

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมิน
เพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 7ว

ของ

นางสอิ่ง จักขุศิลา
นักวิทยาศาสตร์ 6ว

การศึกษาวิธีวิเคราะห์เซลลูโลสและอนุพันธ์ของเซลลูโลส(CMC)

กลุ่มงานอินทรีย์เคมีวิเคราะห์
กองเคมี
กรมวิทยาศาสตร์บริการ

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมิน
เพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 7ว

ของ

นางสอิ่ง จักษุติลา
นักวิทยาศาสตร์ 6ว

การศึกษาวิธีวิเคราะห์เซลล์โลสและอนุพันธ์ของเซลล์โลส(CMC)

เลขหมู่ ๖๙ กท
ชว 44
เลขทะเบียน 11573
วันที่ 16 / ๘.๑. / ๘๖

ด้วยอกนันทนาการ
จาก
๑๙.

กลุ่มงานอินทรีย์เคมีวิเคราะห์
กองเคมี
กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

จากการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่างสินค้าศุลกากร 2 ชนิดคือ Solka – Floc 200 FCC และ Celtic HH โดยใช้วิธีทางกายภาพ และเคมี พบว่าตัวอย่างทั้งสองมีโครงสร้างเป็นเซลลูโลส ซึ่งสามารถยืนยันโครงสร้าง โดยวิธีอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี และวิเคราะห์โครงสร้างเส้นใย เซลลูโลสด้วยเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน(SEM) สามารถสรุปได้ว่าตัวอย่างสินค้า Solka – Floc 200 FCC เป็นผง เซลลูโลส

อย่างไรก็การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยวิธีนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี พิสูจน์ได้ว่าโครงสร้างของตัวอย่างสินค้า Celtic HH เป็นโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสซึ่งมี ลักษณะเส้นใยแตกต่างจากลักษณะเส้นใยของตัวอย่างสินค้า Solka-Floc HH โดยอาศัยการวิเคราะห์ โครงสร้างด้วยเครื่อง SEM

นอกจากนี้การวิเคราะห์หาปริมาณ ในตัวอย่าง Solka-Floc 200 FCC โดยวิธีไทเทรต พบ เซลลูโลสร้อยละ 97.6 โดยน้ำหนักอบแห้ง ขณะที่การวิเคราะห์หาปริมาณเซลลูโลสในตัวอย่าง Celtic HH ในรูปของเกลือทองแดง พบ ร้อยละ 69.4 นอกจากนี้ยังพบว่าตัวอย่างประกอบด้วย โซเดียมคลอไรด์ ร้อยละ 11.2 และโซเดียมไกลโคเลต ร้อยละ 15.8 โดยน้ำหนักอบแห้ง

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	i
สารบัญ	ii
สารบัญตาราง	iii
สารบัญรูปภาพ	iv
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ปัญหาและที่มาของการทดลอง	1
1.2 วารสารปริทัศน์	2
1.3 วัตถุประสงค์	7
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ	7
1.5 ระยะเวลาดำเนินการ	7
บทที่ 2 วัสดุ อุปกรณ์และวิธีดำเนินการ	8
2.1 ตัวอย่าง	8
2.2 วัสดุ อุปกรณ์และเครื่องมือ	8
2.3 สารเคมี	9
2.4 สารละลายและวิธีเตรียม	10
2.5 วิธีการทดลอง	13
บทที่ 3 ผลการทดลอง	23
บทที่ 4 วิจารณ์ผล	26
บทที่ 5 สรุปผลและข้อเสนอแนะ	28
กิตติกรรมประกาศ	29
เอกสารอ้างอิง	30
ภาคผนวก	32-49

สารบัญตาราง

<u>ตาราง</u>	<u>หน้า</u>
1 แสดงรายละเอียดของตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษาทดลอง	8
2 แสดงผลการทดสอบทางกายภาพและทางเคมี	23
3 แสดงผลวิเคราะห์ทางปริมาณ	25
4 ผลวิเคราะห์ด้วยอินฟราเรดสเปกตรัมของตัวอย่าง UB.267 และ UB.269	32
5 ผลวิเคราะห์ NMR สเปกตรัมของตัวอย่าง UB.269	33
6 แสดงผลการวัดความหนืดของสารละลาย ร้อยละ 2 โดยน้ำหนักของตัวอย่าง UB.269	34
7 ข้อมูลดิบการวิเคราะห์ความชื้น	34
8 ข้อมูลดิบการวิเคราะห์ปริมาณเซลลูโลส	34
9 ข้อมูลดิบการวิเคราะห์ปริมาณ โซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส	34
10 ข้อมูลดิบการวิเคราะห์ปริมาณเกลือไกลคอลลิตและเกลือคลอไรด์ของตัวอย่าง UB.269	35
11 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ โซเดียมและ โพแทสเซียมด้วยเทคนิค Flame photometry	35
12 ข้อมูลดิบการวิเคราะห์ปริมาณคลอไรด์ของตัวอย่าง UB.269	35
13 แสดงคุณลักษณะทางฟิสิกส์และทางเคมีของ โซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส ชั้นคุณภาพอาหาร	36
14 แสดงคุณลักษณะทางฟิสิกส์และทางเคมีของ โซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส สำหรับใช้ในอุตสาหกรรม	37
15 แสดงคุณลักษณะทางฟิสิกส์และทางเคมีของ โซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส สำหรับเครื่องสำอาง	38
16 แสดงพิกัดอัตรากาหีสกุลการของเซลลูโลสและอนุพันธ์	39
17 สถิติการนำเข้าเซลลูโลสและอนุพันธ์	40

สารบัญรูปภาพ

<u>รูปที่</u>	<u>หน้า</u>
1. โครงสร้างของเซลลูโลส	2
2. โครงสร้างของโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส	3
3. อินฟราเรดสเปกตรัมของตัวอย่าง Solka-Floc 200 FCC	41
4. อินฟราเรดสเปกตรัมของตัวอย่าง Celtic HH	42
5. อินฟราเรดสเปกตรัมของ เซลลูโลสมาตรฐาน	43
6. อินฟราเรดสเปกตรัมของโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสมาตรฐาน	44
7. ^{13}C NMR สเปกตรัมของโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส	45
8. ^{13}C NMR สเปกตรัมของ โซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสมาตรฐาน	46
9. ภาพจากเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (SEM) ของตัวอย่าง Solka – Floc 200 FCC	47
10. ภาพจากเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (SEM) ของตัวอย่าง Celtic HH	48
11. ภาพจากเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (SEM) ของเส้นใยเซลลูโลสมาตรฐาน	49

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ปัญหาและที่มาของการทดลอง

เซลลูโลสและอนุพันธ์เป็นเคมีภัณฑ์ชนิดหนึ่งที่ประเทศไทยต้องมีการนำเข้าจากต่างประเทศโดยที่ในปี 2544 มีการนำเข้าจาก 31 ประเทศเป็นมูลค่าถึง 861,000,000 บาท (ดูตารางที่ 17) ทั้งนี้เนื่องจากสารเคมีชนิดนี้ถูกนำมาใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่นอาหาร , ยา , เครื่องสำอาง , ผงซักฟอก , กาว สีและวาร์นิช , โพลีเมอร์ , สิ่งทอ , กระดาษ , น้ำมัน , เซรามิก และสารฆ่าแมลง เป็นต้น และในแต่ละอุตสาหกรรมก็มีความต้องการใช้สารที่มีความบริสุทธิ์ไม่เหมือนกัน เช่นในอุตสาหกรรมอาหารมีความจำเป็นต้องใช้ ซี เอ็ม ซี ที่มีความบริสุทธิ์มากกว่า 99.5 ของน้ำหนักอบแห้งขึ้นไป⁽⁸⁾ ใช้ในผงซักฟอก ต้องมีความบริสุทธิ์ร้อยละ 70 ของน้ำหนักอบแห้ง⁽⁹⁾ และอุตสาหกรรมเครื่องสำอางต้องมีความบริสุทธิ์ร้อยละ 94 ของน้ำหนักอบแห้ง⁽¹⁰⁾ เป็นต้น

เนื่องจากสินค้าประเภทเซลลูโลส และอนุพันธ์ของเซลลูโลส ได้นำเข้ามาในประเทศไทยเป็นจำนวนมาก ซึ่งต้องจัดพิกัดอัตราภาษีศุลกากรก่อนนำไปใช้งาน แต่การจัดพิกัดต้องทดสอบหาองค์ประกอบทางเคมี ซึ่งต้องทดสอบโดยใช้บุคลากรที่มีความเชี่ยวชาญและเทคนิคการวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือพิเศษ เช่น FT-IR , FT-NMR, SEMและFP เพื่อให้การจัดพิกัดอัตราภาษีศุลกากรของประเทศเป็นไปอย่างถูกต้อง ในการทดสอบหาองค์ประกอบทางเคมีของสินค้า และตัวอย่างจะจัดเข้าพิกัดศุลกากรประเภทที่เท่าไร เซลลูโลส และอนุพันธ์ของเซลลูโลส จัดเข้าพิกัดศุลกากร ประเภทที่ 39.12 และแยกประเภทย่อยอีก(รายละเอียดแสดงในตารางที่ 16) อัตราภาษี ในแต่ละประเภทย่อย แตกต่างกัน ถ้าผลการวิเคราะห์ไม่ถูกต้อง การจัดพิกัดศุลกากรก็จะไม่ถูกต้อง อาจทำให้รัฐเสียหายได้

ด้วยเหตุนี้ทางกลุ่มงานอินทรีย์เคมีวิเคราะห์ กองเคมี จึงได้ดำเนินการศึกษาวิธีวิเคราะห์และองค์ประกอบทางเคมีของเซลลูโลสและอนุพันธ์ และ เพื่อใช้เป็นมาตรฐานในการทดสอบ ทำให้ถูกต้อง

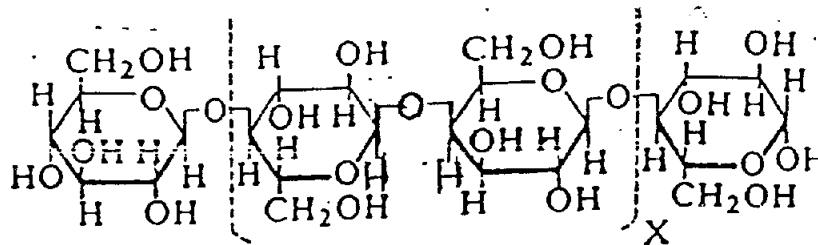
1.2 วารสารปริทัศน์

1.2.1 คุณสมบัติทางเคมีและสูตรโครงสร้าง

1.2.1.1 เซลลูโลส

เซลลูโลสเป็นคาร์โบไฮเดรตธรรมชาติที่มีโครงสร้างเป็นโพลิเมอร์⁽¹⁶⁾ ประกอบด้วยสายโซ่ของกลูโคส D+ glucose ที่เชื่อมต่อกันด้วย β -glucosidic linkage (ดูรูปที่ 1) ทำให้ได้โมเลกุลเป็นเส้นตรง(linear) เมื่อนำมาไฮโดรไลซ์ด้วยกรดจะให้น้ำตาลกลูโคส ความยาวของสายโซ่มีจำนวนที่ไม่แน่นอนได้แก่ กระจายประมาณ 1000 และเส้นใยฝ้ายประมาณ 3500 มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยระหว่าง 160,000 ถึง 560,000

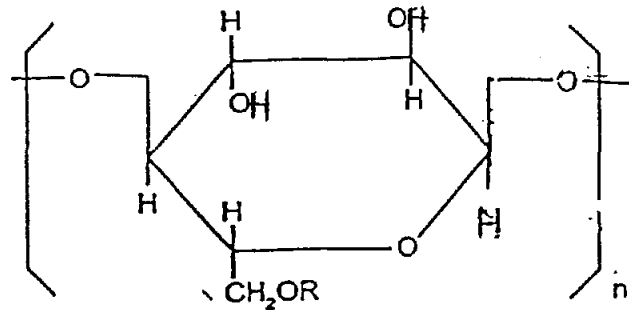
เซลลูโลสเป็นของแข็ง ไม่มีสี ความถ่วงจำเพาะ ประมาณ 1.50 ไม่ละลายในน้ำและตัวทำละลายอินทรีย์ พองตัวในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ไม่มีกลิ่นและรส ดัดไฟที่อุณหภูมิประมาณ 232 องศาเซลเซียส มีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 1



รูปที่ 1 โครงสร้างของเซลลูโลส

1.2.1.2 อนุพันธ์ของเซลลูโลส(CMC)

อนุพันธ์ของเซลลูโลสที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมคือโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (sodium carboxymethylcellulose)^(5,8) หมายถึงเซลลูโลส ที่ผ่านขบวนการทางเคมี ซึ่งสามารถกระจายตัวได้ในน้ำเป็นคอลลอยด์ แต่ไม่ละลายในตัวทำละลายอื่นเช่น เอทานอล อีเทอร์ เป็นต้น มีชื่ออื่นๆ ได้แก่ CMC ,CM cellulose , carboxymethylcellulose และ sodium cellulose glycolate ฯลฯ มีโครงสร้างดังรูปที่ 2



เมื่อ R คือ CH_2COONa

รูปที่ 2 โครงสร้างของโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

ค่าที่แสดงจำนวนกลุ่ม $\text{CH}_2\text{COO Na}$ ที่แทนที่ไฮโดรเจนต่อ 1 unit นี้เรียกว่าจำนวนการแทนที่ (degree of substitution) ดังนั้นสามารถมีค่าสูงสุดได้เท่ากับ 3

CMC เป็นสารที่ไม่มีสี ไม่มีกลิ่น ไม่เป็นอันตราย กงตัวในช่วงความเป็นกรดต่าง 2-10 น้ำหนักโมเลกุลมีตั้งแต่ 2,100 ถึง 500,000 CMC ละลายน้ำ ไม่ละลายในสารอินทรีย์ สามารถละลายในสารผสมระหว่างน้ำกับสารละลายอินทรีย์ที่ละลายน้ำ เช่น เอทานอลหรืออะซีโตน ความเป็นกรดต่างประมาณ 6.5 - 8.0 เมื่อละลายน้ำจะได้สารละลายที่มีความหนืดต่างกัน ขึ้นอยู่กับความเข้มข้น อุณหภูมิ ความเป็นกรดต่าง และค่าน้ำหนักโมเลกุล คุณสมบัติในการละลายขึ้นอยู่กับจำนวนการแทนที่ กล่าวคือ CMC ที่มีจำนวนการแทนที่ต่ำกว่า 0.1 จะไม่ละลายน้ำและไม่ละลายในสารอินทรีย์ ถ้าค่านี้สูงกว่า 0.2 จะละลายน้ำแต่ยังคงไม่ละลายในสารละลายอินทรีย์

1.2.2 การผลิตเซลลูโลสและอนุพันธ์ของเซลลูโลส

การผลิตเซลลูโลส ผลิตได้จากเยื่อไม้ สกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ขณะที่การผลิต CMC^(b) ในอุตสาหกรรมอาศัยปฏิกิริยา etherification ระหว่างเซลลูโลสในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์กับโซเดียมคลอโรอะซิเตตและทำให้เป็นกลางด้วยกรด โดยมีโซเดียมคลอไรด์และโซเดียมไกลคอลเลตเป็นผลผลิตที่เกิดจากปฏิกิริยาข้างเคียง จากนั้นสกัดแยกเกลือโซเดียมทั้งสองออกด้วยเมทานอลหรืออะซีโตนเพื่อให้ได้ CMC ที่มีความบริสุทธิ์สูง

อุตสาหกรรมผงซักฟอก

- ใช้ผสมในผงซักฟอกเพื่อป้องกันไม่ให้สิ่งสกปรกที่หลุดออกไปแล้วกลับมาจับซ้ำอีก
ขณะซัก

อุตสาหกรรมกาว

- ใช้เป็นสารทำให้ชั้นในกาวสูตรน้ำ

อุตสาหกรรมสีและวาร์นิช

- ใช้เป็นสารทำให้ชั้นและสารช่วยการแขวนลอยของผงสี
- ใช้เป็นสารก่อกฟิล์มในวาร์นิช

อุตสาหกรรมโพลีเมอร์

- ใช้เป็นสารป้องกันคอลลอยด์ และสารช่วยทำให้การแขวนลอยคงตัวในปฏิกิริยา
vinylchloride polymerization

อุตสาหกรรมสิ่งทอ

- ใช้เป็นสารช่วยให้ผ้ามีความแข็งแรง ทน เรียบ และมีน้ำหนัก
- ใช้เป็นสารทำให้ชั้นในสีพิมพ์ผ้า

อุตสาหกรรมกระดาษ

- ใช้เป็นสารเคลือบกระดาษเพื่อให้การพิมพ์หมึกดีขึ้น ไม่ดูดซึมน้ำมัน

อุตสาหกรรมน้ำมัน

- ใช้เป็นสารผสมทำดินสำหรับหล่อชิ้นเครื่องขุดเจาะน้ำมัน เนื่องจาก CMC สามารถ
อุ้มน้ำได้ปริมาณสูงจึงทำให้การแขวนลอยของดินคงตัว

อุตสาหกรรมเซรามิก

- ใช้เป็นสารช่วยการยึดหยุ่นในการทำ electrical porcelain
- ใช้เป็นสารช่วยทำให้ชั้นและสารช่วยในการแขวนลอยในส่วนผสมของดิน

สารฆ่าแมลง

- ใช้เป็นสารช่วยในการแขวนลอยของสารฆ่าแมลงจำพวกสูตรน้ำ

1.2.4 วิธีวิเคราะห์ปริมาณเซลลูโลสและโซเดียมคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส

การวิเคราะห์ปริมาณเซลลูโลสโดยวิธีวิเคราะห์ตามมาตรฐาน TAPPI หรือวิธีตาม มาตรฐาน Food chemical codex ใช้หลักการเดียวกันคือย่อยตัวอย่างด้วยกรดซัลฟิวริก เติมสารละลายมาตรฐาน โทแทสเซียมไดโครเมตที่เกินพอแล้วไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐานเหล็ก(II)แอมโมเนียมซัลเฟต

การวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส สามารถเลือกใช้ได้หลายวิธี การวิเคราะห์จะยุ่งยากขึ้นเมื่อความบริสุทธิ์มากขึ้น เช่น โซเดียมคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสชั้นคุณภาพอาหาร มีความบริสุทธิ์สูง วิธีการวิเคราะห์จะยุ่งยากมากกว่า โซเดียมคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่ใช้ในอุตสาหกรรม

กรรมหรือเครื่องสำอางซึ่งมีความบริสุทธิ์น้อยกว่าเป็นต้น วิธีวิเคราะห์ตามมาตรฐานต่างๆแยกตามชั้นคุณภาพหรือความบริสุทธิ์ มีดังนี้

1.2.4.1 วิธีวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสในตัวอย่างผงซักฟอกตามวิธีวิเคราะห์ทดสอบผงซักฟอก⁽¹¹⁾

1.2.4.2 วิธีวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสตามวิธี Sodium carboxymethylcellulose⁽¹⁴⁾

หลักการ วิเคราะห์ปริมาณโซเดียมคลอไรด์เป็นร้อยละโดยน้ำหนักอบแห้ง และปริมาณโซเดียมไกลโคเลตเป็นร้อยละโดยน้ำหนักอบแห้ง แล้วนำค่าที่ได้ไปลบออกจาก 100 จะได้เป็นปริมาณโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสร้อยละโดยน้ำหนักอบแห้ง

1.2.4.3 การวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสตามวิธี Assay of cellulose gum⁽¹⁷⁾

หลักการ ตกตะกอนตัวอย่างโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสให้อยู่ในรูปของเกลือทองแดงคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส ด้วยสารละลายทองแดงซัลเฟตแล้วชั่งน้ำหนักและวิเคราะห์ปริมาณทองแดงโดยวิธีไอโอดิเมตริก (Iodometrically) ปริมาณคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (cellulose gum) จำนวนได้หลังจากคำนวณองศาของการแทนที่ปริมาณทองแดงในตะกอนทองแดงคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

1.2.4.4 วิธีวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสชั้นคุณภาพอาหารตามวิธีวิเคราะห์โซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส⁽⁸⁾

หลักการเดียวกันกับ ข้อ 1.2.2

1.2.4.5 วิธีวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสสำหรับใช้ในอุตสาหกรรมตามวิธีการวิเคราะห์หาความบริสุทธิ์⁽⁹⁾

หลักการ วิเคราะห์ปริมาณสารที่เหลือจากการละลายตัวอย่างด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ทำให้เป็นกลางด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตกตะกอนโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสด้วยเอทานอล ถ้ามีเกลือซัลเฟตให้ตกตะกอนด้วยสารละลายแบเรียมคลอไรด์แล้วนำไปลบออกจากปริมาณสารออกฤทธิ์ (ความบริสุทธิ์)

1.2.4.6 วิธีวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสสำหรับเครื่องสำอางตามวิธีการวิเคราะห์หาความบริสุทธิ์⁽¹⁰⁾

หลักการเดียวกันกับ ข้อ 1.2.4.5

1.3 วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาโครงสร้างทางเคมีและวิธีวิเคราะห์ปริมาณเซลลูโลสและโซเดียมคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสโดยวิธีทางกายภาพ ทางเคมี สเปกโทรสโกปี และวิเคราะห์ปริมาณ การศึกษาครั้งนี้ได้ทดสอบกับตัวอย่างกรมอุตสาหกรรม 2 ชนิดคือ Solka –Floc 200 FCC และ Celtic HH

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

- 1.4.1 ได้วิธีทดสอบทางด้านคุณภาพและปริมาณของเซลลูโลสและ อนุพันธ์ของเซลลูโลส ที่เหมาะสม
- 1.4.2 ทำให้การทดสอบมีประสิทธิภาพมากขึ้น
- 1.4.3 ทำให้ภาครัฐสามารถจัดพิทักษ์ตราภาษีอุตสาหกรรมได้อย่างถูกต้องและเป็นธรรม
- 1.4.4 สามารถนำไปประยุกต์ใช้กับอนุพันธ์ของเซลลูโลสอื่นได้

1.5 ระยะเวลาดำเนินการ

มกราคม 2542 - กันยายน 2543(1ปี 9 เดือน)

บทที่ 2

วัสดุ อุปกรณ์และวิธีดำเนินการ

2.1 ตัวอย่าง

ตารางที่ 1 แสดงรายละเอียดของตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

หมายเลขปฏิบัติการ	ชื่อตัวอย่าง	ลักษณะตัวอย่าง
UB 267	Solka –Floc 200 FCC	เป็นผง สีขาว อมเหลืองอ่อน
UB 269	Celtic HH	เป็นผงละเอียด สีขาว
-	เซลลูโลสมาตรฐาน ของบริษัท Sigma	เป็นผง สีขาว อมเหลืองอ่อน

2.2 วัสดุ อุปกรณ์และเครื่องมือ

- 2.2.1 เครื่องชั่งไฟฟ้าชนิดละเอียดอ่านได้ถึงทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- 2.2.2 พูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์(FT-IR) รุ่น IFS28 ของบริษัท BRUKER ประเทศสวิสเซอร์แลนด์
- 2.2.3 เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน(SEM) รุ่น S 2500 ของบริษัท Hitashi ประเทศญี่ปุ่น
- 2.2.4 เพลมโฟโตมิเตอร์(FP) หรือเครื่องวัดปริมาณโซเดียมและโพแทสเซียม รุ่น 410 ของบริษัท Coming ประเทศ อังกฤษ
- 2.2.5 พูเรียร์ทรานสฟอร์มนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรมิเตอร์(FT-NMR) รุ่น Avance DPX-400 ของบริษัท BRUKER ประเทศสวิสเซอร์แลนด์
- 2.2.6 เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง(pH meter) รุ่น Delta 350 ของบริษัทMettler ประเทศ อังกฤษ
- 2.2.7 เครื่องวัดความหนืดบรูคฟิลด์ รุ่นLVT (Brookfield viscometer)
- 2.2.8 เครื่องวิเคราะห์หาจุดหลอมเหลว
- 2.2.9 เครื่องอังไอน้ำ
- 2.2.10 คู้อบ
- 2.2.11 แพลทินัมครุซีเบล
- 2.2.12 เดซิกเคเตอร์
- 2.2.13 แท่นให้ความร้อน
- 2.2.14 ตะเกียงบุนเสน
- 2.2.15 กระจกทรง

- 2.2.17 กระดาษลิตมัส
- 2.2.18 เครื่องแก้วที่ใช้สำหรับห้องปฏิบัติการวิเคราะห์/ทดสอบ
- 2.2.19 ชี้นก้นเดือด(boiling chips)

2.3 สารเคมี

- 2.3.1 โซเดียมไฮดรอกไซด์ ชั้นคุณภาพ AR ของบริษัท Merck
- 2.3.2 โซเดียมไบคาร์บอเนต ชั้นคุณภาพ AR ของบริษัท Merck
- 2.3.3 ดิวเทอเรียมออกไซด์(D₂O)ชั้นคุณภาพ AR ของบริษัท Merck
- 2.3.4 โซเดียมไนโตรพลัสไซด์ ชั้นคุณภาพ AR ของบริษัท Merck
- 2.3.5 เบนซีน ชั้นคุณภาพ AR ของบริษัท Merck
- 2.3.6 ทองแดงคลอไรด์ ชั้นคุณภาพ AR ของบริษัท B.D.H
- 2.3.7 โพแทสเซียมโบรไมด์(KBr) ชั้นคุณภาพ AR ของบริษัท Merck
- 2.3.8 แลนทานัมออกไซด์ (La₂O₃) ร้อยละ 99.5 ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck
- 2.3.9 กรดแอสติก ชั้นคุณภาพ AR ของบริษัท Merck
- 2.3.10 กรดซัลฟิวริก ร้อยละ 98 ชั้นคุณภาพ AR ของบริษัท Merck
- 2.3.11 เมทิลเรด ชั้นคุณภาพ AR ของบริษัท Merck
- 2.3.12 กรดไนตริก ร้อยละ 67 ชั้นคุณภาพ AR ของบริษัท Merck
- 2.3.13 เงินไนเตรต ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck
- 2.3.14 โลหะโซเดียม ชั้นคุณภาพ laboratory grade ของบริษัท Merck
- 2.3.15 ทองแดง (II) ซัลเฟต เพนตาไฮเดรต ร้อยละ99 ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck
- 2.3.16 ยูเรนิลอะซิเตดไดไฮเดรต ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck
- 2.3.17 โคบอลต์อะซิเตดเตตราไฮเดรต ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck
- 2.3.18 โพแทสเซียมไดโครเมต ร้อยละ 99.95-100.05 ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck
- 2.3.19 เหล็ก(II)แอมโมเนียมซัลเฟต ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck
- 2.3.20 โพแทสเซียมไอโอไดด์ ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck
- 2.3.21 ออร์โทฟีแนนโทรีน ชั้นคุณภาพ laboratory grade ของบริษัท Merck
- 2.3.22 แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ร้อยละ 25 ชั้นคุณภาพ AR ของบริษัท Merck
- 2.3.23 เมทานอล ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck
- 2.3.24 โลหะทองแดง ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck
- 2.3.25 กรดไฮโดรคลอริก ร้อยละ 37 ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck
- 2.3.26 โพแทสเซียมไทโอไซยาเนต ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck
- 2.3.27 ผงแป้ง(starch soluble) ชั้นคุณภาพ laboratory grade ของบริษัท Merck
- 2.3.28 กรดฟอสฟอริก(H₃PO₄) ร้อยละ 85 ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck

2.3.29 เอทานอล ร้อยละ 99.5 ^๕ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck

2.3.30 อะซีโตน ^๕ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck

2.3.31 ไดเอทิลอีเทอร์ ^๕ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck

2.3.32 น้ำกลั่น

2.4 สารละลายและวิธีเตรียม

2.4.1 แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เจือจาง 1:20 โดยปริมาตร

วิธีเตรียม : ละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตรในน้ำกลั่น 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน

2.4.2 เมทานอล เจือจาง 1:1 โดยปริมาตร

วิธีเตรียม : ละลายเมทานอล 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรในน้ำกลั่น 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน

2.4.3 แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เจือจาง 1:2 โดยปริมาตร

วิธีเตรียม : ละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรในน้ำกลั่น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน

2.4.4 สารละลายทองแดง(II)ซัลเฟต ความเข้มข้น ร้อยละ 1 ในน้ำกลั่น

วิธีเตรียม : ชั่งทองแดง(II)ซัลเฟตมา 1 กรัม ละลายในน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรให้ได้ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

2.4.5 สารละลายทองแดงมาตรฐาน ความเข้มข้น ร้อยละ 1

วิธีเตรียม : ชั่งโลหะทองแดงมา 1 ± 0.0002 กรัม ละลายในกรดไนตริกเข้มข้น 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตั้งบนแท่นให้ความร้อนระเหยจนกระทั่งเกิดควันขาว ตั้งต่อไปอีกประมาณ 10 นาที ปล่อยให้เย็นเติมน้ำกลั่น 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ด้วยความระมัดระวัง คั้นให้เดือด 5 นาที ปล่อยให้เย็น เจือจางให้ได้ปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

2.4.6 สารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต ความเข้มข้น 0.02 N

วิธีเตรียม : ชั่งสารมา 4.96 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นที่ต้มไล่คาร์บอนไดออกไซด์แล้วปรับปริมาตรให้ได้ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร หากความเข้มข้นที่แท้จริงโดยการปรับเทียบมาตรฐาน(standardize)กับสารละลายมาตรฐานทองแดง คำนวณกรัมของทองแดงต่อลูกบาศก์เซนติเมตร(กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

2.4.7 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.5 N

วิธีเตรียม : ชั่งสารมา 20 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรให้ได้ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

2.4.8 สารละลายน้ำแข็ง ความเข้มข้นร้อยละ 1

วิธีเตรียม : ชั่งผงแข็งมาประมาณ 1 กรัม เติมน้ำกลั่น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใช้แท่งแก้วคนให้ผงแข็งไม่จับตัวเป็นก้อน แล้วนำไปคั่นจนได้สารละลายใส

2.4.9 สารละลายโซเดียมไนโตรพลัสไซด์ ร้อยละ 2

วิธีเตรียม : ชั่งโซเดียมไนโตรพลัสไซด์ มาประมาณ 2 กรัมละลายในน้ำกลั่น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

2.4.10 สารละลายเบนซิลเน็ชอะซิเตด ร้อยละ 1 ในกรดแอสติก

วิธีเตรียม : เติมเบนซิลเน็ช 1 กรัม ในกรดแอสติกเข้มข้น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปต้มบนเครื่องอังไอน้ำจนกระทั่งละลายเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นเติมน้ำกลั่นจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

2.4.11 สารละลาย ร้อยละ 0.1 ทองแดงคลอไรด์ ในกรดแอสติก

วิธีเตรียม : เติมทองแดงคลอไรด์ 0.1 กรัม ในกรดแอสติกเข้มข้น 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปต้มบนเครื่องอังไอน้ำจนกระทั่งละลายเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นเติมน้ำกลั่นจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

2.4.12 สารละลายทองแดง (II) ซัลเฟต ร้อยละ 12.5

วิธีเตรียม : ละลายทองแดง (II) ซัลเฟตเพนตาไฮเดรต 12.5 กรัม ด้วยน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นจนละลายมีปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

2.4.13 โคบอลต์-ยูเรนิลอะซิเตดริเอเจนต์

2.4.13.1 ละลายยูเรนิลอะซิเตดไดไฮเดรต $[UO_2(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O]$ 40 กรัม ในสารละลายกรดแอสติกเข้มข้น 0.06 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร พร้อมกับอุ่นให้ร้อน

2.4.13.2 ละลายโคบอลต์อะซิเตดเตตราไฮเดรต $[Co(C_2H_3O_2)_2 \cdot 4H_2O]$ 200 กรัม ในสารละลายกรดแอสติกเข้มข้น 0.06 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร พร้อมกับอุ่นให้ร้อน

2.4.14 สารละลายเหล็ก(II) แอมโมเนียมซัลเฟต ความเข้มข้น 0.1 N

วิธีเตรียม : ละลายเหล็ก(II) แอมโมเนียมซัลเฟต 40 กรัมในสารละลายกรดซัลฟิวริก (1:5) 240 ลูกบาศก์เซนติเมตรแล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

2.4.15 สารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต ความเข้มข้น 0.5 N

วิธีเตรียม : ละลายโพแทสเซียมไดโครเมต 7.5 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรให้ได้ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

2.4.16 สารละลายออร์โททีแทนโทวีน (อินดิเคเตอร์)

วิธีเตรียม : ละลายอินดิเคเตอร์ 150 มิลลิกรัม ในสารละลาย เหล็ก(II)แอมโมเนียมซัลเฟต เฮปตาไฮเดรต (700 มิลลิกรัม ในน้ำ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร) สารละลายเหล็ก(II) แอมโมเนียมซัลเฟตต้องเตรียมใหม่ ๆ

2.4.17 สารละลายมาตรฐานโซเดียม ความเข้มข้น 1, 5 และ 10 ส่วนในล้านส่วน(ppm)

วิธีเตรียม : ปิเปตสารละลายมาตรฐานโซเดียม ความเข้มข้น 100 ส่วนในล้านส่วน เกรดใช้งาน มา 1, 5 และ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดแก้ววัดปริมาตร ขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรแล้วปรับให้ถึงขีดปริมาตรด้วยน้ำกลั่น สารละลายนี้จะมีความเข้มข้นเท่ากับ 1, 5 และ 10 ส่วนในล้านส่วน ตามลำดับ

2.4.18 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม ความเข้มข้น 1, 5 และ 10 ส่วนในล้านส่วน

วิธีเตรียม : : ปิเปิดสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม ความเข้มข้น 100 ส่วนในล้านส่วน เกรดใช้งาน มา 1, 5 และ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดแก้ววัดปริมาตร ขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วปรับให้ถึงขีดปริมาตรด้วยน้ำกลั่น สารละลายนี้ จะมีความเข้มข้นเท่ากับ 1, 5 และ 10 ส่วนในล้านส่วนตามลำดับ

2.4.19 สารละลายเลนทานัม ความเข้มข้น 50 กรัม ต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

วิธีเตรียม : ชั่งเลนทานัมออกไซด์ (La_2O_3) มา 58.65 กรัม ผิดน้ำกลั่นเล็กน้อยให้เปียกค้อย เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นเท่ากับ 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผสมให้เป็นเนื้อเดียวกันเมื่อละลายแล้วเจือจางให้ได้ปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร ด้วยน้ำกลั่น

2.4.20 กรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 0.1 N

วิธีเตรียม : เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 2.85 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในน้ำกลั่น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปล่อยให้เย็นปรับปริมาตรให้ได้ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

2.4.21 โซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.1 N

วิธีเตรียม : ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 4.0 กรัม ในน้ำกลั่นและปรับปริมาตรให้ได้ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

2.4.22 สารละลายเมทิลเรด ร้อยละ 0.1

วิธีเตรียม : ละลายเมทิลเรด 0.10 กรัม ในเอทานอล 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

2.4.23 กรดไนตริก ความเข้มข้น 6 N

วิธีเตรียม : เติมกรดไนตริกเข้มข้น 384 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในน้ำกลั่น 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร และปรับให้ได้ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

2.4.24 เงินไนเตรต ความเข้มข้น 0.1 N

วิธีเตรียม : ละลายเงินไนเตรต (AgNO_3) 17.5 กรัม ในน้ำและปรับปริมาตรให้ได้ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

2.4.25 สารละลาย อะลิมิเนียมอะซิเตด

วิธีเตรียม : ละลายอะลิมิเนียม 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในกรดแอซีติกเข้มข้น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเติมน้ำกลั่นให้ครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

2.4.26 สารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.0

2.4.27 สารละลายบัฟเฟอร์ pH 9.2

2.4.28 สารละลายเงินไนเตรต 0.02 N

วิธีเตรียม : ละลายเงินไนเตรต (AgNO_3) 3.5 กรัม ในน้ำกลั่นและปรับปริมาตรให้ได้ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

2.4.29 สารละลายแอมโมเนียมไทโอไซยาเนต 0.02 N

วิธีเตรียม : ละลายแอมโมเนียมไทโอไซยาเนต(NH_4SCN) 1.6 กรัมในน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรให้ได้ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

2.4.30 สารละลายเอทานอลในน้ำ (4 : 1) โดยปริมาตร

วิธีเตรียม : ผสมเอทานอล 80 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในน้ำกลั่น 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใช้แท่งแก้วคนให้เป็นเนื้อเดียวกัน

2.5 วิธีการทดลอง

2.5.1 ศึกษาเอกสารที่เกี่ยวข้อง รวมทั้งข้อมูลวิธีการวิเคราะห์จากหนังสือ วารสารและเอกสารต่างๆจากในและต่างประเทศ

2.5.2 การทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพ⁽⁶⁾

2.5.2.1 ลักษณะทั่วไป บันทึกลักษณะของตัวอย่างให้ละเอียด เช่น สถานะ สี กลิ่น การเผาไหม้ ลักษณะของที่เหลือจากการไหม้

2.5.2.2 จุดหลอมเหลว (melting point) ของสารตัวอย่าง

บรรจุสารตัวอย่างเพียงเล็กน้อยลงใน capillary tube แล้วนำไปหาจุดหลอมเหลว ด้วยเครื่องหาจุดหลอมเหลว แล้วคอยสังเกตจุดที่สารเริ่มหลอมตัวจนหลอมหมด บันทึกช่วงอุณหภูมิของสาร

2.5.2.3 การทดสอบการละลาย

นำตัวอย่างมาประมาณ 30 มิลลิกรัม ใส่ลงในหลอดทดลอง เติมน้ำกลั่น ประมาณ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่า สังเกตการละลาย ถ้าละลายให้ทดสอบความเป็นกรด-ด่างด้วยกระดาษลิตมัสแล้วทดสอบการละลายในกรด-ด่าง และในตัวทำละลายอินทรีย์

(ผลการทดสอบแสดงดังตารางที่ 2)

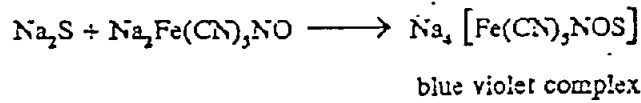
2.5.3 วิเคราะห์ธาตุโดยหลอมกับโลหะโซเดียม (sodium fusion)⁽⁶⁾

วิธีการ ใส่ชิ้นโซเดียมขนาดเท่าเม็ดถั่วเขียวลงในหลอดทดลองขนาดเล็ก ใส่สารตัวอย่างจำนวน 2 เท่าของขนาดชิ้นโซเดียม เมาหลอดทดลองเพื่อให้สารตัวอย่างจะทำปฏิกิริยากับโลหะโซเดียมสมบูรณ์ ซึ่งสังเกตได้จากหลอดทดลองมีสีแดงและลักษณะตัวอย่างที่เผามีลักษณะเป็นสีขาวนำหลอดนี้ใส่ลงในบีกเกอร์ที่มีน้ำอยู่ประมาณ 20 ลูกบาศก์เซนติเมตรปิดด้วยกระจกนาฬิกา นำสารละลายนี้ไปต้มจนเดือดแล้วกรองโดยใช้กระดาษกรอง สารละลายที่กรองได้นำไปทดสอบ กำมะถัน ในโทรเจน และฮาโลเจน (ไอโอไดด์ โบรไมด์ คลอไรด์)

หมายเหตุ สารละลายที่ได้ต้องใส ไม่มีสี ถ้ามีสีเหลืองอ่อนๆแสดงว่าตัวอย่างทำปฏิกิริยากับโลหะโซเดียมไม่สมบูรณ์

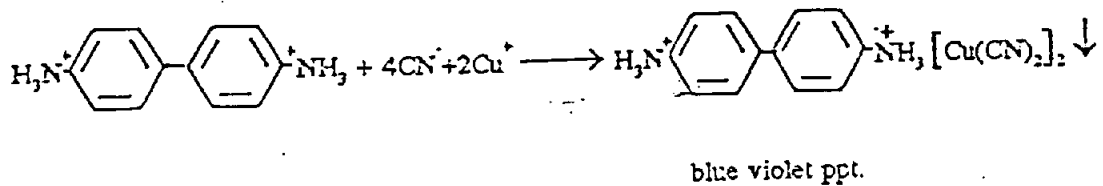
2.5.3.1 การทดสอบกำมะถัน

วิธีการ แบ่งสารละลายที่ได้มา 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เดิม สารละลายโซเดียมไนโตรพอสไฟต์ลงไป 2 หยดพร้อมเขย่าให้เข้ากัน สังเกตผลที่เกิดขึ้น ถ้าได้สารละลายสีม่วงแกมน้ำเงินเกิดขึ้นแสดงว่ามี กำมะถัน ดังสมการ



2.5.3.2 การทดสอบไนโตรเจน

วิธีการ แบ่งสารละลายที่ได้มา 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เดิม สารผสมของสารละลายเบนซิลเดียมอะซิเตด ในกรดแอสซิติคและสารละลาย ร้อยละ 0.1 ทองแดงคลอไรด์ ในกรดแอสซิติคในอัตราส่วน 1:1 จำนวน 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงไปสังเกตผลที่เกิดขึ้น ถ้าได้ตะกอนสีม่วงแกมน้ำเงินเกิดขึ้นแสดงว่ามี ไนโตรเจน ดังสมการ



2.5.3.3 การทดสอบฮาโลเจน

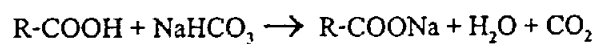
วิธีการ นำสารละลายที่เตรียมได้มา 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่หลอดทดลอง หยด 6 N กรดไนตริกจนสารละลายเป็นกรด เดิม 0.1 N เงินไนเตรด 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร สังเกตการเกิดตะกอนและสีของสารละลาย ถ้าเกิดตะกอนสีขาวแสดงว่ามีคลอไรด์ แต่ถ้าตะกอนเป็นสีเหลืองแสดงว่ามี โบรไมด์หรือ ไอโอดีน

2.5.4 การทดสอบหมู่ฟังก์ชัน⁽⁶⁾

ในการทดสอบนี้ทำการทดสอบเฉพาะหมู่ฟังก์ชันที่น่าจะเป็นเท่านั้น ได้แก่

2.5.4.1 การทดสอบหมู่คาร์บอกซิลิก(COOH)

วิธีทดสอบ : ทดสอบการทำปฏิกิริยากับสารละลาย โซเดียมไบคาร์บอเนต(NaHCO₃) กรดแก่เมื่อทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนตจะเกิดก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO₂)



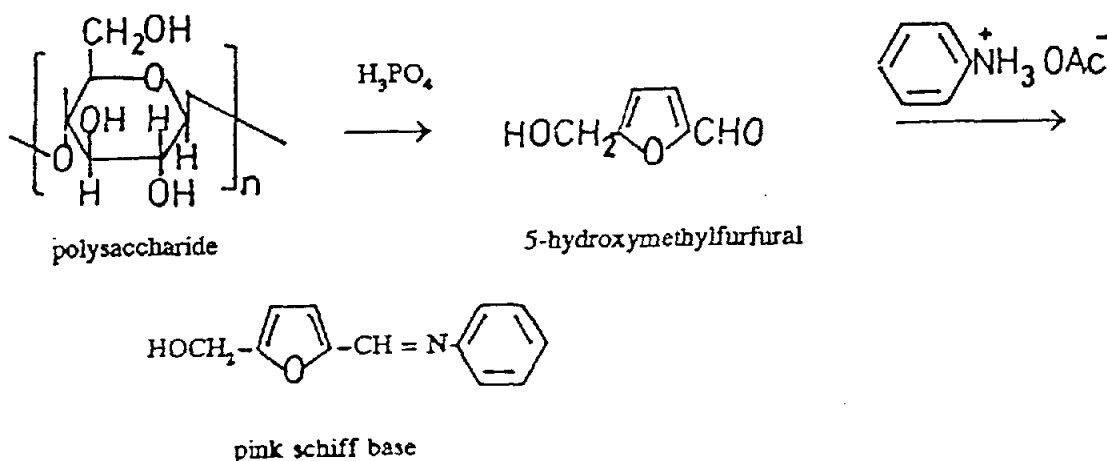
2.5.4.2 การทดสอบสำหรับคาร์โบไฮเดรต

ทดสอบด้วยสารละลายอะนิลีนอะซิเตด การทดสอบนี้ใช้ในการตรวจสอบสารประเภทน้ำตาลหรือสารที่มีโครงสร้างแบบเซลลูโลส ซึ่งสามารถสลายตัวให้ 5-hydroxymethylfurfural

เมื่อเผา(pyrolysis) กับกรดฟอสฟอริกเข้มข้น สารเฟอฟูรัลที่เกิดขึ้นสามารถเกิดปฏิกิริยาการควบแน่นกับอะนิตีเนียมอะซิเตด ให้สารสีชมพูของ Schiff base แสดงว่ามีโครงสร้างเป็นคาร์โบไฮเดรต

วิธีทดสอบ : ใส่น้ำตาลตัวอย่าง 2 หยดหรือประมาณ 0.2 กรัมลงในหลอดทดสอบ เดิมกรดฟอสฟอริกเข้มข้น 3 หยด นำหลอดทดสอบไปให้ความร้อนด้วยตะเกียงแก๊ส และอังปากหลอดด้วยกระดาษกรองชิ้นเล็กๆ ที่ชุบด้วยสารละลายอะนิตีเนียมอะซิเตด ถ้ามีสีชมพูเกิดขึ้นบนกระดาษกรอง แสดงว่าเป็นน้ำตาลหรือสารที่มีโครงสร้างแบบเซลลูโลส

(ข้อควรระวัง : หันปากหลอดทดสอบออกไปจากตัวเองในระหว่างการทดลอง)



(ผลการทดสอบแสดงดังตารางที่ 2)

2.5.5 การทดสอบลักษณะบ่งเอกลักษณ์ ของ CMC⁽³⁾

วิธีทดสอบ

- ใส่น้ำตาลตัวอย่างที่มีความเข้มข้นร้อยละ 2 - 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในขวดแก้วรูปกรวยขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรเติมละลายทองแดง (II) ซัลเฟต ความเข้มข้น ร้อยละ 1 - 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าให้เข้ากันแล้วสังเกตตะกอนที่เกิดขึ้น ถ้าได้ตะกอนสีฟ้าแสดงว่าตัวอย่างเป็น CMC

- กรองสารละลายใส่ในขวดแก้วรูปกรวยขนาด 150 ลูกบาศก์เซนติเมตรแบ่งใส่หลอดทดลองแล้วเติมสารละลายโคบอลต์ - อูเรนิลอะซิเตดปริมาตร 5 เท่า ของสารละลายที่แบ่งมา เขย่าแล้วสังเกตตะกอนที่เกิดขึ้น ถ้าได้ตะกอนสีเหลืองแสดงว่าตัวอย่างเป็น CMC

(ผลการทดสอบแสดงดังตารางที่ 2)

2.5.6 การวิเคราะห์โครงสร้างโคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี⁽⁶⁾

วิธีการ บดตัวอย่างประมาณ 20 มิลลิกรัมเข้ากับโพแทสเซียมโบรไมด์ ประมาณ 0.5 กรัมจนละเอียด นำสารผสมที่ได้ไปใส่ในเครื่องอัดเม็ดแล้วอัดให้เป็นแผ่นกลมบาง(disc) ต่อจากนั้นนำแผ่นนี้ไปวิเคราะห์โคซ FT-IR เพื่อ หาสเปกตรัมของสารตัวอย่าง

(ผลการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 4, รูปที่ 3, 4, 5)

2.5.7 การทดสอบลักษณะป่งเอกลักษณะผงเซลลูโลส⁽¹⁴⁾

วิธีการ วิเคราะห์โครงสร้างเส้นใยด้วยเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (SEM) SEM เป็นเครื่องมือสำคัญที่นำมาประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างของเส้นใย ในอุตสาหกรรมสิ่งทอ เช่น ลักษณะของเส้นใย ความยาวของเส้นใย การเปลี่ยนแปลงตามธรรมชาติของเส้นใย การเปลี่ยนแปลงเมื่อโดนความร้อน การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิคนี้ ควรพิจารณาถึงการเตรียมตัวอย่าง ภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์ทดสอบ

วิธีทดสอบ นำตัวอย่างมาเตรียมเป็นฟิล์มสไลด์แล้วนำไปทดสอบด้วยเครื่อง SEM พิจารณาโครงสร้างผิวถ้าตัวอย่างเป็นเซลลูโลส โครงสร้างผิวจะเป็นเส้นใยและเปรียบเทียบกับ โครงสร้างผิวของเซลลูโลสมาตรฐาน(ดูรูปที่ 9-11)

(ผลการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 2, รูปที่ 9, 10, 11)

2.5.8 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของอนุพันธ์เซลลูโลสโดยเทคนิค FT-NMR

วิธีการ นำตัวอย่างที่อบแล้วมาละลายในตัวทำละลายที่เป็นดิิวเทอเรียม(deuterated solvent) ได้แก่ดิิวเทอเรียมออกไซด์(D₂O) ใส่ในหลอดNMR Tube แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยใช้เครื่อง FT-NMR เพื่อให้ NMR สเปกตรัมของสาร ดูความแตกต่างของโครงสร้างของโซเดียมคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสเปรียบเทียบกับสารมาตรฐานกับตัวอย่าง

(ผลการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 5, รูปที่ 7,8)

2.5.9 การทดสอบความเป็นกรด-ด่าง⁽⁸⁾

วิธีการ ละลายสารละลายตัวอย่าง 1 ± 0.001 กรัม ด้วยน้ำกลั่น เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร วัดค่าความเป็นกรด - ด่างด้วยเครื่องวัดความเป็นกรด - ด่าง ให้ได้ ค่าละเอียดถึง 0.1 หน่วย

(ผลการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 2)

2.5.10 การทดสอบความหนืด⁽¹⁰⁾

วิธีทดสอบ

- ชั่งตัวอย่างที่อบแห้งแล้วมา 6.0 กรัม ใส่บีกเกอร์ เติมน้ำกลั่น 294 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผสมด้วยเครื่องจนตัวอย่าง ละลายหมดเก็บสารละลายตัวอย่างไว้ในขวดแก้วที่ปิดแน่นและกั้นไม่ให้อากาศเข้าได้ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ถ่ายตัวอย่างใส่บีกเกอร์ แล้วแช่ในอ่างน้ำที่มีอุณหภูมิ 25 ± 0.2 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง วัดอุณหภูมิสารละลายตัวอย่างมีอุณหภูมิประมาณ 25 ± 0.2 องศาเซลเซียส

-ผสมสารละลายตัวอย่างให้เข้ากันแล้ววัดความหนืดของสารละลายตัวอย่าง ด้วยเครื่อง

วัดความหนืดบรุคฟิลด์โดยให้แกนหมุนและอัตราเร็วที่เหมาะสม บันทึกตัวเลขที่อ่านได้จากเครื่องวัดความหนืดบรุคฟิลด์และคำนวณค่าความหนืดจากสูตร

$$\text{ความหนืด} = R \times F \quad \text{เซนติพอยล์}$$

เมื่อ R คือ ตัวเลขที่อ่านได้จากเครื่องวัดความหนืดบรุคฟิลด์
 F = แฟกเตอร์คงที่ ซึ่งขึ้นอยู่กับแกนหมุนและอัตราเร็วของเครื่อง
 (ผลการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 2, 6)

2.5.11 การวิเคราะห์ ปริมาณความชื้น

วิธีการ ชั่งตัวอย่างประมาณ 2 กรัมอ่านค่าให้ละเอียดถึง 0.1 มิลลิกรัม ในขวดชั่งที่ทราบมวลแน่นอนแล้ว เปิดฝา นำขวดชั่งพร้อมฝาไปอบในตู้อบไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 105 ± 2 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง นำขวดชั่งพร้อมฝาออกจากตู้อบไฟฟ้าเปิดฝา ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นในเดซิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักปฏิบัติซ้ำจนมวลคงที่ คำนวณหาค่าความชื้นจากสูตร ดังนี้

$$\text{ความชื้น ร้อยละโดยน้ำหนัก} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100$$

เมื่อ m_1 คือ มวลของน้ำหนักก่อนอบ เป็นกรัม
 m_2 คือ มวลของตัวอย่างหลัง อบเป็นกรัม
 (ผลการวิเคราะห์ แสดงดังตารางที่ 3, 7)

2.5.12 การวิเคราะห์ปริมาณเซลลูโลส⁽¹⁴⁾

ขั้นตอนการวิเคราะห์

ตัวอย่างเซลลูโลส + 0.5 N โพแทสเซียมไดโครเมต (สารออกซิไดซ์)

+ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรกรดซัลฟิวริกเข้มข้น

↓ คัมบนแทนให้ความร้อนจนเดือด ทำให้เย็น
 ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเป็น 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร

↓
 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง มา 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรใส่ลงในขวดชมพูขนาด 250 หรือ 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วไทเทรตปริมาณส่วนที่เกินของ 0.5 N โพแทสเซียมไดโครเมต ด้วย 0.1 N เหล็ก(II)แอมโมเนียมซัลเฟต

วิธีการวิเคราะห์ ชั่งตัวอย่าง 125 มิลลิกรัมโดยอ่านค่าให้ละเอียดถึง 0.1 มิลลิกรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 300 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่น 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต 0.5 N 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผสมให้เข้ากันค่อยๆเติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร และนำไปตั้งบนแท่นให้ความร้อนจนเดือด ชกกลงปล่อยให้เย็นถึงอุณหภูมิห้อง 15 นาที แล้วทำให้เย็นในอ่างน้ำและเทสารละลายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตรเจือจางและปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น(หมายเหตุ ระหว่างการเติมน้ำจะเกิดความร้อน ปล่อยให้เย็นจนกระทั่งอุณหภูมิเท่ากับ 25 องศาเซลเซียสก่อนปรับปริมาตร) ผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน โทเทรตสารละลายตัวอย่าง 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ด้วยสารละลายเหล็ก(II)แอมโมเนียมซัลเฟต 0.1 N โดยใช้ออร์โทฟีแนนทรอลีนเป็นอินดิเคเตอร์ จุดยุติสีของสารละลายแบลงค์จะเปลี่ยนจากสีส้มเป็นสีฟ้า แต่สีของสารละลายตัวอย่างจะเปลี่ยนจากเขียวอมเหลืองเป็นสีฟ้า การทดลองต้องเตรียมสารละลายแบลงค์และคำนวณความเข้มข้นของสารละลายเหล็ก(II)แอมโมเนียมซัลเฟตจากสูตร

$$N = (0.1 \times 50) / B$$

เมื่อ B = ปริมาตรของสารละลายเหล็ก(II)แอมโมเนียมซัลเฟตที่ทำปฏิกิริยากับสารละลายแบลงค์
คำนวณร้อยละของเซลลูโลสในตัวอย่างตามสูตร

$$= 6.75 (B - S) \times N / 2W,$$

เมื่อ S = ปริมาตรของสารละลายเหล็ก(II)แอมโมเนียมซัลเฟตที่ทำปฏิกิริยากับสารละลายตัวอย่าง

W = น้ำหนักของตัวอย่างที่ใช้, กรัม

N = ความเข้มข้นของสารละลายเหล็ก(II)แอมโมเนียมซัลเฟต

(ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 3, 8)

2.5.13 การวิเคราะห์ปริมาณ โซเดียมคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส⁽¹⁷⁾

วิธีวิเคราะห์ ชั่งตัวอย่าง CMC ประมาณ 0.25 กรัมใส่ในขวดชั่ง ปิดฝานำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 100 - 105 องศาเซลเซียส นานประมาณ 2-3 ชั่วโมง เอาฝาดอกปล่อยให้เย็น ในเดซิเคเตอร์ นานประมาณ 30 นาที และชั่งน้ำหนักครั้งที่ 1 อ่านค่าให้ละเอียดถึง 0.1 มิลลิกรัม เทตัวอย่างที่อบแห้งแล้วลงในขวดรูปกรวยที่มีฝาปิด ขนาด 125 ลูกบาศก์เซนติเมตร ชั่งน้ำหนักขวดชั่งพร้อมฝาขวดอีกครั้งที่ 2 อ่านค่าให้ละเอียดถึง 0.1 มิลลิกรัม น้ำหนัก (1) - (2) = น้ำหนักตัวอย่าง หยอดเมทานอลเล็กน้อยให้ตัวอย่างเปียกและปล่อยให้คงตัวประมาณ 2-3 นาที แล้วเติมน้ำกลั่นประมาณ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าแรงๆหลังการเติมน้ำกลั่นแต่ละครั้ง เติมน้ำสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.5 N 3 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปิดฝาและเขย่าจนกระทั่งตัวอย่างละลายดีเติมน้ำกลั่นด้านข้างๆ ขวดรูปกรวยให้สะอาด

เติมน้ำสารละลายเมทิลเรดอินดิเคเตอร์ ลงไป 2-3 หยด แล้วเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นลงไปจนสารละลายเปลี่ยนเป็นสีแดง เติมน้ำอีก 2-3 หยด นำสารละลายตัวอย่างนี้ไปเทลงในบีกเกอร์ขนาด 400 ลูกบาศก์เซนติเมตรในบีกเกอร์มีส่วนผสมของสารละลายทองแดง(II)ซัลเฟต เข้มข้น ร้อยละ 1 75 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเมทานอลที่ปรับความเป็นกรดด้วยกรดไฮโดรคลอริก 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำ

บีกเกอร์ไปตั้งอยู่บนเครื่องกวน ปรับความเร็วได้ ตั้งความเร็วให้สูงและใช้น้ำกลั่นฉีดด้านข้างๆบีกเกอร์ ความเป็นกรด-ด่าง (pH)ของสารละลายผสมอยู่ที่ ประมาณ 2.5(ถ้า pH ของสารละลายสูงจะทำให้ตะกอน ทองแดงคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส(CuCMC) เป็นเส้นใยติดกัน การล้างก็ยากขึ้น)

เมื่อสารละลายผสมเริ่มตกตะกอน ปรับ pH ของสารละลายอยู่ระหว่าง 4.0 ถึง 4.1 ด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เจือจาง (หมายเหตุ การปรับ pH สูงเกินไปก็จะเกิดตะกอนของ ทองแดงไฮดรอกไซด์ $[Cu(OH)_2]$ ซึ่งจะทำให้ผลการวิเคราะห์ผิดพลาด) สารละลายคอนสจูดทำจะมีสี ม่วงอ่อนและมีตะกอนสีฟ้าขาวฟู ปล่อยให้สารละลายทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเพื่อให้ตะกอนนอนก้นจนหมด กรองสารละลายส่วนบนผ่านฉันทอร์กลาสส์ครุซิมิลเบอร์ 3 ที่ทราบน้ำหนักแล้วโดย ใช้suction pump

ล้างตะกอนที่เหลือในบีกเกอร์ด้วย สารละลายเมทานอลในน้ำ (1:1) 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร 2 ครั้ง ถ้าตะกอนเกาะกันแน่นให้ใช้แท่งแก้วเพื่อให้ออกจากกัน ถ้าตะกอนลงในฉันทอร์กลาสส์ครุซิมิล และล้างอีกหลายครั้งจนได้ตะกอนสีเขียวยาว นำตะกอนไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 100 - 105 องศา เซลเซียส ปล่อยให้เย็นในเดซิเคเตอร์ประมาณ 30 นาที แล้วนำครุซิมิลไปชั่งน้ำหนัก (ดูการคำนวณ น้ำหนัก = W)

การหาจำนวนการแทนที่ (degree of substitution)

ถ่ายตะกอนทองแดงคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส ลงในบีกเกอร์ขนาด 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร และใช้แท่งคนขูดตะกอนละเอียด นำครุซิมิลใส่ลงในบีกเกอร์แล้วเติมกรดไนตริกเข้มข้นที่ร้อน 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปล่อยให้สักครู่จนตะกอนละลาย นำไปตั้งบนเครื่องอังไอน้ำเทลงในขวดชมพู ปริมาตรขนาด 250ลูกบาศก์เซนติเมตรและฉีดล้างบีกเกอร์ ใช้น้ำให้น้อยที่สุด เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร และ ชั่นกันเคือคเล็กน้อย ชีคขวดติดกันมาตั้งในตู้สุญญากาศ ทำมุมเอียง 45 องศา

ให้ความร้อนจากตะเกียงเบนเสนจนเกิดควันขาว ถ้าสารละลายเกิดสีดำ ให้เติมกรดไนตริก 5 ลูกบาศก์เซนติเมตรและให้ความร้อนจนเกิดควันสีขาวอีกครั้งทำซ้ำถ้าจำเป็น จนกระทั่งสารละลายเป็นสี เขียวใสตั้งแต่เริ่มเกิดควันขาว ให้ความร้อนต่ออีก 15 นาที ปล่อยให้เย็นเติมน้ำกลั่น 50 ลูกบาศก์ เซนติเมตร อย่างระมัดระวัง ดมให้เคือค 5 นาที ระวังการเคือคที่ รุนแรงจนล้นออกมา ปล่อยให้เย็นบน เครื่องอังไอน้ำประมาณ 10 นาที เติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (1:2 โคขปริมาตร) จน กระทั่งสีน้ำเงินเข้มของสารประกอบเชิงซ้อนของทองแดงไม่ถาวร (จะใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ประมาณ 60-70 ลูกบาศก์เซนติเมตร) ปล่อยให้เย็นลงอย่างช้าๆ เติมกรดแอสซิดิกเข้มข้นลงไป 5 ลูกบาศก์ เซนติเมตรปิดฝาและปล่อยให้เย็นลงถึงอุณหภูมิห้อง ความเป็นกรด-ด่าง ของสารละลายควรอยู่ระหว่าง 3.5 ถึง 4.0 เติมโพแทสเซียมไอโอไดค์ 5 ถึง 7 กรัม ในน้ำ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปิดจุกขวด และปล่อยให้ ไร่ 1-2 นาที

ไทเทรตด้วยสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต 0.01 N ซึ่งทราบความเข้มข้นแน่นอนแล้ว ไทเทรตจนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนเป็นสีเหลืองซีด แล้วเติมโพแทสเซไทโอไซยาเนต 2 กรัม ในน้ำกลั่น

10 ลูกบาศก์เซนติเมตร (หรือเติม โปแทสเซียมไทโอไซยาเนต ร้อยละ 20 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร)
 แกว่งประมาณ 15 วินาที เติมน้ำแป้ง 3-5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ไทเทรตต่อเนื่องจนกระทั่งสีของสาร
 ละลายเปลี่ยนจากสีน้ำเงินเป็นไม่มีสี

การคำนวณหาปริมาณ CMC

1. คำนวณน้ำหนักทองแดง (Cu) ใน CuCMC จากการไทเทรตด้วยสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต
 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) จากสูตร

$$\text{Cu} = \frac{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3(\text{ml}) \times \text{g Cu/ml}}{\text{g Cu CMC}}$$

$\text{g Cu/ml} =$ น้ำหนักของทองแดงที่ทำปฏิกิริยาพอดีกับสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ได้จากการไทเทรต(ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 9)

$$\text{g Cu CMC} = \text{น้ำหนักของทองแดงคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่ได้จากการทดลอง}$$

2. คำนวณจำนวนการแทนที่ (DS) ของกลุ่มคาร์บอกซีเมทิล จากสูตร

$$\text{DS} = \frac{162 \times \text{Cu}}{32 - (89 \times \text{Cu})}$$

เมื่อ Cu = น้ำหนักของทองแดงที่คำนวณได้ในข้อ 1

162 = mole fraction anhydroglucose unit

32 = 1/2 mole fraction ของทองแดง

89 = mole fraction ของกลุ่มคาร์บอกซีเมทิล ในรูปของเกลือทองแดง

($\text{CuOOC} - \text{CH}_2 - \text{Substituting}$)

3. การคำนวณปริมาณของกลุ่มคาร์บอกซีเมทิลในรูปเกลือทองแดง ร้อยละของโซเดียมคาร์บอกซีเมทิล
 เซลลูโลส (NaCMC) จากสูตร

$$\% \text{NaCMC} = \frac{W}{G} \times \left| \frac{162 + 80(\text{DS})}{162 + 89(\text{DS})} \right| \times 100$$

เมื่อ W = น้ำหนักของตะกอน CuCMC , กรัม

G = น้ำหนักตัวอย่าง , กรัม

162 = mole fraction anhydroglucose unit

80 = mole fraction ของโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลของกลุ่ม คาร์บอกซีเมทิลใน
 รูปเกลือโซเดียม($\text{NaOOC} - \text{CH}_2 - \text{Substituting group}$)

89 = mole fraction ของกลุ่มคาร์บอกซีเมทิล ในรูปของเกลือทองแดง
 (ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 3, 9)

2.5.14 การวิเคราะห์หาปริมาณเกลือ ไกลคอเลต และเกลือคลอไรด์

วิธีวิเคราะห์ ชั่งตัวอย่างที่อบแห้งแล้วประมาณ 2 กรัม โดยอ่านค่าให้ละเอียดถึง 0.1 มิลลิกรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำละลายเอทานอลในน้ำ (4:1) 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร และทิ้งไว้เป็นเวลา 30 นาที นำส่วนผสมกรองผ่านซินเตอร์กลาสส์คริสเบิลที่ทราบน้ำหนักแน่นอนแล้วโดยใช้ suction pump ล้างตะกอนด้วยเอทานอล 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร 2 ครั้ง และตามด้วย เอทิล อีเทอร์จนกระทั่งแน่ใจว่าหมดเอทานอล จากนั้นนำตะกอนไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 105 ± 2 องศาเซลเซียส ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นในเดซิเคเตอร์ ชั่งแล้วอบซ้ำจนมวลคงที่ หาน้ำหนักของกากที่เหลือจากการสกัด ด้วยเอทานอลคำนวณหาปริมาณเกลือ ไกลคอเลต เกลือคลอไรด์จากสูตร

ปริมาณเกลือ ไกลคอเลต และเกลือคลอไรด์

$$\text{ร้อยละ โดยน้ำหนักอบแห้ง} = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1} \times 100$$

เมื่อ m_1 คือ มวลของตัวอย่างที่อบแห้งแล้ว หน่วย เป็นกรัม

m_2 คือ มวลของกากที่เหลือจากการสกัด หน่วยเป็นกรัม

(ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 3, 10)

2.5.15 การวิเคราะห์ปริมาณ โซเดียม(Na)และ โพแทสเซียม(K) โดยเทคนิค Flame photometry)

การวิเคราะห์หาปริมาณ โลหะหนักในเซลล์ลูโลสและอนุพันธ์เซลล์ลูโลสโดย เทคนิค นี้ต้องเผาตัวอย่างให้เป็นเถ้าแล้วเตรียมเป็นสารละลายในกรด จากนั้นนำไปวิเคราะห์ปริมาณ

วิธีวิเคราะห์

-ชั่งตัวอย่างที่อบแห้งมา 1 กรัม อ่านค่าให้ละเอียดถึง 0.1 มิลลิกรัม นำไปเผาไล่คาร์บอนด้วยตะเกียงบุนเสน แล้วนำไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เอาออกปล่อยให้ ละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร เทใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร กรองสารละลายด้วยกระดาษกรอง เจือจางสารให้มีปริมาณอยู่ในช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟสอบเทียบ

-สร้างกราฟสอบเทียบโดยใช้สารละลายมาตรฐานช่วงใช้งาน (working standard) ของสารที่ต้องการวิเคราะห์ โดยใช้สารละลายมาตรฐาน โซเดียมและ โพแทสเซียม ความเข้มข้น 1, 5 และ 10 ส่วนในล้านส่วนที่มี สารละลายแลนทานัมร้อยละ 1 ผสมอยู่ ร้อยละ 1

-วิเคราะห์สารละลายตัวอย่าง

- หมายเหตุ
1. ปรับเครื่องให้อ่าน ศูนย์ ด้วยสารละลายแบลนค์ ก่อนวิเคราะห์ตัวอย่าง
 2. ภาชนะที่ใช้ในการทดลองตั้งตามคู่มือการใช้เครื่อง

- การคำนวณ ปริมาณ โซเดียมและ โพแทสเซียม ร้อยละของน้ำหนักอบแห้งจากสูตร

$$M = \frac{C \times V \times 10^{-4}}{W}$$

เมื่อ	M	=	ปริมาณโซเดียมและโพแทสเซียม ร้อยละของน้ำหนักอบแห้ง
	C	=	ความเข้มข้นของโซเดียมและโพแทสเซียมที่อ่านได้จากกราฟสอบเทียบ หน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร
	V	=	ปริมาตรของสารละลายที่เตรียม หน่วยเป็นลูกบาศก์เซนติเมตร
	W	=	น้ำหนักตัวอย่างที่เตรียม หน่วยเป็นกรัม
	10^{-4}	=	แฟกเตอร์ที่สำหรับการเปลี่ยนหน่วยเป็นร้อยละ

(ผลการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 3, 11)

2.5.16 การวิเคราะห์ปริมาณคลอไรด์⁽⁸⁾

วิธีวิเคราะห์ ซึ่งตัวอย่างที่อบแห้งแล้วมาประมาณ 2.5 กรัม โดยอ่านค่าให้ละเอียดถึง 0.1 มิลลิกรัม ใส่ลงในแพลทินัมครูบิลหรือพอร์ซเลนครูบิล เริ่มให้ความร้อนที่ละน้อยจนกระทั่งไม่มีควันนำไปเผาต่อในเตาเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส จนกระทั่งได้สีขาวดั่งทิ้งไว้ให้เย็น บดแล้วสกัดหลายๆครั้งด้วยน้ำกลั่นที่อุ่น กรองสิ่งที่สกัดได้ใส่ในขวดแก้ววัดปริมาตรขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำให้เป็นกรดด้วยไนตริกเข้มข้น แล้วเติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร ปิเปตสารละลายนี้มา 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเติมสารละลายเงินไนเตรดเข้มข้น 0.02 N 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปไทเทรตกลับด้วยสารละลายแอมโมเนียมไทโอไซยาเนตเข้มข้น 0.02 N ที่มีสารละลายเหล็ก(II) แอมโมเนียมซัลเฟตเป็นอินดิเคเตอร์ ให้เตรียมสารละลายแบลลงค์ด้วย จุดยุติสีของสารละลายจะเปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นสีส้มแดงแล้วคำนวณหาปริมาณโซเดียมคลอไรด์จากสูตร

$$\text{ปริมาณโซเดียมคลอไรด์ ร้อยละ(ของน้ำหนักอบแห้ง)} = \frac{V \times 0.001169 \times 5}{m} \times 100$$

เมื่อ V คือปริมาตรของสารละลายเงินไนเตรดที่ใช้ไทเทรตเป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

m คือมวลของตัวอย่าง เป็นกรัม

(ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 3, 12)

บทที่ 3

ผลการทดลอง

3.1 ผลการทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมี

ตารางที่ 2 แสดงผลการทดสอบทางกายภาพและทางเคมี

รายการที่ทดสอบ	หมายเลขปฏิบัติการ	
	UB. 267	UB.269
1. ลักษณะทั่วไป	เป็นของแข็ง สีขาว เบาไม่มีกลิ่น ดูดดีไฟอย่างรวดเร็ว ไม่มีเขม่า ไม่มี การปะทุ มีกลิ่นเล็กน้อย ละลาย น้ำ มี pH เป็นด่าง ทดสอบเปลวไฟ ไม่พบโซเดียม เมื่อเติมกรดเกลือไม่ เกิดปฏิกิริยา	เป็นของแข็ง สีขาว เบาไม่มีกลิ่น ไม่ดูดดีไฟทุกหม้อย่างช้าค่อยๆ พองขึ้น หลังการเผาไหม้ มีกลิ่น ละลายน้ำมี pH เป็นด่าง ทดสอบ เปลวไฟ พบโซเดียมเมื่อเติมกรด เกลือให้เกิดคาร์บอนไดออกไซด์ แสดงว่าเจ้าเป็น โซเดียมคาร์บอเนต
2. จุดหลอมเหลว	สลายตัวที่อุณหภูมิ 260-270 องศา เซลเซียส	สลายตัวที่อุณหภูมิ 243-270 องศา เซลเซียส
3. การละลาย	ไม่ละลายในน้ำ กรดเจือจางและตัว ทำละลายอินทรีย์ ละลายเล็กน้อยใน สารละลายโซเดียม ไฮดรอกไซด์ N	ละลายในน้ำเย็นและน้ำร้อน ไม่ ละลายใน เอทานอลและ อะซิ โตน
4. ความเป็นกรด-ด่าง ของสาร ละลายร้อยละ 1	6.78	7.01
5. ความหนืด ของสารละลาย ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก	-	2050 เซนติพอยส์
6. การทดสอบธาตุจากการทำ Sodium fusion	ไม่พบกำมะถัน ในโครเจนและฮาโล เจน	ไม่พบกำมะถัน และในโครเจนแต่ พบฮาโลเจน
7. การทดสอบหมู่คาร์บอกซิลิก	ไม่พบ	ไม่พบ
8. การทดสอบ คาร์โบไฮเดรต	ได้สีชมพู	ได้สีชมพู
8. การทดสอบลักษณะบ่ง เอกลักษณ์ ของCMCโดยการตกตะกอนด้วยสาร ละลายทองแดง(II)ซัลเฟต	-	ได้ตะกอนสีฟ้า
9. การทดสอบลักษณะบ่ง เอกลักษณ์ ของCMCโดยการตกตะกอนด้วยสาร ละลายโคบอลต์-ยูเรนิลอะซิเตด	-	ได้ตะกอนสีเหลือง

3.2 ผลการวิเคราะห์สเปกโทรสโกปี

3.2.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค FT – IR

จากการเปรียบเทียบอินฟราเรดสเปกตรัมของเซลลูโลสมาตรฐานกับสเปกตรัมของสารตัวอย่าง Solka-Floc 200FCC หมายเลขปฏิบัติการ UB.267 พบว่าไม่มีความแตกต่างดังได้แสดงใน รูปที่ 3 และ 5 ทำนองเดียวกันอินฟราเรดสเปกตรัมของสารตัวอย่าง Celtic HH หมายเลขปฏิบัติการ UB.269 ให้ผลเหมือนกับอินฟราเรดสเปกตรัมมาตรฐานของโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส⁽¹³⁾ ดังได้แสดงใน รูปที่ 4 และ 6

ข้อมูลผลการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของทั้งสองตัวอย่างแสดงในตารางที่ 4

3.2.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT – NMR

จากการวิเคราะห์โครงสร้างโดย ¹³C with ¹H decoupling NMR พบว่าสเปกตรัมของตัวอย่าง Celtic HH หมายเลขปฏิบัติการ UB.269 ให้รูปแบบเช่นเดียวกับ ¹³C with ¹H decoupling NMR สเปกตรัมของโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสมาตรฐาน ซึ่งมี 3 สัญญาณ ที่ตำแหน่ง 62, 70-73 และ 180 ppm ดังได้แสดงในรูปที่ 7 และ 8 ข้อมูลผลวิเคราะห์สเปกตรัมของตัวอย่างแสดงในตารางที่ 5

3.2.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผิวของเส้นใยด้วย SEM

จากการวิเคราะห์โครงสร้างผิวของเส้นใยของตัวอย่าง Solka-Floc 200FCC หมายเลขปฏิบัติการ UB 267 พบว่าเส้นใยของตัวอย่างมีลักษณะเป็นแท่งกลวงและกลมมีรูปร่างเป็นทรงกระบอก ดังได้แสดงในรูปที่ 9 ลักษณะเหมือนกับเส้นใยของเซลลูโลสมาตรฐานดังได้แสดงในรูปที่ 11 แต่โครงสร้างผิวของตัวอย่าง Celtic HH หมายเลขปฏิบัติการ UB 269 พบว่าเป็นกลุ่มของสารที่จับตัวกับแท่งกลมทรงกระบอกดังได้แสดงในรูปที่ 10

3.3 ผลการวิเคราะห์ทางปริมาณ

ตารางที่ 3 แสดงผลการวิเคราะห์ทางปริมาณ

รายการที่วิเคราะห์	หมายเลขปฏิบัติการ	
	UB.267	UB.269
1. ความชื้น, ร้อยละ	5.7	9.6
2. เซลลูโลส, ร้อยละของน้ำ หนักอบแห้ง	97.6	-
3. โซเดียมคาร์บอเนตซีเมติก เซลลูโลส, ร้อยละของน้ำหนัก อบแห้ง	-	69.4
4. โซเดียม, ร้อยละของน้ำหนัก อบแห้ง	-	15.2
5. โพแทสเซียม, ร้อยละของน้ำ หนักอบแห้ง	-	0.2
6. เกลือไกลคอกเลต และเกลือ คลอไรด์, ร้อยละของน้ำหนักอบ แห้ง	-	27.0
7. คลอไรด์, ร้อยละของน้ำหนัก อบแห้ง	-	6.8

บทที่ 4

วิจารณ์ผล

จากการทดสอบทางกายภาพของตัวอย่าง Solka-Floc 200FCC หมายเลขปฏิบัติการ UB 267 พบว่าตัวอย่างเป็นสารอินทรีย์ล้วน ทดสอบหุ้มฟุ้งกั้นพบโครงสร้างแบบเซลลูโลสผลการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค FT-IR พบว่าสเปกตรัมของ ตัวอย่างมีลักษณะคล้ายกับสเปกตรัมของเซลลูโลสมาตรฐาน และทดสอบลักษณะบ่งเอกลักษณ์ของเซลลูโลส ในตัวอย่างโดยวิเคราะห์โครงสร้าง ด้วย SEM พบว่า ตัวอย่างมีลักษณะ โครงสร้างเป็นเส้นใยซึ่งตรงกับเอกลักษณ์ของเซลลูโลสมาตรฐาน

เมื่อนำตัวอย่างไปวิเคราะห์ปริมาณเซลลูโลส โดยการย่อยสลายด้วยกรดซัลฟิวริกเข้มข้นซึ่งจะเปลี่ยนเซลลูโลสให้อยู่ในรูปน้ำตาลกลูโคสและถูกออกซิไดซ์ด้วยโพแทสเซียมไดโครเมต แล้วนำมาไทเทรตกลับด้วยสารละลายเหล็ก(II)แอมโมเนียมซัลเฟต โดยมีออร์โทฟีแนนโทรีนเป็นอินดิเคเตอร์ทำให้ทราบปริมาณของเซลลูโลสที่ทำปฏิกิริยาพอดีกับโพแทสเซียมไดโครเมต ซึ่งเป็นปริมาณของเซลลูโลสที่มีอยู่ในตัวอย่างนั่นเอง จากผลการไทเทรตทำให้ทราบปริมาณเซลลูโลส ร้อยละ 97.6 โดยน้ำหนักอบแห้ง

จากการทดสอบทางกายภาพของตัวอย่าง Celltic HH หมายเลขปฏิบัติการ UB 269 พบว่ามีโครงสร้างเป็นสารอินทรีย์ และเมื่อนำไปเผาเหลือเถ้าสีขาวของโซเดียมคาร์บอเนต แสดงว่า ตัวอย่างดังกล่าวเป็นเกลืออินทรีย์ของโซเดียม วิเคราะห์ธาตุไม่พบ กำมะถัน และไนโตรเจน แต่พบคลอไรด์ แสดงว่าในตัวอย่างมีเกลือคลอไรด์ ทดสอบหุ้มฟุ้งกั้นพบโครงสร้างแบบเซลลูโลส การทดสอบลักษณะบ่งเอกลักษณ์ของโซเดียมคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส ในตัวอย่าง โดยวิธีตกตะกอนด้วยสารละลายทองแดง(II)ซัลเฟต ได้ตะกอนสีฟ้าของเกลือทองแดงคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสและเมื่อทดสอบด้วยสารละลายโคบอลต์-ยูเรนิลอะซิเตต ในสารละลายที่กรองได้จากการตกตะกอน ได้ตะกอนสีเหลืองของโซเดียมโคบอลต์-ยูเรนิลอะซิเตต พบว่าตรงกับเอกลักษณ์ของโซเดียมคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส และพิสูจน์ยืนยันด้วยสเปกโทรสโกปี FT-IR และ FT-NMR พบว่าสเปกตรัมของตัวอย่างมีลักษณะเช่นเดียวกับสเปกตรัมของโซเดียมคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส มาตรฐาน โดย FT-NMR สเปกตรัม แสดงตำแหน่ง Sodium carboxymethylcellulose ที่ตำแหน่งเดียวกัน ผลการวิเคราะห์โครงสร้าง ด้วย SEM พบว่า มีลักษณะโครงสร้างเป็นเป็นโพลิเมอร์ ซึ่งมีลักษณะเส้นใยแตกต่างจากลักษณะ โครงสร้างของเซลลูโลสมาตรฐานและตัวอย่าง Solka-Floc 200FCC อย่างเห็นได้ชัด(ดูรูปที่ 9, 10, 11)

เมื่อนำตัวอย่างไปวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสโดยวิธีตกตะกอนด้วยทองแดง(II)ซัลเฟต ได้ร้อยละ 69.4 โดยน้ำหนักอบแห้ง

การวิเคราะห์โซเดียมคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสโดยวิธีตกตะกอนด้วยทองแดง(II)ซัลเฟต สามารถวิเคราะห์ปริมาณ โซเดียมคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส ได้โดยตรงและเหมาะสมกับชั้นคุณภาพและความบริสุทธิ์ของ โซเดียมคาร์บอกซิเมทิล-เซลลูโลส ที่มีความบริสุทธิ์ไม่สูงมาก ผลการวิเคราะห์

ปริมาณ โซเดียมคาร์บอเนตซีเมตลเซตลูโลส พบว่ามีความบริสุทธิ์อยู่ที่ประมาณร้อยละ โดยน้ำหนักอบแห้งเท่ากับ 69.4 เหมาะสำหรับใช้ในอุตสาหกรรม เมื่อพิจารณาวิธีวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของโซเดียมคาร์บอเนตซีเมตลเซตลูโลส ตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม มอก.1492-2541 : โซเดียมคาร์บอเนตซีเมตลเซตลูโลสสำหรับอุตสาหกรรมและ มอก.1493-2541 โซเดียมคาร์บอเนตซีเมตลเซตลูโลสสำหรับเครื่องสำอาง พบว่าวิธีการหาความบริสุทธิ์กับวิธีหาปริมาณเกลืออนินทรีย์เป็นส่วนกลับซึ่งกันและกัน กล่าวคือความบริสุทธิ์คำนวณจากปริมาณสารที่เหลือจากการสกัดด้วยเอทานอล ส่วนเกลืออนินทรีย์อิสระไกลโคเลตและสารอื่นคำนวณจากปริมาณสารที่สกัดได้จากเอทานอล ผลการวิเคราะห์เกลืออนินทรีย์อิสระไกลโคเลตอิสระและสารอื่นที่ละลายได้ ในแอลกอฮอล์ ร้อยละ 27.0 ดังนั้นความบริสุทธิ์ก็ประมาณ ร้อยละ 100-27.0 เท่ากับ 73 ซึ่งสูงกว่าปริมาณโซเดียมคาร์บอเนตซีเมตลเซตลูโลสที่วิเคราะห์ได้โดยวิธีตกตะกอนด้วยทองแดง อาจเนื่องมาจากตัวอย่างมีเกลืออนินทรีย์ตัวอื่นที่ไม่ละลายในแอลกอฮอล์ปนอยู่ และการสกัดสารที่ไม่ใช่โซเดียมคาร์บอเนตซีเมตลเซตลูโลสออกไม่หมด

นอกจากนี้ยังวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมคลอไรด์ พบ ร้อยละ 11.2 โดยน้ำหนักอบแห้ง และโซเดียมไกลโคเลต ร้อยละ 15.8 โดยน้ำหนักอบแห้ง

บทที่ 5

สรุปผลและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผล

จากผลการวิเคราะห์ทางกายภาพและทางเคมีของตัวอย่าง Solka-Floc 200 FCC หมายเลขปฏิบัติการ UB.267 พบว่ามีโครงสร้างเป็นเซลลูโลสซึ่งสามารถยืนยันได้ด้วยผลการทดสอบเอกลักษณ์เฉพาะของเซลลูโลส โดย SEM และเปรียบเทียบลักษณะโครงสร้างของตัวอย่างกับเซลลูโลสมาตรฐาน(รูปที่ 9, 11)

วิเคราะห์ปริมาณเซลลูโลสในตัวอย่าง Solka-Floc 200 FCC พบเซลลูโลส ร้อยละ 97.6 โดยน้ำหนักอบแห้ง

จากผลการตรวจสอบคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของตัวอย่าง Celtic HH หมายเลขปฏิบัติการ UB.269 แล้วพิสูจน์โครงสร้างด้วยเทคนิค FT-NMR ให้ผลสอดคล้องกันจึงสามารถสรุปได้ว่าตัวอย่างเป็น โซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

วิเคราะห์ปริมาณโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสตัวอย่าง Celtic HH พบโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส ร้อยละโดยน้ำหนักอบแห้ง 69.4 วิเคราะห์ปริมาณโซเดียมคลอไรด์ พบร้อยละ 11.2 โซเดียมไกลคอลเลต พบร้อยละ 15.8 โดยน้ำหนักอบแห้ง

5.2 ข้อเสนอแนะ

การเลือกวิธีวิเคราะห์ควรพิจารณาถึงความเหมาะสมโดยคำนึงถึงความบริสุทธิ์ของสารตัวอย่างเป็นหลัก ชั้นคุณภาพตลอดจนการนำไปใช้งาน สิ่งเจือปน วิธีการ เทคนิคการวิเคราะห์ การควบคุมคุณภาพ ตรวจสอบความแม่นยำและความเที่ยง ความสะดวกรวดเร็ว ค่าใช้จ่าย เช่น ต้องการทราบปริมาณโซเดียมคาร์บอกซี-เมทิลเซลลูโลสที่ใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร ต้องวิเคราะห์ ตามวิธี มอก.1491-2541 และวิเคราะห์คุณลักษณะทางเคมีอื่นตามมาตรฐานกำหนด ถ้าเป็นโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส สำหรับใช้ในอุตสาหกรรม ก็สามารถเลือกได้หลายวิธีแล้วแต่ความเหมาะสมโดยพิจารณาจาก ความบริสุทธิ์ สิ่งเจือปน ถ้ามีเกลืออนินทรีย์ตัวอื่นที่ไม่ละลายในแอลกอฮอล์ ก็ต้องหาให้ครบแล้วนำไปลบออกจากความบริสุทธิ์ ที่ทำได้ ในกรณีนี้ ควรหาปริมาณโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส โดยตรงด้วยการตกตะกอนเป็นทองแดงคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสแล้วคำนวณเป็น โซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส ตามวิธีที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้น จะให้ผลถูกต้องมากกว่า

จากการศึกษาลักษณะโครงสร้างโดย SEMและวิธีวิเคราะห์ปริมาณเซลลูโลส พบว่าเป็นวิธีที่ให้ผลถูกต้อง ควรจัดทำเป็นวิธีมาตรฐานสำหรับทดสอบเซลลูโลส ส่วนวิธีวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส ตามวิธี มอก.1492-2541 เป็นวิธีวิเคราะห์โดยอ้อมจึงอาจเป็นสาเหตุหนึ่งที่ทำให้ผลการวิเคราะห์ไม่ถูกต้อง ควรดำเนินการปรับปรุงแก้ไขต่อไป

กิตติกรรมประกาศ

ผู้เขียนขอขอบพระคุณ นางส่องแสง เลี้ยวสวัสดิ์ ผู้อำนวยการกองเคมี นางสาวจันทร์เพ็ญ ใจ
ธีรภาพกุล หัวหน้ากลุ่มงานอินทรีย์เคมีวิเคราะห์ ที่ได้กรุณาให้คำแนะนำที่เป็นประโยชน์และแก้ไขข้อ
บกพร่อง ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่กลุ่มงานอินทรีย์เคมีประยุกต์ ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการวิเคราะห์ด้วย
NMR และ IR นางภัทรา ปัญญาวัฒนากิจที่ให้ความอนุเคราะห์ตรวจสอบคำผิด งานเย็บและกระดาษที่
ให้ความอนุเคราะห์เชลลูลอสมมาตรฐาน นายชัยวัฒน์ ธานีรัตน์ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการวิเคราะห์ด้วย
SEM ทำให้งานศึกษาครั้งนี้สำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์

เอกสารอ้างอิง

1. เซลลูโลสและอนุพันธ์ของเซลลูโลส 2002(ออนไลน์) เข้าถึงได้จาก <http://www.customs.go.th/>
จาก <http://203.101.137.40/cgi-bin/statistic/normal.cgi>
2. บริษัทไทยเซลลูโลสโปรดักส์จำกัด. TTIS Textile Digest. มีนาคม, 2537, ปีที่ 2 ฉบับที่ 11 หน้า 28-30.
3. ปรากฏการณ์ซีเอ็มซี (Sodium Carboxymethyl Cellulose). TTIS Textile Digest. พฤษภาคม, 2537.
ปีที่ 2 ฉบับที่ 13 หน้า 24-25.
4. มนตรี รัตนวิจิตร. การประยุกต์ใช้ซีเอ็มซีในอุตสาหกรรมต่างๆ. TTIS Textile Digest. มิถุนายน,
2537, ปีที่ 2 ฉบับที่ 14 หน้า 22-23.
5. ชุภันท์ มิลเลอร์. โซเดียมคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส. วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ. มกราคม,
2540, ปีที่ 45, ฉบับที่ 143, หน้า 15-46.
6. สุทธิเวช ด.แสงจันทร์. คู่มือปฏิบัติการอินทรีย์เคมีประยุกต์การทดสอบหมู่ฟังก์ชัน. กองเคมี กรม
วิทยาศาสตร์บริการ. มิถุนายน 2539. หน้า 1-58.
7. สโมสรศุลกากร. พิกัดอัตราภาษีศุลกากรและภาษีการค้า. 1 มกราคม 2531. หน้า 120.
8. สำนักมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมโซเดียมคาร์บอกซิเมทิล
เซลลูโลสชั้นคุณภาพอาหาร. มอก.1491-2541. หน้า 1-8.
9. สำนักมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมโซเดียมคาร์บอกซิเมทิล
เซลลูโลสสำหรับใช้ในอุตสาหกรรม. มอก.1492-2541. หน้า 1-9.
10. สำนักมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมโซเดียมคาร์บอกซิเมทิล
เซลลูโลสสำหรับเครื่องสำอาง. มอก.1493-2541. หน้า 1-7.
11. สำนักมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมวิธีวิเคราะห์และทดสอบ
ผงซักฟอก. มอก. 578-2540. หน้า 4-6.
12. American Society for Testing and Materials. Standard test method for metals in cellulose by
atomic absorption spectrophotometry. In Annual Books of ASTM standard: cellulose and
cellulose derivatives. Washington, DC: ASTM 1999 p. 566-568
13. Bore' p. Cosmetic analysis selective methods and techniques. (cosmetic analysis Vol.4) New
York: Marcel dekker, Inc., n.d. p.440-446
14. Committee on Food Chemicals Codex. Food chemicals codex. 4th edition, Effective July 1,1996.
p.96-97, p.357-359. (Food and Nutrition Board Institute of Medicine National Academy of
Science).

15. Emil ott, Harold M, and Graffin W. Cellulose and cellulose derivatives. 2nd rev. part III. New York : Interscience publisher, Inc., n.d. p. 1358-1472.
16. Gessner,G.Hawley. The Condensed chemical dictionary. 9th rev. NewYork : Van nostrand reinhold company , Inc.,n.d.p.175-176
17. The Cosmetic Toiletry and Fragrance Association. C.T.F.A. Compendium of cosmetic ingradient compositon methods. Washington, D.C.1990. C.T.F.A. Method D13-1
18. The Perkin- Elmer corporation . Analytical methods for atomic absorption spectrometry . United Stated of America ,1994 p. 62-96
19. Wilton R, Goynes. Surface characterization of textiles using SEM. In Mastura Raheel. Modern textiles characterization methods. New York: Marcel dekker, Inc, 1996. p. 145-173

ภาคผนวก

ตารางที่ 4 คลื่นเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของตัวอย่าง UB.267 และ UB.269

ตัวอย่าง	หมายเลขปฏิบัติการ	เลขคลื่น, ซม. ⁻¹	รูปร่าง	การแปลผล	หมายเหตุ
Solka-Floc 200FCC	UB 267	3378(s)	broad	OH-Stretching	การแปลผลอ้างอิง ⁽¹⁹⁾ : Infrared absorption band of cellulose
		2898(m)	sharp	CH ₂ -Stretching	
		1642(m)	sharp	C=O Stretching(carbonyl group)	
		1429(w)	sharp	CH ₂ bending	
		1163(w)	sharp	C-O Stretching(ether group)	
		1058(s)	broad	C-C Stretching	
		3340(s)	broad	OH-Stretching	
Cellic HH	UB.269	1605(s)	sharp	Asymmetrical and symmetrical stretching vibration of carboxylate ion	การแปลผลอ้างอิง ⁽²³⁾ : Infrared absorption band of Sodium carboxymethylcellulose
		1424(m)	sharp	ether and alcohol group of cellulose	
		1131(s)	sharp		
		1060(s)	sharp		

หมายเหตุ

s = strong

m = medium

w = weak

ตารางที่ 5 NMR สเปกตรัมของตัวอย่าง Celtic HH หมายเลขปฏิบัติการ UB 269

สัญลักษณ์	Chemical shift , (ppm)	การแปลผล	หมายเหตุ
Singlet	62	คาร์บอนอะตอมใน $\text{CH}_2\text{COONa OCH}_2$	การแปลผลอ้างอิง ⁽¹³⁾
Singlet	73	คาร์บอนอะตอมใน glucose unit	
Singlet	180	คาร์บอนอะตอมใน คาร์บอกซิลิก ของ $\text{CH}_2\text{COO Na}$	

ตารางที่ 6 แสดงผลการวัดความหนืดของสารละลายร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ของตัวอย่าง UB.269

	เข็มเบอร์	rpm	factor	ค่าที่อ่านได้		
1	2	6	50	41.5	41	41.0
2	2	6	50	41	41	41.5

$$41 \times 50 = 2050 \text{ centipoise}$$

ตารางที่ 7 ข้อมูลคิบัติการวิเคราะห์ความชื้น

ชื่อตัวอย่าง	น้ำหนักตัวอย่าง, กรัม	น้ำหนักขวดชั่ง, กรัม	น้ำหนักขวดชั่งบวกน้ำหนักสารหลังอบ, กรัม	ความชื้น, ร้อยละ
UB267 a	0.7496	17.3574	18.0650	5.60
UB26 b	1.0826	16.3977	17.4179	5.70
UB269 a	1.2110	19.1671	20.2623	9.56
UB269 b	1.1089	19.5803	20.5826	9.61

ตารางที่ 8 ข้อมูลคิบัติการวิเคราะห์ปริมาณเซลลูโลส

ชื่อตัวอย่าง	น้ำหนักตัวอย่าง, กรัม	ปริมาตร 0.1 N $\text{NH}_4 \text{Fe SO}_4$, ลบ.ซม.	ปริมาณเซลลูโลส, ร้อยละ
แบบลงค์ 1	-	64.6	-
แบบลงค์ 2	-	64.6	-
UB267/1	0.1724	17.2	97.64
UB267/2	0.1810	15.0	97.64

ตารางที่ 9 ข้อมูลคิบัติการวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

ชื่อตัวอย่าง	น้ำหนักตัวอย่างอบแห้ง, กรัม	น้ำหนัก CuCMC, กรัม	ปริมาตร 0.1 N Na_2SO_3	น้ำหนัก Cu g/mL	สัดส่วน Cu	DS	NaCMC
UB269 a	0.2178	0.1588	4.30	0.0064	0.1732	1.6918	69.38
UB269 b	0.2255	0.1641	4.35	0.0064	0.1694	1.6216	69.31

ตารางที่ 10 ข้อมูลดิบการวิเคราะห์ปริมาณเกลือไกลคอเลตและเกลือคลอไรด์ของตัวอย่างUB.269

น้ำหนักตัวอย่าง, กรัม	น้ำหนักตัวอย่าง ที่เหลือ, กรัม	น้ำหนักตัวอย่าง ที่หายไป, กรัม	ความบริสุทธิ์, ร้อยละ	เกลืออนินทรีย์ไกลคอเลตอิสระ และสารอื่นที่ละลายได้ใน แอลกอฮอล์, ร้อยละ
2.0012	1.4608	0.5404	73.0	27.00
2.0198	1.4741	0.5457	72.99	27.01
2.0200	1.4743	0.5457	72.99	27.01

ตารางที่ 11 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมและโพแทสเซียมด้วยเครื่องเฟลมโฟโตมิเตอร์

รายการวิเคราะห์	UB 267	UB 269
โซเดียม (Na) ร้อยละ	-	15.2
โพแทสเซียม(K) ร้อยละ	-	0.2

ตารางที่ 12 ข้อมูลดิบการวิเคราะห์ปริมาณคลอไรด์ ของตัวอย่างUB 269

น้ำหนักตัวอย่าง , กรัม	ปริมาตร 0.1 N AgNO ₃	คลอไรด์ (Cl) ร้อยละ
2.5036	9.50	6.87
2.5633	9.60	6.78
2.5271	9.50	6.80

ตารางที่ 13 แสดงคุณลักษณะทางฟิสิกส์และทางเคมีของโซเดียมคาร์บอเนตซีเมตริกซ์เกลือ
 ชั้นคุณภาพอาหาร⁽³⁾

รายการ ที่	คุณลักษณะ	เกณฑ์ที่กำหนด	วิธีวิเคราะห์ ตาม
1	โซเดียมคาร์บอเนตซีเมตริกซ์เกลือ ร้อยละโดยน้ำหนักอบแห้งไม่น้อยกว่า	99.5	ข้อ 8.3
2	สารหนู มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ไม่เกิน	3	ข้อ 8.4
3	โซเดียม ร้อยละโดยน้ำหนักอบแห้ง ไม่เกิน	9.5	ข้อ 8.5
4	ระดับการแทนที่ โคอิกซ์ของคาร์บอเนตซีเมตริกซ์ ($-CH_2COOH$)		
	ต่อแอนไฮไดรด์เกลือ 1 หน่วย หลังการอบแห้ง	0.20 ถึง 1.00	ข้อ 8.6
5	โลหะหนัก (เทียบเป็นตะกั่ว) ร้อยละโดยน้ำหนัก ไม่เกิน	0.004	ข้อ 8.7
6	ตะกั่ว มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ไม่เกิน	10	ข้อ 8.8
7	น้ำหนักที่สูญเสียเนื่องจากการอบ ร้อยละโดยน้ำหนัก ไม่เกิน	10	ข้อ 8.9
8	ความหนืด เมื่อทำเป็นสารละลายร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก		
	ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เซนติปัวส์ (centipoises)		
	ไม่น้อยกว่า	25	ข้อ 8.10
9	ความเป็นกรด-ด่าง เมื่อทำเป็นสารละลาย 1.01 กรัม		
	ต่อลูกบาศก์เซนติเมตร	6.5 ถึง 8.5	ข้อ 8.11

ตารางที่ 14 แสดงคุณลักษณะทางฟิสิกส์และทางเคมีของโซเดียมคาร์บอเนตซีเมติกเซลลูโลส
สำหรับใช้ในอุตสาหกรรม⁽⁹⁾

รหัสด	ความบริสุทธิ์ต่ำสุด ร้อยละโดยน้ำหนักอบแห้ง		รหัสด	ความหนืด เซนติปัวส์	
	ชั้นคุณภาพ T	ชั้นคุณภาพ P		ชั้นคุณภาพ T	ชั้นคุณภาพ P
5	55	-	EL	10 ถึง 30	
7	70	-	L	30 ถึง 100	
-	-	92	M	100 ถึง 250	
-	-	-	H	250 ถึง 600	
-	-	-	EH	600 ถึง 1000	
-	-	-	SH	เกิน 1000	
-	-	-	L	-	0 ถึง 100
-	-	-	M	-	100 ถึง 600
-	-	-	H	-	เกิน 600

ตารางที่ 15 แสดงคุณลักษณะทางฟิสิกส์และทางเคมีของโซเดียมคาร์บอเนตเมทิลเซลลูโลส
สำหรับเครื่องสำอาง⁽¹⁰⁾

รายการ ที่	คุณลักษณะ	เกณฑ์ที่กำหนด			วิเคราะห์ตาม
		ชนิดความหนืดต่ำ	ชนิดความหนืด ปานกลาง	ชนิดความหนืดสูง	
1	ความหนืด เมื่อทำเป็นสารละลายร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เซนติปัวส์ (centipoises)	ไม่เกิน 100	101 ถึง 600	เกิน 600	ข้อ 9.3
2	ความบริสุทธิ์ ร้อยละโดยน้ำหนักอบแห้ง ไม่น้อยกว่า	94	94	94	มอก.1492
3	น้ำหนักที่สูญเสียเนื่องจากการอบร้อยละโดยน้ำหนัก ไม่เกิน	10	10	10	มอก.1491
4	ระดับการแทนที่ โดยกลุ่มของคาร์บอเนตเมทิล (-CH ₂ COOH) ต่อแอนไฮโดรกลูโคส 1 หน่วย หลังการอบแห้ง	0.4 ถึง 1.0	0.4 ถึง 1.0	0.4 ถึง 1.0	มอก.1491
5	สารที่ไม่ละลายในน้ำ ร้อยละโดยน้ำหนักอบแห้ง ไม่เกิน	3	3	3	ข้อ 9.4
6	เกลืออนินทรีย์ที่ตกตะกอนได้และสารอื่นที่ละลายได้ในแอลกอฮอล์ ร้อยละโดยน้ำหนักอบแห้ง ไม่เกิน	3	3	3	ข้อ 9.5
7	โลหะหนัก (เทียบเป็นตะกั่ว) ร้อยละโดยน้ำหนัก ไม่เกิน	0.002	0.002	.0.002	มอก.1491
8	สารหนู นิลลิทริบค็อกซิโดกรัม ไม่เกิน	2	2	2	มอก.1491

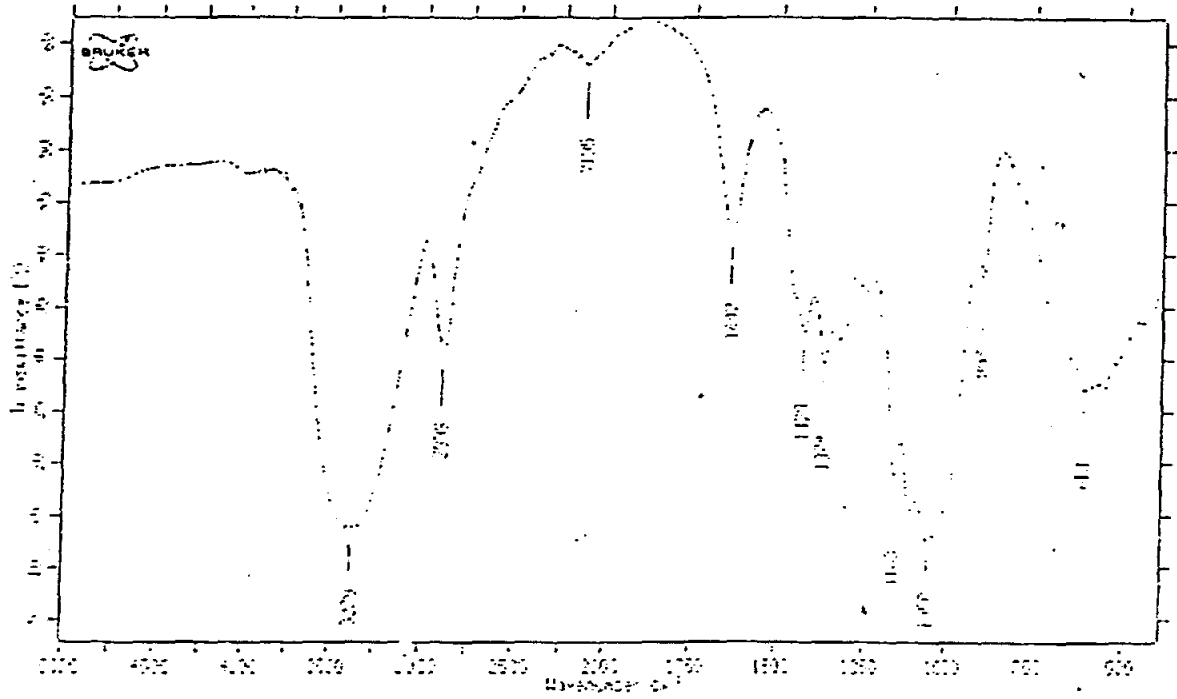
ตารางที่ 16 แสดงพิกัดอัตราภาษีศุลกากรของเซลลูโลสและอนุพันธ์⁽⁷⁾

				%	Unit	Baht	กร-P	รท-C	ภค-T
39.12		เซลลูโลสและอนุพันธ์เคมีของเซลลูโลสที่ไม่ได้ระบุหรือรวมไว้ในที่อื่นในลักษณะขั้นปฐม	Cellulose and its chemical derivative, not elsewhere specified or included in primary forms.				11.0	3000	1.5
		-เซลลูโลสอะซิเตต	-Cellulose acetates						
	3912.11	-- ชนิดอื่นพลาสติกไซค์	-- Non-plasticised	40	กิโลกรัม	8.00			
	3912.12	-- ชนิดพลาสติกไซค์	-- Plasticised	40	กิโลกรัม	8.00			
	3912.20	-เซลลูโลสไนเตรต (รวมถึงคอลลอยเดียม)	-Cellulose nitrates (including collodions)	40	กิโลกรัม	8.00			
		-เซลลูโลสอีเทอร์	- Cellulose ethers:						
	3912.31	-- คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสและเกลือของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส	-- Carboxymethylcellulose and its salts	40	กิโลกรัม	8.00			
	3912.39	-- อื่น ๆ	-- other	40	กิโลกรัม	8.00			
	3912.90	- อื่นๆ	- other	40	กิโลกรัม	8.00			

ตารางที่ 17 สถิติการนำเข้าเซลลูโลสและอนุพันธ์ ระหว่าง มกราคม - ธันวาคม 2543 ถึง
มกราคม - ธันวาคม 2544 จากประเทศต่างๆ⁽¹⁾

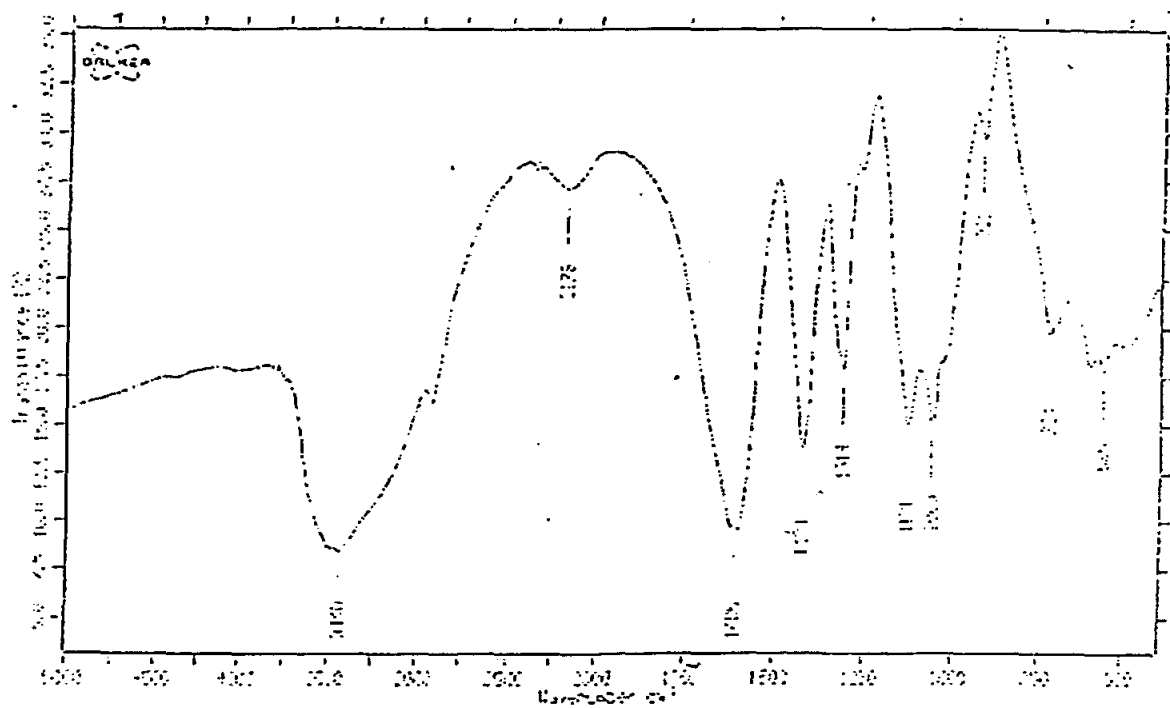
มกราคม - ธันวาคม 2543		มกราคม - ธันวาคม 2544	
ประเทศ	ราคา (บาท)	ประเทศ	ราคา (บาท)
AUSTRALIA	37,064.-	NIGERIA	29,945.-
AUSTRIA	28,606.-	NORWAY	529,156.-
BELGIUM	49,155,491.-	PHILIPPINES	3,121,066.-
BRAZIL	510,883.-	SINGAPORE	749,127.-
CANADA	26,388.-	SPAIN	572,660.-
CHINA	4,853,326.-	SWEDEN	10,294,365.-
FINLAND	20,604,451.-	SWITZERLAND	600,621.-
FRANCE	29,965,044.-	TAIWAN PROVINCE OF CHINA	27,975,133.-
GERMANY	67,420,526.-	TURKEY	1,311.-
HONG KONG	613,511.-	UNITED KINGDOM	8,587,496.-
INDIA	3,471,361.-	AUSTRALIA	10,673.-
INDONESIA	738,788.-	AUSTRIA	2,480,121.-
IRELAND	1,929,085.-	BELGIUM	56,909,384.-
ITALY	8,811,898.-	BRAZIL	1,113,774.-
JAPAN	126,827,798.-	BUNGARIA	1,079,810.-
KENYA	607,623.-	CANADA	79,034.-
KOREA	8,508,085.-	CHINA	13,559,835.-
MALAYSIA	4,184,758.-	CZECH REPUBLIC	29,878.-
NATHERLANDS	35,702,628.-	FINLAND	29,245,983.-
PHILIPPINES	434,466.-	FRANCE	37,233,870.-
SINGAPORE	1,551,230.-	GEORGIA	4,649,144.-
SPAIN	102,066.-	GERMANY	74,732,063.-
SWEDEN	13,175,706.-	INDIA	3,757,087.-
SWITZERLAND	1,272,197.-	INDONESIA	704,877.-
TAIWAN PRAVINCE OF CHINA	9,168,509.-	IRELAND	1,617,883.-
UNITED KINGDOM	4,560,451.-	ITALY	9,292,897.-
UNITED STATES	271,707,721.-	JAPAN	172,206,623.-
		K OREA	9,207,235.-
		MALAYSIA	563,051.-
		NATHERLANDS	46,269,648.-
		UNITED STATES	344,242,499.-
รวม	665,913,660.-	รวม	861,446,249.-

Department of Science Service

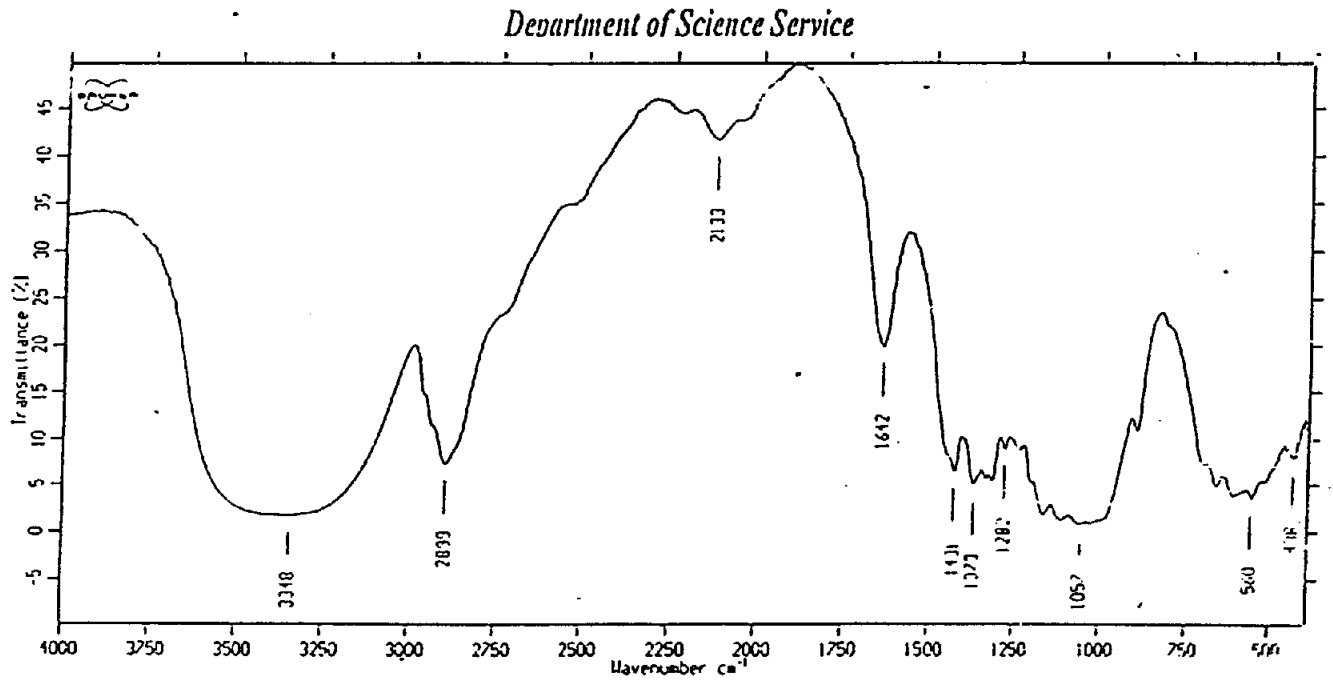


รูปที่ 3 อินฟราเรดสเปกตรัมของตัวอย่าง Solka-Floc 200FCC

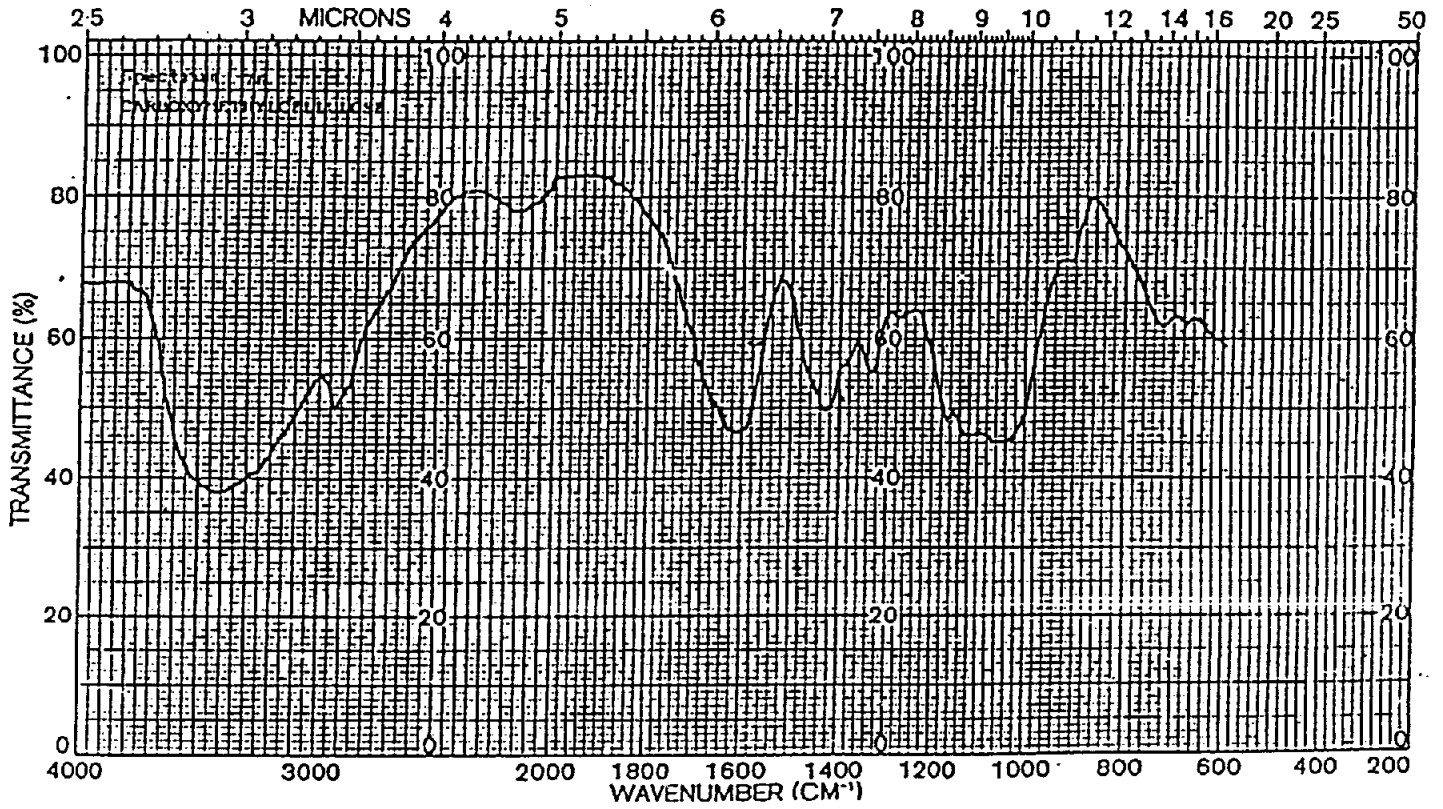
Department of Science Service



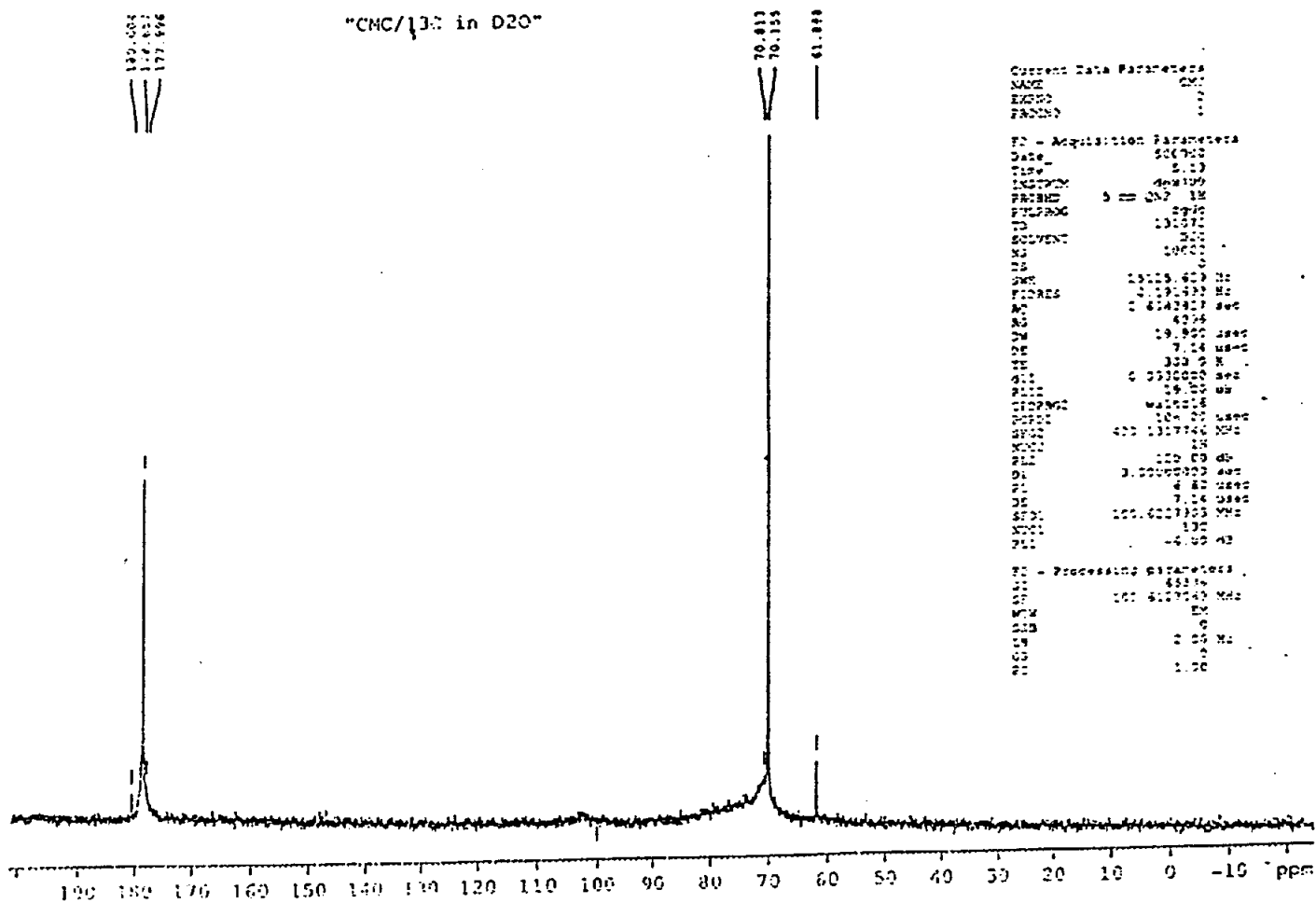
รูปที่ 4 อินฟราเรดสเปกตรัมของตัวอย่าง Celtic HH



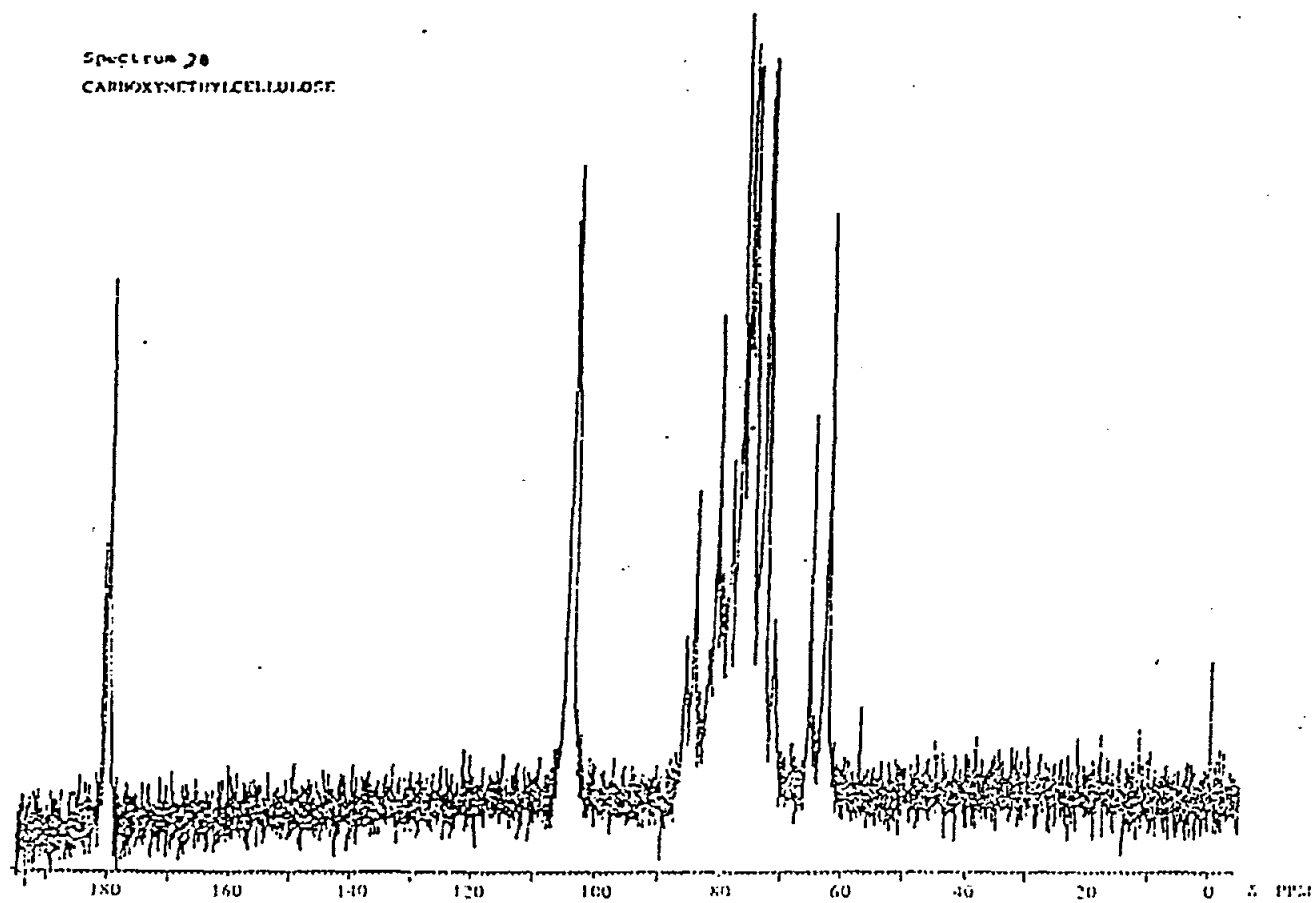
รูปที่ 5 อินฟราเรดสเปกตรัมของเซลลูโลสมาตรฐาน



รูปที่ 6 อินฟราเรดสเปกตรัมของโซเดียมคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสมาตรฐาน



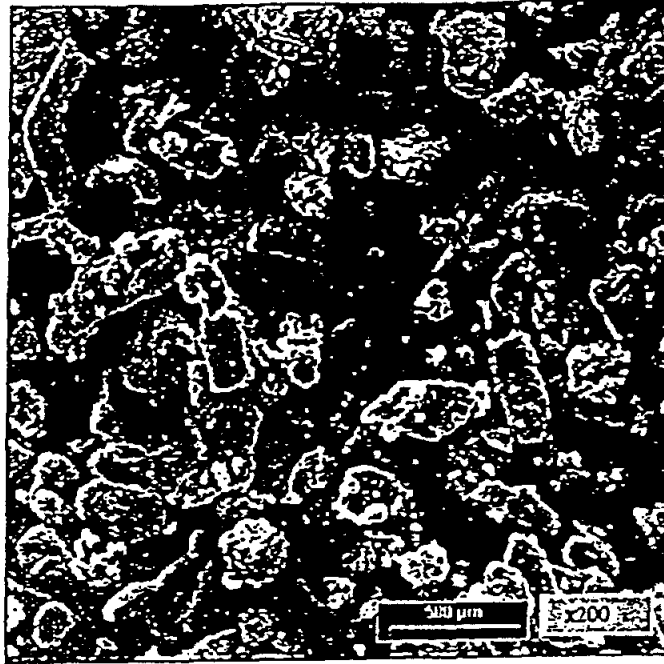
รูปที่ 7 ¹³C NMR สเปกตรัมของตัวอย่าง Celtic HH



รูปที่ 8 ^{13}C NMR สเปกตรัมของโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสมาตรฐาน



รูปที่ 9 ภาพจากเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน(SEM) ของตัวอย่าง Solka-Floc 200FCC



รูปที่ 10 ภาพจากเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน(SEM) ของตัวอย่าง Celtic HH



Cellulose

รูปที่ 11 ภาพจากเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน(SEM) ของเซลลูโลสมาตรฐาน