

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินบุคคลเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง  
นักวิทยาศาสตร์ 8 ว

เรื่องที่ 2

การศึกษาพัฒนาวิธีแยกองค์ประกอบของน้ำยาขัดเงาโลหะชนิดน้ำ  
และกาวเคลือบหนังสัตว์ Neofilm

ผู้ดำเนินการ

นาย ทรงศักดิ์ ลิ้มไพบูลย์

นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

กลุ่มงานเคมีประยุกต์

กองเคมี

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยี และ สิ่งแวดล้อม



เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินบุคคลเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง  
นักวิทยาศาสตร์ 8 ว

เรื่องที่ 2

การศึกษาพัฒนาวิธีแยกองค์ประกอบของน้ำยาขัดเงาโลหะชนิดน้ำ  
และกาบเคลือบหนังสัตว์ Neofilm

ผู้ดำเนินการ

นาย ทรงศักดิ์ ลิ้มไพบูลย์

นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

กลุ่มงานเคมีประยุกต์

กองเคมี

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยี และ สิ่งแวดล้อม

เลขที่ ๖๓

๐๖๓๕

เลขที่ ๑๐๓๓๒

วันที่ 9 พฤศจิกายน ๒๕๖๓

๐๐๒๘-๖๙๘๖๐

ด้วยอภินันทนาการ

จาก  
ทรงศักดิ์ ลิ้มไพบูลย์

กรมวิทยาศาสตร์บริการ  
กองสนทศวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

## บทคัดย่อ

การตรวจแยกองค์ประกอบของสารเคมี โดยอาศัยเทคนิคคอลัมน์โครมาโทกราฟี เพื่อแยกหาชนิด และ ปริมาณของสาร และ ยังใช้เทคนิคทินแลร์โครมาโทกราฟี ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี รวมทั้ง การตรวจสอบทางเคมีและฟิสิกส์ เพื่อหาองค์ประกอบ ปราบกฏผลดังนี้ น้ำยาขัดเงาโลหะชนิดน้ำ (UG 846) ประกอบด้วย aliphatic wax with acid and ester group (ester wax) ปริมาณร้อยละ 2.0 fatty acid (stearic acid) ปริมาณร้อยละ 4.0 Rosin ester ปริมาณร้อยละ 3.0 soap (fatty acid sodium salt) ปริมาณร้อยละ 3.0 fatty alcohol EO- adduct (poly oxyethylenated fatty alcohol) ปริมาณร้อยละ 0.5 silicon dioxide ( $\text{SiO}_2$ ) ปริมาณร้อยละ 38.0 ส่วนที่เหลือเป็นน้ำ กาวเคลือบหนังสัตว์ Neofilm (TS 941) ประกอบด้วย poly (ethyl acrylate) ปริมาณร้อยละ 15 poly oxypropylenated fatty acid ปริมาณร้อยละ 13 โปรตีน คำนวนเป็น casein ปริมาณร้อยละ 5  $\text{SiO}_2$  ปริมาณร้อยละ 0.5 ส่วนที่เหลือเป็นน้ำ

	สารบัญ	หน้า
บทคัดย่อ		i
สารบัญ		ii
สารบัญภาพ		iii
สารบัญตาราง		vi
บทที่ 1 บทนำ		1
1.1 ปัญหาและที่มาของการศึกษาทดลอง		13
1.2 วัตถุประสงค์		13
1.3 ขอบเขตของการศึกษาทดลอง		13
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ		13
1.5 ระยะเวลาของการศึกษาทดลอง		13
บทที่ 2 วัสดุ อุปกรณ์ และ วิธีการ		14
บทที่ 3 ผลการศึกษาทดลอง		30
บทที่ 4 วิเคราะห์ผลการศึกษาทดลอง		44
บทที่ 5 สรุปผลการศึกษาทดลอง		60
คำขอบคุณ		64
เอกสารอ้างอิง		65
ภาคผนวก		66

## สารบัญญภาพ

รูปที่	หน้า
36 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ฟลูออโรเมตริกอินฟราเรด สเปกโตรมิเตอร์(GC- FTIR)	14
37 แสดงปฏิกิริยาของอินโดล กับ p-dimethyl amino benzaldehyde	18
38 แสดงปฏิกิริยาของนินไฮดริน กับ กรดอะมิโน	19
39 แสดงปฏิกิริยาของเฮไมด์ กับ ไฮดรอกซิลเอมีน	20
40 แสดงสูตรโครงสร้างของ mixed indicator	21
41 แสดง interferometer และ ส่วนประกอบต่างๆ ที่เป็นอิเล็กทรอนิกส์	26
42 Michelson interferometer	27
43 Michelson interferometer	27
44 แสดงการสั่นของโมเลกุล	29
45 แสดงทึนเนลโครมาโทกราฟี	32
46 แสดงทึนเนลโครมาโทกราฟี	33
47 แสดงทึนเนลโครมาโทกราฟี	38
48 แสดงน้ำหนักของสารที่ระเหยออกมาที่ส่วนต่างๆ	49
49 แสดงน้ำหนักของสารที่ระเหยออกมาที่ส่วนต่างๆ	56

**สารบัญภาพ ต่อ**  
**ภาคผนวก ก**

<b>รูปที่</b>	<b>หน้า</b>
1 อินฟราเรดสเปกตรัม ของแก้ว	67
2 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ silicondioxide (SiO <sub>2</sub> ) ได้จากการทำ Library Search	68
3 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่สกัดได้ด้วยเฮกเซน	69
4 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard stearic acid (Ald. 485 c)	70

**ภาคผนวก ข**

<b>รูปที่</b>	<b>หน้า</b>
5 รายงานผลการ run X-ray diffraction	71
6 รายงานผลการ run X-ray diffraction	72
7 รายงานผลการ run X-ray diffraction	73

## สารบัญญภาพ (ต่อ)

## ภาคผนวก ค

รูปที่	หน้า
8 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่ไม่ระเหยมาสกัดด้วยเฮกเซน	75
9 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard ester wax (HU 3631)	76
10 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่ไม่ระเหยมาสกัดด้วยไดคลอโรมีเทน	77
11 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard fatty alcohol EO-adduct (HU surfactant 292-294)	78
12 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่เหลือจากการสกัด	79
13 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่แยกได้จากคอลัมน์	80
14 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard aliphatic wax (HU 3624)	81
15 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่แยกได้จากคอลัมน์	82
16 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard stearic acid (Ald. 485 c)	83
17 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่แยกได้จากคอลัมน์	84
18 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard rosin ester (HU 2601)	85
19 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่แยกได้จากคอลัมน์	86
20 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard soap (HU surfactant 4-8)	87
21 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่สกัดด้วยอะซิโตน	89
22 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่สกัดด้วยเอทานอล	90
23 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard poly (ethyl acrylate) (HU 2496)	91
24 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่เหลือจากการสกัด	92
25 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ casein ปนกับ amide	93
26 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่แยกได้จากคอลัมน์	94
27 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่แยกได้จากคอลัมน์	95
28 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard poly oxypropylene (HU 970)	96
29 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่แยกได้จากคอลัมน์	97
30 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard poly (ethyl acrylate) (HU 2496)	98
31 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่ตกตะกอนได้ด้วยกรด	99
32 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard poly (ethyl acrylate) (HU 888)	100
33 อินฟราเรดสเปกตรัม ของแก้ว	101
34 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่ละลายน้ำได้ของแก้ว	102
34 ก. อินฟราเรดสเปกตรัมของ standard sodium sulfate (Sadt Y 67 S)	102 ก.
35 อินฟราเรดสเปกตรัมของส่วนที่ไม่ละลายน้ำของแก้ว	103
36 อินฟราเรดสเปกตรัมของ standard silicon dioxide (Sadt Y 169 S)	104

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1 แสดงความมีตัวของสารที่ต้องการแยกและตัวทำละลายที่ใช้	2
2 แสดงตัวทำละลายที่ใช้ในทินเนอร์และคอลัมน์โครมาโทกราฟี	6
3 แสดงลำดับความมีตัวของสารประกอบอินทรีย์เรียงจากต่ำไปสูง	7
4 แสดงรายละเอียดของตัวอย่าง	15
5 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ silicon dioxide	30
6 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ fatty acid (stearic acid)	30
7 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ ester wax with carboxyl	31
8 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ fatty alcohol EO-adduct	32
9 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ silicon dioxide	32
10 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ aliphatic wax	33
11 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ fatty acid (stearic acid)	34
12 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ rosin ester	34
13 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ soap	34
14 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ fatty acid PO-adduct	36
15 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ poly (ethyl acrylate)	37
16 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ poly (ethyl acrylate)	37
17 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ unknown	38
18 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ fatty acid PO-adduct	39
19 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ poly (ethyl acrylate)	39
20 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ poly (ethyl acrylate)	40
21 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ $\text{SO}_4$ $\text{SiO}_2$	41
22 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ $\text{Na}_2\text{SO}_4$	42
23 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ $\text{SiO}_2$	42
24 แสดงผลการทำ คอลัมน์	48
25 แสดงผลการทำ คอลัมน์	55



## บทที่ 1. บทนำ

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

การแยกสารโดยวิธีโครมาโทกราฟี

ได้มีการนำเอาเทคนิคทางโครมาโทกราฟีไปประยุกต์ใช้งานในการแยกสาร เพื่อทำการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ และเชิงปริมาณ สำหรับตัวอย่างที่มีส่วนประกอบหลายชนิด ที่มีปริมาณน้อยๆ เป็นการแยกสารผสมออกจากกัน โดยการกระจายส่วนประกอบของสารบนเฟส 2 ชนิด คือ เฟสนิ่ง (stationary phase) ที่มีพื้นที่ผิวมาก, กับเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) ที่เคลื่อนที่ไปบนเฟสนิ่ง สารที่ถูกแยกออกมาแล้วสามารถรองรับไว้ได้เป็น ส่วนๆ ต่างกัน หรือ อาจต่อเข้ากับเครื่องตรวจวัดสัญญาณ เพื่อขึ้นบอกให้ทราบว่ามีการแยกแล้ว ได้หลุดผ่านออกมา การเคลื่อนที่ของสารจะขึ้นกับค่า การกระจายตัว coefficient ของสารนั้น ดังนั้น ค่า การกระจายตัว coefficient (K) ของสารใดๆ ในระหว่าง 2 เฟส คือ

$$K = C_s / C_m$$

$C_s$  = ความเข้มข้นของสารใน เฟสนิ่ง

$C_m$  = ความเข้มข้นของสารใน เฟสเคลื่อนที่

ถ้าค่า การกระจายตัว coefficient ของสารใดสารหนึ่งมีค่ามากขึ้น แสดงว่าความเข้มข้นของมันในเฟสนิ่ง จะเพิ่มขึ้น ด้วยการให้ เฟสเคลื่อนที่ ที่มีความมีขั้ว ต่ำหรือเป็นชนิดไม่มีขั้ว จะทำให้สารนั้นเคลื่อนที่ผ่าน เฟสนิ่ง ได้ช้า แต่เมื่อเพิ่ม ความมีขั้ว ของ เฟสเคลื่อนที่ จะทำให้ความเข้มข้นของสารใน เฟสเคลื่อนที่ เพิ่มขึ้น ซึ่งจะทำให้ค่า การกระจายตัว coefficient ของสารลดลง ดังนั้นสารจะเคลื่อนที่ผ่าน เฟสนิ่ง ได้เร็วขึ้น(3)

ในการแยกสารผสมจึงจำเป็นต้องเลือกใช้ เฟส ทั้งสองให้ถูกต้อง เพื่อให้สารที่ต้องการ แยกออกได้ง่าย ลักษณะของ เฟส อาจแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภท คือ

n) Normal phase คือ มี เฟสนิ่ง เป็นชนิดมีขั้ว ได้แก่ ซิลิกา เจล และ อะลูมินา เป็นต้น และมี เฟสเคลื่อนที่ เป็นตัวทำละลายชนิดไม่มีขั้ว หรือมีขั้ว ซึ่งขึ้นอยู่กับความมีขั้ว ของสารที่ต้องการแยก ดังแสดงในตาราง เทคนิคที่เป็น normal phase absorption chromatography ได้แก่

ทินแลร์ โครมาโทกราฟี (TLC), เปเปอร์ โครมาโทกราฟี (PC) และ คอลัมน์ โครมาโทกราฟี (CC) ซึ่งเป็นเทคนิคพื้นฐานในการแยกสารอินทรีย์ โดยใช้ตัวทำละลายผสม (mixed solvent) แทน ตัวทำละลายเดียว

- ข) Reversed phase คือ มี เฟสหนึ่ง เป็นชนิดไม่มีขั้วได้แก่  $C^{18}$  precoated ซิลิกา เจล และ โพลีสไตรีน เป็นต้น และมี เฟสเคลื่อนที่ เป็นตัวทำละลายชนิดมีขั้ว เช่น อะซิโตไนโตรด์ เมทานอล และน้ำ เทคนิคที่ใช้ reversed phase การดูดซับ chromatography จะเรียกว่า high performance liquid chromatography (HPLC) ซึ่งอาศัยความดันสูง เพื่อให้การแยกมีประสิทธิภาพมากขึ้น

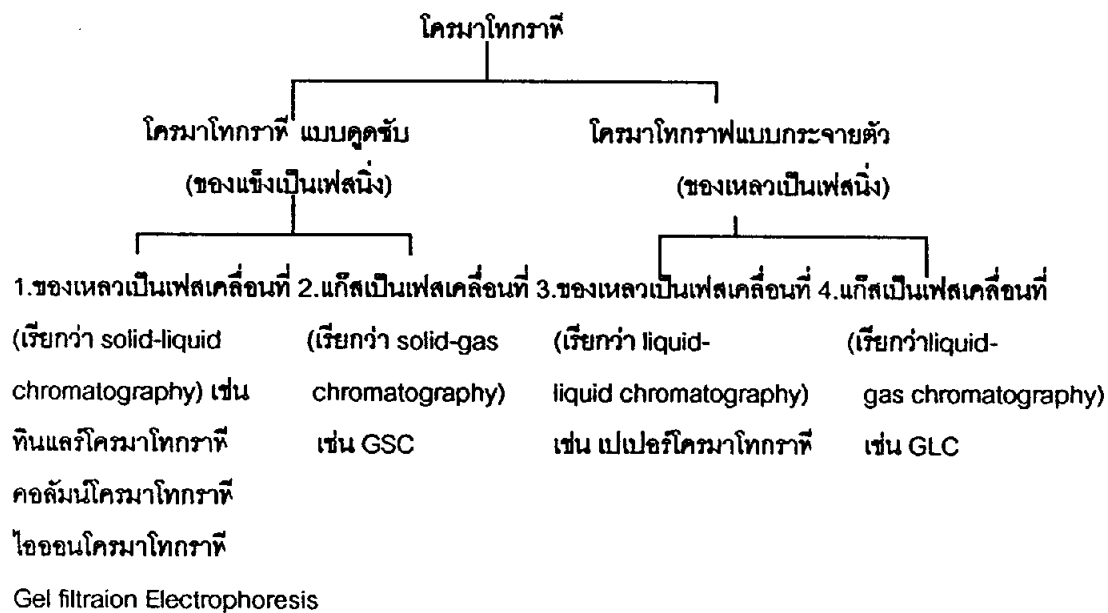
สารประเภท	ชนิด	ตัวทำละลาย
Hydrocarbons	Non-polar	n-pentane n-hexane cyclohexane
Halides	Semi-polar	toluene
Ethers		diethyl ether
Esters		dichloromethane
Ketones aldehydes		ethyl acetate
Phenols	polar	
Amines		acetone
Alcohols		acetonitrile
acids		isopropanol methanol

ตารางที่ 1 แสดง ความมีขั้ว ของสารที่ต้องการแยกและตัวทำละลายที่ใช้

### โครมาโทกราฟี

คำว่า "โครมาโทกราฟี" ได้มาจากภาษากรีกคือ "chromatos" ซึ่งแปลว่า สี ความหมายเดิมของโครมาโทกราฟี หมายถึง การแยกสารผสมที่มีสี ซึ่งได้มาจากพืชต่างๆ ในปัจจุบันนี้ โครมาโทกราฟี หมายถึง การแยกสารผสมทุกชนิด ทั้งที่มีสีและไม่มีสี เนื่องจากโครมาโทกราฟี

เป็นวิธีที่มีประโยชน์มากในการแยกสารผสม เพื่อวิเคราะห์ทางคุณภาพวิเคราะห์ (qualitative analysis) และปริมาณวิเคราะห์ (quantitative analysis) รวมทั้งในการพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารอินทรีย์ต่างๆ ดังนั้นจึงนิยมใช้กันแพร่หลาย โครมาโทกราฟีแบ่งออกเป็นประเภทต่างๆ ดังแสดงในแผนผังต่อไปนี้



แม้ว่าโครมาโทกราฟีประเภทต่างๆ จะมีวิธีปฏิบัติและเครื่องมือบางอย่างแตกต่างกันออกไป แต่หลักการของโครมาโทกราฟีทุกประเภทจะเหมือนกัน คือ เป็นการแยกสารต่างชนิดออกจากกัน โดยอาศัยความแตกต่างในการดูดซับ หรือ การกระจาย ของสารระหว่างเฟสนิ่ง ที่เป็นของแข็งหรือของเหลว กับเฟสเคลื่อนที่ ที่เป็นของเหลวหรือแก๊ส แล้วทำให้เกิดการแยกสารออกมาเป็นแถบๆ เรียกว่าโครมาโทกราฟี

กระบวนการของโครมาโทกราฟีเกิดขึ้น เนื่องจากสารที่ต้องการแยกมีการเคลื่อนที่ในอัตราที่แตกต่างกัน สาเหตุจากแรง 2 ประเภท คือ

1. แรงผลักดัน (propelling forces) ซึ่งเกิดจากการไหลของเฟสเคลื่อนที่หรือเกิดจากความสามารถในการละลายของสารในเฟสเคลื่อนที่
2. แรงดึง (retarding forces) ซึ่งเกิดจากการดูดซับของสารบนเฟสนิ่ง ด้วยแรงต่างๆ เช่น แรงพันธะไฮโดรเจน แรงวานเดอร์วาล dipole-dipole attraction เป็นต้น

ในขั้นนี้จะขอกล่าวถึงเฉพาะเรื่องของทินแลร์โครมาโทกราฟี (TLC) และคอลัมน์โครมาโทกราฟี

### ทินแลร์โครมาโทกราฟีและคอลัมน์โครมาโทกราฟี

ทั้งทินแลร์โครมาโทกราฟีและคอลัมน์โครมาโทกราฟีเป็น การแยกสาร ขึ้นกับความแตกต่างของการดูดซับของสารระหว่างเฟสนิ่ง หรือตัวดูดซับ (adsorbent) ที่เป็นของแข็ง กับเฟสเคลื่อนที่หรือตัวทำละลายที่เป็นของเหลว ในการแยกสารผสม ให้ใส่สารละลายของสารผสมที่ต้องการแยกบนตัวดูดซับ ซึ่งโมเลกุลของสารต่างชนิดกัน จะถูกดูดซับด้วยแรงดึงที่แตกต่างกัน เมื่อปล่อยให้ตัวทำละลายไหลผ่านตัวดูดซับ ตัวทำละลายจะพยายามพาสารบนตัวดูดซับไปกับมัน สารที่ถูกดูดซับได้ดีกว่าจะเคลื่อนที่ได้ช้ากว่าสารที่ถูกดูดซับน้อย จึงทำให้เกิดการแยกของสารขึ้น เฟสนิ่งทำหน้าที่เสมือนที่ๆ มีการแลกเปลี่ยนโมเลกุล ในกรณีที่เฟสนิ่งทำหน้าที่รับโมเลกุลของสารเข้ามาสัมผัสกับตัวมัน เรียกว่าเกิด การดูดซับ และเมื่อเฟสนิ่งทำหน้าที่ปล่อยให้โมเลกุลของสารเคลื่อนที่ไปกับเฟสเคลื่อนที่ เรียกว่าเกิด desorption

#### ตัวดูดซับ

การเลือกสารชนิดใดเป็นตัวดูดซับ จะต้องเลือกให้เหมาะกับการแยกสารแต่ละชนิด ตัวดูดซับที่ดีควรมีสสมบัติดังต่อไปนี้

1. ไม่ละลายในตัวทำละลายที่ใช้เป็นเฟสเคลื่อนที่
2. ไม่ทำปฏิกิริยากับสารที่ต้องการแยก และตัวทำละลายที่ใช้ รวมทั้งไม่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งอาจมีผลทำให้สารเกิดการสลายตัว เกิดการจัดตัวใหม่ หรือเกิดไอโซเมอร์เซชัน
3. ควรมีขนาดสม่ำเสมอ ในทางทฤษฎี ตัวดูดซับที่มีขนาดของอนุภาคเล็ก จะมีประสิทธิภาพในการแยกสารสูง แต่จะทำให้การไหลของตัวทำละลายผ่านตัวดูดซับช้า

ลำดับความสามารถในการดูดซับสารของตัวดูดซับ จากมากไปหาน้อยมีดังนี้ อะลูมินา

$\text{Al}_2\text{O}_3$  > charcoal > Florisil (fluorinated silicone polymer) > ซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) >

แมกนีเซียมคาร์บอเนตหรือแคลเซียมคาร์บอเนต > น้ำตาลและแป้ง

จะเห็นได้ว่าความสามารถในการดูดซับจะเพิ่มขึ้นเมื่อความมีขั้ว ของตัวดูดซับเพิ่มขึ้น อะลูมินาและซิลิกาเป็นตัวดูดซับที่นิยมใช้กันมาก ในการแยกสารประกอบอินทรีย์ เนื่องจากตัว

ดูดซับทั้งสองชนิดนี้ เป็นสารที่มีขั้วสูง จึงดูดซับสารที่มีขั้วสูงได้ดี โดยปกติซิลิกาที่ใช้ จะมีสมบัติเป็นกรด จึงเหมาะสำหรับใช้แยกสารที่เป็นกรด ส่วนอะลูมินามี 3 ประเภท คือ อะลูมินาที่มีสมบัติเป็นกลาง (ความเป็นกรด-ด่าง 7.5) เป็นกรด (ความเป็นกรด-ด่าง 4) และเป็นเบส (ความเป็นกรด-ด่าง 10) อะลูมินาที่เป็นกรดและเบสจะใช้แยกสารที่เป็นกรดและเบสได้ดีตามลำดับ ส่วนสารที่เกิดปฏิกิริยาเคมีได้ง่าย ภายใต้ภาวะที่เป็นกรดหรือเบส ควรเลือกใช้อะลูมินาที่เป็นกลาง ในการแยกสารเหล่านี้ พบว่าประสิทธิภาพในการแยกสารของซิลิกาและอะลูมินาจะลดลง เมื่อตัวดูดซับทั้งสอง ดูดน้ำเข้าไปเรียกว่าถูก deactivate มักจะพบเมื่อเก็บตัวดูดซับไว้นานๆ ซึ่งจะทำให้ตัวดูดซับสัมผัสกับความชื้น อย่างไรก็ตามสามารถทำให้ประสิทธิภาพของตัวดูดซับเหมือนเดิมได้ โดยนำไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส ประมาณ 1 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในเดซิเคเตอร์ แล้วจึงนำไปใช้แยกสารต่อไป วิธีการที่ทำให้ตัวดูดซับมีประสิทธิภาพเหมือนเดิมเรียกว่า การ activate

ในทินแตรโครมาโทกราฟี ตัวดูดซับจะถูกเคลือบเป็นฟิล์มบางๆ บนแผ่นแก้วหรือแผ่นพลาสติก โดยมีแคลเซียมซัลเฟต หรือโพลิเมอร์อินทรีย์ (organic polymer) เป็นตัวยึดตัวดูดซับให้ติดแน่นกับแผ่นแก้ว หรือแผ่นพลาสติก เรียกสิ่งนี้ว่าแผ่น TLC ส่วนในคอลัมน์โครมาโทกราฟี ตัวดูดซับจะบรรจุอยู่ในคอลัมน์

#### ตัวทำละลาย

ตัวทำละลายที่เหมาะสมสำหรับใช้แยกสาร ควรจะมีสมบัติดังนี้

1. ไม่ละลายตัวดูดซับแต่ละลายสารที่ต้องการแยก
2. ไม่ทำปฏิกิริยากับสารที่ต้องการแยก
3. ควรมีจุดเดือดต่ำ เพื่อที่จะสามารถกำจัดออกได้ง่ายภายหลังการแยกสมบูรณ์

นอกจากนี้ควรเลือกตัวทำละลายที่มีขั้วต่ำกว่าขั้วของสารที่ต้องการแยก ถ้าตัวทำละลายมีขั้วสูงกว่าสารที่ต้องการแยก ตัวทำละลายจะถูกดูดซับบนเฟสนิ่งได้ดีกว่าสาร ทำให้สารเกือบทั้งหมดละลายอยู่ในเฟสเคลื่อนที่ ดังนั้นการแยกสารจะเกิดไม่ทัน นอกจากนั้นการเพิ่มขั้วของตัวทำละลาย จะทำให้สารถูกปล่อยออกจากเฟสนิ่งได้เร็วขึ้น ตารางแสดงลำดับขั้วของตัวทำละลายที่นิยมใช้ จากต่ำไปหาสูง หรือลำดับอำนาจการชะ (eluting power) ของตัวทำละลายจากน้อยไปมาก



ตารางที่ 2 ตัวทำละลายที่ใช้ในทินเนอร์และคอลัมน์โครมาโทกราฟี

ตัวทำละลาย	รั้ว	
เฮกเซน		
ปิโตรเลียมอีเทอร์		
ไซโคลเฮกเซน		
คาร์บอนเตตระคลอไรด์		
โทลูอีน		
เบนซีน		
เมทิลีนคลอไรด์		
คลอโรฟอร์ม		
ไดเอทิลอีเทอร์		
เอทิลแอสีเตต		
อะซีโตน		
โพรพานอล		
เมทานอล		สูง

ความสามารถในการดูดซับของสารอินทรีย์

ความสามารถในการดูดซับของสารอินทรีย์โดยเฟสหนึ่ง ขึ้นกับชนิดและจำนวนหมู่ฟังก์ชันัลที่มี  
 ตัวในโมเลกุล โดยทั่วไปลำดับความสามารถในการดูดซับของสารอินทรีย์เรียงจากน้อยไปมาก  
 ดังในตาราง

ตารางที่ 3 ลำดับตัวของสารประกอบอินทรีย์เรียงจากต่ำไปสูง

ชั้น	สารประกอบ	หมู่ฟังก์ชันัล
ต่ำ ↓ สูง	ไฮโดรคาร์บอนชนิดอิ่มตัว	
	ไฮโดรคาร์บอนชนิดไม่อิ่มตัว	$>C=C<$
	conjugated diene และ สารประกอบอะโรมาติก	$>C=C-C=C<$
	อีเทอร์	-OR
	เฮไลด์	-F, -Cl, -Br, -I
	เอสเทอร์	-COOR
	คีโตน	$>C=O$
	อัลดีไฮด์	-CHO
	อะมีน	-NH <sub>2</sub>
	แอลกอฮอล์	-OH
	กรดคาร์บอกซิลิก	-COOH

ลำดับนี้อาจเปลี่ยนได้ ทั้งนี้ขึ้นกับชนิดของเฟสหนึ่งและเฟสเคลื่อนที่

## คอลัมน์โครมาโทกราฟี

คอลัมน์โครมาโทกราฟีเป็นวิธีที่ใช้แยกสารในปริมาณมากๆ ซึ่งไม่สามารถแยกโดยใช้ทินแลร์โครมาโทกราฟี คอลัมน์โครมาโทกราฟี เป็นกระบวนการซึ่งสารที่ต้องการแยก (เป็นของเหลวหรือสารละลาย) ถูกเติมลงบนตัวดูดซับ ที่บรรจุอยู่ในคอลัมน์ ในชั้นแรกสารที่จะแยกจะถูกดูดซับ โดยตัวดูดซับ ดังนั้นเมื่อเติมตัวทำละลาย ซึ่งเป็นเฟสเคลื่อนที่ลงไป ให้ไหลผ่านคอลัมน์ จะเกิด adsorb และ desorb ของสารนั้นกับตัวดูดซับที่เป็นเฟสนิ่ง ผลที่ได้คือ สารแต่ละชนิดในสารผสม จะถูกแยกออกมาเป็นแถบๆ ซึ่งแถบเหล่านี้จะถูกชะ ออกจากคอลัมน์ตามลำดับการชะ คือ การไหลของสารออกมาพร้อมกับเฟสเคลื่อนที่ ในการใช้คอลัมน์โครมาโทกราฟีแยกสาร ถ้าหากใช้เฟสนิ่งและเฟสเคลื่อนที่ที่เหมาะสม จะสามารถแยกสารประกอบต่างๆ ออกจากสารผสมได้ดีมาก อย่างไรก็ตาม ก่อนที่จะทำการแยกสารด้วยคอลัมน์โครมาโทกราฟี จำเป็นต้องตรวจสอบสารที่ต้องการแยกก่อน ด้วย TLC เพื่อให้ทราบว่าเป็นสารเดี่ยวหรือสารผสม นอกจากนี้ยังทำให้ทราบว่า ใช้อะไรเป็นเฟสนิ่งและใช้อะไรเป็นเฟสเคลื่อนที่

ขั้นตอนการทำคอลัมน์โครมาโทกราฟีมีดังนี้

1. การเตรียมคอลัมน์
2. การใส่สารที่ต้องการแยกลงในคอลัมน์
3. development ของคอลัมน์ด้วยตัวทำละลาย
4. การแยกสารออกจากตัวทำละลาย

### ขั้นที่ 1 การเตรียมคอลัมน์

คอลัมน์ที่นิยมใช้เป็นคอลัมน์แก้วที่มีรูปร่างและขนาดต่างๆ กัน ขนาดของคอลัมน์ที่ใช้สำหรับงานส่วนมาก จะมีอัตราส่วนของความสูงต่อเส้นผ่าศูนย์กลางของคอลัมน์ ประมาณ 10:1 คอลัมน์ที่มีอัตราส่วนดังกล่าวนี้มาก ได้แก่ คอลัมน์ที่ยาวมากๆ จะเหมาะสำหรับสารที่แยกออกจากกันได้ยาก ข้อเสีย คือการแยกสารในคอลัมน์ยาว จะใช้เวลามาก กว่าที่การแยกจะสมบูรณ์ นอกจากนี้การแยกสาร จะเกิดได้ดีเมื่ออัตราส่วนของปริมาณตัวดูดซับ ต่อปริมาณสารที่จะแยก เท่ากับ 30:1 โดยประมาณ

สำหรับการแยกสาร 1 กรัมหรือน้อยกว่าอาจใช้บิวเรตต์ขนาด 50 มิลลิลิตรเป็น  
 คอลัมน์ ถ้าคอลัมน์ที่ใช้ไม่มีก๊อกปิดเปิด อาจใช้ท่ออย่างสั้นๆ สวมที่ปลายล่างของคอลัมน์ แล้วใช้  
 ตัวหนีบๆ ที่ท่ออย่าง เพื่อทำหน้าที่ควบคุมอัตราการไหล ของตัวทำละลายแทนก๊อกปิดเปิด  
 ในการเตรียมคอลัมน์ ให้ตั้งคอลัมน์ในแนวตั้งจากกับพื้นระนาบ ใส่น้ำลงไปเล็กน้อย เติมตัวทำ  
 ละลายที่ทำหน้าที่เป็นเฟสเคลื่อนที่ตัวแรกลงไป ใส่น้ำแกว่งยาวกบบนลำลีเบาๆ เพื่อไล่ฟอง  
 อากาศ เมื่อแน่ใจว่าไม่มีฟองอากาศแล้ว จึงเติมทรายละเอียดลงไป โดยให้ชั้นทรายสูง  
 ประมาณ 1 เซนติเมตร ปรับผิวหน้าของทรายให้เรียบ โดยใช้ท่ออย่างเคาะด้านนอกของคอลัมน์  
 เบาๆ ชั้นทรายจะป้องกันตัวดูดซับไม่ให้ไหลออกจากคอลัมน์ และทำให้ฐานของตัวดูดซับ เรียบ  
 หลังจากนั้นให้เติมตัวดูดซับ เช่น อะลูมินา หรือ ซิลิกาเจล วิธีการเติมตัวดูดซับที่นิยมใช้กันมี 2  
 วิธีคือ

วิธีที่ 1 ใส่วัตถุดูดซับลงในตัวทำละลายจำนวนหนึ่งในบีกเกอร์ ใช้แท่งแก้วคนจน  
 กระทั่งไม่มีฟองอากาศเหลืออยู่ สารผสมที่ได้เรียกว่า slurry ค่อยๆ เท slurry ลงในคอลัมน์และใน  
 ขณะเดียวกัน ก็เปิดก๊อก เพื่อให้ตัวทำละลายไหลออกไป พยายามรักษาระดับความเร็วของการ  
 เท slurry และการไหลออก ของตัวทำละลายให้สม่ำเสมอ เมื่อเท slurry ลงไปในคอลัมน์หมด  
 แล้ว ให้ใช้ท่ออย่างเคาะรอบๆ ด้านนอกของคอลัมน์อย่างเบาๆ เพื่อให้ตัวดูดซับอัดกันแน่นยิ่งขึ้น  
 วิธีนี้เป็นวิธีที่ใช้กันมาก

วิธีที่ 2 เติมตัวดูดซับที่แห้งลงไปคอลัมน์ ที่มีตัวทำละลายบรรจุอยู่ อย่างช้าๆ ใน  
 ขณะเดียวกัน ให้เปิดก๊อก ให้ตัวทำละลายไหลออก พร้อมกับใช้ท่ออย่างเคาะด้านนอกของคอลัมน์  
 ชั่วคราวระวัง อย่าให้ระดับของตัวทำละลายอยู่ต่ำกว่า ระดับของตัวดูดซับ ในระหว่างการเตรียม  
 คอลัมน์

ในการเตรียมคอลัมน์ทั้งวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 เมื่อแน่ใจว่าตัวดูดซับอัดกันแน่นดีแล้ว  
 จึงเติมทรายลงไป โดยให้ชั้นทรายสูงประมาณ 1 เซนติเมตร เคาะด้านนอกของคอลัมน์อย่าง  
 เบาๆ ด้วยท่ออย่าง ชั้นทรายจะป้องกันและรักษาผิวหน้าของตัวดูดซับให้เรียบ ถ้าไม่ใช้ทราย  
 จะใช้กระดาษกรองตัดเป็นแผ่นกลมขนาดคอลัมน์ก็ได้ จะต้องรักษาระดับของตัวทำละลายให้  
 ท่วมทรายตลอดการทดลอง เพราะเมื่อตัวดูดซับแห้งจะเกิดฟองอากาศขึ้นในคอลัมน์ ทำให้เกิด  
 รอยแยกที่ตัวดูดซับ เรียกว่าเกิด column cracking  
 การเตรียมคอลัมน์ที่ดี ตัวดูดซับจะต้องอัดกันแน่น สม่ำเสมอ และมีผิวหน้าเรียบ

## ขั้นที่ 2 การใส่สารที่ต้องการแยกลงในคอลัมน์

ก่อนที่จะใส่สารที่ต้องการแยกลงในคอลัมน์ จะต้องเปิดก๊อก ให้ตัวทำละลายไหลออกไป เพื่อให้ตัวทำละลายอยู่ในระดับเดียวกันกับทราย ถ้าไม่ใช้ทราย ก็ให้ตัวทำละลายลดลงมาอยู่ระดับเดียวกับตัวดูดซับ

ถ้าสารที่ต้องการแยกเป็นของแข็ง หรือเป็นของเหลวเหนียวๆ จะต้องนำมาละลายในตัวทำละลายในปริมาณน้อยที่สุดก่อน แต่ถ้าสารนั้นเป็นของเหลวชั้นสามารถนำไปใช้ได้เลย ทั้งนี้เพื่อให้สารถูกดูดซับเป็นแถบแคบๆ ตัวทำละลายที่ใช้โดยมาก มักเป็นชนิดเดียวกับตัวทำละลายที่เป็นเฟสเคลื่อนที่ตัวแรก ในกรณีที่สารที่ต้องการแยกไม่ละลาย หรือละลายได้น้อยในตัวทำละลายที่เป็นเฟสเคลื่อนที่ตัวแรก ให้ละลายสารในตัวทำละลายที่มีขั้วสูงขึ้น ทำให้สารละลายเข้มข้นก่อนนำไปใช้ในคอลัมน์ ใช้ disposable pipette ช่วยในการใส่สารละลายลงในคอลัมน์ เมื่อใส่สารเรียบร้อยแล้ว ให้เปิดก๊อก เพื่อให้ตัวทำละลายไหลออกจากคอลัมน์อย่างช้าๆ ในขณะเดียวกัน สารที่จะแยก จะเริ่มถูกดูดซับ โดยตัวดูดซับอย่างช้าๆ เมื่อตัวทำละลายลดลงมาอยู่ในระดับเดียวกับตัวดูดซับ ให้ปิดทันที จะเห็นได้ว่าตอนนี้ระดับของตัวทำละลายจะต่ำกว่าทราย

### ขั้นที่ 3 development ของคอลัมน์ด้วยตัวทำละลาย

เติมตัวทำละลายลงในคอลัมน์อย่างระมัดระวังเพื่อป้องกันไม่ให้ผิวหน้าของตัวดูดซับได้รับความกระทบกระเทือน ในขั้นแรกควรใช้ disposable pipette เติมตัวทำละลายลงในคอลัมน์ หลังจากนั้นสามารถเติมตัวทำละลายอย่างต่อเนื่อง ผ่านทางกรวยแยก ซึ่งวางอยู่เหนือคอลัมน์ โดยใส่ตัวทำละลายลงในกรวยแยกแล้วปิดจุก นำกรวยแยกนี้ไปวางเหนือคอลัมน์ ในลักษณะที่ปลายของกรวยแยกจุ่มอยู่ในตัวทำละลายในคอลัมน์ เปิดก๊อกของกรวยแยก เมื่อตัวทำละลายในคอลัมน์ลดต่ำกว่าปลายของกรวยแยก ตัวทำละลายในกรวยแยกจะไหลออกมาชดเชยส่วนที่ลด การเติมตัวทำละลายจะเกิดต่อเนื่องกันโดยอัตโนมัติ จนกระทั่งตัวทำละลายในกรวยแยกหมด ส่วนก๊อกเปิดเปิดที่ส่วนล่างของคอลัมน์ ควรปรับให้มีอัตราการไหลออกของตัวทำละลาย ให้พอเหมาะ ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับขนาดของคอลัมน์ และสารที่ต้องการแยก เริ่มทำการเก็บตัวทำละลายที่ออกมาจากคอลัมน์เป็นส่วนๆ ในตอนนี้จะมีโครมาโทแกรมเกิดขึ้น ถ้าสารที่แยกมีสี จะสามารถติดตามการชะ ของสารที่ออกจากคอลัมน์ได้ง่าย แต่ถ้าสารที่แยกไม่มีสี โดยทั่วไป จะเก็บตัวทำละลาย และสารที่ออกจากคอลัมน์เป็นส่วนๆ ละเท่าๆ กัน แล้วตรวจสอบสารในแต่ละส่วนด้วย TLC รวมส่วนที่เหมือนกันเข้าด้วยกัน

ถ้าโครมาโทแกรมไม่ยอมแยกตัวออกจากกัน หรือการเคลื่อนของสารลงสู่คอลัมน์เกิดขึ้นช้ามาก ควรเพิ่มขั้วของตัวทำละลายที่ใช้ทีละน้อย โดยการผสมตัวทำละลายเดิม กับตัวทำละลายที่มีขั้วสูงกว่า โดยให้องค์ประกอบของตัวทำละลายผสม มีเปอร์เซ็นต์ของตัวทำละลายที่



มีหัวสูงเพิ่มจาก 5, 10, 20, 40 และ 80 เปอร์เซ็นต์ แล้วตามด้วยตัวทำละลายที่มีหัวสูงเพียงอย่างเดียว เรียกว่าวิธีการระเหยสารที่มีการเพิ่มหัวของตัวทำละลายว่า การระเหยแบบลำดับส่วน (stepwise elution) เป็นวิธีที่นิยมใช้กันมากที่สุด เพราะทำให้ประสิทธิภาพการแยกสารเพิ่มขึ้น ข้อควรระวัง ในการระเหยแบบลำดับส่วน คือ ต้องไม่เปลี่ยนหัวของตัวทำละลายเร็วเกินไป เพราะจะทำให้เกิด รอยขาวในคอลัมน์ ส่วนการระเหยออกจากคอลัมน์โดยใช้ตัวทำละลายชนิดเดียว หรือใช้ตัวทำละลายผสมที่มีอัตราส่วนคงที่ตั้งแต่แรกจนกระทั่งการแยกสมบูรณ์เรียกว่าการระเหยธรรมดา (simple elution)

สำหรับสาเหตุที่ทำให้ได้โครมาโทแกรมที่ไม่ดี มีดังนี้

1. ตัวดูดซับและตัวทำละลายที่ใช้ไม่บริสุทธิ์
2. การบรรจุตัวดูดซับในคอลัมน์ไม่ดีพอ
3. การเปลี่ยนหัวของตัวทำละลายเร็วเกินไป
4. สารเกิดการสลายตัวในคอลัมน์

ขั้นที่ 4 การแยกสารออกจากตัวทำละลาย

นำส่วนที่เก็บจากคอลัมน์ซึ่งมีตัวทำละลายปนอยู่กับสาร ไประเหยโดยใช้ เครื่องระเหยแห้ง โดยใช้สูญญากาศ เพื่อไล่ตัวทำละลายให้หมดไป

การแยกสาร 2 ตัวผสมกันอยู่ โดยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟี จะกระทำได้เมื่อโมเลกุลของสารสองตัวนั้น มีความสามารถในการถูกดูดซับไว้ที่ของแข็งที่บรรจุอยู่ในคอลัมน์ ได้แตกต่างกัน ถ้าสารสองชนิดนั้น เป็นสารอินทรีย์ที่มีความเป็นขั้วเล็กน้อย เช่น โมเลกุล X และ Y ที่สามารถละลายได้ในตัวทำละลายไม่มีขั้ว เช่น เฮกเซน, สาร X และ Y สามารถถูกดูดซับไว้ที่ของแข็งที่เป็นขั้ว เมื่อผ่านตัวทำละลายเฮกเซนลงไปคอลัมน์ต่อไปอีกเท่าไรก็ตาม X และ Y จะไม่เคลื่อนที่ เพราะว่าโมเลกุลของ X และ Y จะถูกดูดซับไว้ได้อย่างเหนียวแน่น ถ้าเปลี่ยนตัวชะ มาเป็นเบนซีน ซึ่งเป็นตัวทำละลายที่เป็นขั้วมากกว่าเฮกเซน ผ่านลงในคอลัมน์ พบว่า X และ Y สามารถเคลื่อนที่ผ่านลงในคอลัมน์ได้ เนื่องจาก X และ Y มีความสามารถในการถูกดูดซับและการละลายในตัวทำละลาย ได้แตกต่างกัน ดังนั้นสารทั้งสองจึงเคลื่อนที่ผ่านคอลัมน์ ด้วยความเร็วที่แตกต่างกัน ทำให้แยก X และ Y ออกจากกันได้ ถ้าเปลี่ยนตัวชะ ให้เป็นขั้วมากขึ้น เช่น แอลกอฮอล์ ทั้ง X และ Y จะเคลื่อนที่ในคอลัมน์ลงมาพร้อมกันอย่างรวดเร็ว

สรุปได้ว่า วิธีการแยกโดยคอลัมน์โครมาโทกราฟี กระทำได้โดยใช้ตัวทำละลาย ละลายสารผสมที่ต้องการแยก เมื่อใส่สารละลายผสมลงในคอลัมน์แล้ว จะต้องเกิดการดูดซับได้ดี คือตัวทำละลายจะต้องไม่ช่วยพา ให้สารผสมนั้นเคลื่อนที่ผ่านคอลัมน์ หลังจากนั้นเปลี่ยนตัว ทำละลายใหม่ ให้มีคุณสมบัติ ที่สามารถพาสารที่ถูกดูดซับไว้ในคอลัมน์ เคลื่อนที่ผ่านคอลัมน์ ได้ ตัวทำละลายนี้เรียกว่า ตัวชะ ขบวนการที่ตัวถูกละลายสามารถเคลื่อนที่ออกจากคอลัมน์ได้ เรียกว่า อีลูท นั่นคือสิ่งที่สำคัญที่สุด ก็คือการศึกษาคุณสมบัติของสารต่างๆ ที่นำมาใช้เป็นตัว ดูดซับ ตัวทำละลาย และตัวอีลูท การแยกสารเคมีที่เราสนใจทำได้สมบูรณ์หรือไม่ นั้นขึ้นอยู่กับ คุณสมบัติของสารทั้ง 3 ชนิด ดังกล่าว

ในการแยกสารเพื่อหาสูตรและองค์ประกอบทางเคมี นอกจากใช้เทคนิคทินแลร์ โครมาโทกราฟี และคอลัมน์โครมาโทกราฟีแล้ว ยังจำเป็นต้องใช้เทคนิคของฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ รวมทั้งเทคนิคการแยกและตรวจสอบสารโดยวิธีทางเคมีและฟิสิกส์ เข้ามาช่วยด้วย

1.1 ปัญหาและที่มาของการศึกษาทดลอง เนื่องจากกรมวิทยาศาสตร์บริการโดยกลุ่มงานเคมีประยุกต์ กองเคมี ได้รับตัวอย่างเพื่อตรวจหาองค์ประกอบและหาสูตรดังนี้

ตัวอย่าง 1 น้ํายาขัดเงาโลหะชนิดน้ํา หมายเลขปฏิบัติการ UG 846 ส่งมาโดย นายสุชาติ ดำรงกิจชัยพร ห้างหุ้นส่วนจำกัด พี พี เค เวิร์ค กทม.

ตัวอย่าง 2 กาวเคลือบหนังสังกะสี NEOFILM หมายเลขปฏิบัติการ TS 941 ส่งโดย นายอรรถบริษัท เคมเทน จำกัด สมุทรปราการ

น้ํายาขัดเงาโลหะชนิดน้ําใช้ขัดเงาโลหะก่อนเคลือบส่วนกาวเคลือบหนังสังกะสีใช้เคลือบหนังที่มีตำหนิ ผลเป็น รอยขีดข่วน

## 1.2 วัตถุประสงค์

ทั้ง 2 ตัวอย่าง ส่งมาเพื่อตรวจแยกองค์ประกอบ และ พิสูจน์โครงสร้าง

- 1) เพื่อการผลิตเป็นอุตสาหกรรม ลดการนำเข้าจากต่างประเทศ
- 2) เพื่อพัฒนาวิธีวิเคราะห์สารอินทรีย์ โดยใช้เครื่องมือชั้นสูง
- 3) เพื่อ การศึกษาแยกสารโดยใช้เทคนิค คอลัมน์โครมาโทกราฟี

## 1.3 ขอบเขตของการศึกษาทดลอง

เป็นการศึกษาทดลองโดยอาศัยคอลัมน์โครมาโทกราฟีและวิธีการทางเคมีและฟิสิกส์เพื่อให้ได้มาซึ่งสูตรและองค์ประกอบของสารตัวอย่าง

## 1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

เป็นแนวทางในการศึกษาทดลองในตัวอย่างอื่นๆ ต่อไป ช่วยลดการนำเข้าสารเคมีจากต่างประเทศ ส่งเสริมการผลิตของอุตสาหกรรมขนาดกลางและขนาดเล็ก เป็นการนำเอาเครื่องมือที่มีเทคนิคชั้นสูง มาใช้ตรวจสอบ และช่วยเพิ่มพูนประสบการณ์ การทำงานของนักวิทยาศาสตร์

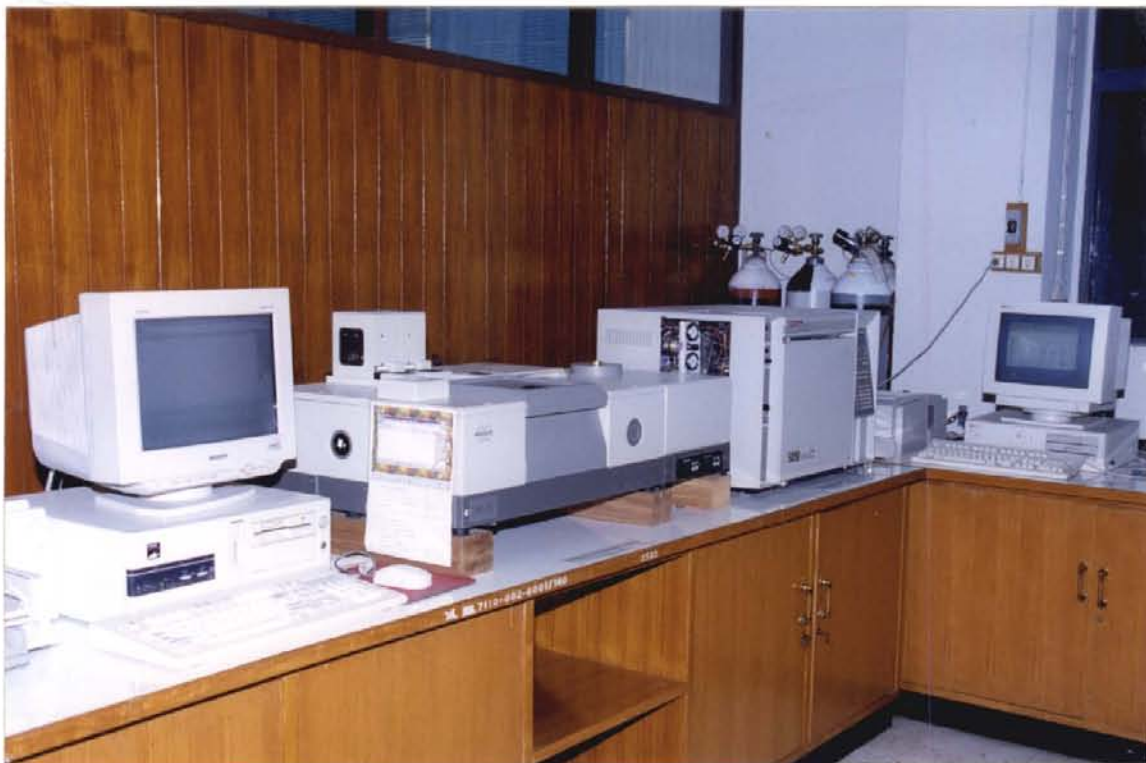
## 1.5 ระยะเวลาของการศึกษาทดลอง

12 มิถุนายน 2541- 7 ตุลาคม 2542

## บทที่ 2 วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการ

### 2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

- เครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FI-IR) รุ่น IFS 80 ยี่ห้อ Bruker จากประเทศ สวิตเซอร์แลนด์
- เครื่องอ่างไอน้ำ (water bath)
- เตาอบ (oven)
- เครื่องชั่ง (balance)
- แท่นให้ความร้อน (hot plate)
- บีกเกอร์ขนาด 25,50,100 และ 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- เครื่องแก๊วสกัด (soxhlet extractor)
- คอลัมน์แก้ว ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 2 เซนติเมตร ความยาวประมาณ 50 เซนติเมตร
- พอร์ซเลน สปอต เพลท (porcelain Spot plate)
- อลูมิเนียมฟอยล์ (aluminium foil)
- เครื่องแก๊วลั่นหน้า Dean & Stark apparatus



รูปที่ 36 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรมิเตอร์ (GC- FTIR)

## 2.2 สารเคมีที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

เฮกเซน	(hexane) laboratory grade
มิกซ์อินดิเคเตอร์	(mixed indicator)
ไดคลอโรมีเทน	(dichloromethane) laboratory grade
ปิโตรเลียมอีเทอร์	(petroleum ether) laboratory grade
เอทิลอะซิเตท	(ethyl acetate) laboratory grade
อะซิโตน	(acetone) laboratory grade
เมทานอล	(methanol) laboratory grade
กรดอะซิติก	(acetic acid) reagent grade
ฟีนอล	(phenol) reagent grade
คาร์บอนเตตระคลอไรด์	(carbontetrachloride) reagent grade
โบรมีน	(bromine) reagent grade
เอทานอล	(ethanol) laboratory grade
กรดไฮโดรคลอริก	(hydrochloric acid) reagent grade
โซเดียมไฮดรอกไซด์	(sodium hydroxide) reagent grade
โซดาไลม์	(soda lime) reagent grade
p-ไดเมทิล อะมิโนเบนซัลดีไฮด์	(p-dimethylaminobenzaldehyde) reagent grade
นินไฮดริน	(ninhydrin) reagent grade
ไฮดรอกซิลเอมีน ไฮโดรคลอไรด์	(hydroxylamine hydrochloride) reagent grade
เฟอร์ริกคลอไรด์	(ferric chloride) reagent grade
โทลูอีน	(toluene) reagent grade

## 2.3 รายละเอียดของตัวอย่าง

หมายเลขปฏิบัติการ	ชื่อตัวอย่าง	ลักษณะตัวอย่าง
UG 846	น้ำยาขัดเงาโลหะชนิดน้ำ	เป็นของเหลวข้น สีน้ำตาลอ่อน บรรจุกล่องพลาสติก
TS 941	กาวเคลือบหนังสือตัว (Neofilm)	เป็นของเหลวข้น คล้ายกาวลา เทกซ์ สีขาว บรรจุกล่องพลาสติก

ตารางที่ 4 แสดงรายละเอียดของตัวอย่าง



## 2.4 วิธีการ

### 2.4.1 การตรวจพินิจเบื้องต้น

สถานะทางกายภาพ สังเกตดูว่าสารเป็นของแข็งหรือของเหลว เป็นเนื้อเดียวกันหรือไม่ ซึ้นคล้ายน้ำมัน (emulsion) หรือโปร่งใส เขย่าแล้วเกิดฟองหรือไม่ สังเกตดูว่าสารตัวอย่างที่ได้รับมีสีหรือไม่ ทำให้รู้ว่าสารที่ได้บริสุทธิ์หรือไม่

-กลั่น ตมกลั่น โดยนำตัวอย่างมาต้มห่างจากจุ่มก แล้วใช้มือโบกให้สารระเหยผ่านจุ่มก จากกลั่นที่ปรากฏ อาจบอกกลุ่มของสารได้ เช่น กลิ่นหอมของเอสเทอร์ กลิ่นตัวทำละลาย อินทรีย์ กลิ่นกรด กลิ่นแอมโมเนีย กลิ่นฟีนอล กลิ่นเอมีน เป็นต้น

-การเผาไหม้ (8) นำตัวอย่างประมาณ 0.1 กรัม ใส่ฝาคูชิบิล นำไปใกล้เปลวไฟ ดูว่าติดไฟหรือไม่ ให้เปลวสีอะไร สังเกตดูเขม่า มีลักษณะเป็นอย่างไร อาจดำเล็กน้อย หรือเขม่าเป็นสายๆ เมื่อเอาฝาคูชิบิลห่างจากเปลวไฟ ยังคงติดไฟ แสดงว่าสารนั้นติดไฟได้เอง ขณะติดไฟเกิดปะทุหรือไม่ หรือไม่ติดไฟจนกระทั่งเกิดสลายตัว จึงติดไฟ เมื่อไฟดับเหลือเถ้าหรือไม่ ลองหยดน้ำกลั่นลงบนเถ้า เพื่อทดสอบการละลายน้ำ ทดสอบความเป็นกรด-ด่าง ด้วยกระดาษ pH

-การทดสอบการละลาย (solubility) การทดสอบการละลาย ในตัวทำละลายอินทรีย์ ใช้สารประมาณ 20 มิลลิกรัม ละลายกับตัวทำละลายอินทรีย์ ได้แก่ 1 โตรเลียมอีเทอร์ ไดคลอโรมีเทน อะซิโตน เอทิลแอลกอฮอล์

### 2.4.2 การวิเคราะห์หาส่วนที่ไม่ระเหย

-ชั่งตัวอย่างใส่ Porcelain basin หรือ Aluminium foil basin ประมาณ 2-3 กรัม  
ระเหยบนเครื่องอังไอน้ำจนแห้ง

อบในตู้อบ ที่อุณหภูมิประมาณ  $100 \pm 5$  องศาเซลเซียส หรือ  $150 \pm 5$  องศาเซลเซียส จนน้ำหนักคงที่

ใส่ เติร์เคเตอร์ ทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ชั่งน้ำหนัก

คำนวณจากสูตร

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

A = น้ำหนักตัวอย่าง + น้ำหนัก basin (ภาชนะ) หลังอบ

B = น้ำหนัก basin

W = น้ำหนักตัวอย่าง

### 2.4.3 การทดสอบทางเคมี

#### 2.4.3.1 ทดสอบ โรซิน โดยวิธี Halphen-Hicks Reaction(5)

เตรียมสารละลาย Reagent A โดยผสม ฟีนอล 1 ส่วน ลงละลายในคาร์บอนเตตระคลอไรด์ 2 ส่วน โดยปริมาตร เตรียมสารละลาย Reagent B โดยผสม ไพรอิมิน 1 ส่วน ลงละลายในคาร์บอนเตตระคลอไรด์ 4 ส่วน โดยปริมาตร

นำเอาตัวอย่างประมาณ 0.1 กรัม ละลายด้วย Reagent A ประมาณ 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในหลุมของ ฟอรัลเลน สปอต เพลท แล้วหยดสาร Reagent B ลงในหลุมติดกัน ใช้มือโบกให้ไอของไพรอิมินไปสัมผัสกับหลุมแรก สังเกตดูรอยต่อระหว่างหลุม ถ้าเป็นสีม่วงแกมน้ำเงิน แสดงว่ามี โรซิน

#### 2.4.3.2 ทดสอบสบู่ (soap) .i.

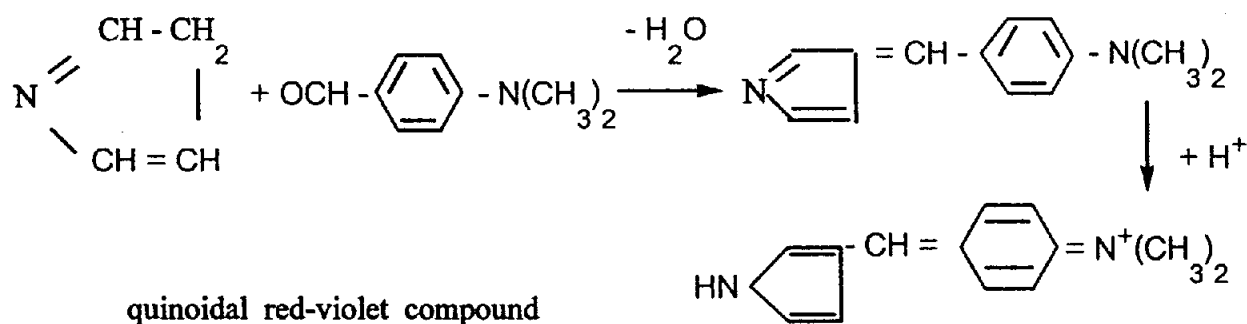
เตรียมสารละลายกรดอะซีติก ร้อยละ 50 โดยปริมาตร

นำเอาตัวอย่างประมาณ 0.2 กรัม ละลายน้ำประมาณ 90 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายกรดอะซีติกประมาณ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าให้เข้ากัน แล้วสังเกตดู ถ้าสารละลายที่ได้ใส แสดงว่าไม่มีสบู่ ถ้าขุ่น ให้นำสารละลายที่ได้ไปให้ความร้อน ที่อุณหภูมิประมาณ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที แล้วสังเกตดู ถ้ามีชั้นน้ำมันลอยอยู่ในสารละลาย แสดงว่ามีสบู่(9)(10)

#### 2.4.3.3 ทดสอบโปรตีน(1)

เตรียมสารละลายร้อยละ 0.5 p-โตเมทิลอะมิโนเบนซัลดีไฮด์ โดยละลาย 0.5 กรัม ในกรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น

โปรตีนจะถูกไฮโดรไลซ์ด้วยกรดเข้มข้น จะได้เป็นโพลีเปปไทด์ และกรดอะมิโน และโปรตีนประกอบด้วยทริพโทเฟน และทรีโทเฟน จะแตกตัวเป็นอินโดล และอนุพันธ์ของอินโดล และเมื่อสัมผัสกับ p-โตเมทิลอะมิโนเบนซัลดีไฮด์ จะเกิดเป็น สีม่วงของ ซิฟฟ์ เบส ดังสมการ

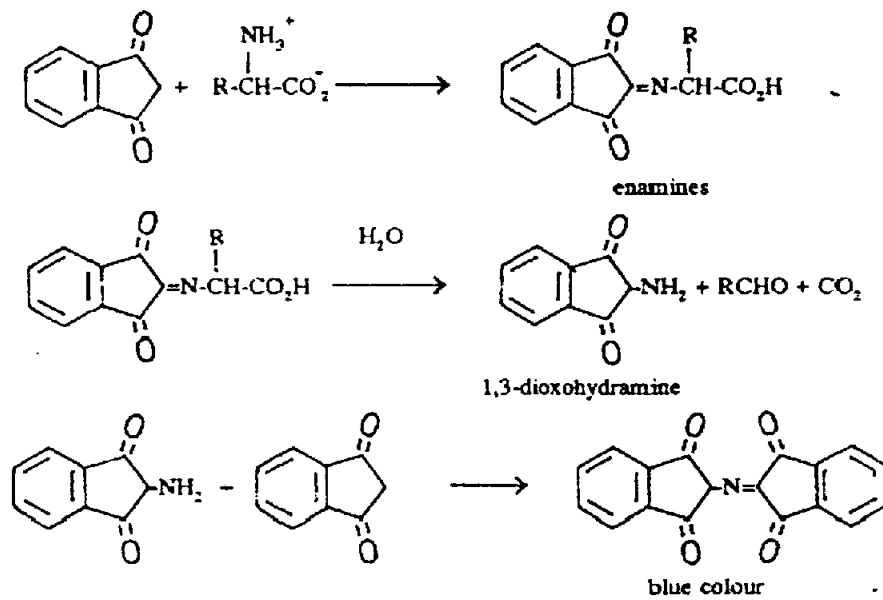


รูปที่ 37 แสดงปฏิกิริยาของอินโดล กับ p-ไดเมทิลอะมิโนเบนซัลดีไฮด์

#### 2.4.3.4 ทดสอบกรดอะมิโน

เตรียมสารละลายร้อยละ 0.1 ของนินไฮดริน โดยชั่ง 0.1 กรัม ละลายในน้ำ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

กรดแอลฟาอะมิโน ( $\alpha$ -amino acids) หรือ กรดเบต้าอะมิโน ( $\beta$ -amino acids) สามารถทดสอบได้ทางเคมีโดยปฏิกิริยาระหว่างนินไฮดริน (ninhydrin) กับหมู่อะมิโนของกรดอะมิโน ซึ่งให้สารอีนามีน (enamine) เป็นผลผลิต หลังจากนั้นสารอีนามีนจะถูกไฮโดรไลซ์ด้วยน้ำ เปลี่ยนเป็น 1,3-ไดออกโซไฮโดรรามีน (1,3-dioxohydramine) สารอัลดีไฮด์ และคาร์บอนไดออกไซด์ สารเอมีนที่เกิดขึ้น จะทำปฏิกิริยากับนินไฮดริน ให้สารสีน้ำเงินเข้มของ N-(1,3-dioxohydrindylidene)-1,3-dioxohydramine เป็นผลผลิต ปฏิกิริยาทั้งหมดที่เกิดขึ้นเป็นดังนี้



รูปที่ 38 แสดงปฏิกิริยาของนินไฮดริน กับ กรดอะมิโน

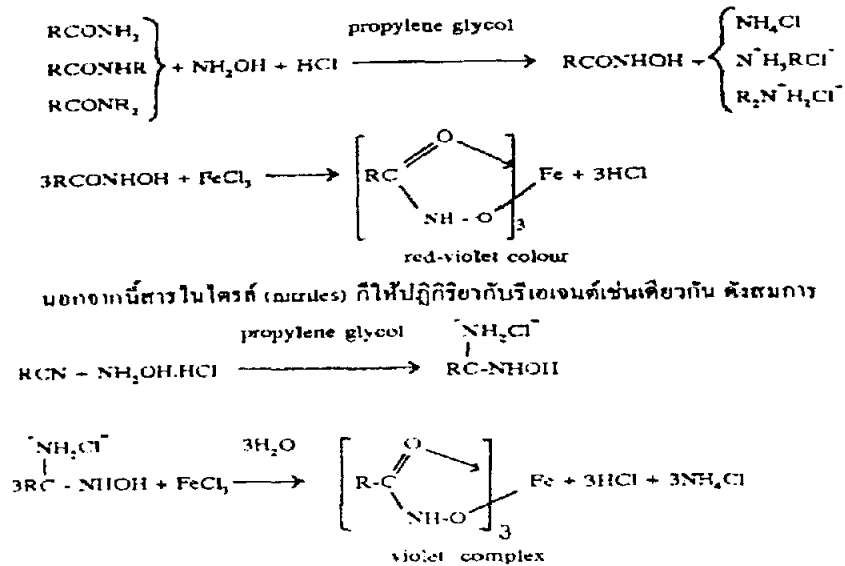
วิธีทดสอบ ใส่สารละลายของนินไฮดริน 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในหลอดทดสอบ เติมสารตัวอย่าง 0.1 กรัมลงไป แล้วนำสารละลายที่ได้ไปให้ความร้อนใน หม้ออังไอน้ำ สังเกตผลที่เกิดขึ้น ถ้ามีสีน้ำเงินเกิดขึ้นภายใน 1 นาที แสดงว่าเป็น กรดอะมิโน

#### 2.4.3.5 ทดสอบเอไมด์ (amide)

เตรียมสารละลาย ไฮดรอกซิลเอมีนไฮโดรคลอไรด์ในโปรพิลีนไกลคอล (1 Molar) โดยชั่งมา 7 กรัม ละลายในโปรพิลีนไกลคอล 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายร้อยละ 2 ของเฟอริกคลอไรด์ในร้อยละ 95 เอทานอล

การทดสอบด้วยไฮดรอกซิลเอมีนไฮโดรคลอไรด์และเฟอริกคลอไรด์ (hydroxamic acid test) สารประกอบเอไมด์ทั้งประเภทปฐมภูมิ ประเภททุติยภูมิและตติย

สามารถทำปฏิกิริยากับไฮดรอกซิลเอมีนเช่นเดียวกับ สารประเภทเอสเทอร์  
ใช้ภาวะที่รุนแรงกว่า คือ ต้องใช้โพรพิลีนไกลคอล (propylene glycol)  
ทำละลายแทนเมทานอล จะให้กรดไฮดรอกซามิกเป็นผลผลิต ซึ่งให้  
ยากับเฟอร์ริกคลอไรด์เป็นสารประกอบเชิงซ้อนของเฟอร์ริกไฮดรอกซามาเมต



รูปที่ 39 แสดงปฏิกิริยาของเอไมด์ กับ ไฮดรอกซิลเอมีน

ดังนั้น จึงไม่สามารถบอกความแตกต่างระหว่างสารเอไมด์และสารไนไตรด์โดยวิธี  
นี้

**วิธีทดสอบ** ใส่สารตัวอย่าง 0.2 กรัม สำหรับของแข็ง หรือ 2-3 หยดสำหรับของ  
เหลว ลงในหลอดทดสอบ เติมสารละลายไฮดรอกซิลเอมีนไฮโดรคลอไรด์ 1 ลูก  
บาศก์เซนติเมตร ลงไปและนำหลอดทดสอบไปต้มให้เดือดบน เบลวไฟ เป็นเวลา  
2 นาที แล้ววางไว้ให้เย็น เติมน้ำกลั่น 0.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร พร้อมเขย่าให้เข้า  
กัน และเติมสารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์ 2-3 หยด สังเกตผลที่เกิดขึ้น ถ้าได้สาร  
ละลายสีม่วงแดง แสดงว่าเป็นสารเอไมด์หรือไนไตรด์



#### 2.4.3.6 ทดสอบสารลดแรงตึงผิว (surfactant)

การเตรียมสารละลาย มิกซ์ อินดิเคเตอร์

ชั่ง 0.5 กรัม ไดมิดียมโบรไมด์ ใส่ในบีกเกอร์ ขนาด 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ชั่ง 0.25 กรัม เอซิด บูล ใส่ในบีกเกอร์ ขนาด 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร

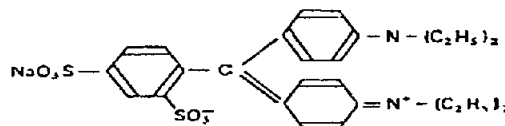
เติมเอทานอล 10 ไร่ย่อยละ โดยปริมาตร ลงใน 2 บีกเกอร์ จำนวน 30 ลูกบาศก์

เซนติเมตร คนให้เข้ากัน วันทั้งสองบีกเกอร์ ลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 250

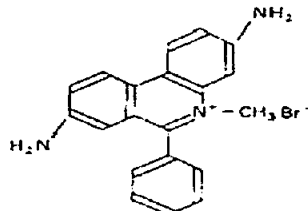
ลูกบาศก์เซนติเมตร ล้างบีกเกอร์ และ ปรับปริมาตร เป็น 250 ลูกบาศก์

เซนติเมตร โดยใช้ไร่ย่อยละ 10 โดยปริมาตร เอทานอล

Acid blue 1<sup>31</sup> (C.I. 42045) (di-sodium-4',4''-diamino-diethyltriphenylmethane-2,4-disulphonate)



Dimidium bromide (3,6-diamino-5-methyl-6-phenyl-phenanthridinium bromide)



รูปที่ 40 แสดงสูตรโครงสร้างของ มิกซ์ อินดิเคเตอร์

นำเอาตัวอย่างประมาณ 0.2 กรัม ใส่ในกระบอกตวงขนาด 100 ลูกบาศก์

เซนติเมตร ละลายน้ำประมาณ 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปรับสภาพความเป็น

กรด-ด่างให้เป็นกลาง เติม มิกซ์ อินดิเคเตอร์ ประมาณ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร

เขย่า เติมไดคลอโรมีเทน ประมาณ 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่า วางแยกชั้น

ให้สังเกตดูชั้นไดคลอโรมีเทน (ชั้นล่าง)

ถ้าเป็นสีน้ำเงิน แสดงว่าเป็น cationic surfactant

ถ้าเป็นสีชมพู แสดงว่าเป็น anionic surfactant

ถ้าเป็นไม่มีสี แสดงว่า อาจเป็น non-ionic surfactant

#### 2.4.3.7 ทดสอบ หมู่โพธิลีน ออกไซด์ และ หมู่เอทิลีน ออกไซด์(PO-adduct, EO- adduct)(11)

การเตรียมสารละลาย ไดเอทานอลเอมีน ร้อยละ 0.1 โดยละลาย 0.1 กรัมในน้ำกลั่น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

การเตรียมสารละลาย โซเดียมไนโตรพอสไฟต์ ร้อยละ 2 โดยละลาย 2 กรัม ในน้ำกลั่น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

นำเอาตัวอย่างประมาณ 0.1 กรัม ใส่หลอดทดลอง เติมกรดฟอสฟอริกเข้มข้น ประมาณ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เอาสำลีใส่ในตอบนบนของหลอดทดลอง ต่อจากยางและหลอดแก้วอ รองรับด้วยหลอดทดลองอีกหลอดหนึ่ง ที่ภายในบรรจุด้วยน้ำกลั่น ประมาณ 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร และ 1,2 หยดของ ไดเอทานอลเอมีน และ 1,2 หยดของโซเดียมไนโตรพอสไฟต์ นำเอาหลอดแรกไปเผาให้ความร้อนจนเกิดไอ ลงไปในหลอดที่ 2 สังเกตดูสีของสารละลายในหลอดที่ 2 ถ้าเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงินแสดงว่ามี เอทิลีน ไกลคอล หรือ เอทิลีน ออกไซด์ ซึ่งเป็น nonionic surfactant

ถ้าสารละลายเปลี่ยนเป็นสีแดงอมส้ม แสดงว่ามี โพธิลีน ไกลคอล หรือ โพธิลีน ออกไซด์ ซึ่งเป็น nonionic surfactant

#### 2.4.4 การทำทินแลรีโครมาโทกราฟี

##### วิธีการทดลอง

1. ใช้แผ่นพลาสติกที่เคลือบด้วยส่วนผสมของ ซิลิกา เจล และ fluorescent indicator มีความหนา 0.2 มิลลิเมตร ขนาด 40×20 มิลลิเมตร จำนวน 1 แผ่น
2. เตรียมสารละลายของสารตัวอย่างในขวดตัวอย่าง โดยใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสม
3. spot สารตัวอย่างที่เตรียมไว้ โดยใช้ หลอดแคปปีลารี ลงบนด้านล่างของแผ่น คอลัมน์โครมาโทกราฟี และห่างจากปลายด้านล่าง 1 เซนติเมตร และเป่าให้แห้ง

4. เตรียมตัวทำละลาย ผสมตามอัตราส่วนที่ต้องการ ในกระบอกปริมาตร ขนาด 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเทลงในบีกเกอร์ ขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใช้กระดาษกรอง No.1 ขนาด 10×6 เซนติเมตร วางไว้ด้านในติดกับผนัง ของบีกเกอร์ โดยให้ปลายด้านล่างจุ่มอยู่ในตัวทำละลาย และปิดปากด้านบนของบีกเกอร์ ด้วยกระจกนาฬิกา พร้อมทั้งเขย่าเล็กน้อย เพื่อให้เกิดการอิมตัวของไอตัวทำละลาย
5. จุ่มแผ่น คอลัมน์โครมาโทกราฟี ที่เตรียมไว้ลงในบีกเกอร์ โดยวางด้านที่มี spot ให้อยู่เหนือระดับของตัวทำละลายเล็กน้อย พร้อมทั้งปิดปากด้านบนของบีกเกอร์ ด้วยกระจกนาฬิกา
6. หลังจากปล่อยให้ตัวทำละลายเคลื่อนที่ ขึ้นไปจนถึงระดับของ solvent front แล้วให้นำแผ่น คอลัมน์โครมาโทกราฟี ออกมาจากบีกเกอร์ และเป่าไล่ตัวทำละลายออกให้แห้ง
7. ในการตรวจสอบตำแหน่งของสารตัวอย่างบนแผ่น คอลัมน์โครมาโทกราฟี อาจกระทำได้หลายวิธี ดังนี้
  - 7.1 นำแผ่น คอลัมน์โครมาโทกราฟี ไปวางไว้ใต้แสง อัลตราไวโอเล็ต ถ้าสารตัวอย่างสามารถดูดกลืนแสงในช่วง อัลตราไวโอเล็ต ได้ จะเห็น spot ของสารตัวอย่าง เป็นสีฟ้า บนพื้นสีเหลืองอ่อน หรือ
  - 7.2 วางแผ่น คอลัมน์โครมาโทกราฟี ลงในภาชนะปิด ที่มีไอออกซิน 2-3 เกล็ด และทิ้งไว้ 5-10 นาที ถ้าสารตัวอย่างเป็นสารชนิดไม่อิมตัว จะเห็น spot ของสารตัวอย่าง เป็นสีน้ำตาลบนพื้นสีขาว
  - 7.3 พ่นสเปรย์แผ่น คอลัมน์โครมาโทกราฟี ด้วยสารละลายของร้อยละ 2.5 ของกรดโมลิบดีนัมไดฟอสฟอริก ในเอทานอล ซึ่งมีกรดซัลฟูริกเข้มข้นผสมอยู่ด้วย 2-3 หยด และเป่าให้แห้งด้วย ลมร้อน ที่อุณหภูมิประมาณ 250-300 องศาเซลเซียส สารอินทรีย์ทุกชนิด สามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน จะให้ spot เป็นสีน้ำตาลบนพื้นสีเหลืองอ่อน
8. เมื่อเห็น spot ของสารตัวอย่างบนแผ่น คอลัมน์โครมาโทกราฟี ให้วงตำแหน่งของ spot ด้วยดินสอ พร้อมทั้งวัดระยะทางของ spot ตรงจุดศูนย์กลาง และระยะทางของ solvent front จากจุดเริ่มต้น เพื่อหาค่า  $R_f$  ของสารแต่ละตัว ดังนี้
 
$$R_f = \frac{\text{ระยะทางของ spot centre จากจุดเริ่มต้น}}{\text{ระยะทางของ solvent front จากจุดเริ่มต้น}}$$
 หมายเหตุ ค่า  $R_f$  จะเป็นค่าคงที่สำหรับสารใดๆ ภายใต้สภาวะของตัวทำละลายที่ใช้

### 2.4.5 การทำคอลัมน์โครมาโทกราฟี

#### วิธีการทดลอง

1. เตรียม คอลัมน์ แก้ว ขนาด 500×20 มิลลิเมตร และบรรจุสำลี เล็กน้อย ลงในส่วนล่างของ คอลัมน์ และเติมทรายหยาบลงไปพอประมาณ โดยให้ระดับของทรายอยู่เหนือสำลีประมาณ 5 มิลลิเมตร
2. ชั่ง ซิลิกา เจล ที่มีขนาด 230-400 mesh จำนวน 40 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมตัวทำละลายที่ทราบอัตราส่วนผสมแล้ว (จากการทดลอง ทินแลรีโครมาโทกราฟี ข้างต้น) จำนวน 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร กวนซิลิกา เจล ด้วยแท่งแก้วเพื่อให้เกิดการอิมพัค ด้วยตัวทำละลาย และไม่มีฟองอากาศในซิลิกา เจล จนกระทั่งได้ slurry หลังจากนั้นแท slurry ที่ได้ลงใน คอลัมน์ โดยใช้กรวยแก้วและปล่อยให้ซิลิกา เจล ตกตะกอนอยู่ที่ระดับกึ่งกลางของ คอลัมน์
3. เปิด ที่ควบคุมการไหลของสารละลาย ให้ตัวทำละลายไหลออกมา จนกระทั่งมีตัวทำละลายเหลืออยู่เล็กน้อย เหนือระดับของซิลิกา เจล ประมาณ 2-3 มิลลิเมตร และปิด ที่ควบคุมการไหลของสารละลาย ทันที
4. ชั่งสารตัวอย่าง ประมาณ 0.5 กรัม และละลายในตัวทำละลายผสมชนิดเดียวกัน ประมาณ 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ค่อยๆ หยดสารละลายของตัวอย่างลงบน คอลัมน์ โดยใช้ หลอดแก้วหยดสาร หลังจากนั้นเปิด ที่ควบคุมการไหลของสารละลาย เพื่อให้สารตัวอย่างดูดซับอยู่ในซิลิกา เจล ล้างสารตัวอย่างที่เหลือค้างในภาชนะ ด้วยตัวทำละลายอีกเล็กน้อย และใส่ไว้ใน คอลัมน์ เปิด ที่ควบคุมการไหลของสารละลาย อีกครั้ง เพื่อให้สารตัวอย่างดูดซับบนซิลิกา เจล จนหมด
5. เติมทรายหยาบปิดส่วนบนของซิลิกา เจล ให้สูงประมาณ 5 มิลลิเมตร และค่อยๆ เติมตัวทำละลายผสมลงไป จนมีระดับถึงส่วนบนของ คอลัมน์
6. เปิด ที่ควบคุมการไหลของสารละลาย ปล่อยให้ตัวทำละลายไหลออกมา ในอัตราเร็วที่เหมาะสม และเก็บตัวทำละลายที่ได้ในหลอดทดสอบ ที่ละหลอด ถ้าตัวทำละลายในคอลัมน์ เริ่มลดระดับลงมาใกล้ระดับของทราย ให้เติมตัวทำละลายเพิ่มขึ้นอีก (ระวังอย่าปล่อยให้ คอลัมน์ แห้ง หรือมีรอยแตกใน คอลัมน์ ในระหว่างการทดลอง)
7. เมื่อเก็บเป็นส่วนๆ ได้แล้ว นำแต่ละ ส่วน ไปตรวจสอบความบริสุทธิ์ โดย ทินแลรีโครมาโทกราฟี และใช้ตัวทำละลายผสมชนิดเดียวกัน
8. นำ ส่วน ที่มีสารชนิดเดียวกัน (เช่น สาร A หรือ สาร B) มารวมไว้ในขวดกันกลม ขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร หลังจากนั้นนำขวดที่มีสารตัวอย่าง แต่ละชนิดไประเหย ไล่

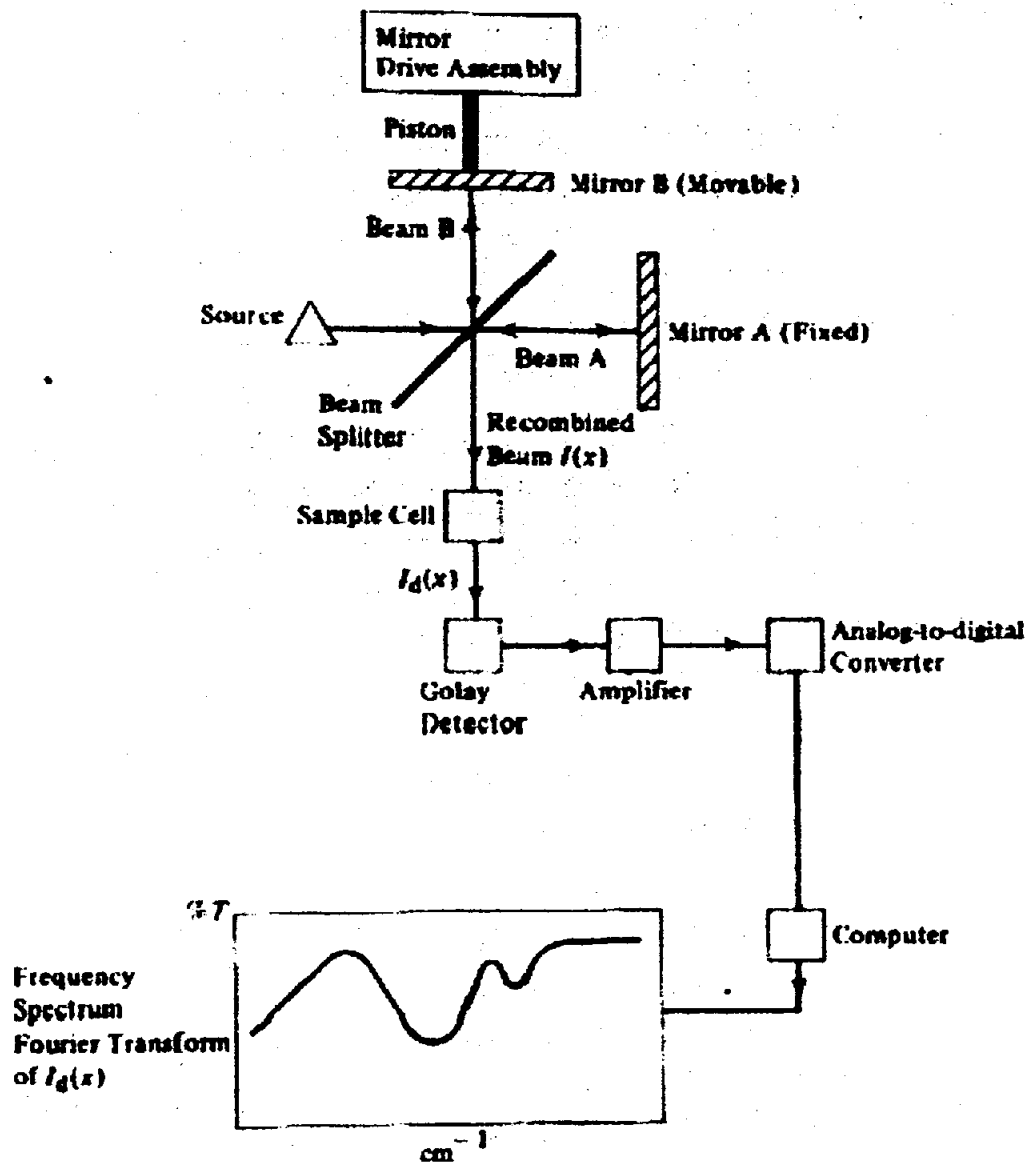
ตัวทำละลายออก โดยใช้ เครื่องระเหยแห้งที่เป็นสูญญากาศ และระเหยส่วนที่เหลืออีกเล็กน้อย ในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

9. ชั่งน้ำหนักของตะกอนที่ได้เพื่อหาปริมาณของสารแต่ละตัว

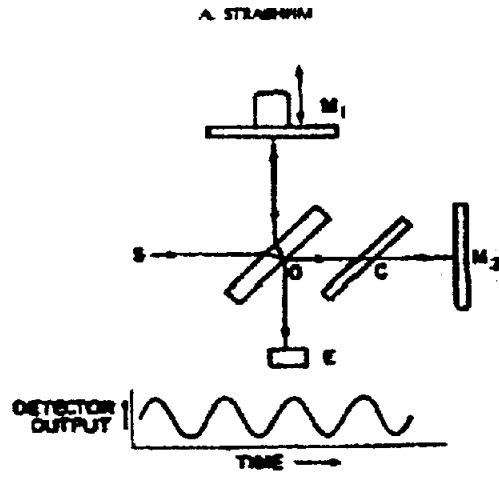
#### 2.4.6 การตรวจสอบโดย ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (FT-IR)

ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม(2) เป็นการนำเอาหลักการของ Michelson interferometer มาประยุกต์ใช้ กล่าวคือ ลำแสงอินฟราเรดจากแหล่งกำเนิดแสงมีความยาวคลื่น  $\lambda$  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 เคลื่อนไกลเข้ามาคิดเป็นระยะทาง  $\lambda/4$  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 ทำให้ได้ สเปกตรัมออกมาตามปกติที่เครื่องบันทึก

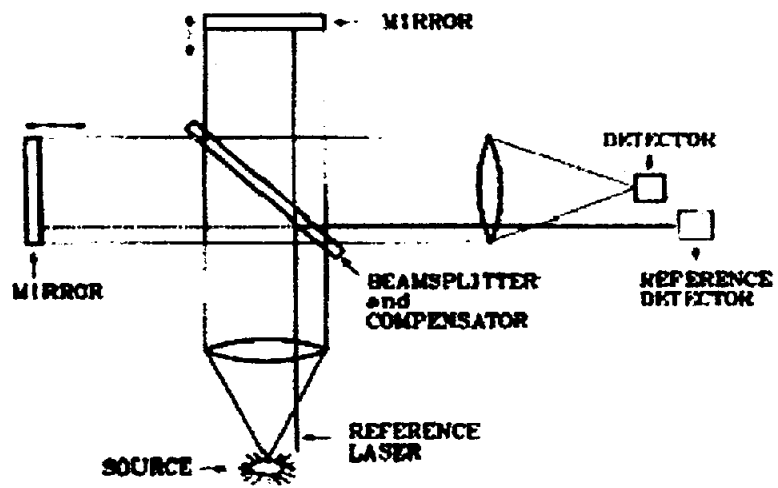


รูปที่ 41 แสดง interferometer และ ส่วนประกอบต่างๆ ที่เป็นอิเล็กทรอนิกส์



รูปที่ 42 Michelson interferometer

### FOURIER TRANSFORM SPECTROMETER



รูปที่ 43 Michelson interferometer

ข้อดีของการใช้เทคนิค ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม ที่เห็นได้ชัดเจนก็คือช่วยให้การวิเคราะห์ หรือการจัดสเปกตรัมของสารตัวอย่าง ทำได้เร็วกว่าเครื่องธรรมดาหลายเท่าเพราะการวัดด้วย เครื่องธรรมดาจะวัดแต่ละความถี่(sequentially) แต่ ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม วัดที่ความถี่ต่างๆ อย่างต่อเนื่อง(simultaneously)เรียกว่า Fellgett's advantage สามารถใช้ Circular entrance aperture แทน entrance slitได้ ทำให้กำลังแสงสูงขึ้น เรียกว่า Jacquinot's advantage และยัง ช่วยให้การแยก (resolution) และ ความถูกต้องดีขึ้น เรียกว่า Conne's advantage ประการสุดท้าย ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม ยังช่วยทำให้การวิเคราะห์ง่ายและสะดวกขึ้น ด้วยการใช้ออมพิวเตอร์ ควบคุมการทำงาน

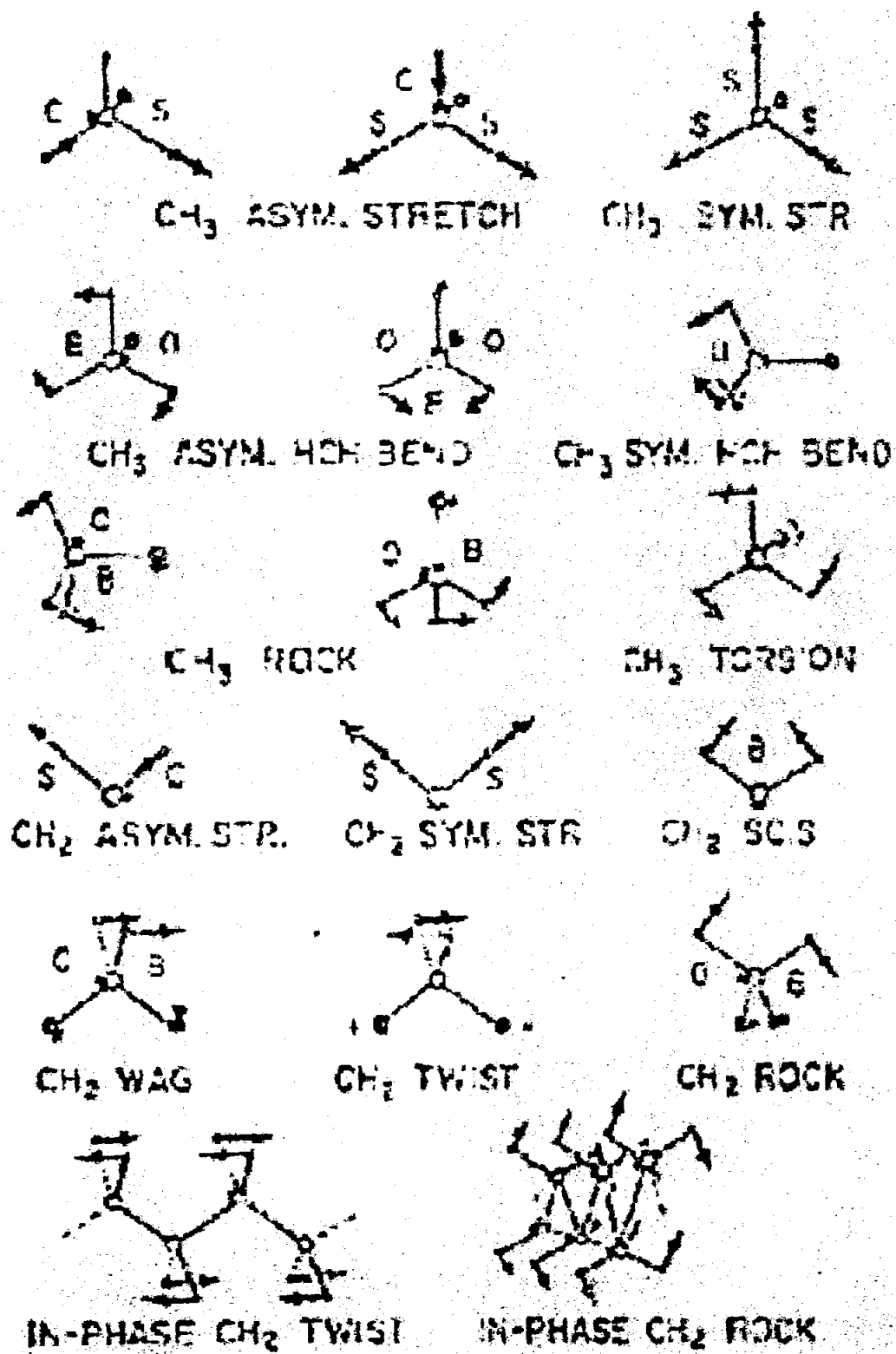
ข้อเสียที่สำคัญก็คือ ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม เป็นเครื่องที่มีราคาแพงและค่าบำรุงรักษาสูง เพราะต้องอยู่ในห้องควบคุมความชื้นตลอดเวลา

เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาทางธรรมชาติทางเคมีของสาร โดยอาศัยรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่น  $0.8-200\mu\text{m}$  หรือรังสีที่มีเลขคลื่น  $12500-50\text{ cm}^{-1}$  แต่ที่ใช้ศึกษาตัวอย่าง ใช้ mid IR ซึ่งมีเลขคลื่นในช่วง  $4000-400\text{ cm}^{-1}$

หลักการ โมเลกุลของสารใดๆประกอบด้วยอะตอม มายึดเกาะจับกันเข้า ด้วยสิ่งที่เรียกว่า พันธะเคมี อะตอมเหล่านี้ไม่ได้อยู่นิ่งแต่จะมีการเคลื่อนไหวหรือสั่นตลอดเวลา การสั่นแบบยืดหรือของของแต่ละพันธะนี้ จะมีค่าความถี่โดยเฉพาะ เมื่อโมเลกุลได้รับรังสี อินฟราเรด ที่มีความถี่ ตรงกับการสั่นของพันธะใด ก็จะถูกคลื่นรังสีที่มีความถี่นั้น การสั่นมีหลายแบบ ดูรูปที่ 9

วิธีวิเคราะห์ สารตัวอย่างที่เป็นของเหลวที่กลั่นได้ จะระเหยได้เร็ว ต้องใช้ เซลล์ ที่ทำด้วยโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) เป็นแผ่นกลมๆมาประกบกัน 2 ชั้น ให้ช่องเหลวอยู่ตรงกลาง เกิดเป็น ฟิล์มบางๆ ระวังอย่าให้มีฟองอากาศเหลืออยู่ นำไป ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด ได้ทันที ที่เหลือจากการระเหย นำมาทาบนชิ้น โซเดียมคลอไรด์ (NaCl) แล้วจึงนำไป ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด





รูปที่ 44 แสดงการสั่นของโมเลกุล

### บทที่ 3 ผลการศึกษาทดลอง

#### 3.1 นำยาขัดเงาโลหะชนิดน้ำ(UG 846)

3.1.1 ลักษณะตัวอย่างเป็นของเหลวข้น สีน้ำตาลอ่อน บรรจุกล่องพลาสติก

3.1.2 เอาตัวอย่างมาละลายน้ำ ละลายได้ดี เขย่า มีฟอง ความเป็นกรด-ด่าง 7

3.1.3 ทดสอบการติดไฟ นำเอาตัวอย่าง ใส่ฝาครุฑบีบ เผลวไฟ เดือด กระเด็นเล็กน้อย  
ปะทุ มีสีดำเล็กน้อย ติดไฟ เผลวสีเหลือง มีเขม่าเล็กน้อย ได้แก๊สสีขาว ร่วนผง

3.1.4 เอา แก้ว จากข้อ 3.1.3 ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 1)


เลขคลื่น( $\text{cm}^{-1}$ )	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
1092 strong band	Si-O stretching	$(\text{SiO}_2)_n \cdot x \text{H}_2\text{O}$
793 medium band	} Si-O bending	
693 weak band		

ตารางที่ 5 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ Silicon dioxide  $\text{SiO}_2$

พบว่าเป็น Silicon dioxide ( $\text{SiO}_2$ ) ดังรูปที่ 2 (library search)

3.1.5 นำเอาตัวอย่าง ละลาย เฮกเซน รินส่วน เฮกเซน ใส่อ็อกบีกเกอร์ โดยผ่านการกรอง ด้วย  
กระดาษกรอง No. 4 , ระเหยแห้ง, เหลือเป็น ไช


3.1.6 เอา ไช จากข้อ 3.1.5 ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด(สเปกตรัมรูปที่ 3)

เลขคลื่น( $\text{cm}^{-1}$ )	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
2916, 2848 strong band	CH stretching	ใน alkyl group
1698 strong band	 -C- stretching	C=O group
1465 weak band	$\text{CH}_2$ bending	Long chain alkyl group
1410 weak band	$\text{CH}_3$ bending	ใน alkyl group
1296 medium band	C- O stretching	ใน acid group
938 medium band	-OH bending	ใน acid group

ตารางที่ 6 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ fatty acid, (Stearic acid)

พบว่าเป็น fatty acid, (Stearic acid) ดังรูปที่ 4 (Ald 485 c)

- 3.1.7 ทดสอบ สารลดแรงตึงผิว นำเอาตัวอย่างละลายน้ำ, ในกระบอกตวงขนาด 100 ลูกบาศก์ เซนติเมตร ช้อน, เขย่ามีฟอง, ความเป็นกรด-ด่าง 7(ต้องเป็นกลาง) เติม มิกซ์อินดิเคเตอร์ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติม ไดคลอโรมีเทน 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่า วางแยกชั้น, ชั้นล่าง ไม่เป็นสีน้ำเงิน แสดงว่าไม่มี Cationic surfactant และไม่เป็นสีชมพู แสดงว่าไม่มี anionic surfactant
- 3.1.8 กลั่นหาน้ำโดย เครื่องกลั่นดินสตาเกอร์ ใช้ตัวอย่าง 10 กรัม กลั่นด้วย โทลูอิน พบว่ามีน้ำร้อยละ 49
- 3.1.9 หา เถ้า นำเอาตัวอย่างมาเผา เบลวไฟ จนหมดควัน เข้า เต้าเผา อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส, เวลา 6 ชั่วโมง ได้ เถ้า สีขาว ร่วนร้อยละ 38.5
- 3.1.10 นำเอา เถ้า จากข้อ 3.1.9 ส่ง ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก เพื่อ อ่านจาก เครื่อง x - ray diffraction เป็น Silicon dioxide (SiO<sub>2</sub>) ดังรูปที่ 5,6,7
- 3.1.11 หา สารที่ไม่ระเหย ซึ่งตัวอย่างใส่บีกเกอร์ อบในเตาอบอุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง พบว่า สารที่ไม่ระเหยร้อยละ 50.8
- 3.1.12 กลั่นสกัดด้วย ซอกซ์เลต , ใช้ เฮกเซน เอา สารที่ไม่ระเหย จากข้อ 3.1.11 ซึ่งใส่ กระดาษกรอง ฟันใส่ ทิมเบิล กลั่น ซอกซ์เลต ด้วย เฮกเซน เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ระเหยแห้ง ที่เหลือร้อยละ 23.7 คล้าย ไข ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 8)

เลขคลื่น(ซม <sup>-1</sup> )	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
2917, 2851 strong band	CH stretching	ใน alkyl group
1736 strong band	 -C stretching	C=O group
1466 medium band	CH <sub>2</sub> bending	ใน long chain alkyl group
1253 medium band	C- O stretching	ใน ester group
722 medium band	CH <sub>2</sub> rocking	long chain methylene group

ตารางที่ 7 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ ester wax

พบว่า คล้าย ester wax with carboxyl gp, containing emulsifier

ดังรูปที่ 9 (HU 3631)

3.1.13 กลั่นสกัดด้วย ซอกซ์เลต ใช้ ไดคลอโรมีเทน เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ระเหยแห้ง ตรวจวัด ด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 10)

เลขคลื่น( $\text{cm}^{-1}$ )	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
3412 strong band	OH stretching	เป็น alcohol
2922 strong band	CH stretching	ใน alkyl group
1095 strong band	C-O-C bending	ใน ether group

ตารางที่ 8 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ fatty alcohol EO-adduct

พบว่าเป็น fatty alcohol EO-adduct ดังรูปที่ 11 (HU 292 – 294) ร้อยละ 0.77 หรือ คำนวณเป็นปริมาณจากสารเริ่มต้น =  $0.77 \times 50.8 \div 100 = 0.4\%$

3.1.14 ส่วนที่เหลือ จากกลั่นสกัดด้วย ซอกซ์เลต

เอาส่วนที่เหลือใน ทิมเบิล เป็น ตะกอน สีเทา เป็นผงร่วน ร้อยละ 74.5 ตรวจวัด ด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 12)

เลขคลื่น( $\text{cm}^{-1}$ )	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
1092 strong band	Si-O stretching	$(\text{SiO}_2)_n \cdot x \text{H}_2\text{O}$
793 medium band	} Si-O bending	
693 weak band		

ตารางที่ 9 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ silicon dioxide ( $\text{SiO}_2$ )

พบว่าเป็น silicon dioxide ( $\text{SiO}_2$ ) ดังรูปที่ 36 (Sadt Y 169 S) คำนวณเป็นปริมาณจากสารเริ่มต้น  $(74.5 \times 50.8) \div 100 = 38\%$

3.1.15 นำเอาส่วนที่สกัดด้วย ซอกซ์เลต, ใช้ เฮกเซน จากข้อ 3.1.12 มาทำ ทินแลร์โครมาโทกราฟี



ใช้ ซิลิกา เจล เคลือบบนแผ่น พลาสติก

ตัวทำละลาย บีโตรีเลียมอีเทอร์ ต่อ เฮกซะนิต 2 : 1

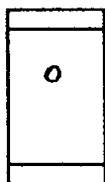
สองจุดด้วย อัลตราไวโอเล็ต

ได้ 2 Spot คือที่จุดเริ่มต้น และที่  $R_f = 0.6$

รูปที่ 45 แสดงทินแลร์โครมาโทกราฟี

นำเอา ทินแตรโครมาโทกราฟีแผ่นเดิม มา รุ่ม ใน ตัวทำละลาย ไดคลอโรมีเทน จุดเริ่มต้น ไม่เคลื่อนที่

นำเอา ทินแตรโครมาโทกราฟีแผ่นเดิม มา รุ่ม ใน ตัวทำละลาย อะซิโตน จุดเริ่มต้น เคลื่อนที่ได้  $R_f = 0.8$



รูปที่ 46 แสดงทินแตรโครมาโทกราฟี


3.1.16 นำเอาส่วนที่สกัดด้วย ซอกซ์เลต, ใช้ เฮกเซน จากข้อ 3.1.12 มาผ่าน คอลัมน์

ส่วน 1-7 ชะ ด้วย ปีโตรเลียมอีเทอร์ ต่อ เอทิลอะซิเตต 2 : 1

ส่วน 8-12 ชะ ด้วย อะซิโตน

ส่วน 13-16 ชะ ด้วย เมทานอล

เอา ส่วน 2 ตรวจสอบด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 13)

เลขคลื่น( $\text{cm}^{-1}$ )	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
2916, 2848 strong band	CH stretching	ใน alkyl group
1698 strong band	 -C- stretching	C=O group
1465 weak band	CH <sub>2</sub> bending	ใน alkyl group
1410 weak band	CH <sub>3</sub> bending	ใน alkyl group
1296 medium band	C- O stretching	ใน ester group
938 medium band	-OH bending	ใน ester group

ตารางที่ 10 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ aliphatic wax with acid ester group (ester wax)

พบว่าเป็น aliphatic wax with acid ester group (ester wax) ดังรูปที่ 14 (HU 3624) คิด เป็น ร้อยละ 2.0 ของน้ำหนักสารตัวอย่าง

ส่วน 3,4 ตรวจสอบด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 15)

เลขคลื่น( $\text{cm}^{-1}$ )	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
2916, 2848 strong band	CH stretching	ใน alkyl group
1698 strong band	$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ \text{-C-} \end{array}$ stretching	C=O group
1465 weak band	CH <sub>2</sub> bending	Long chain alkyl group
1410 weak band	CH <sub>3</sub> bending	ใน alkyl group
1296 medium band	C- O stretching	ใน acid group
938 medium band	-OH bending	ใน acid group

ตารางที่ 11 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ fatty acid (stearic acid)

พบว่าเป็น fatty acid (stearic acid) ดังรูปที่ 16 (Ald 485 c) รั้อยละ 4.2 ของน้ำหนักสารตัวอย่าง

ส่วน 9 ตรวจสอบด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 17)

เลขคลื่น( $\text{cm}^{-1}$ )	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
2919, 2848 strong band	CH stretching	ใน alkyl group
1732 strong band	$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ \text{-C-} \end{array}$ stretching	ใน carbonyl group
1155 medium band	C- O stretching	ใน ester group
721 weak band	CH <sub>2</sub> rocking	long chain alkyl group

ตารางที่ 12 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ โรซิน เอสเทอร์

พบว่าเป็น โรซิน เอสเทอร์ ดังรูปที่ 18 (HU 2601) คิดเป็นร้อยละ 3.0 ของน้ำหนักสารตัวอย่าง

ส่วน 14 ตรวจสอบด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 19)

เลขคลื่น( $\text{cm}^{-1}$ )	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
1560 strong band	- C - O stretching	acid carbonyl group
1416 medium band	- C - O stretching	CO <sub>2</sub> group

ตารางที่ 13 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ สบู่

พบว่าเป็น สบู่ ดังรูปที่ 20 (HU 4-8) คิดเป็นร้อยละ 2.8 ของน้ำหนักสารตัวอย่าง

## 3.1.17 ทดสอบ สบู่

นำเอา ส่วน 14 ที่ได้ จากข้อ 3.1.16 มาใส่หลอดทดลอง เติมน้ำ, สารละลายกรดอะซิติก  
ร้อยละ 50, 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่า, ได้สารละลายขุ่น, เอาสารละลายไปให้ความ  
ร้อนที่ 60 องศาเซลเซียส 30 นาที มีชั้นน้ำมันลอยอยู่ แสดงว่ามี สบู่

## 3.1.18 ทดสอบ โรซิน (Halphen test)

reagent a 1 ส่วนโดยปริมาตรของ ฟีนอล ผสมกับ 2 ส่วนของ คาร์บอนเตตระคลอไรด์

reagent b 1 ส่วนของโบรมีน ใน 4 ส่วนของ คาร์บอนเตตระคลอไรด์

เอาตัวอย่างละลายใน 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ของ reagent a ในหลุม spot plate โกล้  
กับ reagent b ให้ โบรมีน ผ่านไปทาง a ตรงบริเวณ รอยต่อระหว่างหลุมมีสีม่วงอมน้ำ  
เงิน

-สารที่ไม่ระเหย จากข้อ 3.1.11

-สารที่ไม่ระเหย สกัดด้วย เฮกเซน จากข้อ 3.1.12

-ส่วน 9 จากข้อ 3.1.16

} positive แสดงว่ามี โรซิน

## 3.1.19 ทดสอบ ไนโตรเจน

นำเอา สารที่ไม่ระเหย จากข้อ 3.1.11 ใส่ หลอดทดลอง, เติม โซดาไลม์ เผา เปลวไฟ,  
อีกด้วย กระดาษ วัดความเป็นกรด-ด่าง เปียกน้ำ, ไม่เป็นสีน้ำเงิน, negative แสดง  
ว่าไม่มี ไนโตรเจน

สรุป น้ำยาขัดเงาโลหะชนิดน้ำ

ประกอบด้วย	ประมาณร้อยละ
aliphatic wax with acid and ester group (ester wax)	2.0
fatty acid (stearic acid)	4.0
โรซิน เอสเทอร์	3.0
สบู่ (fatty acid sodium salt)	3.0
fatty alcohol EO- adduct	0.5
(poly oxyethylenated fatty alcohol)	
silicon dioxide (SiO <sub>2</sub> )	38.0
ส่วนที่เหลือเป็นน้ำ	

### 3.2 กาวเคลือบหนังสือ Neofilm (TS 941)

3.2.1 ลักษณะตัวอย่างเป็นของเหลวข้น คล้ายกาวลาเท็กซ์ สีขาว บรรจุกล่องพลาสติก เขียนที่กล่องว่า Neofilm (Stucco 277)


#### 3.2.2 ทดสอบการละลาย

ปิโตรเลียมอีเทอร์	ไม่ละลาย	ชั้นเหนียวเหมือนเดิม
ไดคลอโรมีเทน	ไม่ละลาย	ชั้นเหนียวเหมือนเดิม
เอทานอล	ละลาย	แยกชั้น มีตะกอนเบา ลอยอยู่
เมทานอล	ละลาย	แยกชั้น มีตะกอนเบา ลอยอยู่
อะซิโตน	ละลาย	เป็นเนื้อเดียวกัน สารละลาย ชุ่น
น้ำ	ละลาย	เป็นเนื้อเดียวกัน สารละลาย ชุ่นขาวเหมือนนม มีตะกอนเบา ลอยอยู่ (วัด ความเป็น กรด-ด่าง ได้ 6-7)(เขย่ามีฟองเล็กน้อย)

#### 3.2.3 ระเหยหา สารที่ไม่ระเหย

นำเอาตัวอย่าง ป้ายบนแผ่น อะลูมิเนียม ฟอยล์ อบอุ่นใน เตาอบ อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เมื่ออบแห้งแล้ว ตัวอย่างติดแน่นบนแผ่น อะลูมิเนียม ฟอยล์ ชั่งน้ำหนักพบว่า มีสารที่ไม่ระเหย 33.6 สารที่ระเหยได้ร้อยละ 66.4

3.2.4 นำเอา สารที่ไม่ระเหย จากข้อ 3.2.3 มาตัดเป็นชิ้นเล็กๆ ใส่ ทิมเบิล และสกัดด้วยวิธีชอกท์เลต โดยใช้ อะซิโตน เป็นตัวทำละลาย เป็นเวลา 32 ชั่วโมง ระเหยแห้งพบว่า ส่วนที่ละลาย อะซิโตน ร้อยละ 17.31 ของสารเริ่มต้น นำไป ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 21)


เลขคลื่น (cm <sup>-1</sup> )	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
1109 strong band	C-O-C stretching	ใน ether group
1374 medium band	PO, Oxy propylene band	ใน ether group
1655 weak band	C=C derivatives	
1730 strong band	 C stretching	ใน carbonyl group
2970 strong band	CH stretching	ใน alkyl group

ตารางที่ 14 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ fatty acid PO- adduct ปนกับ poly(ethyl acrylate)

พบว่าเป็น fatty acid PO- adduct ปนกับ poly(ethyl acrylate) ดังรูปที่ 23




- 3.2.5 นำเอา ทิมเบิ้ล ที่เหลือจากข้อ 3.2.4 มาสกัดต่อด้วย 95% เอทานอล โดยวิธีชอกห์เลต เป็นเวลา 16 ชั่วโมง ระเหยแห้ง ส่วนที่เหลือ เติมน้ำตาลร้อยละ 1.98 ของสารเริ่มต้น นำไป ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 22)

เลขคลื่น (cm <sup>-1</sup> )	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
1161 medium band	C-O stretching	ใน ester group
1731 strong band	 C stretching	ใน carbonyl group
2933 strong band	CH stretching	ใน alkyl group

ตารางที่ 15 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ poly (ethyl acrylate)

พบว่าเป็น poly (ethyl acrylate) ดังรูปที่ 23 (HU 2496)

- 3.2.6 นำเอา ทิมเบิ้ล ที่เหลือจากข้อ 3.2.5 มาอบ ในเตาอบ 105 องศาเซลเซียส 4 ชั่วโมง พบว่าส่วนที่เหลือร้อยละ 14.3 ของสารเริ่มต้น นำเอา ส่วนที่เหลือติดฟอยล์ มา ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 24)

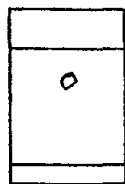
เลขคลื่น (cm <sup>-1</sup> )	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
1156 medium band	C-O stretching	ใน ester group
1730 strong band	 C stretching	ใน carbonyl group
2927 strong band	CH stretching	ใน alkyl group

ตารางที่ 16 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ poly (ethyl acrylate)

พบว่าเป็น poly (ethyl acrylate) ปนกับ amide และ inorganic ดังรูปที่ 25

$$\left. \begin{array}{l} \text{poly (ethyl acrylate) = } 14.3 - \text{เคซีน} - \text{SiO}_2 = 14.3 - 4.5 - 0.4 = 9.4 \\ \text{จากข้อ 3.2.18 และข้อ 3.2.21} \end{array} \right\}$$

3.2.7 เอาส่วนที่สกัดด้วย อะซิโตน จากข้อ 3.2.4 มาทำ ทินแลรีโครมาโทกราฟี



$R_f = 0.8$

สารละลาย

สองคู่ด้วย

อะซิโตน

กรดโมลิบดีนิกในกรดซัลฟูริก

รูปที่ 47 แสดงทินแลรีโครมาโทกราฟี

3.2.8 เอาส่วนที่สกัดด้วย อะซิโตน จากข้อ 3.2.4 มาเผาในผ้า คุรุชิเบิล จะพองตัว สลายตัว แล้ว ติดไฟ เขม่าเล็กน้อย ปะทุ เหลือเล็กน้อย เติมน้ำลงในแก้ว จุ่มลวดเพลทที่นึ่ง เเผา เปลวไฟ ให้สีเหลือง มองผ่าน กระจกโคบอลต์ ไม่มีสีชมพู (แสดงว่าไม่มี โทแทสเซียม) วัด ความเป็นกรด-ด่าง ได้ 9

3.2.9 เอาส่วนที่สกัดด้วย อะซิโตน จากข้อ 3.2.4 ใส่หลอดทดลอง เเผาไฟ อังด้วยกระดาษวัด ความเป็นกรด-ด่าง เบียงน้ำ ได้ ความเป็นกรด-ด่าง = 6

3.2.10 เอาส่วนที่สกัดด้วย เอทานอล จากข้อ 3.2.5 ใส่ หลอดทดลอง เเผาไฟ อังด้วยกระดาษวัด ความเป็นกรด-ด่าง เบียงน้ำ ได้ ความเป็นกรด-ด่าง = 7 จุ่มด้วย ลวดทองแดง เเผาไฟ ไม่มีสีเขียว (แสดงว่าไม่มี คลอไรด์)

3.2.11 เอาส่วนที่สกัดด้วย อะซิโตน จากข้อ 3.2.4 มาทำ คอลัมน์ โดยใช้ ซิลิกา เจล เป็น เฟสนิ่ง มีเฟสเคลื่อนที่ดังนี้ บีโตรีเลียมอีเทอร์, บีโตรีเลียมอีเทอร์+อะซิโตน, อะซิโตน, เอทานอล, เมทานอล

ส่วน 1-9 มา ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 26)

เลขคลื่น ( $\text{cm}^{-1}$ )	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
1377 medium band	$\text{CH}_3$ bending	ใน alkyl group
1461 medium band	$\text{CH}_2$ bending	ใน alkyl group
1731 medium band	$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ \text{C stretching} \end{array}$	ใน carbonyl group

ตารางที่ 17 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ unknown

เป็น unknown ร้อยละ 1.9

ส่วน 10-20 มา ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 27)

เลขคลื่น (cm <sup>-1</sup> )	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
1104 strong band	C-O-C stretching	ใน ether group
1379 medium band	PO, oxy propylene band	ใน ether group

ตารางที่ 18 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ fatty acid PO- adduct

พบว่าเป็น fatty acid PO- adduct ร้อยละ 75.17 หรือ  $75.17 \times 17.31 \div 100 = 13.0\%$   
ของ สารเริ่มต้น ดังรูปที่ 28 (HU 970)



ส่วน 21-28 มา ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 29)

เลขคลื่น (cm <sup>-1</sup> )	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
8.62 strong band	$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ \text{C-O} \end{array}$ stretching	ใน carbonyl group
6.90 medium band	CH <sub>2</sub> bending	ใน alkyl group
6.38 medium band	CH <sub>3</sub> bending	ใน alkyl group

ตารางที่ 19 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ poly (ethyl acrylate)

พบว่าเป็น poly (ethyl acrylate) ดังรูปที่ 30 (HU 2496) ร้อยละ 22.9  
หรือ  $(22.9 \times 17.31) \div 100 = 3.96\%$  ของสารเริ่มต้น

3.2.12 นำเอาตัวอย่างใส่หลอดทดลอง เติมน้ำ คน ละลายบางส่วน เกิดสารละลายขาว  
เหมือนนม มีตะกอนเบาลอยอยู่ เติม 6 N โซเดียมไฮดรอกไซด์ จน ความเป็นกรด-ต่าง  
11 ตะกอนเบาละลาย กรองด้วยกระดาษกรอง NO 41 ได้ สารละลาย มาเติมด้วย 6  
N กรดไฮโดรคลอริก จน ความเป็นกรด-ต่าง = 3 เกิดตะกอน ริน สารละลาย ที่ทิ้ง ล้าง  
ตะกอนด้วยน้ำ อบตะกอนแห้ง เอา อะซิโตน ละลายตะกอน ป้ายบน แผ่นโพแทสเซียม  
โบรไมด์ ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 31)

ความยาวคลื่น $\mu\text{m}$	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
8.62 medium band	 C-O stretching	ใน ester group
5.78 strong band	 -C- stretching	ใน carbonyl group
3.36 medium band	CH stretching	ใน alkyl group

ตารางที่ 20 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ poly (ethyl acrylate)

พบว่าเป็น poly (ethyl acrylate) ดังรูปที่ 32 (HU 888)

- 3.2.13 นำเอาตัวอย่างใส่ หลอดทดลอง เต็ม โครดาโลมเล็กน้อย เผา เปลวไฟ อังด้วย กระจกวัดความเป็นกรด-ด่าง เบี่ยงน้ำ พบว่าความเป็นกรด-ด่าง = 8 แสดงว่ามี ไนโตรเจน
- 3.2.14 นำเอาตัวอย่างใส่ หลอดทดลอง เผา เปลวไฟ อังด้วย กระจกทรงกลม 5% สารละลาย ของ p ไทเมทิล อะมิโนเบนซัลดีไฮด์ ใน กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น จะเกิดสีม่วงที่ กระจกทรง แสดงว่ามี ไพรีดีน เมื่อเผาแตกตัวเป็น pyrrole หรือ pyrrole derivatives
- 3.2.15 นำเอาตัวอย่างใส่ หลอดทดลอง เต็ม กรดเกลเซียล อะซิติก เต็ม p ไทเมทิล อะมิโนเบนซัลดีไฮด์ คนด้วย แท่งแก้ว เต็ม กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 หยด วางไว้ เกิดสีม่วงที่ตัวอย่าง แสดงว่ามี ไพรีดีน
- 3.2.16 นำเอาตัวอย่างใส่ หลอดทดลอง เต็ม น้ำ คนละลาย เต็ม นิไฮดริน เป่าด้วยลมร้อน เกิดสีน้ำเงิน บนบางส่วนของตัวอย่าง เกิดภายใน 1 นาที แสดงว่ามีกรดอะมิโน
- 3.2.17 นำเอาตัวอย่างใส่ หลอดทดลอง เต็มสารละลาย ไฮดรอกซิลเอมีน ไฮโดรคลอไรด์ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เป่าด้วยลมร้อน จนเดือด ตัวอย่างไม่ละลาย วางให้เย็น เต็มสารละลาย เฟอร์ริกคลอไรด์ ไม่เกิดสีม่วง แสดงว่าไม่มี เอไมด์

- 3.2.18 ตรวจหาไนโตรเจนทั้งหมด พบว่ามี ไนโตรเจนทั้งหมดร้อยละ 0.7 ดังนั้น โปรตีน คำนวณเป็น เคซีน =  $0.7 \times 6.38 =$  ร้อยละ 4.47
- 3.2.19 นำเอาตัวอย่างกลั่นหน้า โดยวิธี เครื่องกลั่นดินสตาก์ โดยใช้ โทลูอิน พบว่ามีน้ำ ร้อยละ 66
- 3.2.20 นำเอาตัวอย่างใส่ หลอดทดลอง เติม กรดฟอสฟอริก เผา เปลวไฟ อังด้วย กระจกทรงกลมส่วนของน้ำ 1,2 หยด ของ ไดเอทานอลเอมีน 1,2 หยด ของโซเดียมไนไตรพอสไซด์ เกิดสีส้มที่กระจกทรง แสดงว่ามี PO-adduct
- 3.2.21 นำเอาตัวอย่างใส่ ครุชีเบล อบ 105 องศาเซลเซียส ในเตาอบ เป็นเวลา 5 ชั่วโมง เผา เปลวไฟ ติดไฟ เปลวสีเหลือง มีเขม่า เหลือตะกอนสีดำ เผาในเตาเผา 600 องศาเซลเซียส 8 ชั่วโมง เหลือเถ้าสีขาวปนดำ ร้อยละ 0.37

เอา เถ้า ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 33)

ความยาวคลื่น $\mu\text{m}$	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
9.77 strong band	SiO stretching	ใน $\text{SiO}_2$
8.82 strong band	$\text{SO}_4$	sulphate group
6.86 strong band	$\text{SO}_4$	sulphate group

ตารางที่ 21 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ  $\text{SO}_4$   $\text{SiO}_2$

พบว่าเป็น  $\text{SO}_4$   $\text{SiO}_2$

- 3.2.22 เอา เถ้า ที่ได้ จากข้อ 3.2.21 มาทดสอบ

เถ้า + กรดไฮโดรคลอริกเจือจาง ไม่เกิดฟองฟู (แสดงว่าไม่มี คาร์บอเนต)

เถ้า + กรดไนตริกเจือจาง + ซิตริกโมลิบดีก ให้ความร้อนจนเดือด สารละลาย ไม่มีสีเหลือง

เติม ควิโนลิน ไม่มีตะกอนเหลือง (แสดงว่าไม่มี ฟอสเฟต)

เถ้า + น้ำ + แบริยมคลอไรด์ ตะกอนขุ่นขาว (แสดงว่ามี ซัลเฟต)

เถ้า + น้ำ + กรองด้วยกระดาษกรอง NO 41 เอา สารละลาย ที่กรองได้ เติม 6 N กรด

ไฮโดรคลอริก 6 หยด ปริมาตรเป็น 3 มิลลิลิตร รองรับท่อแก้วที่ต่อกับ แก๊ส

ไฮโดรเจนซัลไฟด์ จาก ขวดแก้วบรรจุเหล็กซัลไฟด์+กรดไฮโดรคลอริกเจือจาง ไม่มี ตะกอนดำ แสดงว่าไม่มี ตะกั่ว

แก้ว + น้ำ + กรดไฮโดรคลอริก ล้างขวดเพตทินัม ด้วย กรดไฮโดรคลอริก เผาเปลวไฟ จนไม่มีสี เอาขวดเพตทินัม จุ่มตัวอย่าง เผาเปลวไฟ ได้สีเหลืองลูกโหลง แสดงว่ามี โซเดียม

### 3.2.23 เอา แก้ว ที่ได้ จากข้อ 3.2.21 มาทดสอบต่อ

แก้ว + น้ำ + กรองกระดาษกรอง NO 41 เอา สารละลาย มา ระเหยแห้ง เหลือตะกอนขาว ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 34)

เลขคลื่น (cm <sup>-1</sup> )	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
621 medium band	เป็น absorption band	เป็น Na <sub>2</sub> O และ SO <sub>4</sub> <sup>=</sup>
1133 strong band	ของ Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	

ตารางที่ 22 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

พบว่าเป็น Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ดังรูปที่ 34 ก. (SadT Y 67 S)

แก้ว + น้ำ + กรองกระดาษกรอง NO 41 เอาตะกอนสีดำบนกระดาษกรอง ทำแห้ง ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด (สเปกตรัมรูปที่ 35)

เลขคลื่น (cm <sup>-1</sup> )	ประเภทการสั่น	หมู่ฟังก์ชัน
1076 strong band	SiO stretching	Silica
1641 medium band	SiO bending	

ตารางที่ 23 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของ SiO<sub>2</sub>

พบว่าเป็น SiO<sub>2</sub> (จากการ ทำ library search)

### 3.2.24 poly (ethyl acrylate) มีปริมาณ 9.4+1.98+3.96 = ร้อยละ 15.34 (จากข้อ 3.2.6, 3.2.5, 3.2.11)

สรุป กาวเคลือบหนังสือ

ประกอบด้วย	ปริมาณร้อยละ
poly (ethyl acrylate)	15
poly oxypropylenated fatty acid	13
โปรตีน คำนวนเป็น เคซีน	5
SiO <sub>2</sub>	0.5
ส่วนที่เหลือเป็นน้ำ	67

## บทที่ 4 วิจารณ์ผลการศึกษาทดลอง

### 4.1 น้ำยาขัดเงาโลหะชนิดน้ำ(UG 846)

- 4.1.1 น้ำยาขัดเงาโลหะชนิดน้ำ เป็นของเหลวชั้นสีน้ำตาลอ่อน ใช้สำหรับขัดเงาโลหะ บางชนิดเช่น แท่งบรรจุลิปติก และโลหะอื่นๆ เป็นการขัดเงาก่อนเคลือบ การใช้งานจะต้องละลายน้ำให้จางลง และจุ่มด้วยผ้า หรือเครื่องขัด น้ำยาดังกล่าว เมื่อสัมผัสด้วยนิ้วและบีดู จะรู้สึกหยาบๆ และแห้งได้ ในเวลารวดเร็ว เหลือเป็นตะกอนบางๆ ติดบนนิ้ว และมีความมัน จากข้อสังเกตดังกล่าว ผู้ทำการศึกษาทดลอง จึงวางแผนทางการตรวจสอบ และตั้งข้อสังเกตไว้ว่า เมื่อละลายน้ำก่อนใช้งาน ตัวทำละลายของน้ำยาน่าจะเป็นน้ำ จึงจำเป็นต้องตรวจพิสูจน์ หาปริมาณน้ำโดยวิธีดินสตากร์ น้ำยาดังกล่าว เมื่อบีด้วยนิ้ว จะรู้สึกหยาบๆ ดังนั้นในตัวอย่าง น่าจะประกอบด้วย  $\text{SiO}_2$  (silica)  $\text{TiO}_2$  (titanium dioxide)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (alumina) หรือ  $\text{CaCO}_3$  (calcium carbonate) อย่างใดอย่างหนึ่ง หรือรวมกัน กลุ่มสารอนินทรีย์เหล่านี้ ทุกตัวมีคุณสมบัติใช้ในการขัดเงาโลหะได้ เนื่องจากมีลักษณะหยาบ และเมื่อบีด้วยนิ้วดู เมื่อแห้งจะมีความมัน ในตัวอย่างจึงน่าจะประกอบด้วย ไขมัน หรือน้ำมัน อยู่ด้วย แนวทางในการตรวจวิเคราะห์ จึงได้มีการแยกสกัดเพื่อเอาน้ำมันหรือไขมันออกมา และหาปริมาณ เมื่อมีไขมันหรือน้ำมันผสมอยู่กับน้ำ สารจำเป็นในการที่จะให้ 2 เฟส ดังกล่าวอยู่ผสมกัน จึงน่าจะมี สารลดแรงตึงผิวเป็นตัวประสาน ตัวอย่างดังกล่าว เมื่อต้มกลั่นดู ไม่ปรากฏว่ามีกลุ่มสารพวกตัวทำละลายอินทรีย์ (organic solvents) อยู่ด้วยจากข้อมูลและข้อสังเกตเบื้องต้น ดังที่กล่าวมาแล้ว จึงวางแผนทางการตรวจแยกองค์ประกอบ ตามวิธีการตรวจสอบ ข้อ 4.1.1-4.1.19
- 4.1.2 เมื่อเอาตัวอย่างมาละลายน้ำ ปรากฏว่าละลายได้ดี แสดงว่าตัวทำละลายน่าจะเป็นน้ำ เขย่ามีฟอง แสดงว่าจะมี สารลดแรงตึงผิว ความเป็นกรด-ด่าง 7 แสดงว่าองค์ประกอบของตัวอย่างไม่มีสารตัวใด แสดงคุณสมบัติเป็นกรดหรือด่าง เช่น เอมีน
- 4.1.3 เมื่อเอาตัวอย่างมาเผาด้วย เปลวไฟ มีเขม่าเล็กน้อย และเป็นสีดำ แสดงว่ามีสารพวกอินทรีย์ปนอยู่ด้วย และเป็นสารอินทรีย์ ที่ไม่เป็น aromatic ขณะเผามีเปลวสีเหลือง แสดงว่ามี เกลือโซเดียมตะกอนหลังเผาเป็น เถ้า สีขาว ร่วนผง แสดงว่ามีสารพวก อินทรีย์หลงเหลืออยู่ ไม่สลายตัวเมื่อเผา



- 4.1.4 เมื่อนำเอา ถ้ำ สีขาวร่วนผง ที่เหลืออยู่ ไป ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น Silicon dioxide( $\text{SiO}_2$ ) ผลที่ปรากฏ ได้จากการ library search จากเครื่อง เปรียบเทียบ สเปกตรัม ของตัวอย่างตรงกันกับที่ library search
- 4.1.5 เมื่อนำเอาตัวอย่างมาละลาย เฮกเซน ในบีกเกอร์ วันชั้นที่เป็น เฮกเซน ผ่านกระดาษกรอง NO 41 ลงในอีกบีกเกอร์หนึ่ง นำเอาไประเหยแห้งบนหม้ออังไอน้ำ (water bath) จนแห้ง ส่วนที่เหลือเป็น กรดไขมัน คล้ายไขมัน
- 4.1.6 นำไป ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น กรดไขมัน stearic acid เมื่อเปรียบ เทียบ สเปกตรัม
- 4.1.7 ทดสอบ สารลดแรงตึงผิว นำเอาตัวอย่างประมาณ 5 กรัม ใส่ กระจกบดที่มีจุกปิด เต็มน้ำเซย่า ไม่ต้องปรับ ความเป็นกรด-ด่าง ให้เป็นกลาง เนื่องจากตัวอย่าง มีความเป็น กรด-ด่าง 7 อยู่แล้ว เติม มิกซ์ อินดิเคเตอร์ ประมาณ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เซย่า เติม โดคลอโรมีเทน ประมาณ 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร เซย่า วางให้แยกชั้น ปรากฏว่า ชั้นล่างซึ่งเป็น โดคลอโรมีเทน ไม่เป็นสีน้ำเงิน แสดงว่าไม่มี cationic surfactant ไม่ เป็นสีชมพู แสดงว่าไม่มี anionic surfactant แต่ตัวอย่างให้เป็นสีฟ้า จึงน่าจะ มี สารลด แรงตึงผิว กลุ่มอื่น ซึ่งอาจเป็น non ionic surfactant
- 4.1.8 กลั่นหาน้ำโดยวิธี ดินสตการ์ โดยชั่งตัวอย่าง 10 กรัม กลั่นโดยใช้ โทลูอิน โทลูอิน จะระเหยพร้อมกับดิ่งน้ำออกมาจากตัวอย่าง และจะแยกชั้นกันในกระจกที่มีขีด ปริมาตรบอกไว้ ผลปรากฏว่ามีน้ำอยู่ 4.9 ลูกบาศก์เซนติเมตร หรือเท่ากับร้อยละ 49 ปริมาณน้ำที่ได้โดยวิธีนี้จะบ่งบอกปริมาณโดยคร่าวๆ
- 4.1.9 หา ถ้ำ โดยเอาตัวอย่างเผาในเตาเผา อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ได้ ถ้ำ สีขาว คิดเป็นร้อยละ 38.5 ของตัวอย่าง แสดงว่าปริมาณของ silicon dioxide จะ ต้องใกล้เคียงกับ ถ้ำ คือ ประมาณร้อยละ 38.5
- 4.1.10 นำเอา ถ้ำ ที่ได้ ส่ง ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก เพื่อ run x- ray diffraction ผลปรากฏว่าเป็น silicon dioxide ยืนยันกับการทดสอบเบื้องต้น
- 4.1.11 หา สารที่ไม่ระเหย โดยเอาตัวอย่างป้ายบางๆ ใน บีกเกอร์ แล้วเข้าตู้อบ ที่ 105 องศา เซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง วางให้เย็นใน เดซิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนัก พบว่ามี สารที่ไม่ ระเหย ร้อยละ 50.8 เมื่อรวมกับน้ำในข้อ 4.1.8 ที่พบ ปรากฏว่า ได้ตัวเลข  $50.8 + 49 =$  ร้อยละ 99.8 ซึ่งเป็นตัวเลขใกล้เคียง 100
- 4.1.12 นำเอา สารที่ไม่ระเหย ที่ได้จากข้อ 4.1.11 แบ่งมาชั่งน้ำหนัก ใส่กระดาษกรอง พับใส่ ทิมเบิล มากลั่นโดยเครื่องแก้ว ซอกห์เลต โดยใช้ เฮกเซน เป็นตัวทำละลาย ทั้งนี้ เมื่อ

จาก ต้องการแยกองค์ประกอบ โดยตัวทำละลายที่มี ๒ ชนิดต่างกัน ใช้เวลากลับ ประมาณ 6 ชั่วโมง เฮกเซน จะดึงสารองค์ประกอบออกมา และเมื่อระเหยเอา เฮกเซน ออก จะพบตะกอนคล้ายไขมัน คิดเป็นร้อยละ 23.7 ของน้ำหนักสารที่ไม่ระเหย และเมื่อ ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าลักษณะของ สเปกตรัม คล้าย กับ ester wax with carboxyl group, containing emulsifier  $\text{C}_{18}\text{H}_{35}\text{O}_2$  พบว่ามีสารอื่นปนอยู่ด้วย จึงจำเป็นต้องเอาตะกอนที่เป็นไขมัน ไปแยก โดยวิธี คอลัมน์ โครมาโทกราฟี ในขั้นตอนต่อไป

- 4.1.13 นำเอา ทิมเบิล ที่มี สารที่ไม่ระเหย บรรจุอยู่ ที่เหลือจากข้อ 4.1.12 มาสกัดด้วยวิธี ซอกซ์เลต โดยใช้ ไดคลอโรมีเทน เป็นตัวทำละลายที่มี ๒ ชนิดมากกว่า เฮกเซน มาสกัดเป็นเวลาประมาณ 6 ชั่วโมง นำเอา ไดคลอโรมีเทน ไประเหยแห้ง มีตะกอนเหลืออยู่ เมื่อ ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าตะกอนที่ได้เป็น fatty alcohol EO- adduct หรือ poly oxyethylenated fatty alcohol  $\text{C}_{18}\text{H}_{35}\text{O}_2$  คิดเป็นร้อยละ 0.77 ของน้ำหนัก สารที่ไม่ระเหย หรือ คิดเป็น ร้อยละของสารตัวอย่างเริ่มต้น  $0.77 \times 50.8 \div 100 =$  ร้อยละ 0.4
- 4.1.14 ส่วนที่เหลือใน ทิมเบิล หลังจากสกัดด้วย ไดคลอโรมีเทน พบว่าเป็นตะกอนส่วนผงสีเทา คิดเป็นร้อยละ 74.5 ของ สารที่ไม่ระเหย หรือ คิดคำนวณเป็นปริมาณจากสารตัวอย่าง เริ่มต้น  $74.5 \times 50.8 \div 100 =$  ร้อยละ 38.0 เมื่อ ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่า เป็น silicon dioxide  $\text{SiO}_2$  ดังนั้นในตัวอย่างจึงน่าจะมี silicon dioxide ประมาณ ร้อยละ 38
- 4.1.15 เอาส่วนที่สกัดด้วย ซอกซ์เลต ใช้ เฮกเซน เป็นตัวทำละลาย เหลือเป็นตะกอนจากข้อ 4.1.12 มาทำ ทินแตร โครมาโทกราฟี โดยใช้ ซิลิกา เจล เคลือบบนแผ่นพลาสติก ใช้ เฟลเคลื่อนที่ เป็น ปิโตรเลียมอีเทอร์: เอทิลอะซิเตต 2:1 และ ส่งดู ด้วย อัลตราไวโอเลต พบว่ามี 2 Spot คือที่จุดเริ่มต้น และที่  $R_f$  0.6 ลักษณะที่  $R_f$  0.6 ไม่เป็น spot เดี่ยว ซึ่งหมายความว่าที่ solvent front น่าจะมีสารมากกว่า 1 ตัว ดังนั้นเมื่อ รวมกับสารที่ไม่เคลื่อนที่ จึงน่าจะมีสารมากกว่า 2 ตัว และเมื่อนำเอา ทินแตร โครมาโทกราฟี แผ่นเดิม ทำให้แห้ง แล้วจุ่มลงใน ไดคลอโรมีเทน ปรากฏว่า จุดเริ่มต้นไม่เคลื่อนที่ แสดงว่าสารตัวนี้ไม่ละลายใน ไดคลอโรมีเทน และเมื่อนำเอาทินแตร โครมาโทกราฟี แผ่นเดิม ทำให้แห้ง แล้วจุ่มลงใน อะซิโตน ปรากฏว่าจุดเริ่มต้นที่ยังค้างอยู่ เกิดการเคลื่อนที่ได้ ค่า  $R_f$  0.8 แสดงว่า สารตัวอย่าง ละลายได้ใน อะซิโตน

จากผลการทำพินแอสรี โครมาโทกราฟี ช้างต้น พอสรุปได้ว่า ในส่วนที่สกัดด้วย ซอกซ์เลต ด้วย เฮกเซน มีสารอย่างน้อย 3 ตัว ซึ่งละลายได้ใน ปีโตรเลียมอีเทอร์: เอทิลอะซิเตต 2:1 และบางตัวละลายได้ใน อะซิโตน จึงนำเอาผลที่ได้จากข้อ 4.1.15 ไปทำ คอลัมน์ โครมาโทกราฟีในข้อ 4.1.16 ต่อไป

#### 4.1.16 การทำ คอลัมน์ โครมาโทกราฟี

โดยเอาส่วนที่สกัดด้วย ซอกซ์เลต ใช้ เฮกเซน ที่ได้จากข้อ 4.1.12 มาชั่งน้ำหนัก 0.4830 กรัม มาละลาย ปีโตรเลียมอีเทอร์: เอทิลอะซิเตต 2:1 จำนวนเล็กน้อย เพื่อเตรียมพร้อมที่จะรินใส่ คอลัมน์

##### การเตรียม คอลัมน์

เอา คอลัมน์ แก้วขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 2 เซนติเมตร ความยาว ประมาณ 50 เซนติเมตร มาอุดด้วยสำลี ที่ไม่แน่นจนเกินไป วางรองรับอยู่ด้านล่าง เติมหทรายที่ทำให้บริสุทธิ์แล้วลงไป ให้มีความหนา ประมาณ 0.5 เซนติเมตร เติม ปีโตรเลียมอีเทอร์ ลงไป จนเกือบเต็ม คอลัมน์ ตวงเอา ซิลิกา เจล ใสปีกเกอร์ เติม ปีโตรเลียมอีเทอร์ คนด้วย แท่งแก้ว ขณะที่ให้ ตัวทำละลาย ไหลออกทางด้านล่างช้าๆ ด้านบนริน ซิลิกา เจล + ปีโตรเลียมอีเทอร์ ลงไป พร้อมกับเคาะ คอลัมน์เบาๆ เพื่อไม่ให้เกิดฟองอากาศ เมื่อ ความสูงของ ซิลิกา เจล ใน คอลัมน์ ประมาณ 30 เซนติเมตร ก็หยุดริน แล้วเติมหทราย ที่ทำให้บริสุทธิ์แล้ว ลงไปด้านบนของ ซิลิกา เจล ให้ชั้นของทรายหนาประมาณ 0.5 เซนติเมตร แล้วไซ้ คอลัมน์ ด้านล่างลงไปเรื่อยๆ จน ตัวทำละลาย เกือบถึงชั้นทราย นำเอาส่วนที่สกัดได้จากข้อ 4.1.12 ที่ชั่งน้ำหนักไว้แล้ว รินใส่ คอลัมน์ อย่างระมัดระวัง เติม ปีโตรเลียมอีเทอร์: เอทิลอะซิเตต 2:1 ลงใน คอลัมน์ ให้ระวังผิวหน้าด้านบน ให้ กระเทือนน้อยที่สุด แล้วรองรับ เฟสเคลื่อนที่ ที่ชะออกมาด้วยปีกเกอร์ ขนาด 25 ลูก บาศก์เซนติเมตร ที่ชั่งน้ำหนักไว้แล้ว ไซ้ให้ชะออกมาช้าๆ ให้แต่ละ ส่วนในแต่ละปีก เกอร์ มี เฟสเคลื่อนที่ ประมาณ 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปประเหยแห้งบนหม้ออังไอน้ำ (Water bath) ชั่งน้ำหนัก เมื่อลบบกับน้ำหนัก ปีกเกอร์ที่ชั่งไว้ จะได้น้ำหนักของ สารที่ชะออกมา แต่ละ ส่วน ให้สังเกตน้ำหนักของแต่ละ ส่วน ถ้ามีน้ำหนักร้อยแสดง ว่าสาร ชะออกมาน้อย ถ้ามีน้ำหนักรวมแสดงว่าสาร ชะออกมามาก ขณะที่สารออกมาน้อย เมื่อเปลี่ยน เฟสเคลื่อนที่ เป็น ตัวทำละลายตัวอื่น สารตัวที่มีขั้ว มากขึ้นจะถูกชะ ออกมาอีก

จากการศึกษาทดลองพบว่า ส่วน 1-7 ชะ ด้วย ปีโตรเลียมอีเทอร์: เอทิลอะซิเตต 2:1

ส่วน 8-12 ชะ ด้วย อะซิโตน และ ส่วน 13-16 ชะ ด้วย เมทานอล

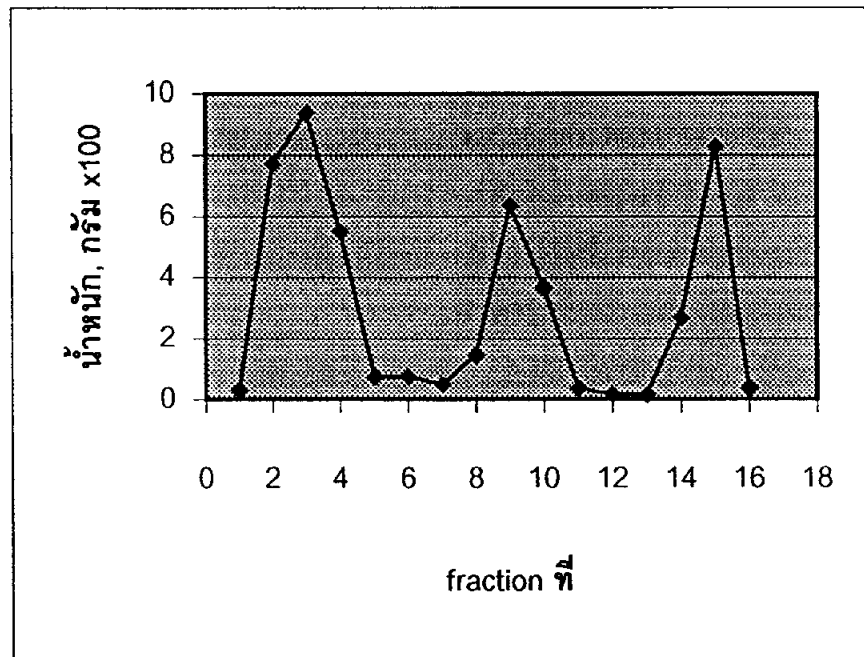
## ผลที่ได้ปรากฏในตาราง

ส่วน	น้ำหนักสารที่ ๒ ออกมา (กรัม)					
1	.0029	}	.0798	16.5%	$16.5 \times 23.7 \div 100 = 3.9\%$	
2	.0769					$3.9 \times 50.8 \div 100 = 2.0\%$
3	.0937	}	.1683	34.9%	$34.9 \times 23.7 \div 100 = 8.3\%$	
4	.0551					$8.3 \times 50.8 \div 100 = 4.2\%$
5	.0073					
6	.0074					
7	.0048					
8	.0145	}	.1216	25.2%	$25.2 \times 23.7 \div 100 = 6.0\%$	
9	.0636					$6.0 \times 50.8 \div 100 = 3.0\%$
10	.0368					
11	.0035					
12	.0017					
13	.0015					
14	.0267	}	.113	23.4%	$23.4 \times 23.7 \div 100 = 5.6\%$	
15	.0828					$5.6 \times 50.8 \div 100 = 2.8\%$
16	.0035					

รวม .4827 รวม 100

ตารางที่ 24 แสดงผลการทำ คอลัมน์

1	0.29
2	7.69
3	9.37
4	5.51
5	0.73
6	0.74
7	0.48
8	1.45
9	6.36
10	3.68
11	0.35
12	0.17
13	0.15
14	2.67
15	8.28
16	0.35



รูปที่ 48 แสดงน้ำหนักของสารที่ชะออกมาที่ส่วนต่างๆ

การคำนวณหาปริมาณทำได้โดย รวมน้ำหนักของแต่ละสารที่ชะออกมา ซึ่งมักจะรวมตั้งแต่ ส่วนที่มีสารออกมาน้อย จนออกมามาก และสิ้นสุดลงที่ ส่วน ที่มีสารชะออกมาน้อย และเริ่มต้นสารตัวใหม่ก็คือน้ำหนักเหมือนเดิม หลังจากนั้นรวมน้ำหนักที่ชะออกมาคำนวณเป็นร้อยละ ซึ่งต่อนี้จะได้เป็นร้อยละของสารรวมที่เข้า คอลัมน์ หลังจากนั้นต้องคำนวณเป็นร้อยละของ สารที่ไม่ระเหย โดยคูณด้วย 23.7 หารด้วย 100 (จากข้อ 4.1.12) แล้วคำนวณขั้นสุดท้ายเป็นร้อยละของสารเริ่มต้น โดยคูณด้วย 50.8 หารด้วย 100 (จากข้อ 4.1.11)

เมื่อเอา ส่วน 2 ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น aliphatic wax with acid and ester group (ester wax) คิดเป็นร้อยละ 2.0 ของน้ำหนักสารตัวอย่าง

เมื่อเอา ส่วน 3 ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น fatty acid (stearic acid) คิดเป็นร้อยละ 4.2 ของน้ำหนักสารตัวอย่าง

เมื่อเอา ส่วน 9 ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น โรซิน เอสเทอร์ คิดเป็นร้อยละ 3.0 ของน้ำหนักสารตัวอย่าง

เมื่อเอา ส่วน 14 ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น สบู่ (fatty acid sodium salt) คิดเป็นร้อยละ 2.8 ของน้ำหนักสารตัวอย่าง

จากรูปกราฟที่แสดงไว้ จะเห็นว่า ส่วน 1-7 เป็นการแยกที่ใช้ เฟสเคลื่อนที่ ยังไม่เหมาะสม คือ ปิโตรเลียมอีเทอร์: เอทิลเอซิเตต 2:1 ทำให้สาร 2 ตัว ออกมาใกล้กันจนเกินไป จนอาจทำให้ปริมาณคลาดเคลื่อนไปได้บ้าง เนื่องจากออกรวมมาเป็น พีค เดียว แต่ เมื่อตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด บอกได้ว่า สาร 2 ตัวที่ออกมาใกล้เคียงกัน เป็น ester wax และ stearic acid ส่วน 2 พีค หลังเป็น โรซิน เอสเทอร์ และ สบู่ แยกได้เด่นชัดมาก การคำนวณหาปริมาณก็ถูกต้องมากขึ้น แสดงว่าการใช้ เฟสเคลื่อนที่ คือ อะซิโตน และ เมทานอล ใช้ได้ถูกต้องและเหมาะสม

#### 4.1.17 ทดสอบ สบู่

นำเอา ส่วน 15 จาก คอลัมน์ ในข้อ 4.1.16 มาใส่ หลอดทดลอง เดิมน้ำ เดิม กรดอะซิติก ร้อยละ 50 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ได้สารละลายขุ่น เอาสารละลายขุ่นไปให้ความร้อนที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที มีชั้นน้ำมันลอยอยู่ แสดงว่า สบู่

#### 4.1.18 ทดสอบ โรซิน (Halphen test)

โดยใช้ สารละลาย a. ฟีนอล ละลายใน คาร์บอนเตตระคลอไรด์ และสารละลาย b. โบรมีน ละลายใน คาร์บอนเตตระคลอไรด์ เอาตัวอย่างที่จะทดสอบ ละลายในสารละลาย a. ใส่หลุมของ spot plate ที่ทำด้วย พอร์ซเลน และ หยดสารละลาย b. ลงไปใกล้ๆ กัน ให้ไอระเหยของ โบรมีน ผ่านไปทางหลุมตัวอย่าง ตรงรอยต่อระหว่างหลุมจะมีสีน้ำเงินปนสีม่วง จากการทดสอบ ปรากฏผลว่า

สารที่ไม่ระเหย จากข้อ 4.1.11

สารที่ไม่ระเหย สกัดด้วย เฮกเซน จากข้อ 4.1.12

และ ส่วน 9 จากข้อ 4.1.16

ต่างก็ให้ผลเป็น สีน้ำเงินปนสีม่วง แสดงว่าในตัวอย่างมี โรซิน

#### 4.1.19 ทดสอบ ไนโตรเจน

นำเอา สารที่ไม่ระเหย จากข้อ 4.1.11 ใส่ หลอดทดลอง เติม โซดาไลม์ เผา เบลวไฟ อัง  
ด้วย กระดาษวัดความเป็นกรด-ด่าง เปียกน้ำ ไม่เปลี่ยนเป็นสีน้ำเงิน แสดงว่าไม่มี  
ไนโตรเจน

สรุป น้ำยาขัดเงาโลหะชนิดน้ำ

ประกอบด้วย	ประมาณร้อยละ
aliphatic wax with acid and ester group (ester wax)	2.0
fatty acid (Stearic acid)	4.0
โรซิน เอสเทอร์	3.0
สบู่ (Fatty acid sodium salt)	3.0
fatty alcohol EO- adduct (polyoxyethylenated fatty alcohol)	0.5
silicon dioxide (SiO <sub>2</sub> )	38.0
ส่วนที่เหลือเป็นน้ำ	

## 4.2 กาวเคลือบหนังสัตว์ Neofilm(TS 941)

4.2.1 Neofilm ลักษณะเป็นของเหลวข้น คล้ายกาวลาเท็กซ์ สีขาว ใช้ในอุตสาหกรรมเกี่ยวกับเคลือบหนังสัตว์ โดยใช้เป็นตัวเคลือบ ผิวของหนังที่มีรอยตำหนิ ผลเป็น รอยขีดข่วน แล้วทิ้งไว้ค้างคืน เมื่อแห้งขัดด้วยกระดาษทรายออก แล้วตกแต่งสี นอกจากนี้ยังใช้เป็น base coat สำหรับที่จะเกาะกับส่วนประกอบของสีผสม เพื่อการยึดเกาะตามที่ต้องการ คุณสมบัติของ Neofilm คือติดแน่นเป็นเนื้อเดียวกับหนัง ไม่แข็งหรือแตก หรือขาด เมื่อหนังยืดหรืออ่อนตัว สภาพการใช้งานไว้สำหรับแก้ไขหนังกิ่งสำเร็จรูป บนส่วนผิวที่ไม่สมบูรณ์ 100 เปอร์เซ็นต์ โดยการขัดด้วยกระดาษทรายออก แล้วทาปาดด้วย Neofilm ทิ้งไว้ค้างคืน แล้วขัดด้วยกระดาษทรายละเอียดอีกครั้ง ก่อนนำไปพ่นทาสี อัดลาย และขัดเงา (Top coat)

4.2.2 ทดสอบการละลาย โดยนำเอาตัวอย่างเพียงเล็กน้อย มาละลายใน ตัวทำละลายต่างๆ เพื่อจะได้ทราบว่าละลายใน อะไรได้บ้าง ผลการตรวจสอบพบว่า ตัวอย่างไม่ละลายใน ปิโตรเลียมอีเทอร์ และ ไดคลอโรมีเทน แต่ละลายได้ดีใน เอทานอล เมทานอล อะซิโตน และน้ำ แสดงว่า ในตัวอย่างจะต้องมีส่วนประกอบของสารที่เป็น ขี้ผึ้ง เนื่องจากไม่ละลายในตัวทำละลายที่มี ขี้ผึ้ง น้อย และละลายได้ดีในตัวทำละลายที่มี ขี้ผึ้งสูง

4.2.3 เนื่องจากตัวอย่างเป็นของเหลวข้น จึงจำเป็นต้องหา สารที่ไม่ระเหย โดยปกติการหาสารที่ไม่ระเหย มักจะใช้น้ำหนักตัวอย่างไม่มากนัก ป้ายไปใน ปีกเกอร์ แล้วเข้าอบในตู้อบ ในกรณีที่ สารที่ไม่ระเหย นั้น เมื่อแห้งแล้วร่วนไม่เกาะติด ปีกเกอร์ เพื่อนำเขาไปทดสอบขั้นตอนต่อไป แต่ในกรณีของตัวอย่าง Neofilm ซึ่งคาดว่าจะมีสารกลุ่มโพลีเมอร์ ซึ่งเมื่อแห้งแล้ว จะติดแน่นและเหนียวมาก ชูคออกยากหรือไม่ออกเลย ดังนั้นตัวอย่างนี้ เมื่อจะหา สารที่ไม่ระเหย จึงทาบางๆ บนแผ่น อะลูมิเนียมฟอยล์ ที่ชั่งน้ำหนักแล้ว เอาเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ผลออกมาปรากฏว่า หลังจากอบแล้ว ตัวอย่างติดแน่นบนแผ่น อะลูมิเนียมฟอยล์ พบว่ามี สารที่ไม่ระเหย ร้อยละ 33.6

4.2.4 นำเอาตัวอย่างติดแห้งที่ติดแน่นบนแผ่น อะลูมิเนียมฟอยล์ ซึ่งเราทราบน้ำหนักแล้วมา ตัดเป็นชิ้นเล็กๆ ใส่ใน ทิมเบิล สกัดด้วย ซอกซ์เลต ใช้ อะซิโตน เป็นตัวทำละลาย สกัดเป็นเวลา 32 ชั่วโมง ที่จำเป็นต้องใช้เวลามาก เนื่องจากสารจำพวก โพลีเมอร์ จะสกัดยาก ตัวทำละลายจะดึงสารออกมาอย่างมาก เมื่อครบเวลาแล้ว นำเอาสารละลาย อะซิโตน มาระเหยแห้ง พบว่ามีสารออกมาร้อยละ 17.31 ของสารเริ่มต้น



เมื่อนำไป ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่า เป็น fatty acid PO- adduct ปนกับ poly (ethyl acrylate)

เมื่อพบว่าสารที่เป็นองค์ประกอบ ละลายออกมาได้มากกว่า 1 ชนิด เมื่อสกัดด้วยอะซิโตน จึงต้องนำส่วนนี้ไปทำขั้นตอนอื่นอีก เพื่อแยกให้บริสุทธิ์ โดยวิธีทำ ทินแลร์ โครมาโทกราฟี และผ่านเข้า คอลัมน์ โครมาโทกราฟี

- 4.2.5 นำเอา ทิมเบล ที่ผ่านการสกัดด้วยอะซิโตน ในข้อ 4.2.4 มากล้น ซอกห์เลต ต่อด้วย 95% เอทานอล ใช้เวลาค่อนข้างนาน คือประมาณ 16 ชั่วโมง การใช้ 95% เอทานอล เนื่องจากมี ชั่ว มากกว่า อะซิโตน เพื่อต้องการดึงเอาสารที่มี ชั่ว มากกว่าออกมา เมื่อนำเอา เอทานอล ไประเหยแห้ง จะได้ก้อนเหนียวสีน้ำตาล ร้อยละ 1.98 ของสารเริ่มต้น และเมื่อ ไป ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น poly (ethyl acrylate)
- 4.2.6 ทิมเบล ที่เหลือจากการสกัดด้วย 95% เอทานอล ในข้อ 4.2.5 นำเอามาอบในเตาอบที่ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าเหลือส่วนที่ติดอะลูมิเนียมฟอยล์ร้อยละ 14.3 ของสารเริ่มต้น นำเอาตะกอนเหนียวติดฟอยล์ มาละลายด้วย อะซิโตน ขูดป้ายบนเซล ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น poly (ethyl acrylate) ปนกับ เอไมด์ ปนกับ สารอนินทรีย์
- ดังนั้น การคำนวณหาปริมาณของ poly (ethyl acrylate) ในขั้นตอนนี้จึงจำเป็นต้องทราบปริมาณของ เอไมด์ ซึ่งอาจรวมถึง กรดอะมิโน ที่ได้จากโปรตีน ซึ่งมีโครงสร้างเป็น เอไมด์ และต้องทราบปริมาณของ สารอนินทรีย์ เอาหักลบกัน ดังนี้
- $$[\text{poly (ethyl acrylate)}] = 14.3 - \text{เอไมด์ หรือ กรดอะมิโน หรือ โปรตีน} - \text{สารอนินทรีย์}$$
- 4.2.7 นำเอาส่วนที่สกัดได้ด้วย อะซิโตน จากข้อ 4.2.4 มาทำทินแลร์โครมาโทกราฟี โดยใช้เฟสเคลื่อนที่เป็น อะซิโตน ส่องดูด้วย กรดโมลิบดิก ใน กรดซัลฟูริก พบว่ามี 2 spot คือที่ R<sub>f</sub> 0.8 และที่จุดเริ่มต้น Spot ที่ไม่เคลื่อนที่ อยู่ที่จุดเริ่มต้นมีลักษณะเป็น ทางยาว ดังนั้นผลที่บอกได้ก็คือ ในส่วนที่สกัดด้วย อะซิโตน จะต้องมีการอย่างน้อย 2 ตัว
- 4.2.8 เอาส่วนที่สกัดได้ด้วย อะซิโตน จากข้อ 4.2.4 มาเผาในฝา ครุฑเปิด เป็นการทดสอบการติดไฟ พบว่าสารพองตัว สลายตัวแล้วติดไฟ แสดงว่าเป็นสารพวก โพลีเมอร์ มีเขมาน้อย แสดงว่าเป็น aliphatic hydrocarbon ไม่ใช่ aromatic hydrocarbon
- เมื่อ นำไป วิเคราะห์ด้วย GC-MS เหลือ เถ้า น้อยมาก แสดงว่าน่าจะมีสารกลุ่มอนินทรีย์ อยู่บ้าง เมื่อ ละลายน้ำวัดความเป็นกรด-ด่างได้ 9 แสดงว่าใน เถ้า มีสาร ซึ่งมีสภาพเป็นด่าง จุ่ม

ลวดเพลทินัม เมาโนเปลวไฟ มองผ่านแผ่นแก้วโคบอลท์ ไม่มีสีชมพู แสดงว่าไม่เป็น  
เกลือโพแทสเซียม

4.2.9 เอาส่วนที่สกัดได้ด้วย อะซิโตน จากข้อ 4.2.4 ใส่หลอดทดลอง เมาไฟ อังด้วยกระดาษ  
วัดความเป็นกรด-ด่าง เปียกน้ำ ได้ค่าประมาณ 6 แสดงว่าไม่มี เอมีนที่ระเหยได้

4.2.10 เอาส่วนที่สกัดได้ด้วย เอทานอล จากข้อ 4.2.5 ใส่หลอดทดลอง เมา เปลวไฟ อังด้วย  
กระดาษวัดความเป็นกรด-ด่าง เปียกน้ำ ได้ค่าประมาณ 7 แสดงว่าเป็น อะโครเลต  
ธรรมดา ไม่มีคลอไรด์ ไม่มี อะซีเตต  
ลวดทองแดง เมาจนไม่มีสีเขียว จุ่มลงในส่วนที่สกัดได้ เมา ไม่มีสีเขียว แสดงว่าไม่มี  
คลอไรด์

4.2.11 เอาส่วนที่สกัดได้จาก อะซิโตน ในข้อ 4.2.4 มาทำ คอลัมน์ โครมาโทกราฟี โดยใช้น้ำ  
หนักมา 0.2730 กรัม ละลาย 1 โตรเลียมอีเทอร์ จำนวนเล็กน้อย คนละลายพร้อมจะ  
รินใส่ คอลัมน์

การเตรียม คอลัมน์ ทำเหมือนการศึกษาทดลองตอนแรก เรียงน้ำยาขัดเงาโลหะชนิด  
น้ำ UG 846 เมื่อได้ คอลัมน์พร้อม รินส่วนที่สกัดได้จาก อะซิโตน และใช้น้ำหนัก  
ไว้แล้ว

ลงใน คอลัมน์ ไซก๊อคด้านล่างให้ตัวอย่างอยู่ในชั้นทราย

เติม ปีโตรเลียมอีเทอร์ ลงไป เพื่อเป็นการ ชะ ตั้งแต่ ส่วน 1-6

เติม ปีโตรเลียมอีเทอร์+ อะซิโตน 20% ตั้งแต่ ส่วน 7-10

เติม อะซิโตน ตั้งแต่ ส่วน 11-16

เติม เอทานอล ตั้งแต่ ส่วน 17-19

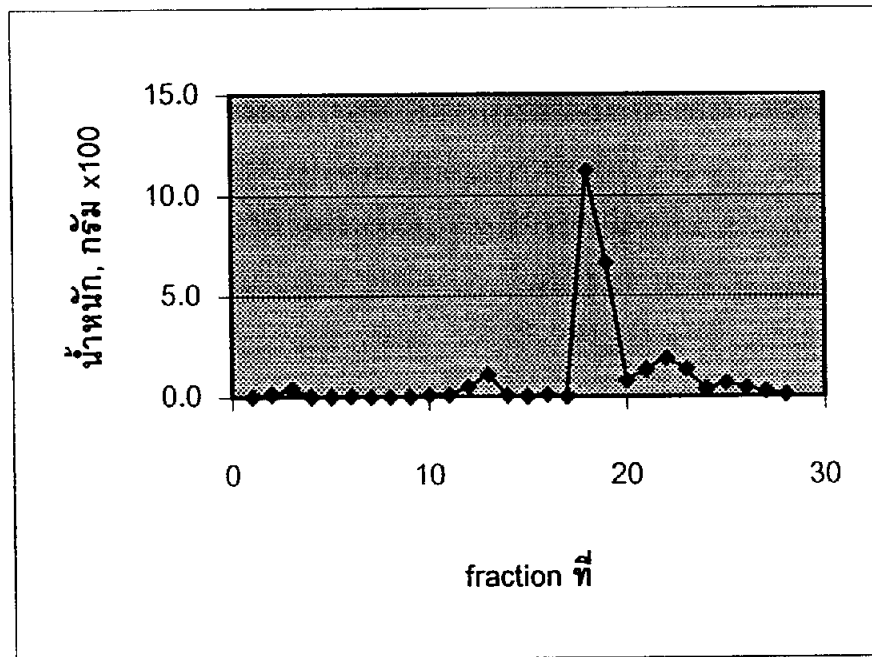
เติม เมทานอล ตั้งแต่ ส่วน 20-28

เฟสเคลื่อนที่ ต่างๆ เหล่านี้ จะ ชะ เอาสารแต่ละตัว ออกมาดังผลที่ปรากฏข้างล่าง

ส่วน	น้ำหนักสารเป็นกรัม		
1	0	}	.0053      1.9%
2	.0013		
3	.0038		
4	0		
5	0		
6	.0002		
7	0		
8	0		
9	0		
10	.0010	}	.205      75.17%
11	.0009		$75.17 \times 17.31 \div 100 = 13.0\%$
12	.0047		
13	.0106		
14	.0006		
15	0		
16	.0011		
17	0		
18	.1120		
19	.0664		
20	.0077	}	.0624      22.9%
21	.0132		$22.9 \times 17.31 \div 100 = 3.96\%$
22	.0185		
23	.0131		
24	.0036		
25	.0065		
26	.0040		
27	.0027		
28	.0008		
รวม .2727			รวม 99.97%

ตารางที่ 25 แสดงผลการทำคอรัลมัน

1	0.00
2	0.13
3	0.38
4	0.00
5	0.00
6	0.02
7	0.00
8	0.00
9	0.00
10	0.10
11	0.09
12	0.47
13	1.06
14	0.06
15	0.00
16	0.11
17	0.00
18	11.20
19	6.64
20	0.77
21	1.32
22	1.85
23	1.31
24	0.36
25	0.65
26	0.40
27	0.27
28	0.08



รูปที่ 49 แสดงน้ำหนักของสารที่ระดมออกมาที่ส่วนต่างๆ

การคำนวณหาปริมาณ ทำได้โดย รวมน้ำหนักของแต่ละสารที่ ระเบิดออกมา ซึ่งมักจะรวม ตั้งแต่ ส่วน ที่มีสารออกมาน้อย จนออกมามาก และสิ้นสุดลงที่ ส่วน ที่มีสาร ระเบิดออกมาน้อย และเริ่มต้นสารตัวใหม่ ก็ดูน้ำหนักเหมือนเดิม หลังจากนั้นรวมน้ำหนักที่ ระเบิดออกมาทั้งหมด คำนวณเป็นร้อยละ ซึ่งตอนนี้ จะเป็นร้อยละ ของสารที่เข้า คอลัมน์ หลังจากนั้นต้องหารร้อยละของส่วนละลาย อะซิโตน คือ 17.31 มาคูณและหารด้วย 100 จึงเป็นร้อยละของสารเริ่มต้น โดยไม่ต้องคูณและหารด้วยร้อยละของสารที่ไม่ระเหย เมื่อเอา ส่วน 3 มา ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น unknown

คิดเป็นร้อยละ 1.9 ของสารที่ผ่านเข้า คอลัมน์

เมื่อเอา ส่วน 13 มา ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น fatty acid PO- adduct  
 $\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{O}_2$  คิดเป็นร้อยละ 13.0 ของน้ำ  
 หนัก ตัวอย่าง

เมื่อเอา ส่วน 22 มา ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น poly (ethyl acrylate)  
 $\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}_2$  คิดเป็นร้อยละ 3.96 ของน้ำหนักตัวอย่าง  
 จากกราฟที่แสดงไว้ จะเห็นว่า การใช้เฟสเคลื่อนที่ เป็น ปิโตรเลียมอีเทอร์ และ  
 ปิโตรเลียมอีเทอร์+20% ของอะซิโตน จะไม่ระเบิดใดๆ ออกมา หรือ ออกมาน้อยมาก  
 แต่พอใช้ อะซิโตน ล้วนๆ จะมีสาร ระเบิดออกมามากขึ้น และจะมากที่สุดเมื่อใช้ เอทานอล  
 สาร 2 ตัวนี้ รวมเป็นสารชนิดเดียวกัน คือ fatty acid PO- adduct หลังจาก ส่วน 20  
 เมื่อระเบิดด้วย เมทานอล จะ ระเบิดออกมามากอีก 2 พีค เล็กๆ รวมกันเป็น poly (ethyl  
 acrylate)

- 4.2.12 นำเอาตัวอย่างเริ่มต้นเล็กน้อย มาใส่ หลอดทดลอง เติมน้ำ คน ละลายได้บางส่วน  
 เกิดสารละลายขาวเหมือนนม มีตะกอนเบาลอยอยู่ เติมน้ำ 6N ไฮเดียมไฮดรอกไซด์ จน  
 ความเป็นกรด-ด่างประมาณ 11 ตะกอนเบาละลาย กรองด้วยกระดาษกรอง NO 41  
 ได้สารละลายใสมาเติมด้วย 6N กรดไฮโดรคลอริก จนความเป็นกรด-ด่าง เป็น 3 เกิด  
 ตะกอน รินส่วนเป็นน้ำทิ้งไป ล้างตะกอนด้วยน้ำ อบให้ตะกอนแห้ง เอาอะซิโตนมา  
 ละลาย ขูดป้ายบน เบล ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น poly (ethyl acrylate)

การทดลองในข้อนี้เป็นการยืนยันได้ว่า สารที่พบเป็น poly (ethyl acrylate) เนื่องจาก  
 ละลายในต่างและตกตะกอนได้ในสภาพกรด

- 4.2.13 นำเอาตัวอย่างเริ่มต้นจำนวนเล็กน้อย ใส่ หลอดทดลอง เติมโซดาไลม์เล็กน้อย (ในโซดาไลม์ ประกอบด้วย แคลเซียมออกไซด์ กับ โซเดียมไฮดรอกไซด์ หรือ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ มีสภาพเป็นต่างอย่างแรง) เผาเปลวไฟ อังด้วยกระดาษวัด ความเป็นกรด-ด่าง เปียกน้ำ เปลี่ยนเป็นสีน้ำเงิน ความเป็นกรด-ด่างประมาณ 8 แสดงว่ามี ไนโตรเจน อาจมาจาก เอไมด์, เอมีน, หรือ โปรตีน
- 4.2.14 และ 4.2.15. การทดสอบหาว่าในตัวอย่าง มีโปรตีนหรือไม่ ผลการตรวจสอบทั้ง 2 วิธียืนยันว่ามีโปรตีน โดยการทดสอบกับสารละลาย 5% ของ p-ไดเมทิล อะมิโน เบน ซัลไฟด์ ใน กรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น และโดยการเติม กรดเกลืออะซิติก ลงไปด้วย จากการศึกษาจากเอกสารพบว่า โปรตีนที่ใช้ จะอยู่ในรูปของ เคซีน ซึ่งมีราคาไม่แพง และใช้เป็น hard binder มีคุณสมบัติยึดหยุ่นได้ ไม่แข็งเปราะ
- 4.2.16 การทดสอบหากรดอะมิโน โดยทำปฏิกิริยากับ นิโนไฮดริน ให้สีน้ำเงิน เป็นการยืนยันว่ามีกรดอะมิโน ซึ่งมาจากโปรตีนแน่นอน
- 4.2.17 การทดสอบหา เอไมด์ โดยทำปฏิกิริยากับ ไฮดรอกซิลเอมีน ไฮโครคลอไรด์ กับ สารละลายของ เพอริกคลอไรด์ ผลการทดสอบปรากฏว่าไม่พบ เอไมด์ ดังนั้น ไนโตรเจน ที่พบในตัวอย่าง จึงน่าจะมาจาก กรดอะมิโนในโปรตีน
- 4.2.18 ส่งตัวอย่างเริ่มต้นให้ กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 3 หาไนโตรเจนทั้งหมด พบว่ามี ไนโตรเจนทั้งหมดร้อยละ 0.7 เมื่อคำนวณเป็นโปรตีนในรูปของ เคซีน เท่ากับ  $0.7 \times 6.38 =$  ร้อยละ 4.47
- 4.2.19 นำเอาตัวอย่างเริ่มต้น ซึ่งมา 10 กรัม หาปริมาณน้ำ โดยวิธี ดินสตากร์ โดยกลั่นด้วย โทลูอีน เมื่อเดือด โทลูอีน จะระเหย พร้อมกับดึงน้ำพาเอาไอน้ำออกมาด้วย และเมื่อ ควบแน่นจะกลายเป็นน้ำ และสารละลาย โทลูอีน เมื่อรองรับด้วยหลอดแก้วคล้าย กระบอกตวง สารทั้ง 2 ชนิด จะแยกชั้นกัน และวัดปริมาตรของน้ำได้ เนื่องจากจม อยู่ด้านล่าง จากการตรวจสอบพบว่า มีน้ำ 6.6 ลูกบาศก์เซนติเมตร หรือ เท่ากับ ร้อย ละ 66 ซึ่งเมื่อรวมกับ สารที่ไม่ระเหย จากข้อ 5.2.3 แล้วพบว่า  $66 + 33.6 =$  ร้อยละ 99.6 ใกล้เคียง 100
- 4.2.20 การทดสอบหา PO-adduct ผลปรากฏว่าพบ PO-adduct เป็นการยืนยันการ ทดสอบในตอนต้น ข้อ 4.2.11 การทำ คอลัมน์ ส่วน ที่ 13

- 4.2.21 หาปริมาณ เถ้า โดยการเผาใน เตาเผาที่ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง พบว่ามี เถ้า อยู่ร้อยละ 0.37 เมื่อเอาเถ้าไป ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น Silica  $\text{SiO}_2$  และมี  $\text{SO}_4$  ปนอยู่ด้วย (ดังข้อ 33.)
- 4.2.22 นำเอา เถ้า ที่ได้ไปจากข้อ 4.2.21 ทดสอบต่อ ปรากฏว่าในเถ้า ไม่พบ คาร์บอนเนต ( $\text{CO}_3$ ) ไม่พบ ฟอสเฟต, ไม่พบตะกั่ว แต่พบ ซัลเฟต และ เกลือโซเดียม ดังนั้นใน เถ้า จึงน่าจะเป็น โซเดียมซัลเฟต
- 4.2.23 นำเอา เถ้า ที่ได้จากข้อ 4.2.21 มาละลายน้ำ เพื่อดึงเอา โซเดียมซัลเฟต ออกมา เนื่องจาก โซเดียมซัลเฟต ละลายน้ำได้ ส่วน  $\text{SiO}_2$  ไม่ละลายน้ำ จึงน่าจะแยกจากกันได้ ด้วยน้ำ ผลจากการทดลองในข้อนี้ เมื่อแยกโดยการละลายน้ำ กรอง ปรากฏว่า ส่วนละลายน้ำเมื่อทำแห้ง ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น โซเดียมซัลเฟต (ดัง
- 4.2.24 ส่วนที่ไม่ละลาย ค้างอยู่บนกระดาษกรอง เมื่อทำแห้ง ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น  $\text{SiO}_2$
- 4.2.25 การหาปริมาณของ poly (ethyl acrylate) เนื่องจากสารดังกล่าวเป็น โพลีเมอร์ ที่สกัด และแยกออกยากมาก และออกมาหลายขั้นตอน ของกระบวนการแยก เช่น ข้อ 4.2.5 เมื่อเอา สารที่ไม่ระเหย มาสกัดด้วย 95% เอทานอล ก็ปรากฏว่าได้ออกมาร้อยละ 1.98 ของสารเริ่มต้น ข้อ 4.2.6 ตะกอนที่เหลือจากการสกัดร้อยละ 14.3 ของสารเริ่มต้น ที่ติดอยู่ในอะลูมิเนียมฟอยล์ใน ทิมเบิล ก็มี poly (ethyl acrylate) ปนกับ เคซีน ปนกับ  $\text{SiO}_2$  ซึ่งเมื่อคิดเป็น
- $$\begin{aligned} \text{poly (ethyl acrylate)} &= 14.3 - \text{เคซีน} - \text{SiO}_2 \\ &= 14.3 - 4.5 - 0.4 \\ &= \text{ร้อยละ } 9.4 \end{aligned}$$
- และข้อ 4.2.11 การเอาส่วนที่สกัดได้ด้วย อะซิโตน (ซอกท์เลต) ข้อ 4.2.4 มาทำ คอลัมน์ โครมาโทกราฟี ใน ส่วน ที่ 22 ก็พบ poly (ethyl acrylate) ร้อยละ 3.96 ของน้ำหนักสาร เริ่มต้น ดังนั้น ปริมาณของ poly (ethyl acrylate) จึงเท่ากับส่วนที่สกัดได้ทั้ง 3 ขั้นตอน มารวมกัน ได้เป็น  $1.98 + 9.4 + 3.96 =$  ร้อยละ 15.34

## สรุป กาวเคลือบหนังสือ

ประกอบด้วย	ประมาณร้อยละ
poly (ethyl acrylate)	15
poly oxypropylenated fatty acid	13
โปรตีน คำนวณเป็น เคซีน	5
SiO <sub>2</sub>	0.5
ส่วนที่เหลือเป็นน้ำ	



## บทที่ 5 สรุปผลการศึกษาทดลอง

งานศึกษาทดลองทั้ง 2 เรื่องคือ น้ำยาขัดเงาโลหะชนิดน้ำ (UG 846) และ กาวเคลือบหนังสัตว์ Neofilm (TS 941) การตรวจแยกหาองค์ประกอบ และการพิสูจน์โครงสร้างของสารเคมี จำเป็นต้องประยุกต์ใช้ คอลัมน์ โครมาโทกราฟี จะเห็นได้ว่าการสกัดสารโดยเอาสารที่ไม่ระเหย มาแยกสกัดด้วยสารละลายโดยวิธี ซอกซ์เลต บางครั้งได้สารบริสุทธิ์ออกมาชนิดเดียว บางครั้งได้สารออกมาปนกัน 2 หรือ 3 ตัว เมื่อนำไป ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด ถ้าเป็นสารเดี่ยวที่บริสุทธิ์ก็สามารถ แปลผล ได้ว่า เป็นสารชนิดใด แต่ถ้าออกมาปนกัน ไม่สามารถ แปลผลได้ ก็จำเป็นต้องแยกชั้นตอนต่อไปด้วยเทคนิคการใช้ คอลัมน์ โครมาโทกราฟี

จากตัวอย่าง น้ำยาขัดเงาโลหะชนิดน้ำ จะเห็นว่าเมื่อสกัด สารที่ไม่ระเหย ด้วย เฮกเซน โดยวิธี ซอกซ์เลต จะได้สารออกมาปนกันหลายตัว เมื่อผ่าน คอลัมน์ จะแยกออกมาได้ถึง 4 ตัว คือ

1. aliphatic wax with acid and ester group (ester wax)
2. fatty acid (stearic acid)
3. โรซิน เอสเทอร์
4. สบู่

เมื่อพิจารณาจากกราฟจะเห็นว่า ตัวที่ 1 และ 2 แยกกันไม่ชัดเจน พิค เหลื่อมกันอยู่ แสดงว่า การใช้ เฟสเคลื่อนที่เป็น ปิโตรเลียมอีเทอร์ : เฮกซิล อะซิเตต 2:1 ยังไม่เหมาะสม มีช่วงมากไป การแยก ester wax กับ stearic acid ไม่ชัดเจน แต่เมื่อนำเอา ส่วน ต่างๆ ไป ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด สามารถ บ่งบอกความแตกต่างได้ การคำนวณปริมาณย้อมคลาดเคลื่อนไปบ้าง ส่วนสารตัวที่ 3 และ 4 คือ โรซิน เอสเทอร์ กับ สบู่ ใช้ อะซิโตน และ เมทานอล เป็นตัวชะนั้นเหมาะสมและถูกต้อง จึงทำให้ พิค ที่ 3 และ 4 แยกกันชัดเจน การหาปริมาณย้อมถูกต้องมากขึ้นไปด้วย

จากตัวอย่าง กาวเคลือบหนังสัตว์ Neofilm เมื่อนำเอา สารที่ไม่ระเหย ไปสกัดด้วย อะซิโตน โดยวิธี ซอกซ์เลต พบว่ามีสารออกมาปนกัน 3 ถึง 4 ชนิด เมื่อผ่าน คอลัมน์ จะแยกออกมาได้ ดังนี้

1. unknown (ส่วน 1-9)
2. fatty acid PO-adduct (ส่วน 10-20)
3. poly ethyl acrylate (ส่วน 21-28)

จากการใช้ ปีโตรเลียมอีเทอร์ และ ปีโตรเลียมอีเทอร์ +20% อะซิโตน เป็น เฟสเคลื่อนที่ ที่ไม่เหมาะสม หรืออาจจะไม่มีสารใดเลย ที่ละลายได้ ใน สารละลาย 2 ชนิดนั้น จึงไม่มีการ ะออกมา การออกมาน้อยอาจจะเป็น สารปนเปื้อน ที่มีในตัวอย่าง เมื่อ ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด จึงไม่สามารถ แปลผล ได้ว่าเป็นสารชนิดใด ในส่วนที่ 10-20 จะเห็นว่ามี 2 พีค คือ พีค เล็ก ะ ด้วย อะซิโตน ส่วน พีค ใหญ่ ะ ด้วย เอทานอล ทั้ง 2 พีค รวมกันเป็น fatty acid PO-adduct ซึ่งมีปริมาณค่อนข้างมาก

ในส่วนที่ 21-28 จะเห็นเป็น 2 พีค จากการ ตรวจวัดด้วยเครื่องอินฟราเรด พบว่าเป็น poly ethyl acrylate ซึ่ง โพลีเมอร์ ตัวนี้แยกออกยากมาก ต้องใช้ เมทานอล ซึ่งมี ั้ว ใกล้เคียงกับน้ำ

จากการศึกษาทดลองทั้ง 2 เรื่อง จะเห็นว่า บางครั้งการแยกสารหองค์ประกอบหรือการตรวจ พิสูจน์สารเคมี จำเป็นต้องใช้เทคนิค คอลัมน์ โครมาโทกราฟี มาช่วยด้วย จึงทำให้การแยกเกิดขึ้นครบถ้วนสมบูรณ์

งานศึกษาทดลองนี้ เริ่มต้น 12 มิถุนายน 2541 สิ้นสุด 7 ตุลาคม 2542 เป็นการ ศึกษาทดลองที่ไม่ต่อเนื่อง เนื่องจากขึ้นกับตัวอย่างที่มีผู้ส่งมาให้ตรวจสอบ เป็นการตรวจแยก องค์ประกอบ และพิสูจน์โครงสร้างของสาร เป็นงานที่มีความยุ่งยากสลับซับซ้อน แต่ละตัวอย่างจะมีความแตกต่างกันออกไป เนื่องจากองค์ประกอบแตกต่างกัน กรรมวิธีการตรวจสอบ ไม่เหมือนกัน ก่อนอื่นจะต้องทราบข้อมูลเบื้องต้น ว่าตัวอย่างชนิดนั้นๆ ใช้ในอุตสาหกรรม ประเภทใด ใช้เพื่อประโยชน์อะไร วัตถุประสงค์คืออะไร จึงวางแผนในการศึกษาทดลอง โดยอาศัยความรู้ความเชี่ยวชาญ และประสบการณ์ ว่าเมื่อใช้ประโยชน์และวัตถุประสงค์อย่าง นั้นแล้ว ในตัวอย่างน่าจะประกอบด้วยสารใดบ้าง มีน้ำหรือตัวทำละลายอินทรีย์หรือไม่ มี โพลีเมอร์ หรือไม่ ถ้ามีน้ำ จะเป็น โพลีเมอร์ ตัวใด โพลีเมอร์ นั้นละลายในตัวทำละลายชนิด ใด มีองค์ประกอบเป็นน้ำมันหรือไขมันหรือไม่ มีสารจำพวกอนินทรีย์หรือไม่ ถ้ามีน้ำจะเป็น สารอนินทรีย์ตัวใด ที่มีคุณสมบัติในการนำไปใช้ประโยชน์ตามที่ตั้งไว้ จะต้องทราบคุณสมบัติ เฉพาะตัวของสารอนินทรีย์ว่า เมื่อเผาแล้วละลายตัวหรือไม่ เมื่อเผาแล้วให้คุณสมบัติเป็นกรด หรือด่าง นอกจากนี้จะต้องคาดเดาได้ว่า น่าจะมีสารกลุ่ม สารลดแรงตึงผิว หรือไม่ มีสาร กลุ่ม binder, กลุ่ม filler หรือไม่ เมื่อคาดเดาแล้ว จึงต้องวางแผนการตรวจสอบ การแยกเอา สารแต่ละตัวออกมาให้ได้ และจะต้องคำนวณปริมาณได้ด้วย จึงต้องมีการชั่งตวงเกือบทุกขั้นตอน อย่างละเอียด บางครั้งการคาดเดาได้ถูกต้อง เป็นไปตามที่คาดคิดเอาไว้ ก็ทำให้การ ศึกษาทดลองนั้น บรรลุผลรวดเร็วขึ้น แต่บางครั้งการคาดเดาผิดพลาด ไม่เป็นไปตามที่คิดไว้

ทำให้การแยกสารที่ดี หรือการหาปริมาณที่ดี เป็นไปด้วยความยากลำบาก จะต้องเปลี่ยน  
 สมมติฐานใหม่ จะต้องเริ่มต้นใหม่ ทำให้เสียเวลา

นอกจากจะต้องทราบคุณสมบัติของสารที่คาดเดาไว้ ยังจำเป็นต้องเรียนรู้การใช้เครื่องมือ  
 ที่เกี่ยวข้อง โดยเฉพาะอย่างยิ่ง อินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ ซึ่งช่วยได้มากในการวินิจฉัยว่า เป็น  
 สารกลุ่มใด และจาก สเปกตรัม ของสาร บางครั้งก็ชี้เฉพาะได้เลยว่า เป็นสารชนิดใด เนื่อง  
 จาก สเปกตรัม ของสารบางพวกบางชนิด เป็น finger print คือมีการ ดูดกลืนแสงที่เฉพาะตัว  
 ของสาร ดังนั้นการ แปลผล จาก สเปกตรัม ก็มีความสำคัญมาก และต้องใช้ประสบการณ์สูง  
 เนื่องจากมี สเปกตรัม ของสารเป็นหมื่นๆ ชนิด ที่จะเป็น มาตรฐาน เพื่อเทียบเคียง

บางครั้งจำเป็นต้องนำเอาความรู้เรื่องของ ขั้ว(polarity) ของสารและของตัวทำละลายมาใช้ ในการ  
 ศึกษาทดลองด้วย เช่นสารใดที่มี ขั้ว มากก็จะละลายได้ในตัวทำละลายที่มี ขั้ว สูง สารใด มีขั้ว  
 ต่ำ ก็ละลายได้ในตัวทำละลายที่มี ขั้ว ต่ำ การทราบ ขั้ว(polarity) จึงเป็นการนำไปใช้ ในการ  
 แยกสารโดยอาศัยเทคนิค ทินแลเยอร์โครมาโทกราฟี, แก๊สโครมาโทกราฟี และ คอลัมน์ โครมา  
 โทกราฟี ธรรมดา การใช้เทคนิคเหล่านี้จะแยกสารได้ดีขึ้นและได้สารบริสุทธิ์ เมื่อนำไป ตรวจวัด  
 ด้วยเครื่องอินฟราเรด จะได้ สเปกตรัม เฉพาะตัวของสาร บางครั้งการหาปริมาณจำเป็นต้อง  
 อาศัยความรู้เรื่อง อัลตราไวโอเล็ต-วิสิเบิล สเปกโทรมิเตอร์ หรือ HPLC บางครั้งต้องทำการ  
 ไทเทรต เพื่อหาปริมาณ การ ไทเทรต ก็จำเป็นต้องทราบว่า ไทเทรตด้วยสารใด มี  
 indicator ตัวใดที่เหมาะสม บางครั้งต้องยืนยันผลด้วย x-ray diffraction x-ray fluorescence,  
 และ นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์

จากที่กล่าวมาแล้วจะเห็นว่า การบรรลุเป้าหมายของการศึกษาทดลอง ก็คือทำอะไร จึงแยก  
 สารที่เป็นองค์ประกอบออกมาให้ได้ และต้องทราบปริมาณด้วย คือทั้ง คุณภาพวิเคราะห์  
 และ ปริมาณวิเคราะห์ และผู้ทำการทดลองจะต้องเรียนรู้ทั้ง อินทรีย์ และอนินทรีย์วิเคราะห์  
 และจะต้องใช้เครื่องมือได้เป็นอย่างดี คือต้องเรียนรู้ เคมีวิเคราะห์ จึงเป็นการนำเอาความรู้  
 เกือบทุกสาขาของเคมี มาประยุกต์ใช้งาน

การศึกษาทดลองปรากฏผลดังนี้

ตัวอย่างที่ 1 น้ำยาขัดเงาโลหะชนิดน้ำ UG 846

ประกอบด้วย	ประมาณร้อยละ
aliphatic wax with acid and ester group (ester wax)	2.0
fatty acid (stearic acid)	4.0
โรซิน เอสเทอร์	3.0
สบู่ (fatty acid sodium salt)	3.0
fatty alcohol EO- adduct (poly oxyethylenated fatty alcohol)	0.5
silicon dioxide	38.0
ส่วนที่เหลือเป็นน้ำ	

ตัวอย่างที่ 2 กาวเคลือบหนังสัตว์ Neofilm TS 941

ประกอบด้วย	ประมาณร้อยละ
poly (ethyl acrylate)	15
poly oxypropylenated fatty acid	13
โปรตีน คำนวณเป็น เคซีน	5
SiO <sub>2</sub>	0.5
ส่วนที่เหลือเป็นน้ำ	

### คำขอบคุณ

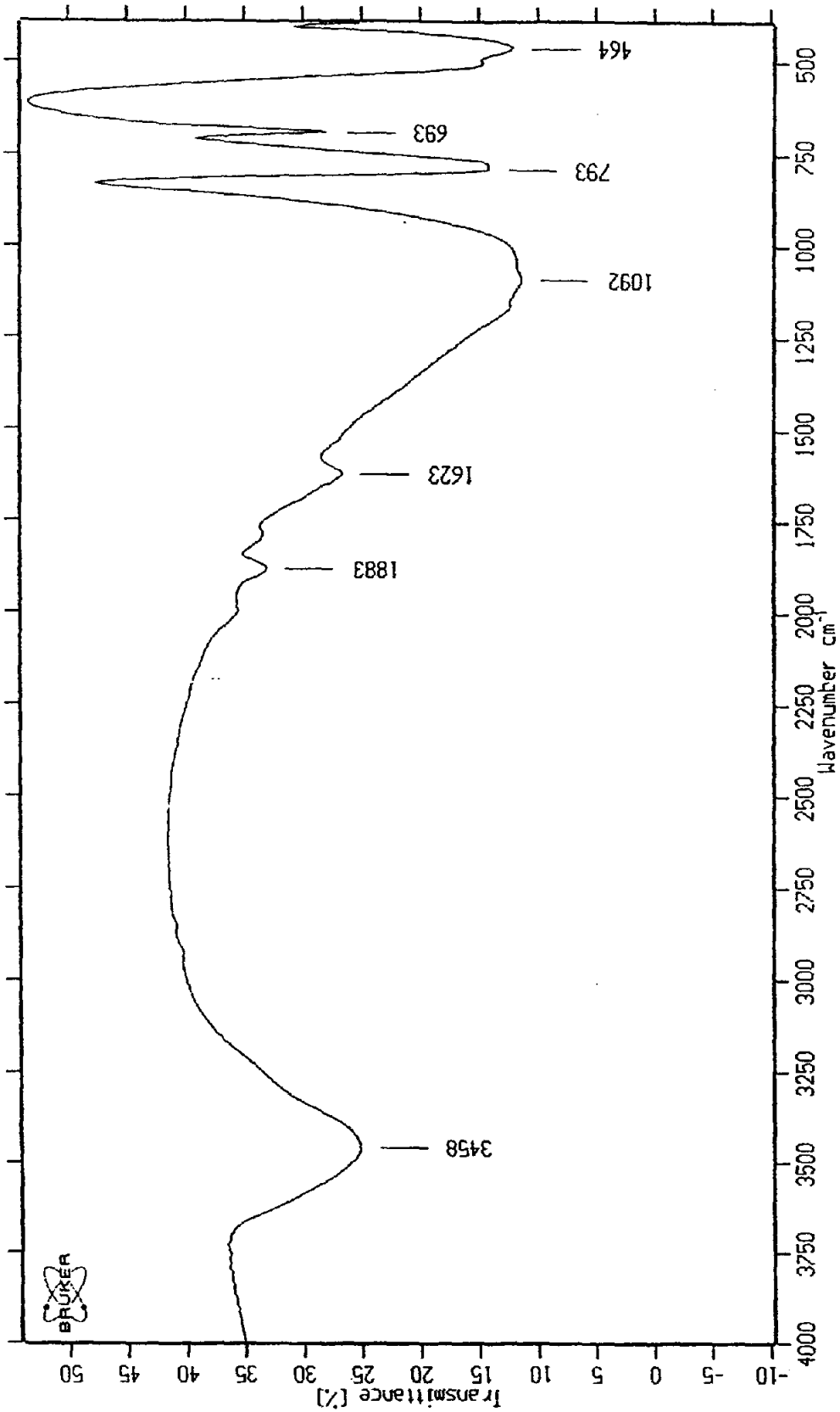
ผู้ทำการศึกษาทดลองขอขอบคุณ นางส่องแสง เลี้ยวขวลิต ผู้อำนวยการ กองเคมี นายสุทธิเวช ต.แสงจันทร์ นางสาวยุพา รุ่งเวชอุดมวิทยา นางกิตติพร เหล่าแสงธรรม นางวรรณมา ต.แสงจันทร์ ที่มีส่วนช่วยให้งานศึกษาทดลองนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดีตามวัตถุประสงค์

### เอกสารอ้างอิง

1. ทิมล 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. CPA. Kappelmeier, Chemical Analysis of Resin-Based Coating Materials, New York 1959
5. Fritz feigl., Spot test in organic analysis, Elsevier Publishing Company, sixth edition 1960
6. Hummel, D.O., Infrared Analysis of Polymer Resin and Additives an Atlas, 1 ST Ed, New York: Wiley, 1969
7. International Organisation for Standardization Commission Surface Active agents- Detergents ISO 2871-1973 (E)
8. International Organisation for Standardization Commission Surface Active agents- Detergents ISO 2271-1972 (E)
9. Irving Sax, N.Lewis, R.J.Hawley's Condensed Chemical Dictionry, New York: Van Nortrand Reinhold, 1987.
10. Pouchert, C.J., The Aidrich library of FT-IR spectra, 1 st ed. Milwauker Wiscansin: Aldrich Chemical co.,Ine., 1985
11. Shriner, R.L, The systematie identification of organic compounds. 6 th ed., New York: witley, 1980

**ภาคผนวก**

# Department of Science Service



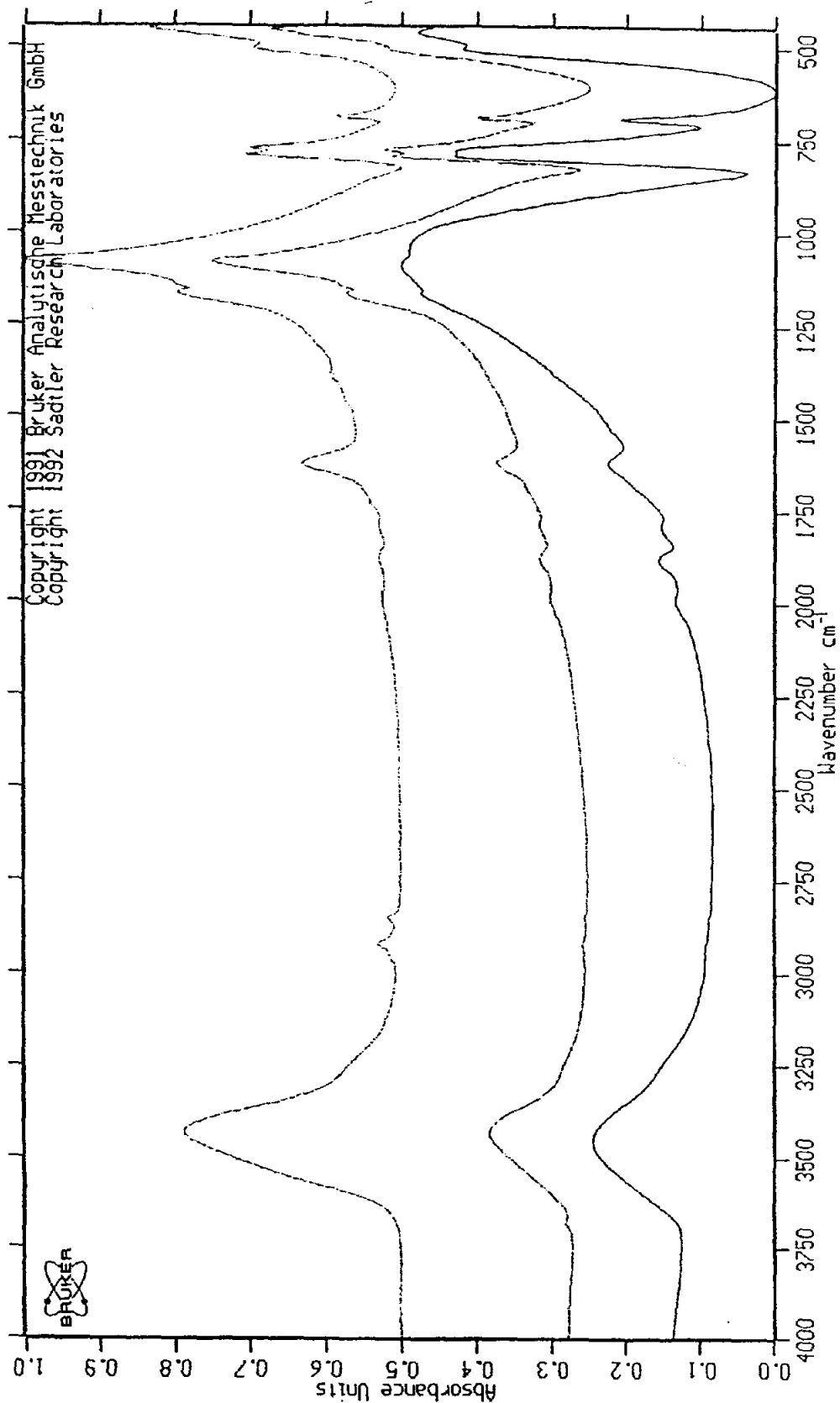
ภาคผนวก ก

รูปที่ 1 อินฟราเรดสเปกตรัม ของเถ้า

Sample name : ash	Measured on : 30/ 8/1999
Sample form : white powder	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
Operator : songsak	File Name: MIR.1554
	Path Name:D:\OPUS\MEAS



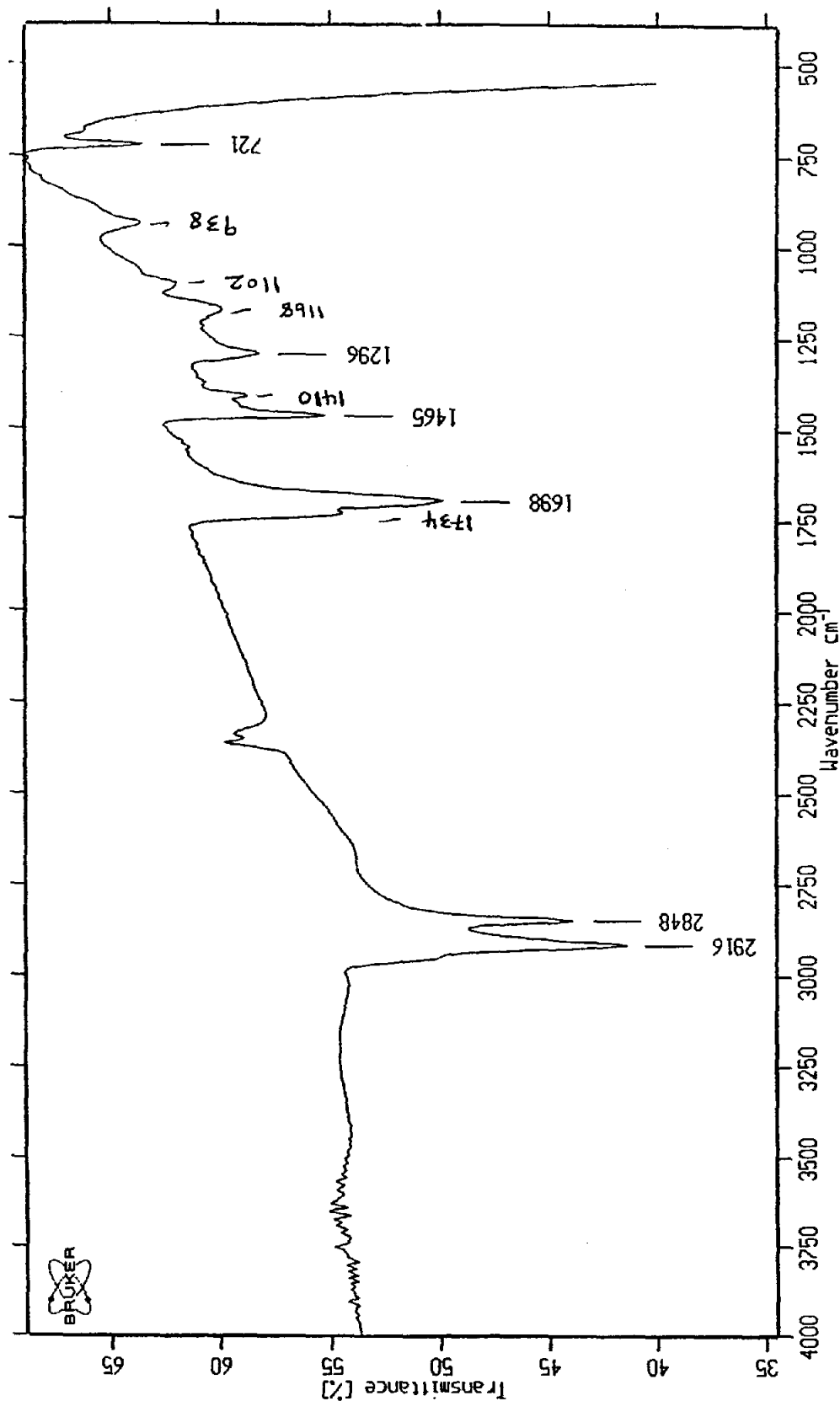
# Department of Science Service



รูปที่ 2 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ silicondioxide ( $\text{SiO}_2$ ) ได้จากการทำ Library Search

Sample name : ash	Measured on : 30/ 8/1999
Sample form : white powder	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
Operator : songsak	File Name: MIR.1554
	Path Name:D:\OPUS\MEAS

# Department of Science Service

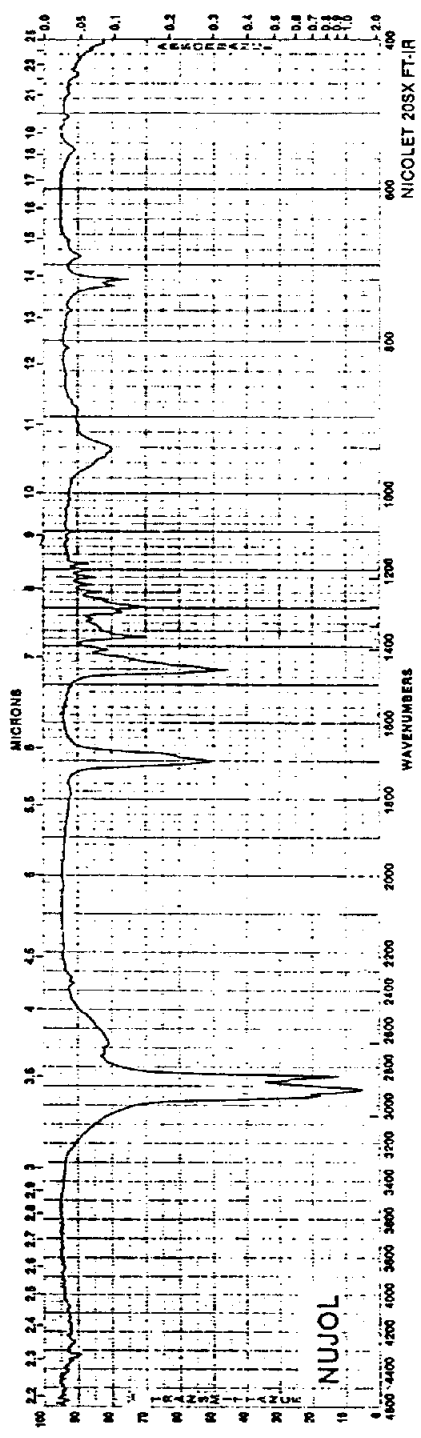
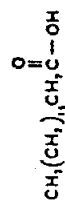


รูปที่ 3 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่สกัดได้ด้วยเฮกเซน

Sample name : original , HEXANE , filter	Measured on : 30/ 8/1999
Sample form : wax	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
Operator : songsak	File Name: MIR.1567
	Path Name:D:\OPUS\MEAS

17536-6 CAS [57-11-4]  
 Stearic acid, 95%  
 FW 284.48  
 mp 67-69°C  
 bp 361°C  
 d 0.845  
 IR III, 288C  
 NMR II, 1,423B  
 Merck 10,8654  
 3058.0 1411.4 1222.6  
 2676.9 1348.4 942.2  
 1702.9 1288.2 720.1

C



รูปที่ 4 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard stearic acid (Ald. 485 c)

แบบ วศ.5

ตัวอย่าง.....

รายการ.....

- ราชการอื่น ๆ
- สมอ.
- ศาลากร
- รัฐบาลศึกษา
- เอกชน

หมายเลขบัญชีการ..... DG 846

ชื่อวัตถุที่ใช้วิเคราะห์..... น้ำยาคือเรโอดีนฟอสเฟต (ash)

บรรจุในภาชนะ.....

วัตถุประสงค์..... ทด XRD

ผู้วิเคราะห์..... กรมทก..... เลขและหน้าสมุดประจำตัวผู้วิเคราะห์..... RO 2 / 76

ส่งวิเคราะห์ วันที่..... เวลา.....

ผู้อำนวยการกอง.....

เงื่อนไขการวิเคราะห์ ด้วย XRD ความถี่ 40 kV 30 mA

ท่อเปลว Cu tube Ni filter ความเร็ว 2 e เริ่ม 5°-70° ทน

สม. อากาศแห้ง SiO<sub>2</sub> (3.34) 4.26<sub>2</sub> 1.82<sub>1</sub> file no.

33-1161 )

กรมทก

21 กย. 42

รูปที่ 5 รายงานผลการ run X-ray diffraction

e: UG846.DI

17-Sep-1999 11:10

ceramic R&amp;D Center

PC-APD, Diffraction software

Sample identification: UG846  
Data measured at: 17-Sep-1999 9:49:00

Diffractometer type: PW1710 BASED  
Tube anode: Cu  
Generator tension [kV]: 40  
Generator current [mA]: 30  
Wavelength Alpha1 []: 1.54060  
Wavelength Alpha2 []: 1.54439  
Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500  
Divergence slit: 1x  
Receiving slit: 0.2  
Monochromator used: NO

Start angle [x2i]: 5.025  
End angle [x2i]: 69.975  
Step size [x2i]: 0.050  
Maximum intensity: 4186.090  
Time per step [s]: 1.000  
Type of scan: CONTINUOUS

Minimum peak tip width: 0.00  
Maximum peak tip width: 1.00  
Peak base width: 2.00  
Minimum significance: 0.75  
Number of peaks: 18

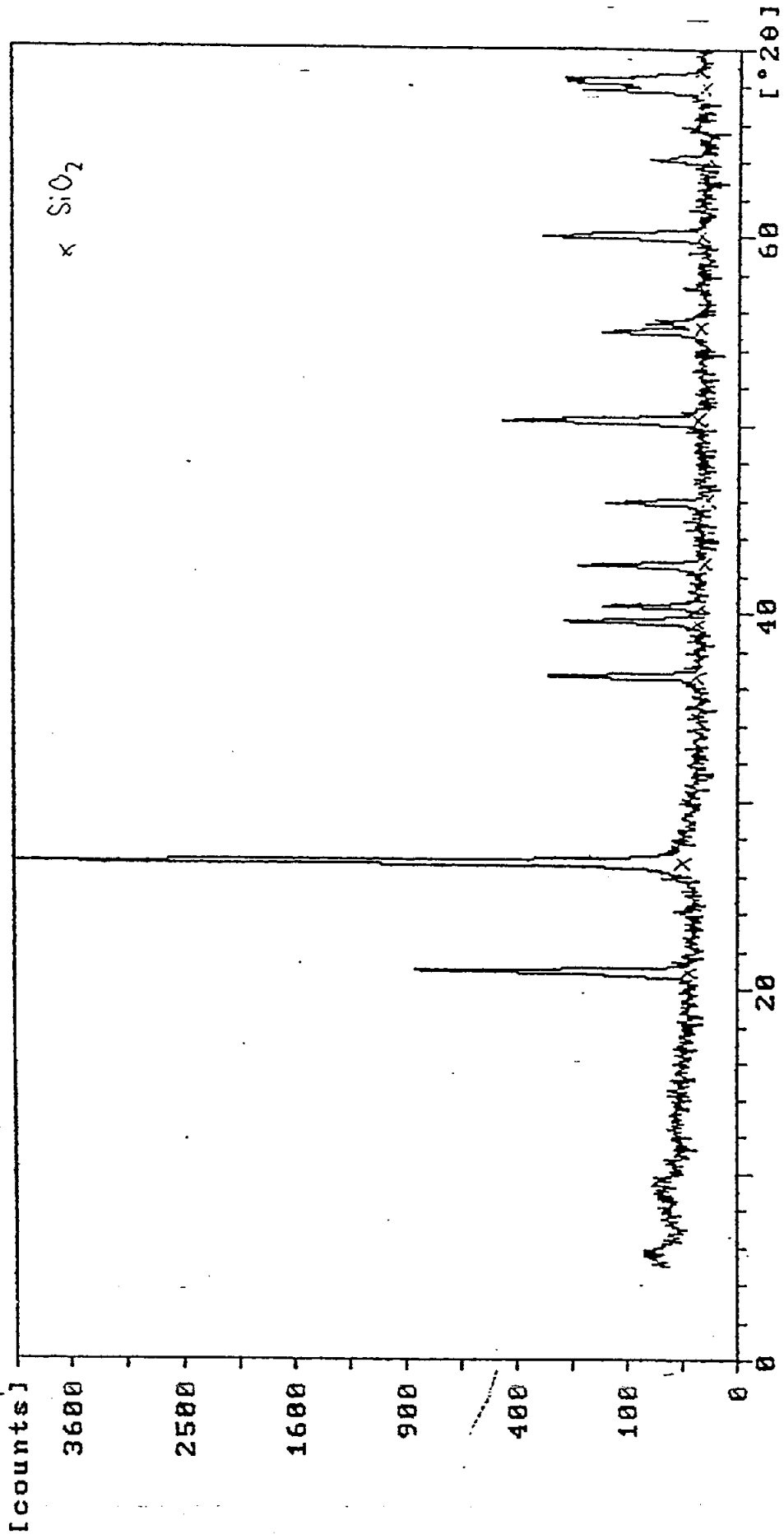
Angle [x2i]	d-value 1 []	d-value 2 []	Peak width [x2i]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
5.890	14.9930	15.0299	0.700	30	30	0.7	2.36
9.510	9.2925	9.3153	1.000	15	34	0.4	1.47
20.945	x 4.2379	4.2483	0.150	824	17	19.7	4.34
26.740	x 3.3312	3.3394	0.200	4186	22	100.0	20.67
36.655	x 2.4497	2.4557	0.150	296	12	7.1	2.09
39.575	x 2.2754	2.2810	0.200	237	11	5.7	4.16
40.385	x 2.2316	2.2371	0.150	137	11	3.3	1.25
42.575	x 2.1218	2.1270	0.200	196	10	4.7	3.60
45.895	x 1.9757	1.9806	0.200	135	10	3.2	2.58
50.245	x 1.8144	1.8188	0.250	437	10	10.4	8.51
54.950	x 1.6696	1.6737	0.200	121	9	2.9	2.35
55.480	x 1.6549	1.6590	0.150	27	9	0.6	1.71
57.395	x 1.6042	1.6081	0.300	8	8	0.2	1.00
60.020	x 1.5401	1.5439	0.200	299	9	7.1	2.64
64.095	x 1.4517	1.4553	0.200	45	7	1.1	1.20
65.815	x 1.4179	1.4213	0.300	10	7	0.2	1.15
67.800	x 1.3811	1.3845	0.150	166	9	4.0	1.33
68.390	x 1.3706	1.3740	0.300	231	10	5.5	4.23

x SiO<sub>2</sub> 3.30 4.24 1.33 66-1167

รูปที่ 6 รายงานผลการ run X-ray diffraction

17-Sep-1999 11:11

Sample identification: UG846

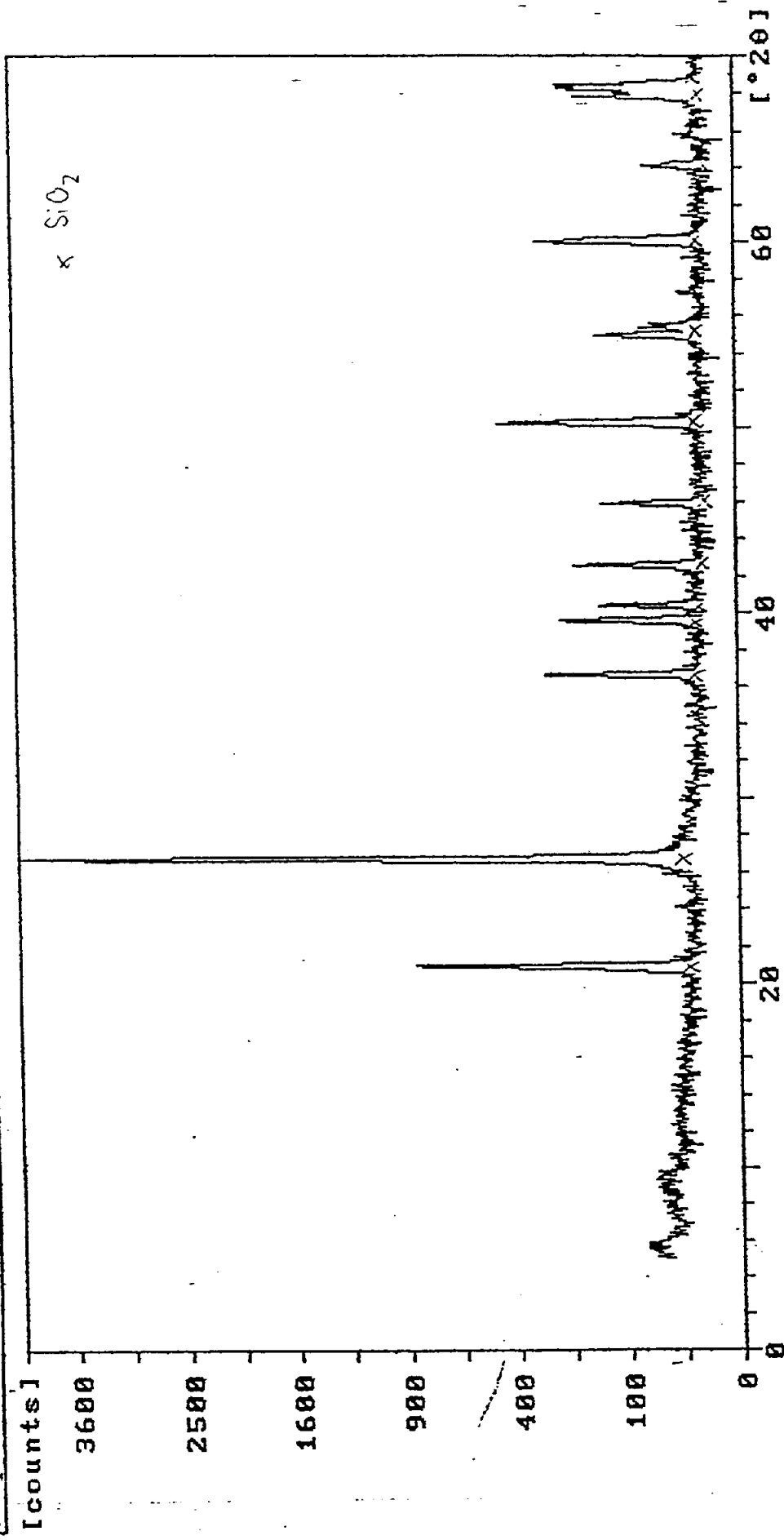


UG846.RD

รูปที่ 7 รายงานผลการ run X-ray diffraction

17-Sep-1999 11:11

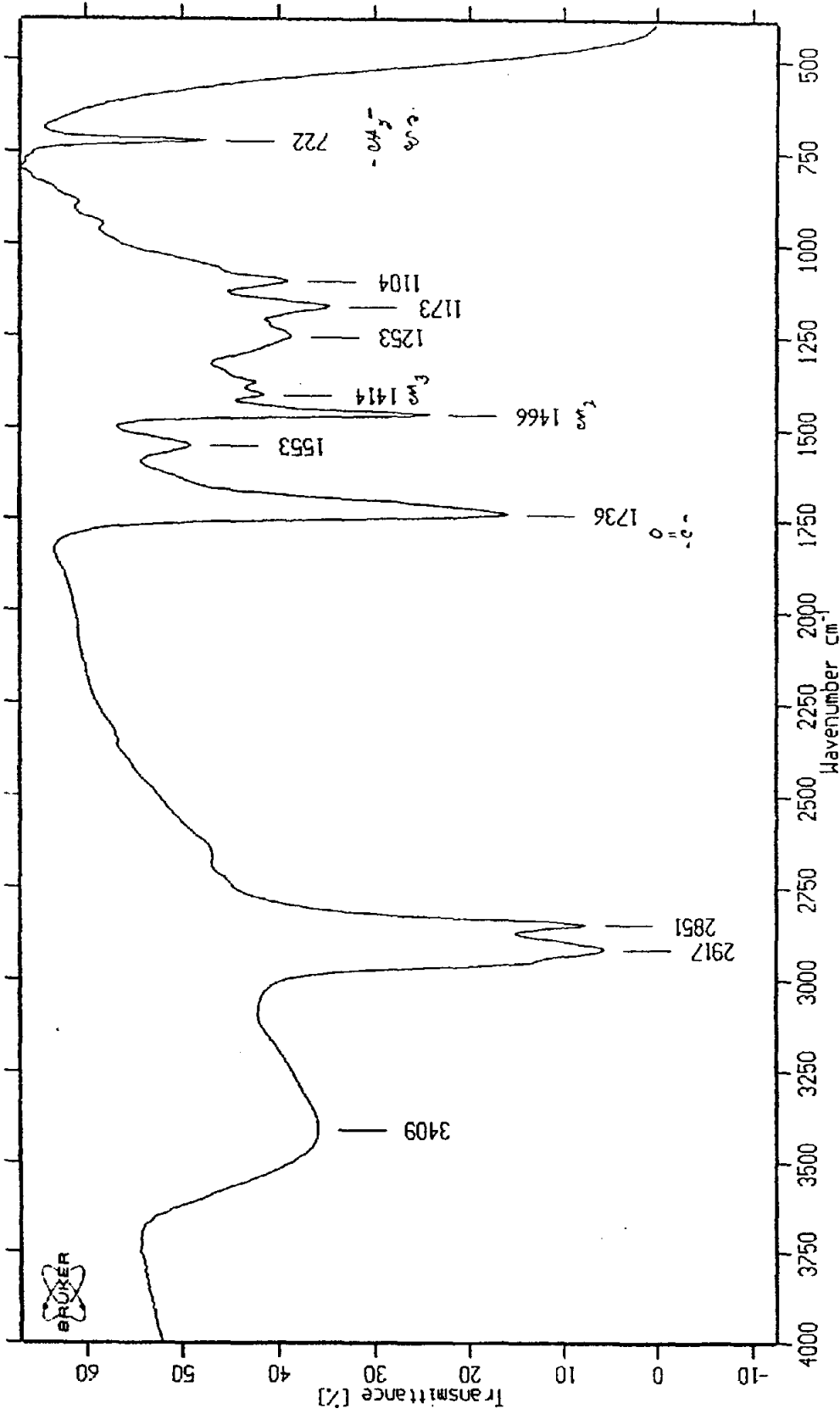
Sample identification: UG846



UG846.RD

รูปที่ 7 รายงานผลการ run X-ray diffraction

# Department of Science Service



ภาคผนวก ค

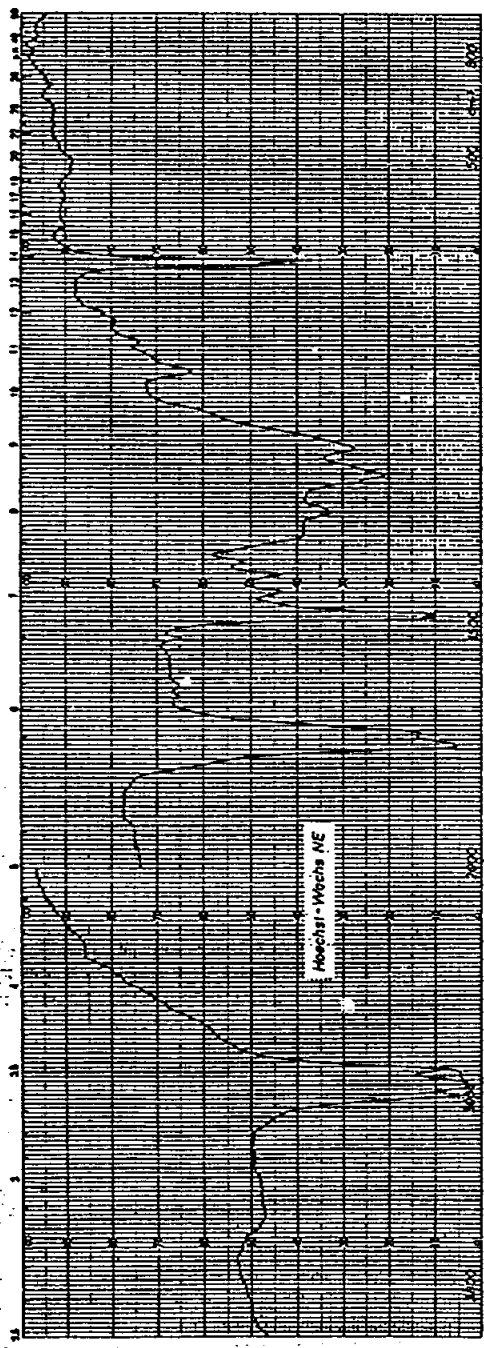
รูปที่ 8 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนไม่ระเหยภายใต้ด้วยเอกเซน

Sample name : nonvolatile ,soxhlet ,hexane	Measured on : 8/ 9/1999
Sample form : wax	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 8
Operator : songsak	File Name: MIR.1584
	Path Name:D:\OPUS\MEAS



173(7-6)

3631

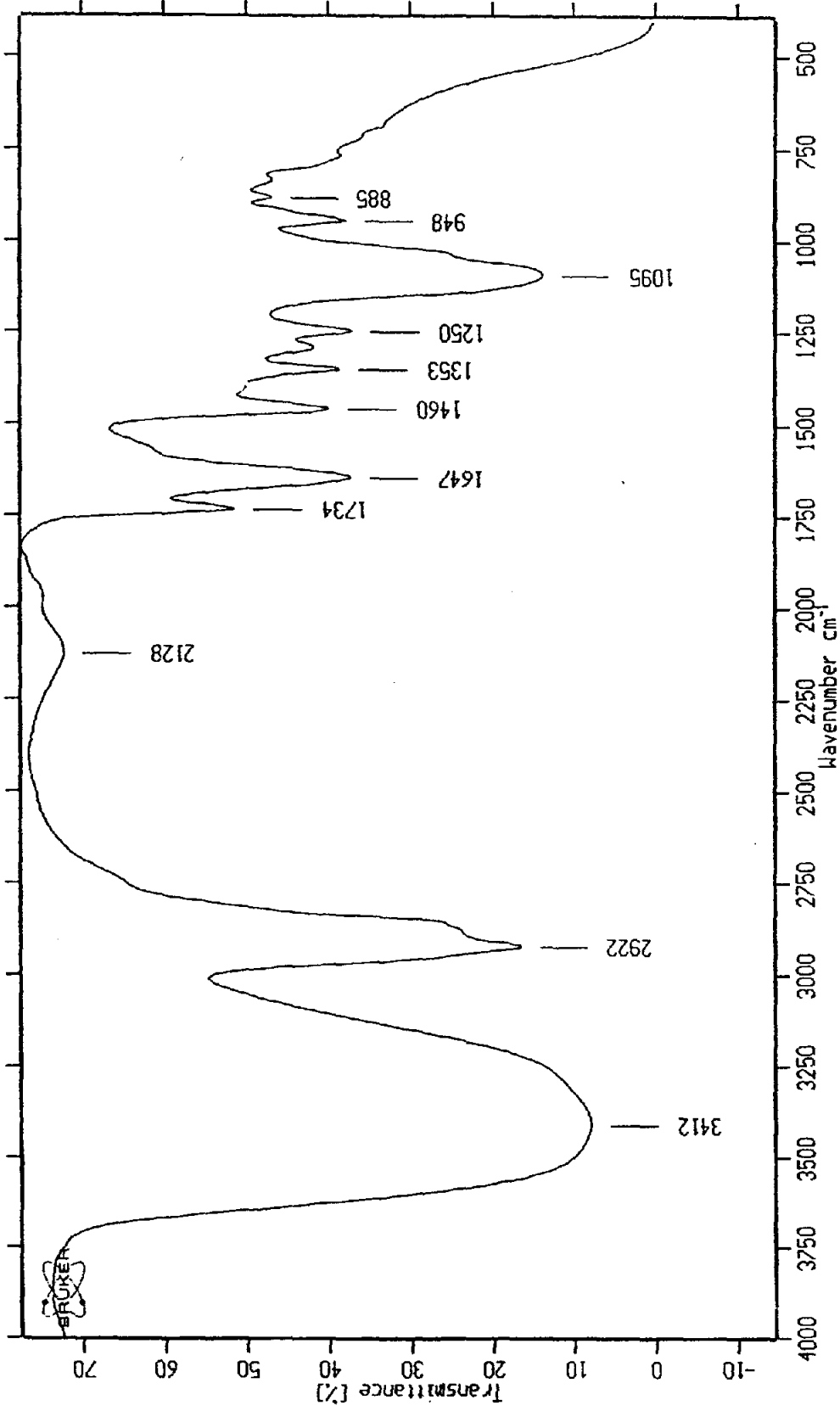


- (1) Hoechst-Wachs NE
- (2) emulgatorhaltiges Esterwachs mit Carboxylgruppen
- (3) beige-farbenes Hartwachs
- (4) für Putzmittel-emulsionen
- (5) rekristallisierte Schicht auf CaI
- (6) Tropfpunkt 74...82°C

- (2) Hoechst AG, Werk Gersthofen
- (3) ester wax with carboxyl groups, containing emulsifier
- (4) beige-colored flakes
- (5) for cleaning emulsions
- (6) recrystallized film on CaI
- (7) drop-forming temperature 74...82°C

รูปที่ 9 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard ester wax (HU 3631)

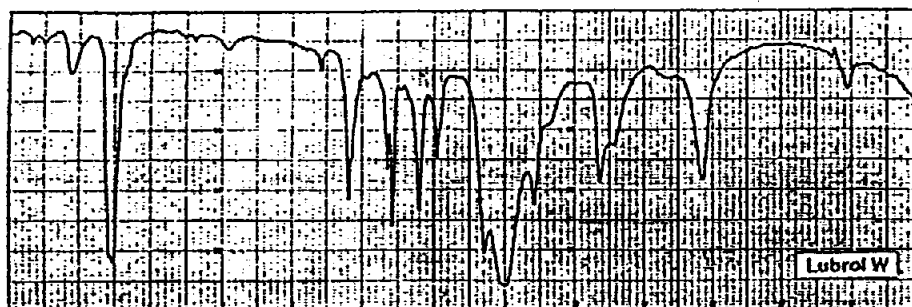
# Department of Science Service



รูปที่ 10 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนไม่ระเหยยากด้วยไดคลอโรมีเทน

Sample name : nonvolatile , soxhlet , CH2Cl2	Measured on : 8/ 9/1999
Sample form : oil	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 8
Operator : songsak	File Name: MIR.1585
	Path Name:D:\OPUS\MEAS

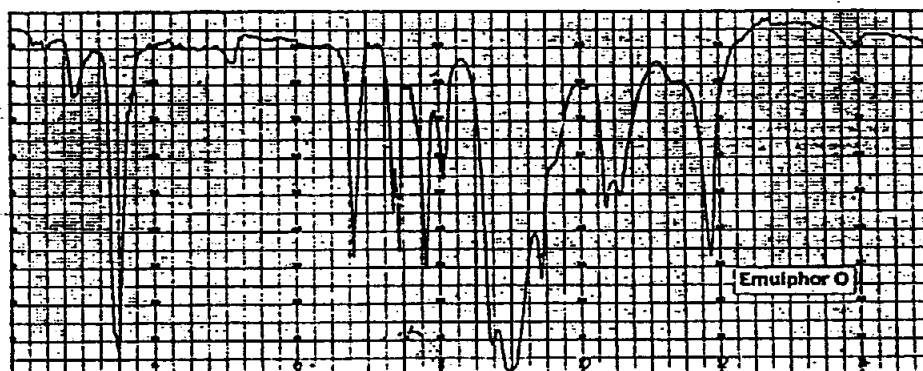
EO



Manufacturer: ICI  
 Composition:  $C_{16}H_{33}O(C_2H_4O)_{18}H$   
 Use: emulsifier, cleaning agent  
 Technique of preparation: melted film, cryst.

EO II A 2

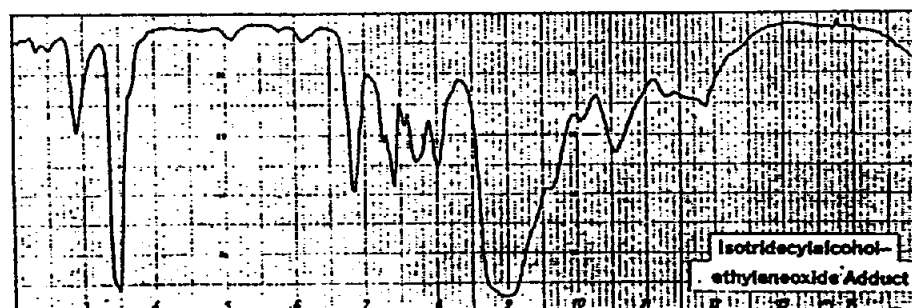
292



Manufacturer: BASF  
 Composition:  $H_3C(CH_2)_7CH=CH(CH_2)_6O(C_2H_4O)_{20}H$   
 Use: emulsifier  
 Technique of preparation: melted film, cryst.

EO II A 3

293



Manufacturer: Stockhausen  
 Composition: isotridecylalcohol-EO<sub>10</sub> adduct  
 Use: base for detergents, emulsifier  
 Technique of preparation: thin layer on NaCl, liquid

isotridecylalcohol-  
ethyleneoxide Adduct

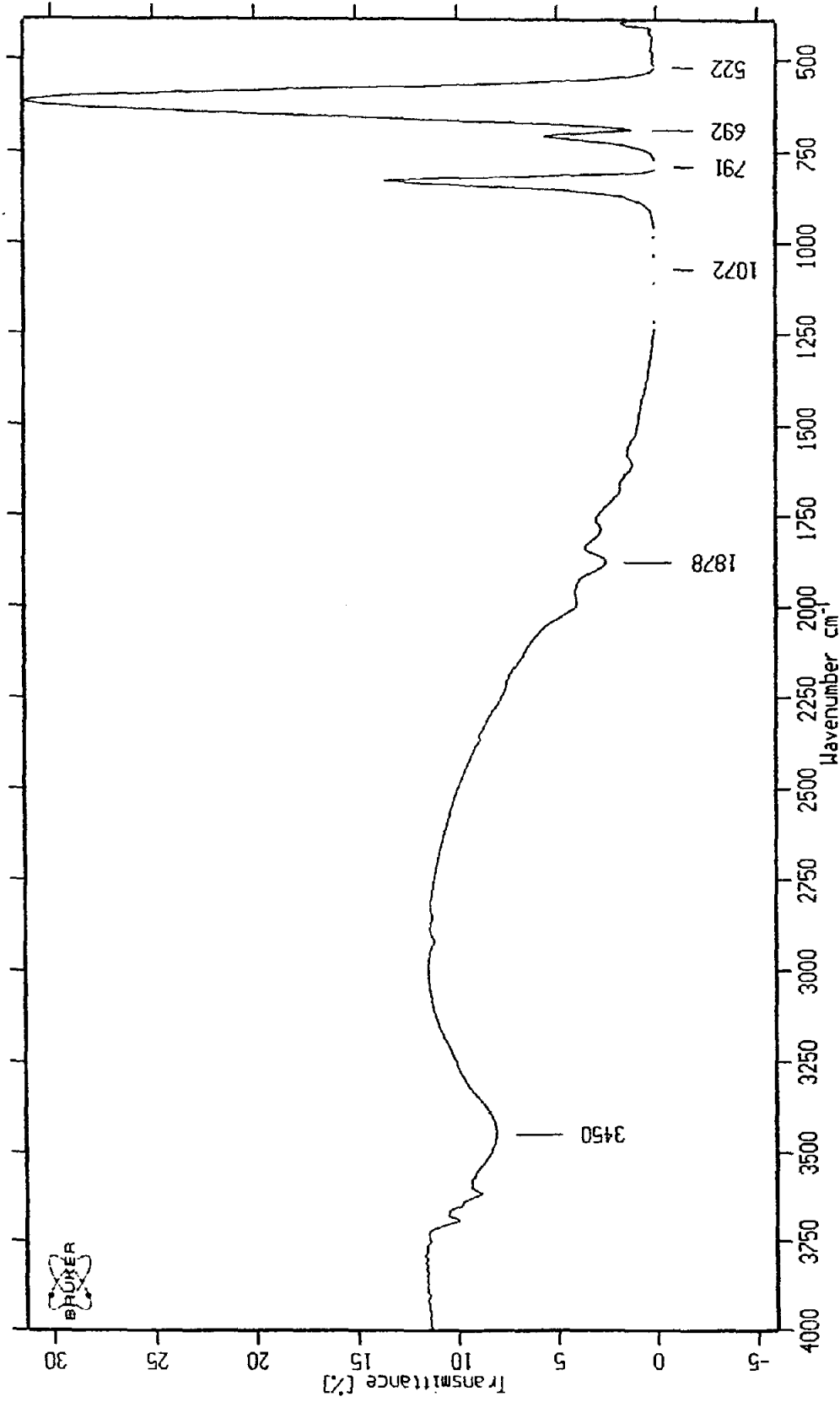
EO II A 5

294

*alcohol*  
*EO*

รูปที่ 11 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard fatty alcohol EO-adduct I (HU surfactant 292-294)

# Department of Science Service

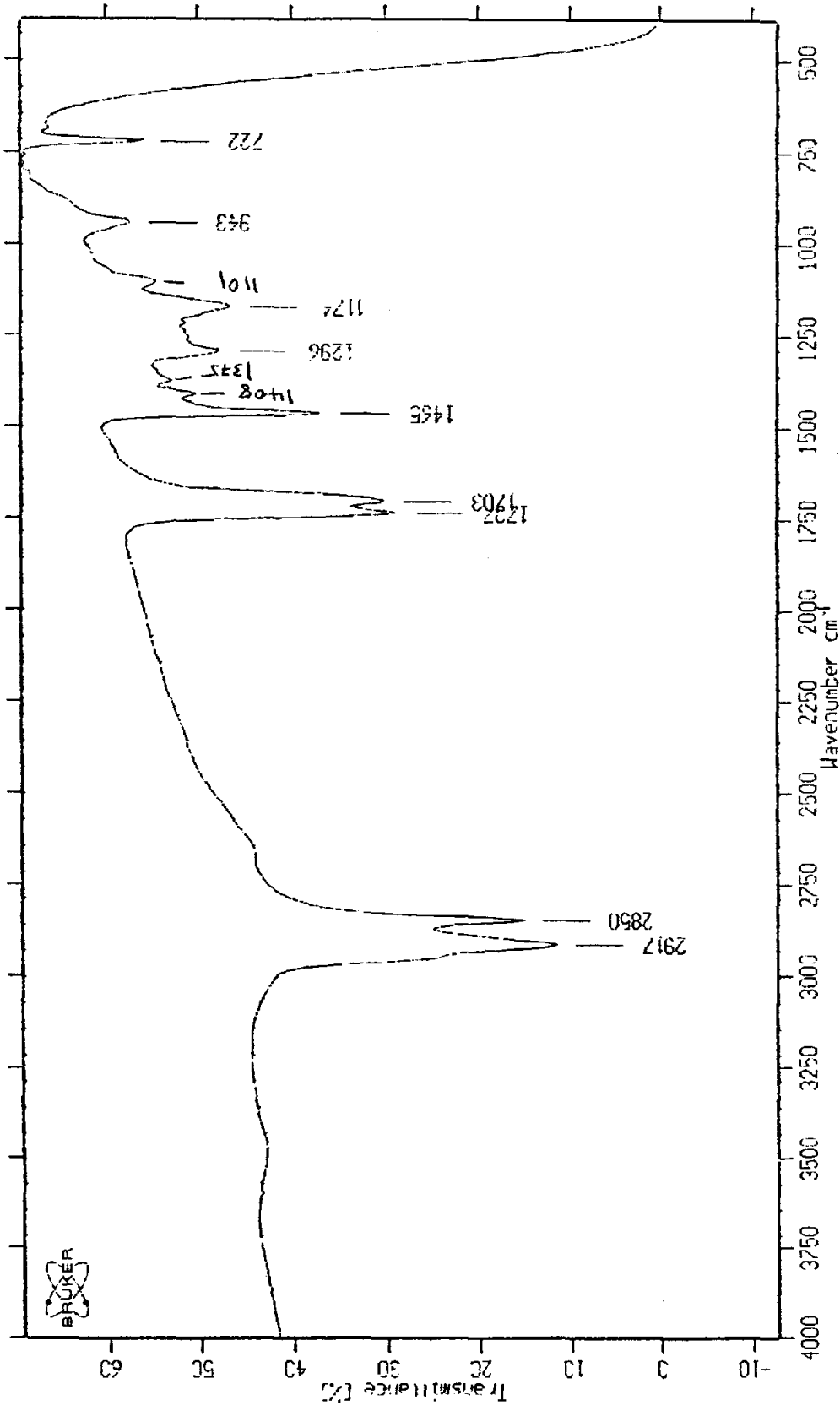


รูปที่ 12 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่เหลือจากการสกัด

79

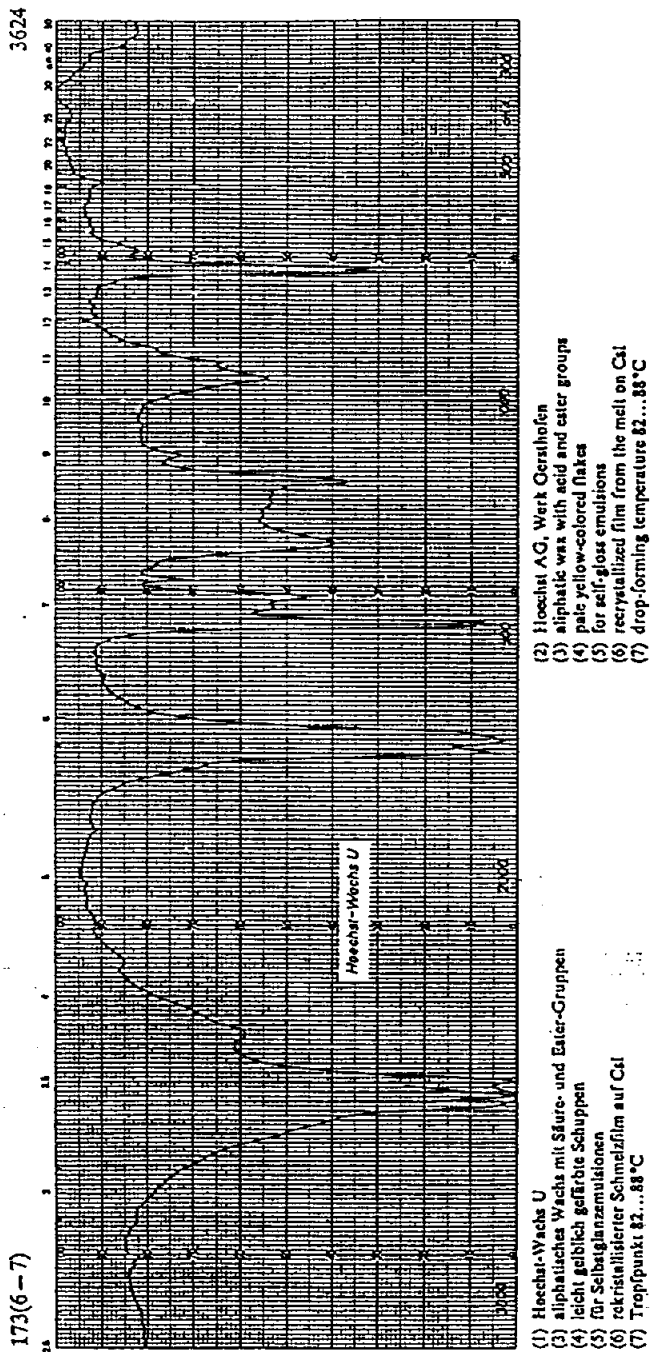
Sample name : nonvolatile ,soxhlet , residue	Measured on : 8/ 9/1999
Sample form : gray powder	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 8
Operator : songsak	File Name: MIR.1586
	Path Name: D:\OPUS\MEAS

# Department of Science Service



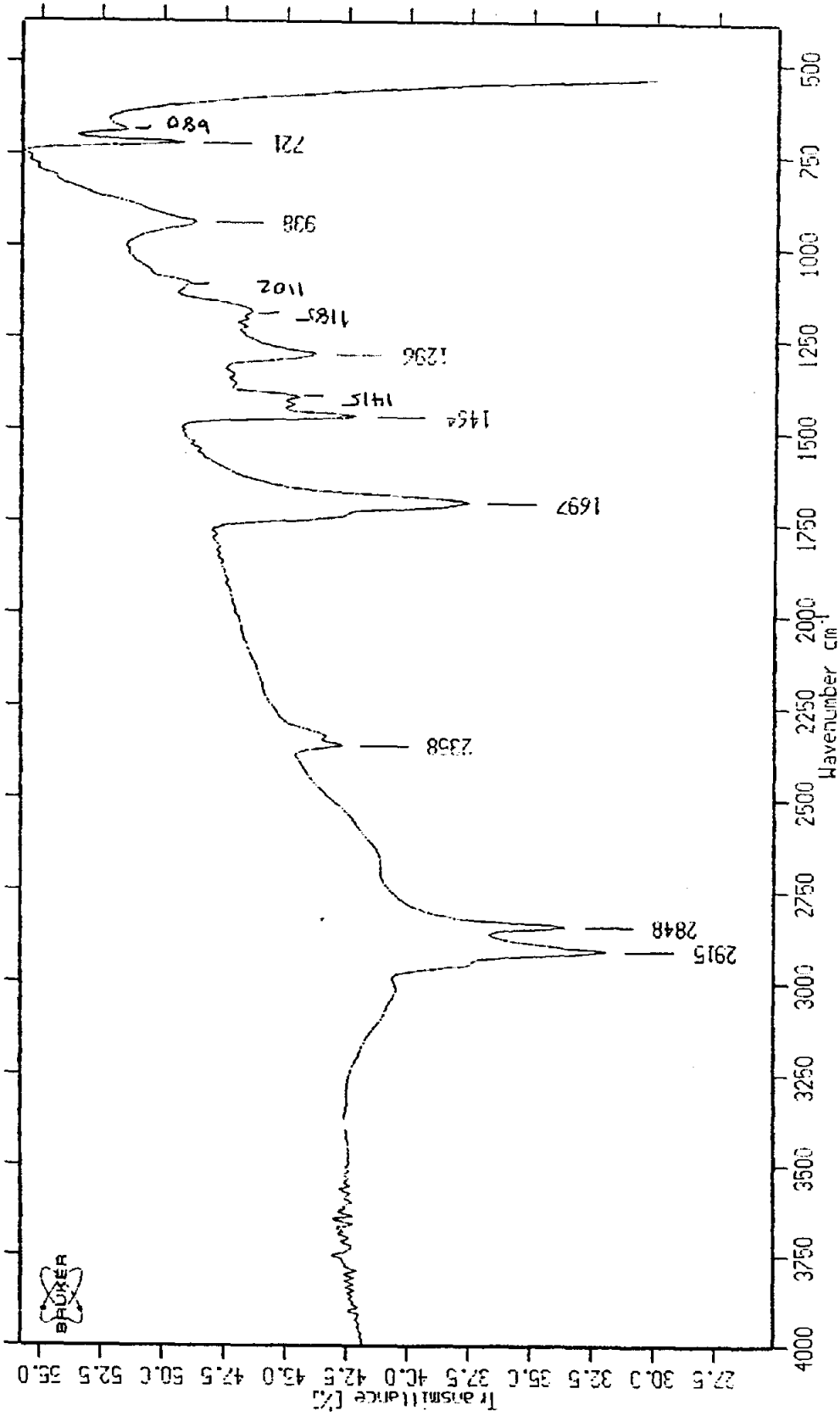
รูปที่ 13 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่แยกได้จากคอลัมน์

Sample name : column	measured on : 15/ 9/1995
Sample form : uax	Resolution : 10.0
Operator : songsak	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
	File Name: MIR:1607
	Path Name:D:\OPUS\MEAS



รูปที่ 14 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard Aliphatic wax (HU 3624)

# Department of Science Service



รูปที่ 15 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่แยกได้จากคอลัมน์

Sample name : column :	Measured on : 15/ 9/1995
Sample form : wax	Resolution : 10.0
Operator : songsak	Instrument : FT-28 , Sample Scans : 12
	File Name: MIR.1609
	Path Name: D:\OPUS\MEAS

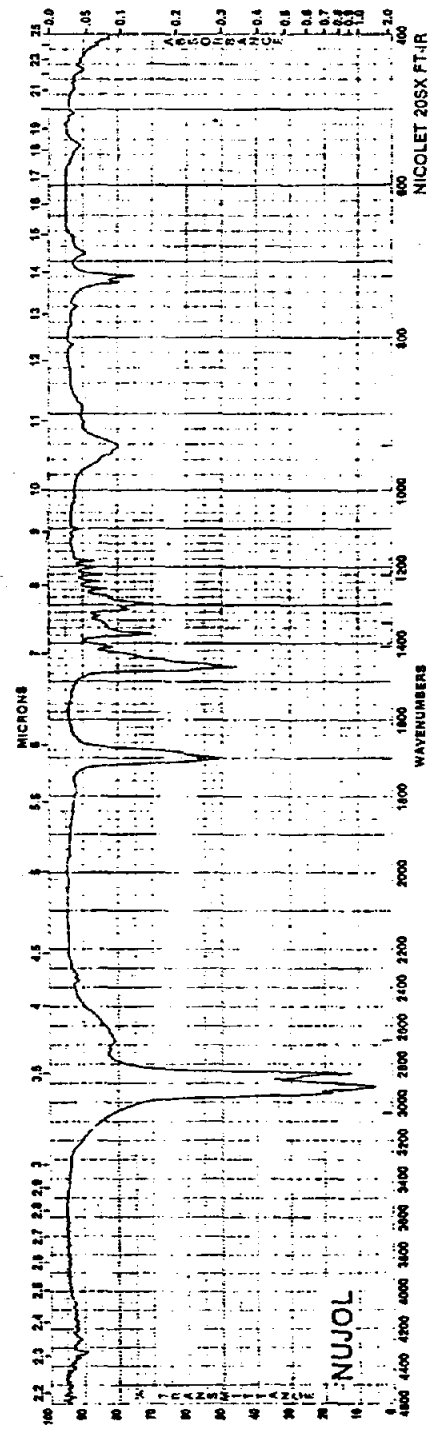
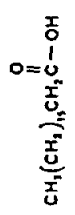
17536-6 CAS [57-11-4]  
Stearic acid, 95%

FW 284.48  
mp 67-69°C  
bp 361°C

d 0.845  
IR III, 286C  
NMR II, 1.423B  
Merck 10,8664

3058.0 1411.4 1222.6  
2678.9 1348.4 942.2  
1702.9 1298.2 720.1

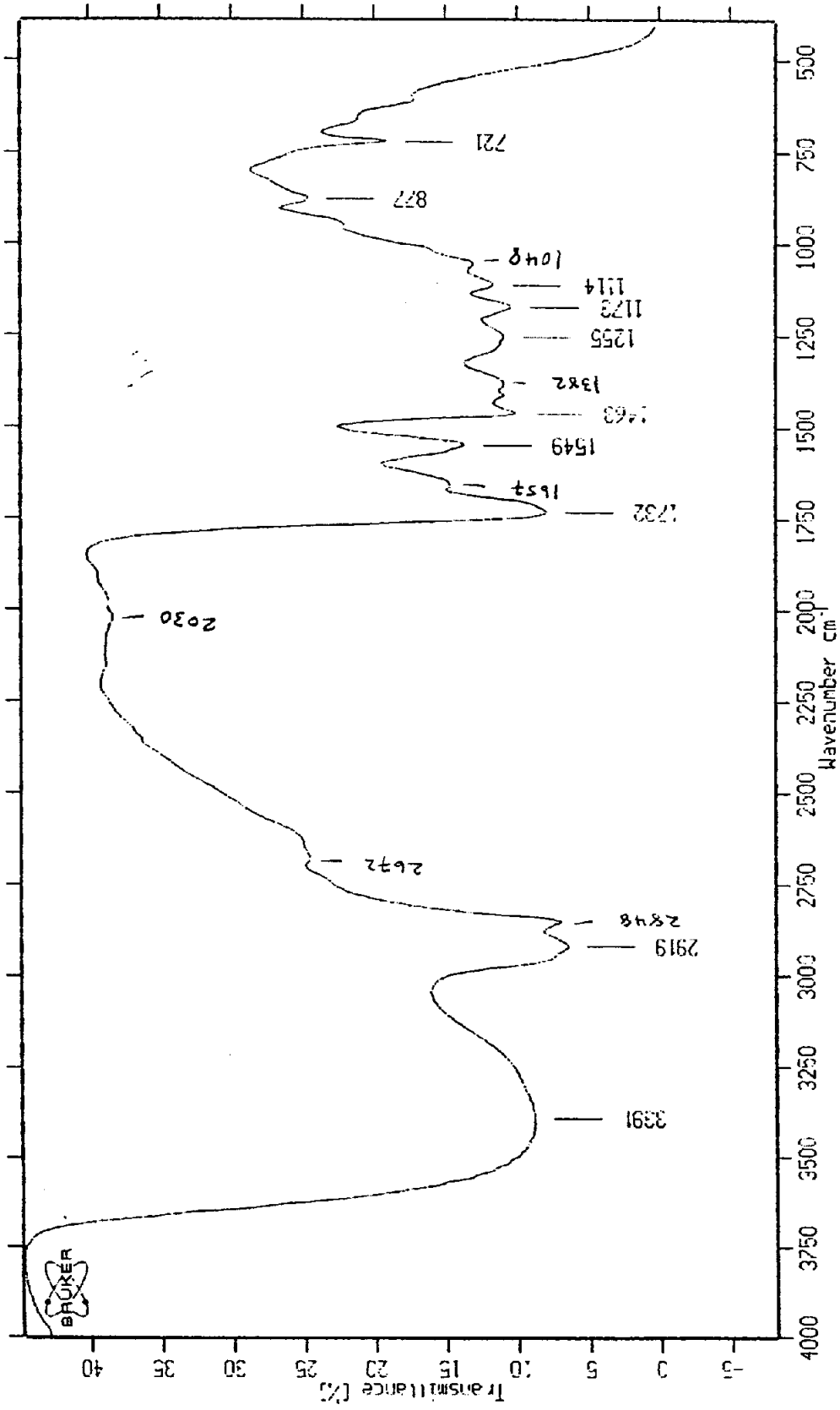
C



รูปที่ 16 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard stearic acid (Ald. 485 c)



# Department of Science Service

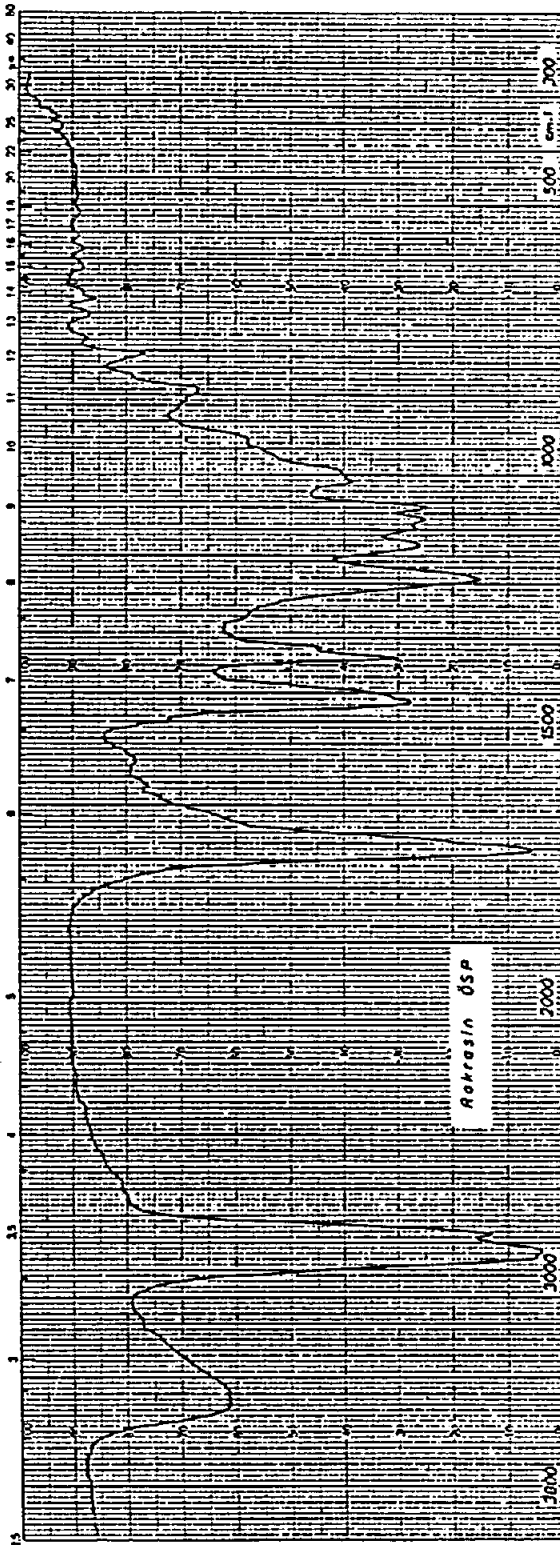


รูปที่ 17 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่แยกได้จากคอลัมน์

Sample name : column :	Measured on : 15/ 9/1995
Sample form : wax	Resolution : 10.0
Operator : songsak	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
	File Name: MIR.1611
	Path Name:D:\OPUS\MEAS

1418

2601

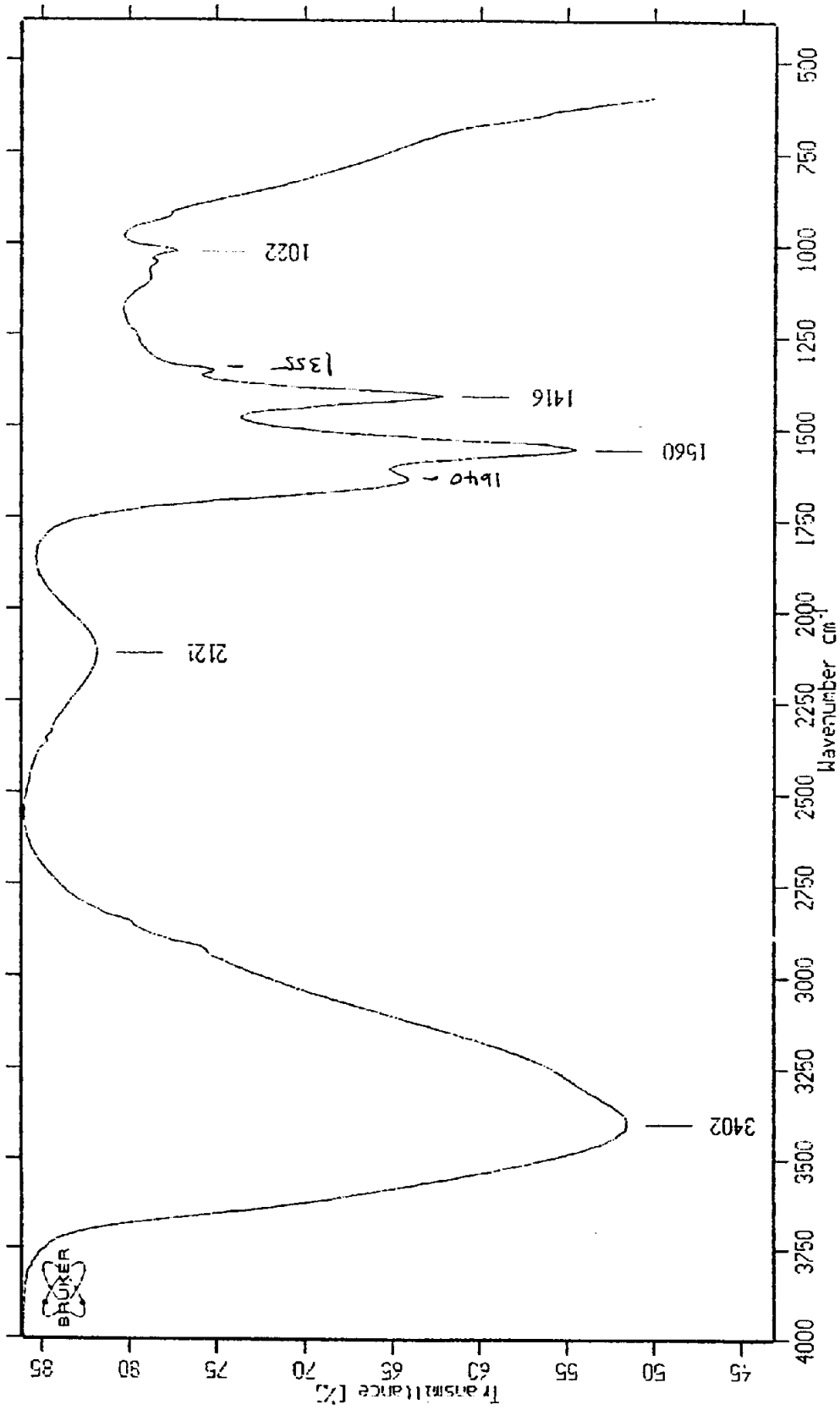


- (1) Rokresin ÖSP
- (2) Harzester auf Eichenharzbasis
- (3) dunkelbraunes Harz
- (4) zur Verbesserung des Glanzes, Verlaufs, der Fülle, Haftfestigkeit und Härte von  
Öllacksystemen für Innen- und spezielle Außenanwendungen
- (5) Schicht aus EAC auf Csl

- (2) Robert Kraemer, Bremen
- (3) rosin ester based on high quality rosin
- (4) dark-brown resin
- (5) for improving the gloss, flow, body, adhesion and hardness of oil paints for internal  
and speciality external use
- (6) film from EAC on Csl

รูปที่ 18 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard rosin ester (HU 2601)

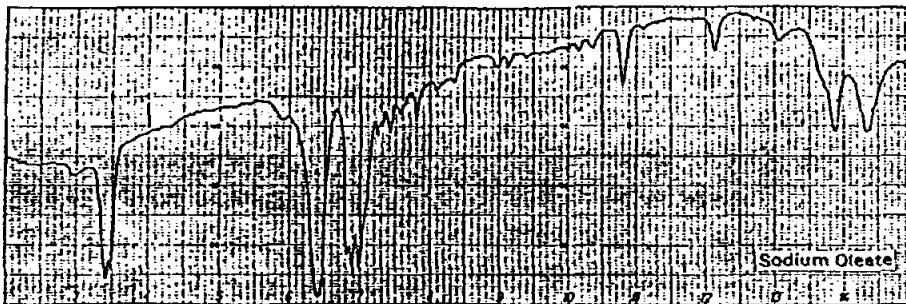
# Department of Science Service



รูปที่ 19 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่แยกได้จากคอลัมน์

Sample name : column	Measured on : 15/ 9/1999
Sample form : oil	Resolution : 10.0
Operator : songsak	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
	File Name: MIR.1614
	Path Name:D:\OPUS\MEAS

An



Laboratory preparation  
 Composition:  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COONa}$  (cis)  
 Technique of preparation: KBr

An I A 2

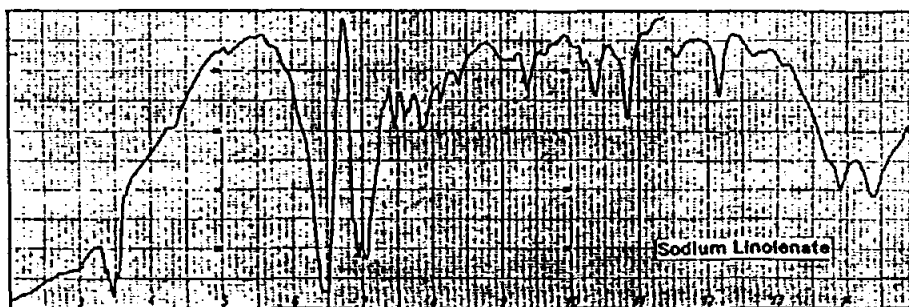
4



Laboratory preparation  
 Composition:  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COONa}$  (all-cis)  
 Technique of preparation: KBr

An I A 2

5



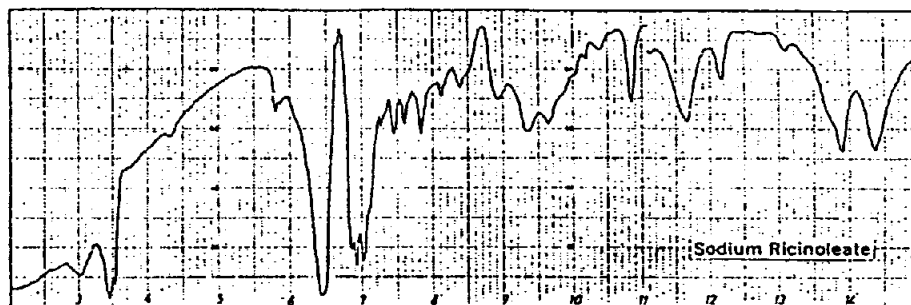
Laboratory preparation  
 Composition:  
 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COONa}$  (all-cis)  
 Technique of preparation: KBr

An I A 2

6

รูปที่ 20 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard soap (HU surfactant 4-8)

An



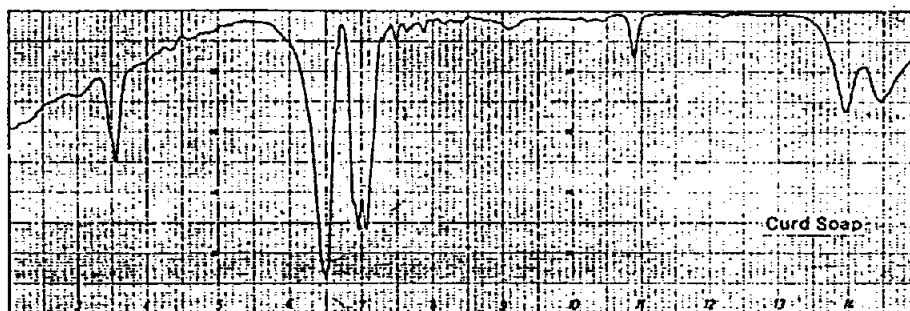
Laboratory preparation

Composition:  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CHOHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COONa}$  (cis)

Technique of preparation: KBr

An I A 2

7



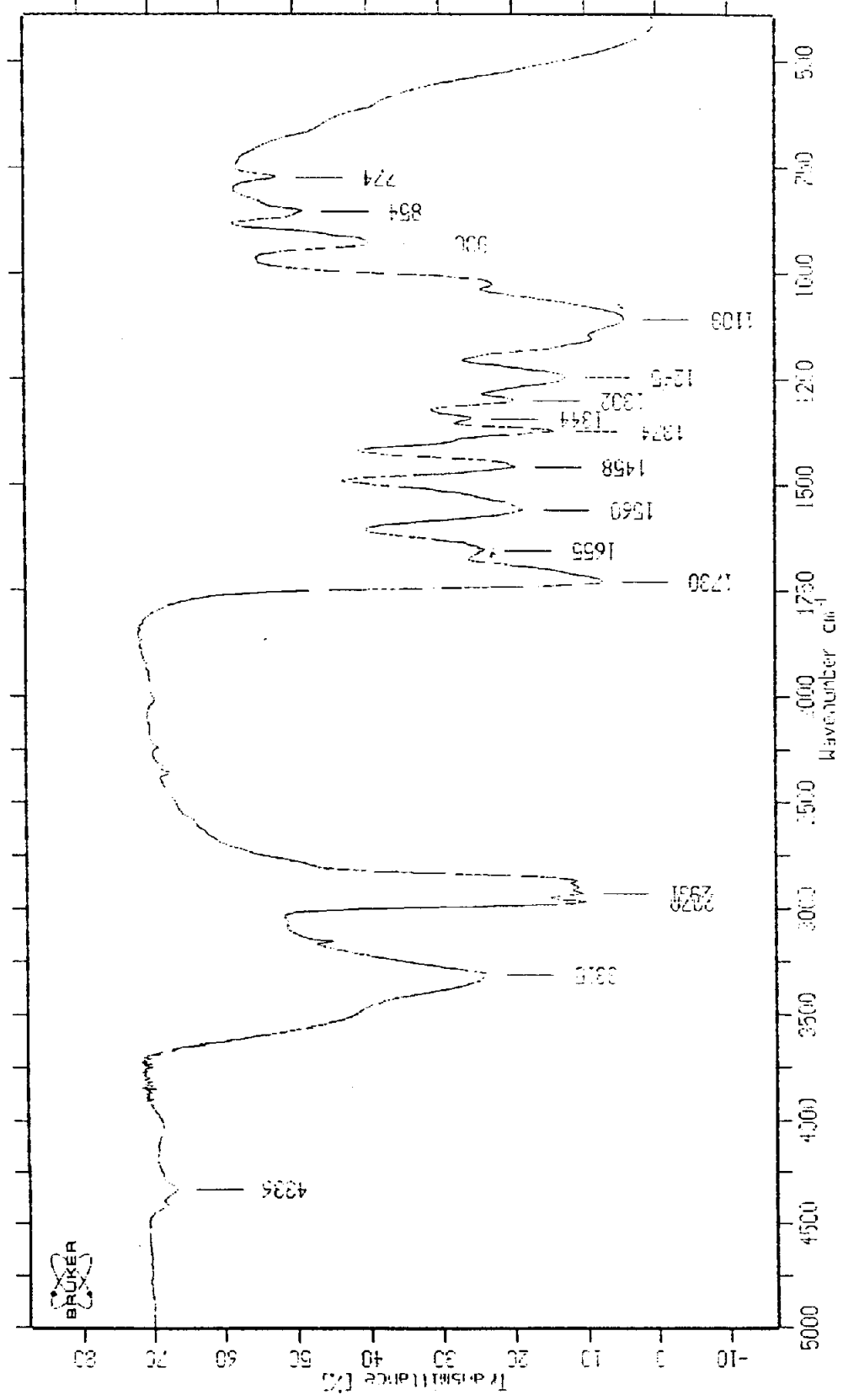
Composition: mixtures of Na salts of fatty acids

Technique of preparation: KBr

An I A 1+2.

8

# Department of Science Service



รูปที่ 21 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่สกัดด้วยอะซิโตน

Measured on : 7/3/1998

Sample name : soxhlet, acetone

Sample form : solid

Operator : songsak

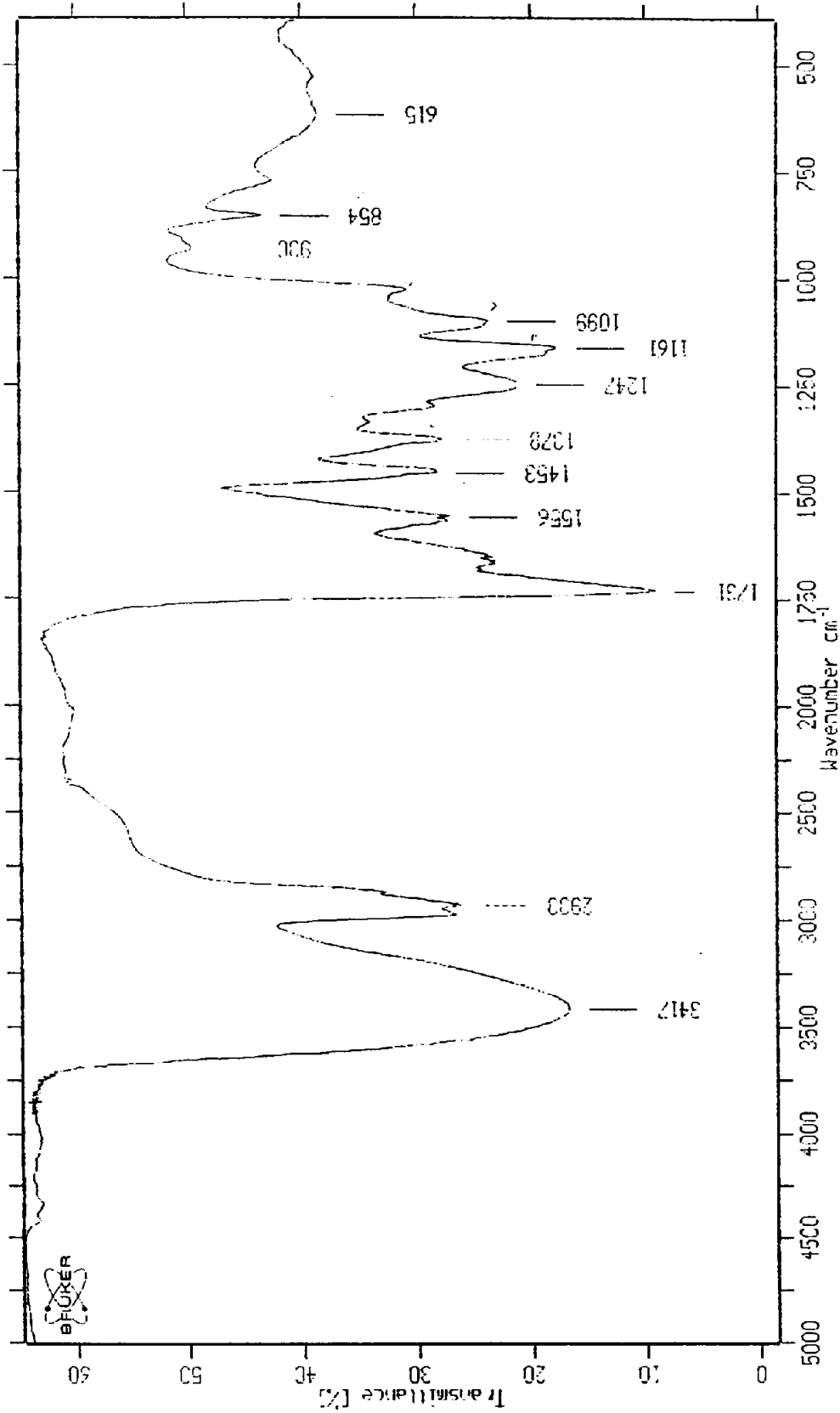
Resolution : 4.0

File Name: MIR\_503

Instrument : ISSB , Sample Scans : 12

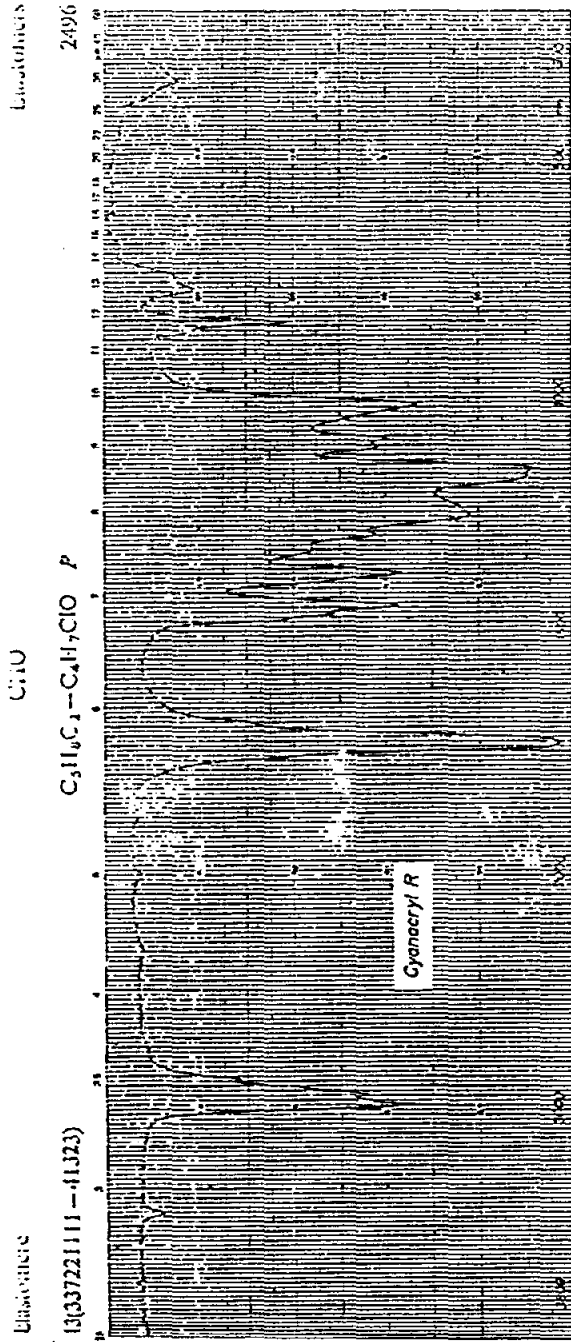
Path Name: Ir-DPUS-NEAS

# Department of Science Service



รูปที่ 22 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่สกัดได้ด้วยเอทานอล

Sample name : soxhlet, E10H	Measured on : 14/ 8/1998
Sample form : solid	Resolution : 4.0 , Sample Scans : 12
Operator : songsak	File Name: MIR.524
	Path Name:Dr:\OPUS\NEAS



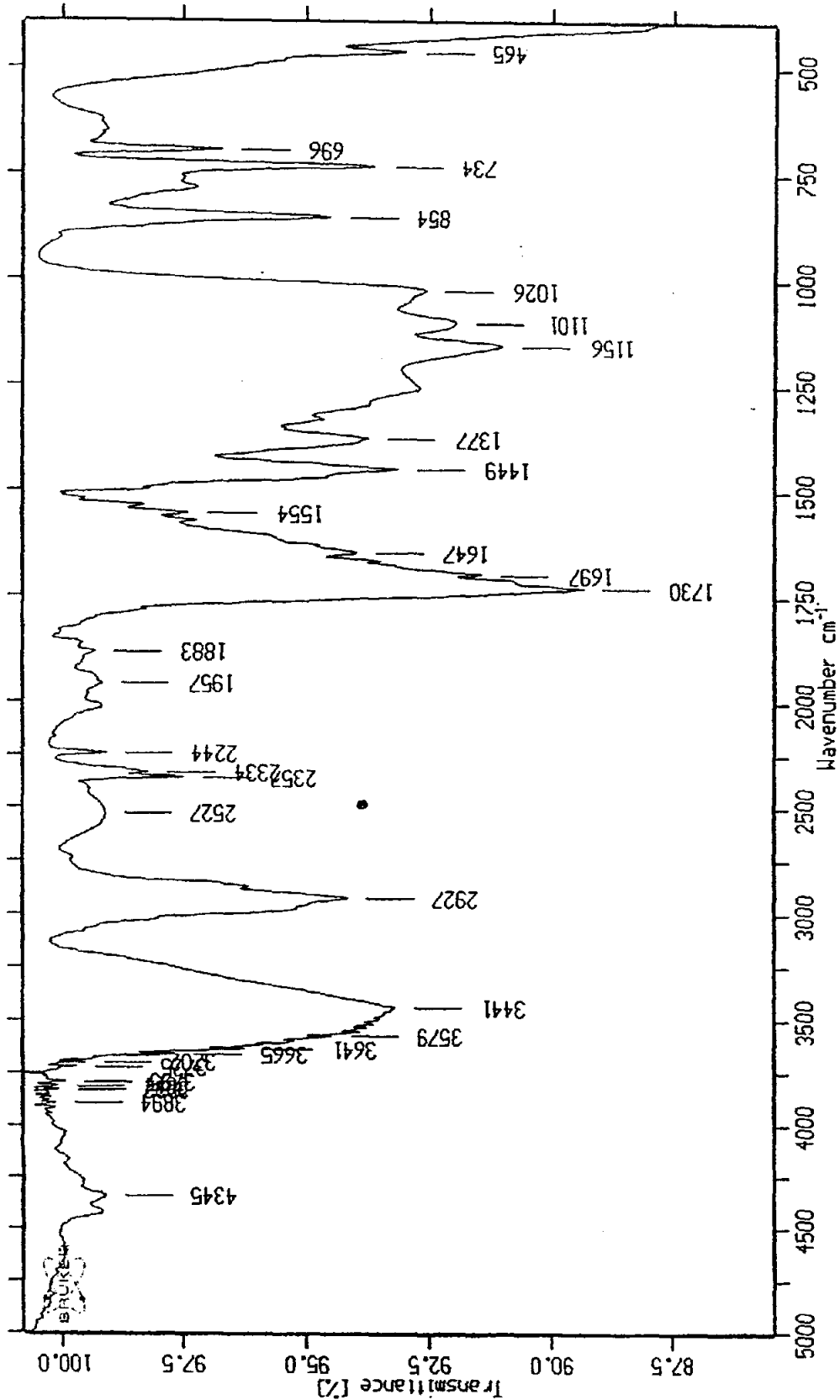
- (1) Cyanacryl R
- (2) Polyethylacrylat-co-vinyl-2-chlorethylether); VCCE: ctwa 5%
- (3) farblos, etwas blasiger Elastomer
- (4) für hitze- und ölbeständige Gummierte
- (5) Schicht aus MTC auf Cu
- (6) PL 580 B, ABEX 1.96

- (2) American Cyanamid Comp., Bound Brook, N.J.
- (3) poly(ethyl methacrylate-co-vinyl-2-chloroethyl ether); VCCE ca. 5%
- (4) colorless, somewhat blistered elastomer
- (5) for heat and oil-resistant, rubber components
- (6) film from MTC on Cu
- (7) PL 580 B, ABEX 1.96

รูปที่ 23 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard poly (ethyl acrylate) (HU 2496)



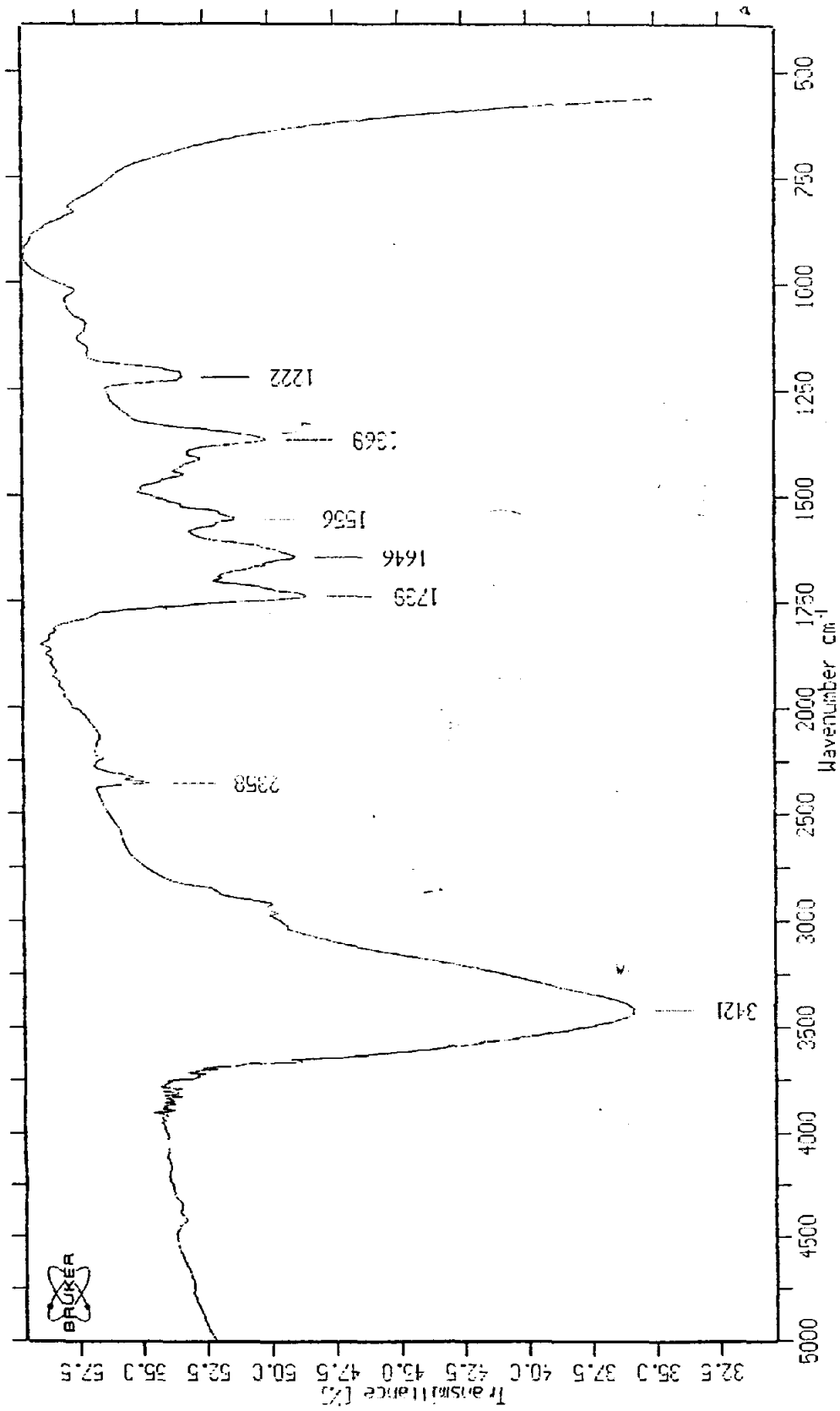
# Department of Science Service



รูปที่ 24 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่เหลือจากการสกัด

Sample name : soxhlet , residue	Measured on : 27/11/1998	
Sample form : film	Resolution : 4.0	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
Operator : songsak	File Name: MIR.928	Path Name:D:\OPUS\MEAS

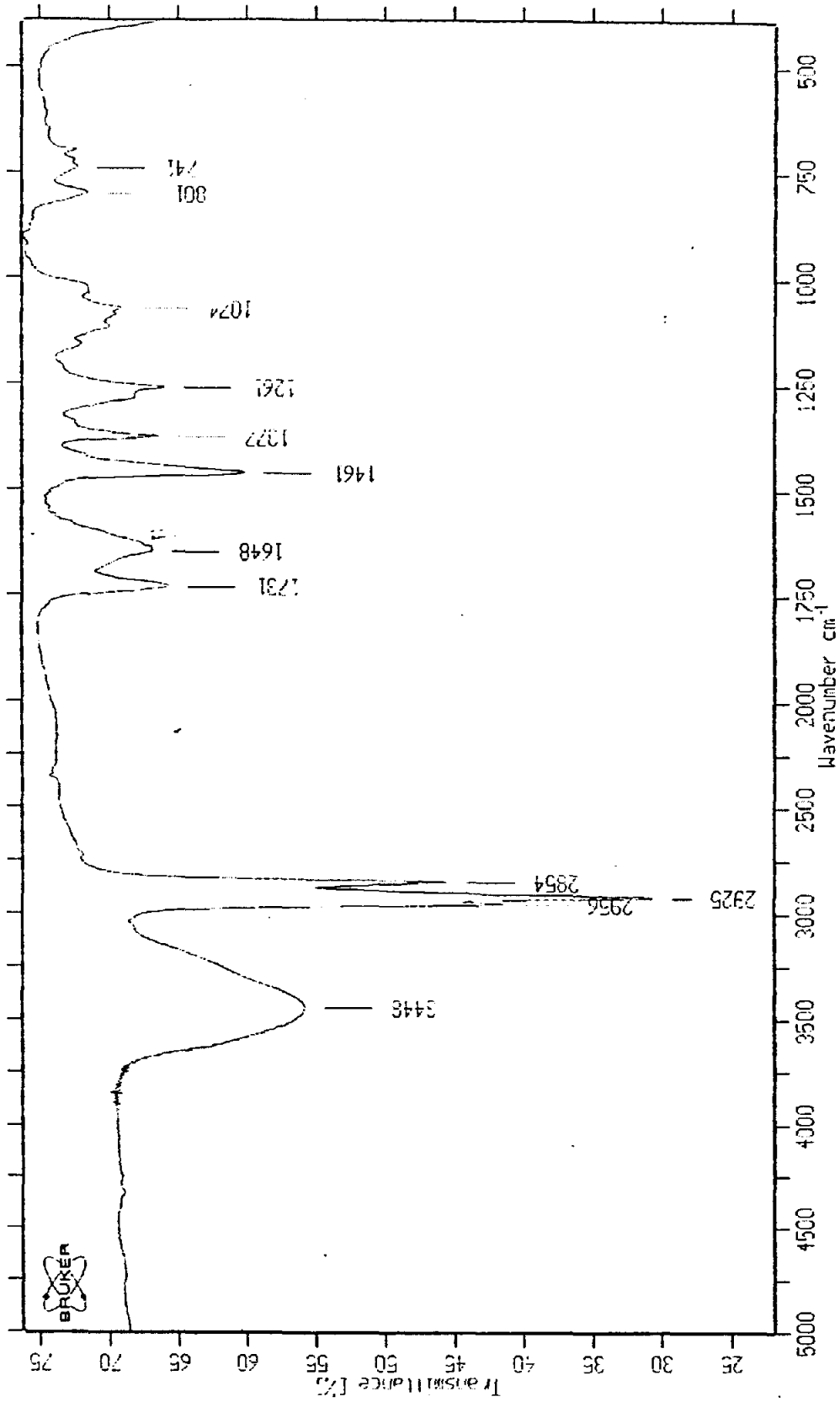
# Department of Science Service



รูปที่ 25 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ casein amide

Sample name : soxhlet, residue	Measured on : 14/ 8/1995
Sample form : solid	Resolution : 4.0
Operator : songsak	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
	File Name: MIR.523
	Path: Name:D:\OPUS\M.EAS

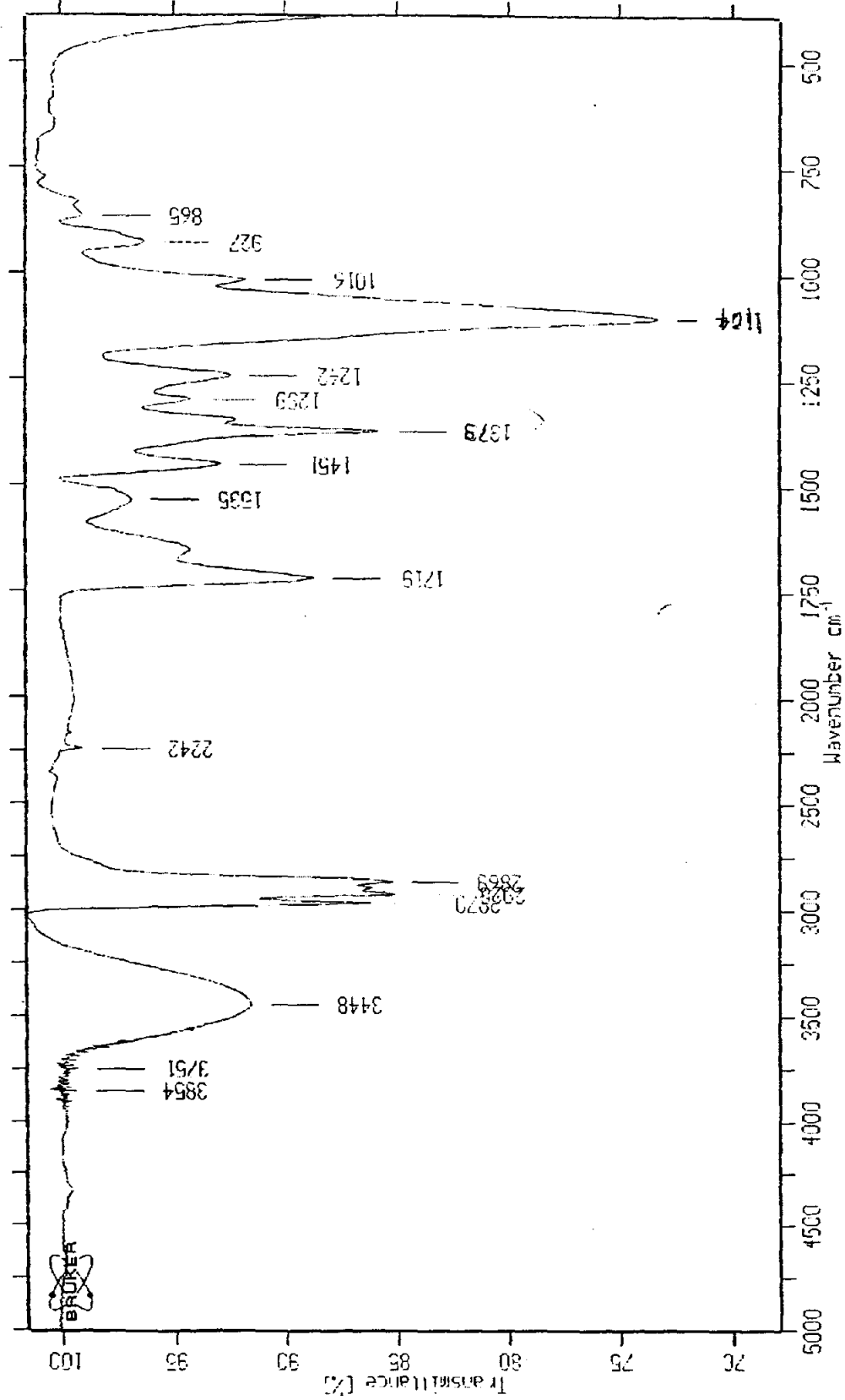
# Department of Science Service



รูปที่ 26 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่แยกได้จากคอลัมน์

Sample name : column, fraction	Measured on : 19/ 8/1998	
Sample form : solid	Resolution : 4.0	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
Operator : songsak	File Name: MIR_525	Path Name: Dr:\OPUS\MEAS

# Department of Science Service

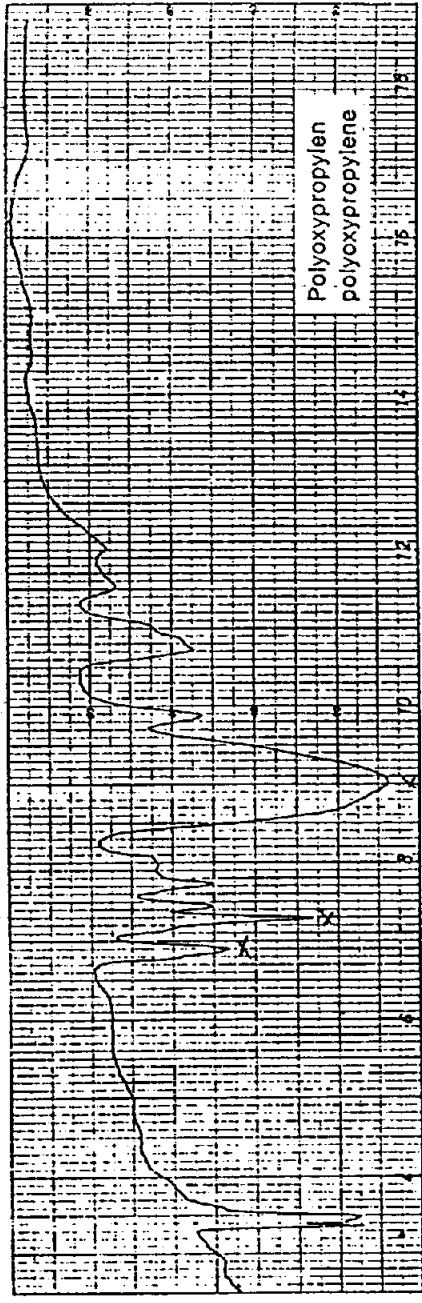


รูปที่ 27 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่แยกได้จากคอลัมน์ (a)

Sample name : column, fraction .	Measured on : 19/ 8/1998
Sample form : solid	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
Operator : songsak	File Name: MIR.526
Path: Name:Dr.:OPUS\MIRAS	

7. Ether-type Polymers; Polymeric Alcohols, Aldehydes, Ketones, Carboxylic Acids, Their Salts and Anhydrides  
 7.1. Linear Polyethers

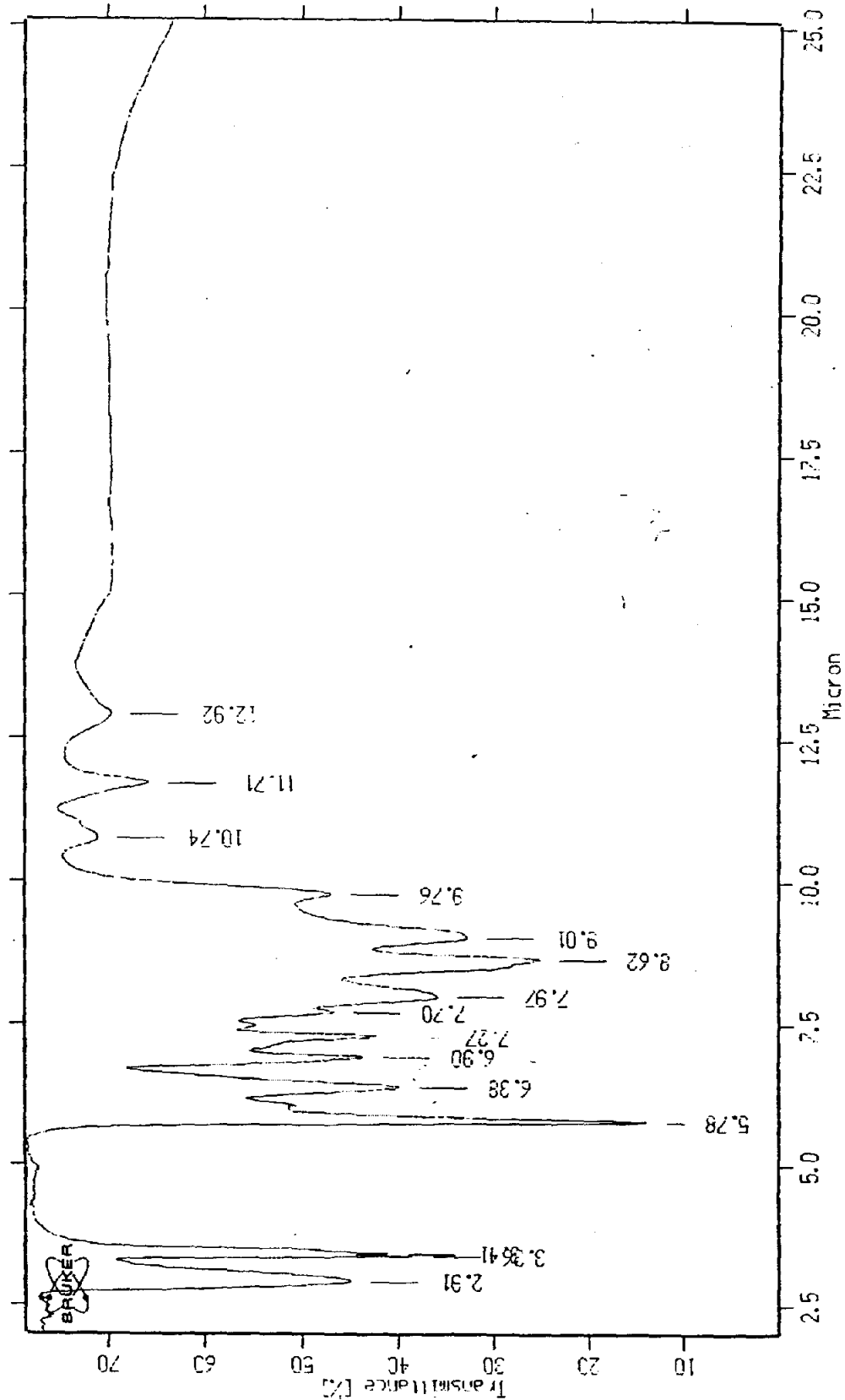
7. Ätherartige Harze und Polymere; polymere Alkohole, Aldehyde, Ketone, Säuren, Carboxylate und Anhydride  
 7.1. Lineare Polyäther



970	Hersteller:	Laborpräparat (CWH)	Manufacturer:	Laboratory preparation (CWH)	970
	Zusammen-	hochmolekulares, amorphes, ataktisches	Composition:	high-molecular, amorphous, atactic	
	setzung:	Polyoxypropylen		poly(oxypropylene)	
	Präparation:	Schicht aus Benzol-CHCl <sub>3</sub> -Lösung	Preparation:	film from benzene-chloroform solution	
	Dezimalziffer:	7.13	Decimal No.:	7.13	

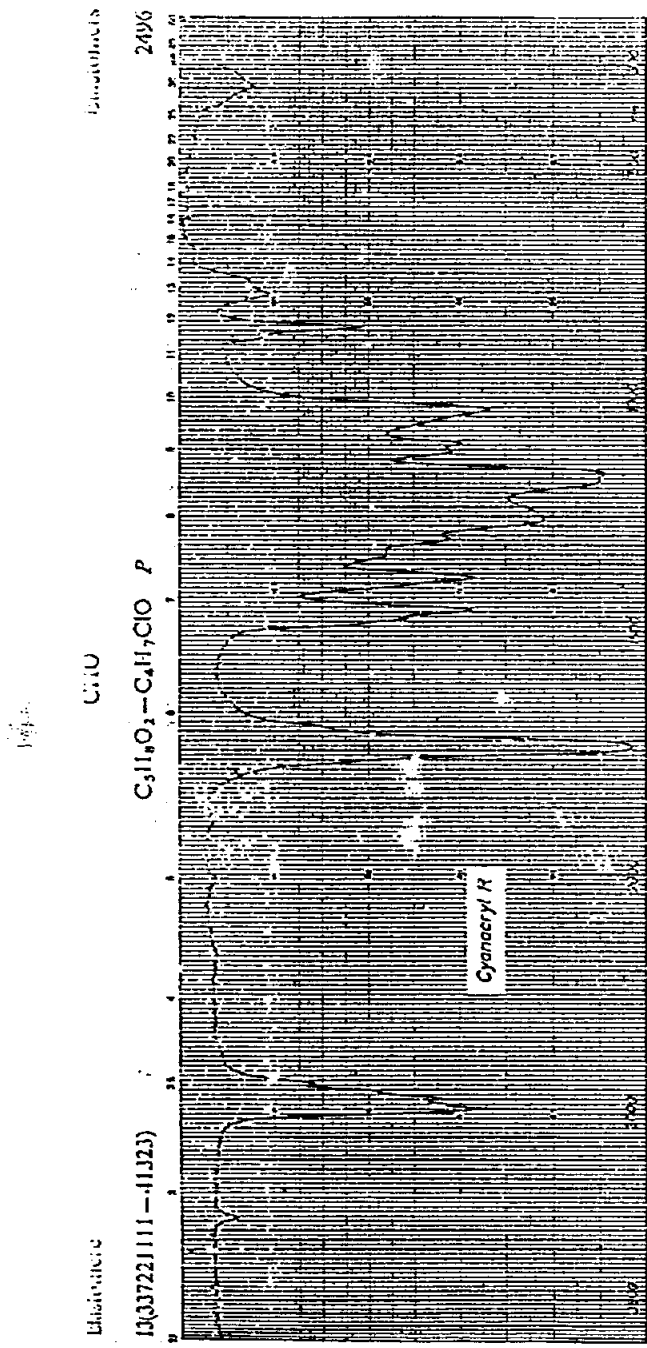
รูปที่ 28 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard poly oxypropylene (HU 970)

# Department of Science Service



รูปที่ 29 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่แยกได้จากคอลัมน์

Sample name : column, fraction	Measured on : 19/ 8/1988
Sample form : solid	Resolution : 4.0 Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
Operator : songsak	File Name: MIR.528 Path Name:D:\OPUS\MEAS



Standard

UHU

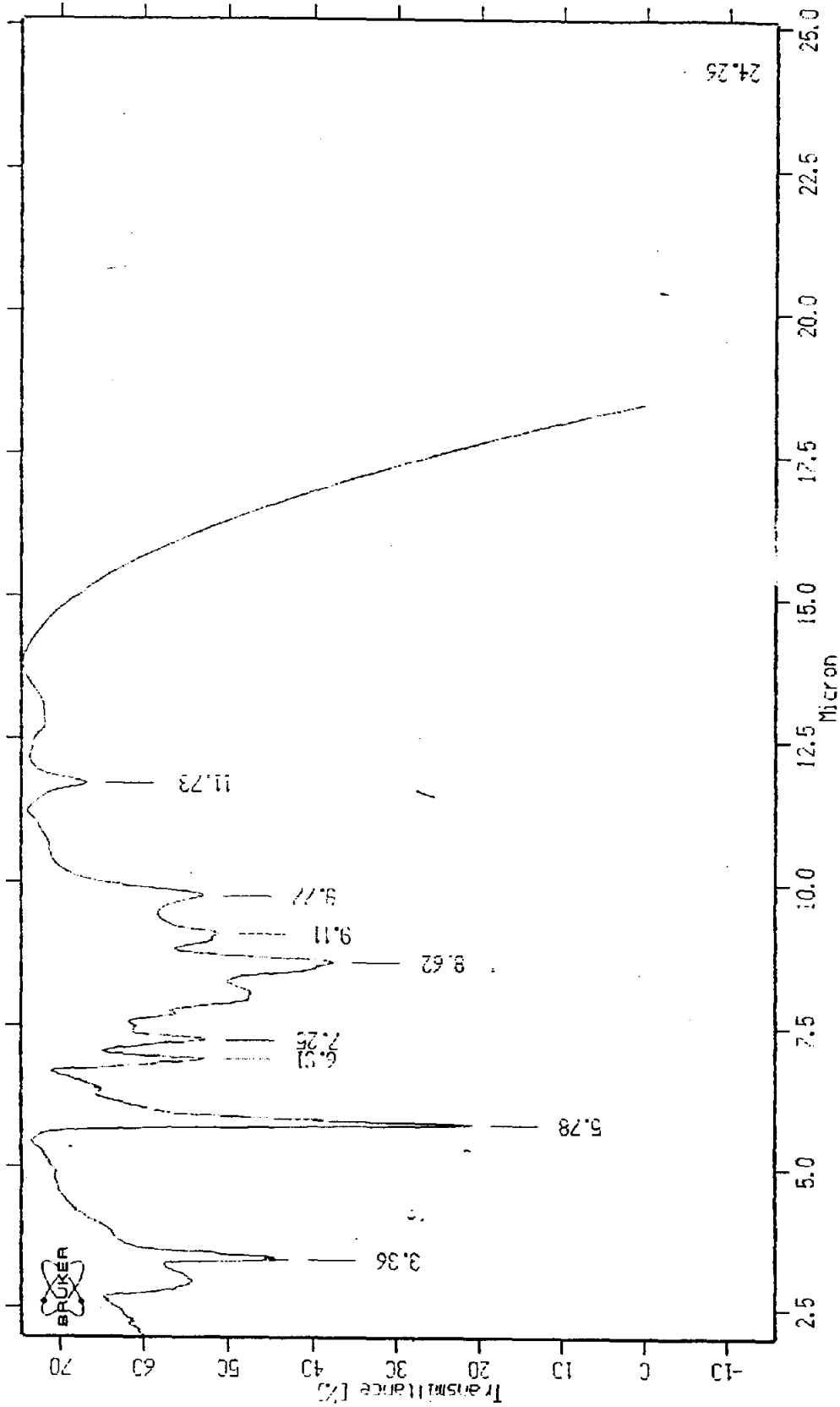
2496

C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>O<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>H<sub>7</sub>ClO P

13(33722111-11J23)

- (1) Cyanacryl R
- (2) American Cyanamid Comp., Bound Brook, N.J.
- (3) Poly(ethyl acrylate-co-vinyl-2-chloroethyl ether); YCEB ca. 5%
- (4) farblos, etwas bläuliger Elastomer
- (5) für hitze- und ölbeständige Gummiteile
- (6) Schnitt aus MTC auf CsI
- (7) PE 580 B, ADEX 1.96

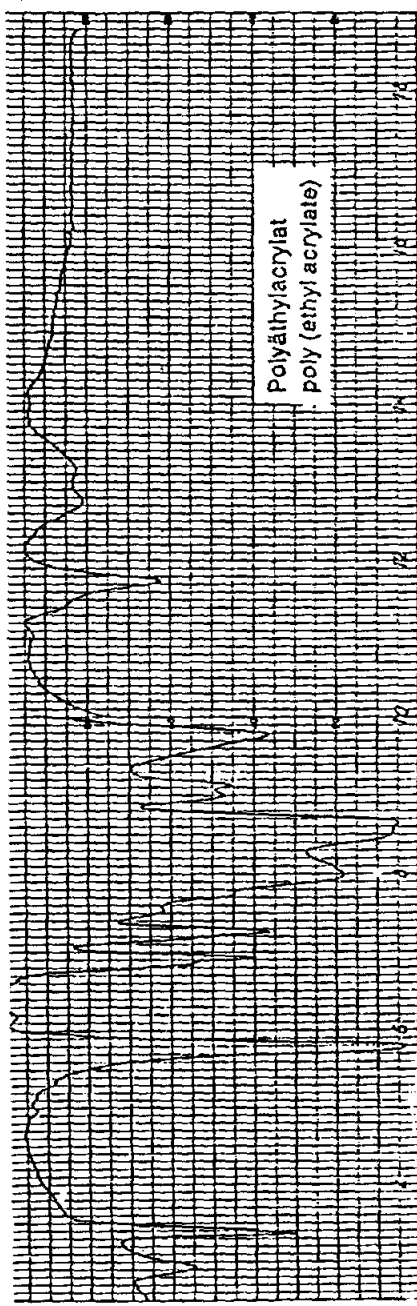
รูปที่ 30 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard poly (ethyl acrylate) (HU 2496)



รูปที่ 31 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่ตกตะกอนไม่ได้ด้วยกรด

Sample name : precipitate with acid	Measured on : 30/ /1998
Sample form :	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
Operator : songsak	File Name: MIR.467 Path: Name:D:\OPUS\MEAS





888

Hersteller: Laborpräparat (G. Ley, Institut für physikal. Chemie, Universität Köln)      Manufacturer: Laboratory preparation (G. Ley, Institut f. physikal. Chem., Univ. Köln)

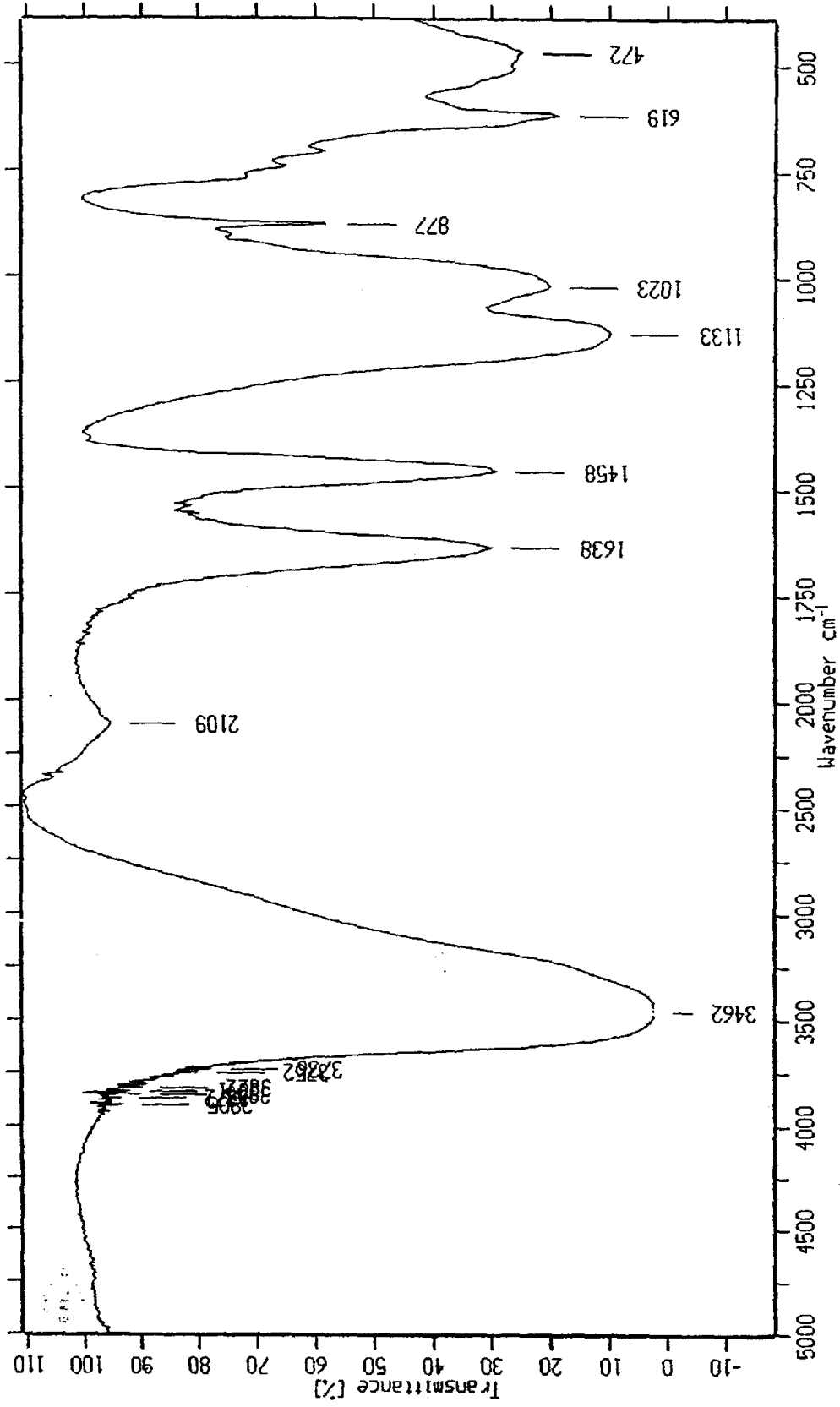
Zusammensetzung: Polyacrylsäureäthylester      Composition: poly(ethyl acrylate)

Präparation: KBr      Preparation: KBr

Dezimalziffer: 6.82      Decimal No.: 6.82

รูปที่ 32 อินฟราเรดสเปกตรัม ของ standard poly (ethyl acrylate) (HU 888)

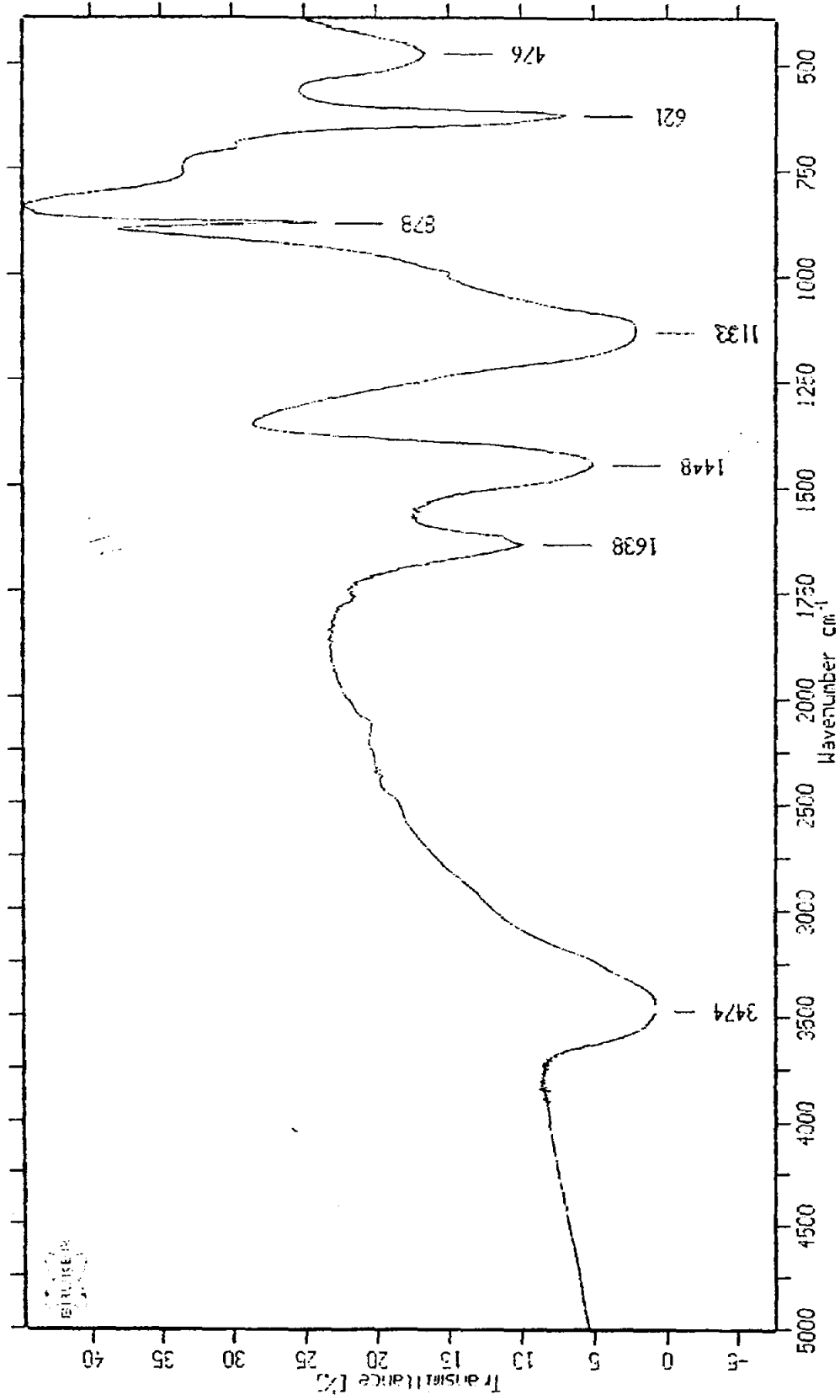
# Department of Science Service



รูปที่ 33 อินฟราเรดสเปกตรัม ของเถ้า

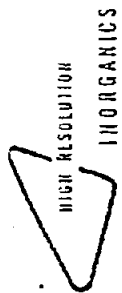
Sample name : ash of original	Measured on : 3/12/1998
Sample form : solid	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
Operator : songsak	File Name: MIR.962
	Path Name:D:\OPUS\MEAS

# Department of Science Service



รูปที่ 34 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่ละลายน้ำได้ของเถ้า

Sample name : ash dissolve in water, avap	Measured on : 22/12/1993	
Sample form : solid residue	Resolution : 4.0	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12
Operator : songsak	File Name: MIR.1007	Path Name:D:\OPUS\MEAS



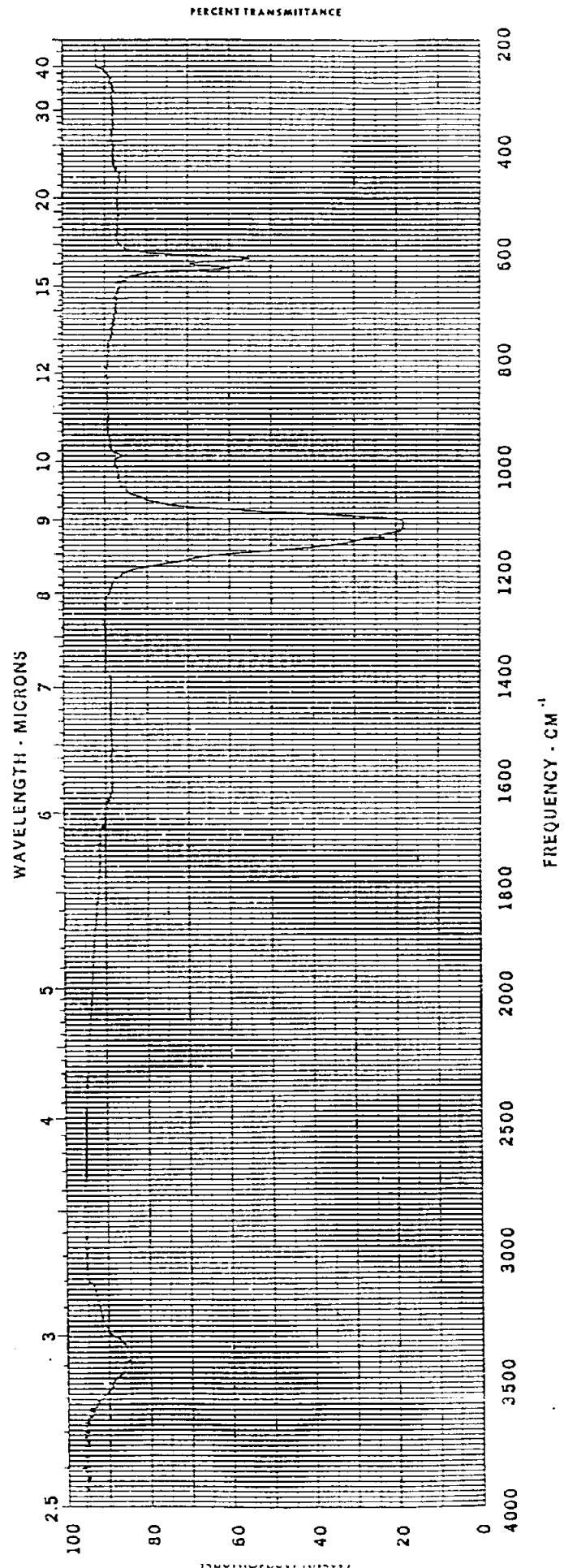
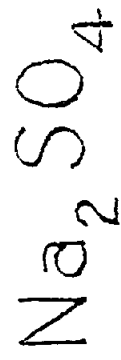
SODIUM SULFATE

Mol. Form. Na<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S

Mol. Wt. 142.04

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

Method: KBr Wafer

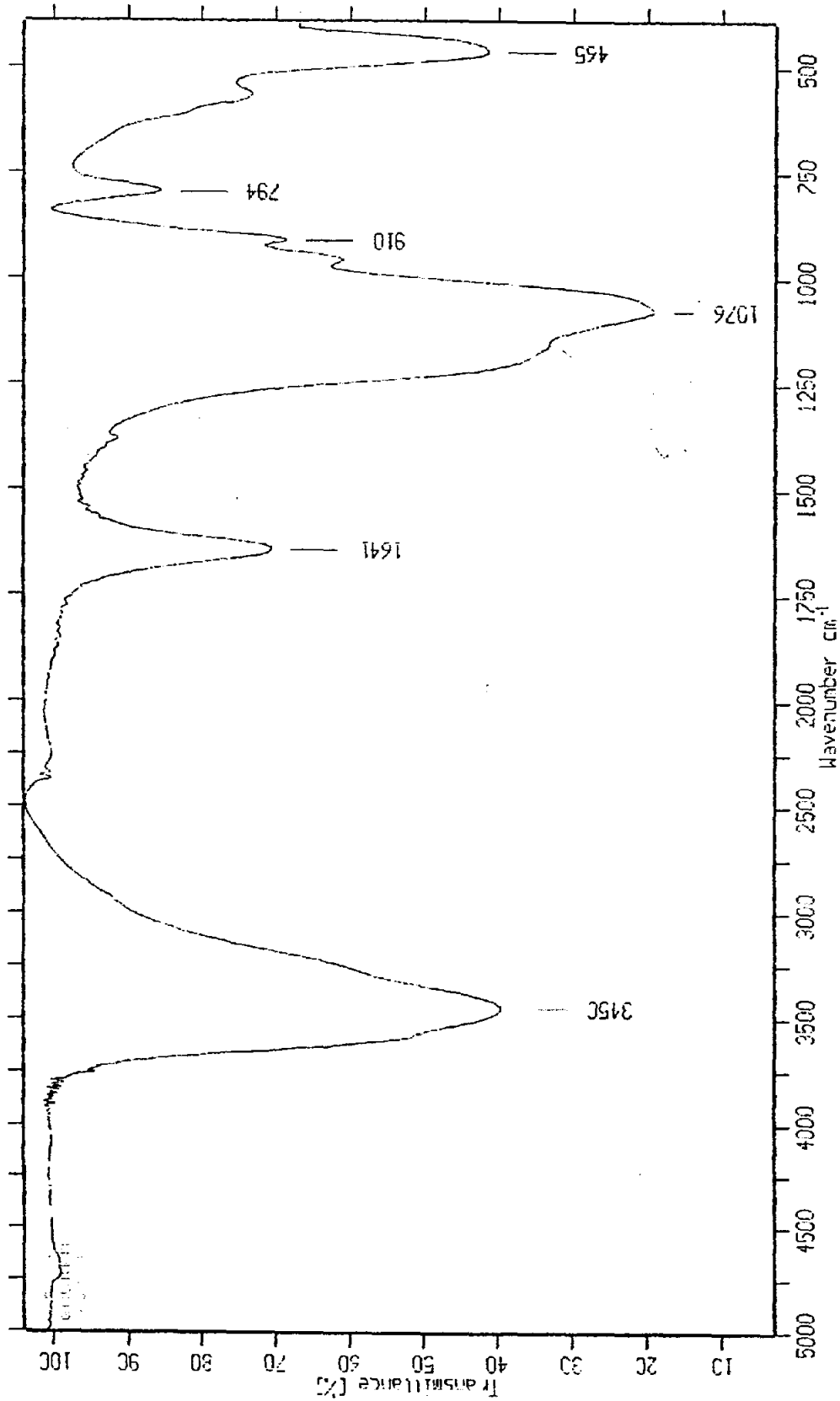


© SADTLER RESEARCH LABORATORIES, INC.  
PHILADELPHIA 18, PENN., U.S.A.

SCANNED ON PERMANENT FILM 3/11

รูปที่ 34 ก. อินฟราเรดสเปกตรัมของ standard sodium sulfate (Sadt Y 67 S)

# Department of Science Service



รูปที่ 35 อินฟราเรดสเปกตรัม ของส่วนที่ไม่ละลายน้ำของถ่าน

103

Sample name : ash non-dissolve in water	Measured on : 22-12-1998
Sample form : solid residue	Resolution : 4.0
Operator : songsak	File Name: MIR.1008
	Path Name:D:\OPUS\MEAS
	Instrument : IFS28 , Sample Scans : 12

Y 169 S

JAMMILLER Research Laboratories, Inc.

HIGH RESOLUTION

INORGANICS

© 1965

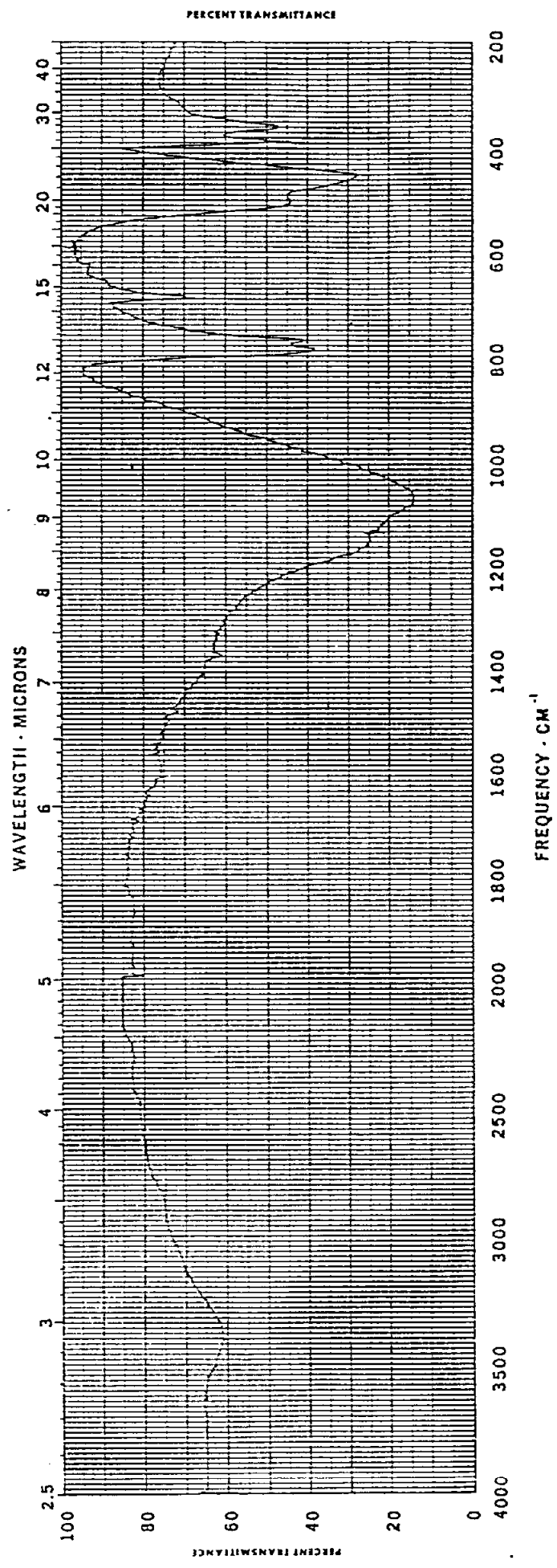
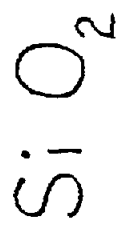
SILICA

Mol. Form. O<sub>2</sub>Si

Mol. Wt. 60.09

Source: The Matheson Co., Inc., Cincinnati, Ohio

Method: KBr Wafer



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

รูปที่ 36 อินฟราเรดสเปกตรัมของ standard silicon dioxide (Sadt Y 169 S)

SCANNED ON PERKIN-ELMER 51