิริยาทางเคมีเพื่อยืนยันผลการวิเคราะห์
- การวิเคราะห์หาปริมาณโดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี (GC)
- ตรวจสอบหาน้ำโดย Karl Fisher titrator

2.4.2 วิธีวิเคราะห์

การตรวจพินิจเบื้องต้น

- สังเกตดูว่าสารเป็นของเหลว ซึ่งเป็นเนื้อเดียวกันหรือไม่ ขุ่นคล้ายน้ำมัน (Emulsion) หรือโปร่งใส เขย่าแล้วเกิดฟองหรือไม่ สังเกตดูว่าสารตัวอย่างที่ได้รับมีสีหรือไม่ ทำให้รู้ว่าสารที่ได้บริสุทธิ์หรือไม่
- กลิ่นดมกลิ่นโดยการนำตัวอย่าง มาดมห่างจากจมูก แล้วใช้มือโบกให้สารระเหยผ่านจมูก จากกลิ่นที่เราดมอาจทำให้บอกได้ว่าเป็นสารชนิดใด เช่น กลิ่นหอมของเอสเทอร์ กลิ่นตัวทำละลายอินทรีย์ กลิ่นกรด กลิ่นแอมโมเนีย กลิ่นฟีนอล กลิ่นเอมีน เป็นต้น
- การเผาไหม้
 - นำตัวอย่างประมาณ 0.1 กรัม ใส่ลงในฝา crucible นำไปใกล้เปลวไฟดูว่าติดไฟได้หรือไม่ ถ้าติดไฟ เปลวสีอะไร สังเกตดูเขม่าลักษณะเป็นอย่างไร เขม่าอาจมีได้หลายลักษณะ เช่น ดำเล็กน้อยหรือเป็นสายๆ
 - เมื่อนำ ฝา crucible ออกจากเปลวไฟ ถ้ายังคงติดไฟอีก แสดงว่าติดไฟได้เอง
 - ขณะติดไฟเกิดปะทุหรือไม่ หรือไม่ติดไฟ จนกระทั่งเกิดสลายตัว จึงติดไฟ
 - เมื่อไฟดับเหลือเถ้าหรือไม่
 - ลองหยดน้ำกลั่นลงบนเถ้า เพื่อทดสอบการละลายน้ำ ทดสอบความเป็นกรด-ด่าง ด้วย กระดาษ pH

- การทดสอบการละลาย (Solubility)

นำสารตัวอย่างประมาณ 20 มิลลิกรัม ใส่ในหลอดทดลอง ลองละลายน้ำประมาณ 1 มิลลิลิตรเขย่าให้เข้ากัน ถ้าเกิดฟองและละลายได้ดี น่าจะมีสารประเภท surfactant ผสมอยู่ ทดสอบความเป็นกรดด้วยกระดาษ pH แล้วจึงทดสอบการละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ เพื่อทดสอบ polarity ดังในตารางที่ 1

- การทดสอบการละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ ใช้สารประมาณ 20 มิลลิกรัม เลือกละลายกับตัวทำละลายอินทรีย์ ได้แก่ ปีโตรเลียมอีเทอร์ ไคลอโรฟอร์ม เบนซีน อะซีโตน เอทิลแอลกอฮอล์

2.4.3 การวิเคราะห์ทดสอบทางเคมี

- ปริมาณสารไม่ระเหย (Non volatile matter)

วิธีวิเคราะห์

1. ชั่งตัวอย่างใน Porcelain basin หรือ Aluminium foil basin ประมาณ 2-3 กรัม
2. ระเหยบนเครื่องอังไอน้ำ จนแห้ง
3. อบในตู้อบที่อุณหภูมิ 100 ± 5 °C จนน้ำหนักคงที่
4. ใส่ Desiccator ทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ชั่งน้ำหนัก
5. คำนวณจากสูตร

ปริมาณสารที่ไม่ระเหยร้อยละ = $(A - B / W) \times 100$

A = น้ำหนักตัวอย่าง + น้ำหนัก Basin หลังอบ

B = น้ำหนัก Basin

W = น้ำหนัก ตัวอย่าง

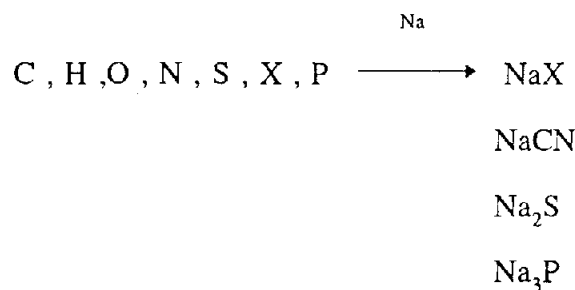
2.4.4 การวิเคราะห์หาธาตุ (Elemental Analysis)

- Lassaigne Sodium Decomposition test

ในการหาโครงสร้างสารอินทรีย์ จำเป็นต้องทราบธาตุที่เป็นองค์ประกอบนอกเหนือจากธาตุคาร์บอน ไฮโดรเจน และ ออกซิเจน ธาตุเหล่านี้ได้แก่ ไนโตรเจน ซัลเฟอร์ ฟลูออรีน คลอรีน โบรมีน

หลักการ

ธาตุต่างๆในสารอินทรีย์จับตัวกันด้วย covalent bond จำเป็นต้องเปลี่ยนธาตุให้อยู่ในรูปของ ions ทำได้โดยการหลอมสารอินทรีย์เข้ากับโลหะโซเดียม ธาตุเหล่านี้จะถูกเปลี่ยนเป็นเกลือของโซเดียม เมื่อละลายน้ำแล้วแตกตัวเป็น ions ที่ตรวจสอบได้ง่าย



X = halogen (F, Cl, Br, I)

วิธีเตรียม Stock solution

1. ใส่โลหะโซเดียมที่แห้งและขนาดเท่าเมล็ดถั่วเขียว ลงในหลอดทดลองขนาด 50 x 8 มิลลิเมตร
2. ให้ความร้อนที่ก้นหลอดทดลอง จนโซเดียมเป็นไอสูงขึ้นมาประมาณ 1 เซนติเมตร
3. ใส่ตัวอย่างลงไปประมาณ 0.1 กรัม
4. ให้ความร้อนต่อไปจนก้นหลอดร้อนเป็นสีแดงเข้ม ใช้เวลาประมาณ 1 นาที
5. ปล่อยให้เย็น เติม 1 มิลลิลิตร เอทานอล เพื่อทำลายโซเดียมที่เหลืออยู่
6. ให้ความร้อนโดยใช้ไฟอ่อน ประมาณ 1 นาที

7. หย่อนหลอดทดลองลงในบีกเกอร์บรรจุน้ำกลั่น 20 มิลลิลิตร
กระแทก หลอดให้แตก

8. ต้มสารละลายใช้ไฟอ่อน ต่อไปอีกประมาณ 10 นาที

9. กรองสารละลายขณะร้อน เก็บ filtrate ซึ่งจะเรียกว่า stock solution
ใช้ทดสอบหา ซัลเฟอร์ ไนโตรเจน ฮาโลเจน และฟอสฟอรัสต่อไป

รีเอเจนต์ที่ใช้ในการทดสอบ

1. สารละลาย 2 % โซเดียมไนโตรพลัสไซด์

ละลาย โซเดียมไนโตรพลัสไซด์ 2 กรัม ในน้ำ 100 มิลลิลิตร

2. สารละลาย 1 % เบนซิดิเนียมอะซิเตต

เติม เบนซิดิเนียม 1 กรัม ลงในกรดอะซิติก 10 มิลลิลิตร นำไป
ต้มบนเครื่องอังไอน้ำ จนละลายหมด เติมน้ำกลั่นจนครบ 100 มิลลิลิตร

3. สารละลาย 0.1 % คอปเปอร์คลอไรด์ (CuCl) ในกรดอะซิติก

เติม คอปเปอร์คลอไรด์ (CuCl) 0.1 กรัม ลงในกรดอะซิติก 5
มิลลิลิตร นำไปต้มบนเครื่องอังไอน้ำ จนละลายหมด เติมน้ำกลั่นจนครบ 100 มิลลิลิตร

4. สารละลายกรดไนตริก 2 N

เติมกรดไนตริกเข้มข้น (69 % HNO₃) 13 มิลลิลิตร ลงในน้ำ
กลั่น 50 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 100 มิลลิลิตร

5. สารละลาย 5 % ซิลเวอร์ไนเตรต

ละลายซิลเวอร์ไนเตรต 5 กรัม ในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร

6. สารละลาย 10 % แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์

เติม แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น (28 % NH₃) 30 มิลลิลิตร
ในน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 100 มิลลิลิตร

7. สารละลายกรดซัลฟูริกเจือจาง 1 N

ค่อยๆเติมซัลฟูริกเข้มข้น (95 % H₂SO₄) 27 มิลลิลิตรในน้ำกลั่น
500 มิลลิลิตร ทิ้งให้เย็น และเติมน้ำกลั่นจนครบ 1000 มิลลิลิตร

8. สารละลายซัลฟริกโมลิบดีก

เตรียมสารละลายสารละลายซัลฟริกโมลิบดีกโดยชั่งโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ (Molybdenumtrioxide, MoO₃) 54 กรัมและโซเดียมไฮดรอกไซด์ 12 กรัม เติมน้ำกลั่น 400 มิลลิลิตร กวนให้ละลายบนแท่นให้ความร้อนปล่อยให้เย็น ละลายกรดซัลฟริก 60 กรัม ในสารละลายไฮโดรคลอริกที่เตรียมจากกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (36% HCl) 140 มิลลิลิตร และน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร จากนั้นค่อยๆเติมสารละลายกรดโมลิบดีกลงใน สารละลายกรดซัลฟริกจนให้เข้ากันและกรองลงในขวดปริมาตร 1000 มิลลิลิตร เจือจาง ด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร เก็บสารละลายนี้ไว้ในขวดสีชา

9. สารละลายควิโนลิเนียมคลอไรด์

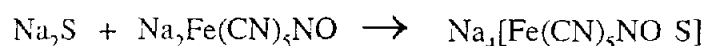
เติมควิโนลีน 50 มิลลิลิตร ลงในสารละลายของ กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 60 มิลลิลิตรในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร กวนให้เป็นเนื้อเดียวกัน และเติมน้ำกลั่นจนได้ ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร เก็บสารละลายที่เตรียมได้ในขวดสีชา

10. สารละลายโซเดียมไนโตรพลัสไซด์

ละลาย 20 กรัม sodiumnitroprusside dihydrate ในน้ำ 50 มิลลิลิตร เจือจางด้วยเมทานอล 450 มิลลิลิตร

2.4.4.1 การวิเคราะห์หาซัลเฟอร์

1. นำ stock solution 1 มิลลิลิตรใส่หลอดทดสอบ ขนาด 10 มิลลิลิตร
2. เติมสารละลาย 2 % โซเดียมไนโตรพลัสไซด์ 2 หยด เขย่าให้เข้ากัน ถ้าเกิดสารละลายสีม่วงแกมน้ำเงิน แสดงว่ามี ซัลเฟอร์



blue violet complex

2.4.4.2 การวิเคราะห์หาไนโตรเจน

1. นำ stock solution 1 มิลลิลิตรใส่ หลอดทดสอบ ขนาด 10 มิลลิลิตร
2. เติม mixture ของสารละลาย 1 % เบนซิดิเนียมอะซิเตต และสารละลาย 0.1 % คอปเปอร์คลอไรด์ในกรดอะซิติก ในอัตราส่วน 1: 1 จำนวน 1 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน ถ้าเกิดสารละลายสีม่วงแกมน้ำเงิน แสดงว่ามี ไนโตรเจน

2.4.5 การกลั่น (Distillation)

- แบบที่ 1 ใช้ตัวอย่างประมาณ 30 กรัม ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตรใส่ใน heating mantle ต่อเข้ากับเครื่องควบแน่น อ่านจุดเดือดที่ออกมาหยดแรกจนกระทั่งหยดสุดท้ายเก็บ distillate ทั้งหมดนำไปหาปริมาณตัวทำละลาย ด้วยเครื่อง GC
- แบบที่ 2 กลั่นอีกครั้งโดยใช้สารตัวอย่างประมาณ 20 กรัมเก็บ distillate เป็นส่วน ๆ เพื่อนำไปพิสูจน์โครงสร้างโดยใช้เครื่อง FT-IR Spectrometer

2.4.6 การแยกโดยวิธีโครมาโตกราฟี Chromatography

หลักการ

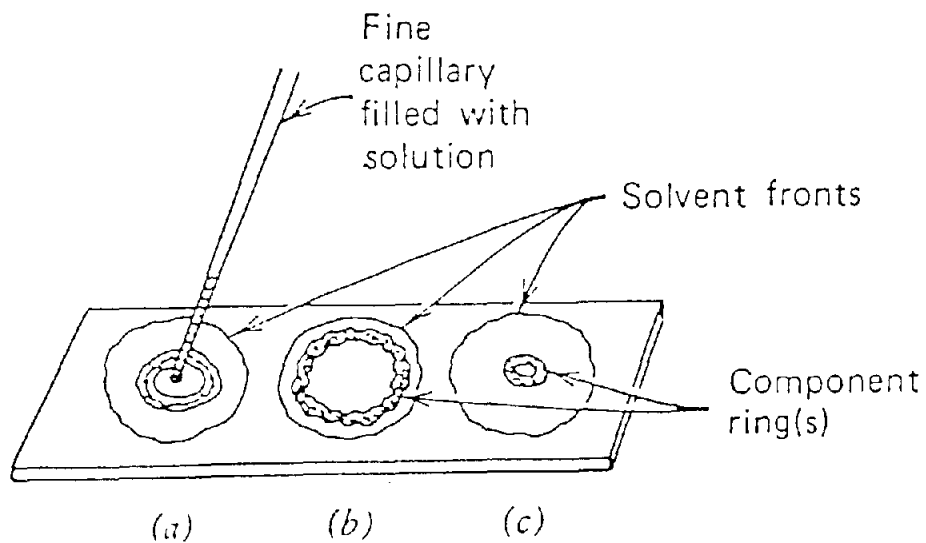
โครมาโตกราฟี คือ ขบวนการที่สารผสม หลายตัวถูกแยกออกจากกันโดยการเคลื่อนที่อย่างต่อเนื่องแบบ dynamic differential ไปในทิศทางใดทิศทางหนึ่งของระบบซึ่งใช้ mobile phase เป็นตัวพาไปบน stationary phase สารแต่ละตัวจะแสดงการเคลื่อนที่ที่ต่างกัน เนื่องจากความแตกต่างของคุณสมบัติของสาร เช่น adsorption , partition , solubility , vapour pressure , molecular size และ ionic charge density เป็นต้น

2.4.7 การวิเคราะห์โดยวิธี ทินเดเยอร์โครมาโตกราฟี (TLC)

เป็นเทคนิคหนึ่งซึ่งทำได้ง่ายและรวดเร็วโดยใช้ Adsorbant หรือ stationary phase ซึ่งเป็นชั้นบางๆของ powder เช่น silica gel หรือ alumina หรือ kieselguhr เป็นต้น powder มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางเล็กกว่า 0.08 มิลลิเมตร coat บน plate ซึ่งทำได้ด้วย plastic sheet หรือ alumina sheet การแยกจะขึ้นอยู่กับ คุณสมบัติของสารได้แก่ adsorption หรือ partition หรือทั้งสองอย่าง ส่วน mobile phase ได้แก่ ตัวทำละลายอินทรีย์ ต่างๆ ตามในตารางที่ 1

วิธีการเลือก solvent

ทดลองโดยใช้ตัวอย่าง ประมาณ 1-10 % ในตัวทำละลาย ที่มี polarity ต่างๆกัน spot ด้วยหลอด capillary บน TLC plate ถ้าตัวทำละลาย ใดทำให้เกิดการ เคลื่อน ที่เป็นวงชั้นๆออกไปตัวทำละลาย นั้นจะดีที่สุด ดังรูป

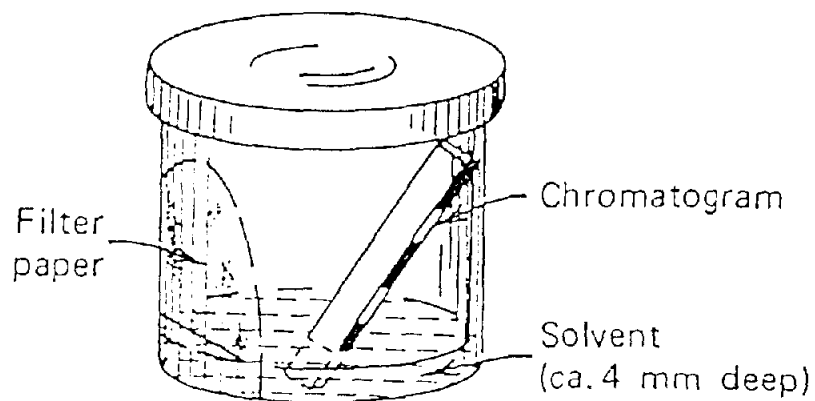


(a) ใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสม

(b) และ (c) ใช้ตัวทำละลายที่ไม่เหมาะสม

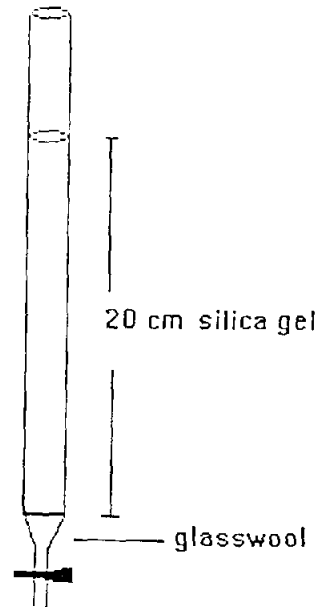
วิธีทำ

เมื่อเลือกตัวทำละลายที่เหมาะสมได้แล้วนำมาทดสอบต่อคั้งนี้ spot ตัวอย่าง บน silica gel plastic sheet เหนือปลายข้างหนึ่งของ plate ประมาณ 0.5 เซนติเมตร นำไปใส่ใน development chamber ดังรูป ใส่กระดาษกรอง ไว้ข้างผนังของ chamber เพื่อช่วยให้เกิดการอิมตัวของตัวทำละลาย ในบรรยากาศ spot จะต้องอยู่เหนือตัวทำละลาย ปล่อยให้ ตัวทำละลาย ขึ้นไปตาม plate จน ขอบบน ตัวทำละลาย อยู่ต่ำกว่าปลายอีกด้านหนึ่งประมาณ 1 เซนติเมตร โดยทำเครื่องหมายไว้ที่จุดเริ่มต้นและ เมื่อถึงเส้นกำหนด เอาออกมาปล่อยให้แห้งหรือเป่าด้วยลมร้อนแห้งแล้ว visualize โดยการดูภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต หรือ ใส่ใน chamber ที่มี iodine sublime



2.4.8 การวิเคราะห์โดยวิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี

หลักการคล้ายคลึงกับ TLC เว้นแต่ให้ mobile phase เคลื่อนที่ลงตามแรงดึงดูดของโลกและใช้ปริมาณตัวอย่างมากขึ้น เพื่อจะนำสารที่แยกได้ไปทำการทดลองต่อไป



การเตรียมคอลัมน์

ใช้คอลัมน์แก้วขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 22 มิลลิเมตร ยาว 30 เซนติเมตร ใส่ glass wool ที่ปลายล่างและใช้ glass microfiber ปิดบน glass wool เติม CH_2Cl_2 ซึ่งใช้เป็น ตัวทำละลาย ครึ่งหนึ่งของ คอลัมน์ นำ silica gel ซึ่งใช้เป็น adsorbent ขนาด 70-230 mesh คนเร็วๆใน ตัวทำละลาย เเทลงใน คอลัมน์ เคาะด้วย แ่งง่างให้ silica gel สูงประมาณ 20 เซนติเมตร จึงปิดบน silica ด้วย glass microfiber filter อีกครั้งระวังอย่าให้ ตัวทำละลาย ต่ำกว่า adsorbent ที่ บรรจุใน คอลัมน์

วิธีทำ

ชั่งตัวอย่างประมาณ 0.3 กรัม ละลายในไดคลอโรมีเทนประมาณ 1-2 มิลลิลิตร ใส่ลงในคอลัมน์ ไซก๊อกให้ตัวอย่างผ่านลงในคอลัมน์ อย่างช้าๆ จนระดับพอดีกับระดับของ adsorbent ใช้ ไดคลอโรมีเทน elute ผ่านคอลัมน์ โดยไซก๊อกให้หยดลงใน beaker ที่รู้น้ำหนักแล้วในอัตรา 1 หยดต่อวินาที เก็บแต่ละ fraction fraction ละประมาณ 10 มิลลิลิตรเก็บจนหมดสาร โดย spot บน TLC plate จนไม่พบสารตัวแรกอีกแล้วจึงเปลี่ยนตัว elute เป็น อะซีโตน แล้วทำเช่นเดียวกับวิธีการข้างต้น จึงนำ beaker ทั้งหมดไประเหยบน water bath และอบใน vacuum oven รวมน้ำหนักแล้วคำนวณหาปริมาณสารแต่ละ fraction ของตัวทำละลายเดียวกันแล้วคำนวณ

$$\text{ปริมาณสารที่แยกได้ร้อยละ} = \frac{w}{W} \times 100$$

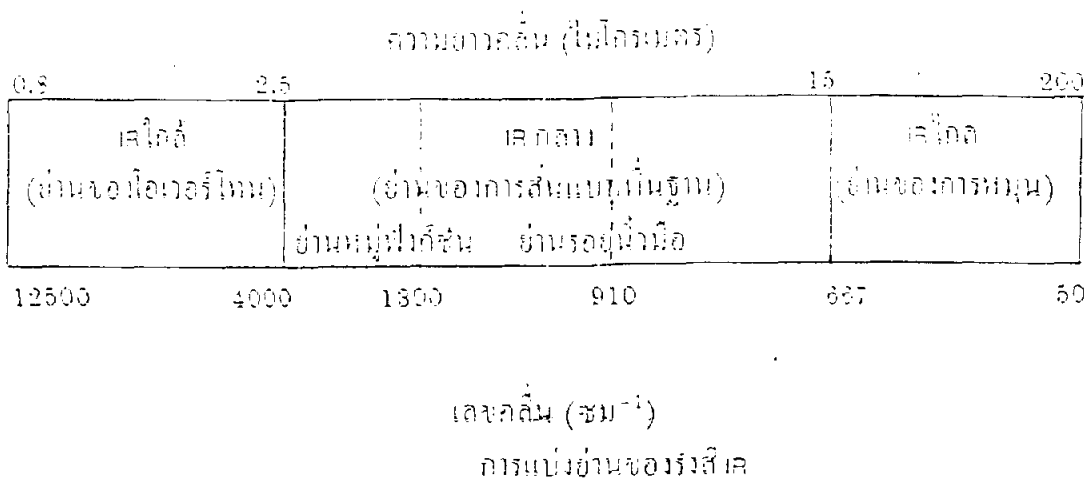
w = น้ำหนักสารที่แยกได้เป็นกรัม

W = น้ำหนักตัวอย่างเป็นกรัม

สารที่แยกได้นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR

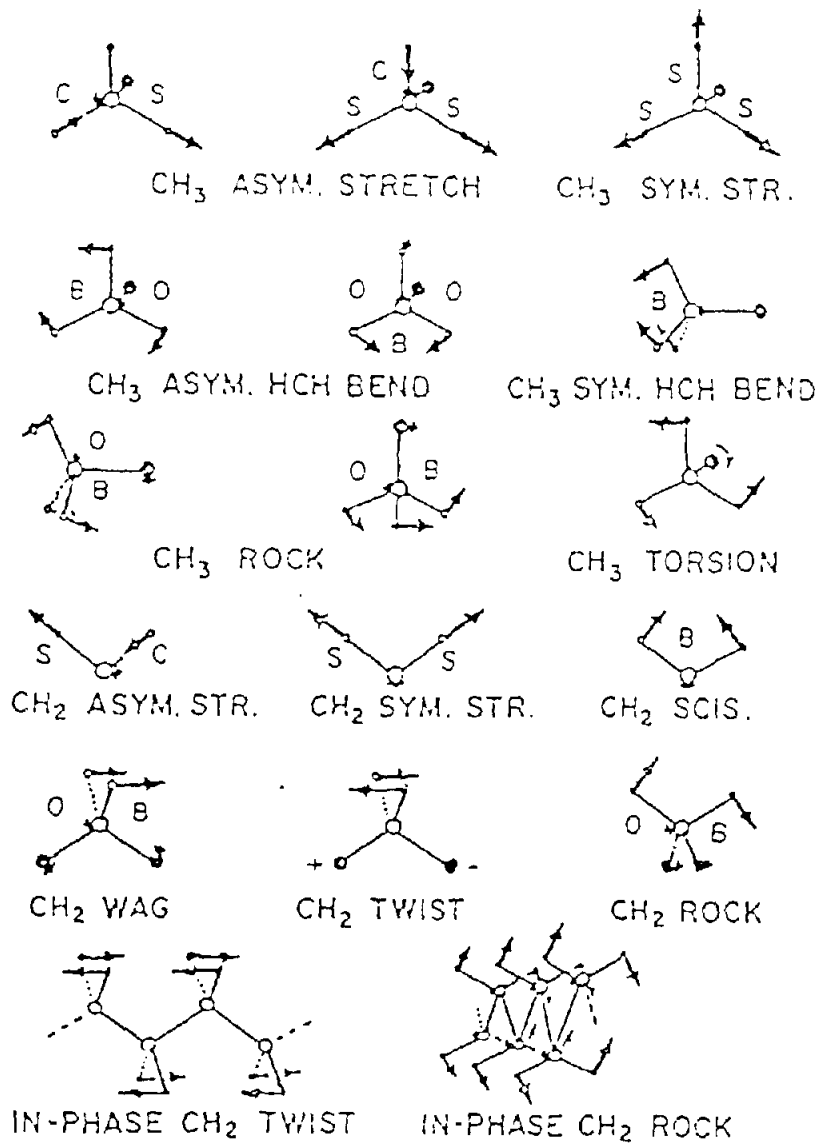
2.4.9 การวิเคราะห์โครงสร้างโดย Fourier Transform Infrared spectroscopy (FT-IR)

เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาทางธรรมชาติทางเคมีของสาร โดยอาศัยรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่น 0.8 - 200 μm หรือรังสีที่มีเลขคลื่น 12500 - 50 cm^{-1} แต่ที่ใช้ศึกษาล้วนอย่างใช้ mid IR ซึ่งมีเลขคลื่นในช่วง 4000 - 400 cm^{-1}



หลักการ

โมเลกุลของสารใดๆประกอบด้วยอะตอมมายึดเกาะจับกันเข้าด้วยสิ่งที่เรียกว่า พันธะเคมี อะตอมเหล่านี้มีได้อยู่หนึ่งแต่จะมีการเคลื่อนไหว หรือสั่นตลอดเวลา การสั่นแบบยืดและงอของแต่ละพันธะนี้ จะมีค่าความถี่โดยเฉพาะ เมื่อโมเลกุลได้รับรังสี IR ที่มีความถี่ตรงกับ การสั่นของพันธะใด ก็จะดูดกลืนรังสีที่มีความถี่นั้น การสั่นมีหลายแบบดังนี้

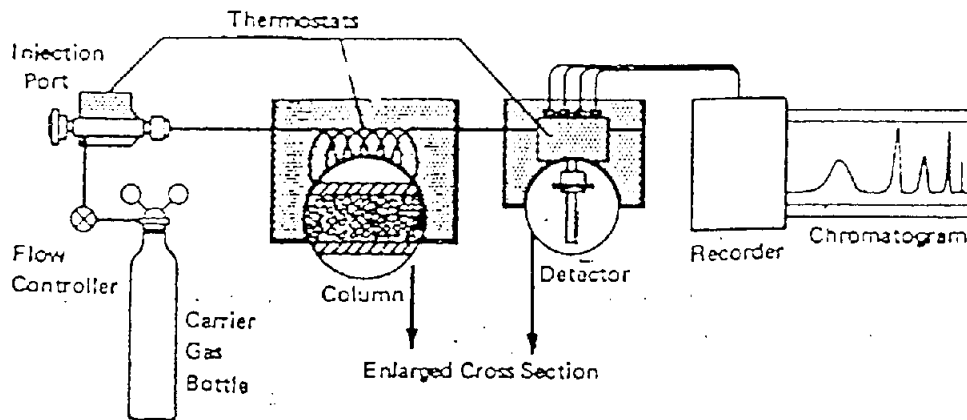


วิธีวิเคราะห์

สารตัวอย่างที่เป็นของเหลวที่กลั่นได้จะระเหยได้เร็ว จะใช้ windows ที่ทำด้วย โซเดียมคลอไรด์ (NaCl) เป็นแผ่นกลมๆ มาประกบกัน 2 ชั้นให้ของเหลวอยู่ตรงกลาง เกิดเป็น liquid film บางๆ ระวังมิให้มีฟองอากาศเหลืออยู่ นำไป run IR ได้ทันที และ residue ที่เหลือจากการระเหย นำมาทาบนชั้น NaCl แล้วจึงนำไป run IR

2.4.10 การวิเคราะห์โดยใช้เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟ (GC)

หลักการ ค้างรูป



ส่วนประกอบของเครื่องมือ

1. ถังก๊าซพา (Carrier gas cylinder) พร้อมทั้งตัวควบคุมความดัน (pressure regulator) ต้องเป็นก๊าซเฉื่อย (inert gas)
2. ส่วนที่ฉีดตัวอย่าง (Injection port) ต้องตั้งอุณหภูมิสูงกว่าจุดเดือดของตัวอย่างเพื่อว่าเมื่อฉีดตัวอย่างเข้าไปแล้วจะกลายเป็นไอได้ทันที
3. คอลัมน์ (column) เป็นส่วนสำคัญของเครื่องเนื่องจากการแยกจะดีหรือไม่ขึ้นกับชนิดของคอลัมน์ แบ่งเป็น 2 ชนิด คือ
 - a. ก๊าซลิควิดโครมาโตกราฟี (Gas liquid chromatograph)
คือใช้ สเตชันนารีเฟส (stationary phase) เป็นของเหลว เคลือบอยู่บนส่วนรองรับ (support) ซึ่งเป็นของแข็งที่เฉื่อย ทนความร้อนได้ดีมีรูพรุนสม่ำเสมอ หรือเคลือบอยู่บนผิวด้านในท่อซิลิกาขนาดเล็ก (fused silica capillary tube)

b. ก๊าซโซลิคโครมาโตกราฟี (Gas solid chromatography)

คือ ใช้สแตชันนารีเฟสเป็นของแข็งอาจเป็นซิลิกา อะลูมินา หรือ สารโพลิเมอร์ ได้แก่ เอทิลไวนิลเบนซิลคลอสลิงกับไดไวนิลเบนซิน (ethylvinylbenzene cross-linked with divinylbenzene) วิธีนี้ใช้ในการหาปริมาณน้ำและก๊าซชนิดต่าง ๆ

4. เครื่องตรวจวัดสัญญาณ (Detector)ซึ่งเลือกใช้เพียง 2 ชนิด คือ

- a. Thermal conductivity detector (TCD)ใช้ตรวจรับสัญญาณจากก๊าซโมเลกุลเล็กและน้ำ
- b. Flame ionization detector (FID) จะตรวจรับได้ดีกว่าชนิดแรกถึง 1000 เท่าใช้กับสารประเภทไฮโดรคาร์บอน

2.4.10.1 การวิเคราะห์ distillate โดย GC

วิธีทำ นำ Distillate ที่ได้จากการกลั่น 82-187 C° และสารละลาย 1.2 โพรเพนไดออกไซด์ผสมน้ำ ซึ่งเป็นสารละลายมาตรฐาน นานิดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี

ใช้ TCD เพื่อตรวจวิเคราะห์หา

- ใช้ก๊าซฮีเลียม (Helium) เป็นก๊าซพาในอัตรา 30 มิลลิลิตรต่อนาที
- Injection port Temp 220° ซ เพื่อให้ของเหลวกลายเป็นไอทันที
- Detector temp. 220° ซ เพื่อให้สารตัวอย่างที่ถูกพาออกมาจากคอลัมน์ ไม่ถูกกลั่นตัวเป็นของเหลวอีก
- คอลัมน์ยาว 6 ฟุต ทำด้วยเหล็กไร้สนิม เส้นผ่าศูนย์กลาง 1/8 นิ้ว บรรจุด้วยเอทิลไวนิลเบนซิลคลอสลิงกับไดไวนิลเบนซิน เพื่อหาว่ามีน้ำเป็นตัวทำละลายหรือไม่
- Oven tempเริ่มที่ 110° C เป็นเวลา 1 นาที แล้วจึงตั้งอุณหภูมิที่อุณหภูมิของคอลัมน์ (Oven) เพิ่มขึ้นทีละ 10° ซ จนกระทั่งถึงอุณหภูมิสุดท้าย 180° ซ คงที่อีกเป็นเวลา 5 นาที
- การขยายสัญญาณ (Attenuation) 70
- ขนาดตัวอย่าง 1 ไมโครลิตร
- ปรากฏ chromatogram ดังรูปที่ 13-14

ใช้ FID เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณตัวทำละลาย

สภาวะที่ใช้มีดังนี้

- capillary column SPB1 ทำด้วย fused silica ยาว 30 ม. เส้นผ่าศูนย์กลางภายนอก 0.53 มม.
- ใช้ ฮีเลียมเป็นก๊าซพา ด้วยอัตรา 2 มิลลิเมตรต่อวินาที
 - อุณหภูมิที่ injection port 200 °ซ
 - อุณหภูมิที่ detector 200 °ซ
 - อุณหภูมิที่ Oven 60 °ซ ที่เริ่มแรก
 - อุณหภูมิที่ Oven เพิ่ม 10 °ซ ต่อนาที
 - อุณหภูมิที่ Oven ท้ายสุด 160 °ซ เป็นเวลา 5 นาที
- ใช้ Attenuation 9
- ความเร็วของกระดาศที่บันทึก 0.5 เซนติเมตรต่อวินาที
- ใช้ตัวอย่างฉีดครั้งละ 1 ไมโครลิตร

การหาปริมาณใช้วิธี Internal standard คือ วิธีที่ใช้หาความสัมพันธ์ระหว่าง ratio พื้นที่สามเหลี่ยม (area ใต้ curve) ของ Standard ต่อ พื้นที่สามเหลี่ยมของ Internal Standard กับปริมาณ Standard เป็นเปอร์เซ็นต์

การเตรียมการวิเคราะห์

Internal standard ใช้ n- Propanol

Solvent ใช้ Methanol

Standard ใช้ iso- propanol และ 1,2 -Propanediol

1. Internal standard 100 มล. มี n-Propanol 50% ใน methanol
2. Standard a, 100 มล. มี 30 % 1,2 -Propanediol และ 70 % iso-Propanol
b, 100 มล. มี 35 % 1,2 -Propanediol และ 65 % iso-Propanol
c, 100 มล. มี 40 % 1,2 -Propanediol และ 60 % iso-Propanol
3. นำครั้งละ 5 มล. ของ Internal standardsolution จากข้อ 1 ผสมกับ 5 มล. ของ Standard a,b,c ตามลำดับ นำไปฉีดเข้าเครื่อง GC 3 ครั้ง หา Peak area จาก Chromatogram (รูปที่ 15,16,17) ของ 1,2 - Propanediol กับ n- Propanol

Peak area of 1,2- Propanediol

$$\text{Ratio peak area} = \frac{\text{Peak area of 1,2- Propanediol}}{\text{Peak area of n- Propanol}}$$

Peak area of n- Propanol

หา Peak area จาก Chromatogram (รูปที่ 15,16,17) ของ iso - Propanol กับ n-Propanol

Peak area of isoPropanol

$$\text{Ratio peak area} = \frac{\text{Peak area of isoPropanol}}{\text{Peak area of n- Propanol}}$$

Peak area of n- Propanol

ทำ Calibration curve ระหว่าง Ratio peak area กับ concentration

ของ Standard 1,2 - Propanediol และ Standard iso - Propanol (รูปที่ 18-19)

4. นำ 5 มล. Internal standard จาก ข้อ 1 ผสมกับ 5 มล. ของสารตัวอย่างฉีดเข้าเครื่อง GC 2 ครั้ง หา Ratio peak area ของ 1,2 - Propanediol กับ iso- Propanol ในสารตัวอย่างต่อ n- Propanol ใน Chromatogram (รูปที่ 20,21) ค่า Ratio peak area ของสารตัวอย่างนี้ นำไปอ่านค่า 1,2- Propanediol กับ iso- Propanol ที่แท้จริงจาก Calibration curve

3. ผลการวิเคราะห์

- 3.1 ผลการตรวจสอบเบื้องต้นพบว่า ตัวอย่างมีลักษณะเป็นของเหลวใสไม่มีสี มีกลิ่นหอม
- มีสารที่ไม่ระเหยร้อยละ 5 เป็นของเหลวชั้นหนืดใสไม่มีสี มีกลิ่นหอม ซึ่งละลายได้ดีในน้ำ เขย่าเป็นฟอง ความเป็นกรดค่า pH 7 ไม่ละลายใน ปีโตรเลียมอีเทอร์ ละลายได้ดีในตัวทำละลายอินทรีย์ ได้แก่ อีเทอร์ ไคคลอโรมีเทน อะเซโตน เอทานอล
 - เผาบนเปลวไฟจนกระทั่งสลายตัวเป็นสีน้ำตาล จึงเริ่มติดไฟ ให้เปลวไฟสีน้ำเงิน เมื่อนำออกจากเปลวไฟยังคงติดไฟอยู่ มีเขม่าดำเล็กน้อย เกิดปะทุ ไม่เหลือเถ้า
 - การวิเคราะห์หาธาตุไม่พบ ไนโตรเจน ฮาโลเจน ซัลเฟอร์ ฟอสฟอรัส
 - สารที่กลั่นได้ เป็นของเหลวใสไม่มีสี กลิ่นอัลกอฮอล์ (จุดเดือด $82 - 187^{\circ} \text{C}$) เผาติดไฟ ให้เปลวไฟสีน้ำเงิน ไม่มีเขม่า เมื่อนำออกจากเปลวไฟยังคงติดไฟจนหมด ไม่เหลือเถ้า
- 3.2 ผลการวิเคราะห์ธาตุของสารที่ไม่ระเหย ไม่พบ ไนโตรเจน ซัลเฟอร์ ฮาโลเจน และ ฟอสฟอรัส
- 3.3 สารที่ไม่ระเหยนำมาทำให้บริสุทธิ์ด้วยวิธี TLC develope ด้วย ไคคลอโรมีเทน ปรากฏว่าได้ 3 จุด มีค่า $R_f = 0.62, 0.58, 0$ ตามลำดับ แสดงว่าตัวอย่างประกอบด้วยสารอย่างน้อย 3 ตัว ดังรูปที่ 1
- เมื่อ develope ด้วย อะซีโตน จะได้ band กว้างมาก ดังรูปที่ 2 แสดงว่า spot ที่ R_f มีค่าเป็น 0 จะถูกพาขึ้นไปหมด

- 3.4 ผลการแยกด้วยคอลัมน์ และวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR
- fraction ที่ 1 ได้จากการ elute ด้วย ไดคลอโรมีเทน พบว่าได้ของเหลวใส หนืด ไม่มีสี ไม่มีกลิ่น ประมาณร้อยละ 1 เมื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR เป็น isopropyl palmitate ดังรูปที่ 3 ตารางที่ 2 และเหมือนกับ Standard IR spectrum รูปที่ 4
 - fraction ที่ 2 ได้จากการ elute ด้วย ไดคลอโรมีเทน พบว่าได้ของเหลวใส หนืด ไม่มีสี มีกลิ่นหอม ประมาณร้อยละ 1 เมื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ได้ IR spectrum รูปที่ 5 ตารางที่ 2 ซึ่งคล้ายคลึงกับ Standard IR spectrum ของ fatty acid - EO adduct ดังรูปที่ 6
 - fraction ที่ 3 ได้จากการ elute ด้วย อะซีโตน พบว่าได้ของเหลวใส หนืด ไม่มีสี ไม่มีกลิ่น ประมาณร้อยละ 3 เมื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR เหมือน alkylphenol - EO adduct ดังรูปที่ 7 ตารางที่ 4 และ Standard nonylphenol - EO adduct รูปที่ 8
- 3.5 ผลการวิเคราะห์ส่วนที่กลั่นได้ แบบที่ 1 และผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR
- fraction ที่ 1 เป็น ไอโซโพรพานอล ดังรูปที่ 9 ตารางที่ 5 และ Standard IR spectrum รูปที่ 10
 - fraction ที่ 2 เป็น 1,2 - โพรเพนไดออล ดังรูปที่ 11 ตารางที่ 6 และ Standard IR spectrum รูปที่ 12
- 3.6 ผลการทดสอบส่วนที่ไม่ระเหยด้วยปฏิกิริยาเคมี เพื่อยืนยันผลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR
- ทำปฏิกิริยากับฟอर्मัลดีไฮด์ในกรดกำมะถันเข้มข้น ได้สีแดงเข้ม แสดงว่ามี benzene ring
 - ทำปฏิกิริยากับ โซเดียมไนโตรพลาสไซด์ในไดเอทานอลแอมมีน ได้สีน้ำเงิน แสดงว่ามีหมู่ $(-CH_2-CH_2-O-)_n$
 - ทำปฏิกิริยากับ โซดาไลม์ ไม่ได้แอมโมเนีย แสดงว่า ไม่มี amide-EO adduct
 - ทำปฏิกิริยากับกรด ไม่ได้ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (SO_2) แสดงว่าไม่มี mercaptan - EO adduct

3.7 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างที่กลั่นได้ แบบที่ 2 ด้วยวิธีใช้เครื่อง GC

- เมื่อใช้ Thermal Conductivity Detector ดังรูปที่ 13,14

peak	ลำดับที่	retention time (นาที)	สารที่ปรากฏ
	1	1.452	น้ำ
	2	5.356	ไอโซโพรพานอล
	3	10.697	1,2- โพรเพนไดออล

- เมื่อใช้ Flame Ionization Detector ปรากฏว่า เป็นคังรูปที่ 15,16,17

peak	ลำดับที่	retention time (นาที)	สารที่ปรากฏ
	1	7.36	เมทานอล (ตัวทำละลาย)
	2	8.03	ไอโซโพรพานอล
	3	8.63	นอร์มอลโพรพานอล (IStd.)
	4	11.39	1,2- โพรเพนไดออล

สร้างกราฟจากผลการฉีด Standard คังรูปที่ 18,19

- จากกราฟที่สร้างได้ เมื่อนำมาหาปริมาณโดยการฉีดตัวอย่าง 2 ครั้ง ดังรูปที่ 20,21

ครั้งที่ 1	ไอโซโพรพานอล	ร้อยละ	64.43
	1,2- โพรเพนไดออล	ร้อยละ	35.83
ครั้งที่ 2	ไอโซโพรพานอล	ร้อยละ	64.40
	1,2- โพรเพนไดออล	ร้อยละ	35.59
∴ เฉลี่ย	ไอโซโพรพานอล	ร้อยละ	64.42
	1,2- โพรเพนไดออล	ร้อยละ	35.71

ซึ่งเมื่อคำนวณทั้ง 2 สารรวมเป็นร้อยละ 94 (ส่วนที่กลั่นได้ทั้งหมด แบบที่ 2 ไม่รวมน้ำ)

จะได้	ไอโซโพรพานอล	ร้อยละ	60
	1,2- โพรเพนไดออล	ร้อยละ	34

3.8 ผลการวิเคราะห์โดยวิธี Karl - Fischer ได้นำปริมาณร้อยละ 1

4. วิจัย

- ผลจากการละลายพบว่าสารที่ส่วนที่ไม่ระเหย ละลายได้ดีในน้ำ เขย่าเป็นฟอง เป็นผลมาจากการลด surface tension แสดงว่ามี surfactants การที่ไม่ละลายใน บีโตรีเลียมอีเทอร์แต่ละลายใน อีเทอร์ ไคคลอโรมีเทน อะซีโตน และ เอทานอลนั้นเนื่องจากสารที่ไม่ระเหย มีคุณสมบัติค่อนข้างที่จะ polar
- เมื่อส่วนที่ไม่ระเหยและส่วนที่กลั่นได้ ถูกเผาแล้วไม่เหลือเถ้าแสดงว่าเป็นสารอินทรีย์ล้วน
- เมื่อนำสารที่ไม่ระเหยเข้าคอลัมน์ได้

isopropyl palmitate ใช้เป็น emulsifier

fatty acid - EO adduct เป็น nonionic surfactant มีการเติมน้ำหอมปนมาด้วยจึงทำให้มีกลิ่นหอม

alkyl phenol - EO adduct เป็น nonionic surfactant ซึ่งเป็นตัวทำความสะอาด

- isopropanol 1,2 - propanediol ทำหน้าที่ละลายไขมันได้ดี
- IR spectrum ของ fatty acid - EO adduct มีส่วนคล้ายคลึงกับ alkyl phenol - EO adduct (รูปที่ 5) อาจเนื่องมาจากการแยกคอลัมน์ไม่ดีนัก

5. บทสรุป

น้ำยาทำความสะอาดคอมพิวเตอรืประกอบด้วย

Isopropanol	ประมาณร้อยละ	60
1,2 - Propanediol	ประมาณร้อยละ	34
Alkylphenol - EO adduct	ประมาณร้อยละ	3
Fatty acid - EO adduct	ประมาณร้อยละ	1
Isopropyl palmitate	ประมาณร้อยละ	1
น้ำ	ประมาณร้อยละ	1

ประโยชน์ที่ได้รับจากการทดลองคู่นี้หน้า 5

6. คำขอบคุณ

ขอขอบคุณผู้อำนวยการกองเคมี คุณส่องแสง เลี้ยวขวลิต ที่กรุณาให้คำปรึกษาแนะนำ

7.เอกสารอ้างอิง

1. สมจิตต์ บวรวัฒนาโสภณ. เทคนิคการวิเคราะห์หาน้ำโดยวิธี **Karl Fischer** วารสารเทคโนโลยี:สำนักงานปลัดกระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม, เมษายน - มิถุนายน 2539.หน้า 8-12
2. Hummel,D.O., **IR spectra of Organic Surfactants.**, Munchen: Carl Hanser Verlag, 1962.
3. McNair,H.M., Bonelli E.J., **Basic Gas Chromatography**, 5th ed., Berkeley, California: Consolidated Printers,1969.
4. Pouchert,C.J., **The Aldrich Library of FT-IR spectra.** 1st ed., Vol 1, Milwauker Wisconsin: Aldrich Chemical co.,Inc.,1985,p 128
5. Rosen, M., GoldSmithH.A., **Systematic of Analysis of Surface active Agent.**,New York: Wiley,1980,p 268-269.
6. Schmitt,T.M.,**Analysis of Surfactants**, New York: Marcel Dekker,Inc.,1992.
7. Shriner,R.L., **The systematic identification of organic compounds.** 6th ed.,New York: Wiley,1980.

8 ภาคผนวก

ตารางที่ 1 ตัวทำละลายเรียงตามขั้ว

Petroleum ether	Increasing polarity ^b
Cyclohexane	
Carbon tetrachloride	
Benzene	
Methylene chloride	
Chloroform (alcohol free)	
Ethyl ether	
Ethyl acetate	
Pyridine	
Acetone	
<i>n</i> -Propyl Alcohol	
Ethanol	
Methanol	
Water	
Acetic acid	

ตารางที่ 2 ข้อมูลอินฟราเรดของ Isopropyl palmitate

wave length (μ)	ฟังก์ชัน	หมายเหตุ
3.5	CH stretching	strong band
5.8	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ -\text{C}- \end{array}$ stretching	strong band
6.8	- CH ₂ stretching	medium band
7.3	- CH ₃ stretching	weak band
8.0	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ -\text{C}-\text{O}-\text{R} \end{array}$ stretching	medium band
9.0	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ -\text{C}-\text{O}-\text{R} \end{array}$ stretching	sharp - strong band
13.9	- CH ₂ rocking	weak band

ตารางที่ 3 ข้อมูลอินฟราเรดของ fatty acid - EO adduct

wave length (μ)	ฟังก์ชัน	หมายเหตุ
3.4	CH stretching	strong band
5.8	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ -\text{C}- \end{array}$ stretching	strong band
6.9	- CH ₂ stretching	medium band
8.0	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ -\text{C}-\text{O}- \end{array}$ stretching	medium band
8.9	C - O - C	strong band

ตารางที่ 4 ข้อมูลอินฟราเรดของ alkyl - EO adduct

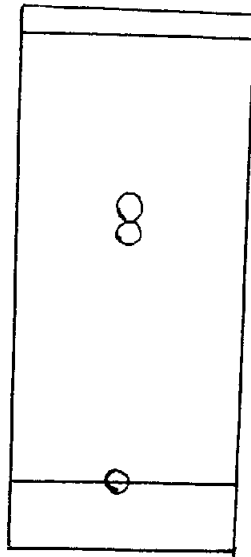
wave length (μ)	ฟังก์ชัน	หมายเหตุ
3.0	- OH stretching	broad band
3.5	CH stretching	strong band
6.6	C = C stretching	aromatic substitute
7.4	CH ₂ - wagging	medium band
8.0		medium band
8.9	C - O - C	broad band
12.0	- CH ₂	weak band

ตารางที่ 5 ข้อมูลอินฟราเรดของ isopropanol

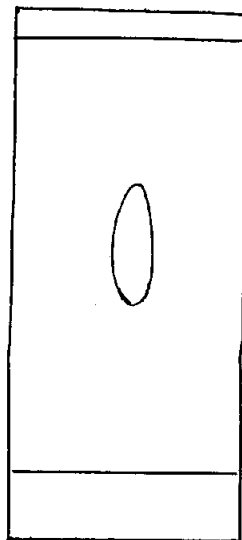
wave length (μ)	ฟังก์ชัน	หมายเหตุ
3.0	- OH stretching	broad band
3.3	CH stretching	strong band
8.7	C - O stretching	strong band

ตารางที่ 6 ข้อมูลอินฟราเรดของ 1,2 - propanediol

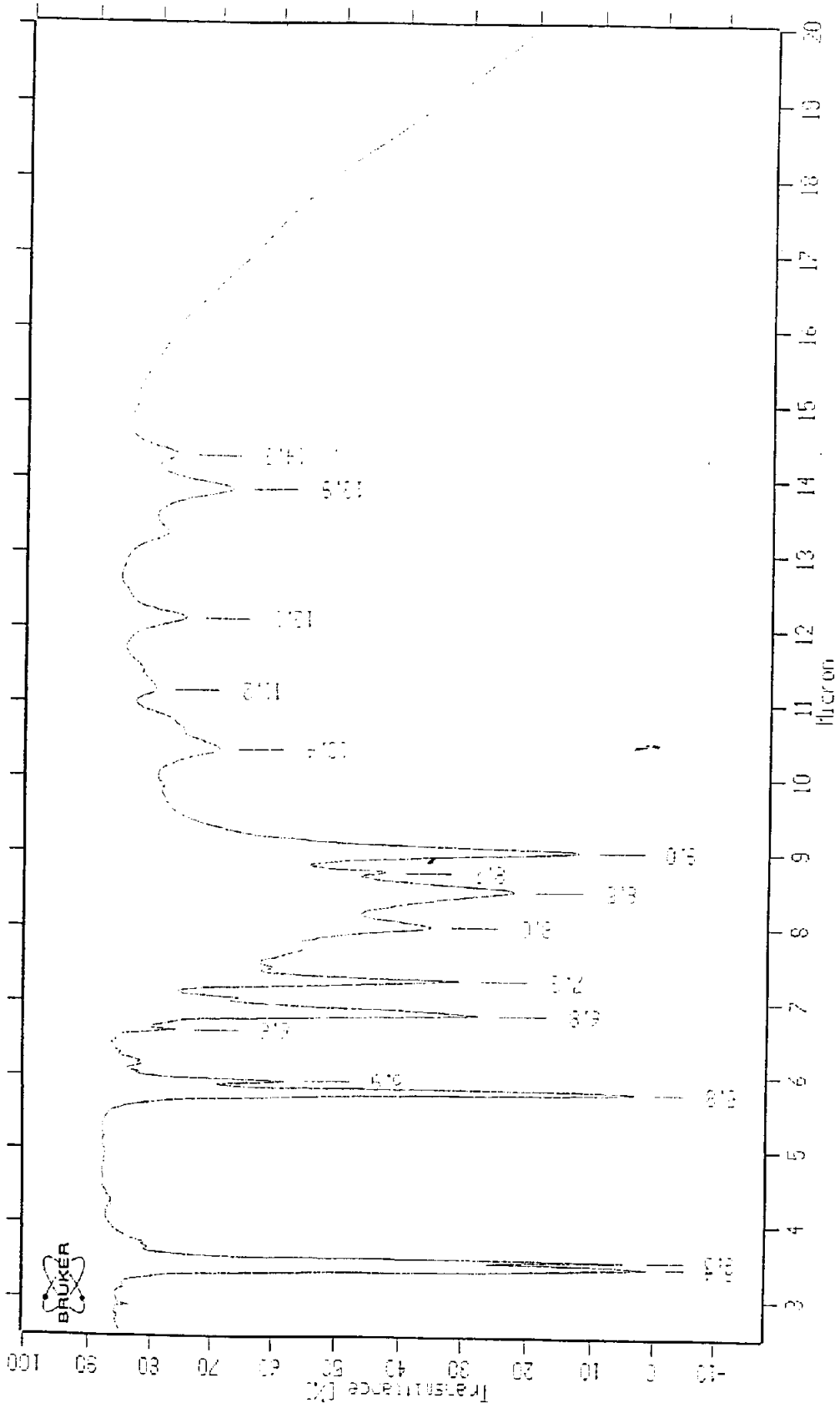
wave length (μ)	ฟังก์ชัน	หมายเหตุ
3.0	- OH stretching	broad band
3.4	CH stretching	strong band
7.1	OH deforming	medium band
9.5	C - O stretching	strong band



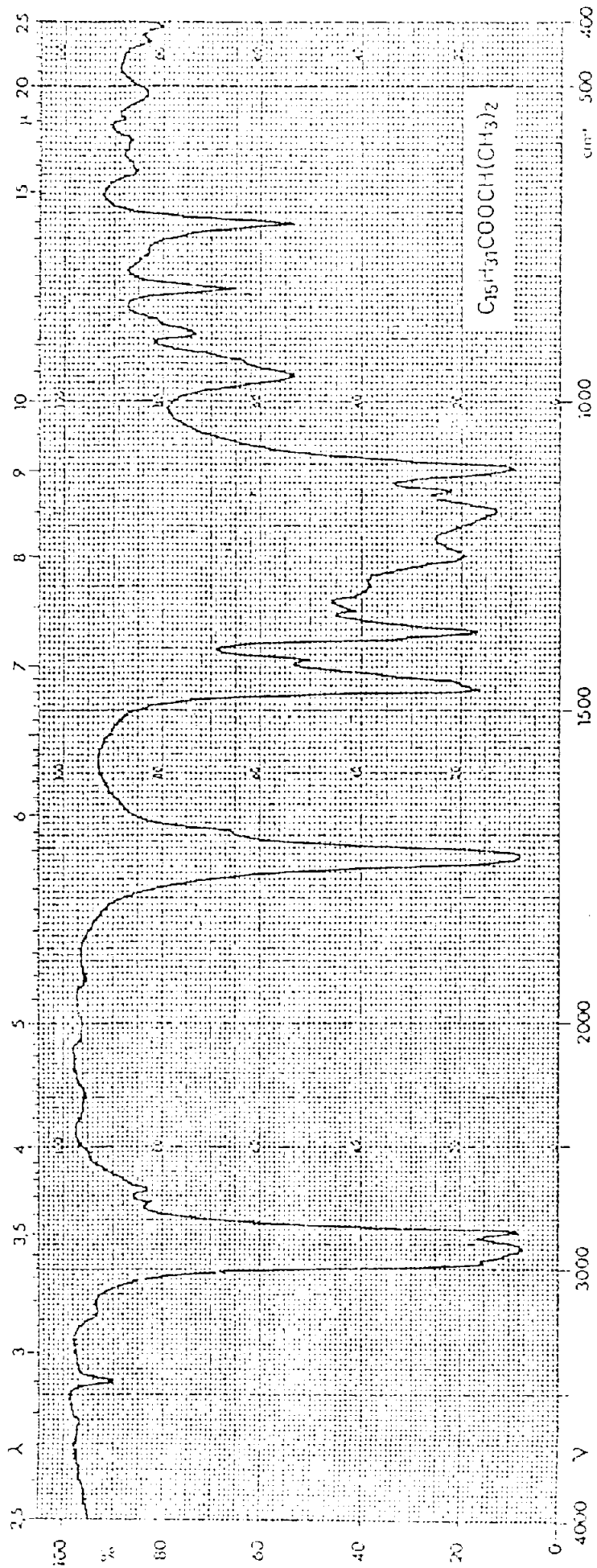
รูปที่ 1 TLC chromatogram develope ด้วย ไคคลอโรมีเทน



รูปที่ 2 TLC chromatogram develope ด้วย อะซีโตน



รูปที่ 3 IR spectrum ของ isopropyl palmitate



37
38
Dortless 2-11
Trans. force

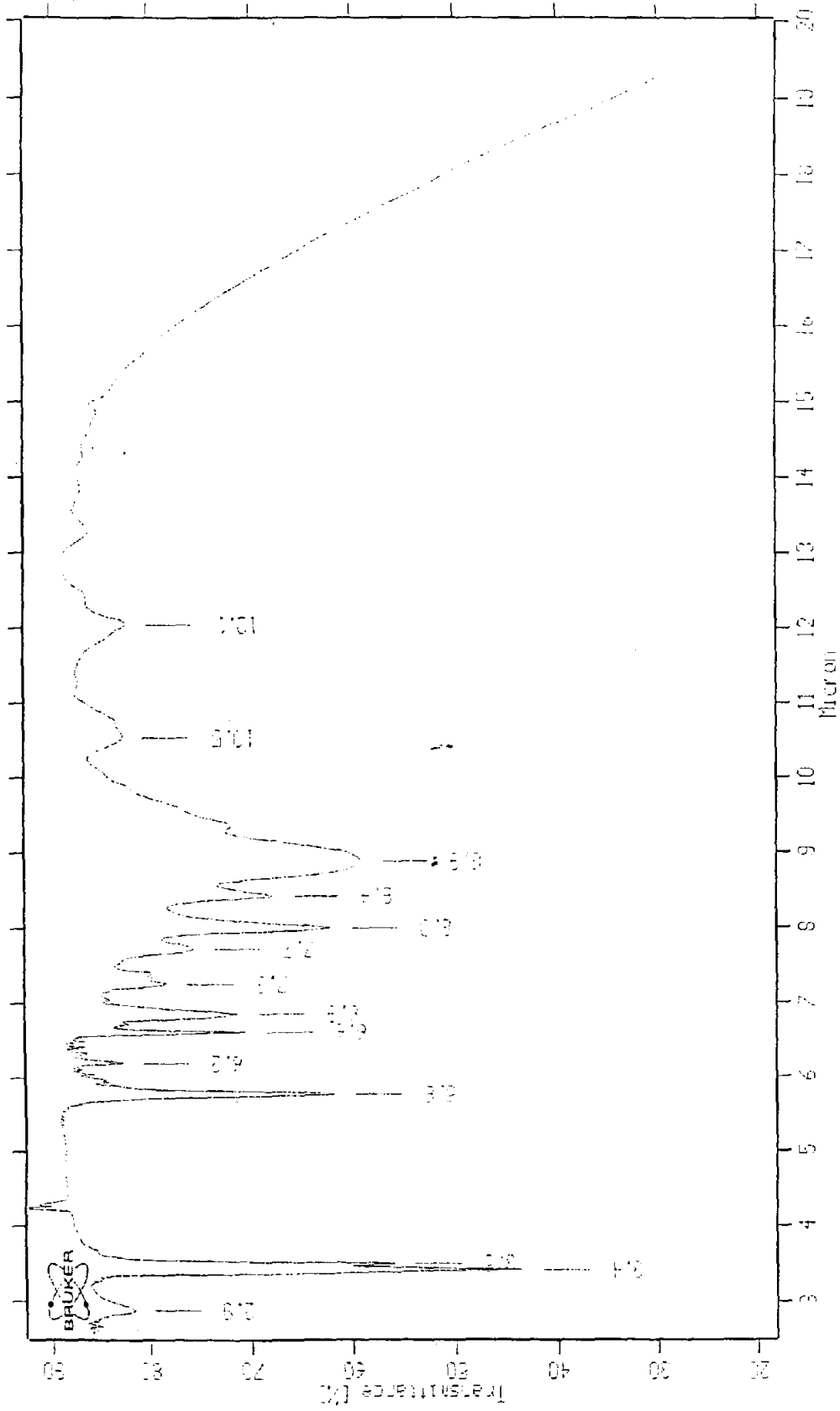
Verbindung: Isopropylpalmitat
 Formel: C₁₉H₃₅O₂
 Handelsname:
 Präparation: Kapill. Film

Compound: Isopropyl palmitate
 Formula: C₁₉H₃₅O₂
 Tradename:
 Preparation: Capill. Film

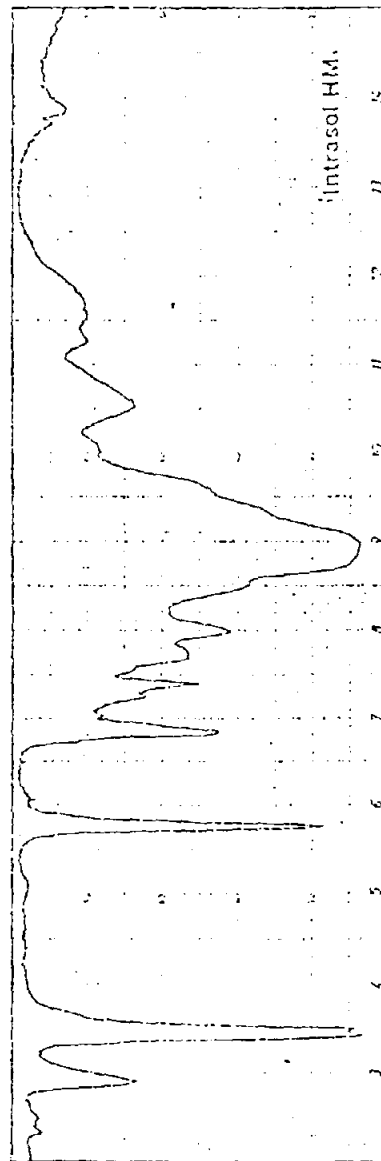
M. w.: 298,5
 Manuf.: Kessler
 Dec.No.: 3.3.7

รูปที่ 4 IR spectrum ของ standard isopropyl palmitate

Department of Science Service



รูปที่ 5 IR spectrum ของ fatty acid -EO₃adduct



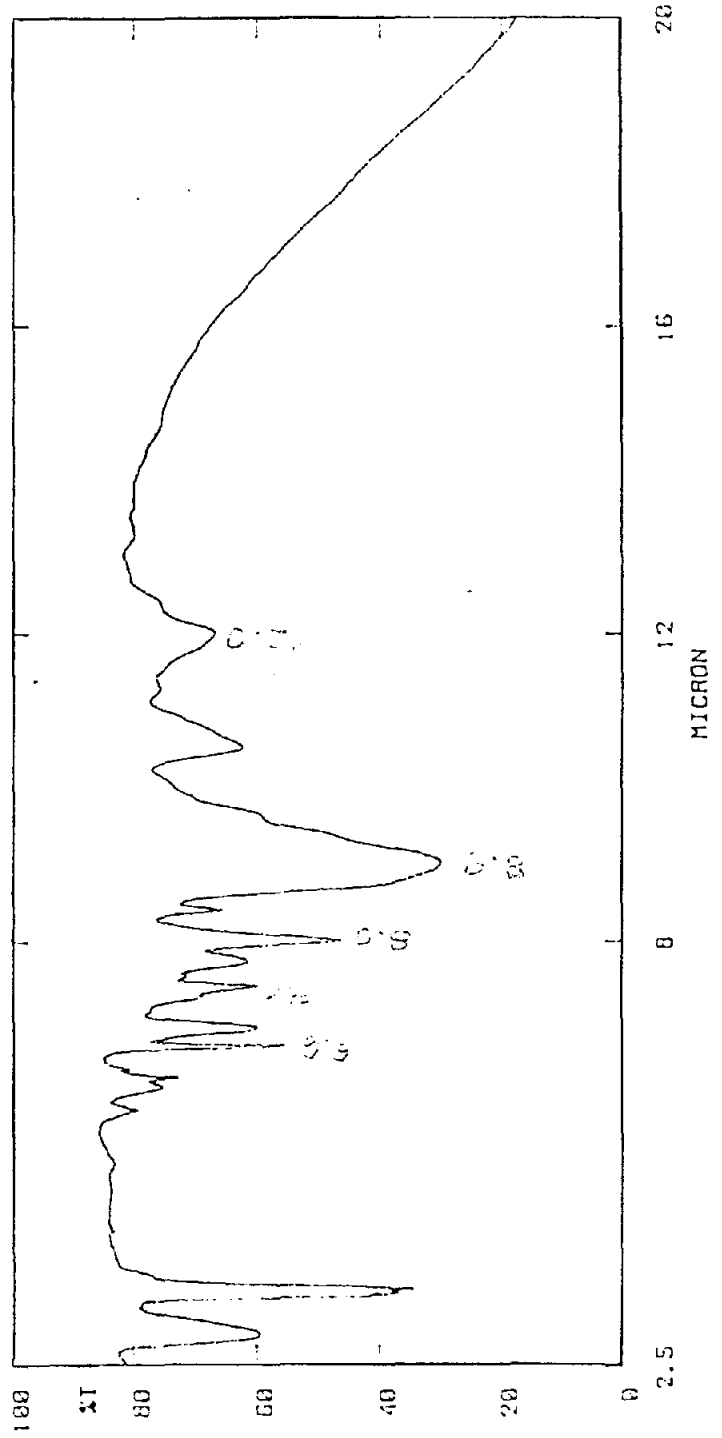
Manufacturer: Stockhausen
 Composition: sperm oil fatty acid-EO₃ adduct
 Use: emulsifier
 Technique of preparation: thin layer on NaCl, liquid

ALA 6

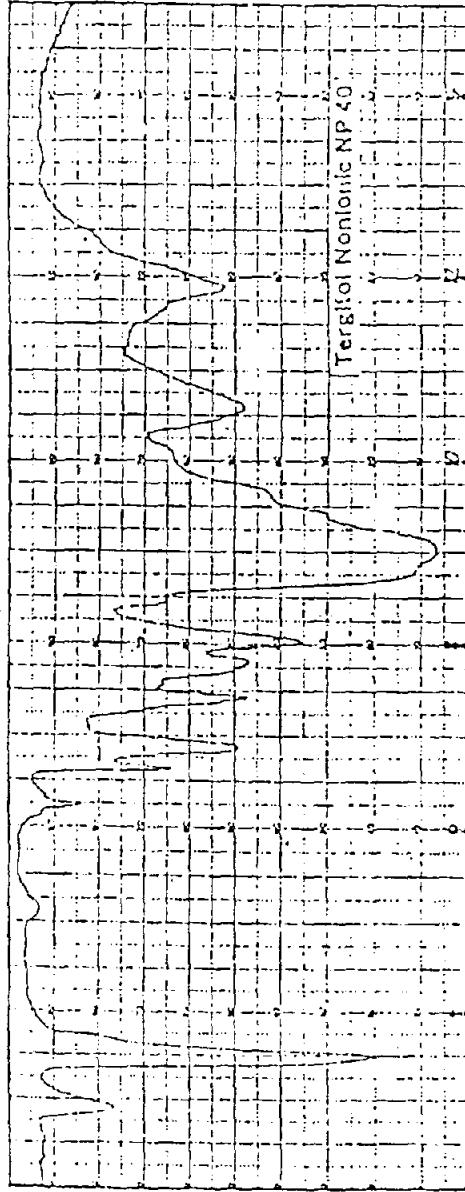
279

รูปที่ 6 IR spectrum ของ standard fatty acid -EO adduct

รูปที่ 7 IR spectrum ของ alkylphenol-EO adduct



EO



Ä III A 6

Manufacturer: Union Carbide

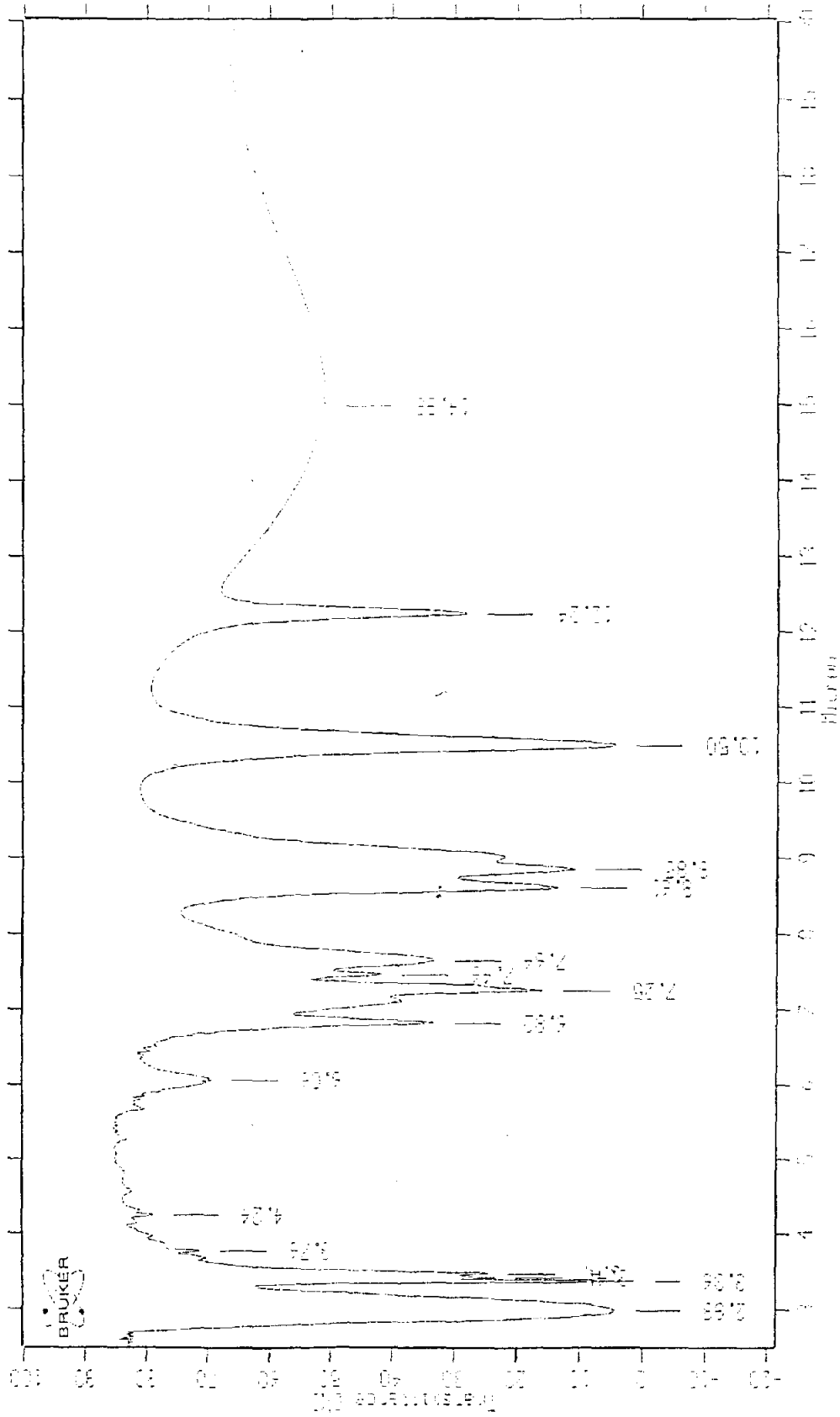
Composition: nonylphenol-EO₂₀ adduct

Use: cleaning agent

Technique of preparation: thin layer on NaCl, liquid

340

รูปที่ 8 IR spectrum ของ standard nonylphenol-EO₂₀ adduct



รูปที่ 9 IR spectrum ของ isopropanol

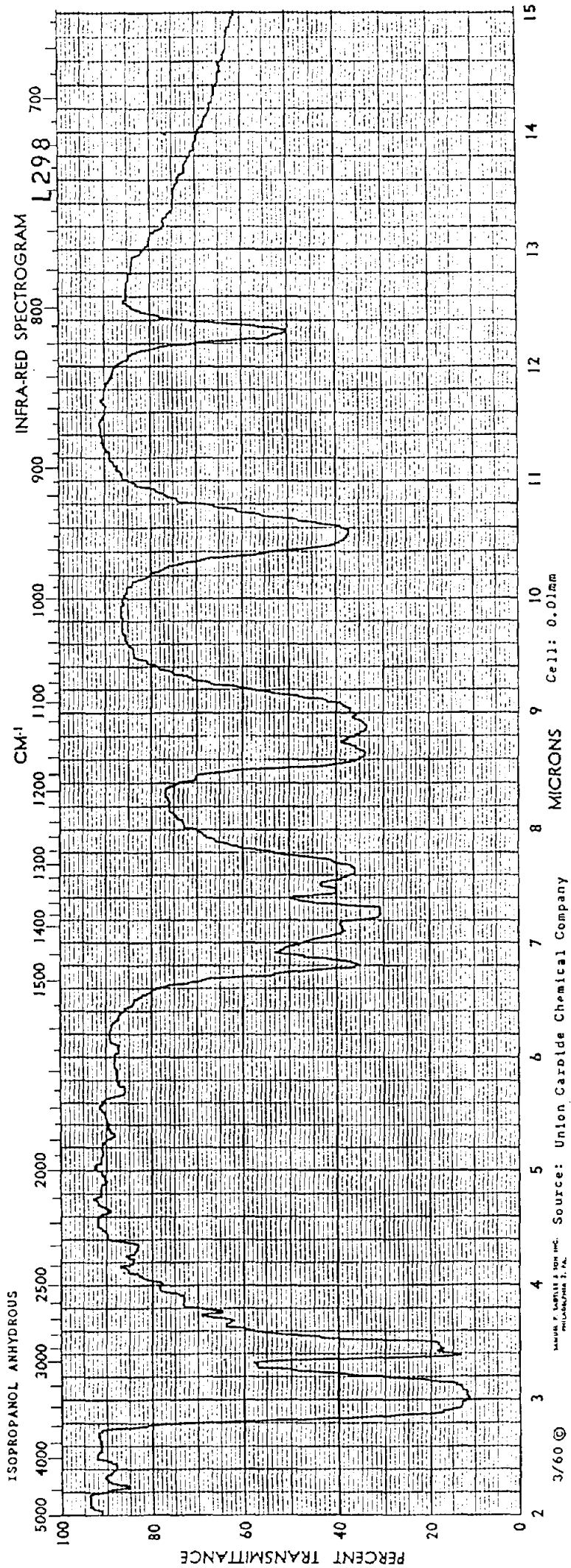
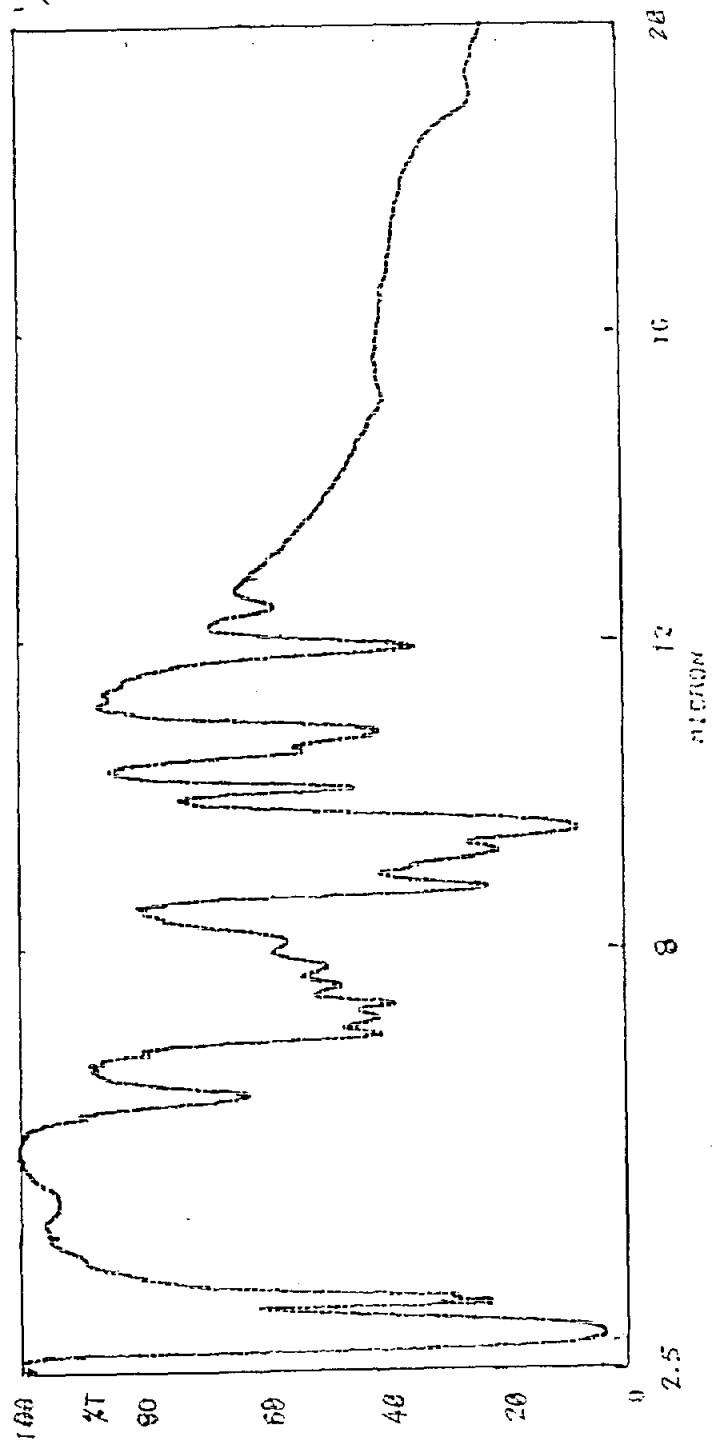
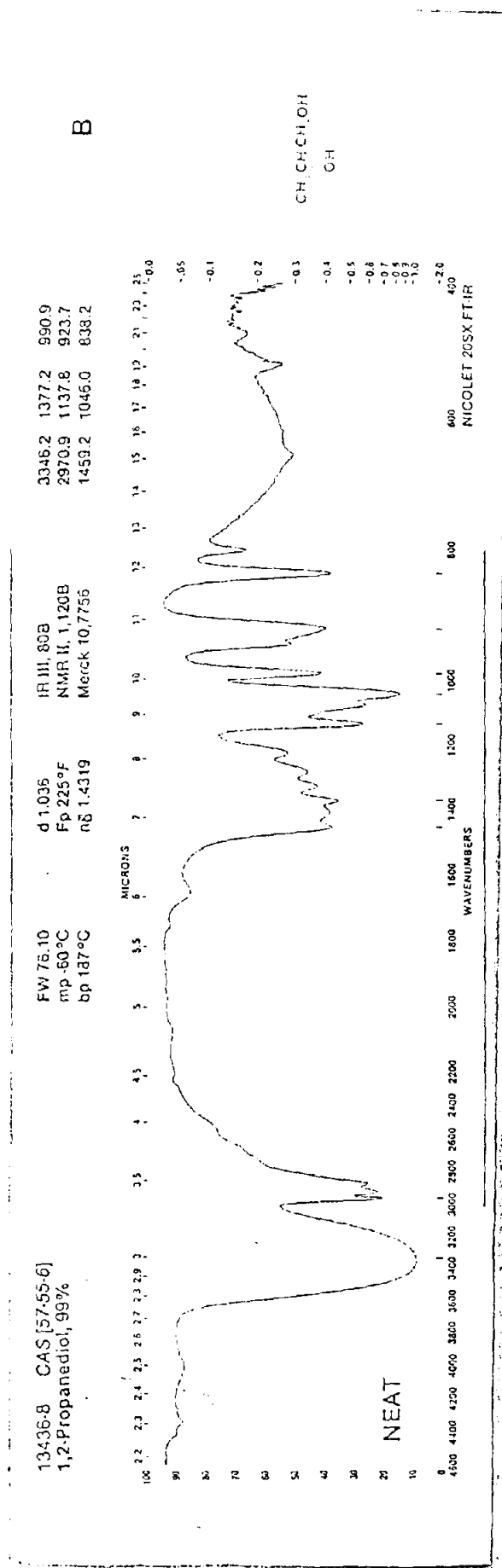


Figure 10 IR spectrum of standard isopropanol

รูปที่ 11 IR spectrum ของ 1,2 propanediol





รูปที่ 12 IR spectrum ของ standard 1,2 propanediol

Title : comp
Run File : C:\STAR\MODULE16\YUPA001.RUN
Method File : C:\STAR\COMP.MTH
Sample ID : comp clean

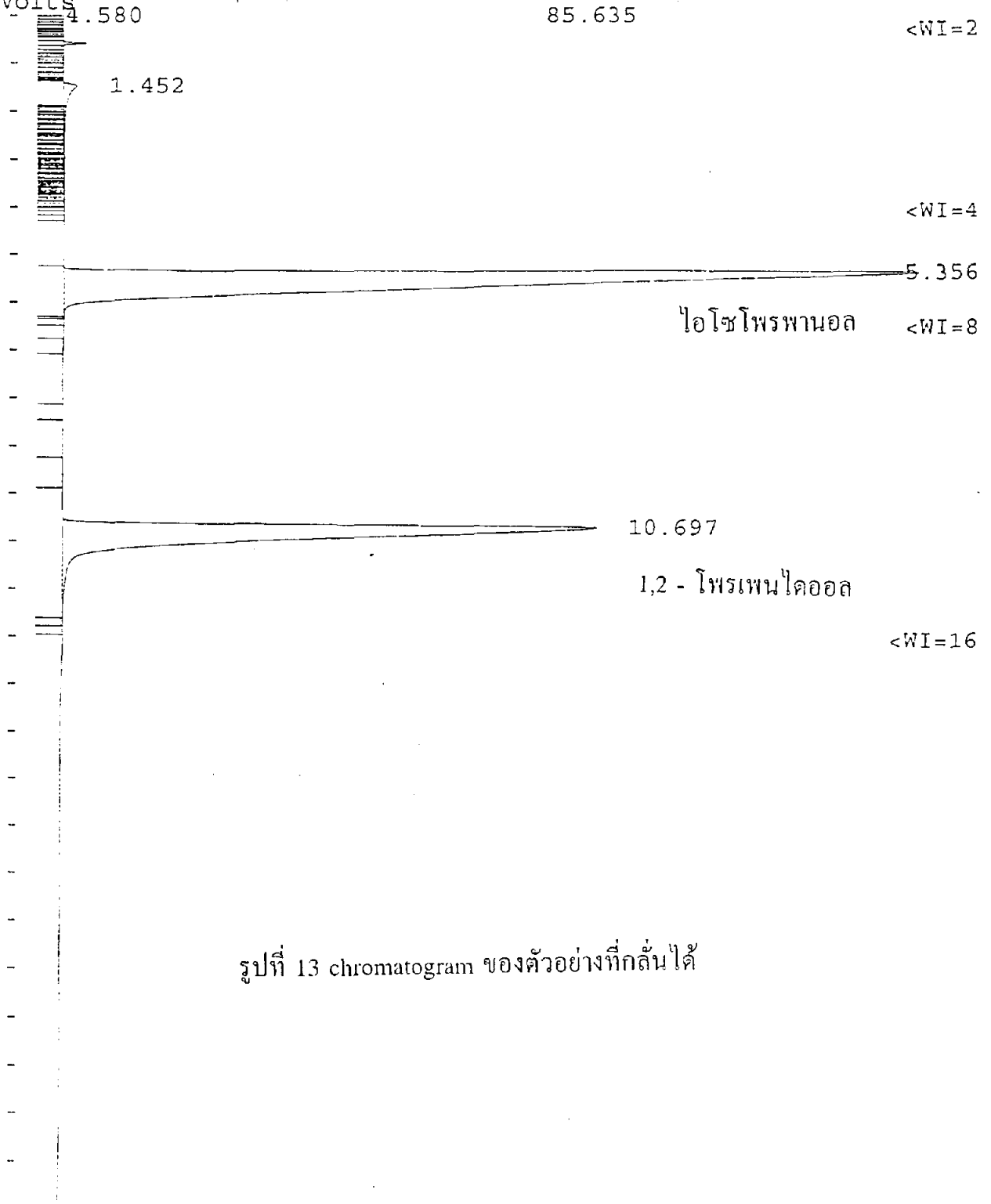
SEA Sample
Comparison

Injection Date: 17-MAY-96 1:10 PM Calculation Date: 17-MAY-96 1:36 PM

Operator : YUPA Detector Type: ADCB (10 Volts)
Workstation: Bus Address : 16
Instrument : star Sample Rate : 10.00 Hz
Channel : A = tcd 10 Run Time : 25.002 min

***** Star Chromatography Software ***** Version 4.0 *****

Chart Speed = 0.79 cm/min Attenuation = 70 Zero Offset = 2%
Start Time = 0.000 min; End Time = 25.002 min Min / Tick = 1.0
milliVolts 4.580 85.635 <WI=2



รูปที่ 13 chromatogram ของตัวอย่างที่กลั่นได้

Title : comp
Run File : C:\STAR\MODULE16\YUPA003.RUN
Method File : C:\STAR\COMP.MTH
Sample ID : comp clean

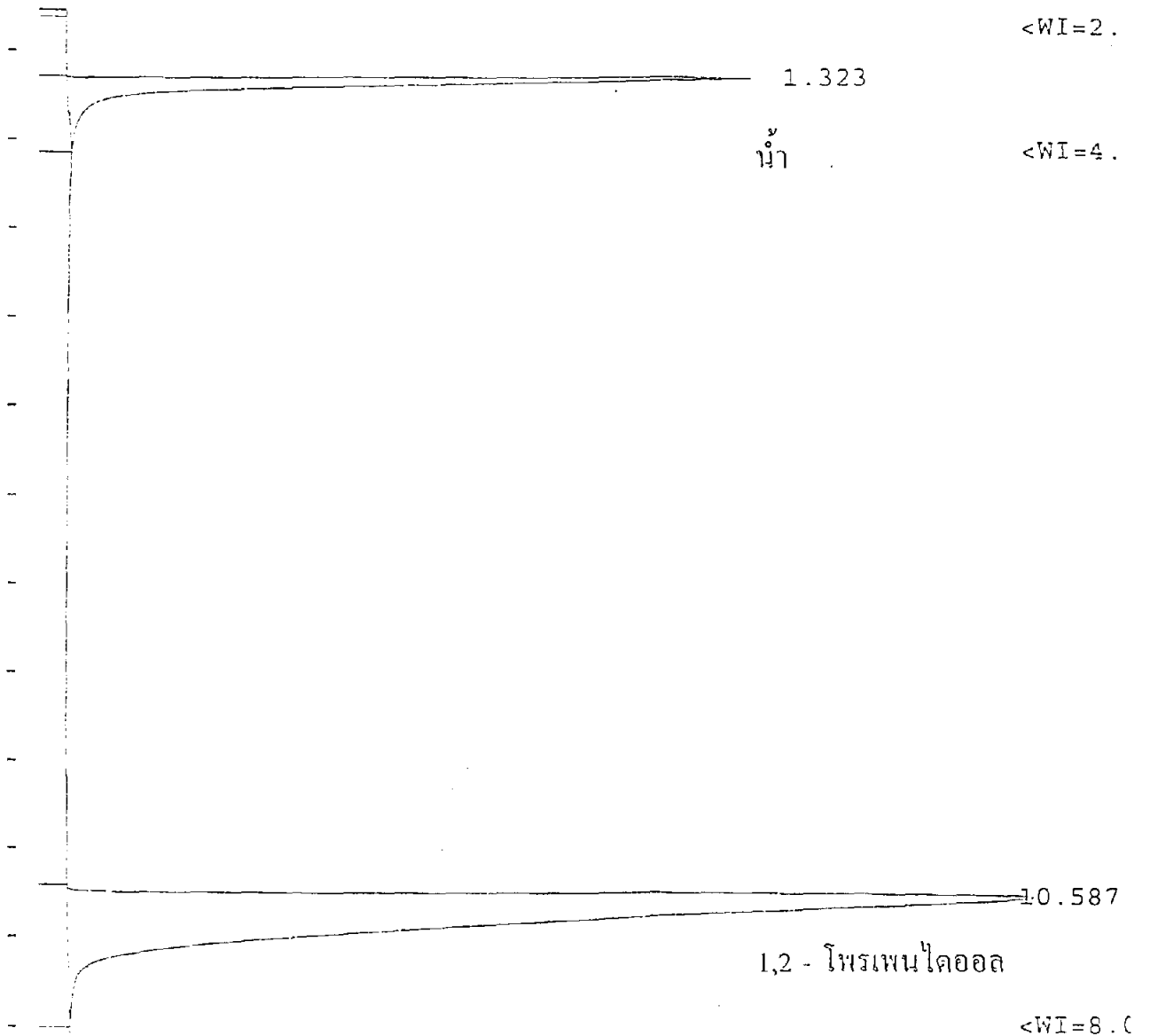
1/2 propane dist

Injection Date: 17-MAY-96 3:07 PM Calculation Date: 17-MAY-96 3:22 PM

Operator : YUPA Detector Type: ADCB (10 Volts)
Workstation: Bus Address : 16
Instrument : star Sample Rate : 10.00 Hz
Channel : A = tcd 10 Run Time : 15.243 min

***** Star Chromatography Software ***** Version 4.0 *****

Chart Speed = 1.30 cm/min Attenuation = 91 Zero Offset = 2%
Start Time = 0.000 min End Time = 15.243 min Min/Tick = 1.00
milliVolts 5.680 111.900



รูปที่ 14 chromatogram ของ standard ที่น้ำ

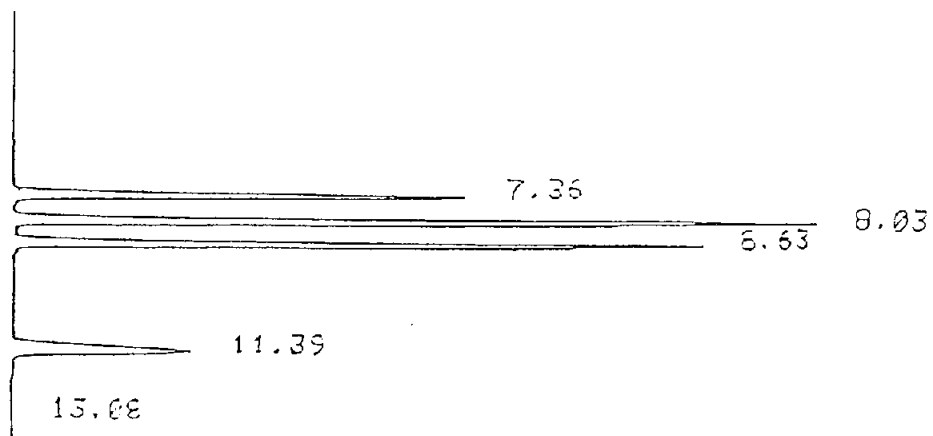
GC Chromatogram

รูปที่ 15 แสดง chromatogram

ของ

30% 1,2 - propanediol และ 70% isopropanol

Internal standard + Standard a



RT	AREA	TYPE	AREA %
7.36	26983.60	BB	22.151
8.03	42886.60	BV	34.878
8.63	36514.80	VB	29.976
11.39	15759.90	BB	12.921

TOTAL AREA = 121814.00

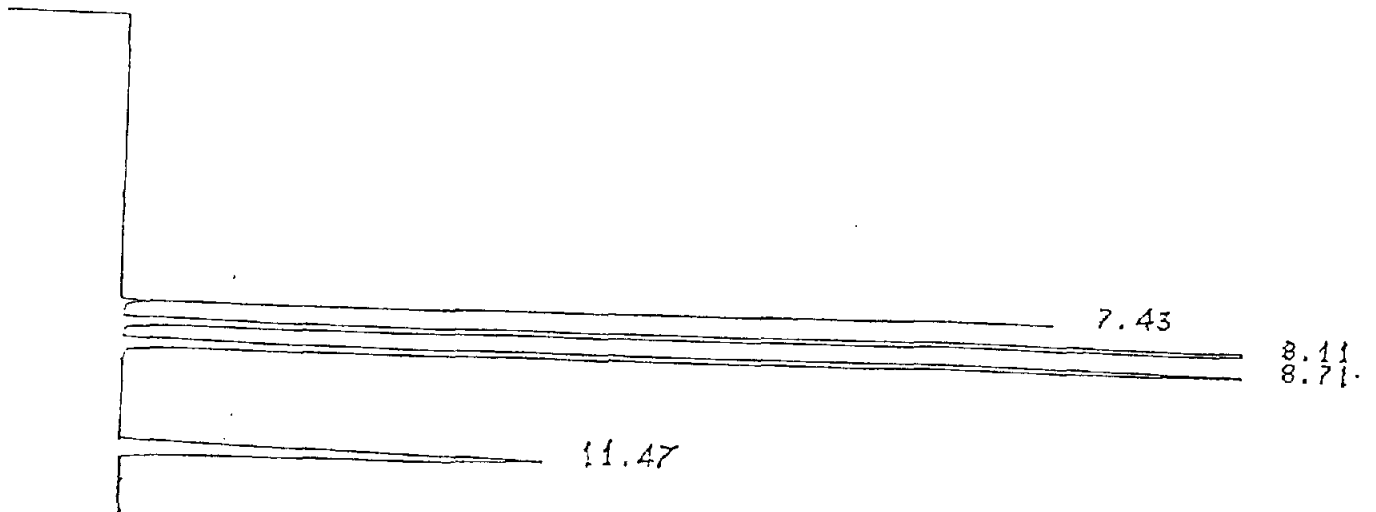
MULTIPLIER = 1

รูปที่ 16 แสดง chromatogram

ของ

35% 1,2 - propanediol และ 65 % isopropanol

Internal standard + Standard b



RT	AREA	TYPE	AREA %
7.43	25903.40	BB	21.855
8.11	39793.60	BB	33.574
8.71	34984.00	BB	29.516
11.47	17842.80	BB	15.054

TOTAL AREA = 118524.00

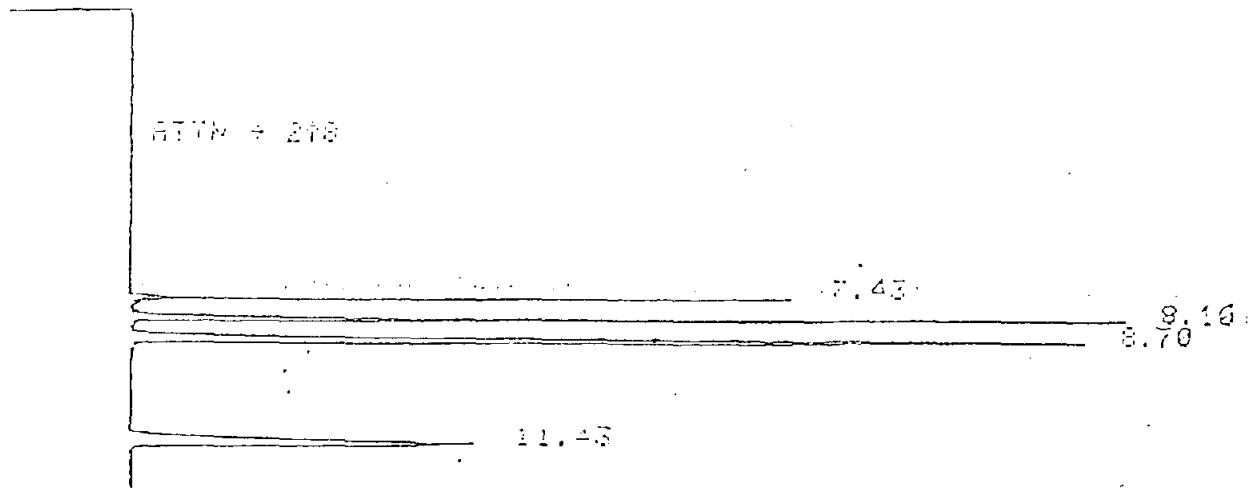
MULTIPLIER = 1

รูปที่ 17 แสดง chromatogram

๕๑๑

40% 1,2 - propenediol และ 60% isopropanol

Internal standard + Standard c

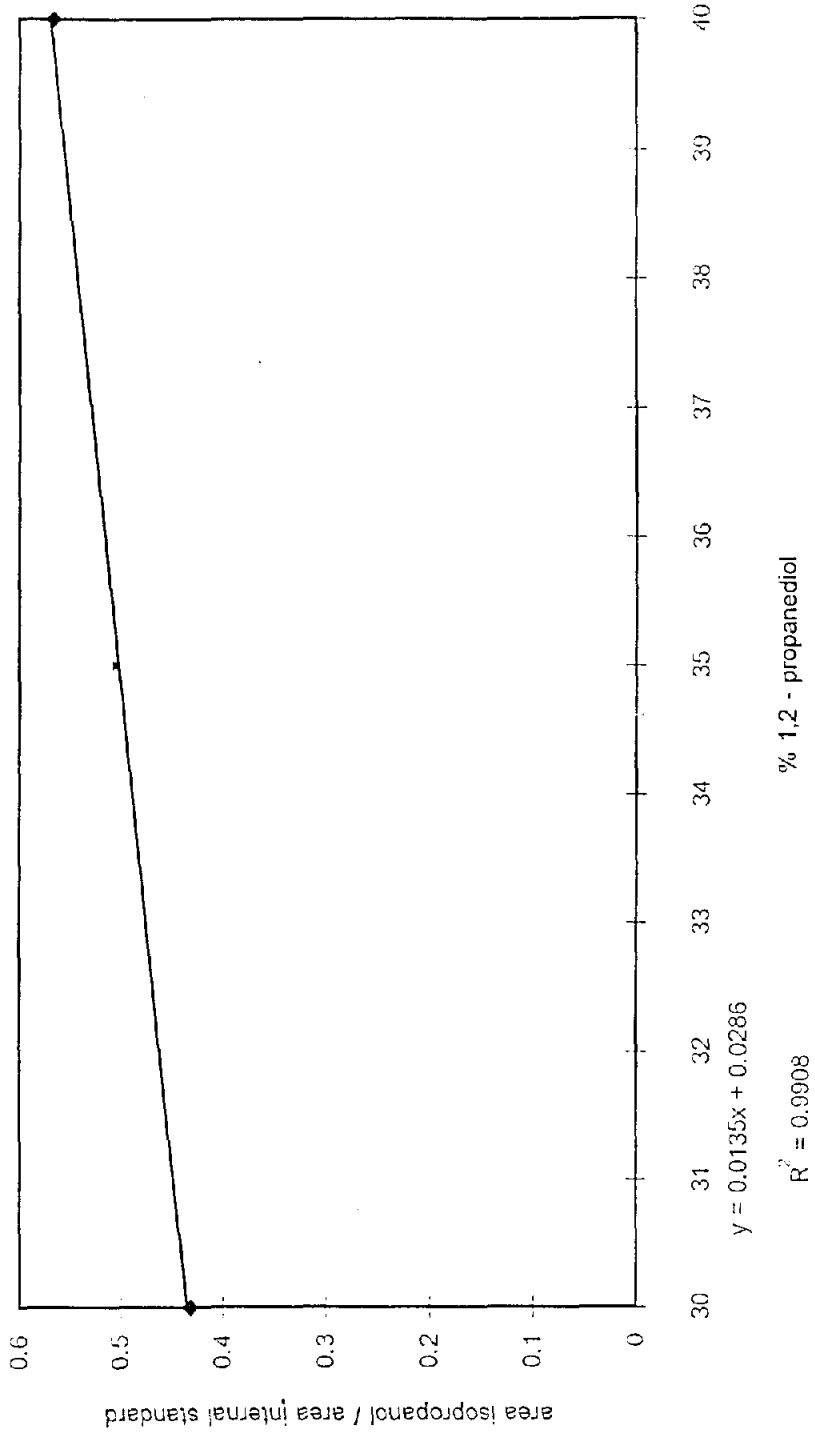


RT	AREA	TYPE	AREA %
7.43	17677.60	BB	22.522
8.10	23655.20	BB	30.138
8.70	23721.00	BB	30.222
11.43	13435.20	BB	17.117

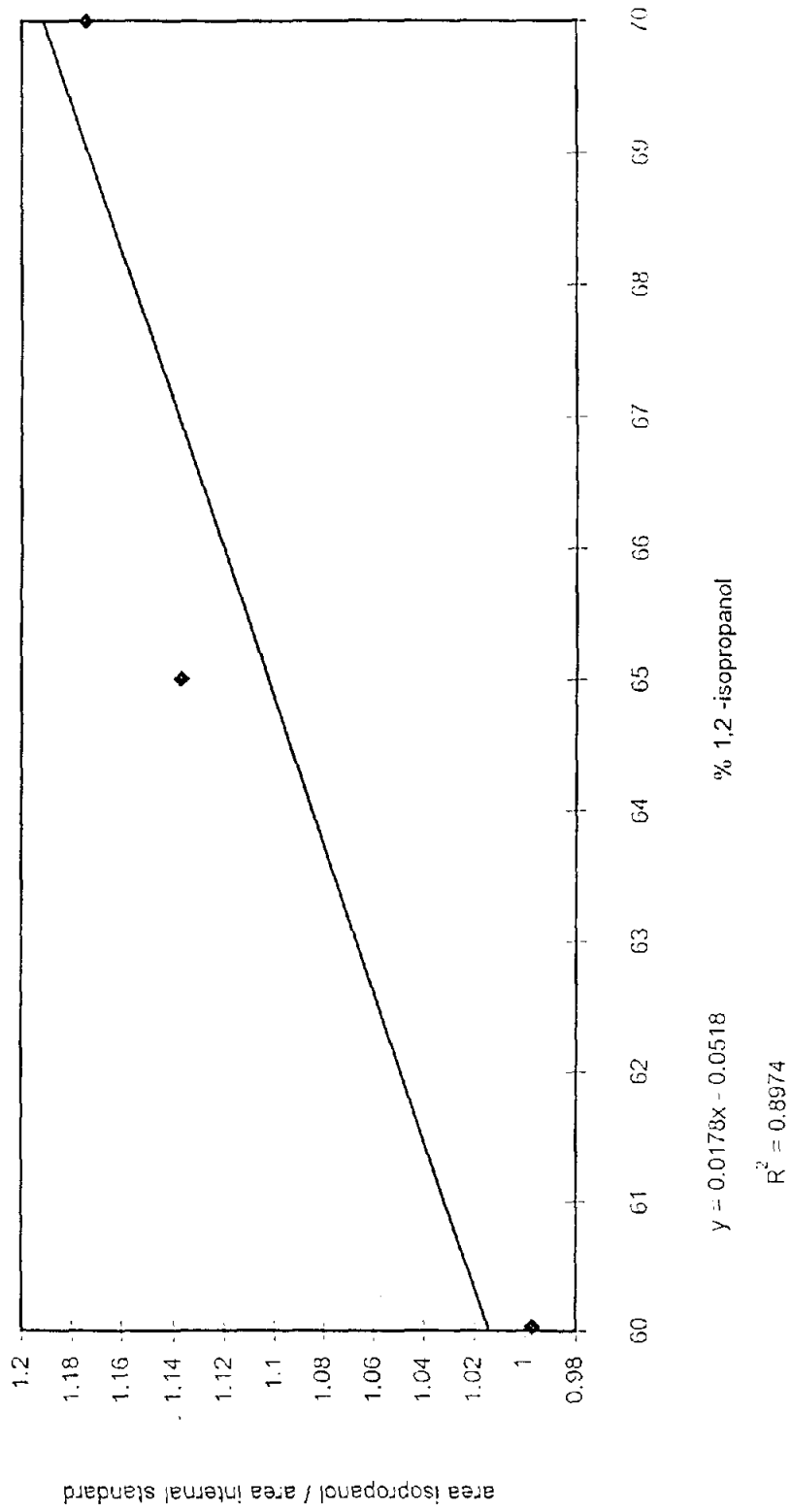
TOTAL AREA = 78489.10

MULTIPLIER = 1

รูปที่ 18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง area ratio กับ % 1,2 - propanediol

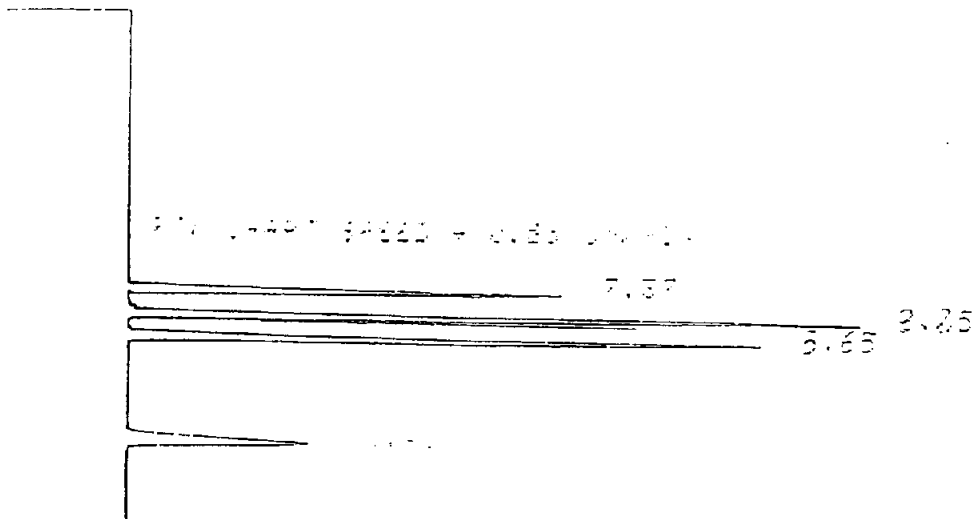


รูปที่ 19 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง area ratio กับ % isopropanol



รูปที่ 20 แสดง chromatogram

ของ
Sample ซึ่ดครั้งที 1



RT	AREA	TYPE	AREA %
7.37	23995.90	BB	22.370
8.05	34969.50	BB	32.601
8.65	31937.10	BB	29.774
11.41	16363.80	BB	15.255

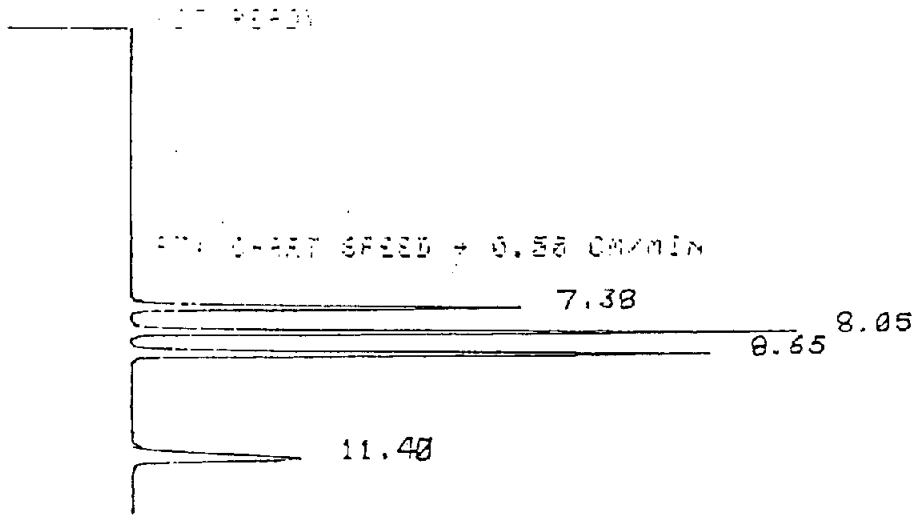
TOTAL AREA = 107266.00

MULTIPLIER = 1

รูปที่ 21 แสดง chromatogram

ของ

Sample ซึ่คกรังที่ 2



RT	AREA	TYPE	AREA %
7.38	21602.90	BB	22.332
8.05	31585.90	BB	32.652
8.65	28854.40	BB	29.828
11.40	14691.80	BB	15.188

TOTAL AREA = 96735.00

MULTIPLIER = 1

กำหนดส่ง

26 ม.ค. ๖๖
๕ ม.ค. ๖๖
12 ม.ค. ๖๖