

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินบุคคลเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 8 ว

เรื่องที่ 1

การศึกษาพัฒนาวิธีแยกองค์ประกอบของดาวเคลือบท่อพ่นยาการเกษตร
และนำมาทำความสะอาดเส้นลวด

ผู้ดำเนินการ

นาย ทรงศักดิ์ ลิ้มไพบูลย์

นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

กลุ่มงานเคมีประยุกต์

กองเคมี

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยี และ สิ่งแวดล้อม

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินบุคคลเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 8 ว

เรื่องที่ 1

การศึกษาพัฒนาวิธีแยกองค์ประกอบของกาวเคลือบท่อพ่นยาการเกษตร
และนำมาทำความสะอาดเส้นลวด

ผู้ดำเนินการ

นาย ทรงศักดิ์ ลิ้มไพบุตย์
นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

กลุ่มงานเคมีประยุกต์

กองเคมี

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยี และ สิ่งแวดล้อม

เลขที่ ๑๑
๗๖.
๑๑๓๔
เลขที่หนังสือ ๑๐๓๓๑
วันที่ ๑ มี.ค. ๖๕

ด้วยอภินันทนาการ
จาก ทรงศักดิ์ ลิ้มไพบุตย์

๐๐๒๘-๖๙๙๖๐

กรมวิทยาศาสตร์บริการ
กองสนเทศวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

บทคัดย่อ

การตรวจแยกองค์ประกอบของสารเคมี โดยอาศัยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี เพื่อแยกหาชนิด และปริมาณของตัวทำละลายอินทรีย์ และยังใช้เทคนิคทินแลร์โครมาโทกราฟี ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี รวมทั้งการตรวจสอบทางเคมีและฟิสิกส์ เพื่อหาองค์ประกอบ ปราบกฏผลดังนี้ กาวเคลือบท่อพ่นยาการเกษตร (TY 492) ประกอบด้วย อะซิโตน ร้อยละ 22.3 เอทิล เมทิล คีโตน ร้อยละ 27.2 โทลูอิน ร้อยละ 29.3 poly (ester urethane) ร้อยละ 21.1 phthalic acid dialkyl ester ร้อยละ 0.1 น้ำยาทำความสะอาดเส้นลวด (degrease washing liquid SD-7) (TT 231) ประกอบด้วย alkylbenzene ประมาณร้อยละ 70 และ branched aliphatic hydrocarbons ซึ่งมีช่วงจุดเดือด 135-195 องศาเซลเซียส ประมาณร้อยละ 30

สารบัญ

บทคัดย่อ	i
สารบัญ	ii
สารบัญภาพ	iii
สารบัญตาราง	ix
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ปัญหาและที่มาของการศึกษาทดลอง	4
1.2 วัตถุประสงค์	5
1.3 ขอบเขตของการศึกษาทดลอง	5
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ	5
1.5 ระยะเวลาของการศึกษาทดลอง	5
บทที่ 2 วัสดุ อุปกรณ์ และ วิธีการ	6
บทที่ 3 ผลการศึกษาทดลอง	19
บทที่ 4 วิจาร์ณผลการศึกษาทดลอง	30
บทที่ 5 สรุปผลการศึกษาทดลอง	45
คำขอบคุณ	50
เอกสารอ้างอิง	51
ภาคผนวก	52

สารบัญภาพ

รูปที่		หน้า
56	เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ฟลูออโรฟอสฟอไรต์อินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์	7
57	การเลือกใช้ตัวทำละลายใน TLC	11
58	ภาชนะที่ใช้จุ่มแผ่น TLC	12
59	แสดง interferometer และส่วนต่างๆที่เป็นอิเล็กทรอนิกส์	14
60	Michelson interferometer	15
61	Michelson interferometer	15
62	แสดงการสั่นของโมเลกุล	17
63	แสดงส่วนประกอบของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี	18
64	แสดงทินแลรีโครมาโทกราฟี	22
65	แสดงร้อยละของ acetone	36
66	แสดงร้อยละของ เอทิล เมทิลคีโตน	36
67	แสดงร้อยละของ โทลูอิน	37
68	แสดงร้อยละของ ethyl benzene	44
69	แสดงร้อยละของ m-xylene	44
70	แสดงร้อยละของ o-xylene	44

สารบัญภาพ ต่อ
ภาคผนวก ก

รูปที่	หน้า
A 1 รายละเอียดของ column SPB 1 (Supelco chromatography product 1997,P 20- 21)	53
A 2 รายละเอียดของ column SPB 5 (Supelco chromatography product 1997,P 20-21)	54
A 3 การเลือกใช้ column SPB 1 ในการแยก solvents(Supelcochromatography products1996,P A 125)	55
A 4 การเลือกใช้ column SPB 5 ในการแยก solvents(Supelco chromatography products 1996,P A 127)	56

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาคผนวก ข

รูปที่	หน้า
1 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่กลั่นได้ 60 – 70 องศาเซลเซียส	57
2 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard acetone (Ald 405 A)	58
3 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ acetone จากการทำให้ Library Search	59
4 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่กลั่นได้ 72 – 77 องศาเซลเซียส	60
5 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard ethyl methyl ketone(Ald 405 B)	61
6 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ ethyl methyl ketone ได้จากการทำให้ Library Search	62
7 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่กลั่นได้ 77 – 82 องศาเซลเซียส	63
8 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่กลั่นได้ 82 – 86 องศาเซลเซียส	64
9 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่เหลือจากการกลั่น	65
10 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard poly (ester urethane)(HU 1333-1335)	66
11 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ poly (ester urethane) จากการทำให้ Library Search	67
12 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่ระเหยแห้งหลังรีฟลักซ์	68
13 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ poly (ester urethane) จากการทำให้ Library Search	69
14 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่สกัดด้วยเฮกเซน	70
15 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard phthalic acid poly ester (HU 5036)	71
16 อินฟราเรดสเปกตรัม ของการทำ pyrolysate	72
17 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard poly ether urethane with isocyanate (HU2202)	73
18 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่เหลือจากการกลั่นสกัดด้วยเฮกเซน	74
19 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard phthalic acid poly ester (HU 5037-8)	75

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาคผนวก ค

รูปที่	หน้า
20 โครมาโทแกรม ของ ตัวอย่างที่กลั่นได้ มี 3 peak	76
21 โครมาโทแกรม ของ ethyl methyl ketone และ toluene	77
22 โครมาโทแกรม ของ acetone และ ของตัวอย่าง	78
23 โครมาโทแกรม ของ acetone, ethyl methyl ketone และ Toluene เต็มลงในตัวอย่าง	79
24 โครมาโทแกรม ของ ตัวอย่าง และ n-heptane	80
25 โครมาโทแกรม ของ ตัวอย่างที่กลั่นได้ 76-102 องศาเซลเซียส	81
26 โครมาโทแกรม ของ internal standard (ISTD)	82
27 โครมาโทแกรม ของ ตัวอย่างที่หาปริมาณโดย (ISTD) ฉีดครั้งที่ 1,2,	83
28 โครมาโทแกรม ของ ตัวอย่างที่หาปริมาณโดย (ISTD) ฉีดครั้งที่ 3,4,	84
29 โครมาโทแกรม ของ ตัวอย่างที่หาปริมาณโดย (ISTD) ฉีดครั้งที่ 5,6,	85
30 โครมาโทแกรม ของ ตัวอย่างที่หาปริมาณโดย (ISTD) ฉีดครั้งที่ 7,8,	86
31 โครมาโทแกรม ของ ตัวอย่างที่หาปริมาณโดย (ISTD) ฉีดครั้งที่ 9,10	87

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาคผนวก ง

รูปที่	หน้า
32 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่เหลือจากการกลั่น	88
33 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่กลั่นได้ 135 – 150 องศาเซลเซียส	89
34 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard ethylbenzene (Ald. 849 c)	90
35 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ ethylbenzene ได้จากการทำ Library Search	91
36 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่กลั่นได้ 150 – 195 องศาเซลเซียส	92
37 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard m-xylene (Ald. 857 c)	93
38 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ m-xylene ได้จากการทำ Library Search	94
39 โครมาโทแกรม (จากการทำ GC FT-IR)	95
40 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ ethylbenzene(จากการทำ GC FT-IR)	96
41 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard ethylbenzene (Ald. 3, 849 c)	97
42 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ m-xylene(จากการทำ GC FT-IR)	98
43 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard m-xylene (Ald. 3, 857 c)	99
44 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ o-xylene(จากการทำ GC FT-IR)	100
45 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard o-xylene (Ald. 3, 856 A)	101
46 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ 2,2,4,6,6-penta methyl heptane (จากการทำ GCFT-IR)	102
47 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard 2,2,4,6,6-penta methyl heptane (Ald 3, 16 D)	103
48 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ alkane (จากการทำ GC FT-IR)	104
49 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard Alkane (Nonacosane) (Ald. 8 B)	105

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาคผนวก จ

รูปที่	หน้า
50 โครมาโทแกรม ของ ตัวอย่างที่กลั่นได้	106
51 โครมาโทแกรม ของ การทำ internal standard	107
52 การปรับเครื่องมือ เพื่อหา ISTD	108
53 โครมาโทแกรม ของ สารตัวอย่างในการหาปริมาณครั้งที่ 1	109
54 โครมาโทแกรม ของ สารตัวอย่างในการหาปริมาณครั้งที่ 2	110
55 โครมาโทแกรม ของ สารตัวอย่างในการหาปริมาณครั้งที่ 3	111

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1 รายละเอียดของตัวอย่าง	9
2 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ อะซิโตน	19
3 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ เอทิล เมทิลคีโตน	20
4 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ unknown	20
5 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ โทลูอิน	20
6 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ poly (ester urethane)	21
7 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ poly (ester urethane)	21
8 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ phthalic acid poly ester	22
9 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ isocyanate	23
10 ผลการฉีดตัวอย่างเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี 10 ครั้ง	24
11 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ phthalic acid poly ester	25
12 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ paraffin hydrocarbons	26
13 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ ethyl benzene	27
14 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ mixture ของ xylene	27
15 แสดงปริมาณของ aromatic hydrocarbons จากการฉีด 3 ครั้ง	29
16 ผลการฉีดตัวอย่างเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี 10 ครั้ง	35
17 แสดงปริมาณของ aromatic hydrocarbons จากการฉีด 3 ครั้ง	43

บทที่ 1. บทนำ

งานศึกษาทดลองเพื่อหาองค์ประกอบและสูตรทางเคมีของ 2 ตัวอย่างคือกาวเคลือบท่อพ่นยาการเกษตร(TY 492) และ น้ำยาทำความสะอาดเส้นลวด(degrease washing liquid SD-7)(TT 231)เป็นการศึกษาทดลองที่นำเอาวิธีแยกสารทั้งทางเคมีและฟิสิกส์และอื่นๆมาใช้ เพื่อทดสอบหาชนิดและปริมาณของสารเคมีที่เป็นองค์ประกอบโดยเฉพาะอย่างยิ่งนำเอาเทคนิคที่เรียกว่าแก๊สโครมาโทกราฟี(gas chromatography)มาใช้เพื่อหาชนิดขององค์ประกอบ และ การทำ internal standard เพื่อหาปริมาณ

การตรวจแยกองค์ประกอบและพิสูจน์โครงสร้างของสาร เป็นงานที่มีความยุ่งยาก สลับซับซ้อน แต่ละตัวอย่างมีความแตกต่างกันออกไป เนื่องจากองค์ประกอบแตกต่างกัน กรรมวิธีการตรวจสอบไม่เหมือนกัน ก่อนอื่นจะต้องทราบข้อมูลเบื้องต้น ว่าตัวอย่างนั้น ๆ ใช้ในอุตสาหกรรมประเภทใด เพื่อประโยชน์อะไร วัตถุประสงค์อย่างไร จึงวางแผนในการศึกษาทดลอง ซึ่งต้องใช้แก๊สโครมาโทกราฟี

แก๊สโครมาโทกราฟีเป็นเครื่องมือที่อาศัยเทคนิคการแยกสารที่ยุ่งยากสลับซับซ้อนผสมกันอยู่ในสารผสม (3)ใช้แยกของเหลวที่มีจุดเดือดใกล้เคียงกันมากๆจนไม่สามารถแยกกันได้ โดยการกลั่นธรรมดา เช่น เบนซีน(จุดเดือด 80.1 องศาเซลเซียส) และ ไชโคลเฮกเซน(จุดเดือด 80.8 องศาเซลเซียส)สามารถใช้แก๊สโครมาโทกราฟีแยกจากกันได้ หรือ สารที่มีโครงสร้างใกล้เคียงกันเช่น m-xylene และ o-xyleneก็สามารถแยกได้

โดยหลักการของเครื่องมือนี้ สารตัวอย่างที่เป็นของเหลวและสามารถระเหยเป็นไอได้ จะถูกฉีดเข้าไปในคอลัมน์ ผ่านทาง neoprene septum หรือ silicone rubber septumเป็นแผ่นยางบางๆซึ่งอยู่ด้านบนของ injector port ซึ่งมีหน้าที่ทำให้สารตัวอย่างระเหยกลายเป็นไอ หรือ แก๊ส สารตัวอย่างจะถูกผลักดันให้เคลื่อนที่โดยผ่านเข้าไปในคอลัมน์ด้วย แก๊สพา เช่น ฮีเลียม หรือ ไนโตรเจนซึ่งทำหน้าที่เป็นเฟสเคลื่อนที่ หลังจากตัวอย่างผ่านเฟสหนึ่งไปแล้ว ตัวถูกละลายจะแยกออกจากกันเป็นแต่ละตัว และ เมื่อผ่านคอลัมน์ออกไป จะกระทบกับเครื่องตรวจรับสัญญาณแล้ว บันทึกเป็นโครมาโตแกรมบนแผ่นกระดาษของ recorder ในทางปฏิบัติเรามักรักษาอุณหภูมิของ detector และinjector ให้สูงกว่าอุณหภูมิของคอลัมน์และจะต้องมีอุณหภูมิสูงกว่าจุดเดือดของสารประมาณ 20-50 องศาเซลเซียส แต่อุณหภูมิของคอลัมน์ไม่จำเป็นต้องสูงกว่าตัวถูกละลายทั้งหลาย แต่ต้องให้สูงพอสำหรับตัวถูกละลายแต่ละชนิดเพื่อให้เกิดความดันไอที่สูงพอเพื่อให้สารเคลื่อนที่ออกจากคอลัมน์ในช่วงเวลาที่เหมาะสม(5)

คอลัมน์ เป็นหัวใจในการแยกสาร เนื่องจากเป็นส่วนที่บรรจุเฟสหนึ่ง องค์ประกอบของเฟสหนึ่ง ถ้าเป็น คอลัมน์แก้ว หรือ คอลัมน์สแตนเลส ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางค่อนข้างใหญ่ มักจะใช้

liquid phaseเคลือบบน solid support แต่ถ้าเป็น แคปิลารี คอลัมน์ ก็จะใช้ liquid phaseเคลือบภายใน คอลัมน์ เฟสหนึ่งจะต้องมีคุณสมบัติดังนี้

1. มีการระเหยต่ำ จุดเดือดของเหลวควรจะมีค่า 200 องศาเซลเซียส สูงกว่าอุณหภูมิสูงสุดขณะทำงานของคอลัมน์

2. มีเสถียรภาพต่อความร้อน

3. มีความเฉื่อยต่อปฏิกิริยาเคมี

แคปิลารี คอลัมน์ ที่นิยมใช้คือ SPB 1 ภายในเคลือบด้วย poly (dimethylsiloxane) และใช้สำหรับแยกตัวทำละลายอินทรีย์ และใช้กับสารที่มีน้ำได้ แต่มีความไว และไม่ควรรู้แยกสารพวกกรดอินทรีย์ และ ด่าง แต่คงตัวได้ (stable) กับตัวอย่างที่มีกรดไฮโดรคลอริกอ่อนปนกับสารละลายที่ไม่ไร่น้ำ แต่จะไม่ถูกทำลายเมื่อใช้แยก กรด และ ด่างอินทรีย์ แคปิลารี คอลัมน์ ชนิดนี้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กมาก ตั้งแต่ 0.1-0.53 มิลลิเมตร ความยาวตั้งแต่ 15-100 เมตร ดังรูปที่ A1 (10)

อีกชนิดคือ แคปิลารี คอลัมน์ SPB 5 ภายในเคลือบด้วย poly (5%diphenyl-95%dimethylsiloxane) การเติมหมู่ฟีนิลลงไป 5% เป็นการปรับปรุงเพื่อให้ liquid phase มีความเสถียรต่อความร้อนมากขึ้นการแยกสารก็สัมพันธ์กับจุดเดือด คือจุดเดือดต่ำออกมาเร็ว จุดเดือดสูงออกมาช้า ใช้แยกได้ดีสำหรับสารพวก aromatic compounds ดังรูปที่ A2
การใช้ SPB 1 และ SPB 5 มักใช้แยกตัวทำละลายอินทรีย์ตั้งแต่จุดเดือดต่ำ จนถึงจุดเดือดสูง ดังรูปที่ A3,A4(11)

detector เป็นส่วนของเครื่อง แก๊สโครมาโทกราฟี มีหน้าที่คอยรับสัญญาณจากสารที่หลุดลอดออกมาจาก คอลัมน์ นอกเหนือจากแก๊สพา ปัจจุบันมีใช้กันอยู่มากกว่า 10 ชนิด ได้แก่

1. Thermal Conductivity Detector (TCD)
2. Flame Ionization Detector (FID)
3. Electron Capture Detector (ECD)
4. Nitrogen Phosphorus Detector (NPD)
5. Flame Photometric Detector (FPD)
6. Electrolytic Conductivity Detector (ECD)
7. Photo Ionization Detector (PID)
8. Mass Selective Detector (MSD)
9. Infrared Detector (IRD)
10. Atomic Emission Detector (AED)
11. Helium Ionization Detector (HID)

12. Ridox Chemiluminescence Detector (RCD)

13. Thematic Detector (TD)

การเลือก detector ก็สามารเลือกตามความเหมาะสมการใช้งาน ในที่นี้จะกล่าวถึง FID เนื่องจากเลือกใช้งานศึกษาทดลอง

FID เป็น detector ที่ต้องจุด flame ด้วย ไฮโดรเจน ด้วย heater ไฟฟ้า ซึ่งอยู่ใกล้กับ flame jet ส่วนอากาศที่ผ่านเข้าไป ทำหน้าที่ 2 อย่าง คือ ช่วยการเผาไหม้ของไฮโดรเจน และ ช่วยพาเอาแก๊สที่เผาไหม้แล้วออกไป แก๊สพาและสารตัวอย่างที่ออกมาจากคอลัมน์จะเข้าสู่เปลวไฟ เกิด ionization ได้ อิเล็กตรอน และ ไอออนบวก อิเล็กตรอน จะวิ่งไปยัง flame jet ไอออนบวกจะวิ่งไปยัง electrode สัญญาณจะส่งไปยัง อิเล็กโทรมิเตอร์ และบันทึกสัญญาณด้วย recorder FID ให้สภาพไวต่อสารอินทรีย์

การทำ Internal standard

เมื่อฉีดสารละลายตัวอย่างเข้าเครื่อง แก๊สโครมาโทกราฟี แล้วจะได้ พีคต่างๆของแต่ละสารออกมา มีค่า Retention time ต่างๆกัน เราเลือกเอาสารชนิดอื่นที่ไม่พบในตัวอย่าง มาเป็น internal standard สารดังกล่าวต้องให้ พีคใกล้เคียงกับสารตัวอย่าง และมีค่า Retention time ที่ไม่ซ้ำซ้อนกัน การหาปริมาณของสารตัวอย่างทำได้โดยการเปรียบเทียบพื้นที่ใต้ พีคของสารตัวอย่างกับ internal standard

สารที่เลือกใช้เป็น Internal Standard จะต้องมีคุณสมบัติดังนี้

1. เป็นสารที่ไม่เป็นองค์ประกอบ หรือ ไม่มีอยู่ในสารตัวอย่าง
2. เป็นสารที่แยกออกจากสารตัวอย่างได้อย่างสมบูรณ์
3. เป็นสารบริสุทธิ์
4. เป็นสารที่ไม่ทำปฏิกิริยากับสารต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบของตัวอย่าง
5. ต้องเติมในปริมาณใกล้เคียง กับความเข้มข้นของสารที่มีอยู่ในตัวอย่าง
6. ต้องเป็นสารที่เป็น linear relation ในช่วงความเข้มข้นที่ต้องการวิเคราะห์

การวิเคราะห์นี้ ใช้วิธีเติมสารมาตรฐานที่เป็นสารต่างชนิดกับสารตัวอย่างซึ่งเรียกว่า internal standard ที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนลงไปเพื่อใช้เปรียบเทียบ การเติมต้องคำนึงถึงความเข้มข้นและปริมาณที่เปลี่ยนแปลงไปด้วย เพราะจะต้องใช้ความสูงของ พีค หรือ พื้นที่ พีค ในการเปรียบเทียบกัน เทคนิคนี้ดีตรงที่ว่า สารต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบของสารตัวอย่างไม่จำเป็นที่จะถูกชะออกมาหมดทุกตัว เพียงแต่สารที่สนใจจะวิเคราะห์ และ internal standard ที่เติมลงไปถูกชะออกมาหมดก็พอแล้ว

Internal Standard Method ที่นิยมใช้มี 3 วิธี คือ

1. Classical method โดยชั่งสารมาตรฐานแล้วผสมกับสารตัวอย่างที่ทราบน้ำหนักแล้ว
2. Stock solution method ใช้กับวิธีที่เมื่อสารตัวอย่างนั้นทำการวิเคราะห์บ่อยๆ จึงเตรียมสารมาตรฐานไว้สำหรับใช้หลายครั้งเรียกว่า stock solution ซึ่งสามารถปิเปิดออกมาผสมกับสารตัวอย่างได้เลย หรือ อาจใช้เป็นสารละลายทำให้เจือจาง
3. Calitration plot method ใช้สารละลายมาตรฐานหลายๆ ความเข้มข้น แล้วนำไปวิเคราะห์หา corrected area โดยนำมาเขียนกราฟ หาความสัมพันธ์กับความเข้มข้น เพื่อใช้หาปริมาณของสารในตัวอย่างต่อไป

ในการศึกษาทดลองเพื่อแยกหาองค์ประกอบของสารหรือหาสูตร นอกจากเทคนิคของเครื่อง แก๊สโครมาโทกราฟี แล้ว ยังจำเป็นต้องใช้การทดสอบโดยวิธีเคมี รวมทั้งการใช้เครื่องอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ยังมีความจำเป็นอยู่มาก

1.1 ปัญหาและที่มาของการศึกษาทดลอง เนื่องจากกรมวิทยาศาสตร์บริการ โดยกลุ่มงานเคมีประยุกต์กองเคมีได้รับตัวอย่างจำนวน 2 ตัวอย่าง เพื่อตรวจสอบหาองค์ประกอบและหาสูตรดังนี้

1) กาวเคลือบท่อพ่นยาการเกษตร หมายเลขปฏิบัติการ TY 492 ส่งโดย บริษัท อาคี เต็กกรุ๊ป จำกัด โดยนายชูชาติ ประสงค์ศักดิ์ แขวงแสมดำ เขตบางขุนเทียน กทม

2) น้ำยาทำความสะอาดเส้นลวด(Degrease washing liquid SD-7)หมายเลขปฏิบัติการ TT 231 ส่งโดยด่านศุลกากรแหลมฉบัง อ.ศรีราชา จ.ชลบุรีส่งมาเพื่อตรวจสอบหาองค์ประกอบเพื่อจัดเข้าพิกัดอัตราศุลกากร

กาวเคลือบท่อพ่นยาการเกษตร ใช้ทาเคลือบไปผิวของพลาสติก เมื่อระเหยแห้งโพลิเมอร์จะติดแน่นและมีความยืดหยุ่นได้ ส่วนน้ำยาทำความสะอาดเส้นลวดใช้สำหรับชำระล้างสิ่งสกปรกที่เคลือบอยู่บนเส้นลวดโลหะก่อนทำการชุบ

1.2 วัตถุประสงค์

1.) เพื่อให้ได้ส่วนประกอบทั้งชนิดและปริมาณของกาวเคลือบท่อพ่นยาการเกษตร(TY 492)

2.) เพื่อให้ได้ส่วนประกอบทั้งชนิดและปริมาณของน้ำยาทำความสะอาดเส้น ลวด(Degrease washing liquid SD-7)(TT 231) ใช้เป็นข้อมูลในการจัดพิกัดอัตราภาษีศุลกากร

1.3 ขอบเขตของการศึกษาทดลอง เพื่อให้ได้มาซึ่งองค์ประกอบและสูตรของทั้งสองตัวอย่าง โดยใช้เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีและวิธีการทางเคมีและฟิสิกส์

1.4 ประโยชน์ที่จะได้รับ เป็นการเรียนรู้เทคนิคการวิเคราะห์ทดสอบ ผลิตภัณฑ์ และเป็นแนวทางสำหรับการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างอื่นต่อไป เป็นการนำเอาเครื่องมือที่เกี่ยวข้องมา ใช้งานให้เกิดประโยชน์สูงสุดต่อการศึกษาและพัฒนาทางเคมี เป็นการส่งเสริมอุตสาหกรรมภายในประเทศรวมทั้งการถ่ายทอดสูตรและเทคนิคการปฏิบัติและการจัดเก็บภาษีศุลกากร

1.5 ระยะเวลาของการศึกษาทดลอง 19 มิถุนายน 2541-19 มีนาคม 2542

บทที่ 2 วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการ

2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- เครื่อง แก๊สโครมาโทกราฟี ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (GC-FTIR) รุ่น IFS 80 ยี่ห้อ Bruker จากประเทศสวีเดน
- เครื่อง แก๊สโครมาโทกราฟี (gas chromatography) รุ่น 5880 ยี่ห้อ Hewlett Packard จากประเทศสหรัฐอเมริกา
- เครื่องอ่างไอน้ำ (water bath)
- ตู้อบ (oven)
- เครื่องชั่ง (balance)
- เตาเผา (muffle)
- บีกเกอร์ ขนาด 50, 100, 250 ml (beaker)
- อะลูมิเนียมฟอยล์ (aluminium foil)
- ครุฑิเบลพร้อมฝา (porcelain crucible)
- เครื่องกลั่น (distilling apparatus)
- หลอดทดลอง (test tube)
- แผ่นทินแลร์โครมาโทกราฟี
- ซิลิกาเจลหรืออะลูมินา
- เดซิเคเตอร์
- กระดาษวัดความเป็นกรด-ด่าง
- กระดาษกรอง



รูปที่ 56 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ฟลูออโรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์

2.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

-อะซิโตน(acetone)	ชนิด laboratory grade
-เอทิลอะซิเตต(ethyl acetate)	ชนิด laboratory grade
-เบนซีน(benzene)	ชนิด AR grade
-เมทานอล(methanol)	ชนิด AR grade
-เอทานอล(ethanol)	ชนิด laboratory grade
-เฮกเซน(hexane)	ชนิด AR grade
-ปิโตรเลียมอีเทอร์(petroleum ether)	ชนิด AR grade
-ไซโครเฮกซาโนน(cyclohexanone)	ชนิด AR grade
-เอทิล-เมทิลคีโตน(ethyl methy ketone)	ชนิด AR grade
-โทลูอีน(toluene)	ชนิด AR grade
-นอร์แมล-เฮปเทน(n-heptane)	ชนิด AR grade
-กรดฟอสฟอริก(phosphoric acid)	ชนิด AR grade
-ไดเอทานอลเอมีน(diethanolamine)	ชนิด AR grade
-โซเดียมไนโตรพรัสไซด์(sodium nitropruside)	ชนิด AR grade
-กรดไฮโดรคลอริก	ชนิด AR grade
-กรดไนตริก	ชนิด AR grade
-กรดซัลฟูริก	ชนิด AR grade
-กรดอะซิติก	ชนิด AR grade
-โซเดียมไฮดรอกไซด์	ชนิด AR grade

ตารางที่ 1 รายละเอียดของตัวอย่าง

หมายเลขปฏิบัติการ	ชื่อตัวอย่าง	ลักษณะตัวอย่าง
TY 492	กาวเคลือบท่อพ่นยาการ เกษตร	เป็นของเหลวข้นเหนียว สี เหลืองอ่อน มีกลิ่นตัวทำ ละลายอินทรีย์ บรรจุแกลลอน พลาสติก
TT231	น้ำยาทำความสะอาดเส้นลวด Degrease washing liquid SD-7	เป็นของเหลวใสไม่มีสี มีกลิ่น ตัวทำละลายอินทรีย์ บรรจุขวด แก้ว(ขวดนมโฆง)ฝาเกลียว โลหะ

ตารางที่ 1 รายละเอียดของตัวอย่าง

2.3 วิธีการ

2.3.1 ขั้นตอนการตรวจสอบ

- ศึกษาหาวิธีตรวจสอบ ศึกษารายละเอียดเฉพาะเรื่อง จากเอกสารอ้างอิง
- กำหนดขั้นตอนการวิเคราะห์ตรวจสอบ
- ผลการตรวจพินิจ และการทดสอบเบื้องต้นเพื่อศึกษาลักษณะตัวอย่าง เช่น ดูสี ดมกลิ่น การ
ละลาย ความเป็นกรด-ด่าง การติดไฟ(ignition test)
- ผลการทดสอบทางเคมีเช่น หาปริมาณสารไม่ระเหย ปริมาณแก้ว การกลั่น
- ผลการวิเคราะห์ทดสอบโดย ทินแลร์โครมาโทกราฟี (TLC) เพื่อหาความบริสุทธิ์ของตัวอย่าง
- ผลการวิเคราะห์โครงสร้างขององค์ประกอบหลักโดยใช้เครื่องมือพิเศษเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม
อินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์(FT-IR)
- การหาปริมาณของสารโดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (GC)

2.3.2 การตรวจพินิจเบื้องต้น

- สถานะทางกายภาพของตัวอย่างสังเกตดูว่าเป็นของเหลวขุ่นชั้นคัลยานม(emulsion)หรือโปร่งใส
เขย่าแล้วเกิดฟองหรือไม่ ซึ่งอาจจะบอกได้ว่าตัวอย่างเป็นสารเดี่ยว หรือ สารผสม

-กลั่น ตมกลั่นโดยนำตัวอย่างมาต้มห่างจากจุ่ม แล้วใช้มือโยกให้สารระเหยผ่านจุ่ม จากกลั่นที่ปรากฏ อาจบอกกลุ่มของสารได้ เช่น กลิ่นหอมของเอสเทอร์ กลิ่นตัวทำละลายอินทรีย์ กลิ่นกรด กลิ่นแอมโมเนีย กลิ่นฟีนอล กลิ่นเอมีน เป็นต้น

-การเผาไหม้ นำตัวอย่างประมาณ 0.1 กรัมใส่ฝาคูรูซิเบล นำไปใกล้เปลวไฟดูว่าติดไฟหรือไม่ ให้เปลวสีอะไร สังเกตดูเขม่ามีลักษณะเป็นอย่างไร อาจดำเล็กน้อย หรือ เขม่าเป็นสายๆ เมื่อเอาฝาคูรูซิเบลห่างจากเปลวไฟ ยังคงติดไฟ แสดงว่าสารนั้นติดไฟได้เอง ขณะติดไฟเกิดประทุหรือไม่ หรือไม่ติดไฟ จนกระทั่งเกิดสลายตัว จึงติดไฟ เมื่อไฟดับเหลือเถ้าหรือไม่ ลองหยดน้ำกลั่นลงบนเถ้าเพื่อทดสอบการละลายน้ำ ทดสอบความเป็นกรด-ด่างด้วยกระดาษ pH

-การทดสอบการละลาย นำเอาสารตัวอย่างประมาณ 20 มิลลิกรัมใส่ในหลอดทดลอง ลองละลายน้ำประมาณ 1 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันถ้าเกิดฟองและละลายได้ดี น่าจะมีสารกลุ่ม สารลดแรงตึงผิวทดสอบความเป็นกรดต่างด้วยกระดาษ pH แล้วทดสอบการละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ได้แก่ ปิโตรเลียมอีเทอร์ ไดคลอโรมีเทน อะซิโตน เอทิลอัลกอฮอล์ เพื่อหาความมีขี้

2.3.3 การวิเคราะห์ทดสอบทางเคมี

-หาสารที่ไม่ระเหย โดยชั่งตัวอย่างประมาณ 2-3 กรัมใส่ฟอรัชเลนเบซิน หรือ อลูมิเนียมฟอยล์ หรือ บีกเกอร์ ระเหยบนเครื่องอังไอน้ำจนแห้ง อบในตู้อบที่อุณหภูมิประมาณ 100 ± 5 องศาเซลเซียส หรือ 150 ± 5 องศาเซลเซียส จนน้ำหนักคงที่ ใส่เดซิเคเตอร์ ทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ชั่งน้ำหนัก คำนวณสารที่ไม่ระเหยเป็นร้อยละ = $\{(A-B) / W\} \times 100$

A = น้ำหนักตัวอย่าง + น้ำหนัก basin (ภาชนะ) หลังอบ

B = น้ำหนัก basin

W = น้ำหนักตัวอย่าง

2.3.4 การกลั่น(Distillation)

แบบที่ 1 ใช้ตัวอย่างประมาณ 30 กรัมใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตรใส่ใน heating mantle ต่อเข้ากับเครื่องควบแน่น อ่างจุดเดือดจากเทอร์โมมิเตอร์ที่เสียบไว้ เก็บส่วนที่กลั่นได้ทั้งหมด นำไปหาปริมาณของตัวทำละลายด้วยเครื่อง แก๊สโครมาโทกราฟี

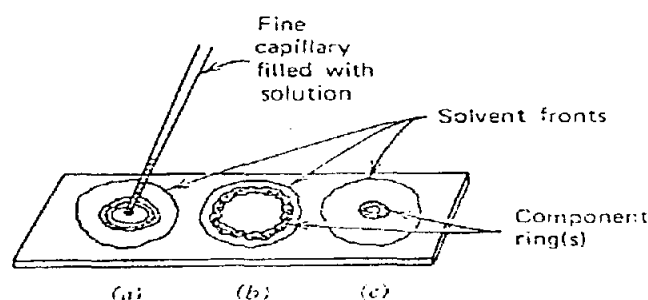
แบบที่ 2 กลั่นอีกครั้งโดยใช้ตัวอย่างประมาณ 20 กรัม เก็บส่วนที่กลั่นได้เป็นส่วนๆ ตามช่วง อุณหภูมิที่อ่านได้จากเทอร์โมมิเตอร์ ที่เสียบไว้ ส่วนต่างๆ(fraction)นำไปพิสูจน์โครงสร้างโดยใช้ เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์

2.3.5 การวิเคราะห์ทดสอบโดยวิธีทินแลร์โครมาโทกราฟี (TLC)(9)

เป็นเทคนิคซึ่งทำได้ง่ายและรวดเร็วโดยใช้ตัวดูดซับ หรือ เฟสนิ่ง เป็นชั้นบางๆของpowder เช่น ซิลิกา เจล หรือ อะลูมินา หรือ kieselguhr เป็นต้น powder มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางเล็กกว่า 0.08 มิลลิเมตร เคลือบบนแผ่นซึ่งทำด้วย พลาสติก หรือ อะลูมินา การแยกจะขึ้นอยู่กับคุณสมบัติของ สารได้แก่adsorption หรือ partition หรือ ทั้งสองอย่าง ส่วนเฟสเคลื่อนที่ ได้แก่ ตัวทำละลาย อินทรีย์ต่างๆ

วิธีการเลือกตัวทำละลาย

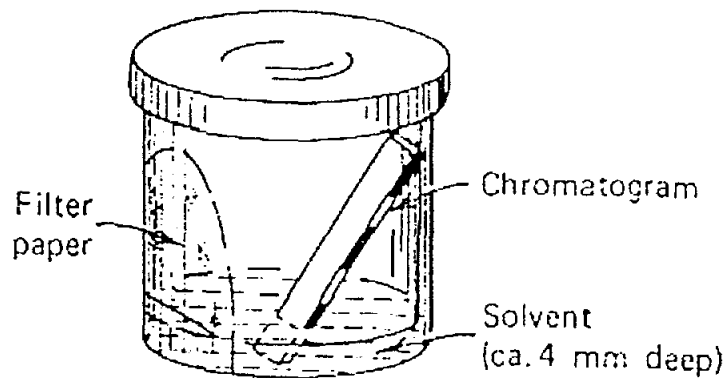
ทดลองโดยใช้ตัวอย่างประมาณ 1-10% ในตัวทำละลายที่มีความมีขั้ว ต่างๆกัน spot ด้วยหลอด แคนปิลาไรลงบน TLC plate ถ้าตัวทำละลายใดทำให้เกิดการเคลื่อนที่เป็นวงชั้นออกไป ตัวทำละลายนั้นจะดีที่สุดดังรูป



(a) ใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสม
(b) และ (c) ใช้ตัวทำละลายที่ไม่เหมาะสม

รูปที่ 57 การเลือกใช้ตัวทำละลายใน TLC

วิธีทำ เมื่อเลือกตัวทำละลายที่เหมาะสมได้แล้วนำมาทดสอบต่อดังนี้ spot ตัวอย่าง บน ซิลิกา เจล เคลือบบนแผ่นพลาสติกเหนือปลายข้างหนึ่งของแผ่น ประมาณ 0.5 เซนติเมตร นำไปใส่ใน development chamber ใส่กระดาษกรอง ไว้ข้างผนังของภาชนะ เพื่อช่วยให้เกิดการอิมมิดของตัวทำละลายในบรรยากาศ spot จะต้องอยู่เหนือตัวทำละลาย ปล่อยให้ ตัวทำละลายขึ้นไปตามแผ่น จนขอบบนตัวทำละลาย อยู่ต่ำกว่าปลายอีกด้านหนึ่งประมาณ 1 เซนติเมตร โดยทำเครื่องหมายไว้ทั้งจุดเริ่มต้น และ เมื่อถึงเส้นกำหนด เอาออกมาปล่อยให้แห้งหรือ เป่าด้วยลมร้อน แห้งแล้ว ส่องดู โดยการดูภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต หรือ ใส่ในภาชนะ ที่มีไอของไอโอดีน

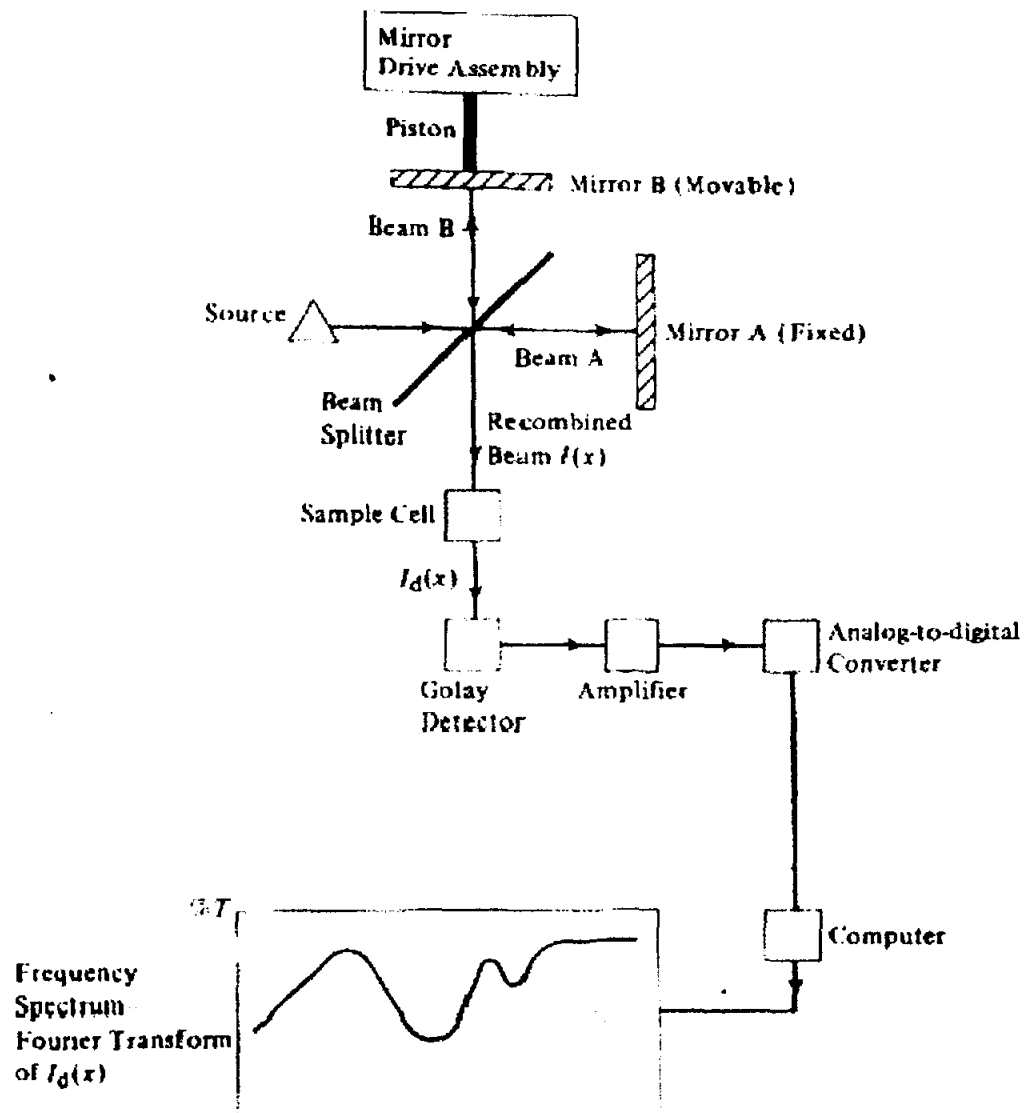


รูปที่ 58 ภาชนะที่ใช้จุ่มแผ่น TLC

2.3.6 การวิเคราะห์ทดสอบโครงสร้างโดย ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR)(6)

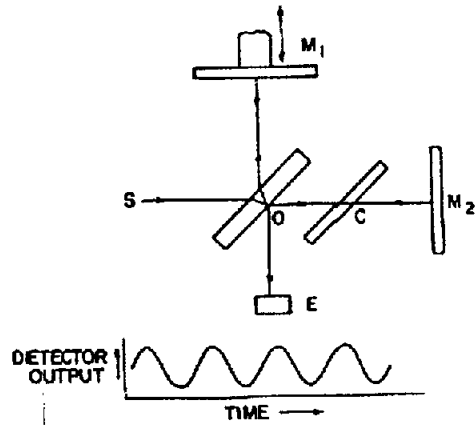
ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม เป็นการนำเอาหลักการของ Michelson interferometer มาประยุกต์ใช้ กล่าวคือ ลำแสงอินฟราเรดจากแหล่งกำเนิดแสงมีความยาวคลื่น λ_1 จะถูกแยกออกเป็นสองลำแสงด้วย beam splitter ลำแสง A จะเดินทางในระยะทางคงที่ ส่วนลำแสง B จะเดินทางในระยะทางที่เปลี่ยนแปลงได้ ซึ่งขึ้นอยู่กับตำแหน่งของกระจก B เมื่อลำแสง A และ B มารวมกันจะเกิดการแทรกสอด (Interference) ขึ้น ถ้าระยะทางที่ลำแสง A และ B เดินทางนั้นเท่ากัน จะเกิดการแทรกสอดที่เสริมกัน (Constructive interference) ทำให้สัญญาณที่วัดได้จาก ดีเทคเตอร์สูงสุด แต่ถ้ากระจก B เปลี่ยนตำแหน่งไป $\lambda/4$ ลำแสง B จะเดินทางคิดเป็นระยะทางเปลี่ยนไปเท่ากับ $\lambda/2$ ของระยะทางที่ลำแสง A เดินทาง ดังนั้นเมื่อลำแสง A และ B มารวมกัน จะเกิดการแทรกสอดที่หักล้างกัน สัญญาณที่วัดได้จะลดลง แต่ถ้ากระจก B เคลื่อนใกล้เข้ามาคิดเป็นระยะทาง $\lambda/4$ ลำแสง B จะเดินทางสั้นเข้าเป็นระยะทาง $\lambda/2$ เมื่อลำแสง A และ B รวมกันจะเกิดการแทรกสอดที่เสริมกันและได้สัญญาณสูงสุด ปกติกระจก B จะเคลื่อนที่ด้วยความเร็วคงที่สม่ำเสมอ ทำให้ได้สัญญาณสม่ำเสมอ ดังนั้นค่าความถี่ f ที่ได้จากดีเทคเตอร์ขึ้นอยู่กับอัตราเร็ว V ของกระจก B และ ความยาวคลื่นของแสงด้วย

ด้วยการกระทำเช่นนี้ Interferometer หรือ ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม จะผลิตสัญญาณที่เป็นปฏิภาคกับความถี่ของแสง ซึ่งดีเทคเตอร์สามารถวัดได้ แล้วสัญญาณนั้นจะถูกเปลี่ยนเป็น frequency-domain spectrum ด้วยคอมพิวเตอร์อย่างต่อเนื่อง ทำให้ได้สเปกตรัมออกมาตามปกติที่เครื่องบันทึก



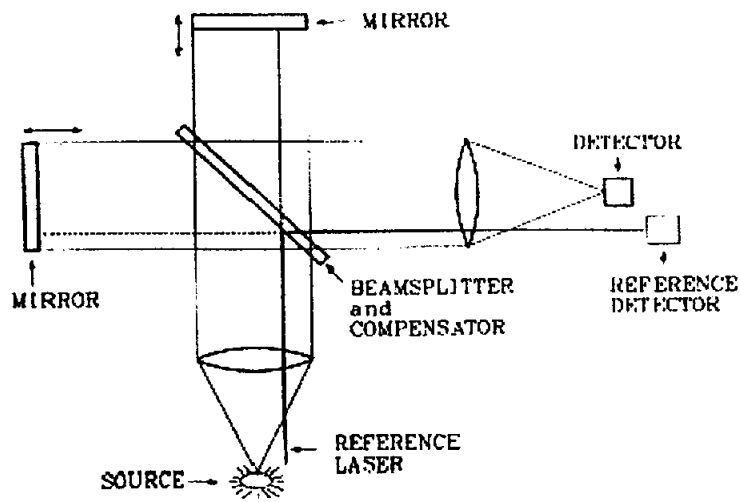
รูปที่ 59 แสดง interferometer และส่วนต่างๆที่เป็นอิเล็กทรอนิกส์

A. STRASHEIM



รูปที่ 60 Michelson interferometer

FOURIER TRANSFORM SPECTROMETER



รูปที่ 61 Michelson interferometer

ข้อดีของการใช้เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม ที่เห็นได้ชัดเจนก็คือช่วยให้การวิเคราะห์หรือการจัดสเปกตรัมของสารตัวอย่าง ทำได้เร็วกว่าเครื่องธรรมดาหลายเท่าเพราะการวัดด้วยเครื่องธรรมดาจะวัดแต่ละความถี่(sequentially) แต่ ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม วัดที่ความถี่ต่างๆ อย่างต่อเนื่อง(simultaneously)เรียกว่า Fellgett's advantage สามารถใช้ circular entrance aperture แทน entrance slitได้ ทำให้กำลังแสงสูงขึ้น เรียกว่า Jacquinot's advantage และยังช่วยให้การแยก (resolution) และ ความถูกต้องดีขึ้น เรียกว่า Conne's advantage ประการสุดท้าย ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม ยังช่วยทำให้การวิเคราะห์ง่ายและสะดวกขึ้น ด้วยการใช้คอมพิวเตอร์ควบคุมการทำงาน

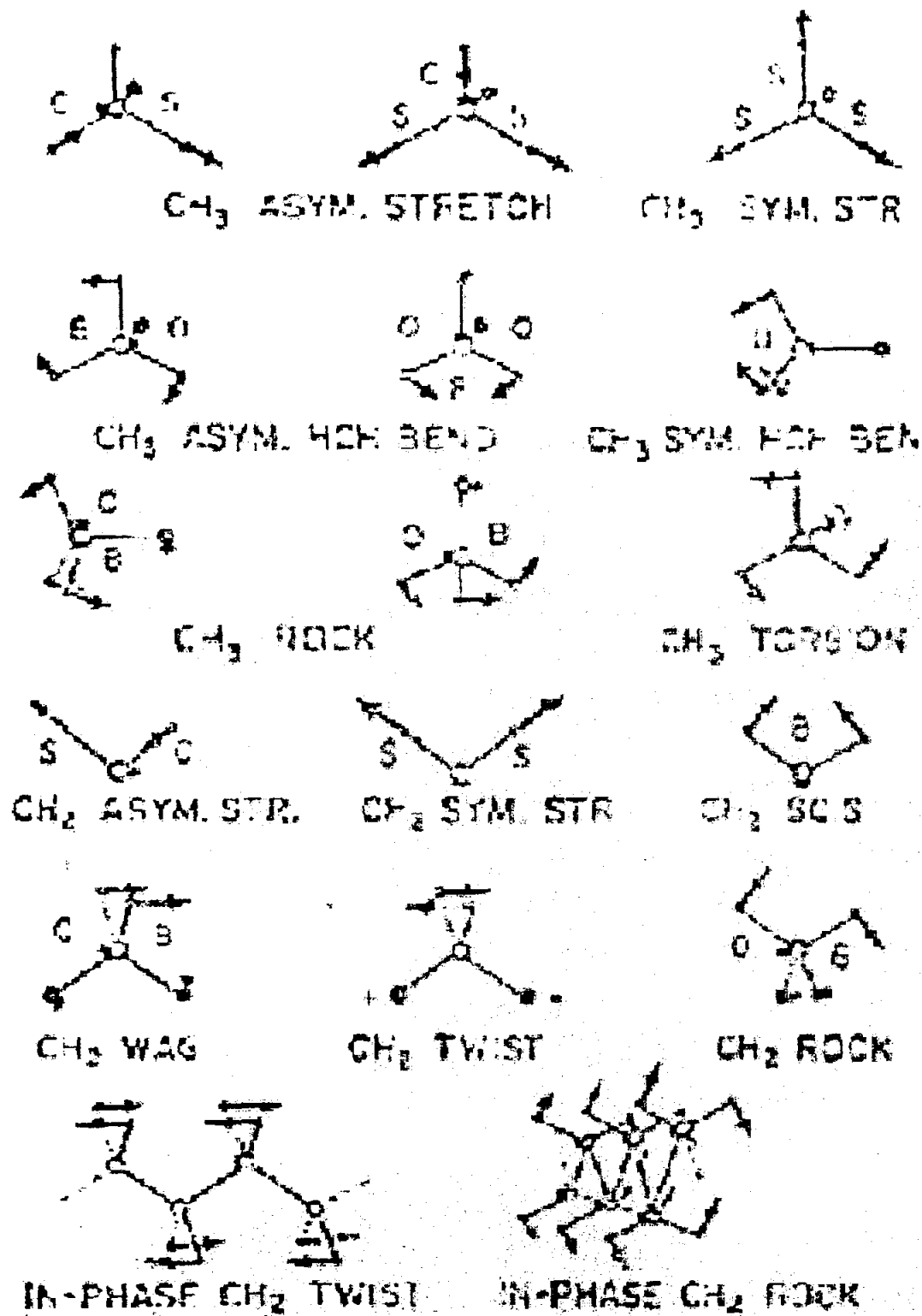
ข้อเสียที่สำคัญก็คือ ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม เป็นเครื่องที่มีราคาแพงและค่าบำรุงรักษาสูง เพราะต้องอยู่ในห้องควบคุมอุณหภูมิและความชื้นตลอดเวลา

ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาทางธรรมชาติทางเคมีของสาร โดยอาศัยรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่น 0.8-200 μm หรือ รังสีที่มีเลขคลื่น 12500-50 cm^{-1} แต่ที่ใช้ศึกษาตัวอย่างใช้ mid IR ซึ่งมีเลขคลื่นในช่วง 4000-400 cm^{-1}

หลักการ โมเลกุลของสารใดๆประกอบด้วยอะตอมมายึดเกาะจับกันเข้าด้วยสิ่งทีเรียกว่า พันธะเคมี อะตอมเหล่านี้ไม่ได้อยู่นิ่ง แต่จะมีการเคลื่อนไหว หรือ สั่นตลอดเวลา การสั่นแบบยืด หรือ งอของแต่ละพันธะนี้ จะมีค่าความถี่โดยเฉพาะ เมื่อโมเลกุลได้รับรังสี อินฟราเรด ที่มีความถี่ตรงกับ การสั่นของพันธะใด ก็จะถูกคลื่นรังสีที่มีความถี่นั้น การสั่นมีหลายแบบ ดูรูปที่ 62

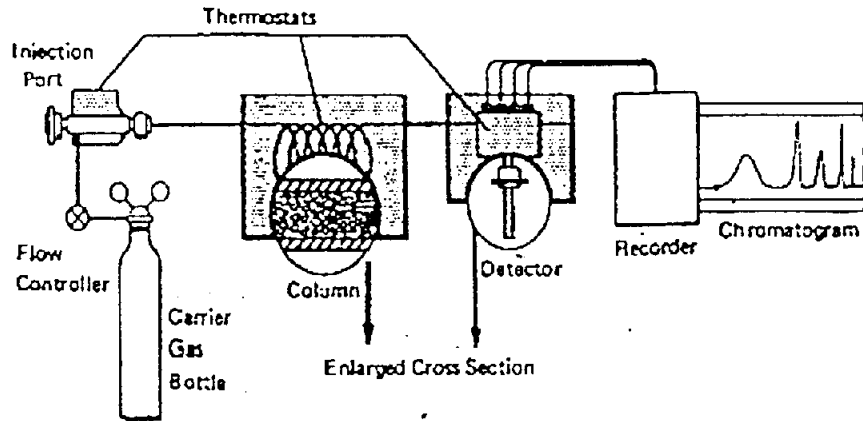
(1)

วิธีวิเคราะห์ สารตัวอย่างที่เป็นของเหลวที่กลั่นได้จะระเหยได้เร็ว จะใช้ เซลล์ ที่ทำด้วยโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) เป็นแผ่นกลมๆมาประกบกัน 2 ชั้น ให้ของเหลวอยู่ตรงกลางเกิดเป็นแผ่นฟิล์มบางๆ ระวังมิให้มีฟองอากาศเหลืออยู่ นำไป ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด ได้ทันที และ ส่วนที่เหลือจากการระเหย นำมาทาบบนชิ้น โซเดียมคลอไรด์ แล้วจึงนำไป ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด



รูปที่ 62 แสดงการสั่นของโมเลกุล

2.3.7 การวิเคราะห์ทดสอบโดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี (GC)



รูปที่ 63 แสดงส่วนประกอบของเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี

ส่วนประกอบของเครื่องมือ

1. ถังแก๊สพา (carrier gas cylinder) พร้อมทั้งตัวควบคุมความดัน (pressure regulator) ต้องเป็นก๊าซเฉื่อย (inert gas)
2. ส่วนที่ฉีดตัวอย่าง (injection port) ต้องตั้งอุณหภูมิสูงกว่าจุดเดือดของตัวอย่าง เพื่อว่าเมื่อฉีดตัวอย่างเข้าไปแล้วจะกลายเป็นไอได้ทันที
3. คอลัมน์ (คอลัมน์) เป็นส่วนสำคัญของเครื่อง เนื่องจากการแยกจะดีหรือไม่ ขึ้นกับชนิดของคอลัมน์ แบ่งเป็น 2 ชนิด คือ
 - 1) แก๊สลิควิดโครมาโตกราฟี (gas liquid chromatograph) คือ ใช้เฟสนิ่ง (stationary phase) เป็นของเหลว เคลือบอยู่บนของแข็ง เป็นส่วนรองรับ (solid support) ซึ่งเป็นของแข็งที่เฉื่อย ทนความร้อนได้ดี มีรูพรุนสม่ำเสมอ หรือ เคลือบอยู่บนผิวด้านในท่อซิลิกาขนาดเล็ก (fuse silica capillary tube)
 - 2) แก๊สโซลิดโครมาโตกราฟี (gas solid chromatography) คือ ใช้เฟสนิ่ง เป็นของแข็ง อาจเป็นซิลิกา อะลูมินา หรือ สารโพลีเมอร์ ได้แก่ เอทิลไวนิลเบนซิลคลอสลิงกับไดไวนิลเบนซิน (ethylvinylbenzene cross linked with divinylbenzene) วิธีนี้ใช้ในการหาปริมาณน้ำ และ แก๊สชนิดต่างๆ

วิธีทำ นำเอาส่วนที่กลั่นได้มาฉีดเข้าเครื่องโดยใช้ปริมาณ 1 ไมโครลิตร ส่วนการกำหนดสภาวะ (conditions) ในการควบคุมเครื่องดูรายละเอียดในผลการทดลอง

บทที่ 3 ผลการศึกษาทดลอง

3.1 กาวเคลือบท่อพ่นยาการเกษตร (TY 492)

- 3.1.1 ลักษณะตัวอย่างที่เป็นของเหลวข้นเหนียวสีเหลืองอ่อน มีกลิ่นตัวทำละลาย บรรจุกวกลอนขนาด 1 ลิตร
- 3.1.2 การละลาย ละลายได้ใน อะซิโตน, ไดคลอโรมีเทน, เอทิลอะซิเตต, โทลูอีน, เบนซีน ละลายได้บ้างใน เมทานอล, เอทานอล ไม่ละลายใน เฮกเซน, ปีโตรเลียมอีเทอร์, ไซโคลเฮกซานอน ไม่ละลายใน น้ำ, สารละลาย 6 นอแมลของกรดไฮโดรคลอริก, กรดไนตริก, กรดซัลฟูริก, กรดอะซิติก, โซเดียมไฮดรอกไซด์
- 3.1.3 ทดสอบการติดไฟ ตัวอย่าง ใส่ฝา ครุซิบิล, เผาในเปลวไฟ, ติดไฟได้, พองตัว, มีเขม่าสีดำ, ไม่ปะทุ, เหลือตะกอนสีดำ, เข้าเตาเผาอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส, เป็นเวลา 2 ชั่วโมง, ไม่พบ ฝ้า
- 3.1.4 สารที่ไม่ระเหย เอาตัวอย่างป้ายบน อะลูมิเนียมฟอยล์, อบที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ในตู้อบ, เป็นเวลา 5 ชั่วโมง, พบว่ามีสารที่ไม่ระเหย ร้อยละ 21.2 มีลักษณะเป็นกาวแห้งเหนียวติดแผ่น อะลูมิเนียมฟอยล์ แน่นชุดไม่ออก ดังนั้น สารที่ระเหยได้ คิดเป็น ร้อยละ 78.8
- 3.1.5 กลั่นแยกส่วนตามจุดเดือด นำเอาตัวอย่างมากลั่นที่ความดันปกติ พบว่ามี 4 ช่วงอุณหภูมิ ในช่วง 60-86 องศาเซลเซียส

60-70 องศาเซลเซียส

72-77 องศาเซลเซียส

77-82 องศาเซลเซียส

82-86 องศาเซลเซียส

} มีลักษณะเป็นของเหลวใสไม่มีสี

3.1.6 นำเอาที่กลั่นได้แต่ละช่วงมา ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด

1. 60-70 องศาเซลเซียส (สเปกตรัมรูปที่ 1)

เลขคลื่น(cm^{-1})	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
2980 medium band	CH stretching	ใน alkyl group
1714 strong band	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{C} \end{array}$ stretching	carbonyl group
1496 medium band	CH_3 bending	alkyl

ตารางที่ 2 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของอะซิโตน

พบว่าเป็น อะซิโตน ดังรูปที่ 2 (Ald 405 A) 3 (library search)

2. 72-77 องศาเซลเซียส (สเปกตรัมรูปที่ 4)

เลขคลื่น(ซม ⁻¹)	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
2980 medium band	CH stretching	ใน alkyl group
1496 weak band	CH ₂ bending	ใน alkyl group
1417 strong band	CH ₃ bending	ใน methyl group
1715 strong band	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{-C-} \end{array}$ stretching	carbonyl group

ตารางที่ 3 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของเอทิลเมทิลคีโตน

พบว่าเป็น เอทิลเมทิลคีโตน ดังรูปที่ 5 (Ald 405 B) 6 (library search)

3. 77-82 องศาเซลเซียส (สเปกตรัมรูปที่ 7)

เลขคลื่น(ซม ⁻¹)	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
2979 strong band	CH stretching	ใน alkyl group
1716 strong band	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{-C-} \end{array}$ stretching	carbonyl group
3026 weak band	CH stretching	olefin

ตารางที่ 4 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ unknown

พบว่าเป็น unknown



4. 82-86 องศาเซลเซียส (สเปกตรัมรูปที่ 8)

เลขคลื่น(ซม ⁻¹)	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
2120 medium band	CH stretching	aromatic substitute
732 medium band	CH ₂ stretching	In aromatic
696 medium band	CH bending	monosubstitute

ตารางที่ 5 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของโทลูอิน

พบว่าเป็น โทลูอิน (library search)



- 3.1.7 นำเอาส่วนที่เหลือจากการกลั่นแยกส่วนตามข้อ 3.1.5 มาอบใน ตู้อบอุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง, ชั่งน้ำหนัก, พบว่ามี ส่วนที่เหลือ เป็นคราบติดกันบีกเกอร์ ร้อยละ 21.1 ซึ่งใกล้เคียงกับค่าสารที่ไม่ระเหย ตามข้อ 3.1.4 (ร้อยละ 21.2)
- 3.1.8 นำเอา ส่วนที่เหลือ ที่ได้จากข้อ 3.1.5 มาหยด อะซิโตน, ชูต ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 9)

เลขคลื่น(cm^{-1})	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
3344 medium band	NH stretching	ใน amine group
2945 strong band	CH stretching	ใน alkyl group
1732 strong band	 -C- stretching	carbonyl group
1463 medium band	CH ₂ bending	ใน alkyl group
1177 medium band	 -C- O stretching	ใน ester

ตารางที่ 6 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัม poly (ester urethane)

พบว่าเป็น poly (ester urethane) (ดังรูปที่ 10 (HU 1333 – 1335) 11 (library search)

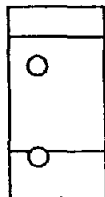
- 3.1.9 นำเอา ส่วนที่เหลือ จากข้อ 3.1.5 มาเติม เอทานอล, รีฟลักซ์ 6 ชั่วโมง, ได้สารละลายขาวขุ่น, กรองด้วยกระดาษกรอง No.42 , ได้สารละลายใส, ใส่น้ำบีกเกอร์, ระเหยแห้งบนหม้ออังไอน้ำ, อบอุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง, เหลือคล้ายน้ำมันสีเหลือง ร้อยละ 0.39 ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 12)

เลขคลื่น(cm^{-1})	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
3344 medium band	NH stretching	ใน amine group
2945 strong band	CH stretching	ใน alkyl group
1732 strong band	 -C- stretching	carbonyl group
1463 medium band	CH ₂ bending	ใน alkyl group
1177 medium band	 -C- O stretching	ใน ester

ตารางที่ 7 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ poly (ester urethane)


พบว่าเป็นคล้าย poly (ester urethane) ดังรูปที่ 13 (library search)

- 3.1.10 นำเอาสารไม่ระเหยคล้ายน้ำมันสีเหลือง จากข้อ 3.1.9 มาทำ ทินแตรโครมาโทกราฟี การละลายใช้ เอทานอล เฟสเคลื่อนที่ ใช้เอทานอล ซิลิกาเจลเคลือบบนแผ่นพลาสติก สองคู่ด้วยอัลตราไวโอเล็ต พบ 2 spot, ที่จุดเริ่มต้น กับ R_f 0.8



รูปที่ 64 แสดงทินแตรโครมาโทกราฟี


- 3.1.11 นำเอาสารไม่ระเหยน้ำมันสีเหลืองจากข้อ 3.1.9 มาสกัดโดยการคนละลายในบีกเกอร์ ด้วย เฮกเซน, ปรากฏว่าละลายได้บางส่วน ได้สารละลาย สีเหลือง, ระเหยแห้ง ได้ ตะกอนกึ่งของแข็ง สีเหลืองร้อยละ 0.2 ตรวจสอบด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 14)

เลขคลื่น(cm^{-1})	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
2953 strong band	CH stretching	ใน alkyl group
1781 strong band	 -C- stretching	carbonyl group
1600 weak band	CH stretching	aromatic substitute
1579 weak band	CH stretching	aromatic substitute
1460 strong band	CH bending	aromatic

ตารางที่ 8 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ phthalic acid poly ester

พบว่าเป็น phthalic acid poly ester (ดังรูปที่ 15 (HU 5036) ;

- 3.1.12 การเผาให้ระเหยกลายเป็นไอ เอาตัวอย่างใส่ หลอดทดลอง, จุ่มหม้ออังไอน้ำจน ตัวทำละลาย ระเหยหมด, เผาไฟอ่อนๆที่ หลอดทดลอง, เอาอีกหลอดทดลองหนึ่งมาอังรับ, ได้ สารละลายใสไม่มีสี ปริมาณเล็กน้อย ตรวจสอบด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 16)

เลขคลื่น(ซม ⁻¹)	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
2956 strong band	CH stretching	ใน alkyl group
2272 strong band	CNO stretching	ใน isocyanate group
1732 strong band	 -C stretching	carbonyl group
1667 strong band	CN stretching	ใน isocyanate group

ตารางที่ 9 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ isocyanate

พบว่าเป็น isocyanate ปนกับ ester ดังรูปที่ 17 (HU 2202)

3.1.13 ซีด แก๊สโครมาโทกราฟีทำ ISTD

ซึ่งตัวอย่างประมาณ 40 กรัม, กลั่นครั้งเดียวตลอด 76-102 องศาเซลเซียส เก็บส่วนที่
กลั่นได้ ไร่ซิดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

condition ของ แก๊สโครมาโทกราฟี,

detector temp 150 องศาเซลเซียส,

injector temp 150 องศาเซลเซียส,

column initial temp 50 องศาเซลเซียส, 1 นาที,

programe rate 5 องศาเซลเซียสต่อนาที,

final temp 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที

flow carrier gas ฮีเลียม 10 มิลลิลิตรต่อนาที,

column SPB 5

ปรากฏว่ามี 3 พีค, เมื่อเติม ตัวทำละลาย อะซิโตน, เอทิลเมทิลคีโตน และ โทลูอิน ผสมลง
ใน ส่วนที่กลั่นได้, ซีดแก๊สโครมาโทกราฟี, ผลปรากฏว่ามี 3 พีค เท่าเดิมแสดงว่า ตัวทำ
ละลาย ที่กลั่นได้เป็น อะซิโตน, เอทิลเมทิลคีโตน และ โทลูอิน ดังรูปที่ 20,21,22,23

ทำ ISTD โดยใช้ เอน-เฮปเทน, ซิดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี, ได้ 4 พีค, แยกกันชัดเจน
ซิด สารมาตรฐาน, ทำการ calibrate แล้วซิดตัวอย่าง 10 ครั้ง ปรากฏผลต่อไปนี้ ดังรูปที่

24,25,26

ฉีดครั้งที่	อะซิโตน	เอทิลเมทิลคีโตน	โทลูอิน	รวม
1	27.5	34.0	36.5	98.0
2	27.3 *	33.8 *	36.7	97.8
3	28.5	34.2	35.9	98.6
4	27.9	34.1	36.9	98.9
5	28.4	34.2	36.4	99.0
6	27.6	34.0	34.0 *	95.6
7	27.8	33.9	36.9	98.6
8	27.6	34.1	37.3	99.0
9	27.6	34.3	37.3	99.2
10	28.4	34.4	36.0	98.8
เฉลี่ย	27.92	34.13	36.65	98.70
คำนวณเป็น 100ร้อยละ	28.29	34.58	37.13	100
สารที่ระเหย ได้ (ร้อยละ 78.8)	$28.29 \times 78.8 / 100$ 0 22.29	$34.58 \times 78.8 / 100$ 0 27.25	$37.13 \times 78.8 / 100$ 0 29.26	78.8

ตารางที่ 10 ผลการฉีดตัวอย่างเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี 10 ครั้ง

- 3.1.14 เอาส่วนที่เหลือจากการกลั่นข้อ 3.1.13 มารีฟลักซ์ ด้วย เฮกเซน เป็นเวลา 8 ชั่วโมง รินใส่ บีกเกอร์ ระเหยแห้งบนหม้ออังไอน้ำ, อบในตู้อบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง, ชั่งน้ำหนัก, ได้ส่วนที่สกัดได้ด้วย เฮกเซน เป็นน้ำมันสีเหลือง ร้อยละ 0.1 ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 18)

เลขคลื่น(ซม ⁻¹)	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
2952 strong band	CH stretching	ใน alkyl group
1731 strong band	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{C} \end{array}$ stretching	carbonyl group
1462 medium band	CH ₂ bending	aromatic substitute
1359 medium band	CH ₃ bending	aromatic substitute
1262 medium band	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{C} \end{array}$ bending	
1162 medium band	-C-O bending	aromatic

ตารางที่ 11 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ phthalic acid polyester

พบว่าเป็น phthalic acid polyester ดังรูปที่ 19 (HU 5037 – 5038)

3.1.15 จากข้อ 3.1.4 พบ สารที่ไม่ระเหย ร้อยละ 21.2 จากข้อ 3.1.14 เป็น phthalic acid poly ester ร้อยละ 0.1 ดังนั้นเป็น poly (ester urethane) ตามข้อ 3.1.8 เป็น 21.2-0.1 = ร้อยละ 21.1

สรุป กาวเคลือบท่อพ่นยาการเกษตร ประกอบด้วย

อะซิโตน	ร้อยละ	22.3
เอทิล เมทิล คีโตน	ร้อยละ	27.2
โทลูอีน	ร้อยละ	29.3
poly (ester urethane)	ร้อยละ	21.1
Phthalic acid poly ester	ร้อยละ	0.1

3.2 น้ำยาทำความสะอาดเส้นลวด (degrease washing liquid SD-7) (TT 231)

- 3.2.1 ทดสอบการละลาย โดยนำเอาตัวอย่างเติมน้ำ พบว่าไม่ละลายและแยกเป็น 2 ชั้น
- 3.2.2 ทดสอบการเผา โดยนำเอาตัวอย่างใส่ ครุชีเบิล, เผาในเปลวไฟ, ติดไฟ, เขม่าดำ, เปลวสีเหลือง, เอาออกจากเปลวไฟยังคงติดไฟอยู่นาน, หมดเปลวไฟ, เหลือเขม่าสีดำและถ่านสีดำ, เผาในเปลวไฟ ต่อ, ยังคงเป็นสีดำ, เข้าเตาเผาอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง, ไม่เหลือเถ้า, เติมน้ำ, วัดความเป็นกรด-ด่าง ได้เท่ากับ 6
- 3.2.3 การกลั่น นำเอาตัวอย่างมากลั่นที่ความดันปกติ ให้ส่วนที่กลั่นได้เป็นของเหลวใสไม่มีสี มีช่วงจุดเดือด 135-195 องศาเซลเซียส เหลือเป็นของเหลวเล็กน้อย ส่วนที่กลั่นได้แบ่งเป็น 2 ช่วง คือ 135-150 และ 150-195 องศาเซลเซียส
- 3.2.4 นำเอา 5 มล ของเหลวที่เหลือจากข้อ 3.2.3 มา ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 32)

เลขคลื่น(cm^{-1})	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
2954 strong band	CH stretching	ใน alkyl group
1468 medium band	CH_3 bending	ใน alkyl group
1393 medium band	CH_2 bending	ใน longchain alkyl group

ตารางที่ 12 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ paraffin hydrocarbons

พบว่าเป็น paraffin hydrocarbons จากการ Library search

3.2.5 นำ ส่วนที่กลั่นได้ ที่มีช่วงจุดเดือด 135-150 องศาเซลเซียส จากข้อ 3.2.3 มา ตรวจวัดด้วย เครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 33)

เลขคลื่น(cm^{-1})	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
3063 weak band	C=C-H stretching	aromatic group
2962 strong band	CH stretching	ใน alkyl group
1454 medium band	CH stretching	aromatic substitute
692 medium band	CH stretching	aromatic substitute

ตารางที่ 13 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ ethyl benzene

พบว่าเป็น ethyl benzene ดังรูปที่ 34 (Ald 849 c) 35 (library search)

3.2.6 นำ ส่วนที่กลั่นได้ ที่มีช่วงจุดเดือด 150-195 องศาเซลเซียส จากข้อ 3.2.3 มา ตรวจวัด ด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 36)

เลขคลื่น(cm^{-1})	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
3064 weak band	C=C-H stretching	unsaturation
2954 strong band	CH stretching	ใน methyl group
1466 medium band	CH stretching	benzene substitute
697 medium band	CH bending	benzene substitute

ตารางที่ 14 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ ส่วนผสมของ Xylene

พบว่าเป็น m -Xylene ดังรูปที่ 37 (Ald 857 c) 38 (library search)

- 3.2.7 นำ ของเหลวที่เหลือ จากข้อ 3.2.3 มาเผากับ กรดฟอสฟอริก และ ทดสอบกับ ไดเอทานอลเอมีน / ไฮเดียมไนโตรพริสไซด์ (ไม่เกิดสีส้มหรือสีน้ำเงิน) แสดงว่าไม่มีส่วนประกอบของ PO-adduct และ EO-adduct
- 3.2.8 นำเอาส่วนที่กลั่นได้ ที่ได้จากข้อ 3.2.3 มาฉีด แก๊สโครมาโทกราฟี และ แก๊สโครมาโทกราฟี-ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทมิเตอร์ โดยมี Condition ดังนี้
- column SPB 1
- detector 220 องศาเซลเซียส
- injector 220 องศาเซลเซียส
- He flow 3 มิลลิลิตรต่อนาที
- split ratio 46
- oven temp 50 องศาเซลเซียส 10 นาที
- program rate 7 องศาเซลเซียสต่อนาที
- final value 150 องศาเซลเซียส 10 นาที
- โดยเปรียบเทียบกับ สารละลายมาตรฐาน aromatic hydrocarbons และใช้ library search ของ แก๊สโครมาโทกราฟี-ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทมิเตอร์ พบว่ามี 5 องค์ประกอบ ดังนี้
- พีค ที่ 1 เป็น ethyl benzene ดังรูปที่ 40,41
 - พีค ที่ 2 เป็น m-xylene และ p-xylene ดังรูปที่ 42,43
 - พีค ที่ 3 เป็น o-xylene ดังรูปที่ 44,45
 - พีค ที่ 4 เป็น 2,2,4,6,6-pentamethyl heptane ดังรูปที่ 46,47
 - พีค ที่ 5 เป็น branched- chain alkanes ดังรูปที่ 48,49

การหาปริมาณ aromatic hydrocarbon โดยใช้ สารมาตรฐานของ ethyl benzene, m-xylene, o-xylene และ โทลูอีน เป็น ISTD เฮกเซน เป็น ตัวทำละลาย ได้ ปริมาณต่อไปนี้ ดังรูปที่ 51,52,53,54,55

ฉีดครั้งที่	ethyl benzene ร้อย ละ	m-xylene ร้อยละ	o-xylene ร้อยละ
1	34.75	24.62	9.89
2	34.73	24.61	9.91
3	34.19	24.51	11.36
เฉลี่ย	ประมาณ 35	ประมาณ 25	ประมาณ 10

รวม 70

ตารางที่ 15 แสดงปริมาณของ aromatic hydrocarbons จากการฉีด 3 ครั้ง

สรุป น้ำยาทำความสะอาดเดินหลอด

ประกอบด้วย alkylbenzene ประมาณร้อยละ 70 และ branched aliphatic hydrocarbons ซึ่งมีช่วงจุดเดือด 135-195 องศาเซลเซียส ประมาณร้อยละ 30

บทที่ 4 วิจารณ์ผลการศึกษาทดลอง

4.1 กาวเคลือบท่อพ่นยาการเกษตร(TY 492)

- 4.1.1 ลักษณะตัวอย่างเป็นของเหลวข้นเหนียว สีเหลืองอ่อน มีกลิ่นตัวทำละลายอินทรีย์ ดังนั้นตัวอย่างนี้จำเป็นต้องหาชนิดและปริมาณของตัวทำละลายอินทรีย์ และคาดเดาว่าน่าจะมีการกลั่นแยกส่วนตามช่วงของจุดเดือด ของสารแต่ละตัว และคงต้องใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ในการวินิจฉัยทั้งชนิดและปริมาณ และสารสำคัญที่ละลายได้ดีในตัวทำละลายอินทรีย์น่าจะเป็นกลุ่มโพลีเมอร์ที่สามารถเคลือบบนท่อพ่นยาแล้ว เมื่อตัวทำละลายอินทรีย์ระเหยแห้งไป สารโพลีเมอร์ยังคงเคลือบแห้งติดแน่น และมีความยืดหยุ่นได้ เมื่อคาดเดาว่าน่าจะมีโพลีเมอร์ก็ควรมีสารพวก plastisizer ด้วย จึงได้วางแผนทางการศึกษาทดลอง ดังนี้
- 4.1.2 ทดสอบการละลายปรากฏว่าตัวอย่างละลายได้ดีใน อะซิโตน ไคคลอโรมีเทน เอทิลอะซิเตต โทลูอีน เบนซีน และ ละลายได้บ้างใน เมทานอล เอทานอล ไม่ละลายใน เฮกเซน ปีโตรเลียมอีเทอร์ ไฮโดรเฮกซาโนน และ ไม่ละลายในน้ำ สารละลาย 6 นอแมลของกรดไฮโดรคลอริก กรดไนตริก กรดซัลฟูริก กรดอะซิติก และ โซเดียมไฮดรอกไซด์ แสดงว่ามีสารโพลีเมอร์ที่ละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ และอาจมีสารที่มีขั้วสูงพอควรจึงละลายในเมทานอลและเอทานอล
- 4.1.3 ทดสอบการติดไฟ นำเอาตัวอย่างเริ่มต้นจำนวนเล็กน้อยใส่ฝาครุฑเปิด เผลเปลวไฟ ปรากฏว่าติดไฟได้ พองตัว แสดงว่าน่าจะมีโพลีเมอร์ มีเขม่าสีดำ แสดงว่ามี aromatic hydrocarbon เมื่อเผาในเตาเผาอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ไม่พบเถ้า แสดงว่าไม่มีสารกลุ่มอินทรีย์
- 4.1.4 หาสารที่ไม่ระเหย การหาสารที่ไม่ระเหย ของสารกลุ่มโพลีเมอร์ควรใช้วิธีป้ายบนอะลูมิเนียมฟอยล์ แทนการป้ายในบีกเกอร์ เนื่องจากเมื่อแห้งแล้วจะติดแน่นไม่สามารถขูดออกจากบีกเกอร์ได้ และ เรายังจำเป็นต้องนำเอาส่วนนี้ไปทำการทดลองในขั้นต่อไป หลังจากชั่งน้ำหนักทั้งของอะลูมิเนียมฟอยล์ และ น้ำหนักตัวอย่างแล้ว เข้าเตาอบ(Oven)ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง พบว่ามีสารที่ไม่ระเหยร้อยละ 21.2 มีลักษณะเป็นกาวแห้งเหนียวติดแน่นอะลูมิเนียมฟอยล์ขูดไม่ออก ดังนั้น สารที่ระเหยได้ จึงเป็นร้อยละ 78.8 การเลือกใช้อุณหภูมิของเตาอบโดยทั่วไปจะใช้ที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส แต่บางกรณีที่เป็นตัวอย่างบางประเภทที่อาจจะแห้งยาก หรืออาจมี

สารตัวทำละลายที่มีอุณหภูมิค่อนข้างสูง จำเป็นต้องเลือกใช้ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส

- 4.1.5 นำเอาตัวอย่างปริมาณมากพอสมควร ซึ่งน้ำหนัก มากล้นแยกส่วนที่ความดันปกติ พบว่าตัวอย่างกลั่นออกมาได้ในช่วงอุณหภูมิ 60-86 องศาเซลเซียสพบว่ามี 4 ช่วง ดังนี้
- 1.60-70 องศาเซลเซียส
 - 2.72-77 องศาเซลเซียส
 - 3.77-82 องศาเซลเซียส
 - 4.82-86 องศาเซลเซียส
- ทุกช่วงอุณหภูมิมีลักษณะเป็นของเหลวใสไม่มีสี
- 4.1.6 นำเอาแต่ละช่วงในข้อ 4.1.5 มา ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่า 60-70 องศาเซลเซียส เป็นสเปกตรัม ของ อะซิโตน (Acetone) (100) และจากการ library search พบว่าเป็น อะซิโตน เหมือนกัน 72-77 องศาเซลเซียส เป็นสเปกตรัม ของ เมทิล เอทิล คีโตน (Ald 405 B) (100) และจากการ library search พบว่าเป็น เมทิล เอทิล คีโตน เหมือนกัน (100) 77-82 องศาเซลเซียส เป็นสเปกตรัม ของunknown(100) 82-86 องศาเซลเซียส เป็นสเปกตรัม ของโทลูอิน จากการ library search (100)
- 4.1.7 นำเอาส่วนที่เหลือจากการกลั่นแยกส่วนตามข้อ 4.1.5 มาเข้าตู้อบ ที่ 105 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนักพบว่ามีส่วนที่ไม่ระเหยร้อยละ 21.1 ซึ่งใกล้เคียงกับค่า สารที่ไม่ระเหย ตามข้อ 4.1.4 (21.2ร้อยละ)
- 4.1.8 จากการนำเอาส่วนที่เหลือจากข้อ 4.1.5 มาหยดอะซิโตน ชูดตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็นpoly (ester urethane) (100) และจากการ library search พบว่าเป็น poly (ester urethane) (100)
- 4.1.9 นำเอาส่วนที่เหลือ จากข้อ 4.1.5 มาเติมเอทานอล, รัฟลักซ์ 6 ชั่วโมง ได้สารละลายใส รินใส่ปีกเกอร์ระเหยแห้งบนหม้ออังไอน้ำ อบที่ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงเหลือส่วนที่เหลือ คล้ายน้ำมันสีเหลือง ร้อยละ0.39 ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าคล้าย poly (ester urethane) จากการ library search พบว่าคล้าย poly (ester urethane) (100)
- 4.1.10 เอาส่วนที่เหลือ คล้ายน้ำมันสีเหลืองจากข้อ 4.1.9 มาทำ ทินแลร์โครมาโทกราฟี โดยใช้ละลายใน เอทานอล และ ใช้ เอทานอล เป็น เฟสเคลื่อนที่ ใช้ ซิลิกาเจล เคลือบบนแผ่นพลาสติก สองดู โดย อัลตราไวโอเล็ต พบว่ามี 2 จุด คือที่จุดเริ่มต้น ไม่มีการเคลื่อนที่กับ

อีกจุดหนึ่งมีค่า R_f 0.8 แสดงว่าในสารไม่ระเหยคล้ายน้ำมันสีเหลือง มีสารอยู่ 2 ชนิด จึงต้องแยกสกัดให้เป็นสารบริสุทธิ์ในข้อต่อไป

- 4.1.11 นำเอาสารไม่ระเหยคล้ายน้ำมันสีเหลืองจากข้อ 4.1.9 มาละลายโดยเติม เฮกเซน ลงในบีกเกอร์ และ คนให้ละลาย ปรากฏว่าละลายได้บ้างบางส่วน ได้สารละลายสีเหลืองรินลงในอีกบีกเกอร์หนึ่ง ระเหยแห้งบนหม้ออังไอน้ำ ได้ส่วนที่เหลือเป็นสารกึ่งของแข็ง สีเหลือง คิดเป็นร้อยละ 0.2

เมื่อนำไปตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น phthalic acid poly ester

- 4.1.12 การเผาให้เกิดเป็นไอ เป็นการแยกสลายสารด้วยความร้อนโดยนำเอาตัวอย่างเริ่มต้น ปริมาณไม่มากนักมาใส่หลอดทดลอง จุ่มในหม้ออังไอน้ำจนตัวทำละลายระเหยหมดไป เอามาเผาไฟอ่อนๆ ที่หลอดทดลอง เอาอีกหลอดหนึ่งมาอังรับ ปรากฏว่าได้สารละลายใส ในหลอดที่ต่ออังรับ

นำไป ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น isocyanate ปนกับ ester

เป็นการยืนยันว่าในตัวอย่างมี poly urethane เนื่องจากเผาแล้วจะ

กลายเป็น isocyanate กับ ester

- 4.1.13 ฉีดโครมาโตกราฟี ทำ ISTD (Internal standard) นำ

เอาตัวอย่างเริ่มต้นมาประมาณ 40 กรัม กลั่นครั้งเดียวตลอด เก็บส่วนที่กลั่นได้รวมทั้งหมดตั้งแต่ 76-102 องศาเซลเซียส เก็บไว้สำหรับฉีดเข้าเครื่อง เพื่อหาชนิดของตัวทำละลาย และทำ internal standard เพื่อหาปริมาณของตัวทำละลายแต่ละชนิด condition ของโครมาโตกราฟี

detector temp 150 องศาเซลเซียส

injector port 150 องศาเซลเซียส

column initial temp 50 องศาเซลเซียส คงไว้ 1 นาที,

programme rate 5 องศาเซลเซียส ต่อนาที

final temp 80 องศาเซลเซียส คงไว้ 10 นาที

flow carrier gas 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต่อนาที

ใช้ carrier gas เป็น ฮีเลียม

ใช้ column ชนิด SPB 5

แบ่งการปฏิบัติงานเป็น 2 วัน

วันที่ 1 หาชนิดของตัวทำละลายในตัวอย่าง

วันที่ 2 หาปริมาณของตัวทำละลายแต่ละชนิด โดยการทำให้ Internal standard

วันที่ 1 ฉีดตัวอย่างที่กลั่นได้ เข้าเครื่องปรากฏว่าได้ออกมา 3 พีค ที่แยกกันชัดเจนมีค่า retention time ที่ไม่ซ้ำซ้อน ฉีดเอ
 ทิล เมทิล คีโตน และ โทลูอิน ปรากฏว่าได้ค่า retention time ตรงกับพีคที่ 2,3 ของตัวอย่าง แสดงว่าพีคที่ 2,3 เป็นเอทิล เมทิล คีโตน และ โทลูอิน
 ฉีดอะซิโตนเข้าเครื่องปรากฏได้ค่า retention time ออกมาตรงกับพีคที่ 1 ของตัวอย่างแสดง ว่า พีคที่ 1 เป็นอะซิโตน
 จากผลการศึกษาทดลองในขั้นตอนนี้ ปรากฏว่าในตัวอย่างจะมีตัวทำละลาย 3 ชนิดคือ พีคที่ 1 เป็นอะซิโตน พีคที่ 2 เป็นเอทิล เมทิล คีโตน และ พีคที่ 3 เป็นโทลูอิน เพื่อเป็นการยืนยันอีกระดับหนึ่งจึงได้ศึกษาทดลองในขั้นตอนต่อไป

เอาตัวอย่างที่กลั่นได้เติมอะซิโตน ฉีดเข้าเครื่องปรากฏว่าได้ 3 พีคเหมือนเดิม แต่ปริมาณพื้นที่ หรือความสูงของพีคที่ 1 เพิ่มขึ้น
 เอาตัวอย่างที่กลั่นได้ที่เติมอะซิโตนแล้ว มาเติม เอทิล เมทิล คีโตน ลงไป ปรากฏว่าได้ 3 พีค เหมือนเดิมแต่ปริมาณพื้นที่ หรือ ความสูงของพีคที่ 2 เพิ่มขึ้น
 เอาตัวอย่างที่กลั่นได้ที่เติม อะซิโตนและเติม เอทิล เมทิล คีโตน แล้วเอามาเติมโทลูอิน ลง ไปปรากฏได้ 3 พีค เหมือนเดิมแต่ปริมาณพื้นที่ หรือ ความสูงของ พีคที่ 3 เพิ่มขึ้น

ในขั้นตอนนี้เป็นการยืนยันแน่นอนว่า ตัวทำละลายในตัวอย่างมี 3 ชนิด คือ
 พีคที่ 1 เป็น อะซิโตน
 พีคที่ 2 เป็น เอทิล เมทิล คีโตน
 พีคที่ 3 เป็น โทลูอิน

วันที่ 2 เตรียมเครื่อง โครมาโทกราฟ ใช้ สภาวะ เดียวกันกับวันที่ 1 จากการฉีดตัวอย่างที่ กลั่นได้ พบว่ามี 3 พีค เหมือนเดิม แต่ว่า retention time ต่างไปจากวันแรกเล็กน้อย และเมื่อ เติมหก-เฮปเทน ลงในตัวอย่างพบว่าได้ 4 พีค โดยที่พีค ของ เฮน-เฮปเทนเป็น พีค ที่ 3 อยู่ระหว่าง พีคของ เอทิล เมทิล คีโตน และ โทลูอิน ได้ค่า retention time ที่ไม่ซ้ำซ้อนกัน แสดงว่าใช้ เฮน-เฮปเทน เป็น Internal standard ได้
 นำเอาตัวอย่างที่กลั่นได้ มาฉีดเข้าเครื่อง 2 ครั้ง เพื่อหาปริมาณคร่าวๆ ได้ดังนี้
 อะซิโตน มีเปอร์เซ็นต์พื้นที่ ประมาณร้อยละ 25

เอทิล เมทิล คีโตน มีเปอร์เซ็นต์พื้นที่ ประมาณร้อยละ 32

โทลูอิน มีเปอร์เซ็นต์พื้นที่ ประมาณร้อยละ 42

นำเอาผลที่ได้ไปทำ internal standard ดังนี้

เตรียมขวดแก้วเล็กๆมีฝาพลาสติกปิดสนิท(vial)ที่ฝาพลาสติกมีรูตรงกลางมีแผ่นคล้ายยาง เป็น septum ปิดรองอยู่ด้านใน แผ่นยางดังกล่าวไม่ละลายในตัวทำละลาย ยึดหยุ่นได้ และสามารถเจาะทะลุได้ด้วย เข็มฉีดยาอย่าง เตรียมไว้จำนวน 2 ใบ

ขวดใบที่ 1 ฉีดอะซีโตน ลงไป 250 ไมโครกรัม และ ฉีดเอทิล เมทิล คีโตน ลงไป 320

ไมโครกรัม และฉีด โทลูอิน ลงไป 420 ไมโครกรัม ฉีด เอน-เฮปเทน ลงไป 300 ไมโครกรัม

ขวดใบที่ 1 เป็นinternal standard

ขวดใบที่ 2 ฉีดตัวอย่างที่กลั่นได้ลงไป 1000 ไมโครกรัม และ ฉีด เอน-เฮปเทน ลงไป 300

ไมโครกรัม ขวดใบที่ 2 ใช้เป็น ตัวอย่าง เหตุผลที่จำเป็นต้องฉีดตัวทำละลาย และ ชั่งน้ำหนัก

หนักลงในขวดแก้ว (vial) ที่ปิดสนิทเนื่องจากตัวทำละลายแต่ละชนิดเป็นสารที่ระเหยเร็ว

มากจำเป็นต้องฉีดลงในขวดแก้ว โดยใช้ เข็มฉีดยาอย่าง ดังกล่าว(ไม่เช่นนั้นจะระเหยขณะ

ชั่งในภาชนะเปิด

นำเอาinternal standard ฉีดเข้าเครื่อง และ กดจัดทำโปรแกรมให้เครื่องคำนวณแต่ละพีค

ออกมา เป็นร้อยละ เมื่อฉีดตัวอย่างเข้าเครื่อง(หมายเหตุขั้นตอนนี้ป้อนข้อมูลผิดพลาด

sample amount จาก 10000 ควรจะเป็น 1000 ทำให้เปอร์เซ็นต์ของแต่ละพีค แทนที่จะเป็น

เลข 2 หลักกลายเป็นเลขหลักเดียว)

นำเอาขวดตัวอย่าง vial ใบที่ 2 ที่ใช้เป็นตัวอย่าง และ เติม เอน-เฮปเทน ลงไป เอามาฉีดเข้า

เครื่องจำนวน 10 ครั้งปรากฏออกมา 4 พีค และ จะคำนวณปริมาณเป็นร้อยละของแต่ละพีค

ซึ่งหมายถึงปริมาณร้อยละของตัวทำละลายแต่ละชนิด ผลที่ได้เป็นดังนี้

จัดครั้งที่	อะซิโตน	เอทิล เมทิล คีโตน	โทลูอีน	ร้อยละรวม
1	27.5	34.0	36.5	98.0
2	27.3*	33.8*	36.7	97.8
3	28.5	34.2	35.9	98.6
4	27.9	34.1	36.9	98.9
5	28.4	34.2	36.4	99.0
6	27.6	34.0	34.0*	95.6
7	27.8	33.9	36.9	98.6
8	27.6	34.1	37.3	99.0
9	27.6	34.3	37.3	99.2
10	28.4	34.4	36.0	98.8
เฉลี่ย	27.92	34.13	36.65	98.70
คำนวณเป็น 100ร้อยละ	28.29	34.58	37.13	100
Volatile matter (78.8ร้อยละ)	$28.29 \times 78.8 / 100$ 22.29	$34.58 \times 78.8 / 100$ 27.25	$37.13 \times 78.8 / 100$ 29.26	78.8

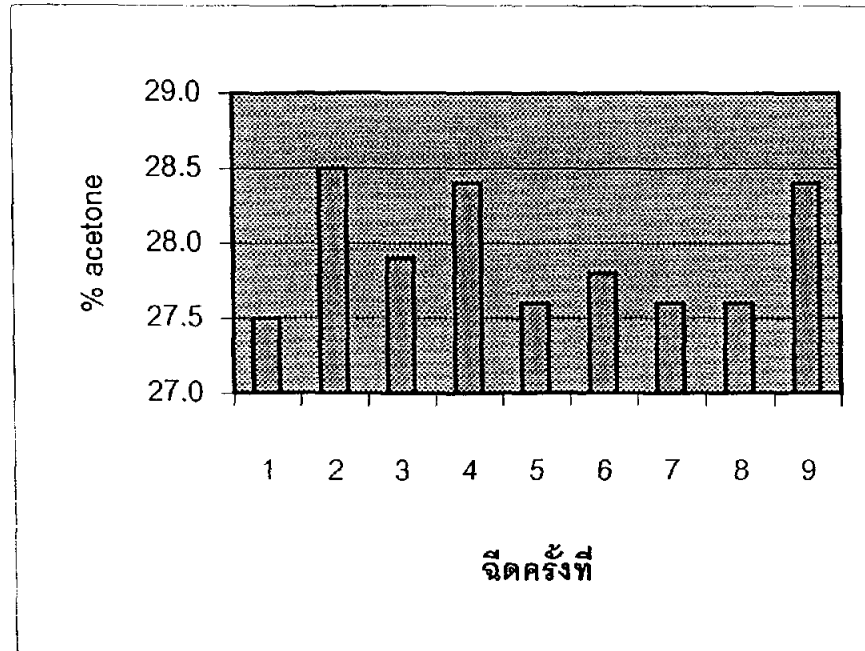
ปรากฏผลว่า มี อะซิโตน ร้อยละ 22.29 ของตัวอย่างเริ่มต้น

มี เอทิล เมทิล คีโตน ร้อยละ 27.25 ของตัวอย่างเริ่มต้น

มี โทลูอีน ร้อยละ 29.26 ของตัวอย่างเริ่มต้น

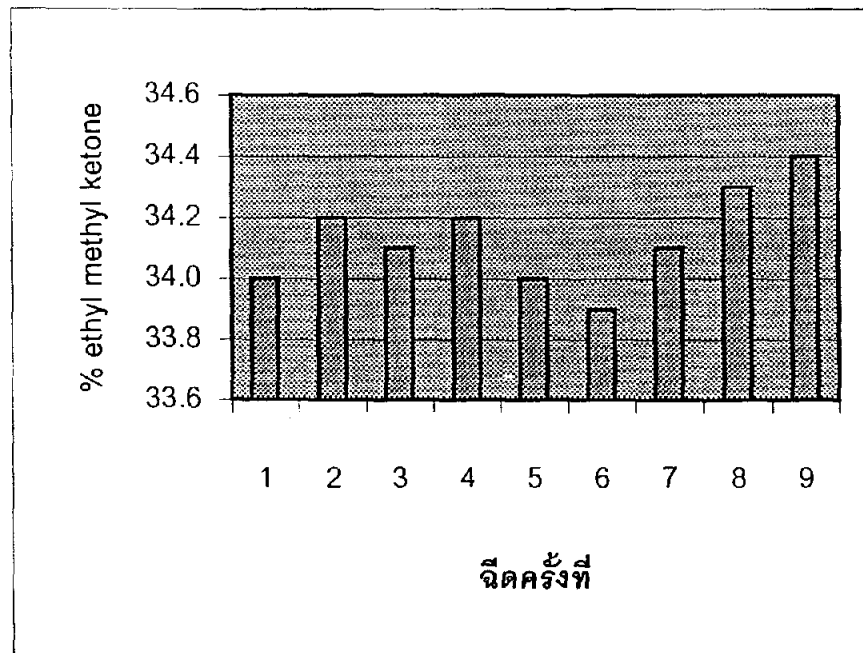
ตารางที่ 16 ผลการฉีดตัวอย่างเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี 10 ครั้ง

1	27.5
2	28.5
3	27.9
4	28.4
5	27.6
6	27.8
7	27.6
8	27.6
9	28.4
mean	27.92222
SD	0.402423
maximum	28.5
minimum	27.5



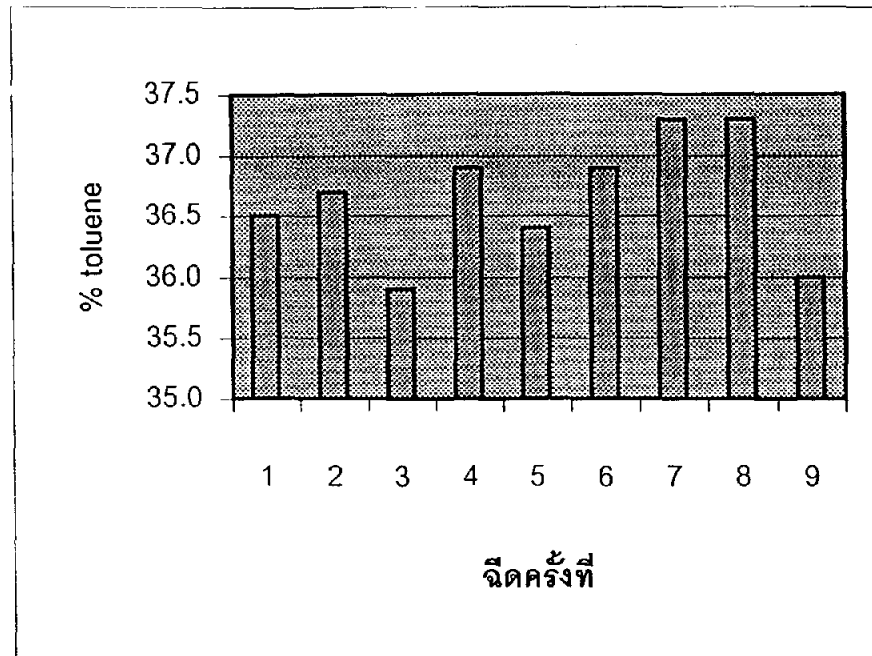
รูปที่ 65 แสดงร้อยละของ acetone

1	34
2	34.2
3	34.1
4	34.2
5	34
6	33.9
7	34.1
8	34.3
9	34.4
mean	34.13333
SD	0.158114
maximum	34.4
minimum	33.9



รูปที่ 66 | แสดงร้อยละของ เอทิล เมทิลคีโตน

1	36.5
2	36.7
3	35.9
4	36.9
5	36.4
6	36.9
7	37.3
8	37.3
9	36
mean	36.65556
SD	0.50525
maximum	37.3
minimum	35.9



รูปที่ 67 แสดงร้อยละของ โทลูอิน

- 4.1.14 นำเอาตะกอน ที่เหลือจากการกลั่นในข้อ 4.1.13 มารีฟลักซ์ ต่อด้วย เฮกเซน เป็นเวลา 8 ชั่วโมง รินเอาชั้นของ เฮกเซน ใส่บีกเกอร์ ระเหยแห้งบนหม้ออังไอน้ำ จนแห้ง นำเข้าตู้อบ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนัก ได้ส่วนที่สกัดได้ด้วย เฮกเซน เป็นน้ำมันสีเหลืองอ่อน ร้อยละ 0.1
เอาไป ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น phthalic acid poly ester
- 4.1.15 จากข้อ 4 พบสารที่ไม่ระเหย ร้อยละ 21.2 จากข้อ 4.1.14 เป็น phthalic acid poly ester ร้อยละ 0.1 ดังนั้นเป็น poly(ester urethane)ตามข้อ 8 เป็นร้อยละ $21.2 - 0.1 = 21.1$

4.2 น้ำยาทำความสะอาดเส้นลวด degrease washing liquid SD-7 (TT 231)

- 4.2.1 เป็นตัวอย่างที่ส่งมาโดยกรมศุลกากรแหลมฉบัง ส่งมาเพื่อต้องการทราบว่า ตัวอย่างมีส่วนผสมทางเคมีประกอบด้วยอะไรบ้าง และ อยากรทราบปริมาณเป็นร้อยละ ของสารประกอบแต่ละชนิด โดยตัวอย่างบรรจุขวดแก้ว(ขวดแม่โขง)ปิดฝาเกลียวโลหะ ไม่ห่อกระดาษสีน้ำตาล ไม่ผูกเชือก ไม่ประทับตราครั้ง ไม่มีลายเซ็นกำกับ เพื่อการจัดพิกัดอัตราศุลกากร เพื่อเรียกเก็บภาษี และได้ขอให้ทางกรมวิทยาศาสตร์บริการ โดยกองเคมีเป็นผู้ตรวจสอบ ลักษณะตัวอย่างเป็นของเหลวใส ไม่มีสี มีกลิ่นตัวทำละลายอินทรีย์ ใช้สำหรับปรุงแต่งใช้ทำความสะอาดเส้นลวด ดังนั้นจึงได้วางแผนทางการศึกษาทดลองในการตรวจวิเคราะห์ว่า คงจำเป็นต้องกลั่นเพื่อแยกเอาตัวทำละลายอินทรีย์ออกมา และตรวจหาชนิดและปริมาณของแต่ละตัว โดยวิธีแก๊สโครมาโทกราฟี และมีขั้นตอนดังนี้
- 4.2.2 ทดสอบการละลาย โดยนำเอาตัวอย่างมาเติมน้ำ พบว่าไม่ละลาย และ แยกเป็น 2 ชั้น ดังนั้นในตัวอย่างจึงน่าจะเป็น สารตัวละลายอินทรีย์ชนิดที่ไม่ละลายน้ำ
- 4.2.3 ทดสอบการติดไฟ โดยนำเอาตัวอย่างใส่ฝาครุชเบิล เมาโนเปลวไฟ ปรากฏว่า ติดไฟ มีเขม่าสีดำ แสดงว่าน่าจะเป็นสารพวก aromatic hydrocarbons และ เมื่อเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส , เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ไม่เหลือแก้ว แสดงว่าไม่มีสารพวก อินทรีย์อยู่ในตัวอย่าง เมื่อเติมน้ำลงในฝา ครุชเบิล วัดความเป็นกรด-ด่าง ได้ประมาณ 6
- 4.2.4 การกลั่น นำเอาตัวอย่างมากลั่นที่ความดันปกติ ได้ส่วนที่กลั่นได้เป็นของเหลวใสไม่มีสี มีช่วงจุดเดือดเป็น 2 ช่วง คือ 135-150 องศาเซลเซียส และ 150-195 องศาเซลเซียส เหลือในขวดกลั่นเล็กน้อย เป็นของเหลว
- 4.2.5 นำเอาส่วนที่เหลือจากการกลั่นในข้อ 4.2.4 มา ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น paraffin hydrocarbon
- 4.2.6 นำเอาส่วนที่กลั่นได้ ที่มีช่วงจุดเดือด 135-150 องศาเซลเซียส จากข้อ 4.2.4 มา ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็นเอทิล เบนซีน และ การทำ library search พบว่าเป็น เอทิล เบนซีน

- 4.2.7 นำเอาส่วนที่กลั่นได้ ที่มีช่วงจุดเดือด 150-195 องศาเซลเซียส จากข้อ 4.2.4 มา ตรวจวัด ด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็นส่วนผสม ของxylene () และ การทำ library search พบว่าเป็นส่วนผสม ของxylene \
- 4.2.8 นำเอา ส่วนที่เหลือจากการกลั่นในข้อ 4.2.4 มาทดสอบ PO-adduct และ EO-adduct โดยนำมาใส่หลอดทดลองเติมกรดฟอสฟอริกลงไปประมาณ 1 ลูกบาศก์เซนติ เมตร ใช้ล้าตีปิดบางๆที่ส่วนบนของหลอด อุดด้วยจุกยาง ต่อท่อแก้วปลายอ จุ่มลงในอีกหลอดทดลองหนึ่งซึ่งภายในบรรจุน้ำ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร และ 1-2 หยดของ ไดเอทานอลเอมีนและ1,2 หยดของ โซเดียมไนโตรพลัสไซด์ เผาหลอดทดลองหลอดแรก จะเกิดไอระเหยไปตามท่อแก้วและควบแน่นในหลอดที่ 2 ผลปรากฏว่า ไม่เกิดสีน้ำเงิน และสีส้มในหลอดที่ 2 ที่รองรับ แสดงว่าไม่มี EO-adduct และPO-adduct
- 4.2.9 นำเอาส่วนที่กลั่นได้ในข้อ 4.2.4 ทั้งสอง ช่วง มารวมกัน เพื่อจัดแก๊สโครมาโทกราฟี และ แก๊สโครมาโทกราฟี-ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรเมตรี โดยมีสภาวะ ดังนี้
column SPB 1,
detector temp 220 องศาเซลเซียส,
injector temp 220 องศาเซลเซียส,
He flow rate 3 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที
split ratio 46,
initial oven temp 50 องศาเซลเซียส คงไว้ 10 นาที,
programe rate 7 องศาเซลเซียสต่อนาที
final temp 150 องศาเซลเซียสคงไว้ 10 นาที

หาชนิดของตัวทำละลายโดยใช้แก๊สโครมาโทกราฟี-ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรเมตรี

แก๊สโครมาโทกราฟี-ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรเมตรี เป็นเครื่องมือตรวจวิเคราะห์ขั้นสูง เป็นการเชื่อมโยงกันระหว่าง แก๊สโครมาโทกราฟี กับ ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรเมตรี คือ แก๊สโครมาโทกราฟี ทำหน้าที่แยกสารออกเป็นโครมาโตแกรม เมื่อสารแต่ละตัว ะออกมาจากคอลัมน์แล้ว จะผ่านเข้าเครื่อง ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรเมตรี ซึ่งจะทำหน้าที่ การแปลผล หรือ การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ ว่าสารแต่ละตัวที่ออกมา มี สเปกตรัม เป็นอย่างไร เมื่อใช้ร่วมกับ library search จะทราบได้ว่าเป็นสารชนิดใด จุดเชื่อมโยงระหว่าง แก๊สโครมาโทกราฟี กับ ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรเมตรี จะประกอบด้วย ท่อนำแสง

ซึ่งมีความยาวประมาณ 10 เซนติเมตร ทำด้วย quartz ภายในเคลือบ หรือ ฉาบด้วยทองคำเพื่อป้องกันการสึกกร่อน ด้านหัวและท้ายของ ท่อนำแสง มี window ทำด้วยโซเดียมคลอไรด์

เมื่อสารถูกชะออกจาก คอลัมน์ของ แก๊สโครมาโทกราฟี จะผ่านเข้าไปใน ท่อนำแสง ซึ่งมีลำแสง อินฟราเรด ผ่านจากหัวไปท้าย และทางด้านท้ายจะมี MCT detector คอยตรวจวัดสัญญาณอยู่ MCT detector หรือ Mercurry Cadmium Tellurite จะทำงานได้เมื่อมีการควบคุมอุณหภูมิให้เย็นจัด จึงจำเป็นต้องเติม ไนโตรเจนเหลว หล่อไว้ตลอดเวลาการใช้งาน เมื่อสารที่ชะออกมาผ่าน ท่อนำแสงไปแล้วจึงเข้าสู่ เครื่องตรวจวัดสัญญาณของเครื่อง แก๊สโครมาโทกราฟีในภายหลัง ซึ่งเราจะสังเกตเห็นว่า เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ จะส่งสัญญาณเป็น สเปกตรัม ได้ก่อนเครื่อง แก๊สโครมาโทกราฟี ซึ่งจะส่งสัญญาณมาเป็นโครมาโตแกรมในภายหลัง แต่ความแตกต่างกันของเวลาจะน้อยมาก

ผลจากการฉีดตัวอย่างเข้าเครื่อง แก๊สโครมาโทกราฟี-ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ พบว่ามี 5 พีค มี retention time ที่แยกกันดีพอสมควร (

พีคที่ 1 พบว่าเป็น เอทิล เบนซีน

พีคที่ 2 พบว่าเป็น m-xylene

พีคที่ 3 พบว่าเป็น o-xylene

พีคที่ 4 พบว่าเป็น 2,2,4,6,6-penta methyl heptane

พีคที่ 5 พบว่าเป็น alkane

ฉีดแก๊สโครมาโทกราฟี ธรรมดา พร้อมกับทำ Internal standard (ISTD)

โดยใช้สภาวะ เหมือนกับ แก๊สโครมาโทกราฟี-ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ เมื่อลองฉีด ตัวอย่างที่กลั่นได้ จะได้ พีค ออกมา 5 พีค เหมือน แก๊สโครมาโทกราฟี-ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ แสดงว่า

พีค ที่ 1 เป็นเอทิล เบนซีน มี เบอรเซ็นต์พื้นที่ ร้อยละ34

พีค ที่ 2 เป็น m-xylene มี เบอรเซ็นต์พื้นที่ ร้อยละ25

พีค ที่ 3 เป็น o-xylene มี เบอรเซ็นต์พื้นที่ ร้อยละ9

พีค ที่ 4 เป็น 2,2,4,6,6-penta-methyl heptane

พีค ที่ 5 เป็น alkane

และเมื่อปรับเปลี่ยน อัตราการไหลของแก๊สตัวพา อัตราความเร็วของกระดาษ และ
สถานะอื่นๆเล็กน้อย เพื่อให้ พีค ที่ได้ แยกกันได้ดีขึ้น และทดลองเติมเฮกเซน (ใช้เป็น
ตัวทำละลาย) และเติม โทลูอิน ลงไป(ใช้เป็น ISTD) ปรากฏว่าได้ 7 พีค มีการแยกกันได้
ดีพอสมควร คือ

พีค แรกเป็น เฮกเซน

พีค ที่ 2 เป็น โทลูอิน

พีค ที่ 3 เป็น เอทิล เบนซีน

พีค ที่ 4 เป็น m-xylene และ

พีค ที่ 5 เป็น o-xylene

ส่วน พีคที่ 6,7 ไม่หาปริมาณใน internal standard เพราะเป็น branched aliphatic
hydrocarbons ส่วน เอทิล เบนซีน m-xylene o-xylene เป็นสารกลุ่ม alkyl benzene
เราต้องหาปริมาณ และนำไปหักลบหาปริมาณที่เหลือได้

การเตรียม internal standard

เตรียมขวดแก้วขนาดเล็ก(vial) มีฝาจุกพลาสติก ตรงกลางมีรู และปิดทับด้วยแผ่นคล้าย
ยาง(septum) และ แผ่นคล้ายพลาสติกนี้ไม่ละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ และ
สามารถใช้ เข็มฉีดตัวอย่าง ฉีดผ่านทะลุได้ เตรียมไว้จำนวน 2 ขวด

ขวดที่ 1 ฉีด เฮกเซน (ตัวทำละลาย) 5 กรัม เติม เอทิล เบนซีน 350 ไมโครกรัม เติม m-
xylene 250 ไมโครกรัม เติม o-xylene 100 ไมโครกรัม และ เติม โทลูอิน ISTD 300
ไมโครกรัม ขวดนี้ใช้เป็น internal standard

ขวดที่ 2 ฉีด เฮกเซน (ตัวทำละลาย) 5 กรัม เติมส่วนที่กลั่นได้รวมกัน 700 ไมโครกรัม
และ เติมโทลูอิน ISTD 300 ไมโครกรัม ขวดนี้ใช้เป็นตัวอย่าง

เอา ISTD (ขวดที่ 1) ฉีดเข้าเครื่องจะได้ พีค ออกมา 7 พีค , พร้อมกับปรับ
เครื่องให้คำนวณปริมาณออกมาเป็นร้อยละของสารแต่ละตัว
หมายเหตุ ขั้นตอนนี้ปรับเครื่องคลาดเคลื่อน ไม่ได้ป้อนข้อมูล sample amount ทำให้
ขั้นตอนหาปริมาณร้อยละคลาดเคลื่อน เป็นเลข 3 หลัก แทนที่จะเป็นเลข 2 หลัก

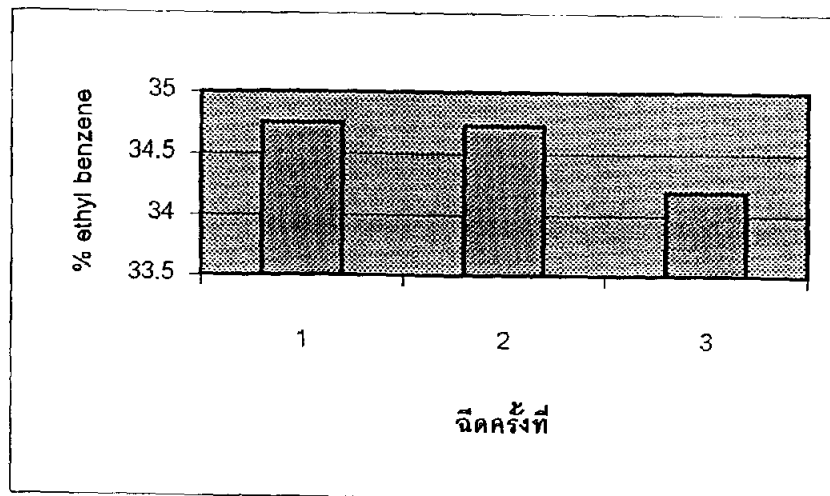
นำเอา(ขวดที่ 2) ฉีดเข้าเครื่อง 3 ครั้งปรากฏผลเป็นร้อยละของสารแต่ละชนิดดังนี้

ฉีดครั้งที่	เอทิล เบนซีน ร้อยละ	m-xylene ร้อยละ	o-xylene ร้อยละ
1	34.75	24.62	9.89
2	34.73	24.61	9.91
3	34.19	24.51	11.36
เฉลี่ย	ประมาณ ร้อยละ35	ประมาณ ร้อยละ25	ประมาณ ร้อยละ 10 รวม ร้อยละ70

ตารางที่ 17 แสดงปริมาณของ aromatic hydrocarbons จากการฉีด 3 ครั้ง

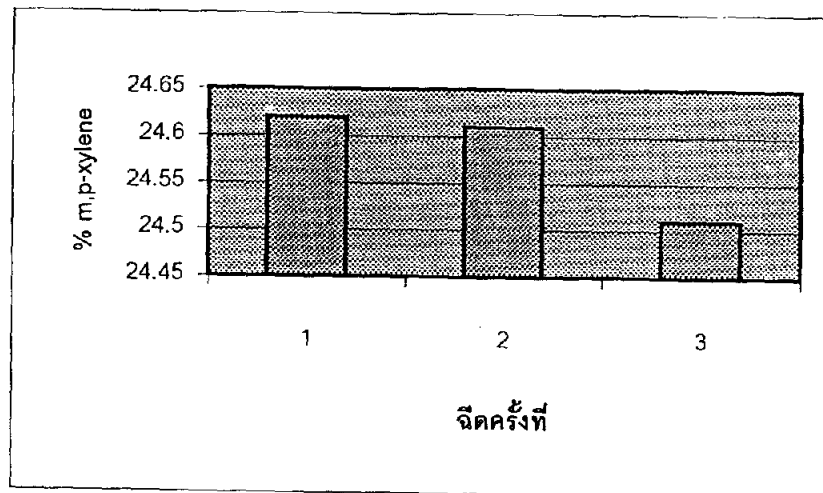
ด.อ.

1	34.75
2	34.73
3	34.19
mean	34.55667
SD	0.3177
maximum	34.75
minimum	34.19



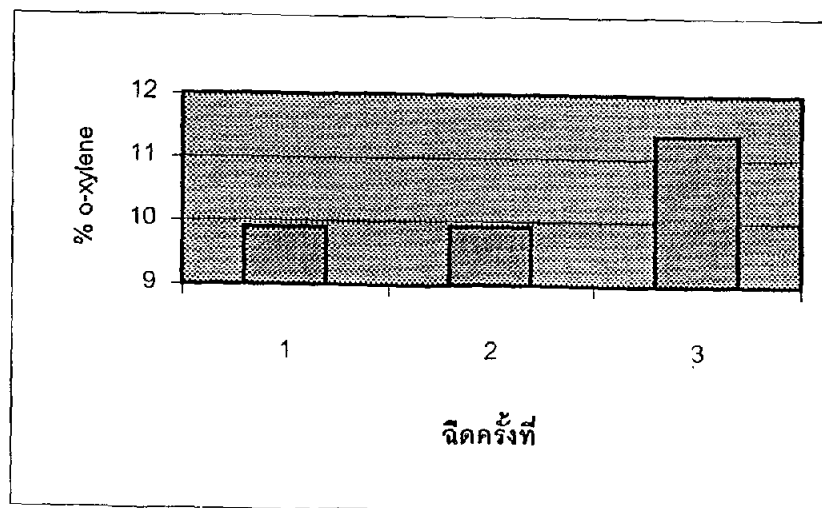
รูปที่ 68 แสดงร้อยละของ ethyl benzene

1	24.62
2	24.61
3	24.51
mean	24.58
SD	0.060828
maximum	24.62
minimum	24.51



รูปที่ 69 แสดงร้อยละของ m-xylene

1	9.89
2	9.91
3	11.36
mean	10.38667
SD	0.842991
maximum	11.36
minimum	9.89



รูปที่ 70 แสดงร้อยละของ o-xylene

บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง

การศึกษาทดลองเพื่อหาองค์ประกอบและสูตรทางเคมี ของสารทั้ง 2 ตัวอย่าง คือ กาวเคลือบท่อพ่นยาการเกษตร (TY 492) และ น้ำยาทำความสะอาดเส้นลวด (degrease washing liquid SD-7)(TT 231) เป็นการนำเอาเทคนิคของแก๊สโครมาโทกราฟี มาใช้งานทั้งในการหาเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพ จำเป็นต้องทราบเทคนิค และ การประยุกต์ ก่อนอื่นจะต้องทราบว่า การจัดสภาวะ (condition) ที่เหมาะสมของเครื่องมือ เช่น จะต้องทราบว่า สารที่เราจะแยกหรือ วิเคราะห์มีจุดเดือดเท่าไร การปรับ สภาวะ ของเครื่อง ได้แก่ injector port, detector ควรจัดปรับอุณหภูมิให้สูงกว่าจุดเดือดของสารประมาณ 20-50 องศาเซลเซียส เพื่อให้เกิดการระเหยกลายเป็นไอ บางครั้งการปรับ อัตราการปรับเปลี่ยนอุณหภูมิ ของ คอลัมน์ ก็จำเป็นต้องจัดให้เหมาะสม เพื่อการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิของ คอลัมน์ ซึ่งมีส่วนช่วยให้ โครมาโตแกรมของสารที่จะแยก ได้แยกออกจากกันอย่างชัดเจน การเลือกใช้ คอลัมน์ และ ชนิดของ เครื่องตรวจวัดสัญญาณ ก็มีความสำคัญต่อการวิเคราะห์ที่ตรวจสอบ

การวิเคราะห์ทางคุณภาพ (qualitative analysis)

หลักการทำแก๊สโครมาโทกราฟี มีจุดประสงค์เพื่อวิเคราะห์ตัวอย่าง ว่าเป็นสารอะไรบ้างมีกี่ชนิด โดยทั่วไปมักใช้เปรียบเทียบค่า retention time ของสารตัวอย่าง กับ สารมาตรฐาน โดยเริ่มต้นด้วยการวิเคราะห์สารตัวอย่างเสียก่อน จนได้การแยกที่ดีแล้ว จึงใช้สารมาตรฐานวิเคราะห์ที่สภาวะเดียวกันเพื่อเปรียบเทียบ ผลที่ได้อาจเป็นข้อมูลขั้นแรก เพราะสารต่างชนิดกันอาจจะให้ค่า retention time เท่ากันได้ ดังนั้น อาจต้องวิเคราะห์ทางเคมีช่วย หรือ อาจใช้ค่า พารามิเตอร์ต่างกัน คือ ใช้คอลัมน์ใหม่ ตัวทำละลาย และ อัตราเร็วของการไหลใหม่ หรือ อาจใช้เทคนิคอื่นเป็นการ cross check เพื่อให้แน่ใจ

อีกวิธีหนึ่งที่นิยมใช้ในการ ตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ พีค ในโครมาโตแกรม คือ ใช้เทคนิคที่เรียกว่า Spiking (2) ซึ่งเป็นเทคนิค ที่เหมาะในการที่จะบอกว่า พีค ไหน เป็นของสารใด ในของผสมที่ทราบชนิดต่างๆ ของสารแล้ว แต่ยังไม่ ทราบตำแหน่งของ พีค เช่น มีของผสมสาร A และ B ให้ พีค 2 พีค ถ้าอยากทราบว่า พีค ไหนเป็นของ A หรือ B ใช้เทคนิค Spiking จะบอกได้อย่างชัดเจนโดยเติมสาร A ลงไป จะทำให้ พีค ของ A มีพื้นที่มากขึ้น หรือ สูงขึ้นก็แสดงว่า พีค นั้นเป็นของ A

ตัวอย่างของการทำ Spiking ได้แก่การ เติม อะซิโตน การเติม เอทิล เมทิล คีโตน และ การเติม โทลูอีน ไป เพื่อเป็นการยืนยัน พีค ในการศึกษาทดลอง เรื่องที่ 1 (กาวเคลือบท่อพ่นยาการเกษตร)

ก่อนการทำคุณภาพวิเคราะห์ และปริมาณวิเคราะห์โดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี จะต้องทราบเบื้องต้นก่อนว่าเป็นสารชนิดใด โดยการตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด เข้าช่วย แต่ถ้าเป็น แก๊สโครมาโทกราฟี ฟลูออโรฟลูออโรอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ ก็สามารถการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ ได้เลยว่า แต่ละ พีคที่ปรากฏแยกออกมาในโครมาโตแกรม เป็น พีคของสารใด เพราะ แก๊สโครมาโทกราฟี ทำหน้าที่แยกสาร ฟลูออโรฟลูออโรอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ ทำหน้าที่ตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ โดยเฉพาะเมื่อเราใช้ควบคู่กับการทำ library search ซึ่งเป็นความสะดวกไปอีกชั้นตอนหนึ่ง

การวิเคราะห์ทางปริมาณ (quantitative analysis)

การวิเคราะห์ ทางปริมาณโดยการทำ internal standard (ISTD)

ที่เลือกทำมี 2 วิธี คือ ตัวอย่างที่ 1 (กาวเคลือบท่อพ่นยาการเกษตร TY 492)ทำโดยชั่งน้ำหนักของ standard และ ISTD โดยไม่ต้องใช้ ตัวทำลายเลย ส่วนตัวอย่างที่ 2 (น้ำยาทำความสะอาดเส้นลวด TT 231) เป็นการชั่งน้ำหนัก standard และ ISTD แล้วยังมี ตัวทำลายด้วย คือ ใช้ เฮกเซน จะเลือกใช้วิธีมี ตัวทำลายเลย ก็ได้ หรือ ไม่ใช่ ตัวทำลายก็ได้ เนื่องจากการหาปริมาณของสาร หาได้จากการเปรียบเทียบสัดส่วนของพื้นที่ของสารชนิดนั้นๆ กับพื้นที่ของ internal standard

จากการศึกษาทดลองในเรื่องนี้ จะเห็นว่า ต้องนำความรู้ และเทคนิคของการใช้เครื่อง แก๊สโครมาโทกราฟี หรือ แก๊สโครมาโทกราฟี ฟลูออโรฟลูออโรอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ มาช่วยในการแยกหาชนิดและปริมาณของสารผสมโดยเฉพาะ จำพวกตัวทำลายอินทรีย์ มาใช้ควบคู่กับการแยกโดยวิธีเคมีและฟิสิกส์

งานศึกษาทดลองนี้ เริ่มต้น วันที่ 19 มิถุนายน 2541 สิ้นสุด วันที่ 19 มีนาคม 2542 เป็นการศึกษาทดลองที่ไม่ต่อเนื่อง เนื่องจากขึ้นกับตัวอย่างที่มีผู้ส่งมาให้ตรวจสอบ เป็นการตรวจแยกองค์ประกอบ และ พิสูจน์โครงสร้างของสาร เป็นงานที่มีความยุ่งยาก สลับซับซ้อน แต่ละตัวอย่างจะมีความแตกต่างกันออกไป เนื่องจากองค์ประกอบแตกต่างกัน กรรมวิธีการตรวจสอบไม่เหมือนกัน ก่อนอื่นจะต้องทราบข้อมูลเบื้องต้น ว่าตัวอย่างชนิดนั้นๆ ใช้ในอุตสาหกรรมประเภทใด ใช้เพื่อประโยชน์อะไร วัตถุประสงค์อย่างไร จึงวางแผนในการศึกษาทดลอง โดยอาศัยความรู้ความเชี่ยวชาญ และ ประสบการณ์ว่า เมื่อใช้ประโยชน์ และ วัตถุประสงค์อย่างนั้นแล้ว ในตัวอย่างน่าจะประกอบด้วยสารใดบ้าง มี น้ำ หรือ ตัวทำลายอินทรีย์หรือไม่ มี โพลีเมอร์ หรือไม่ ถ้ามีน้ำ จะเป็น โพลีเมอร์ ตัวใด โพลีเมอร์ นั้นละลายในตัวทำลายชนิดใด มีองค์ประกอบเป็นน้ำมัน หรือ ไขมันหรือไม่

มีสารจำพวกอนินทรีย์หรือไม่ ถ้ามีน่าจะเป็นสารอนินทรีย์ตัวใด ที่มีคุณสมบัติในการนำไปใช้ประโยชน์ตามที่ตั้งไว้ จะต้องทราบคุณสมบัติเฉพาะตัวของสาร อนินทรีย์ว่า เมื่อเผาแล้วสลายตัวหรือไม่ เมื่อเผาแล้วให้คุณสมบัติเป็นกรดหรือด่าง นอกจากนี้จะต้องคาดเดาไว้ด้วยว่า น่าจะมีสารกลุ่ม สารลดแรงตึงผิว หรือไม่ มีสารกลุ่ม binder, กลุ่ม filler หรือไม่ เมื่อคาดเดาแล้ว จึงต้องวางแผนการตรวจสอบ การแยกเอาสารแต่ละตัวออกมาให้ได้ และ จะต้องคำนวณปริมาณได้ด้วย จึงต้องมีการชั่งตวงเกือบทุกขั้นตอนอย่างละเอียด บางครั้งการคาดการณ์ได้ถูกต้อง เป็นไปตามที่คาดคิดเอาไว้ ก็ทำให้การศึกษาทดลองนั้นบรรลุผลรวดเร็วขึ้น แต่บางครั้งการคาดเดาผิดพลาด ไม่เป็นไปตามที่คิดไว้ ทำให้การแยกสารก็ดี หรือการหาปริมาณก็ดี เป็นไปด้วยความยากลำบาก จะต้องเปลี่ยนสมมติฐานใหม่ จะต้องเริ่มต้นใหม่ทำให้เสียเวลา

นอกจากจะต้องทราบคุณสมบัติของสารที่คาดเดาไว้ ยังจำเป็นต้องเรียนรู้การใช้เครื่องมือที่เกี่ยวข้อง โดยเฉพาะอย่างยิ่ง อินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ ซึ่งช่วยได้มากในการวินิจฉัยว่าเป็นสารกลุ่มใด และ จาก สเปกตรัม ของสารบางครั้ง ก็ชี้เฉพาะได้เลยว่าเป็นสารชนิดใด เนื่องจาก สเปกตรัม ของสารบางชนิดเป็น finger print คือมีการ ดูดกลืนแสง ที่เฉพาะตัวของสาร ดังนั้นการ แปลผลจาก สเปกตรัม ก็มีความสำคัญมาก และ ต้องใช้ประสบการณ์สูงเนื่องจากมี สเปกตรัม ของสารเป็นหมื่นๆ ชนิด ที่จะเป็น มาตรฐาน เพื่อเทียบเคียง

บางครั้งจำเป็นต้องนำเอาความรู้เรื่องของ ความมีขี้ ของสารและของตัวทำละลายมาใช้ในการศึกษาทดลองด้วย เช่น สารใดที่มี ขี้มากก็จะละลายได้ในตัวทำละลายที่มี ความมีขี้ สูง สารใด ขี้ต่ำ ก็ละลายได้ในตัวทำละลายที่มีความมีขี้ ต่ำ การทราบ ความมีขี้ จึงเป็นการนำไปใช้ในการแยกสาร โดยอาศัยเทคนิค ทินแลร์โครมาโทกราฟี แก๊สโครมาโทกราฟี และ คอลัมน์โครมาโทกราฟี ธรรมดา การใช้เทคนิคเหล่านี้จะแยกสารได้ดีขึ้น และได้สารบริสุทธิ์ เมื่อนำไป ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด จะได้ สเปกตรัม เฉพาะตัวของสาร บางครั้งการหาปริมาณจำเป็นต้องอาศัยความรู้เรื่อง อัลตราไวโอเล็ต-วิซิเบิล สเปกโทรมิเตอร์ หรือ HPLC บางครั้งต้องทำการ โทเทรต เพื่อหาปริมาณ การ โทเทรต ก็จำเป็นต้องทราบว่า โทเทรต ด้วยสารใด มี indicator ตัวใดที่เหมาะสม บางครั้งต้องยืนยันผลด้วย x-ray diffractometry, x-ray fluorescence

จากที่กล่าวมาแล้วจะเห็นว่า การบรรลุเป้าหมายของการศึกษาทดลองก็คือ ทำอย่างไรจึงแยกสารที่เป็นองค์ประกอบออกมาให้ได้ และ ต้องทราบปริมาณด้วย คือทั้ง คุณภาพวิเคราะห์ และ ปริมาณวิเคราะห์ และ ผู้ทำการทดลองจะต้องเรียนรู้ทั้ง อินทรีย์ และ

อนันตริยวิเคราะห์ และ จะต้องใช้เครื่องมือได้เป็นอย่างดี คือต้องเรียนรู้ เคมีวิเคราะห์ จึง
เป็นการนำเอาความรู้เกือบทุกสาขาของเคมีมาประยุกต์ใช้งาน

ผลจากการศึกษาทดลอง ทั้งสองตัวอย่างสรุปผลดังนี้

กาวเคลือบท่อพ่นยาการเกษตร(TY 492) ประกอบด้วย

อะซิโตน	ร้อยละ	22.3
เอทิล เมทิล คีโตน	ร้อยละ	27.2
โทลูอิน	ร้อยละ	29.3
poly (ester urethane)	ร้อยละ	21.1
phthalic acid poly ester	ร้อยละ	0.1

น้ำยาทำความสะอาดเส้นลวด (degrease washing liquid SD-7)(TT 23) ประกอบด้วย
alkylbenzene ประมาณร้อยละ 70 และ branched aliphatic hydrocarbons ซึ่งมีช่วงจุด
เดือด 135-195 องศาเซลเซียส ประมาณร้อยละ 30

คำขอบคุณ

ผู้ทำการศึกษาทดลองขอขอบคุณ นางสาวแสง เลี้ยวขวลิต ผู้อำนวยการกองเคมี นายสุทธิ
เวช ต.แสงจันทร์ นางสาวยุพา รุ่งเวชวุฒิมิวิทยา และ นางกิตติพร เหล่าแสงธรรม ที่มีส่วนช่วย
ให้งานศึกษาทดลองนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดีตามวัตถุประสงค์

เอกสารอ้างอิง

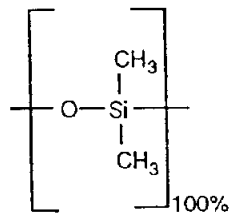
1. พิมพ์ เรียนวัฒนา เคมีวิเคราะห์ขั้นสูง Advanced Analytical Chemistry พิมพ์ครั้งที่ 1, 2527
2. แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม Principles and Techniques of Instrumental Analysis พิมพ์ครั้งที่ 1, 2535
3. สุทธิเวช ต.แสงจันทร์ คู่มือวิชาปฏิบัติการอินทรีย์เคมีประยุกต์ (Applied organic chemistry laboratory Manual) สถานศึกษาเคมีปฏิบัติ, กรมวิทยาศาสตร์บริการ, มิถุนายน 2539
4. Hummel, D.O., IR spectra of Organic Surfactant, Munchen: Carl Hanser Verlag, 1962
5. Mc Nair, H.M., Bonelli E.J. Basic Gas Chromatography 5 th ed., Berkeley, California : Consolidated Printers, 1969
6. Pouchert, C.J., The Aldrich Library of FT-IR spectra. 1 st ed., Milwaukee Wisconsin: Aldrich Chemical co., Inc., 1985
7. Rosen, M., Gold Smith H.A., Systemetic of Analysis of Surface active Agent, New York: Wiley, 1980
8. Schmitt, T.M., Analysis of Surfactants, New York: Marcel Dekker, Inc., 1992
9. Shriner., R.L., The systematic identification of Organic compounds. 6 th ed., New York: Wiley, 1980
10. Supelco Chromatography products 1997 p. 20, 21
11. Supelco Chromatography products 1996 p. A125, 127

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

SPB -1

Poly(dimethylsiloxane)



713-0338

Nonpolar methylsilicone columns that separate sample components according to boiling point. This bonded polymer matches the polarity of its nonbonded predecessors, SE-30 and SP-2100. The SPB-1 phase is used in many of our Petrocol specialty columns.

Chemically compatible with water and other injection solvents. Sensitive to strong inorganic acids and bases, but stable to low levels of HCl in non-aqueous samples. Not damaged by organic acids or bases. Columns can be rinsed.

Phase: bonded; poly(dimethylsiloxane)

Temp. Limits: -60°C to 320°C

McReynolds Nos.: x' y' z' u' s' = 4 58 43 56 38

Length (m)	d _f (μm)	Beta	Cat. No.
0.10mm ID Fused Silica			
15	0.10	250	New 2-4338
30	0.10	250	2-4339
0.20mm ID Fused Silica			
15	0.20	250	2-4162
30	0.20	250	2-4163
60	0.20	250	2-4164
12	0.33	152	2-4229
25	0.33	152	2-4230
50	0.33	152	2-4231
15	0.80	63	2-4171
30	0.80	63	2-4172
60	0.80	63	2-4173
10	1.20	42	2-4134
0.25mm ID Fused Silica			
15	0.10	625	2-4260
30	0.10	625	2-4261
60	0.10	625	2-4262
15	0.25	250	2-4026
30	0.25	250	2-4028
60	0.25	250	2-4030
100	0.25	250	2-4198
15	1.0	63	2-4027
30	1.0	63	2-4029
60	1.0	63	2-4031
100	1.0	63	2-4220
0.32mm ID Fused Silica			
15	0.10	800	2-4289
30	0.10	800	2-4290
60	0.10	800	2-4291
15	0.25	320	2-4099
30	0.25	320	2-4044
60	0.25	320	2-4046
100	0.25	320	2-4228
25	0.52	154	2-4298
15	1.0	80	2-4098
30	1.0	80	2-4045
60	1.0	80	2-4047
100	1.0	80	2-4213
30	2.0	40	2-4215
60	2.0	40	2-4216

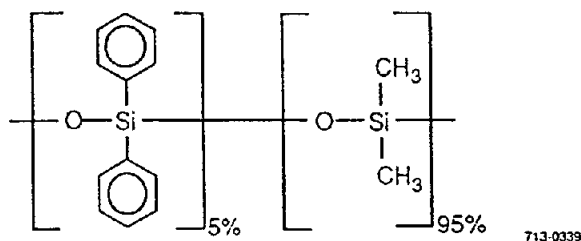
SPB-1 Columns (contd.)

Length (m)	d _f (μm)	Beta	Cat. No.
0.32mm ID Fused Silica (contd.)			
15	3.0	27	2-4292
30	3.0	27	2-4293
60	3.0	27	2-4294
15	5.0	16	2-4295
30	5.0	16	2-4296
60	5.0	16	2-4297
0.53mm ID Fused Silica			
15	0.10	1325	2-5360
30	0.10	1325	2-5361
15	0.15	883	2-5365
15	0.50	265	2-5314
30	0.50	265	2-5315
60	0.50	265	2-5382
15	1.0	133	2-5416
30	1.0	133	2-5417
60	1.0	133	2-5418
15	1.5	88	2-5302
30	1.5	88	2-5303
60	1.5	88	2-5388
15	3.0	44	2-5340
30	3.0	44	2-5341
60	3.0	44	2-5348
15	5.0	27	2-5344
30	5.0	27	2-5345
60	5.0	27	2-5349
0.75mm ID Borosilicate Glass			
30	1.0	188	2-3755
60	1.0	188	2-3720

รูปที่ A 1 รายละเอียดของ column SPB 1 (Supelco chromatography product)

SPB-5

Poly(5%-diphenyl-95%-dimethylsiloxane)



The low phenyl content, 5%, provides improved thermal stability to the phase, while still providing essentially a boiling point elution order, and a slight increase in selectivity, especially for aromatic compounds.

Chemically compatible with water and other injection solvents. Sensitive to strong inorganic acids and bases, but stable to low levels of HCl in non-aqueous samples. Not damaged by organic acids or bases. Columns can be rinsed.

Phase: bonded; poly(5% diphenyl/95% dimethylsiloxane)

Temp. Limits: -60°C to 320°C

McReynolds Nos.: x' y' z' u' s' = 19 74 64 93 62

Length (m)	d _f (μm)	Beta	Cat. No.
0.10mm ID Fused Silica			
15	0.10	250	New 2-4341
30	0.10	250	2-4342

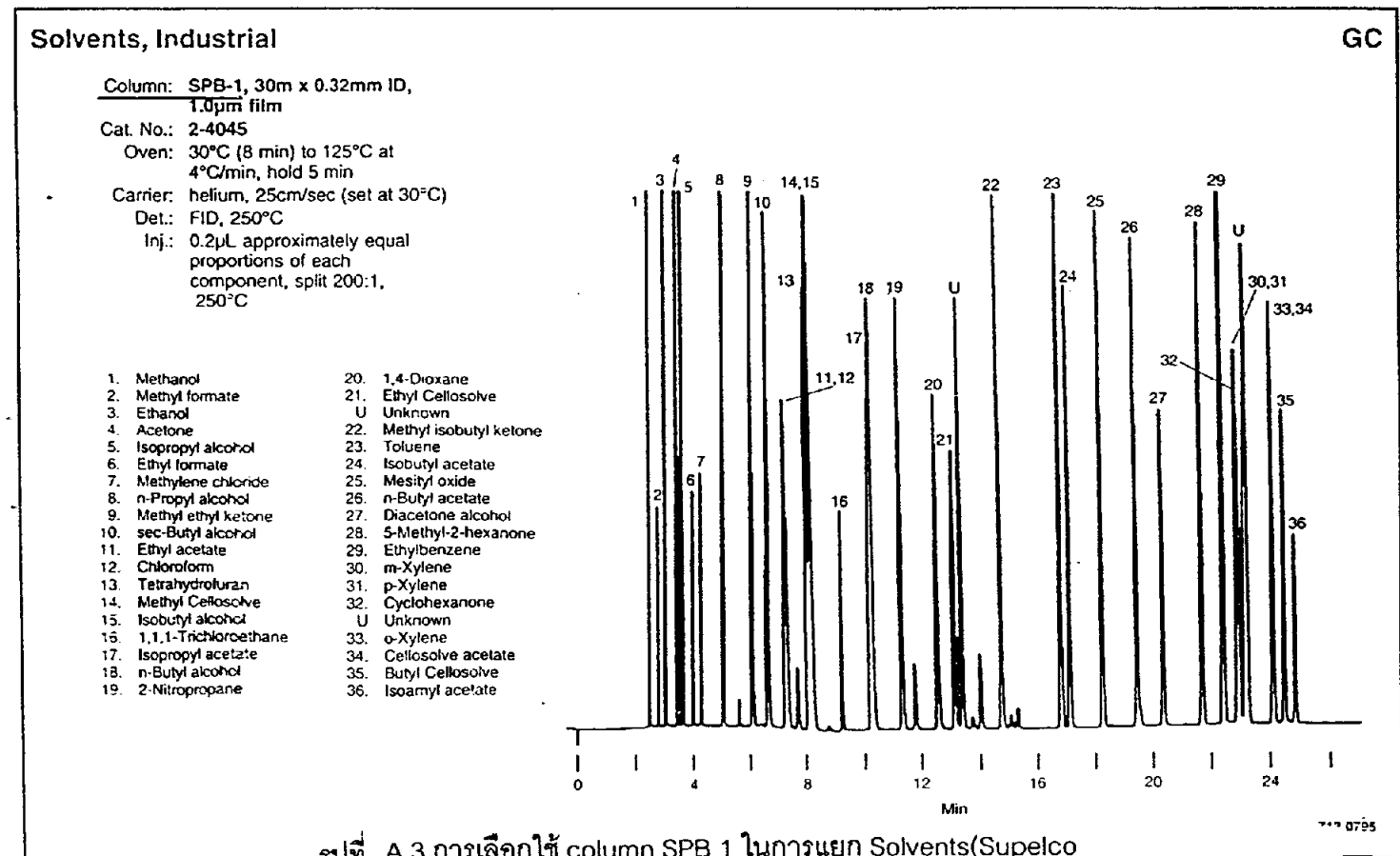
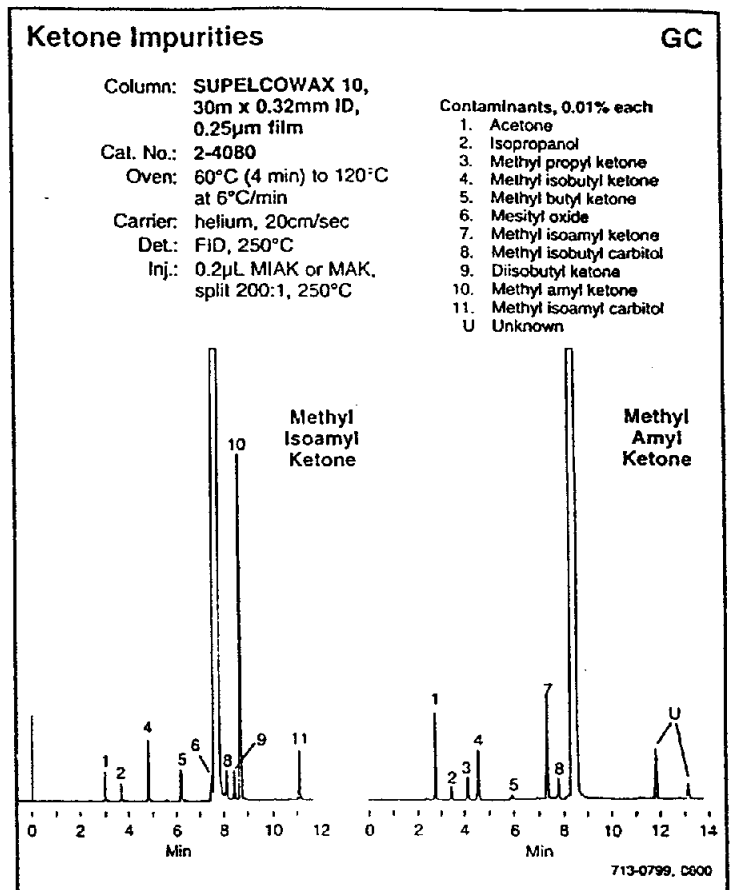
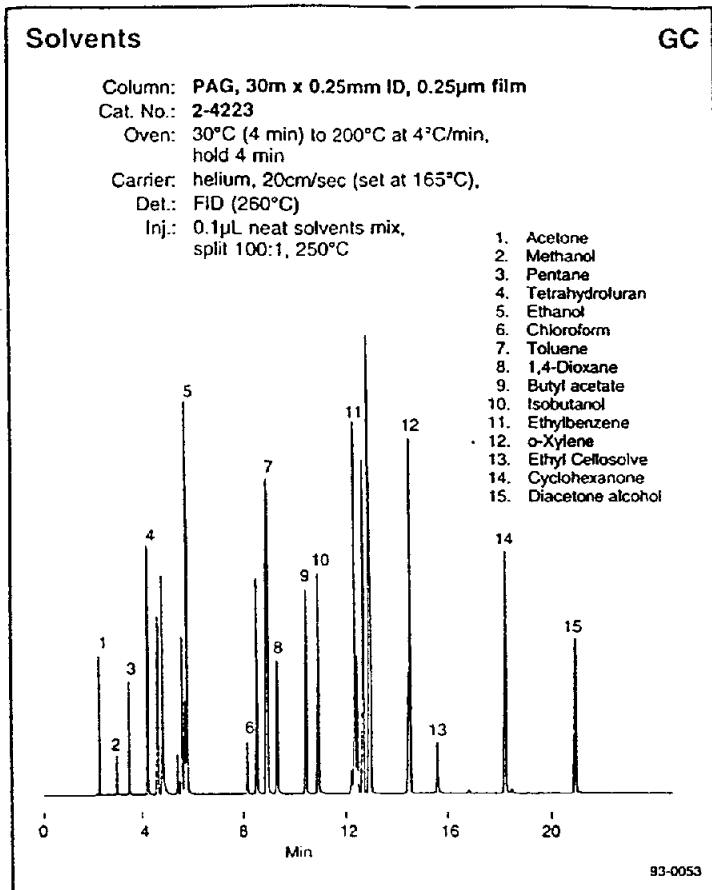
SPB-5 Columns (contd.)

Length (m)	d _f (μm)	Beta	Cat. No.
0.20mm ID Fused Silica			
15	0.20	250	2-4165
30	0.20	250	2-4166
60	0.20	250	2-4167
12	0.33	152	2-4234
25	0.33	152	2-4235
50	0.33	152	2-4236
15	0.80	63	2-4174
30	0.80	63	2-4175
60	0.80	63	2-4176
0.25mm ID Fused Silica			
15	0.10	625	2-4269
30	0.10	625	2-4270
60	0.10	625	2-4271
15	0.25	250	2-4032
30	0.25	250	2-4034
60	0.25	250	2-4036
15	1.0	63	2-4033
30	1.0	63	2-4035
60	1.0	63	2-4037
0.32mm ID Fused Silica			
15	0.10	800	2-4356
30	0.10	800	2-4357
60	0.10	800	2-4358
15	0.25	320	2-4101
30	0.25	320	2-4048*
60	0.25	320	2-4050
30	0.50	160	2-4360
25	0.52	154	2-4359
15	1.0	80	2-4100
30	1.0	80	2-4049
60	1.0	80	2-4051
50	1.05	76	2-4361
0.53mm ID Fused Silica			
15	0.50	265	2-5316
30	0.50	265	2-5317
60	0.50	265	2-5383
15	1.0	133	2-5419
30	1.0	133	2-5420
60	1.0	133	2-5421
15	1.5	88	2-5304
30	1.5	88	2-5305
60	1.5	88	2-5389
15	3.0	44	2-5342
30	3.0	44	2-5343
60	3.0	44	2-5350
15	5.0	27	2-5346
30	5.0	27	2-5347
60	5.0	27	2-5351
0.75mm ID Borosilicate Glass			
30	1.0	188	2-3756
60	1.0	188	2-3721

*Recommended for most samples.

รูปที่ A 2 รายละเอียดของ column SPB 5 (Supelco chromatography product

1997,P 20-21)

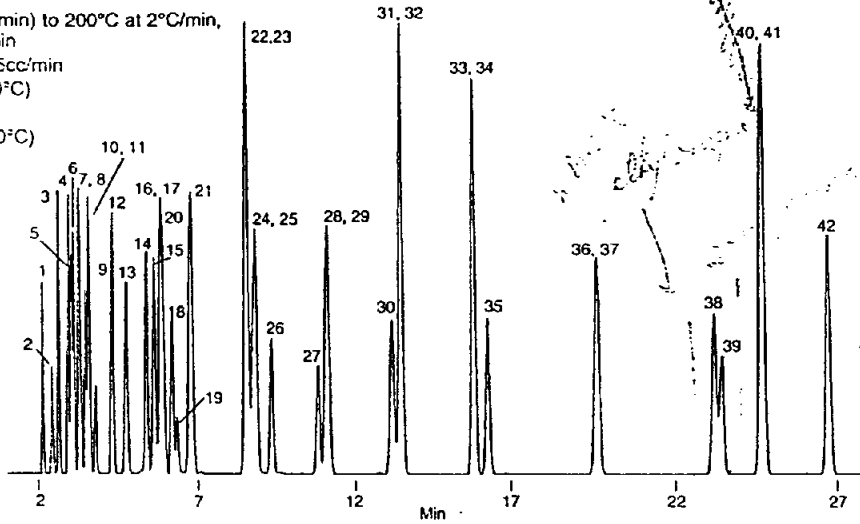


รูปที่ A 3 การเลือกใช้ column SPB 1 ในการแยก Solvents(Supelco

Residual Solvents in Pharmaceuticals

GC

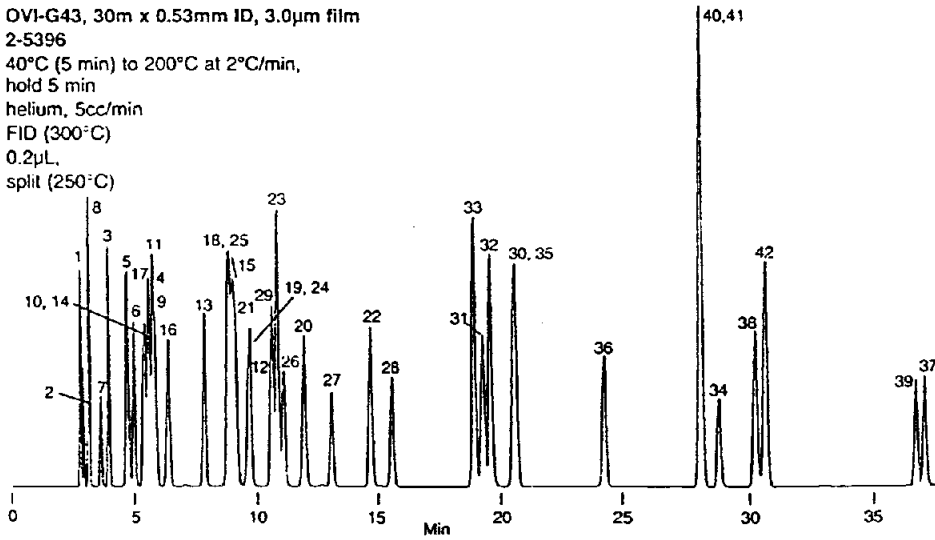
Column: SPB-5, 30m x 0.53mm ID, 5.0µm film
 Cat. No.: 2-5347
 Oven: 40°C (5 min) to 200°C at 2°C/min, hold 5 min
 Carrier: helium, 5cc/min
 Det.: FID (300°C)
 Inj.: 0.2µL, split (250°C)



1. Methanol
2. Methyl formate
3. Ethanol
4. Acetonitrile
5. Acetone
6. Isopropanol (IPA)
7. Ethyl ether
8. Pentane
9. Ethyl formate
10. Methylene chloride
11. t-Butanol
12. 2-Butanol
13. n-Propanol
14. Methyl t-butyl ether (MTBE)
15. Methyl ethyl ketone (MEK)
16. Isopropyl ether
17. Hexane
18. Ethyl acetate
19. Chloroform
20. Isobutanol
21. Tetrahydrofuran (THF)
22. 1-Butanol
23. Benzene
24. Carbon tetrachloride
25. Cyclohexane
26. Diethoxymethane
27. Trichloroethylene
28. Dioxane
29. Heptane
30. Isopentanol
31. Methyl isobutyl ketone (MIBK)
32. Pyridine
33. Toluene
34. Dimethylformamide
35. Isobutyl acetate
36. n-Butyl acetate
37. Dimethylsulfoxide (DMSO)
38. Methyl isobutyl ketone (MIAK)
39. Dimethylacetamide (DMA)
40. p-Xylene
41. m-Xylene
42. o-Xylene

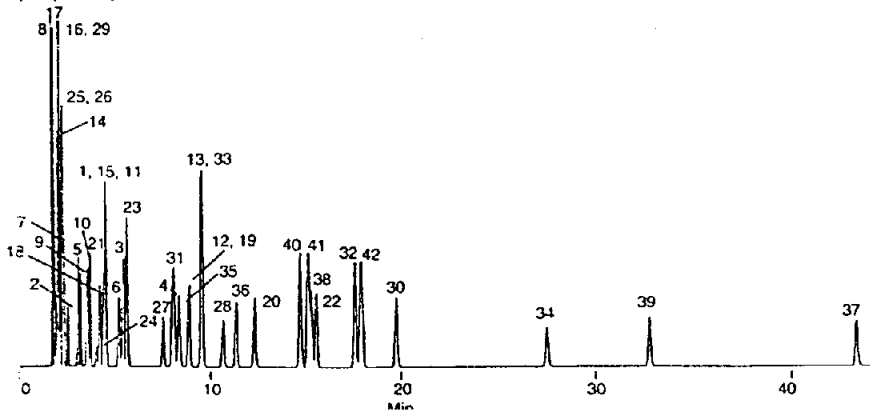
794-0611

Column: OVI-G43, 30m x 0.53mm ID, 3.0µm film
 Cat. No.: 2-5396
 Oven: 40°C (5 min) to 200°C at 2°C/min, hold 5 min
 Carrier: helium, 5cc/min
 Det.: FID (300°C)
 Inj.: 0.2µL, split (250°C)



794-0613

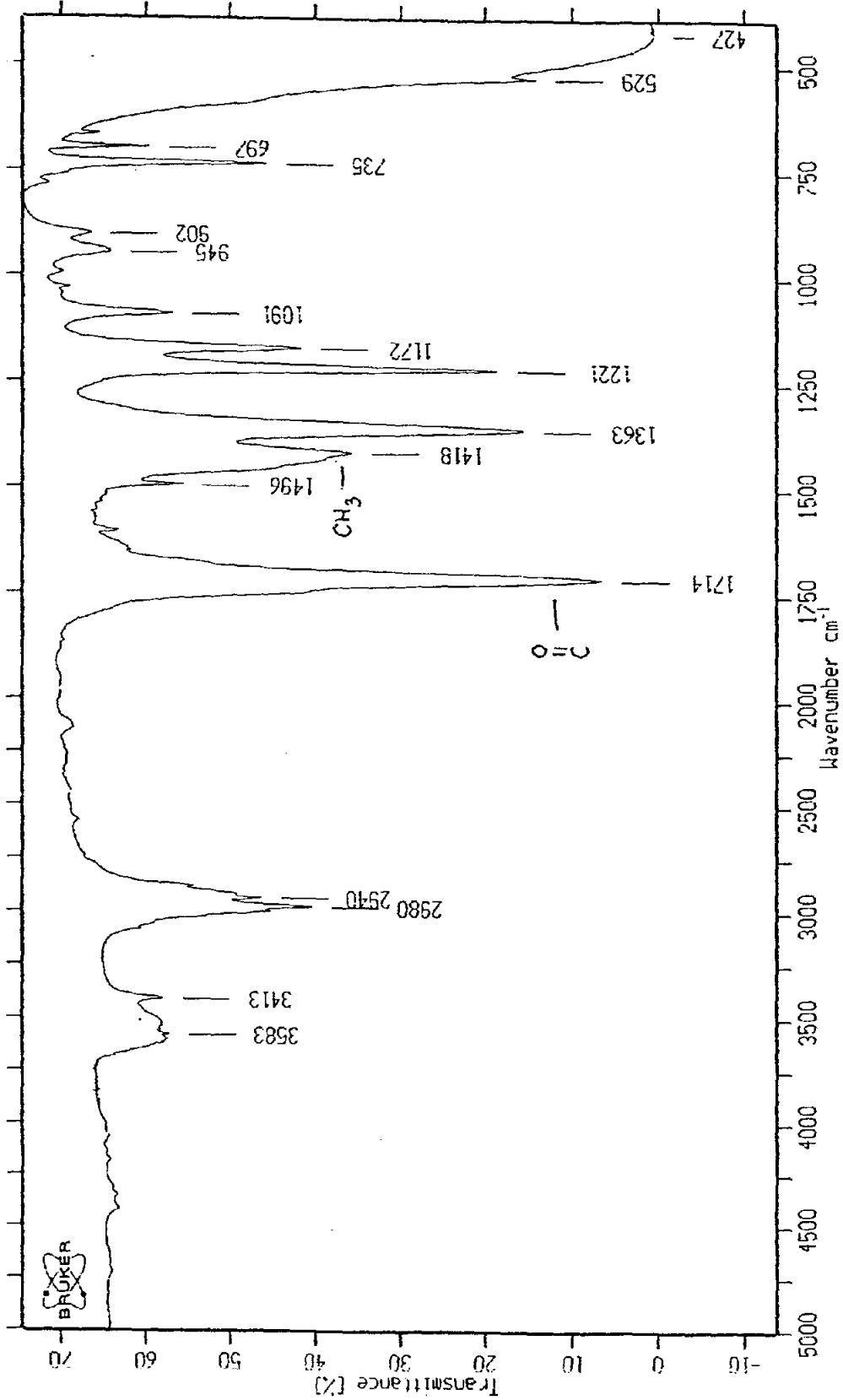
Column: SUPELCOWAX 10, 30m x 0.53mm ID, 1.0µm film
 Cat. No.: 2-5301
 Oven: 40°C (5 min) to 200°C at 2°C/min, hold 5 min
 Carrier: helium, 5cc/min
 Det.: FID (300°C)
 Inj.: 0.2µL, split (250°C)



794-0612

รูปที่ A 4 การเลือกใช้ column SPB 5 ในการแยก Solvents(Supelco chromatography products 1996,P A 127)

Department of Science Service



ภาควิชาวิทยาศาสตร์

รูปที่ 1 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่กลั่นได้ 60-70 องศาเซลเซียส

575

Sample name : distillate 60-70	Measured on : 25/1/1999
Sample form : liquid	Resolution : 4.0
Operator : songsak	Instrument : IFS29 , Sample Scans : 12
	File Name: MIR.121
	Path Name:D:\OPUS\MEAS

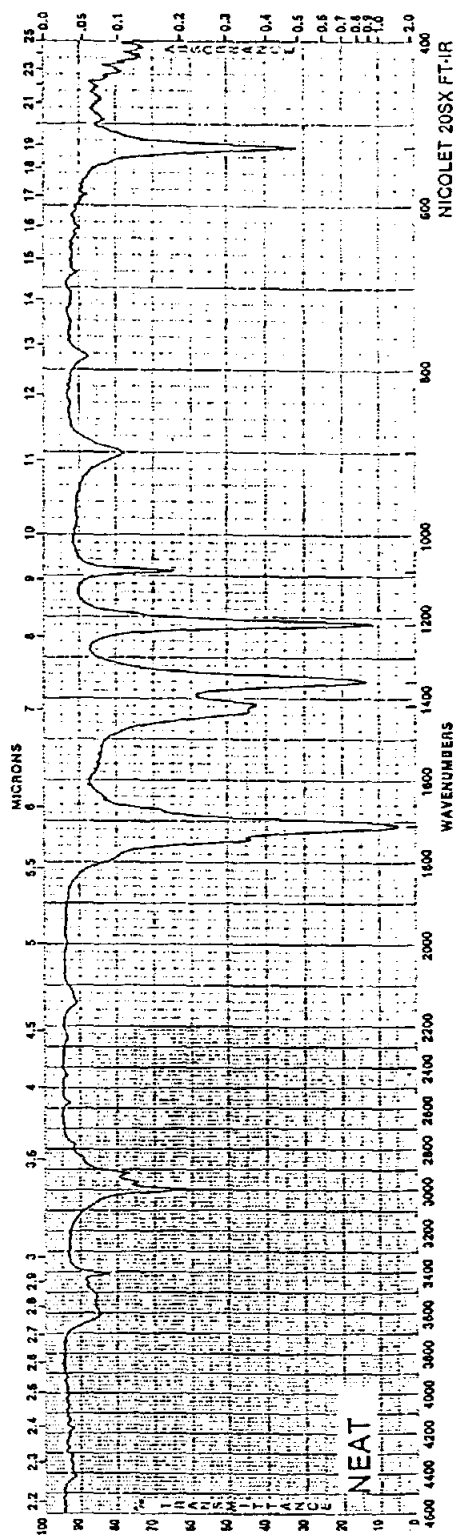
405

15459-0 CAS [67-64-1]
Acetone, 99 + %

A

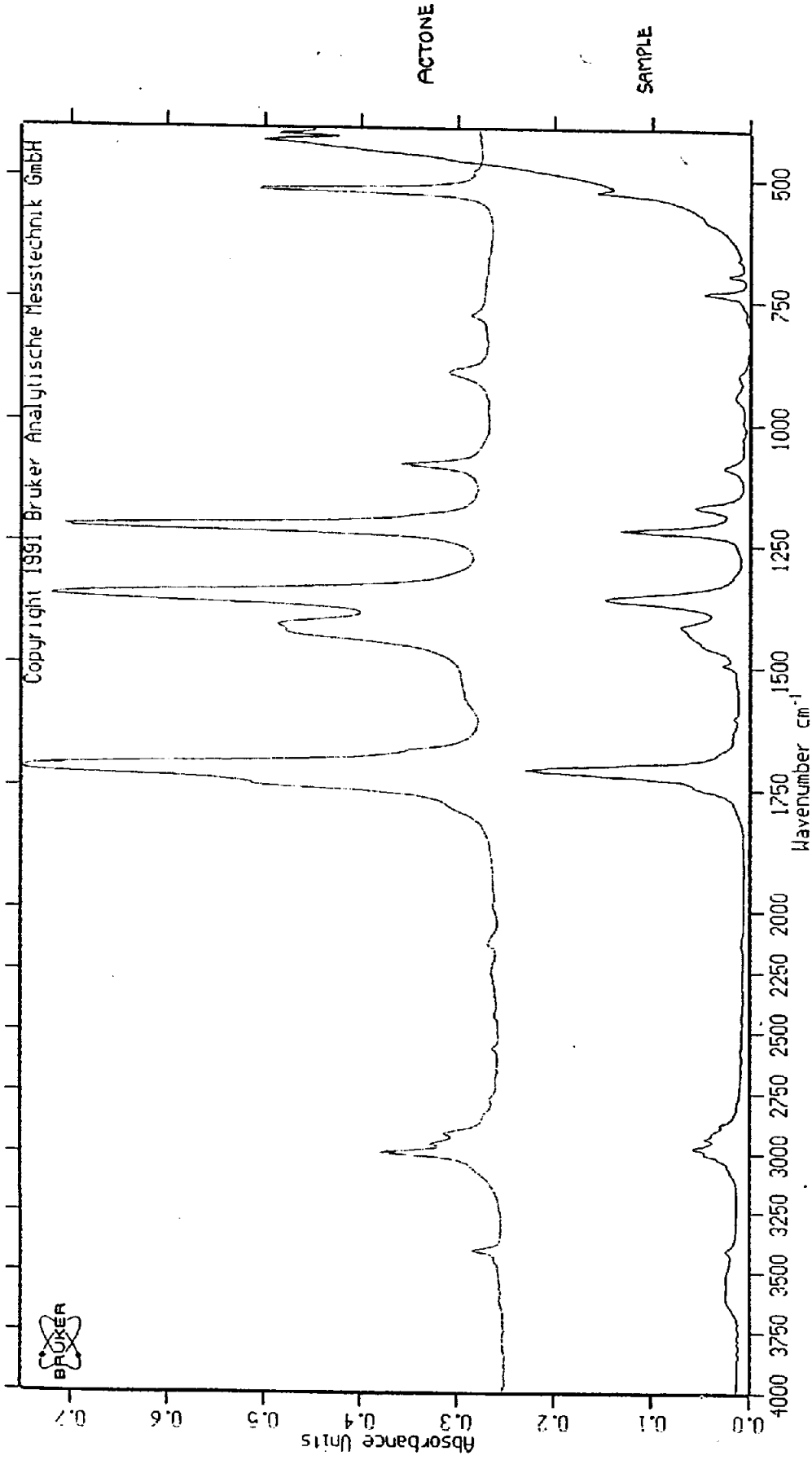
NON-AROMATIC KETONES

FW 58.08 IR III, 240A 3004.6 1303.0 902.4
mp -94°C NMR II, 1.368A 1715.1 1222.2 530.3
bp 56°C n_D 1.3585 Merck 10,58 1421.7 1092.6



รูปที่ 2 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard acetone (Ald 405 A)

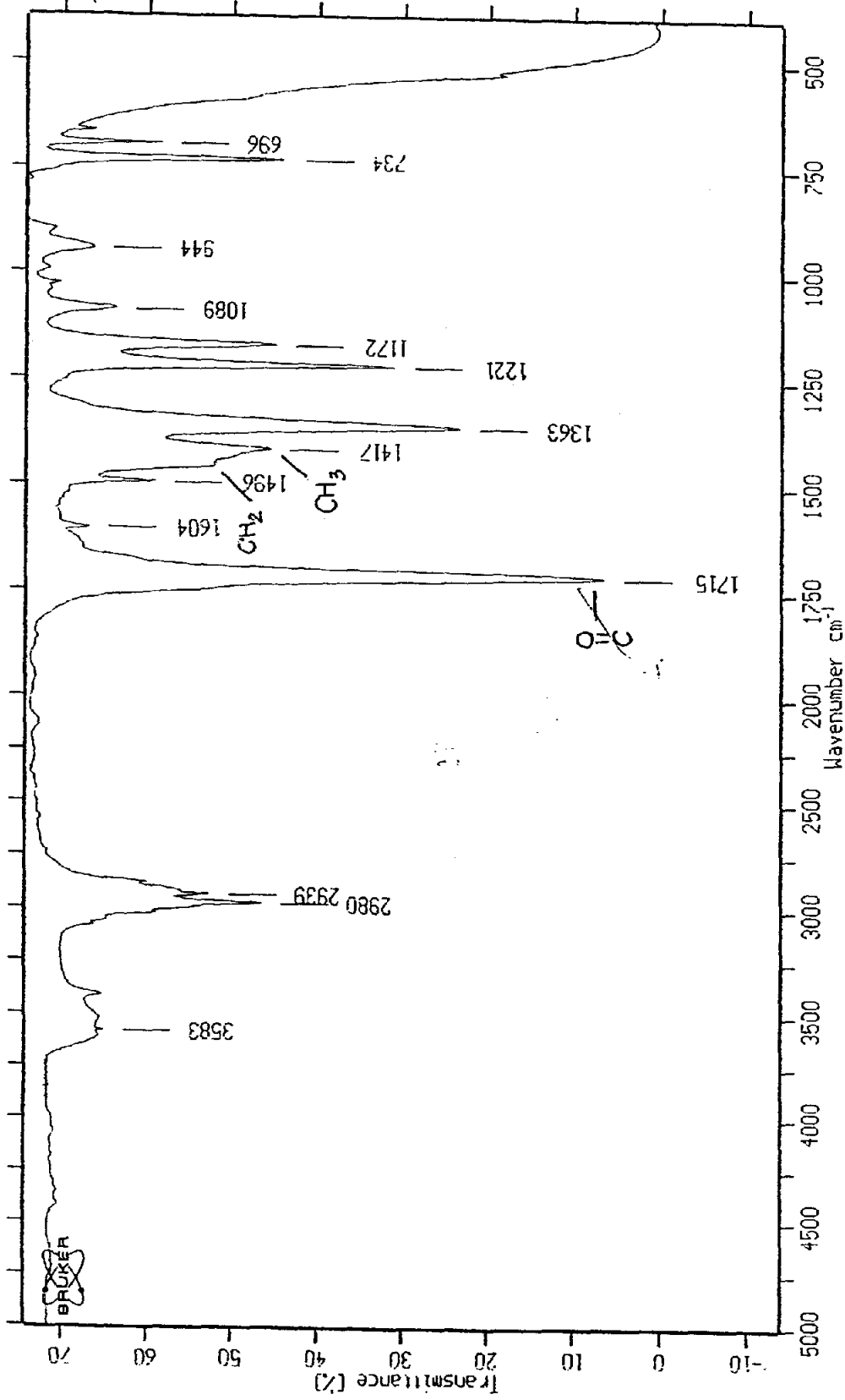
Department of Science Service



รูปที่ 3 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ acetone จากการทำ Library Search

Sample name : distillate 60-70	Measured on : 25/ 1/1999
Sample form : liquid	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
Operator : songsak	File Name: MIR.121
	Path Name:D:\OPUS\HEAS

Department of Science Service



รูปที่ 4 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่กลิ่นได้ 72-77 ของคาซาลเซี่ยส

09

Sample name : distillate 72-77	Measured on : 25/ 1/1999
Sample form : liquid	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
Operator : songsak	File Name: MIR.122
	Path Name:D:\OPUS\MEAS

09

23029-4 CAS [78-93-3]
2-Butanone, 99 + %

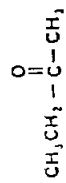
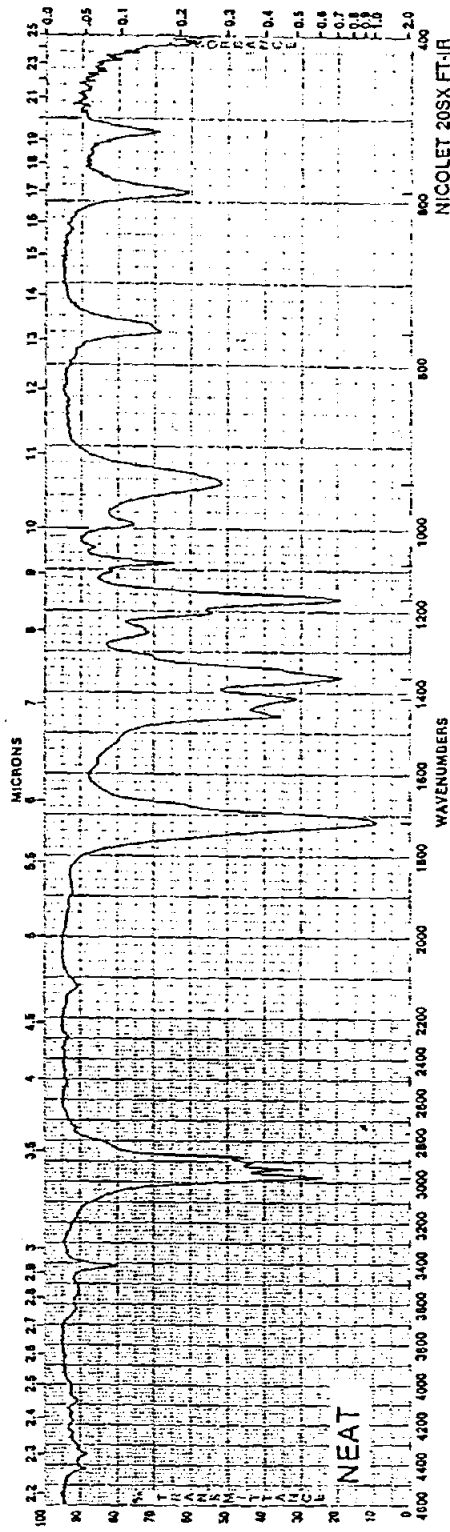
FW 72.11
mp -87°C
bp 80°C

IR III, 240B
Merck 10,5945

d 0.805
Fp 26°F
n_D 1.3788

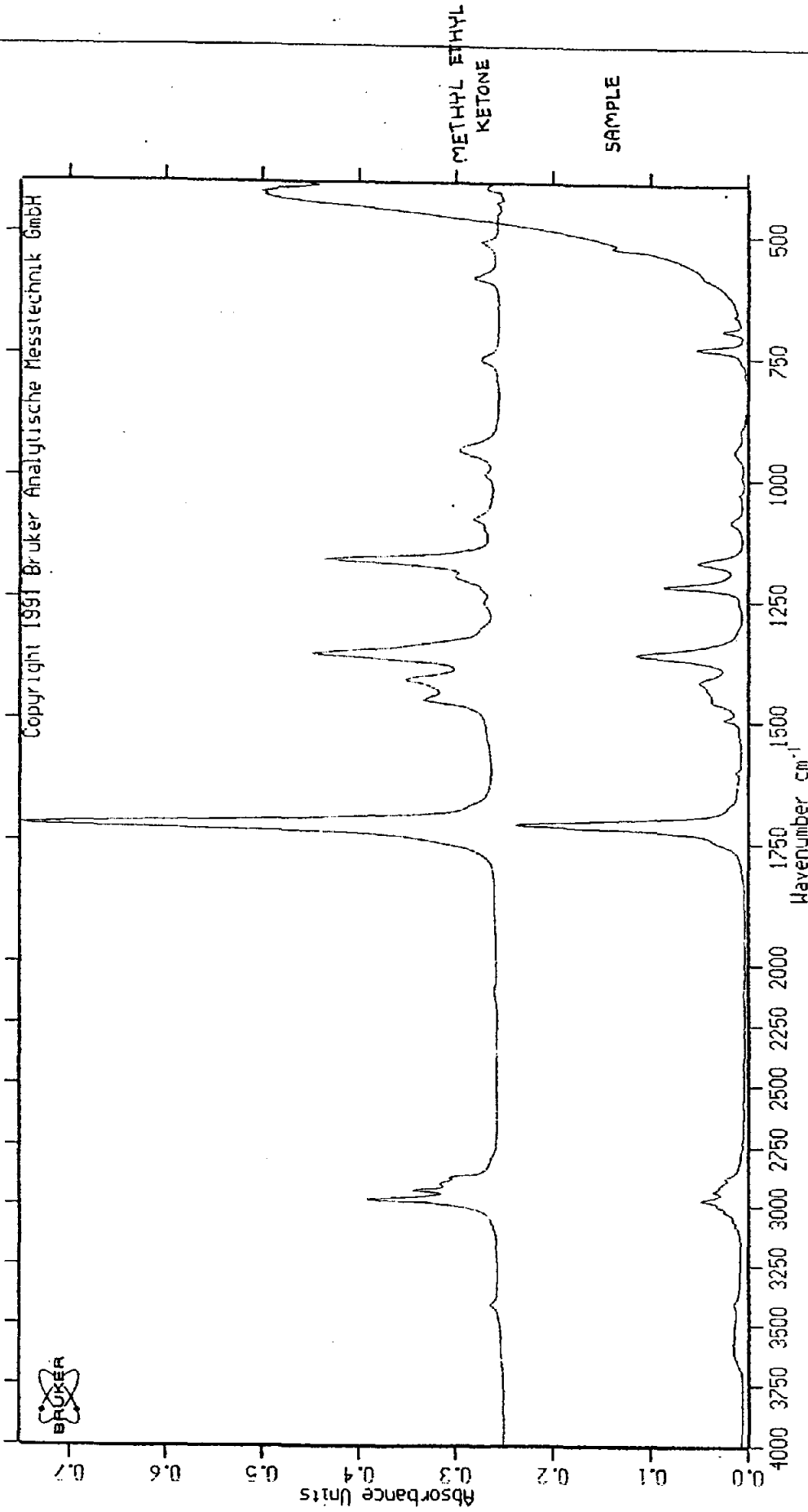
2979.0 1366.3 944.9
1717.5 1171.7 760.7
1417.0 1086.7 588.7

B



รูปที่ 5 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard ethyl methyl ketone(Ald 405 B)

Department of Science Service

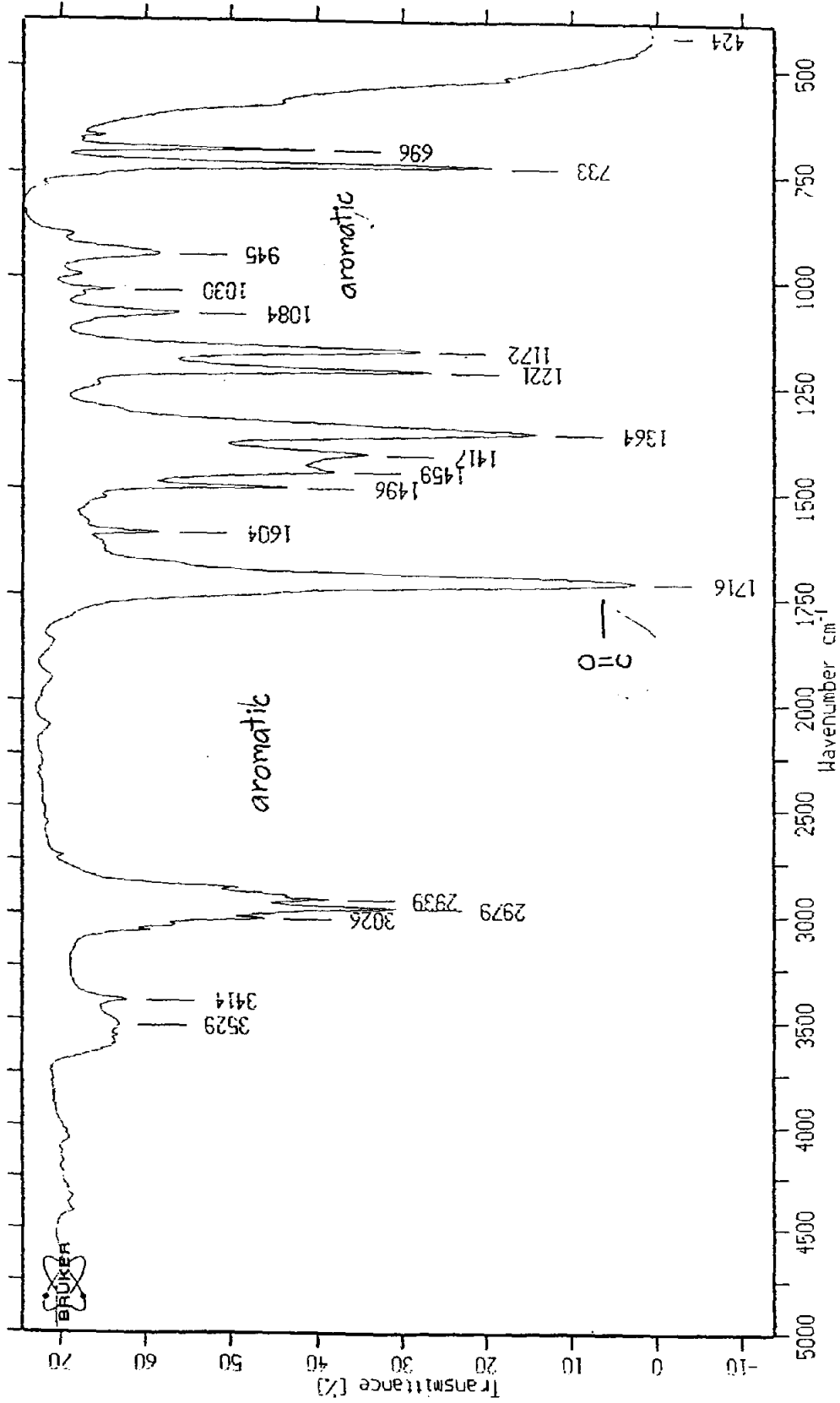


รูปที่ 6 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ ethyl methyl ketone ได้จากการทำ

Library Search

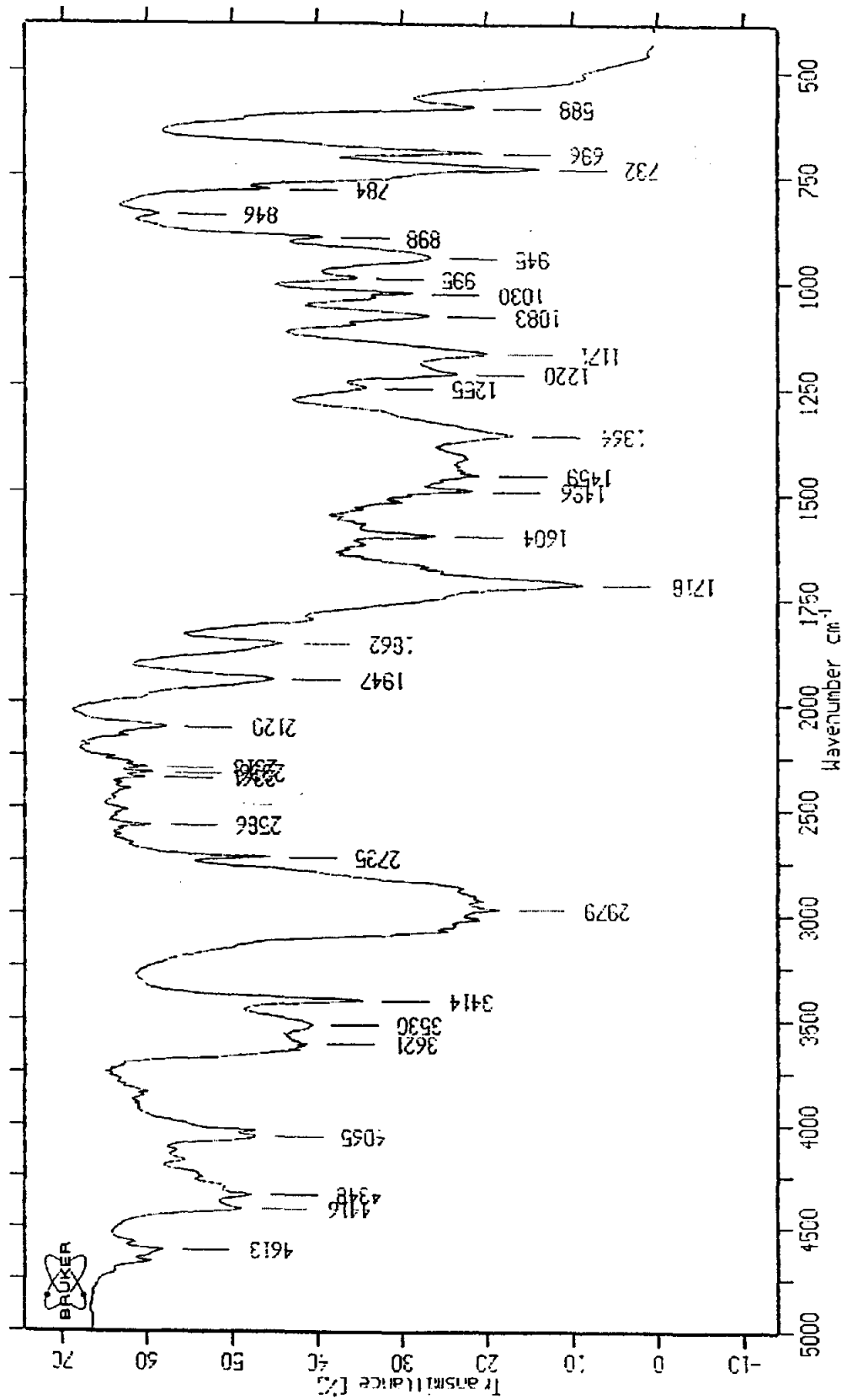
Sample name : distillate 72-77	Measured on : 25/ 1/1999
Sample form : liquid	Resolution : 4.0
Operator : songsak	File Name: MIR.122
	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
	Path Name:D:\OPUS\MEAS

Department of Science Service



รูปที่ 7 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่กลั่นได้ 77 - 82 องศาเซลเซียส

Sample name : distillate 77-82	Measured on : 25/ 1/1999	
Sample form : liquid	Resolution : 4.0	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
Operator : songsak	File Name: MIR.123	Path Name: D:\OPUS\MEAS

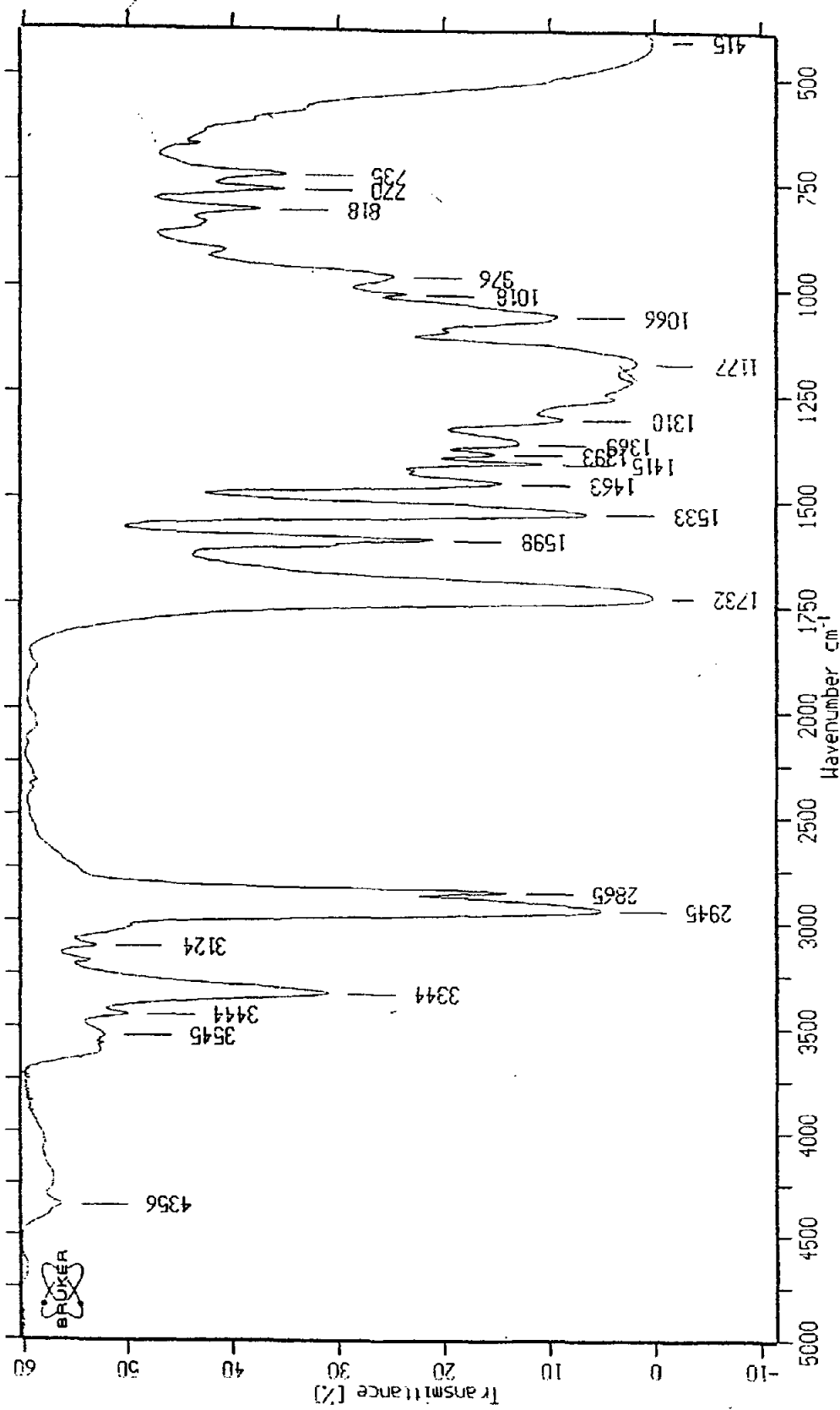


รูปที่ 8 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่สกัดได้ 82 - 86 องศาเซลเซียส

649

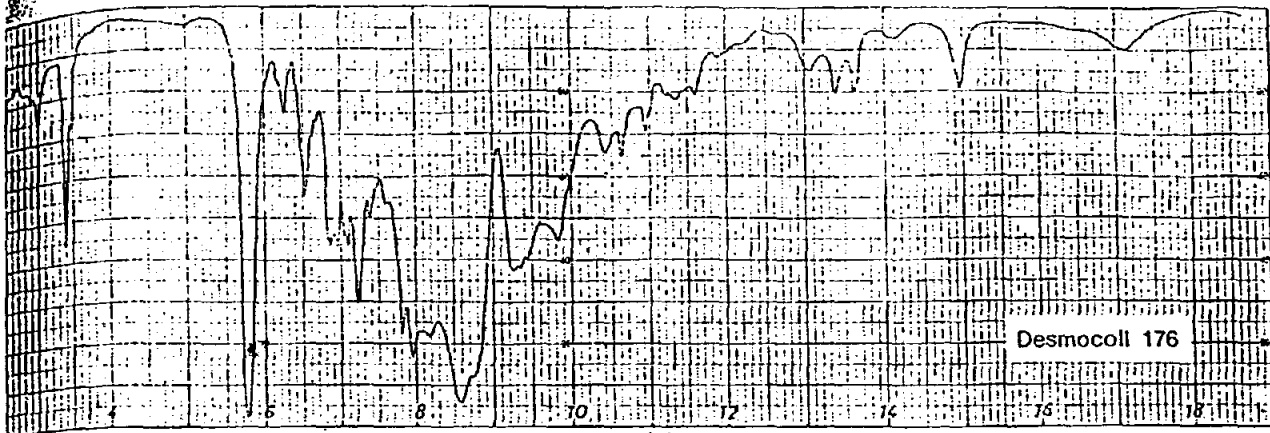
Sample name : distillate 82-86	Measured on : 25/ 1/1995
Sample form : liquid	Resolution : 4.0
Operator : songsak	File Name: MIR.124
	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
	Path Name:D:\OPUS\MEAS

Department of Science Service



รูปที่ 9 อินฟราเรดสเปกตรัมของ ส่วนที่เหลือจากบารกัณ

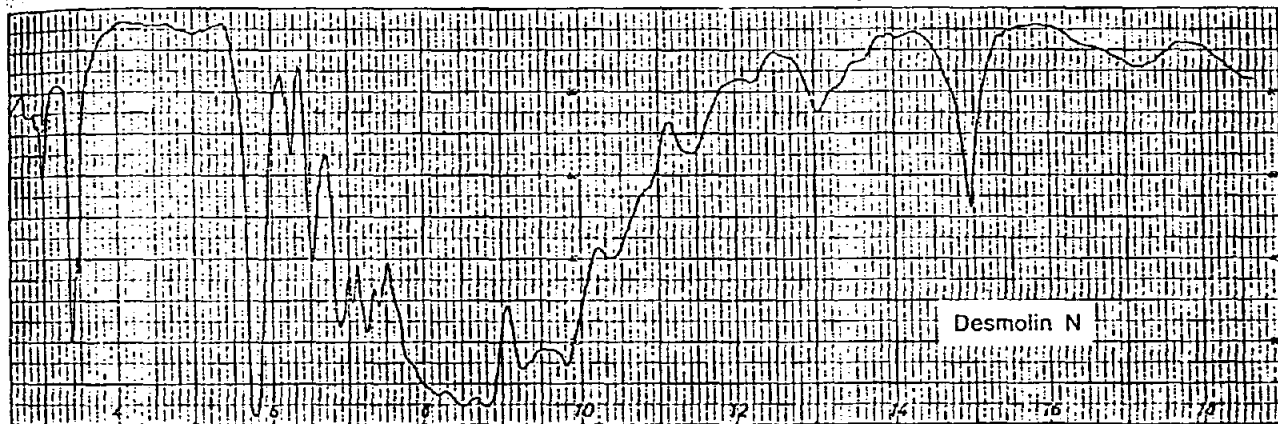
Sample name : residue	Measured on : 25/ 1/1999
Sample form : solid	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
Operator : songsak	File Name: NIR.137
	Path Name:D:\OPUS\MEAS



Hersteller: Bayer
 Zusammensetzung: Polyesterurethan
 Verwendung: für Kleber
 Präparation: Schicht aus Chloroformlösung
 Dezimalziffer: 8.75

Manufacturer: Bayer
 Composition: polyester-urethane
 Use: for adhesives
 Preparation: film from chloroform solution
 Decimal No.: 8.75

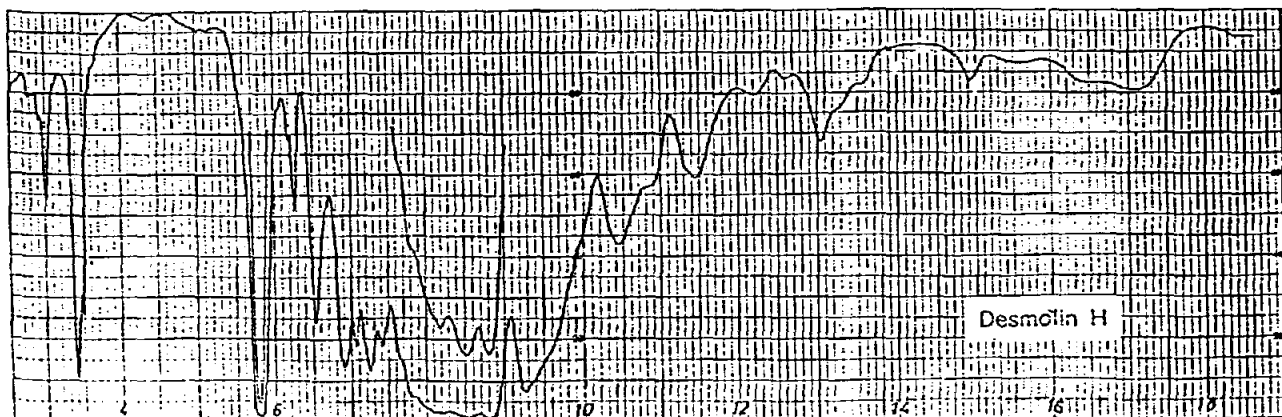
1333



Hersteller: Bayer
 Zusammensetzung: Polyesterurethan
 Verwendung: für die Beschichtung von Geweben aus Natur- und Chemiefasern
 Präparation: Schicht auf KBr-Scheibe (aus CHCl₃-Lösung)
 Dezimalziffer: 8.75

Manufacturer: Bayer
 Composition: polyester-urethane
 Use: for impregnations of textile fabrics
 Preparation: film on KBr disc (from CHCl₃ solution)
 Decimal No.: 8.75

1334

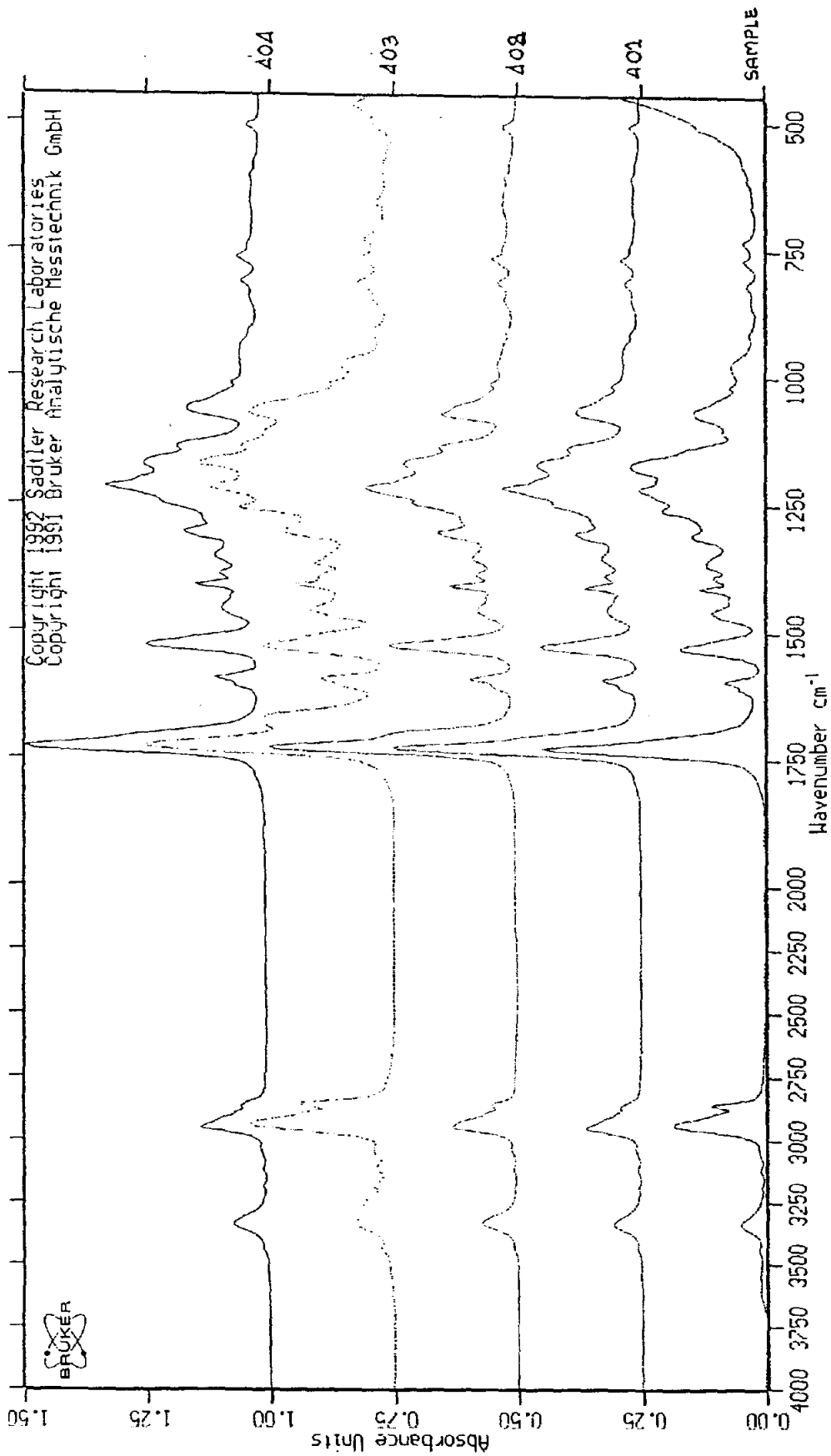


Hersteller: Bayer
 Zusammensetzung: Polyesterurethan
 Verwendung: Beschichtungsmasse für Textilien
 Präparation: Schicht auf KBr-Scheibe
 Dezimalziffer: 8.75

Manufacturer: Bayer
 Composition: polyester-urethane
 Use: for impregnations of textile fabrics
 Preparation: film on KBr disc
 Decimal No.: 8.75

1335

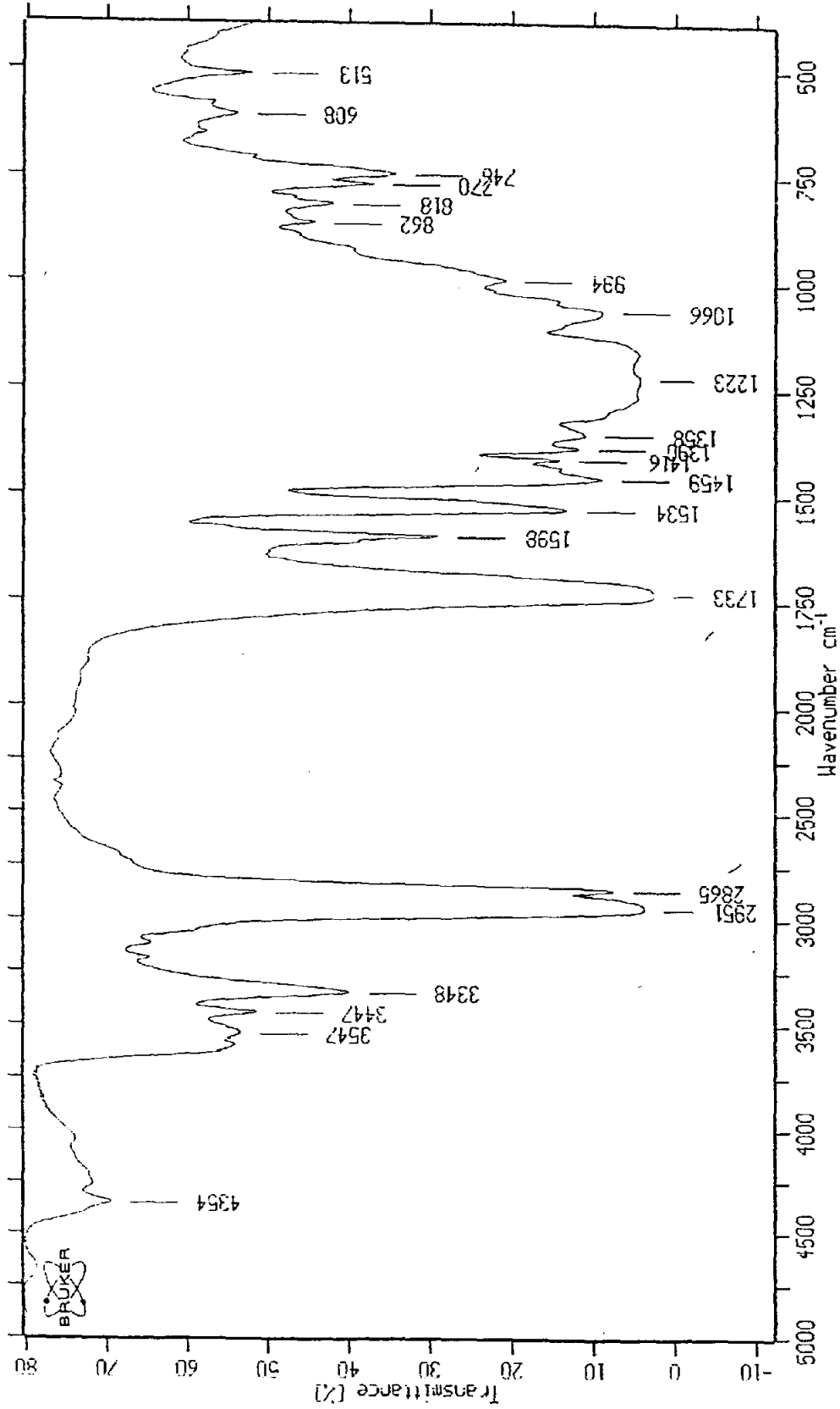
Department of Science Service



รูปที่ .11 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ poly (ester urethane) จากการทำ Library Search

Sample name : residue	Measured on : 25/ 1/1999
Sample form : solid	Resolution : 4.0
Operator : songsak	Instrument : JFS28 , Sample Scans : 12
	File Name: MIR.13?
	Path Name:D:\OPUS\MEAS

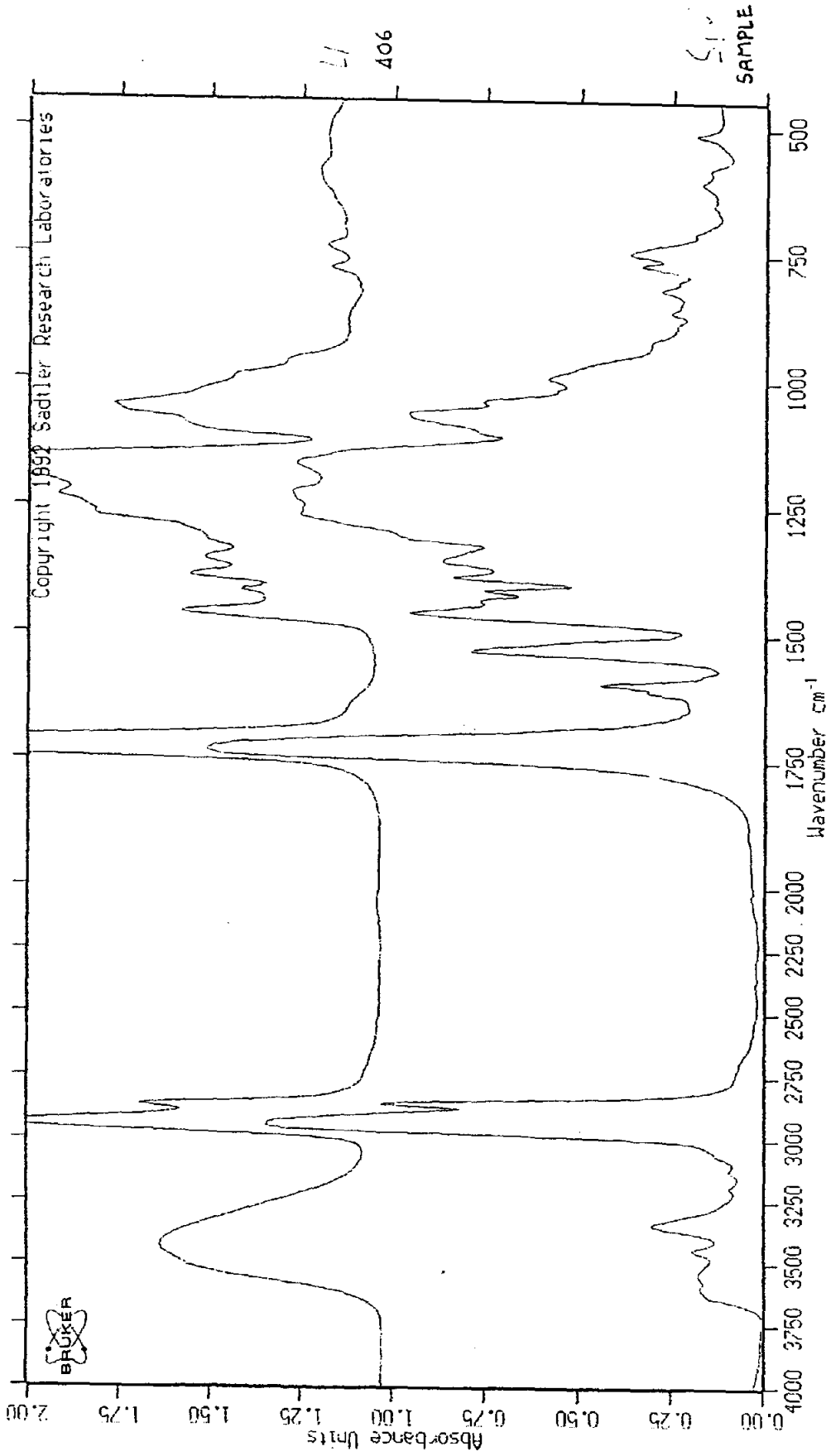
Department of Science Service



รูปที่ 12 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่ระเหยแห้ง หลังรีฟลักซ์

Sample name : reflux with EtOH	Measured on : 2 / 2 / 1999	
Sample form : OIL	Resolution : 4.0	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
Operator : SONGSAK	File Name: MIR.195	Path Name:D:\OPUS\MEAS

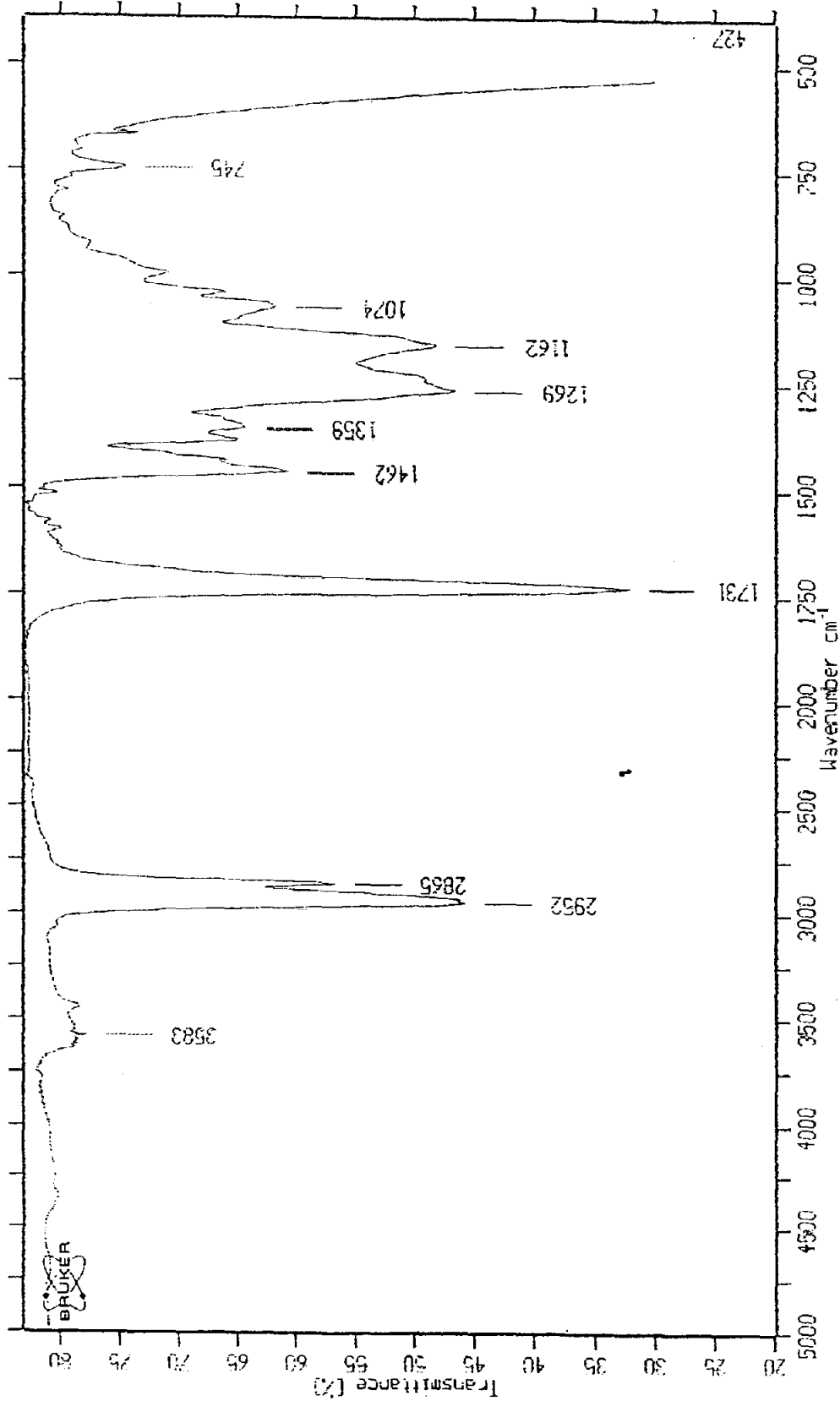
Department of Science Service



รูปที่ 13 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ poly (ester urethane) จากการทำ Library Search

Sample name : reflux with EtOH	Measured on : 2/ 2/1999
Sample form : Oil.	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
Operator : SONGSAK	File Name: MIR.195
	Path Name:D:\OPUS\MEAS

Department of Science Service

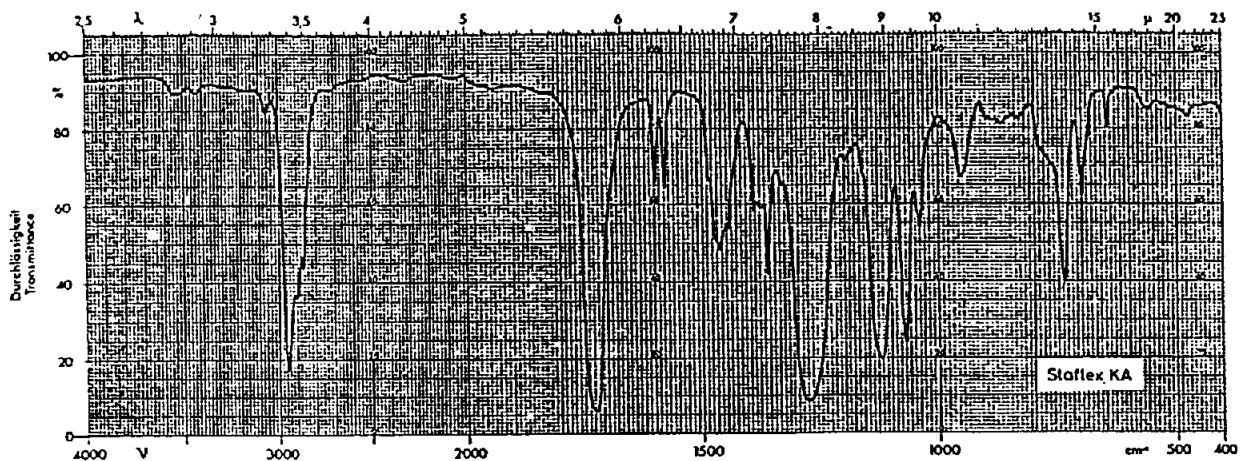


รูปที่ 14 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่สกัดด้วยเฮกเซน

Sample name : ext. HEXANE	Measured on : 5/ 2/1999
Sample form : oil	Resolution : 4.0
Operator : songsak	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
	Path Name:D:\OPUS\MEAS
	File Name: MIR.205

Weichmacher
 1. Aromat. Carbonsäureester
 1.2. Phthalsäurehaltige Polyester

Plasticizers
 1. Aromatic Carboxylic Acid Esters
 1.2. Phthalic Acid Polyesters



Verbindung: Phthalsäurepolyester

Formel: M.: ~ 530
 Handelsname: Staflex KA Herst.: Reichhold
 Präparation: Kapill. Film Dez. Nr.: 1.2.3

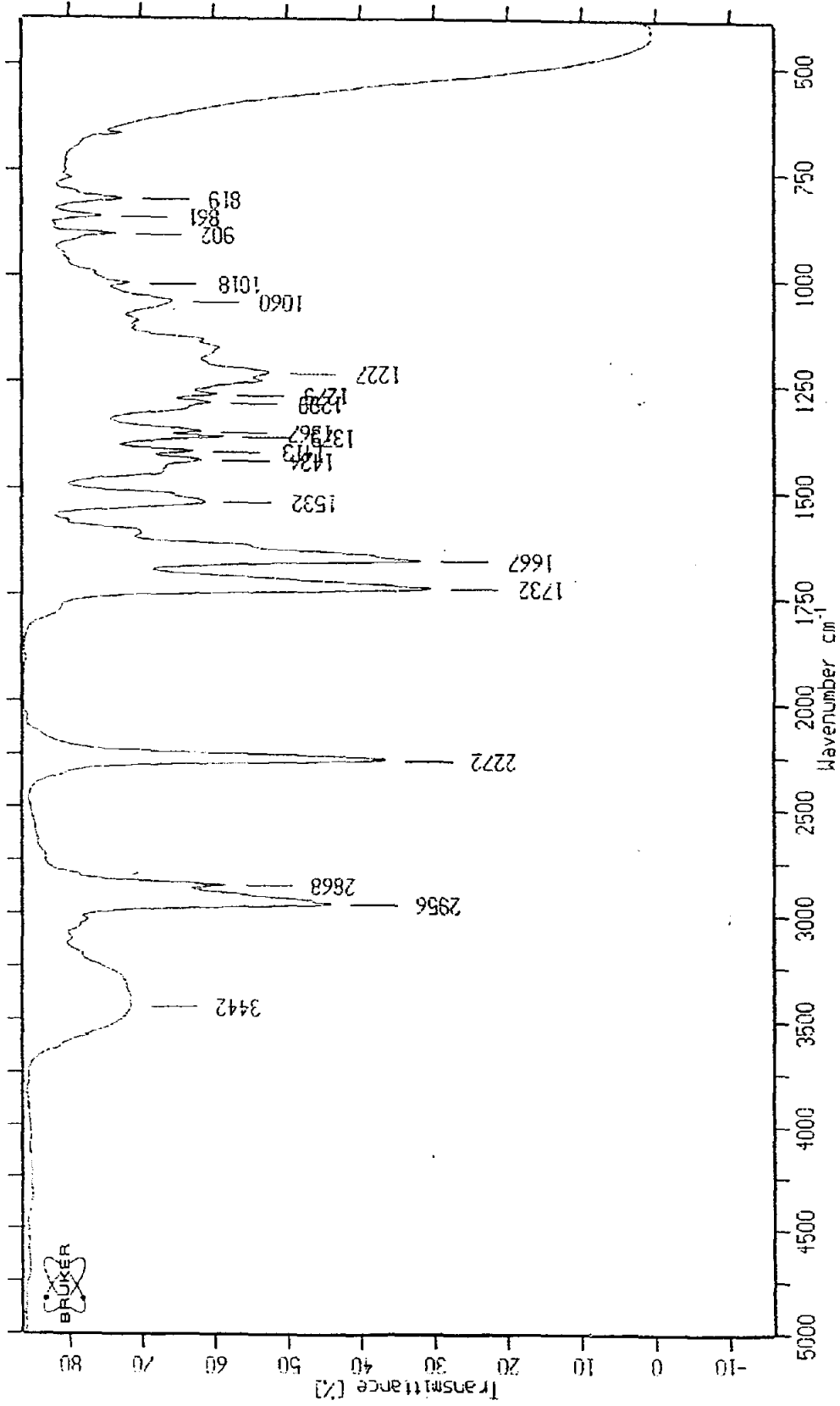
Compound: Phthalic acid polyester

Formula: M. w.: ~ 530
 Tradename: Staflex KA Manuf.: Reichhold
 Preparation: Capill. Film Dec. No.: 1.2.3

5034

รูปที่ 15 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard phthalic acid poly ester
 (HU 5036)

Department of Science Service

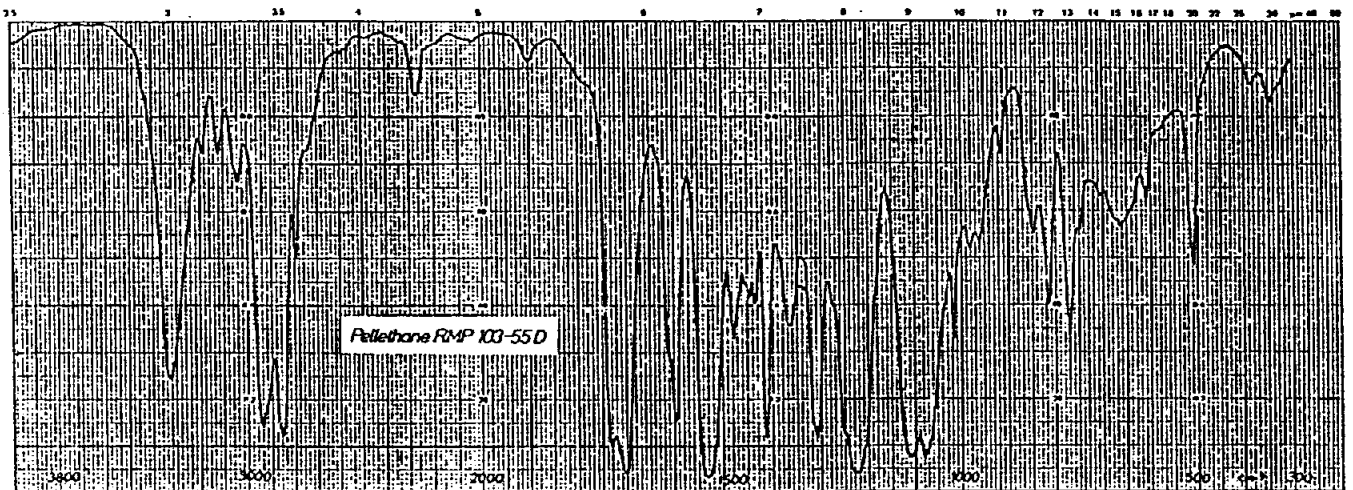


รูปที่ 16 อินฟราเรดสเปกตรัม ของการทำ pyrolysate

Sample name : pyrolyzate	Measured on : 5/ 2/1999
Sample form : oil	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
Operator : songsak	File Name: MIR.206
	Path Name:D:\OPUS\NEAS

114213121

2202



(1) Pelletone RMP 103-55 D

(3) Polyetherurethan auf Basis 4,4'-Diisocyanatodiphenylmethan und Poly(oxytetramethylen)

(4) farbloses, transparentes Granulat

(5) thermoplastisches, elastisches Material für Spritzguß

(6) Schmelzfilm (etwa 25 µm)

(7) PE 580 B, ADEX 1.11

(2) Upjohn Polymer (Europa) AG, St. Gallen

(3) poly(ether urethane) based on 4,4'-diisocyanato diphenylmethane and polyoxytetramethylene

(4) colorless, transparent granules

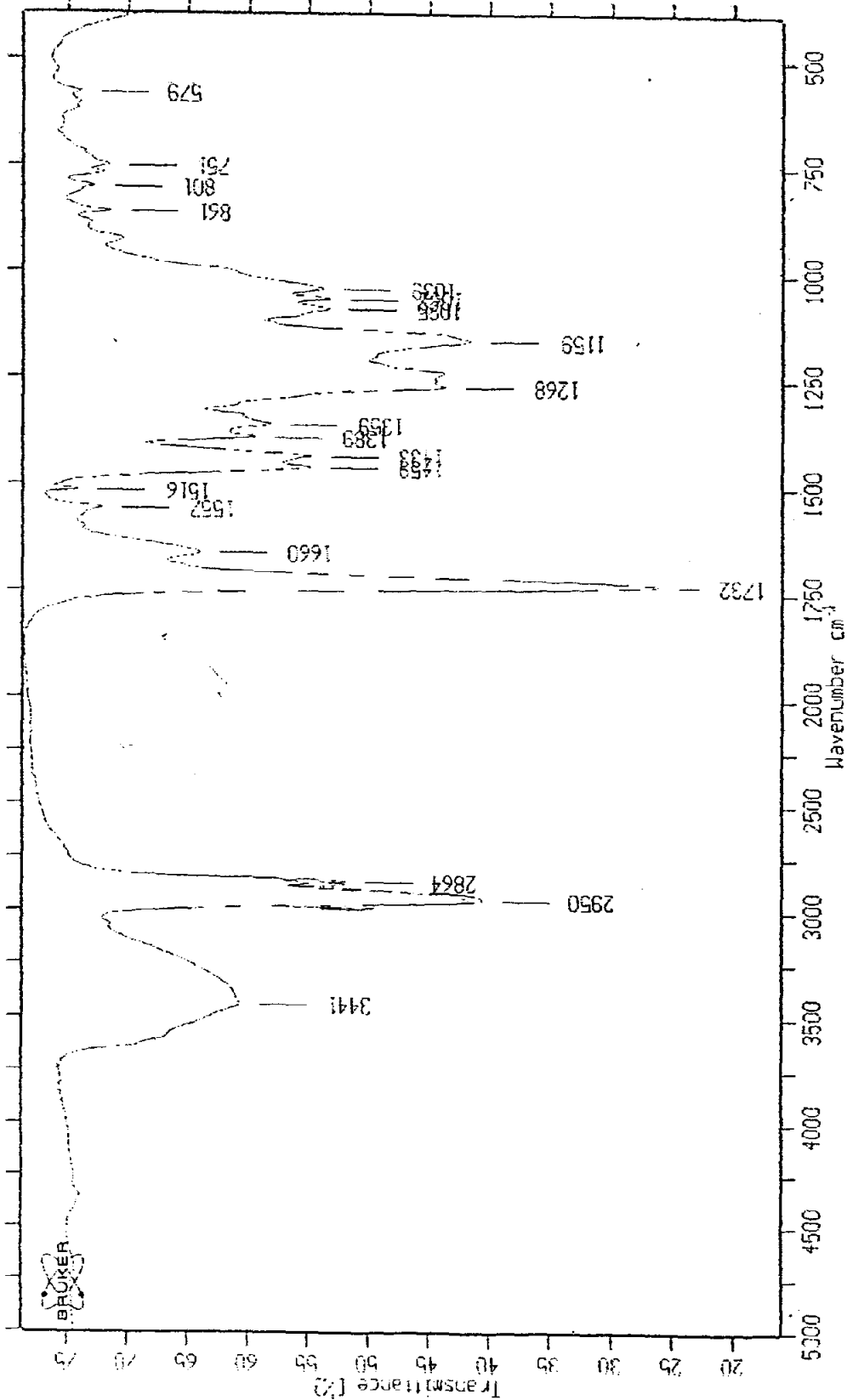
(5) thermoplastic, elastic material for injection moulding

(6) film from the melt (ca. 25 µm)

(7) PE 580 B, ADEX 1.11

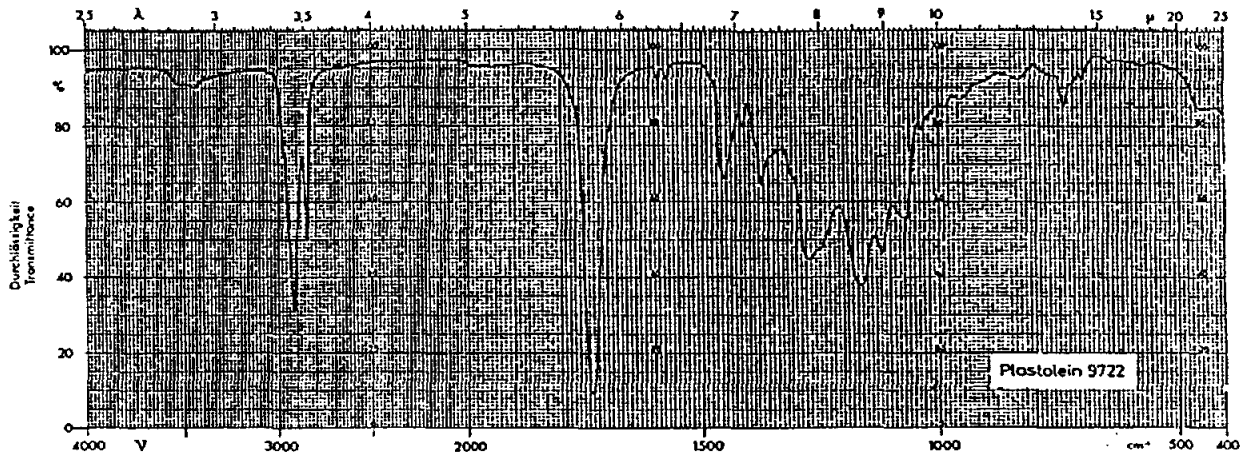
รูปที่ 17 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard poly ether urethane with,
isocyanate (HU 2202)

Department of Science Service



รูปที่ 18 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่เหลือจากการกลั่นสกัดด้วยเฮกเซน

Sample name : distill, residue, reflux hexane	Measured on : 17/ 3/1999
Sample form : oil	Instrument : JFS28 , Sample Scans : 12
User : songsak	File Name : MIR.437
	Path Name : D:\OPUS\MIRAS



Verbindung: Phthalsäurepolyester

Formel: M.: ~ 1000

Handelsname: Plastolein 9722 Herst.: Emery

Präparation: Kapill. Film Dez. Nr.: 1.2.4

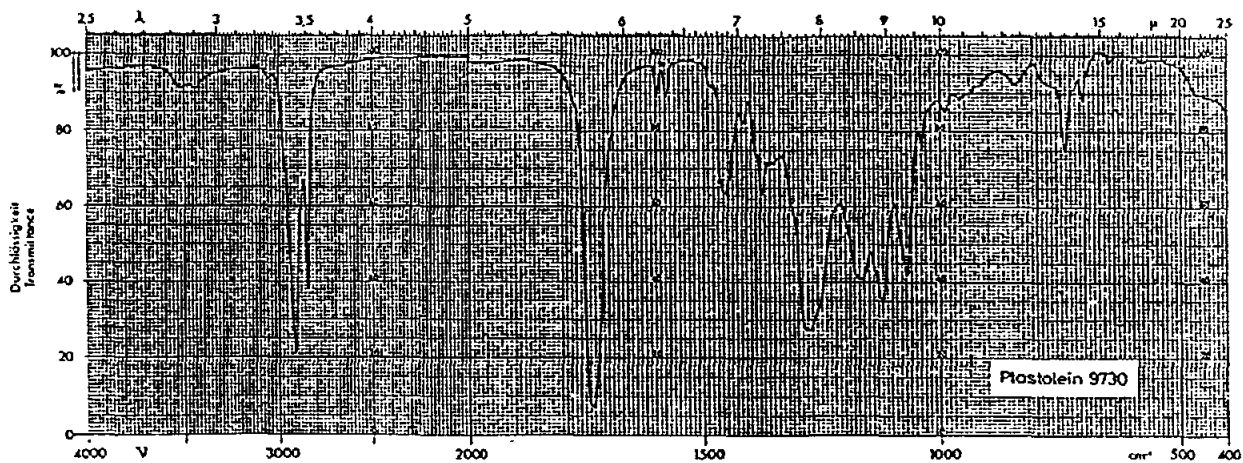
Compound: Phthalic acid polyester

Formula: M. w.: ~ 1000

Tradename: Plastolein 9722 Manuf.: Emery

Preparation: Capill. Film Dec. No.: 1.2.4

5037



Verbindung: Phthalsäurepolyester

Formel: M.: ~ 1100

Handelsname: Plastolein 9730 Dez. Nr.: Emery

Präparation: Kapill. Film Herst.: 1.2.5

Compound: Phthalic acid polyester

Formula: M. w.: ~ 1100

Tradename: Plastolein 9730 Manuf.: Emery

Preparation: Capill. Film Dec. No.: 1.2.5

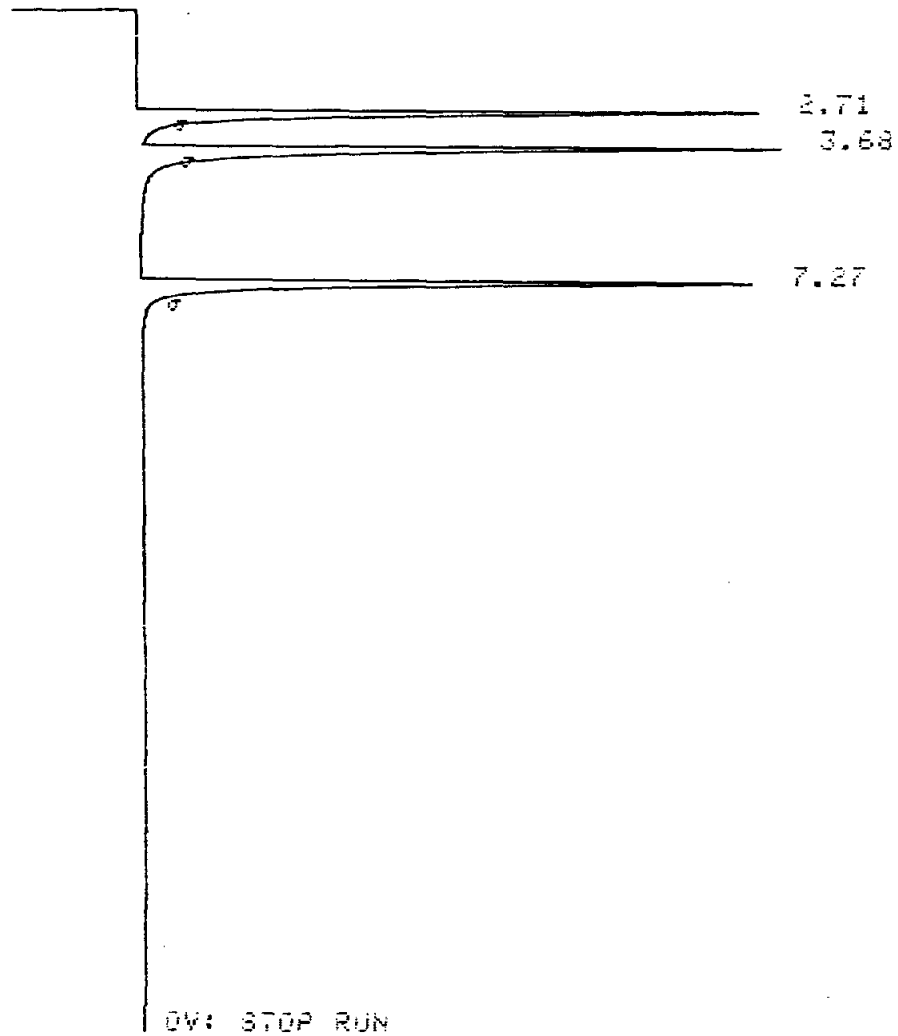
5038

รูปที่ 19 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard phthalic acid poly ester (HU 5037-8)

ภาคผนวก ค

SYSTEM TEST 7.11.1998 14.00

SAMPLE



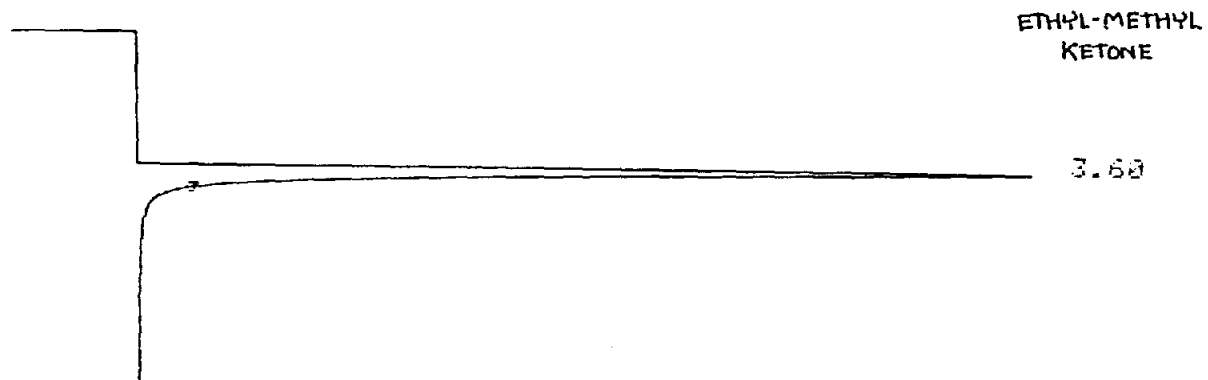
【OP】 3888P MANUAL INJECTION @ 09:55 FEB 3, 1999
 AREA %

RT	AREA	TYPE	AREA %
2.71	2585.88	SV	30.232
3.68	3014.61	SV	35.246
7.27	2952.65	SH	34.522

TOTAL AREA = 8553.06

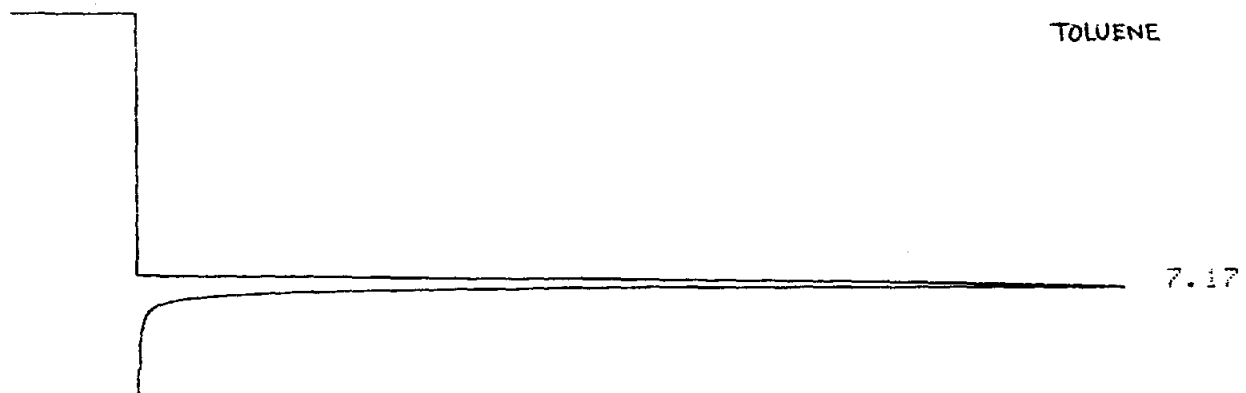
รูปที่ 20 โครมาโทแกรม ของ ตัวอย่างที่กลั่นได้ มี 3 peak

OVEN TEMP FINAL TIME 10



OUT OF PAPER

DATA 5880A MANUAL INJECTION @ 11:17 FEB 3, 1999
EXIT

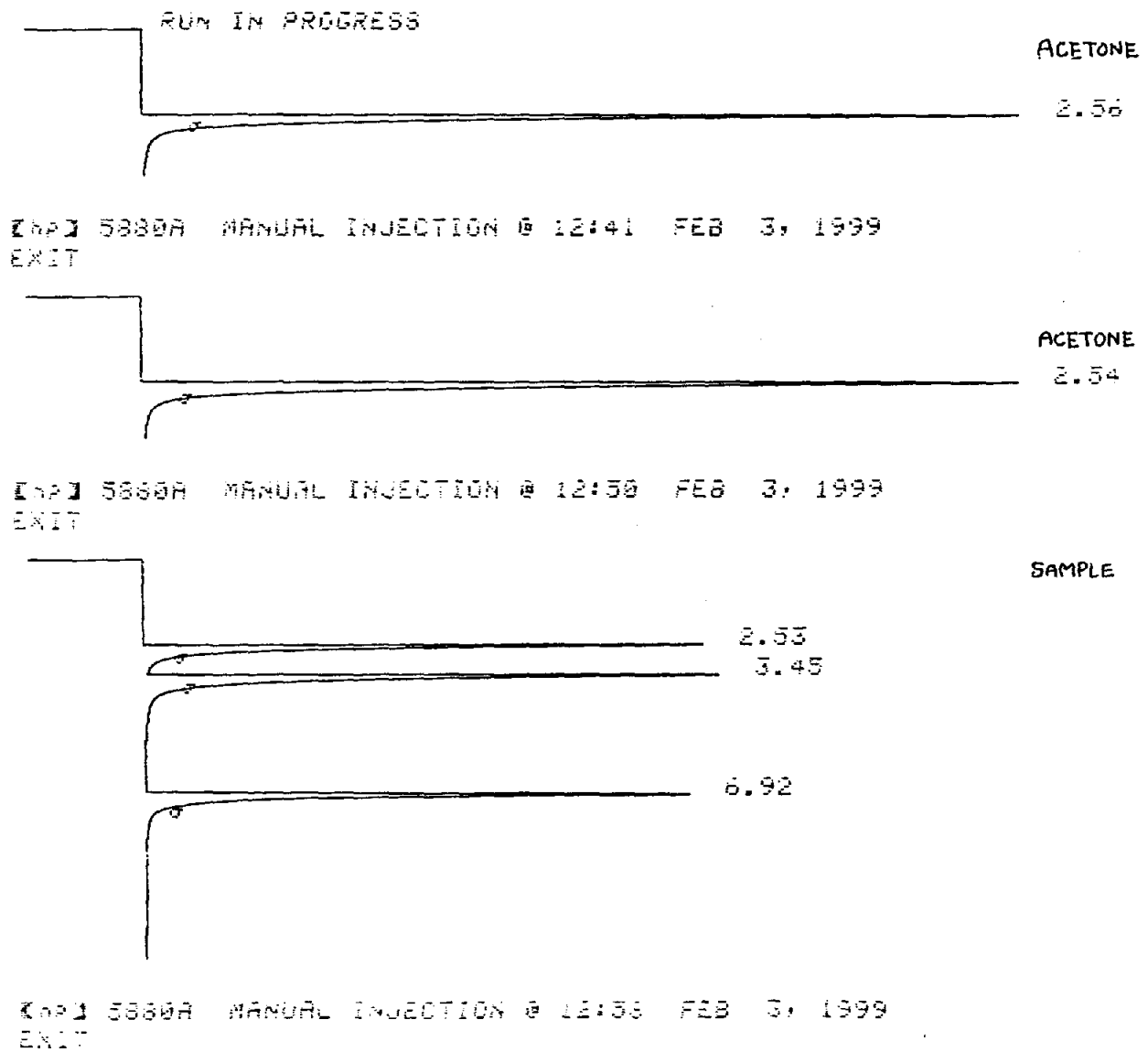


DATA 5880A MANUAL INJECTION @ 11:31 FEB 3, 1999
AREA %

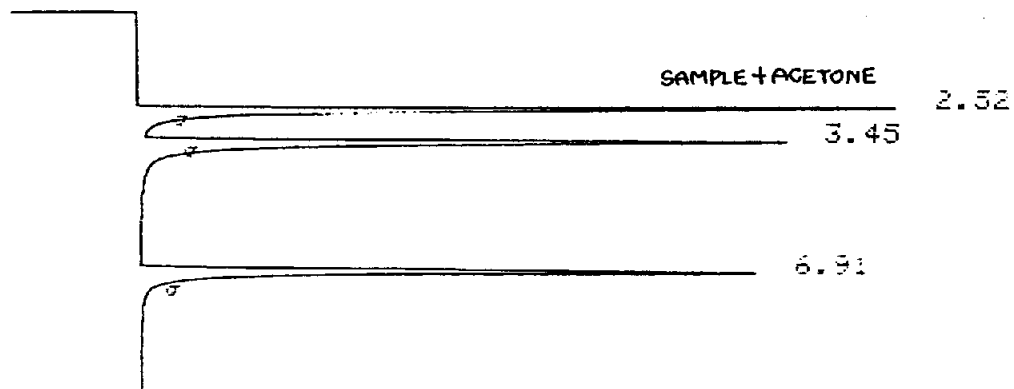
RT	AREA	TYPE	AREA %
7.17	6900.55	SS	100.000

TOTAL AREA = 6900.55
MULTIPLIER = 1

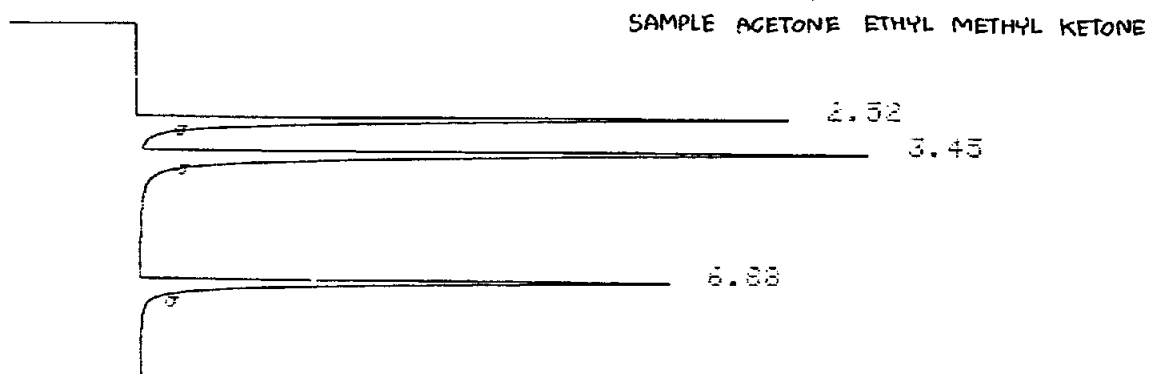
รูปที่ 21 โครมาโทแกรม ของ ethyl methyl ketone และ toluene



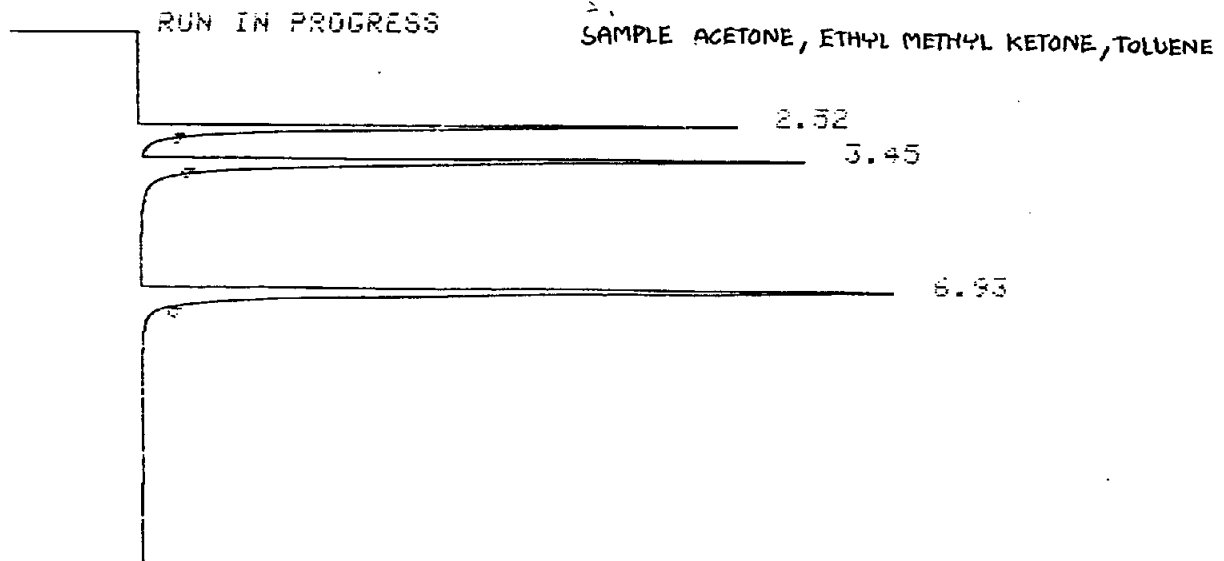
รูปที่ 22 โครมาโทแกรม ของ acetone และ ของตัวอย่าง



【59】 5888A MANUAL INJECTION @ 13:15 FEB 3, 1999
EXIT



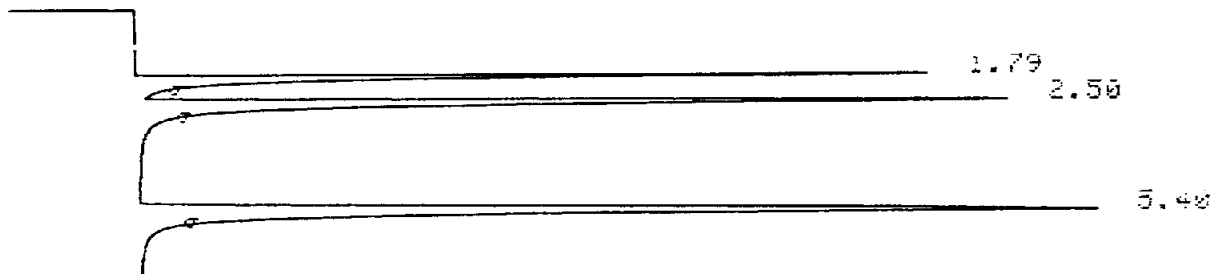
【60】 5888A MANUAL INJECTION @ 13:30 FEB 3, 1999
EXIT



【61】 5888A MANUAL INJECTION @ 13:45 FEB 3, 1999

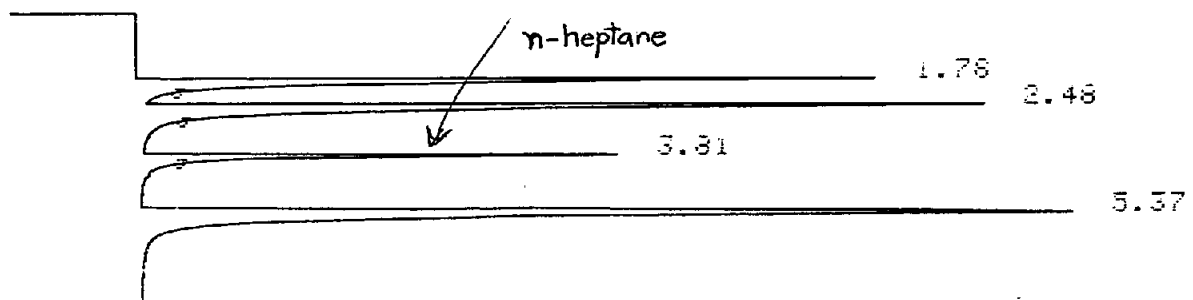
รูปที่ 23 โครมาโทแกรม ของ acetone, ethyl methyl ketone และ
Toluene เดิมลงในตัวอย่าง

SAMPLE



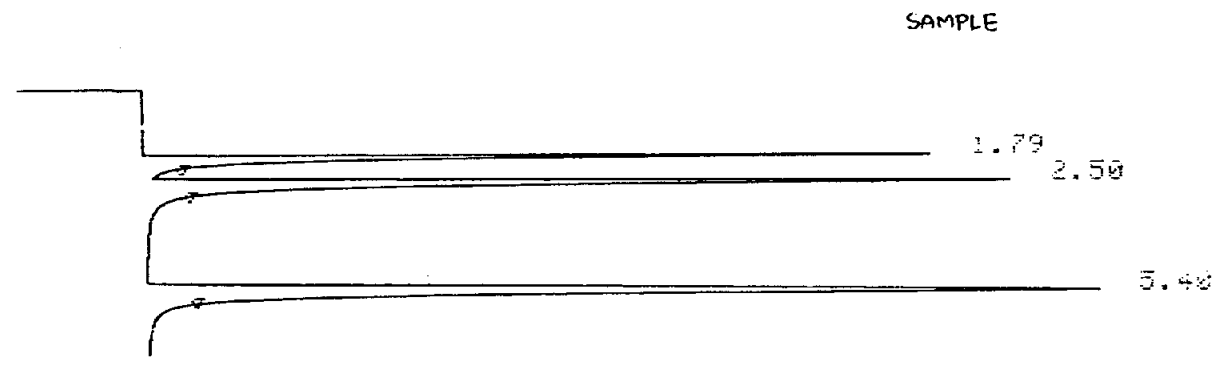
INP] 5880A MANUAL INJECTION @ 10:11 MAR 5, 1999
EXIT

SAMPLE, n-heptane

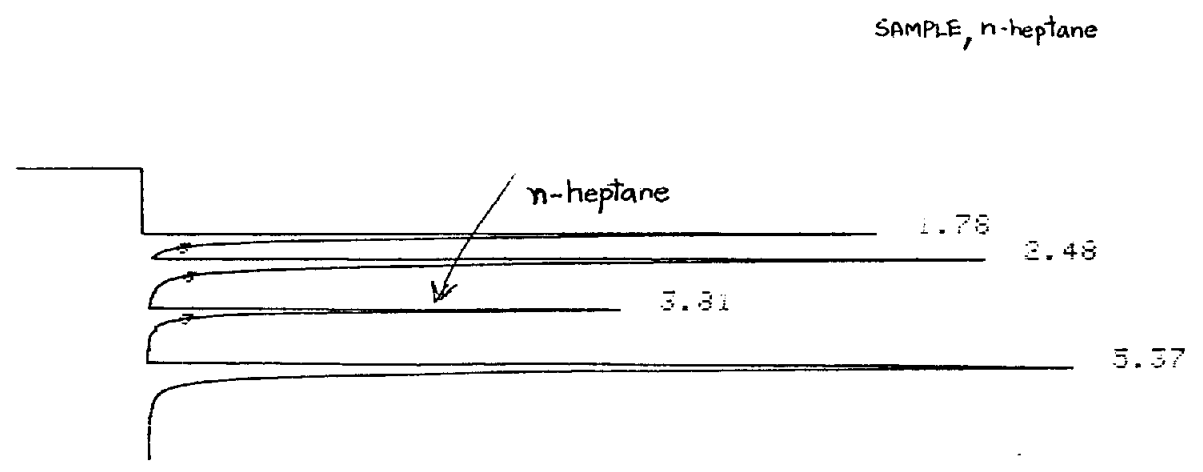


INP] 5880A MANUAL INJECTION @ 10:24 MAR 5, 1999
EXIT

รูปที่ 24 โครมาโทแกรม ของ ตัวอย่าง และ n-heptane

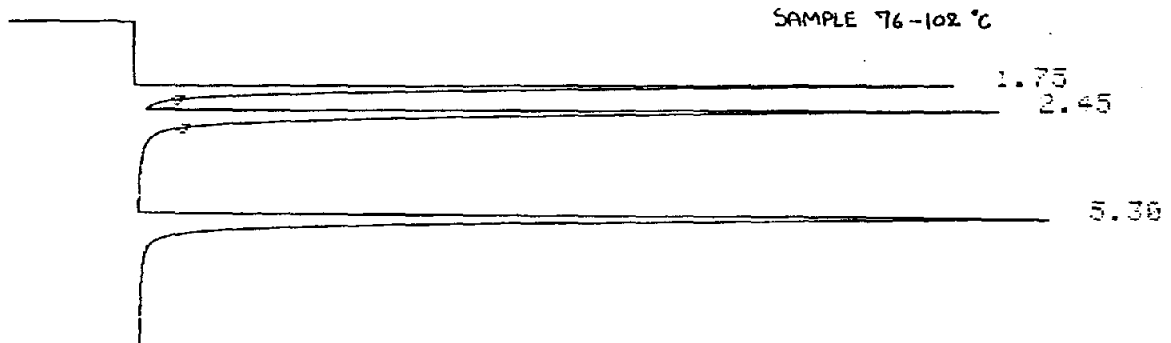


[HP] 5880A MANUAL INJECTION @ 10:11 MAR 5, 1999
EXIT



[HP] 5880A MANUAL INJECTION @ 10:24 MAR 5, 1999
EXIT

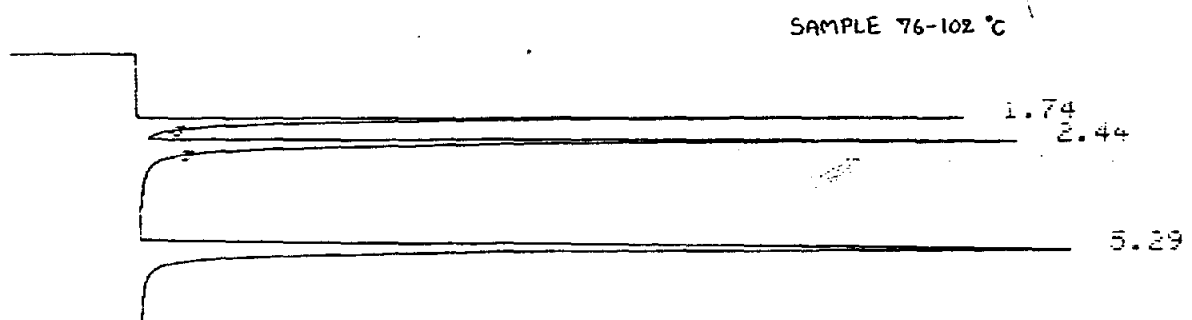
รูปที่ 24 โครมาโทแกรม ของ ตัวอย่าง และ n-heptane



Exp 5880A MANUAL INJECTION @ 11:14 MAR 5, 1999
AREA %

RT	AREA	TYPE	AREA %
1.75	2868.66	SV	25.443
2.45	3656.21	SV	32.428
5.36	4759.15	SB	42.138

TOTAL AREA = 11275.00
MULTIPLIER = 1

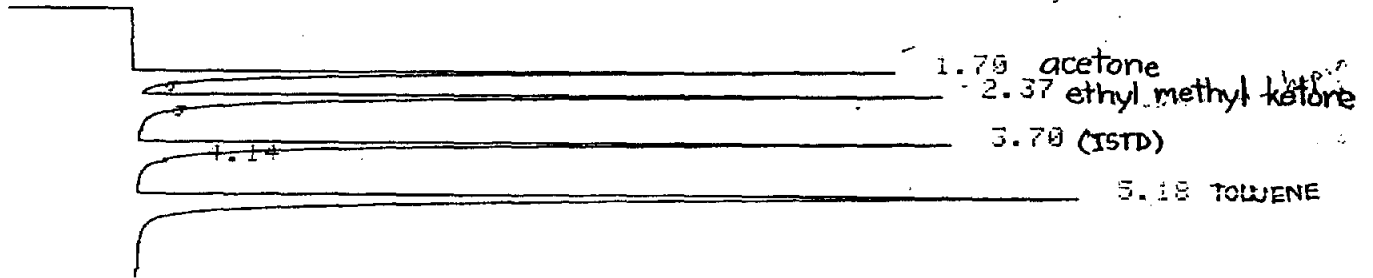


Exp 5880A MANUAL INJECTION @ 11:28 MAR 5, 1999
AREA %

RT	AREA	TYPE	AREA %
1.74	2902.64	SV	25.164
2.44	3782.48	SV	32.792
5.29	4849.60	SB	42.043

TOTAL AREA = 11534.70
MULTIPLIER = 1

รูปที่ 25 โครมาโทแกรม ของ ตัวอย่างที่กลั่นได้ 76-102 องศาเซลเซียส



[Cap] 5880A MANUAL INJECTION @ 13:41 MAR 5, 1999
 AREA %

RT	AREA	TYPE	AREA %	
1.70	2335.30	SV	17.611	acetone
2.37	3091.11	SV	23.311	ethyl methyl ketone
3.70	2961.73	SV	22.335	
4.14	55.63	VB	0.419	
5.18	4816.42	SB	36.322	TOLUENE

TOTAL AREA = 13260.20
 MULTIPLIER = 1

CALIB
 CALIB AREA OR HEIGHT (1=HEIGHT)? 2

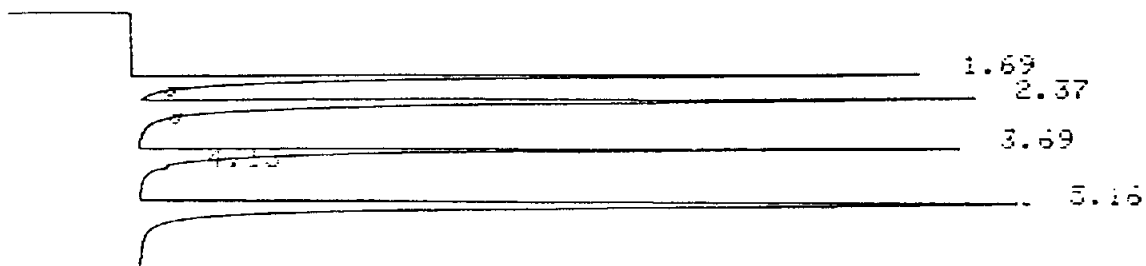
CAL	RT	AMT	REF	NAME
1	1.698	: 250	:	: A
2	2.369	: 320	:	: B
3	3.697	: 300	: ISTD	: C
4	4.140	:	:	:
4	5.177	: 420	:	: D

- 0 MULTIPLIER = 1 :
- 1 REF WINDOW = 5% :
- 2 NON-REF WINDOW = 5% :
- 3 UNCAL RF = 0 :
- 4 HOLDING
- :
- 5 SAMPLE AMT = 0 : 10000
- 6 ISTD 1 AMT = 0 : 300

ISTD *

รูปที่ 26 โคจรมาโทแกรม ของ internal standard (ISTD)

SAMPLE 1

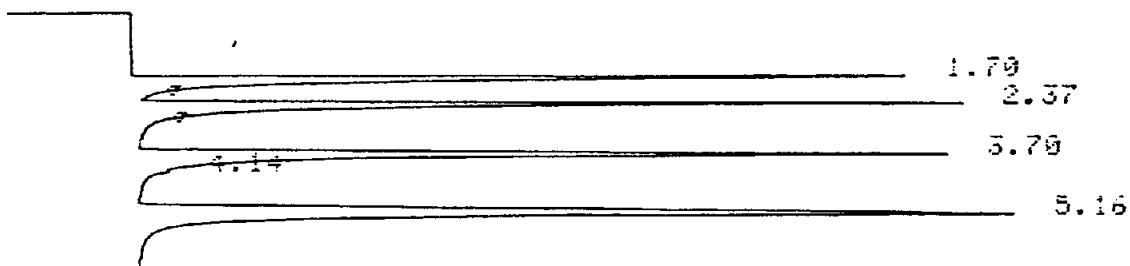


[199] 5889A MANUAL INJECTION @ 13:55 MAR 5, 1999
 ISTD X

RT	AREA	TYPE	CAL	AMOUNT	NAME
1.69	2595.60	SV	1	2.754	A
2.37	3312.22	SV	2	3.399	B
3.69	2988.16	SV	3	ISTD 1	C
5.16	4285.51	SS	4	3.652	D

MULTIPLIER = 1
 SAMPLE AMOUNT = 10000
 ISTD 1 AMT = 300

SAMPLE 2



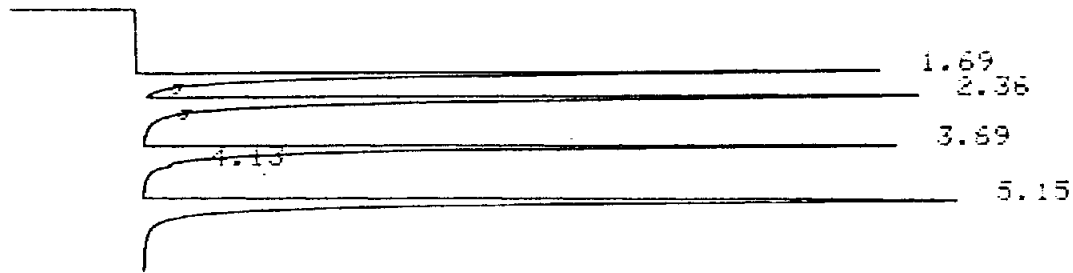
[199] 5889A MANUAL INJECTION @ 14:06 MAR 5, 1999
 ISTD X

RT	AREA	TYPE	CAL	AMOUNT	NAME
1.70	2615.26	SV	1	2.728	A
2.37	3346.25	SV	2	3.375	B
3.70	3049.61	SV	3	ISTD 1	C
5.16	4314.64	SS	4	3.660	D

MULTIPLIER = 1
 SAMPLE AMOUNT = 10000
 ISTD 1 AMT = 300

รูปที่ 27 โครมาโทแกรม ของ ตัวอย่างที่หาปริมาณโดย (ISTD) ซัดครั้งที่ 1,2,

SAMPLE 3

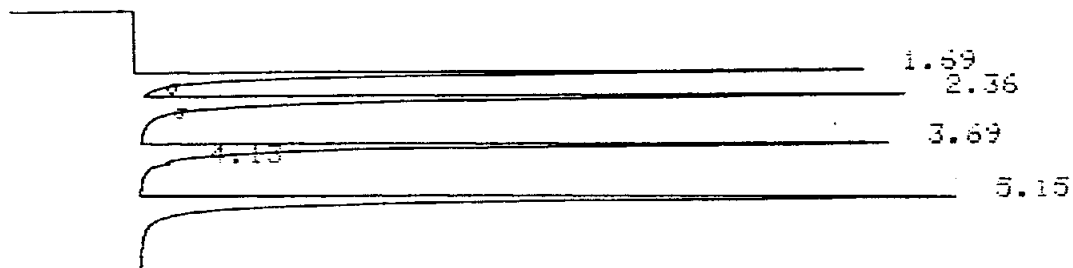


INP1 5880A MANUAL INJECTION @ 14:18 MAR 5, 1999
 ISTD X

RT	AREA	TYPE	CAL	AMOUNT	NAME
1.69	2488.87	BV	1	2.846	A
2.36	3096.01	BV	2	3.423	B
3.69	2773.22	BV	3	ISTD 1	C
5.15	3851.77	BB	4	3.587	D

MULTIPLIER = 1
 SAMPLE AMOUNT = 10000
 ISTD 1 AMT = 300

SAMPLE A



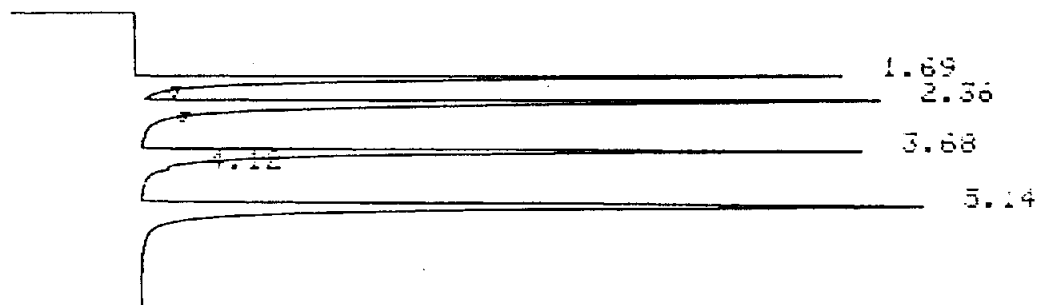
INP1 5880A MANUAL INJECTION @ 14:29 MAR 5, 1999
 ISTD X

RT	AREA	TYPE	CAL	AMOUNT	NAME
1.69	2442.47	BV	1	2.790	A
2.36	3086.36	BV	2	3.409	B
3.69	2775.57	BV	3	ISTD 1	C
5.15	3967.97	BB	4	3.691	D

MULTIPLIER = 1
 SAMPLE AMOUNT = 10000
 ISTD 1 AMT = 300

รูปที่ 28 โครมาโทแกรม ของ ตัวอย่างที่หาปริมาณโดย (ISTD) จัดครั้งที่ 3,4.

SAMPLE 5

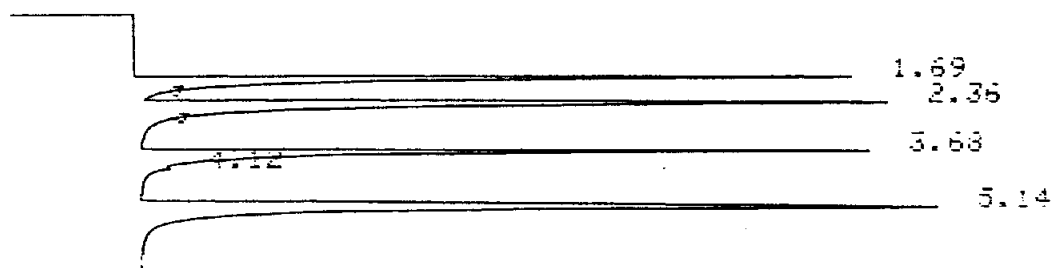


[Inj] 5888A MANUAL INJECTION @ 14:41 MAR 5, 1999
 ISTD %

RT	AREA	TYPE	CAL	AMOUNT	NAME
1.69	2382.81	SV	1	2.839	A
2.36	2965.86	SV	2	3.418	B
3.68	2668.84	SV	3	ISTD 1	C
5.14	3752.47	SS	4	3.642	D

MULTIPLIER = 1
 SAMPLE AMOUNT = 10000
 ISTD 1 AMT = 300

SAMPLE 6



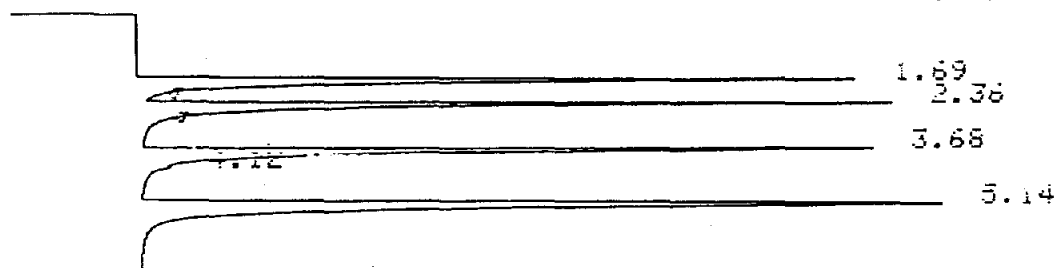
[Inj] 5888A MANUAL INJECTION @ 14:55 MAR 5, 1999
 ISTD %

RT	AREA	TYPE	CAL	AMOUNT	NAME
1.69	2374.24	SV	1	2.756	A
2.36	3026.44	SV	2	3.397	B
3.68	2731.96	SV	3	ISTD 1	C
5.14	3598.24	SS	4	3.482	D

MULTIPLIER = 1
 SAMPLE AMOUNT = 10000
 ISTD 1 AMT = 300

รูปที่ 29 โครมาโทแกรม ของ ตัวอย่างที่หาปริมาณโดย (ISTD) ซัดครั้งที่ 5,6.

SAMPLE 7

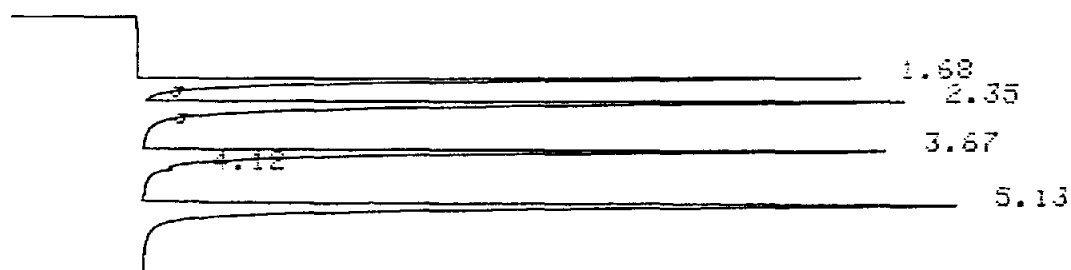


INP] 5880A MANUAL INJECTION @ 15:10 MAR 5, 1999
 ISTD %

RT	AREA	TYPE	CAL	AMOUNT	NAME
1.69	2415.49	SV	1	2.776	A
2.36	3047.39	SV	2	3.387	B
3.68	2758.45	SV	3	ISTD 1	C
5.14	3939.78	SS	4	3.689	D

MULTIPLIER = 1
 SAMPLE AMOUNT = 10000
 ISTD 1 AMT = 300

SAMPLE 8



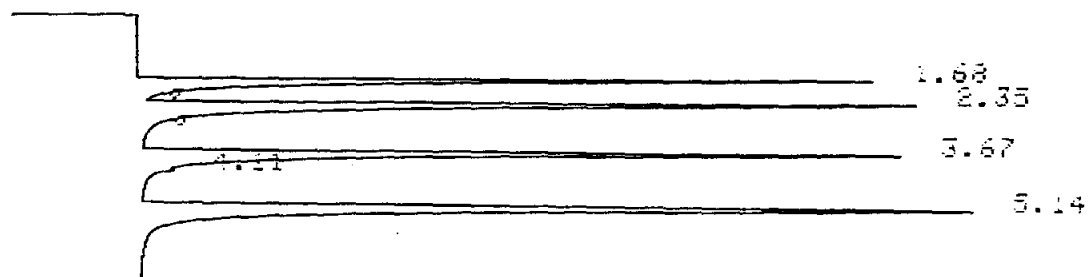
INP] 5880A MANUAL INJECTION @ 15:22 MAR 5, 1999
 ISTD %

RT	AREA	TYPE	CAL	AMOUNT	NAME
1.68	2417.82	SV	1	2.758	A
2.35	3089.47	SV	2	3.408	B
3.67	2779.82	SV	3	ISTD 1	C
5.13	4013.30	SS	4	3.729	D

MULTIPLIER = 1
 SAMPLE AMOUNT = 10000
 ISTD 1 AMT = 300

รูปที่ 130 โคโรนาโทแกรม ของ ตัวอย่างที่หาปริมาณโดย (ISTD) ซึ่ครั้งที่ 7,8.

SAMPLE 9

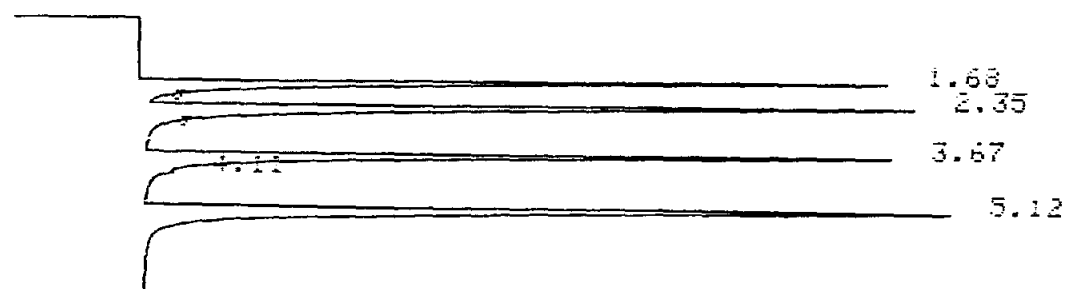


062] 5888A MANUAL INJECTION @ 15:34 MAR 5, 1999
 ISTD %

RT	AREA	TYPE	CAL	AMOUNT	NAME
1.68	2477.36	SV	1	2.760	A
2.35	3179.49	SV	2	3.425	B
3.67	2846.33	SV	3	ISTD 1	C
5.14	4107.92	SB	4	3.727	D

MULTIPLIER = 1
 SAMPLE AMOUNT = 10000
 ISTD 1 AMT = 300

SAMPLE 10



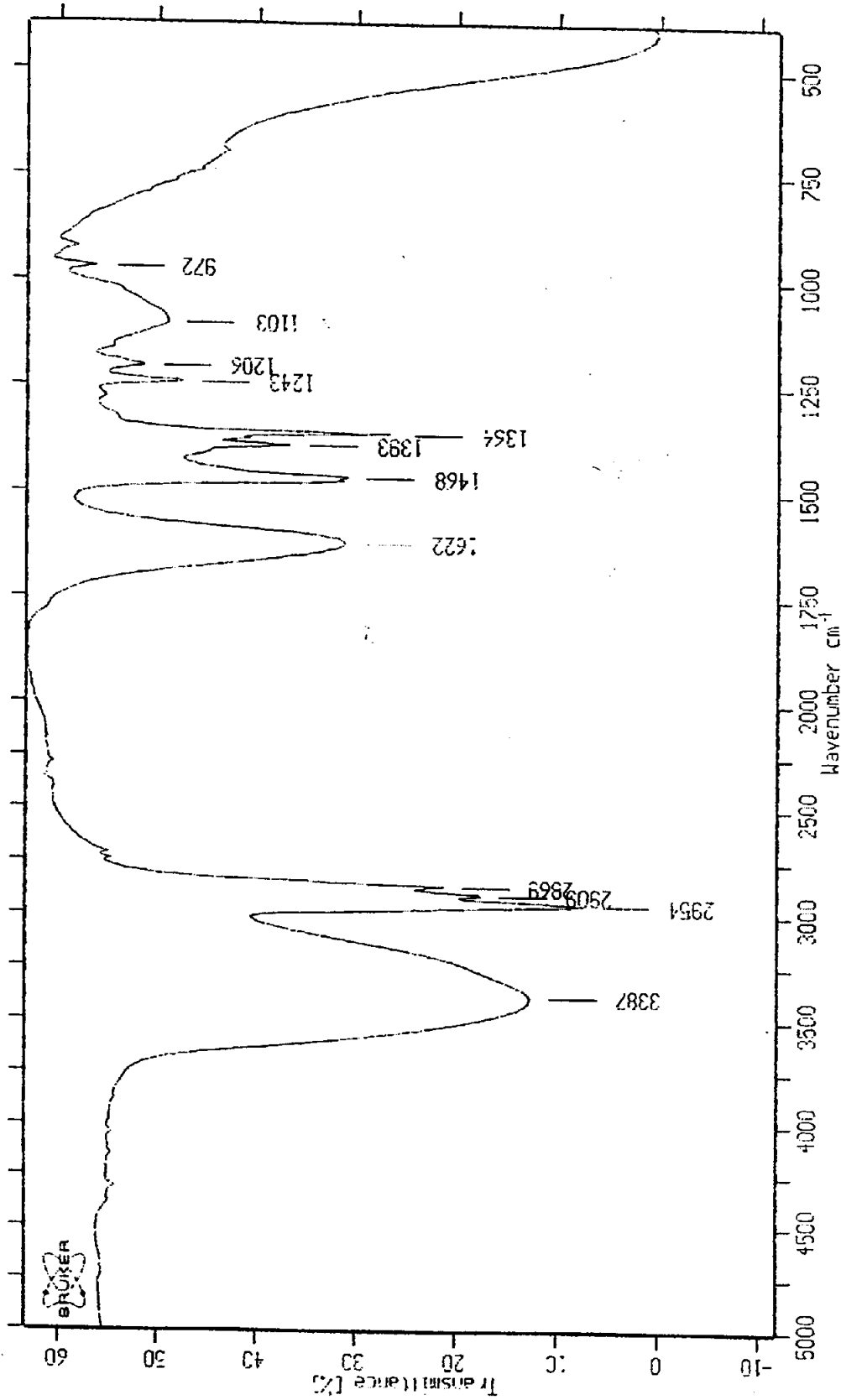
062] 5888A MANUAL INJECTION @ 15:46 MAR 5, 1999
 ISTD %

RT	AREA	TYPE	CAL	AMOUNT	NAME
1.68	2451.57	SV	1	2.842	A
2.35	3068.90	SV	2	3.441	B
3.67	2734.59	SV	3	ISTD 1	C
5.12	3809.66	SB	4	3.598	D

MULTIPLIER = 1
 SAMPLE AMOUNT = 10000
 ISTD 1 AMT = 300

รูปที่ 31 โครมาโทแกรม ของ ตัวอย่างที่หาปริมาณโดย (ISTD) ซัดครั้งที่ 9,10

Department of Science Service

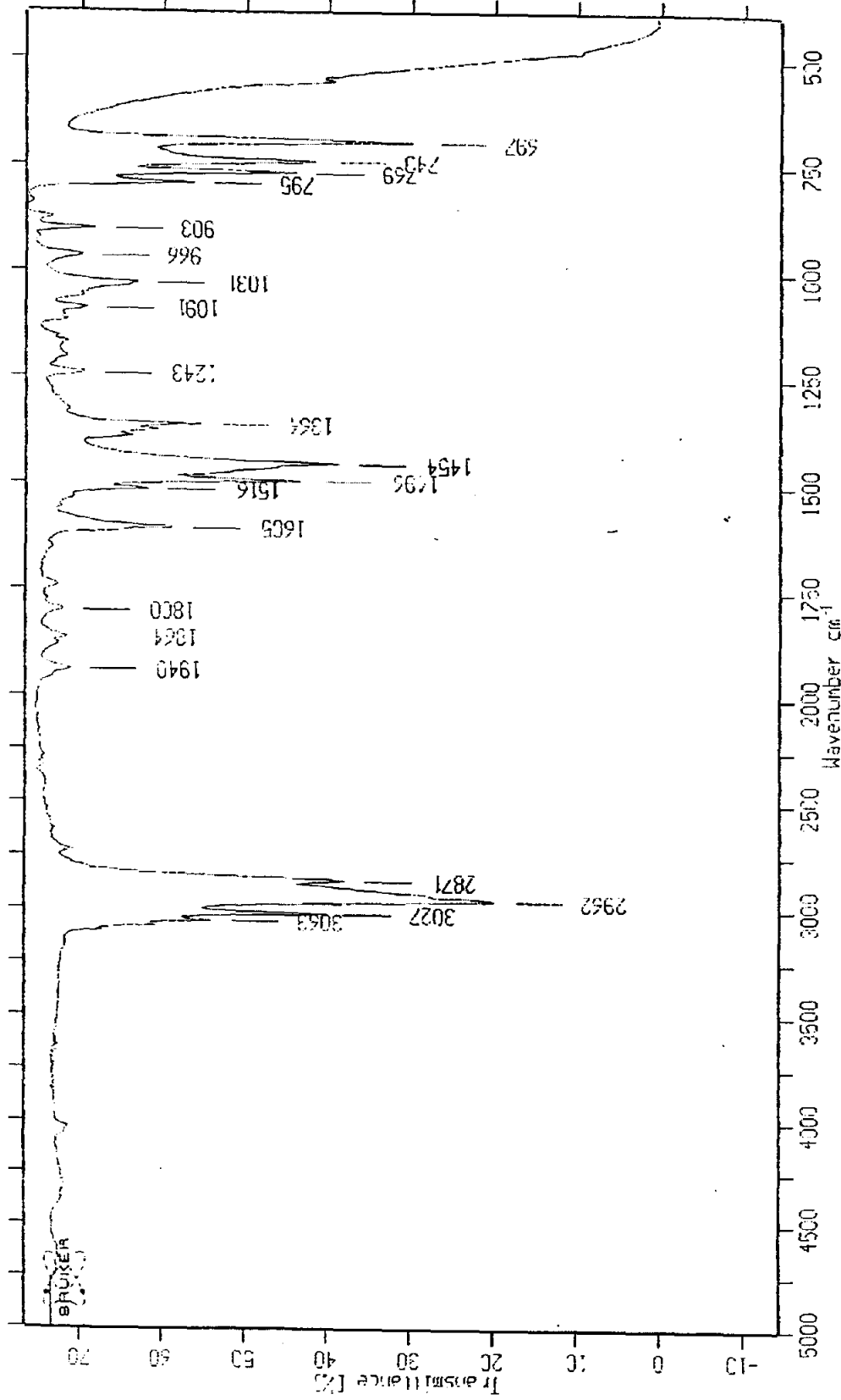


ภาคผนวก ง

รูปที่ 32 อินฟราเรดสเปกตรัม ส่วนที่เหลือจากกรอกถั

Sample name : IT 231 residue, distill	Measured on : 21/ 9/1998
Sample form : oil	Resolution : 4.0
Operator : songsak	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
	File Name: MIR.666
	Path Name:D:\OPUS\MEAS

Department of Science Service



รูปที่ 33 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่กลั่นได้ 135 - 150 องศาเซลเซียส

Sample name : distillate, distill 1	Measured on : 23/ 9/1998	
Sample form : liquid	Resolution : 4.0	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
Operator : songsak	File Name: MIR_686	Path Name: Dr:\OPUS\NEAS

E1250-8 CAS [100-41-4]
Ethylbenzene

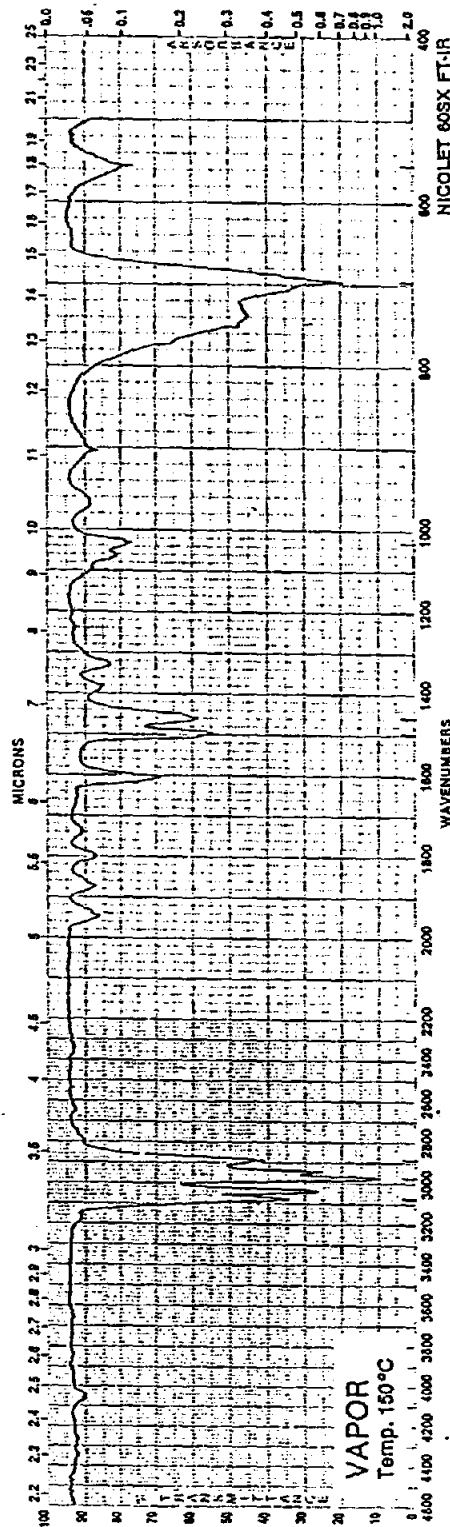
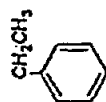
FW 106.17
mp -85°C
bp 138°C

d 0.867
Fp 72°F
n_D 1.4852

FT-IR I, 1931C
IR III, 561C
NMR II, 1,739C

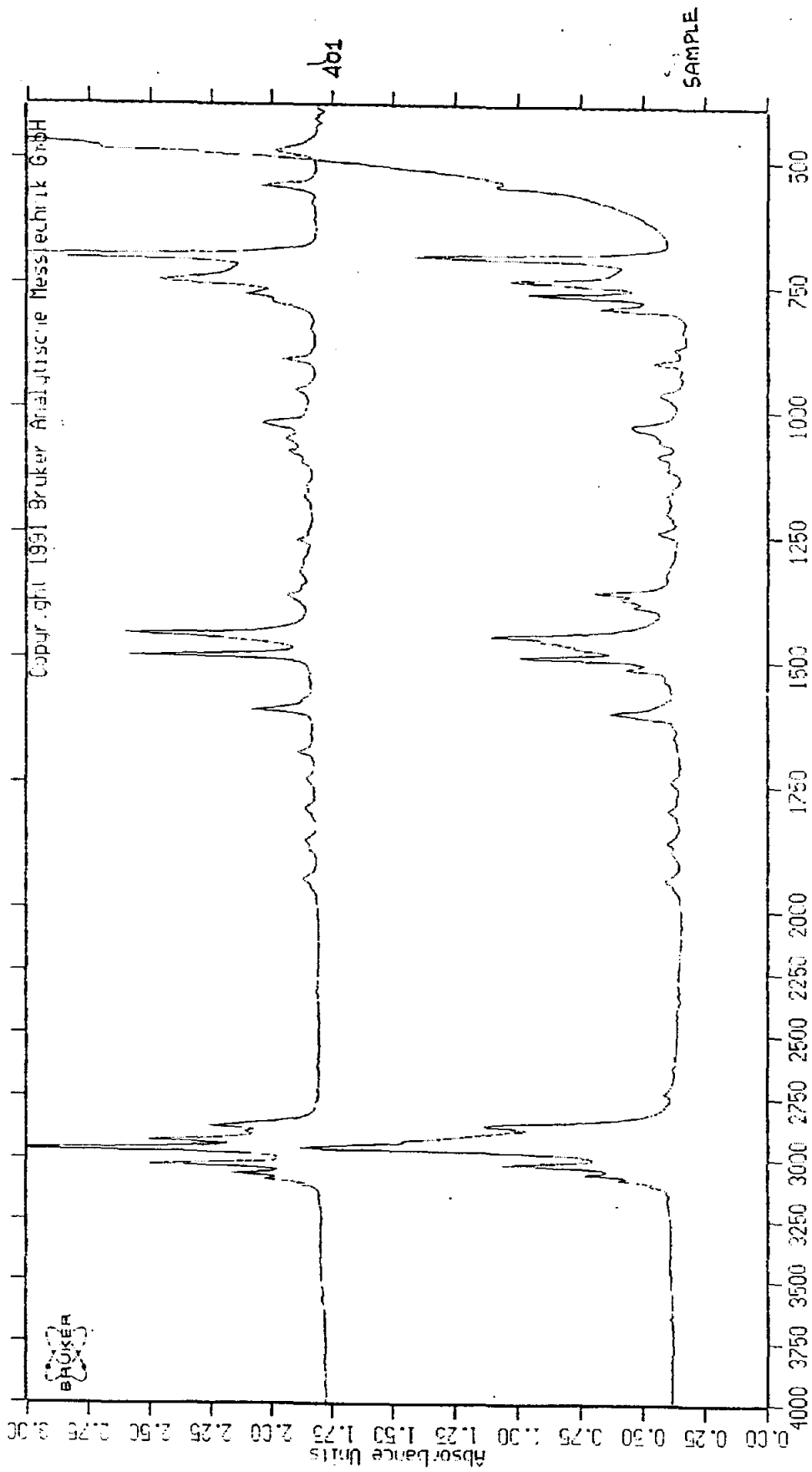
3074.6 1604.4 1031.6
2974.6 1498.7 697.4
2886.4 1459.4 555.7

C



รูปที่ 34 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard ethylbenzene (Ald. 849 c)

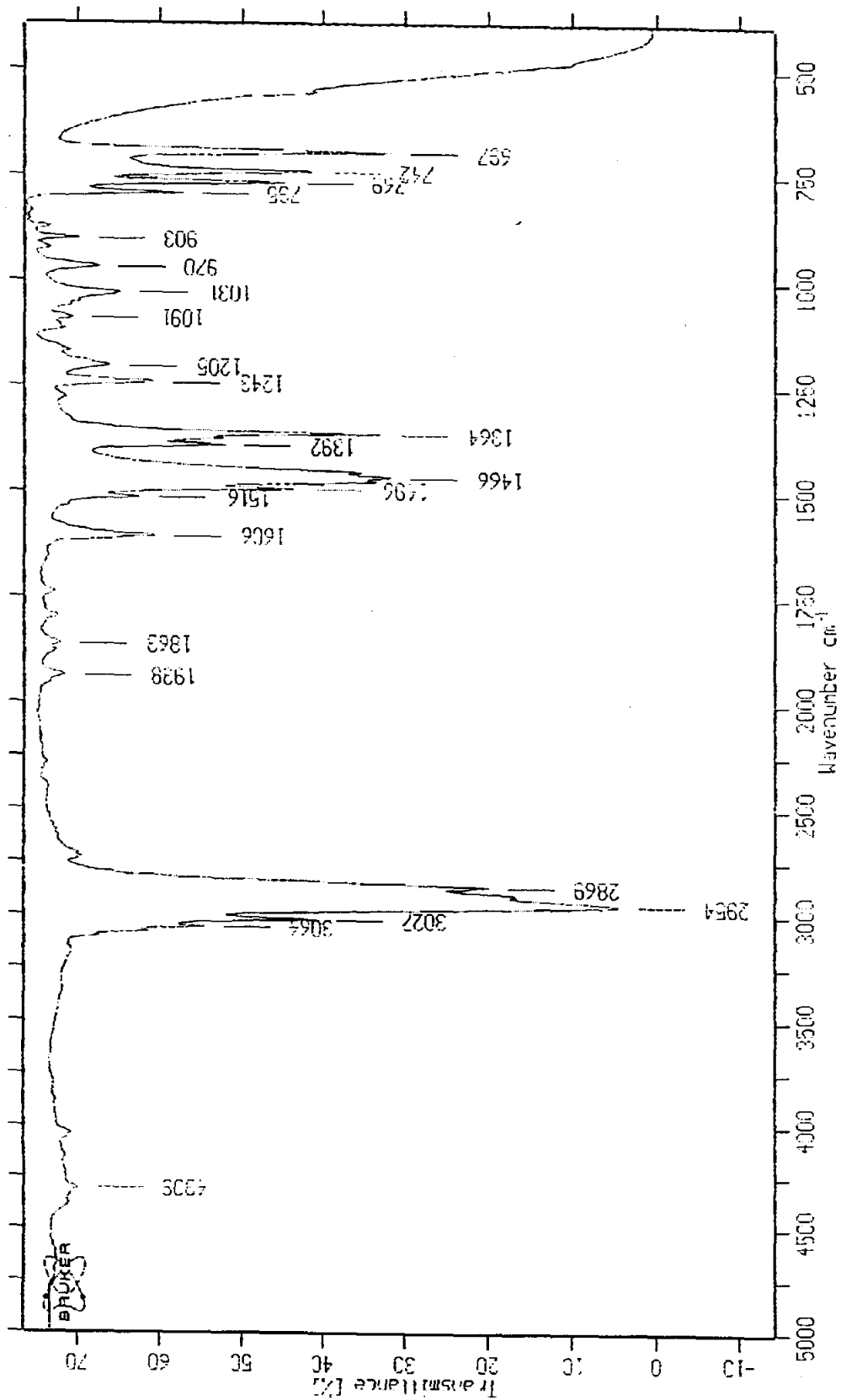
Department of Science Service



รูปที่ 35 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ ethylbenzene ได้จากการทำ Library Search

Sample name :	Measured on :
Sample form :	Resolution : , Sample Scans :
Operator :	File Name: HURK_401
	File Name: D:\OFUS\WORK

Department of Science Service



รูปที่ 36 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่กลิ่นได้ 150 - 195 องศาเซลเซียส

Measured on : 24/ 9/1996

Sample name : distillate,distul 2

Sample form : liquid

Operator : songsak

Resolution : 4.0

Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12

File Name: MIR.587

Path Name:D:\OPUS\MEAS

18556-6 CAS [109-39-3]
m-Xylene

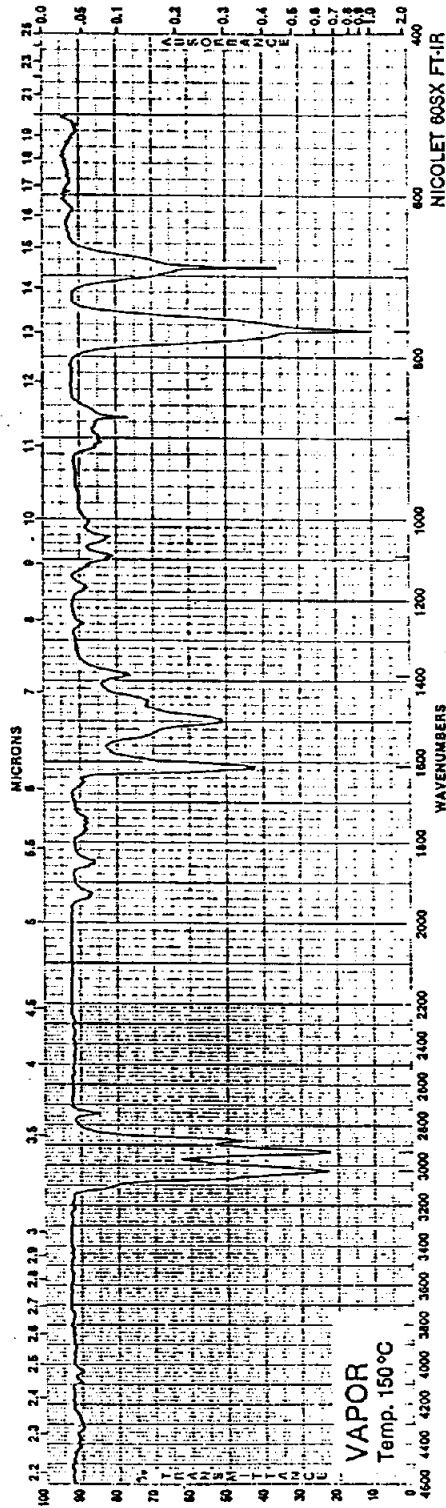
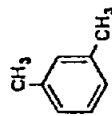
FW 106.17
bp 138-139°C
d 0.868

Fp 77°F
n_D 1.4970

FT-IR 1, 1,938A
IR III, 565A

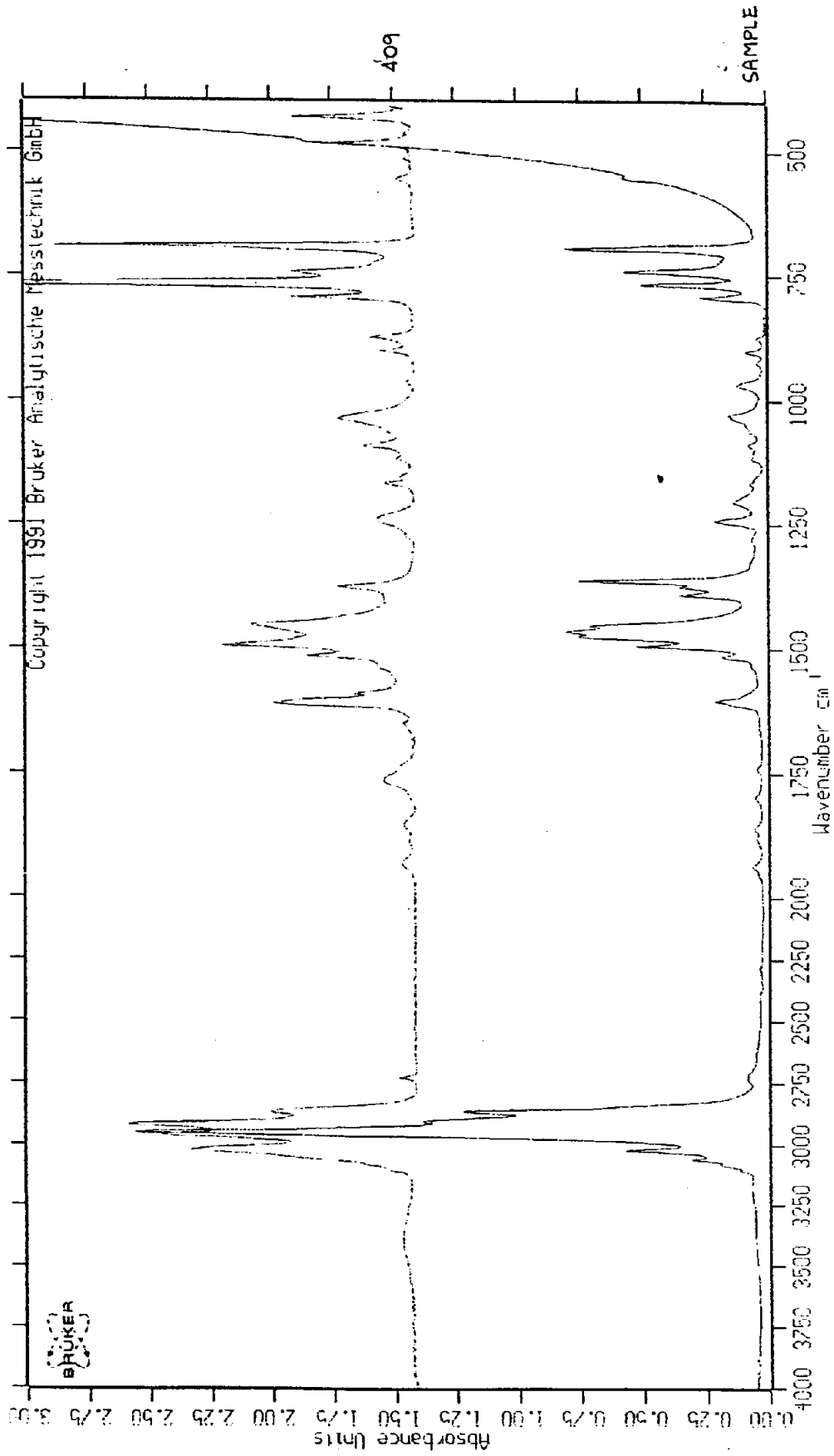
3033.0 1501.3 876.0
2936.0 1387.7 768.3
1612.4 1082.3 691.0

C



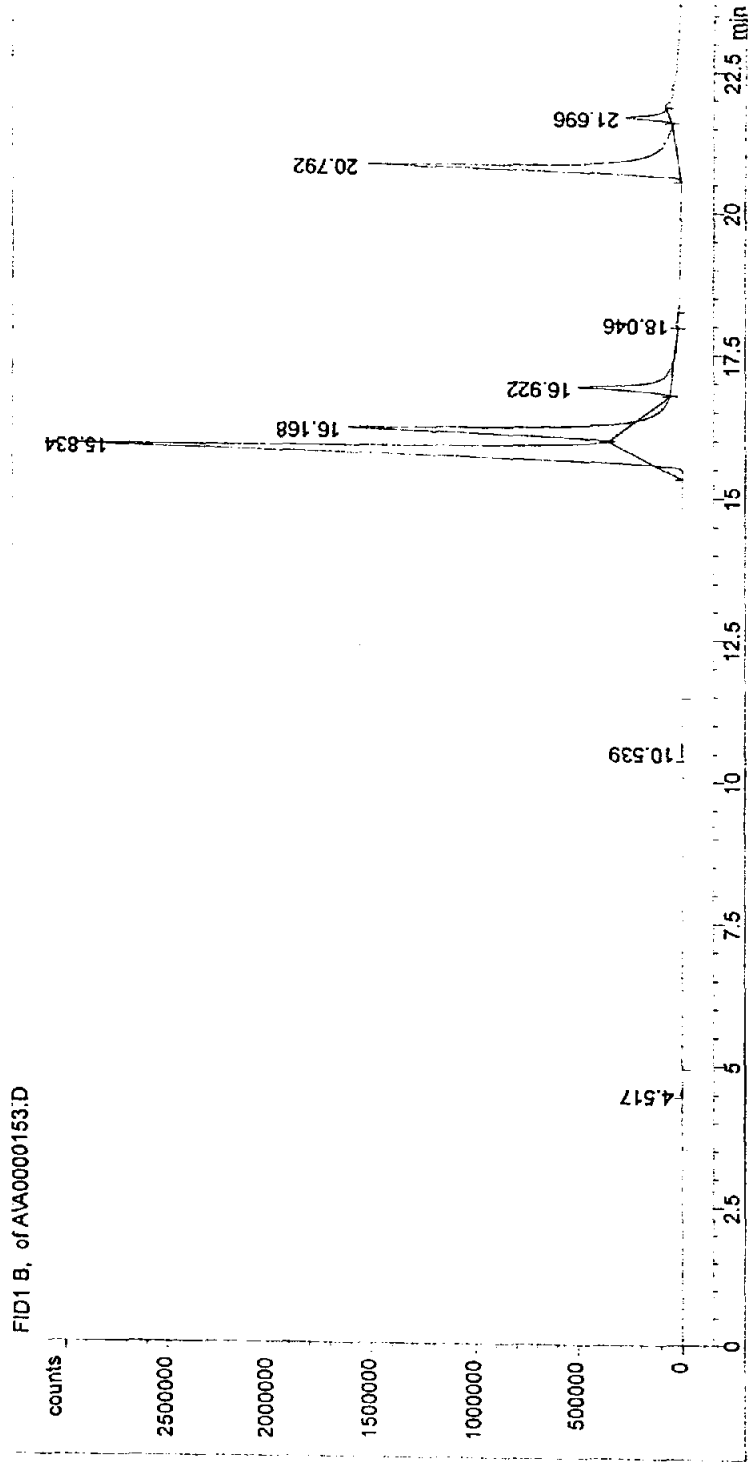
รูปที่ 37 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard m-xylene (Ald. 857 c)

Department of Science Service



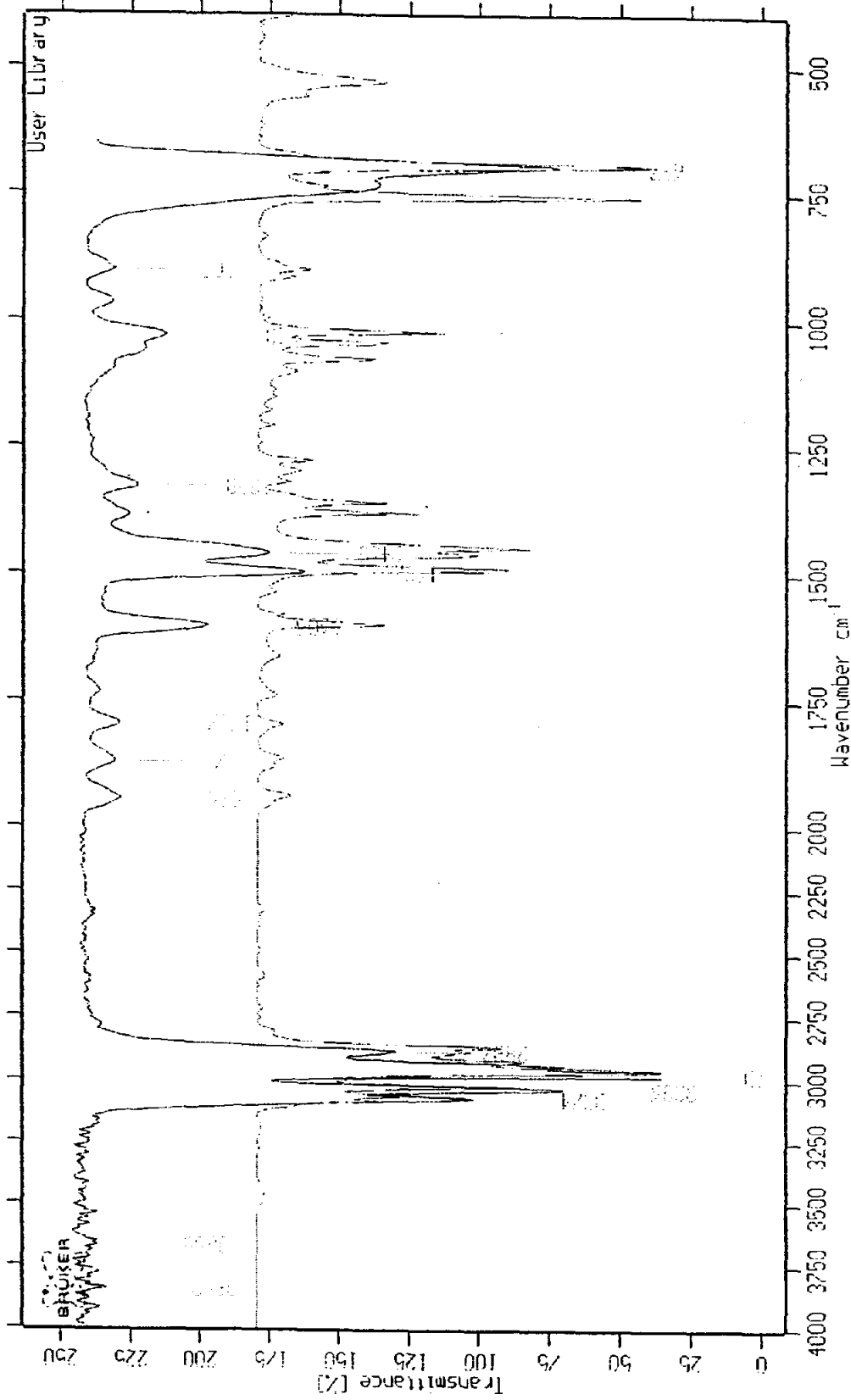
รูปที่ 38 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ m-xylene ได้จากการทำ Library Search

Sample name : distillate, distill 2	Measured on : 24/ 9/1998
Sample form : liquid	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
Operator : songsak	File Name: MIR.687
	Path Name: D:\OPUS\NEAS



รูปที่ 39 โครมาโทแกรม (จากการทำ GC FT-IR)

Department of Science Service



รูปที่ 40 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ ethylbenzene(จากการทำ GC FT-IR)

Sample name : GC	Measured on : 7/10/1998
Sample form : GC, SENS	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 8
User : DS1	File Name: LIDBK.7
	Path Name: D:\OPUS\WORK

E1250-8 CAS [100-41-4]
Ethylbenzene

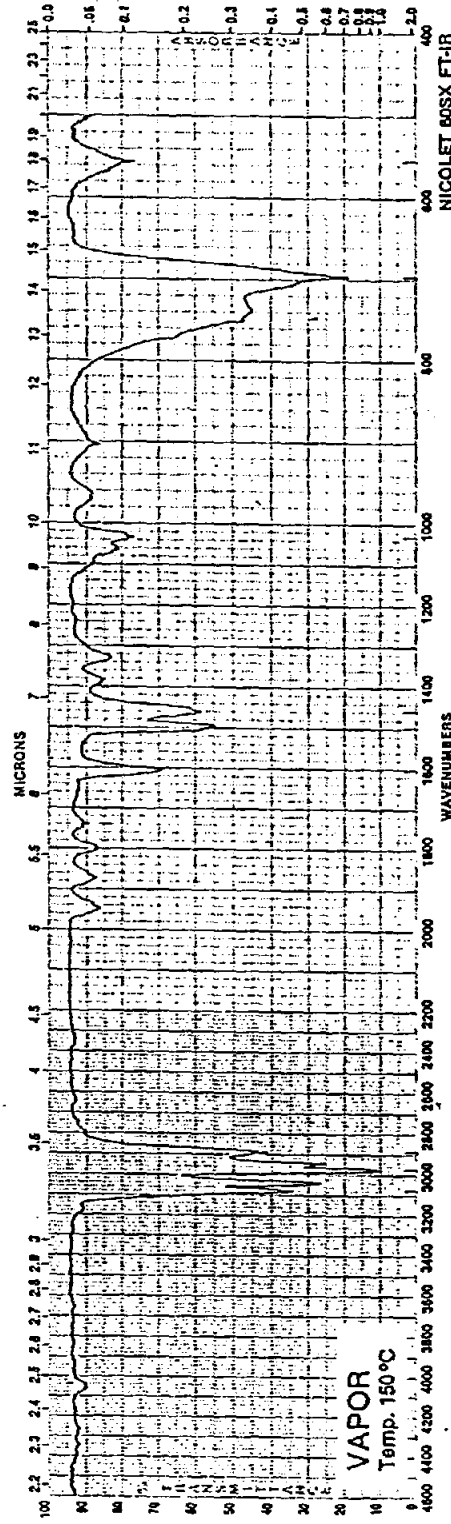
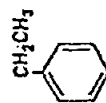
FW 106.17
mp -85°C
bp 136°C

d 0.867
Fp 72°F
n_D 1.4952

FT-IR I, 1,931C
IR III, 561C
NMR II, 1,733C

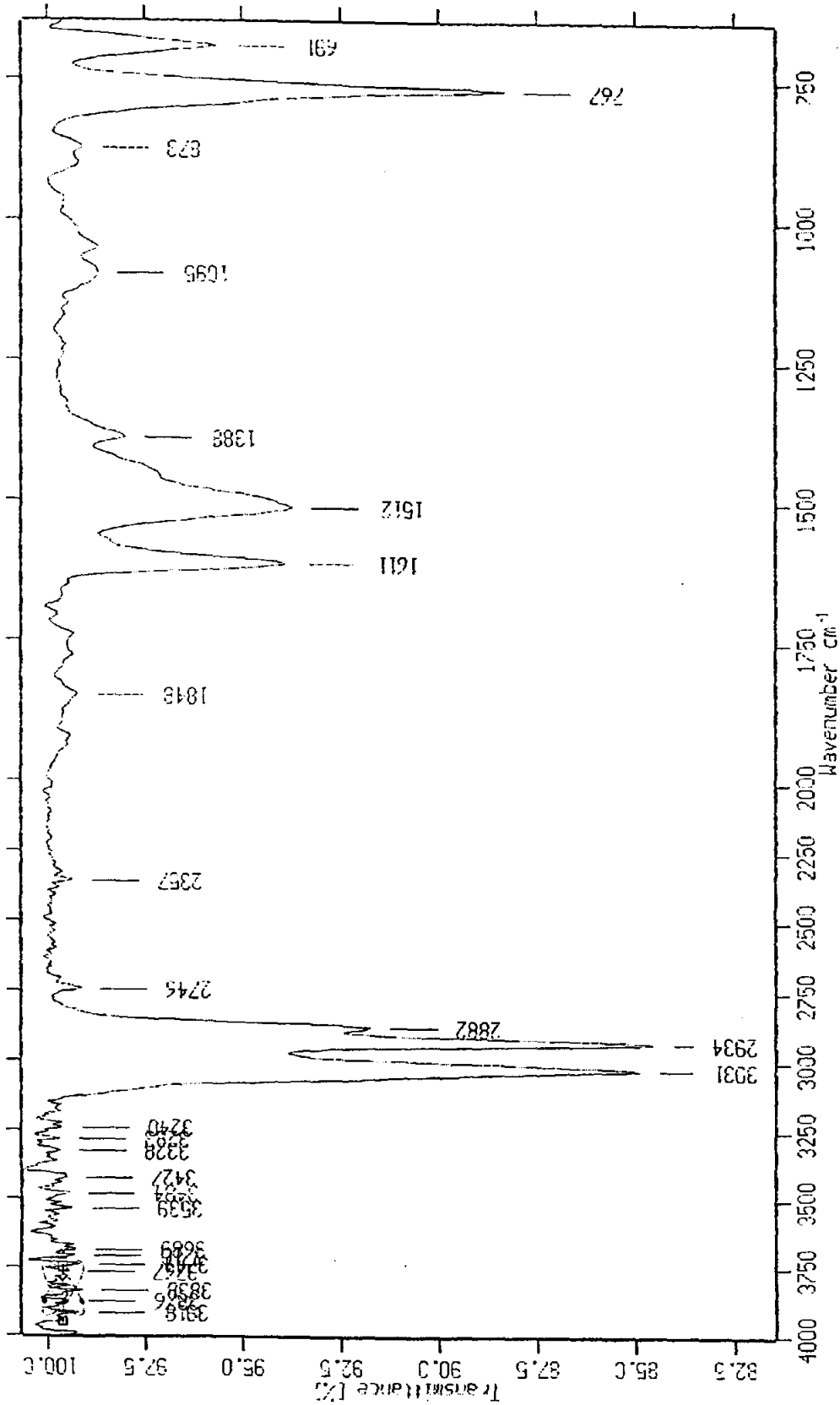
3074.6 1604.4 1031.6
2974.6 1499.7 697.4
2886.4 1459.4 555.7

C



รูปที่ 41 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard ethylbenzene (Ald. 3, 849 c)

Department of Science Service



รูปที่ 42 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ m-xylene(จากการทำ GC FT-IR)

Sample name : GC	Measured on : 7/10/1998	
Sample form : GC, SENS	Resolution : 8.0	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 8
Operator : DST	File Name: MCR<.9	Path Name:D:\OPUS\WORK

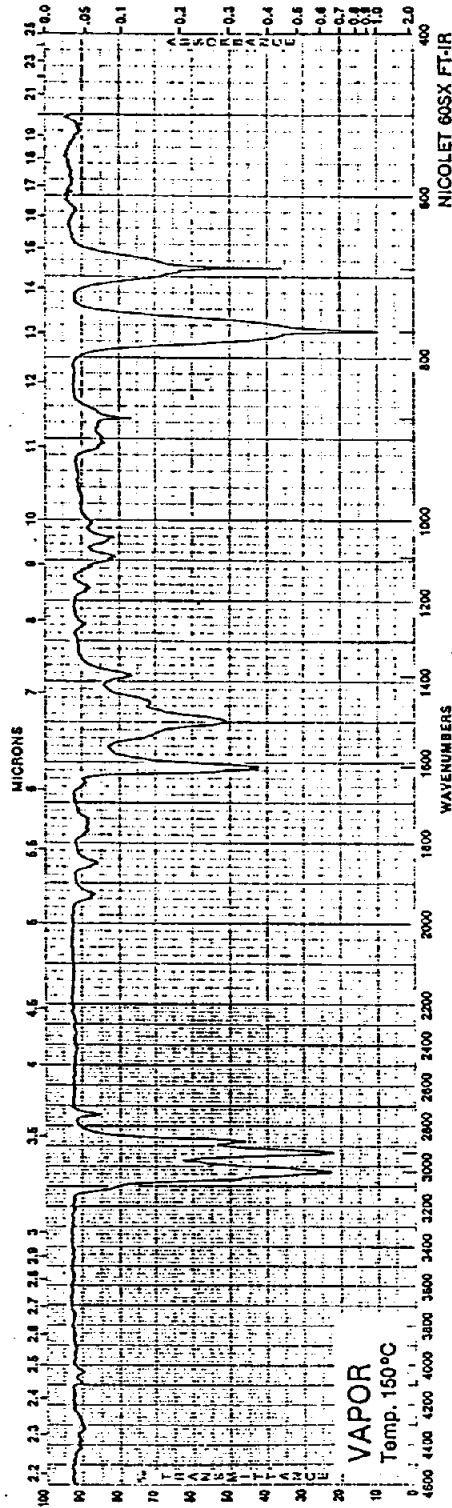
18556-6 CAS [108-38-3]
m-Xylene

FW 106.17
bp 138-139°C
d 0.868

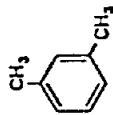
Fp 77°F
n_D 1.4970

FT-IR I, 1,938A
IR III, 565A

3033.0 1501.3 876.0
2936.0 1387.7 768.3
1612.4 1092.3 691.0

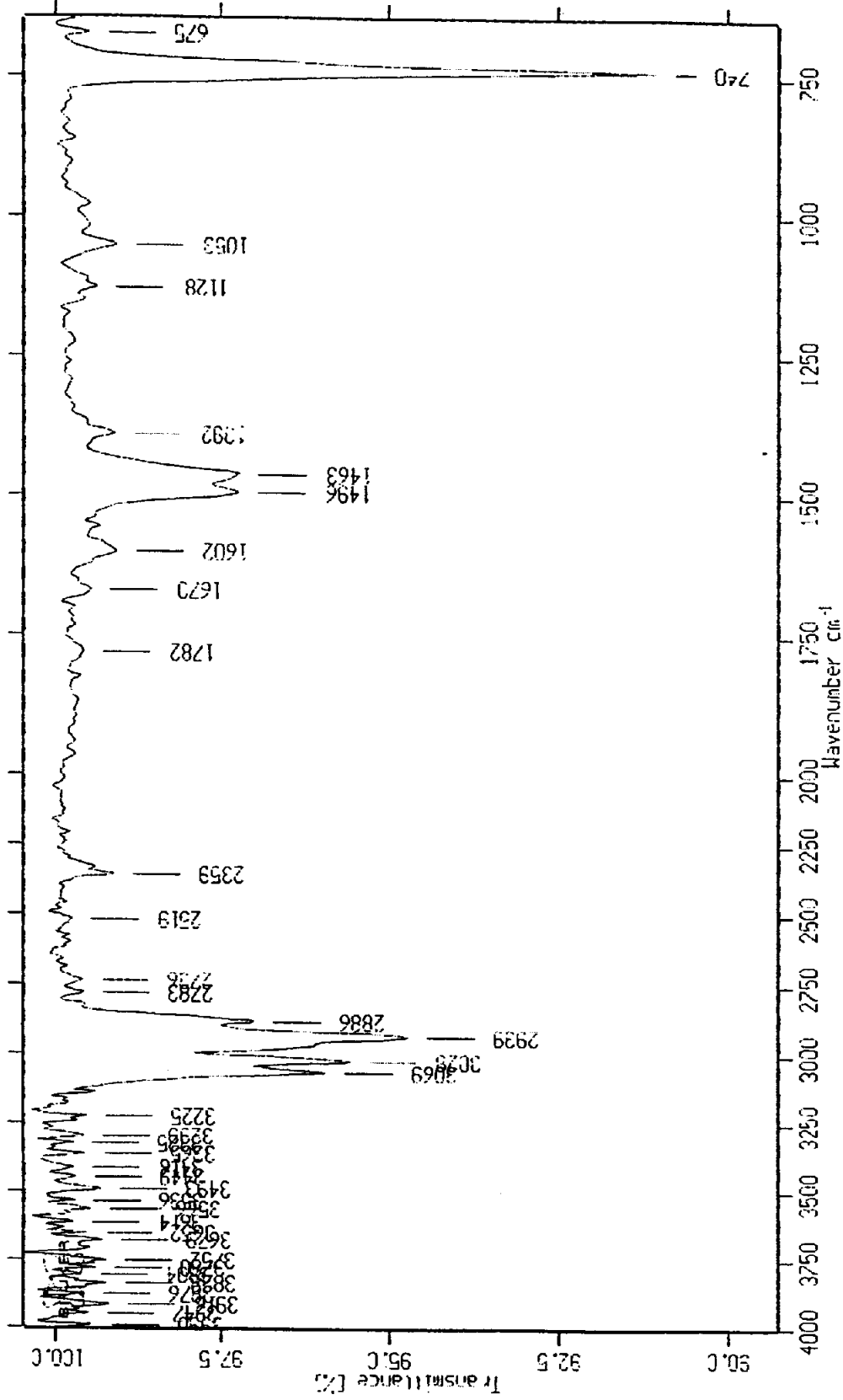


C



รูปที่ 43 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard *m*-xylene (Ald. 3, 857 c)

Department of Science Service



รูปที่ 44 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ o-xylene(จากกราฟที่ GC FT-IR)

Sample name : GC	Measured on : 7/10/1998
Sample form : GC, SENS	Resolution : 8.0
Operator : DST	File Name: WORK.15
	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 8
	Path Name:D:\OPUS\WORK

856

AROMATIC HYDROCARBONS

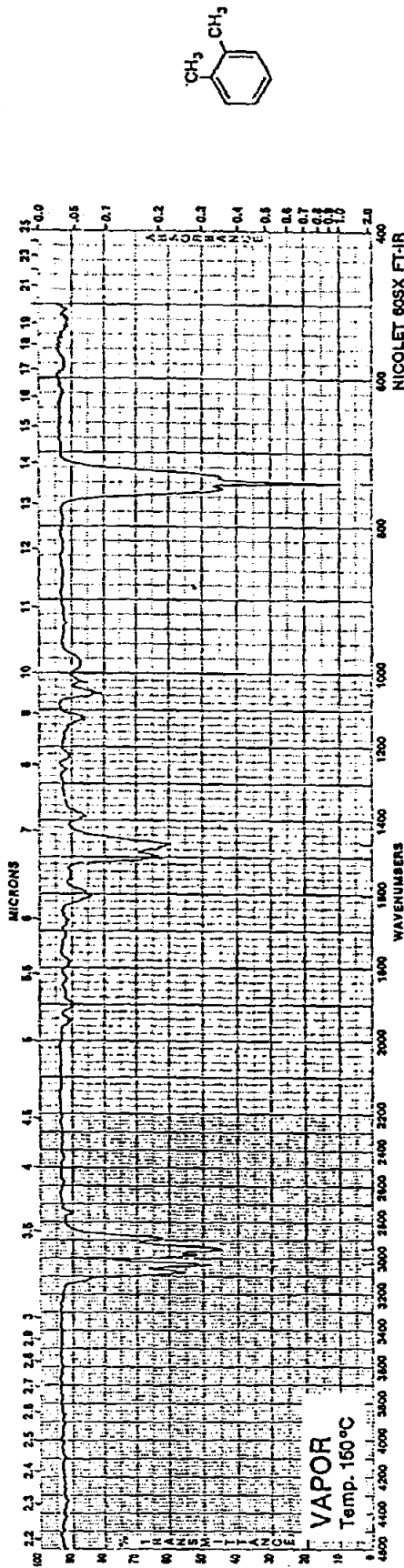
X104-0 CAS [95-47-6]
o-Xylene

FW 108.17
mp -23°C
bp 143-146°C

d 0.870
Fr 80°F
n_D 1.5048

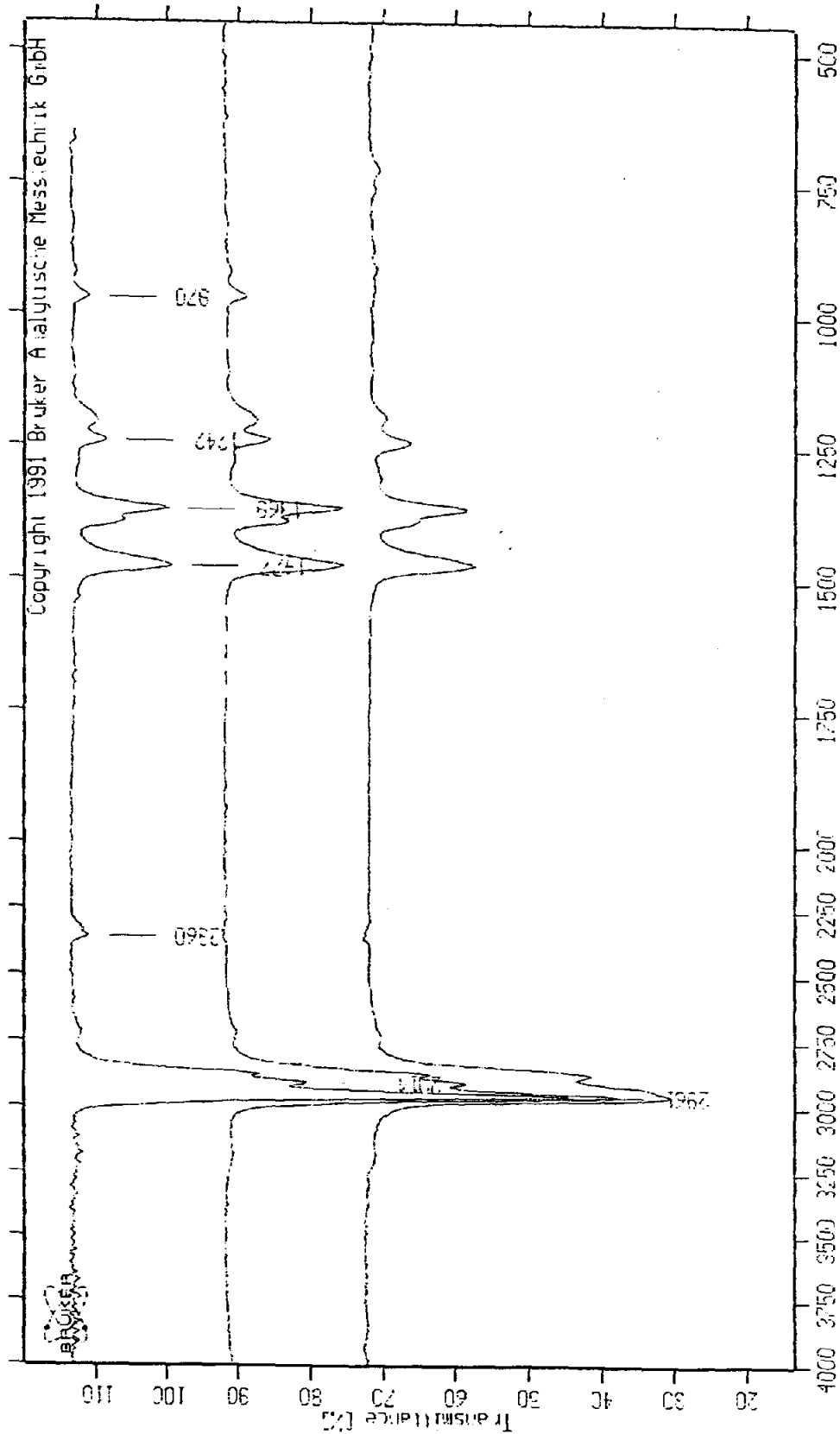
FT-IR I, 1,936D
IR III, 564D
NMR II, 1,740B

A



รูปที่ 45 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard o-xylene (Ald. 3, 856 A)

Department of Science Service



รูปที่ 46 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ 2,2,4,6,6-penta methyl heptane (จากการทำ GC FT-IR)

Sample name :	Measured on :
Sample form :	Resolution : , Sample Scans :
Operator :	File Name: WORK_402
	Path Name: D:\OPUS\WORK

11330-1
2,2,4,6,6-Pentamethylheptane

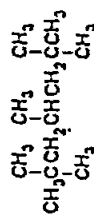
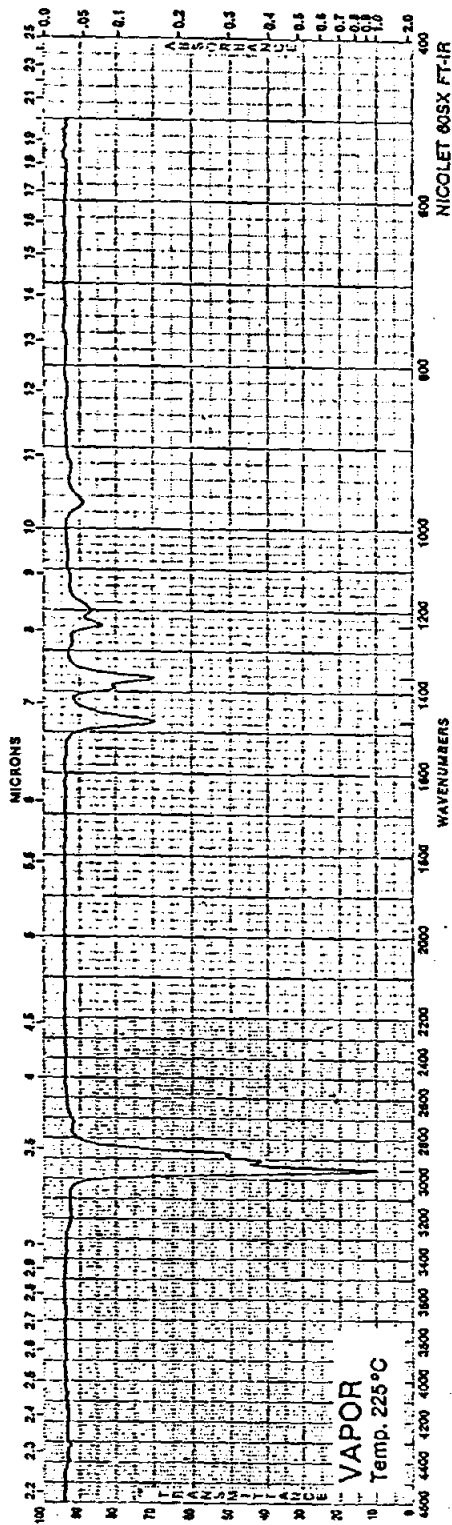
FW 170.34
bp 170°C
d 0.775

n_D 1.4187

IR III, 10B
NMR II, 1,19A

2960.7 1240.3
1476.9
1368.8

D



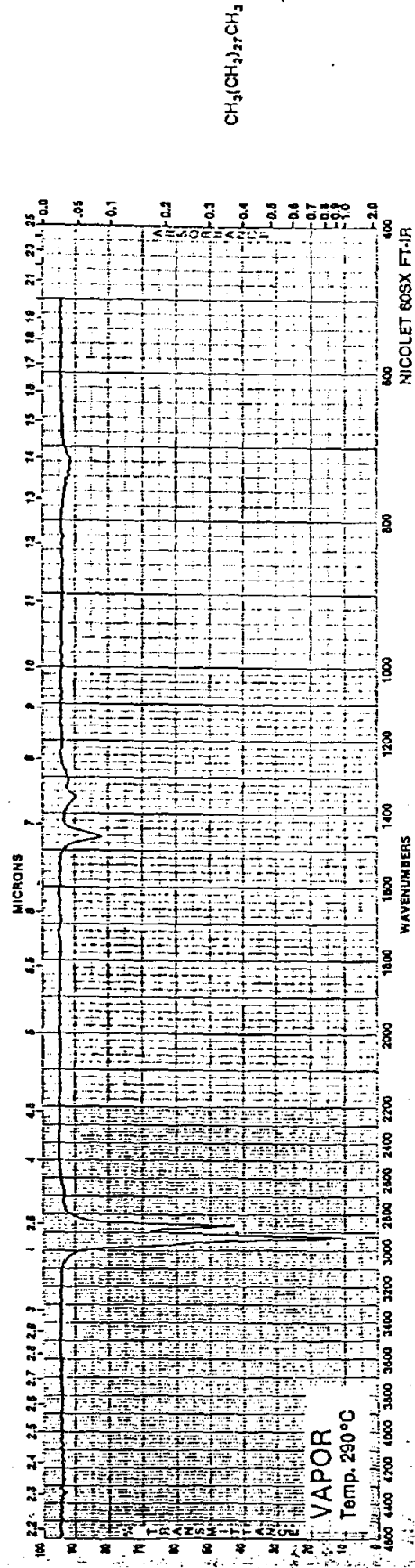
รูปที่ 47 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard 2,2,4,6,6-penta methyl heptane(Aid 3, 16 D)

28424-6 CAS [630-03-5]
Nonacosane

FW 408.80
mp 66-67°C
bp 286°C/15mm

2931.9
1461.6

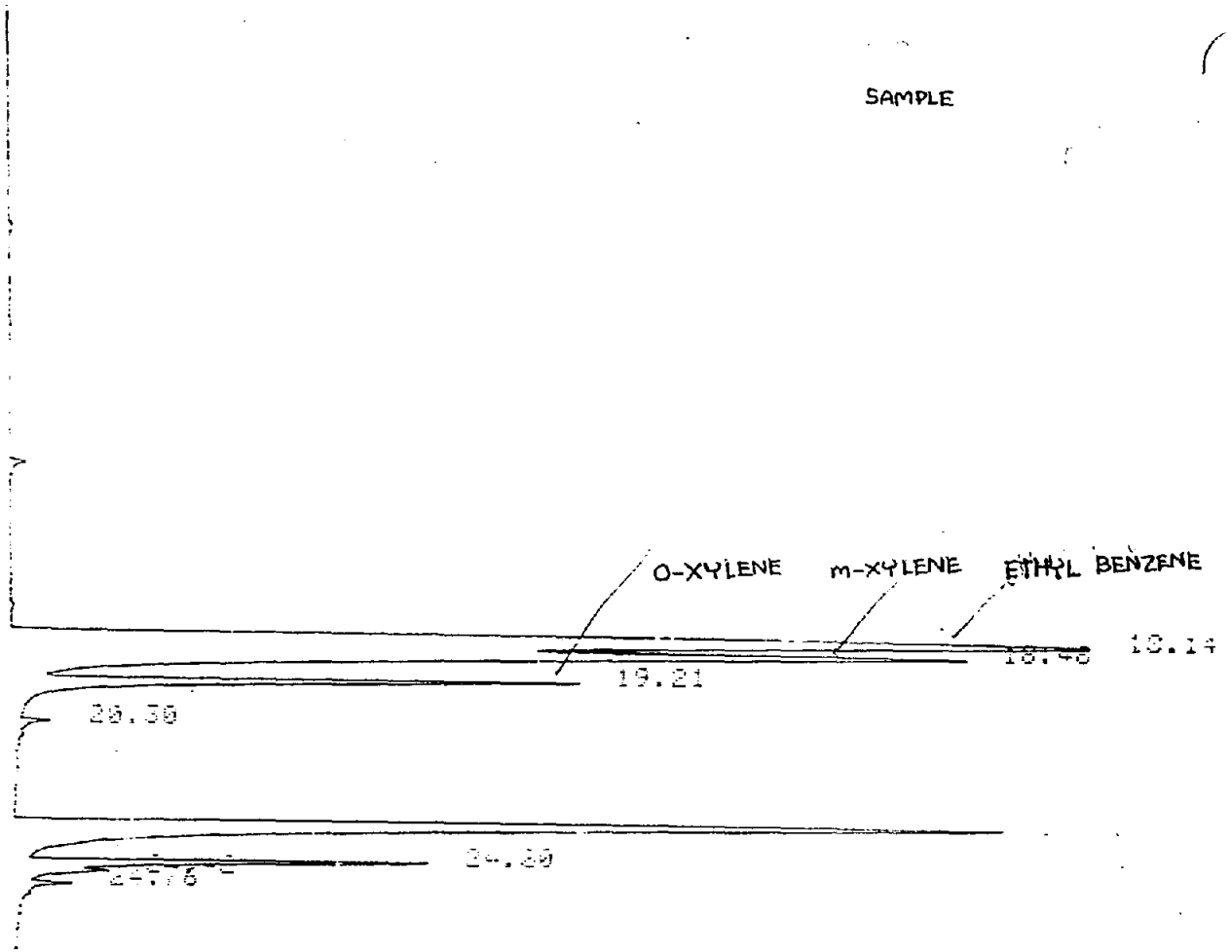
B



รูปที่ 49 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard Alkane (Nonacosane)

(Aid. 8 B)

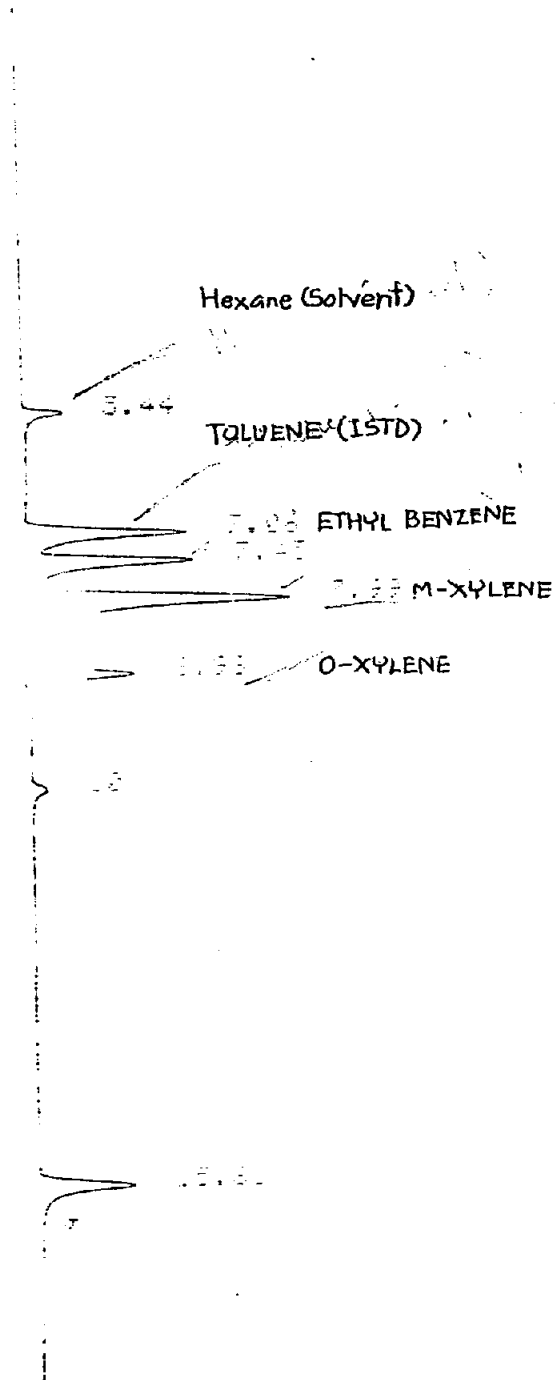
ภาคผนวก ๑



0191 02009 MANUAL INJECTION @ 10:48 SEP 26, 1996

RT	AREA	TYPE	AREA %
10.14	10267.00	SV	34.464 ✓
10.48	7448.82	vw	25.215 ✓
19.21	2656.42	VB	8.931 ✓
20.30	92.68	SV	0.309
24.30	7314.24	SV	24.573
24.68	1389.85	SV	4.667
24.76	378.67	SV	1.273
24.78	213.43	SV	0.734

รูปที่ 50 โครมาโทแกรม ของ ตัวอย่างที่กลั่นได้



รูปที่ 51 โครมาโทแกรม ของ การทำ internal standard

CALIB

CALIB AREA OR HEIGHT (1=HEIGHT)? 2

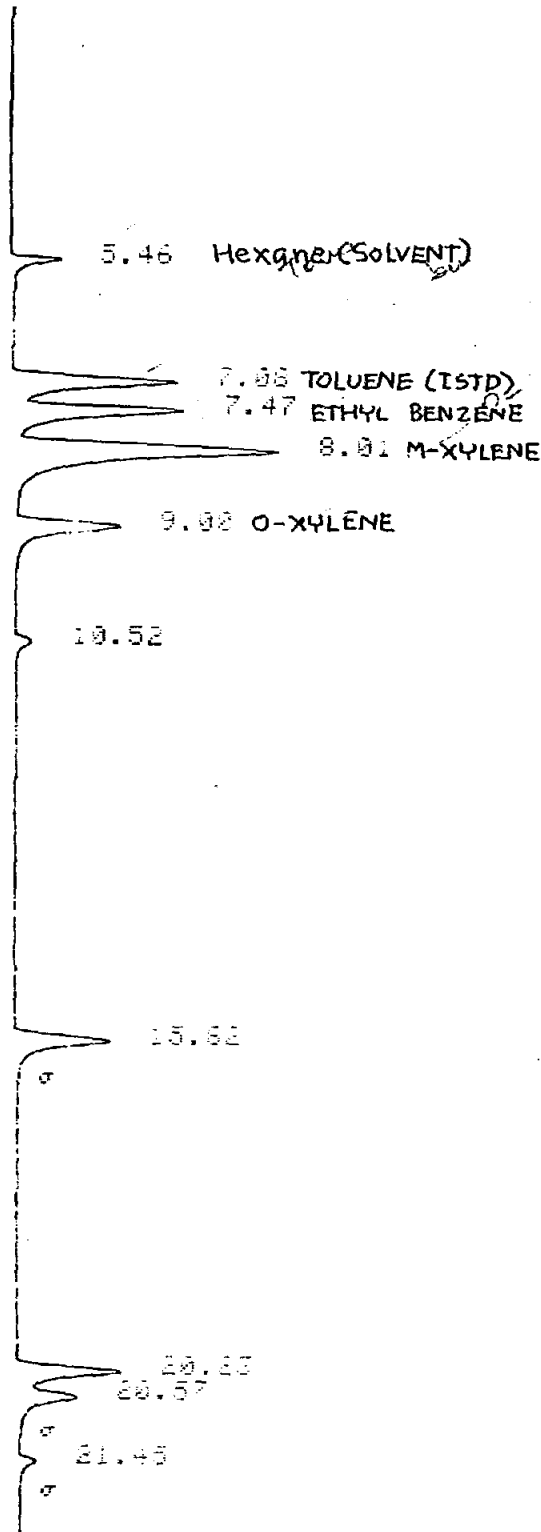
ORL	RT	AMT	REF	NAME
1	5.441	1		
1	7.068	1	1STD	1
2	7.449	1		1
3	7.993	1		1
4	8.988	1		1
5	13.521	1		
6	13.819	1		

0 MULTIPLIER = 1 ;
 -1 REF WINDOW = 5% ;
 -2 NON-REF WINDOW = 5% ;
 -3 UNCAL REF = 0 ;
 -4 HEADING

:

-5 SAMPLE PNT = 0 ;
 -6 ISTD 1 PNT = 0 : 100

รูปที่ 52 การปรับเครื่องมือ เพื่อหา ISTD



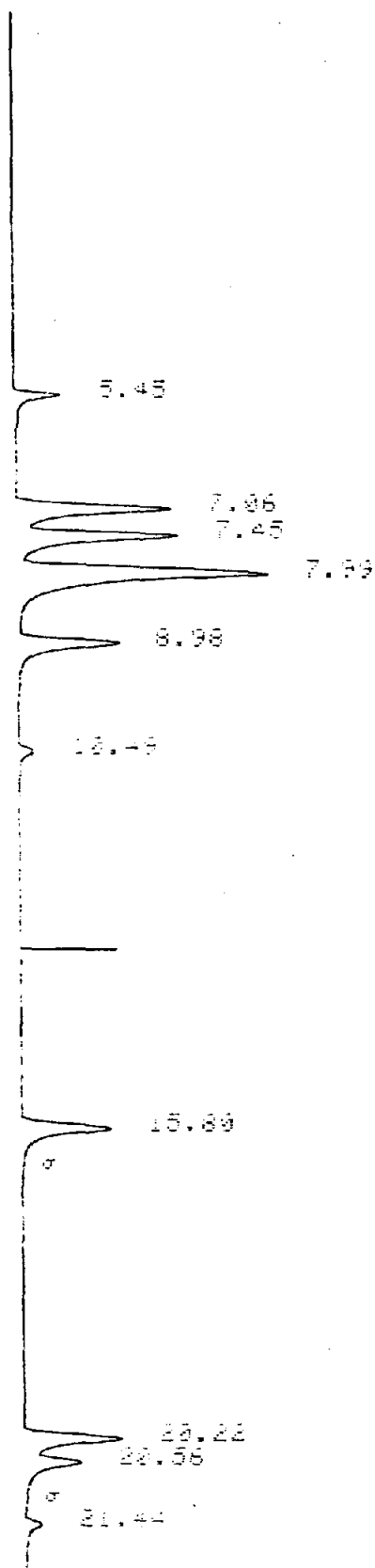
LIST REPORT

[np] 58808 MANUAL INJECTION @ 141 SEP 30, 1998
ISTD

RT	AREA	TYPE	ORL	AMOUNT	NAME
7.08	2759.77	SV	1	1572	A
7.47	2689.56	VV	2	347.467	B
8.01	5887.58	VB	3	246.211	C
9.00	1725.67	CB	4	98.912	D

MULTIPLIER = 1
ISTD 1 AMT = 300

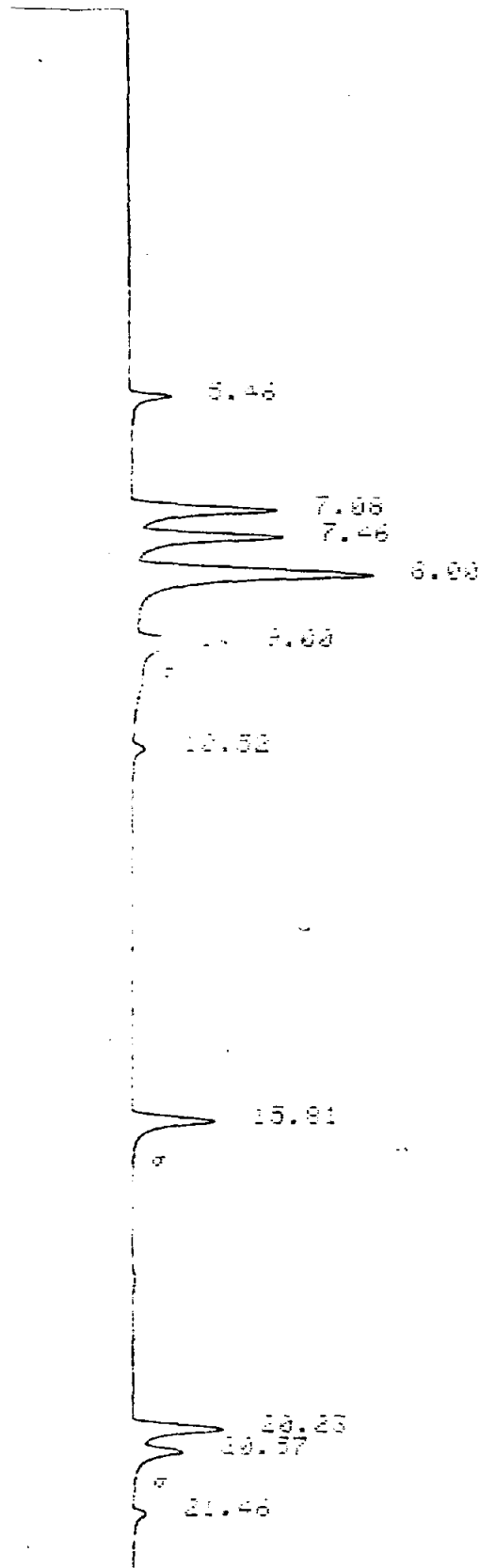
รูปที่ 53 โครมาโทแกรม ของ สารตัวอย่างในการหาปริมาณครั้งที่ 1



[HP] 5350H MANUAL INJECTION @ 14:46 SEP 30, 1998
 ISTD

RT	AREA	TYPE	CAL	AMOUNT	NAME
7.06	2799.67	8V	1	ISTD 1	A
7.45	2899.60	VV	2	347.296	B
7.99	3951.86	VS	3	246.143	C
8.98	1748.60	BS	4	99.120	D

รูปที่ 54 โครมาโทแกรม ของ สารตัวอย่างในการหาปริมาณครั้งที่ 2



รูปที่ 55 โครมาโทแกรม ของ สารตัวอย่างในการหาปริมาณครั้งที่ 3

【no】 58804 MANUAL INJECTION @ 15:26 SEP 30, 1998
 ISTD

RT	AREA	TYPE	CAL	AMOUNT	NAME
7.08	2535.28	BV	1	ISTD 1	A
7.46	2593.24	VV	2	341.890	B
8.98	5385.30	V8	3	245.147	C
9.08	1819.98	BV	4	113.555	D