

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมิน

เพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

ของ

นายคมสัน ตันยืนยงค์
นักวิทยาศาสตร์ 6ว

เรื่องที่ 1

การตรวจพิสูจน์ห้องค์ประกอบของตัวอย่าง

กลุ่มกำกับดูแลมาตรฐานห้องปฏิบัติการ

สำนักบริหารและรับรองห้องปฏิบัติการ

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

พ.ศ. 2547

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

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมิน

เพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

ของ

นายคมสัน ตันยีนยงค์
นักวิทยาศาสตร์ 6ว

เรื่องที่ 1

การตรวจพิสูจน์หาองค์ประกอบของตัวอย่าง

เลขหมู่	กต มช
	๑๖ 12
เลขทะเบียน	13897
วันที่	25/12/49

กลุ่มกำกับดูแลมาตรฐานห้องปฏิบัติการ

สำนักบริหารและรับรองห้องปฏิบัติการ

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

พ.ศ. 2547

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

การวิเคราะห์แยกองค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่าง Tetra-n-butoxy titanate โดยทำการทดสอบเบื้องต้น เช่น คูตี คมกลั่น สังเกตการเผาไหม้ ทดสอบการละลาย ใช้วิธีทางเคมีวิเคราะห์หาปริมาณธาตุต่างๆ เช่น ไนโตรเจน ซัลเฟอร์ ฟลูออรีน คลอรีน โบรมีน และไทเทเนียม วิเคราะห์โครงสร้างโดยใช้เครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ แยกและวิเคราะห์เชิงคุณภาพและปริมาณโดยวิธีแก๊สโครมาโทกราฟี ผลการวิเคราะห์พบว่า ตัวอย่างนี้ประกอบด้วย เอ็นบิวทานอลร้อยละ 85.8 และไทเทเนียมร้อยละ 12.9 จึงสรุปได้ว่า ตัวอย่างนี้เป็น Tetra-n-butoxy titanium

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	i
สารบัญ	ii
สารบัญตาราง	iii
สารบัญรูปภาพ	iv
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์	1
1.3 ประโยชน์ที่ได้รับ	1
1.4 ระยะเวลาดำเนินการ	1
1.5 ขอบเขตการทดลอง	1
บทที่ 2 วารสารปริทัศน์	3
2.1 Tetra-n-butoxy titanate	3
2.2 อินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์(Infrared Spectrophotometer, IR)	3
2.3 แก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography, GC)	5
บทที่ 3 วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีดำเนินการ	8
3.1 ตัวอย่างหมายเลขปฏิบัติการ UR.286	8
3.2 วัสดุ อุปกรณ์ และเครื่องมือ	8
3.3 สารเคมี สารละลาย และวิธีเตรียม	8
3.4 วิธีดำเนินการ	11
3.5 ขั้นตอนการศึกษาทดลอง	11
3.6 วิธีวิเคราะห์	12
บทที่ 4 ผลการศึกษาทดลอง	25
บทที่ 5 วิจารณ์และสรุปผล	30
กิตติกรรมประกาศ	32
เอกสารอ้างอิง	33
ภาคผนวก	34
ภาคผนวก 1 อินฟราเรดสเปกตรัม	35
ภาคผนวก 2 โครมาโทแกรมแก๊สโครมาโทกราฟี	37
ภาคผนวก 3 รายงานผลการวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี	41

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 1. รายงานผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างสำหรับพิสูจน์ทราบสารเอ็นบีวทานอล	42
ตารางที่ 2. รายงานผลการวิเคราะห์ของสารละลายเอ็นบีวทานอลมาตรฐานสำหรับพิสูจน์ทราบสารเอ็นบีวทานอล	42
ตารางที่ 3. ผลการทดสอบการละลาย	25
ตารางที่ 4. ผลการทดสอบหาธาตุในสารอินทรีย์	26
ตารางที่ 5. ข้อมูลและผลการวิเคราะห์น้ำหนักที่สูญเสีหลังการเผา	27
ตารางที่ 6. ข้อมูลและผลการวิเคราะห์หาปริมาณไทเทเนียม	28
ตารางที่ 7. ข้อมูลการเตรียมสารละลายตัวอย่าง และสารละลายเอ็นบีวทานอลมาตรฐาน	28
ตารางที่ 8. ข้อมูลและผลการวิเคราะห์หาปริมาณเอ็นบีวทานอล	29
ตารางที่ 9. รายงานผลการวิเคราะห์ของสารละลายเอ็นบีวทานอลมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์หาปริมาณเอ็นบีวทานอล	43
ตารางที่ 10. รายงานผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างส่วน ก สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณเอ็นบีวทานอล	43
ตารางที่ 11. รายงานผลการวิเคราะห์ของสารละลายส่วน ข สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณเอ็นบีวทานอล	43

สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 1. การแบ่งย่านรังสี IR	3
รูปที่ 2. องค์ประกอบเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์	4
รูปที่ 3. องค์ประกอบที่สำคัญของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี	7
รูปที่ 4. อุปกรณ์นำแก๊ส	18
รูปที่ 5. อินฟราเรดสเปกตรัมของตัวอย่าง Tetra-n-butoxy titanate	36
รูปที่ 6. อินฟราเรดสเปกตรัมมาตรฐานของ Tetrabutoxy titanate	36
รูปที่ 7. โครมาโทแกรมของสารละลายตัวอย่างสำหรับพิสูจน์ทราบสารเอ็นบิวทานอล	27
รูปที่ 8. โครมาโทแกรมของสารละลายเอ็นบิวทานอลมาตรฐานสำหรับพิสูจน์ทราบ เอ็น-บิวทานอล	27
รูปที่ 9. โครมาโทแกรมของสารละลายเอ็นบิวทานอลมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์หา ปริมาณเอ็นบิวทานอล	39
รูปที่ 10. โครมาโทแกรมของสารละลายตัวอย่างส่วน ก สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณ เอ็นบิวทานอล	39
รูปที่ 11. โครมาโทแกรมของสารละลายตัวอย่างส่วน ข สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณ เอ็นบิวทานอล	40

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาของปัญหา

เนื่องจากกรมอุตสาหกรรม ได้ส่งตัวอย่าง TETRA-N-BUTOXY TITANIUM ซึ่งระบุว่าเป็น TETRA-N-BUTOXY TITANIUM โดยต้องการทราบองค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่าง เพื่อนำข้อมูลไปพิจารณาจัดพิทักษ์อัตราภาษีศุลกากร แต่ตัวอย่างนี้ยังไม่มีวิธีวิเคราะห์ที่แน่นอน จึงเห็นควรศึกษาพัฒนาวิธีวิเคราะห์ทดสอบเพื่อให้ได้วิธีวิเคราะห์ที่สามารถสรุปให้ทราบเอกลักษณ์และองค์ประกอบของตัวอย่าง

1.2 วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาพัฒนาวิธีวิเคราะห์สำหรับการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่าง TETRA-N-BUTOXY TITANIUM สำหรับใช้ประกอบการพิจารณาจัดพิทักษ์อัตราภาษีศุลกากร

1.3 ประโยชน์ที่จะได้รับ

- 1.3.1 ได้วิธีวิเคราะห์ทดสอบที่สามารถใช้เป็นแนวทางในการวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการ
- 1.3.2 ได้แนวทางในการวิเคราะห์ทดสอบตัวอย่างที่มีลักษณะคล้ายกัน
- 1.3.3 ข้อมูลผลวิเคราะห์ที่ได้สามารถนำมาใช้ประกอบการพิจารณาจัดพิทักษ์อัตราภาษีศุลกากรได้อย่างถูกต้อง
- 1.3.4 สามารถนำเครื่องมือวิทยาศาสตร์ชั้นสูงมาใช้ให้คุ้มค่า และก่อให้เกิดประโยชน์ต่อการศึกษาและพัฒนาทางเคมี

1.4 ระยะเวลาดำเนินการ

เม.ย. – พ.ย. 2543

1.5 ขอบเขตการทดลอง

- 1.5.1 หาวิธีวิเคราะห์โดยศึกษารายละเอียดเฉพาะเรื่อง โดยหาข้อมูลจากเอกสารทางวิชาการเกี่ยวกับองค์ประกอบ เพื่อหาวิธีวิเคราะห์ที่เหมาะสม
- 1.5.2 กำหนดขั้นตอนในการวิเคราะห์ทดสอบ
- 1.5.3 การตรวจพินิจและการตรวจสอบเบื้องต้น เพื่อศึกษาลักษณะตัวอย่าง เช่น การดูสี ดมกลิ่น การละลาย ความเป็นกรด-ด่าง การเผาไหม้ (Ignition test)
- 1.5.4 การวิเคราะห์ทดสอบทางเคมี เช่น การหาปริมาณไทเทเนียม

- 1.5.5 การวิเคราะห์โครงสร้างของตัวอย่างโดยใช้เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์
- 1.5.6 การใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีเพื่อการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ และเชิงปริมาณ

บทที่ 2

วารสารปริทัศน์

2.1 Tetra-n-butoxy titanium

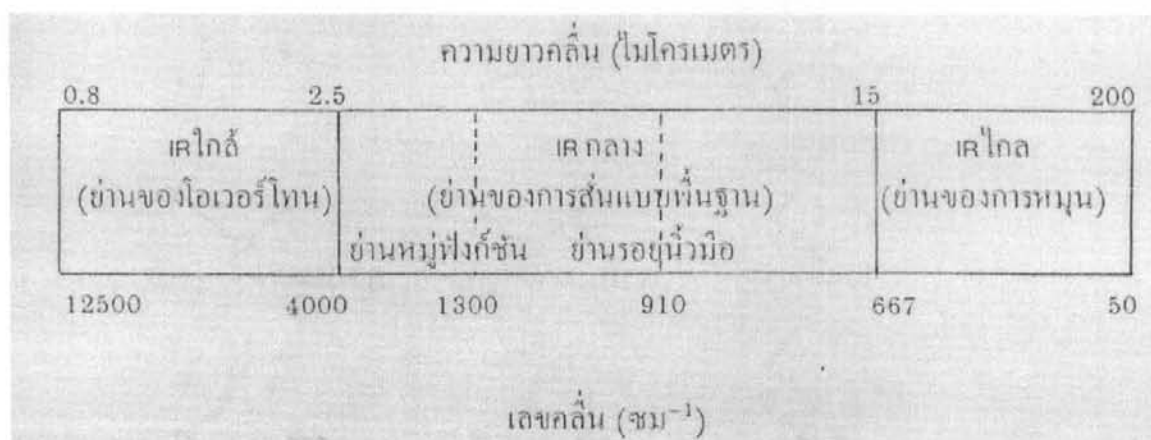
Tetra-n-butoxy titanium³ เป็นของเหลวที่ไม่มีสีจนถึงมีสีเหลืองอ่อน มีสูตรโมเลกุล คือ $C_{16}H_{36}O_4Ti$ สูตรโครงสร้างทางเคมี คือ $Ti(C_4H_9O)_4$ น้ำหนักโมเลกุล 340 มีชื่อเรียกได้หลายอย่าง คือ Tetra butyl titanate (TBT) หรือ Butyl titanate หรือ Titanium butylate หรือ Tetra-n-butyl titanate (TNBT) มี CAS name คือ 1-Butanol titanium (4+) salt และ CAS Registry No. 5593-70-4 คุณสมบัติทางฟิสิกส์ คือ จุดเดือด 310-314 องศาเซลเซียส ความถ่วงจำเพาะ 0.996 ดัชนีหักเห 1.486 จุดวาบไฟ 47 องศาเซลเซียส มีปริมาณไทเทเนียม ร้อยละ 14.1 สามารถละลายได้ในตัวทำละลายอินทรีย์ที่เป็นโพลาร์และนอนโพลาร์เช่น เอทานอล โทลูอีน เฮกเซน เป็นต้น ทำปฏิกิริยากับน้ำ

Tetra-n-butoxy titanium ผลิตมาจากการนำ 1-Butanol มาทำปฏิกิริยากับไทเทเนียมเตตระคลอไรด์

Tetra-n-butoxy titanium ใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมหลายสาขา เช่น เป็นตัวช่วยเพิ่มคุณสมบัติในการยึดเกาะของสี ยาง และพลาสติกบนพื้นผิวโลหะ เป็นสารแคทาไลสต์ (Condensation catalyst) สำหรับปฏิกิริยาคอนเดนเซชัน เป็นสารครอสลิงค์จิง (Cross-linking agent)

2.2 อินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์(Infrared Spectrophotometer, IR)¹

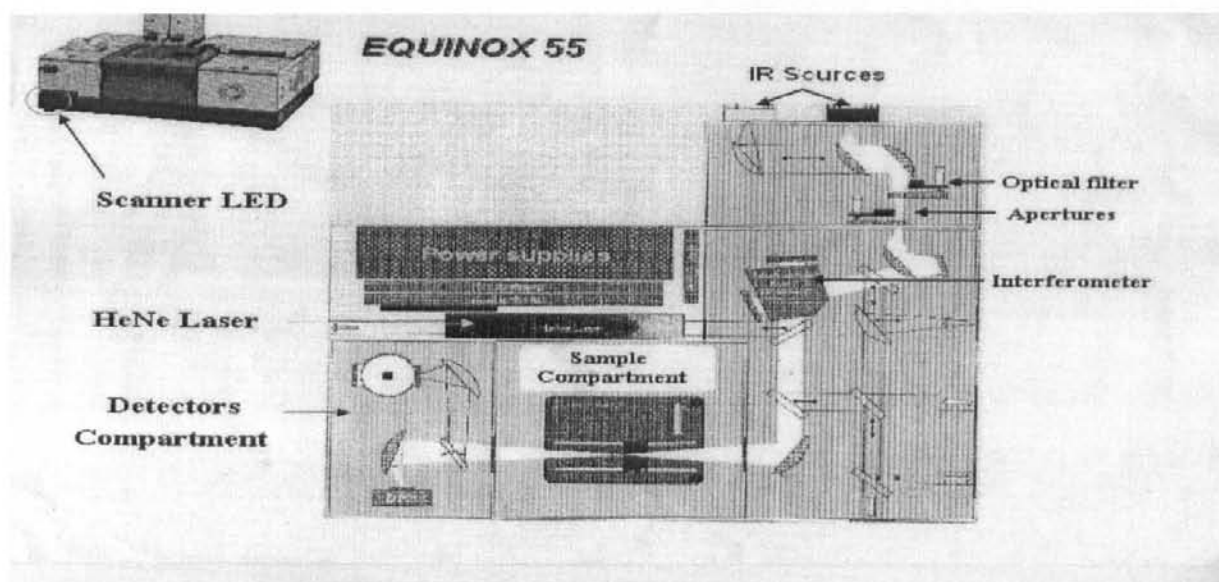
เป็นเครื่องมือที่ใช้ศึกษาธรรมชาติทางเคมีของสาร ใช้ในการวิเคราะห์ ตรวจสอบ พิสูจน์ และศึกษาเกี่ยวกับโมเลกุลของสาร ซึ่งอาจอยู่ในสถานะของแข็ง หรือของเหลว หรือแก๊สก็ได้ โดยอาศัยรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่น 0.8 – 200 μm หรือรังสีที่มีเลขคลื่น 12500 – 50 cm^{-1} แต่ที่ใช้ศึกษาตัวอย่างใช้ mid IR ซึ่งมีเลขคลื่นในช่วง 4000 - 400 cm^{-1} ดังรูปข้างใต้



รูปที่ 1 : การแบ่งย่านรังสี

ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ คือ

1. แหล่งกำเนิดรังสีอินฟราเรด
2. โมโนโครมาเตอร์
3. ชุดอุปกรณ์ที่ใช้วัด และบันทึกรังสี



รูปที่.2: องค์ประกอบเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

เครื่องมือที่ใช้ในปัจจุบันนี้เป็นชนิดที่ใช้ลำรังสีคู่ (double beam spectrophotometer) แหล่งกำเนิดรังสีเป็นท่อนซีรามิก (ceramic) ขนาดเล็ก ซึ่งใช้ไฟฟ้าเผาให้ร้อนถึง 1500 องศาเซลเซียส ท่อนซีรามิกนี้ทำจาก silicon carbide (มีชื่อทางการค้าว่า Glowbar) หรือออกไซด์ผสมของธาตุ rare-earth บางธาตุ คือ zirconium yttrium และ erbium เรียกว่า Nernst glower

รังสี IR จากแหล่งกำเนิดรังสีนี้จะถูกแยกออก และโฟกัสเป็นลำรังสี 2 ลำด้วยกระจก M1 และ M2 ลำรังสีหนึ่งจะผ่านเซลล์ที่บรรจุสารอ้างอิง (reference cell) และอีกลำหนึ่งจะผ่านเซลล์ที่บรรจุสารตัวอย่าง (sample cell) ซึ่งทำด้วยโลหะเฮไลด์ เช่น โซเดียมคลอไรด์ เป็นต้น ในกรณีที่สารตัวอย่างอยู่ในรูปของสารละลาย สารอ้างอิงก็จะเป็นตัวทำละลายที่ใช้ในการเตรียมสารละลายนั้น ต่อจากนั้นลำรังสีทั้งสองก็จะผ่านอุปกรณ์ตัดลำรังสี (chopper) ซึ่งเป็นกระจก 2 เลี้ยว และหมุนได้ด้วยความเร็วที่กำหนด (ตามปกติมักจะเป็นประมาณ 11 รอบต่อวินาที) อุปกรณ์ตัดลำแสงนี้จะให้ลำรังสีผ่านสารตัวอย่าง และลำรังสีที่ผ่านสารอ้างอิงสลับกันผ่านไปยังโมโนโครเมเตอร์ และอุปกรณ์ตรวจวัดรังสี (detector) โดยเส้นทางเดียวกันแต่ต่างเวลาอยู่เสมอ โมโนโครเมเตอร์ที่ใช้เป็น grating (ร่องที่เล็กมากและมีความกว้างพอๆ กับความยาวคลื่นของรังสีตกกระทบ) หรือปริซึม (เช่น Littrow mount prism) ซึ่งติดอยู่กับที่ ปริซึมนี้ทำด้วยโซเดียมคลอไรด์หรือซีเซียมโบรไมด์ และมีมุมยอด 55-75° เมื่อลำรังสีผ่านปริซึมก็จะตกกระทบบนกระจกกราบด้านหลังปริซึม แล้วผ่านทะลุปริซึมกลับมาอีกครั้งหนึ่ง ความยาวคลื่นของ

รังสีที่ผ่านปริซึมกลับออกมานี้จะเปลี่ยนไปได้ทีละน้อย (scanning) โดยให้กระจกหมุนไปช้าๆ ในเครื่องมือที่ละเอียดขึ้นอีกจะมีแผ่นกรองแสง (filter, F) อยู่ด้วยเพื่อขจัดรังสีที่มีความยาวคลื่นอื่นๆที่ไม่ต้องการ ตามปกติแล้ว grating จะเป็นโมโนโครเมเตอร์ที่ดีกว่าปริซึม จึงให้กำลังการแยก (resolution) ที่ดีกว่า (คือ แบนด์ในสเปกตรัมแยกออกจากกันได้ชัดเจนกว่า)

เมื่อลำรังสีผ่านช่องทางออก (exit slit) ของโมโนโครเมเตอร์แล้วเข้าสู่อุปกรณ์ตรวจวัดรังสี (ซึ่ง เป็น thermo-couple) และต่อเข้ากับอุปกรณ์ขยายสัญญาณ (amplifier) หากสารตัวอย่างไม่ดูดกลืนรังสีเลย ลำรังสีจากสารตัวอย่าง และสารอ้างอิงก็จะมีค่าความเข้มเท่ากัน (ในขณะนั้น เครื่องมือจะอยู่ในสถานะที่เรียกว่า optically null) และไม่ปรากฏเป็นสัญญาณแต่อย่างใด หากสารตัวอย่างดูดกลืนรังสีได้มากกว่าสารอ้างอิงที่ความถี่ใดก็ตาม ความเข้มของลำรังสีจากสารตัวอย่าง และสารอ้างอิงที่เข้าสู่ อุปกรณ์ตรวจวัดรังสีก็จะต่างกัน และปรากฏเป็นสัญญาณที่มี amplitude เป็นสัดส่วนโดยตรงกับความแตกต่างนี้ สัญญาณที่ได้รับการขยายแล้วจะไปทำให้ servomotor เคลื่อนที่ และservomotor (ในขณะนั้น เครื่องมือจะอยู่ในสถานะที่เรียกว่า optically null) และไม่ปรากฏเป็นสัญญาณแต่อย่างใด หากสารตัวอย่างดูดกลืนรังสีได้มากกว่าสารอ้างอิงที่ความถี่ใดก็ตาม ความเข้มของลำรังสีจากสารตัวอย่างและสารอ้างอิงที่เข้าสู่อุปกรณ์ตรวจวัดรังสีก็จะต่างกัน และปรากฏเป็นสัญญาณที่มี amplitude เป็นสัดส่วนโดยตรงกับความแตกต่างนี้ สัญญาณที่ได้รับการขยายแล้วจะไปทำให้ servomotor เคลื่อนที่ และservomotor นี้จะไปผลักดัน attenuator เพื่อลดความเข้มของลำรังสีจากสารอ้างอิงให้เท่ากับความเข้มจากสารตัวอย่าง คือทำให้เครื่องมืออยู่ในสถานะ optically null อีกครั้งหนึ่ง ในขั้นสุดท้ายปากกาของเครื่องบันทึก ซึ่งต่อเข้ากับ attenuator ก็จะบันทึกตำแหน่ง null ของ attenuator เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง transmittance และเลขคลื่นลงบนกระดาษ การscan สเปกตรัมโดยหมุน grating (หรือกระจกหลังปริซึม) พร้อมกับ recording drum (หรือเลื่อน recording bed) และบันทึกสเปกตรัมนั้น ทำได้ภายในเวลาเพียงไม่กี่นาที

วัสดุที่ใช้ทำหน้าต่างเซลล์

จะต้องเป็นวัสดุที่ให้รังสี IR ผ่าน ในการเลือกวัสดุเช่นนี้จะต้องคำนึงถึงช่วงความยาวคลื่นรังสี IR ที่ผ่านทะลุได้ ดัชนีหักเห การละลายในตัวทำละลายต่างๆ สมบัติที่มีต่อการสะท้อนและความร้อนปฏิกิริยาที่อาจเกิดขึ้นต่อสารตัวอย่าง และที่สำคัญอีกประการหนึ่งก็คือ ราคา วัสดุที่ใช้กันมากที่สุดคือ โซเดียมคลอไรด์ โพแทสเซียมโบรไมด์ และซีเซียมไอโอไดด์ นอกจากนี้ยังมีอีกหลายชนิดดังที่สรุปไว้ข้างล่างนี้

2.3 แก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography, GC)¹

แก๊สโครมาโทกราฟีเป็นเทคนิคชนิดหนึ่งที่ใช้สำหรับแยกสารผสมที่สามารถเปลี่ยนให้เป็นแก๊สเฟสได้ที่อุณหภูมิหนึ่ง (ไม่เกิน 450 °C) ถ้าสารใดเปลี่ยนให้เป็นแก๊สเฟสได้ยาก ก็อาจใช้เทคนิคอื่นๆ

บางอย่างเข้าช่วย เช่น อาศัยปฏิกิริยาเคมีเปลี่ยนให้เป็นอนุพันธ์อื่นๆ หรืออาจใช้หลักการแยกสลายด้วยความร้อน (pyrolysis) เมื่อสารนั้นถูกเปลี่ยนให้อยู่ในแก๊สเฟสแล้ว ให้สารเหล่านั้นผ่านเข้าไปยังคอลัมน์ที่บรรจุด้วยเฟสคงที่ (stationary phase) โดยอาศัยการพาไปของเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) หรือ carrier gas สารผสมเหล่านั้นจะเกิดการแยกขึ้น แก๊สโครมาโทกราฟีแบ่งออกได้เป็น 2 วิธีด้วยกัน คือ

2.3.1 แก๊ส-ของแข็งโครมาโทกราฟี (Gas-Solid Chromatography, GSC)

วิธีนี้ใช้เฟสคงที่เป็นของแข็งที่สามารถดูดซับ (adsorption) สารที่เป็นแก๊สซึ่งต้องการแยกได้ และไม่มีสารอื่นใดเคลือบอยู่ ส่วนใหญ่แล้ววิธีนี้ค่อนข้างจะแคบ เพราะใช้แยกเฉพาะสารที่เป็นแก๊สหรือสารที่เป็นโมเลกุลเล็กๆเท่านั้น ดังนั้น คอลัมน์ที่ใช้มักจะทำด้วย active solids เช่น Molecular sieves หรือ porous polymer silica gel alumina และ activated carbon เป็นต้น

2.3.2 แก๊ส-ของเหลวโครมาโทกราฟี (Gas-Liquid Chromatography)

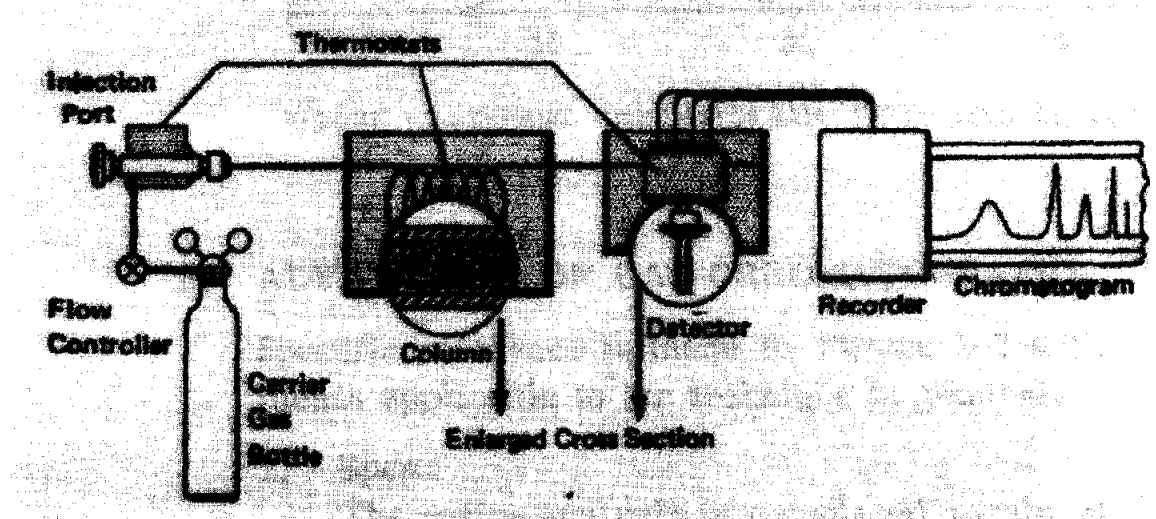
สารที่เป็นแก๊สหรือไอของสารที่ผสมกันอยู่ เมื่อผ่านคอลัมน์จะสามารถแยกออกจากกันได้ด้วยการกระจายตัวที่แตกต่างกันของแก๊สหรือไอระหว่างเฟสเคลื่อนที่กับเฟสคงที่ที่มีของเหลว (liquid phase) ฉาบอยู่บนของแข็ง หรือมีค่า partition coefficient ต่างกัน วิธีนี้เป็นวิธีที่ได้รับความนิยมใช้กันอย่างกว้างขวางสำหรับแยกสารที่เป็นแก๊สหรือสารที่สามารถเปลี่ยนให้เป็นไอหรือแก๊สเฟสได้ที่อุณหภูมิกำหนด

เมื่อปี ค.ศ. 1952 A.J.P. Martin และ R.L.M. Synge เป็นผู้ที่ได้รับรางวัลโนเบล (Nobel Prize) จากการค้นพบ Partition Chromatography ทำให้สภาพไว ความรวดเร็ว ความเที่ยงและความง่ายของวิธีนี้ช่วยให้การแยกสาร การวิเคราะห์สารและการหาปริมาณของสารระเหย ได้รับความนิยมอย่างรวดเร็ว และมีผลงานวิจัยตีพิมพ์ออกมาเป็นจำนวนมาก

ในการวิเคราะห์สารด้วยเทคนิคนี้ จำเป็นจะต้องเรียนรู้ถึงสิ่งต่างๆที่สำคัญและเกี่ยวข้องให้เข้าใจจริงๆ เสียก่อนที่จะลงมือทำการวิเคราะห์ เพื่อที่จะให้เข้าใจได้ง่ายขึ้นจึงขอแสดงองค์ประกอบของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ดังรูป 1-1 และขั้นตอนการทำงานอย่างย่อเสียก่อน เพื่อจะได้มองเห็นภาพรวมของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางแก๊สโครมาโทกราฟี ดังนี้

1. ถังแก๊สที่บรรจุตัวพา (carrier gas) เพื่อจะพาไอของสารตัวอย่างผ่านเข้าไปยังคอลัมน์ ได้แก่ แก๊สไนโตรเจน ฮีเลียม และอาร์กอน เป็นต้น
2. ส่วนที่ใช้ควบคุมการไหลของแก๊สต่างๆ (flow controller) ได้แก่ แก๊สไฮโดรเจน อากาศ และไนโตรเจน เป็นต้น
3. ส่วนที่จะฉีดสารตัวอย่างเข้าไป (injection port)
4. คอลัมน์ (column) ซึ่งเป็นส่วนที่สำคัญที่สุดที่ใช้สำหรับแยกสาร

5. ดีเทคเตอร์ (detector) เป็นส่วนที่ใช้สำหรับตรวจวัดสารแต่ละชนิดที่ถูกแยกออกมาจากคอลัมน์
6. ส่วนที่ใช้ควบคุมอุณหภูมิ (temperature controller) ให้กับคอลัมน์ ดีเทคเตอร์ และinjector
7. ส่วนที่ใช้ประมวลผลและข้อมูลต่างๆ ได้แก่ อินทิเกรเตอร์ เครื่องบันทึกโครมาโทแกรม หรือ data processor หรือ คอมพิวเตอร์



รูปที่ 3: องค์ประกอบที่สำคัญของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

ดังนั้นในการวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยใช้เทคนิคทางแก๊สโครมาโทกราฟี นั้น สามารถแสดงให้เห็นเข้าใจได้ง่ายๆดังนี้ คือ เมื่อเลือกสภาวะต่างๆของการวิเคราะห์ และจัดสภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ให้เรียบร้อยแล้ว จึงนำสารตัวอย่างไปฉีดเข้าที่ sample injection port สารจะกลายเป็นไอ ถูกพาเข้าไปในคอลัมน์ด้วยแก๊สพา (carrier gas) อย่างช้าๆ สารผสมจะแยกออกเป็นส่วนๆที่คอลัมน์นี้ แล้วออกไปสู่ดีเทคเตอร์ (detector) จะทำให้ได้สัญญาณเกิดขึ้น ซึ่งสามารถเขียนออกมาเป็นโครมาโทแกรมด้วยเครื่อง recorder หรือต่อเข้ากับเครื่องพรินเตอร์ (printer) หรือ integrator ก็จะทำให้ผู้วิเคราะห์สามารถทราบองค์ประกอบของสารตัวอย่างได้

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ เครื่องมือ และวิธีดำเนินการ

3.1 ตัวอย่างหมายเลขปฏิบัติการ UR.286

ลักษณะตัวอย่าง เป็นของเหลวชั้นเล็กน้อย โปร่งใส ไม่มีสี และมีกลิ่นเฉพาะตัว

3.2 วัสดุ อุปกรณ์ และเครื่องมือ

- 3.2.1 เครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform spectrometer) และอุปกรณ์ประกอบ ยี่ห้อ Bruker รุ่น IFS 28 จากประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 3.2.2 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatography) ยี่ห้อ Hewlett Packard รุ่น HP 5890 Plus II¹ และอุปกรณ์ตรวจวัดชนิดเฟลมไอออไนเซชัน (Flame ionization detector) ติดตั้งอยู่ สินค้าของบริษัท Agilent Technologies ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.3 เครื่องชั่ง ความละเอียด 0.0001 กรัม
- 3.2.4 เตาเผา (Muffle furnace)
- 3.2.5 ตู้อบ (Oven)
- 3.2.6 แท่นให้ความร้อน (Hot plate)
- 3.2.7 เครื่องอิงไอน้ำ (Water bath)
- 3.2.8 เครื่องสั่นระบบอุลตราโซนิก (Ultrasonic bath)
- 3.2.9 อุปกรณ์นำแก๊ส (Delivery tube) สำหรับการหาปริมาณไทเทเนียมไดออกไซด์
- 3.2.10 เข็มฉีดยาพร้อมตัวกรอง (Filter syringe)
- 3.2.11 ตะเกียงบุนเสน
- 3.2.12 คอลัมน์ชนิด Capillary : HP-FFAP ความยาว 30 เมตร ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.53 มิลลิเมตรเคลือบด้วยเฟสอยู่กับที่ชนิด Polyethylene glycol-TPA modified
- 3.2.13 เยื่อกรอง (Filter membrane)
- 3.2.14 เข็มฉีดยาตัวอย่าง (Syringe) ขนาด 10 ไมโครเมตร
- 3.2.15 ปอร์ซเลนเบซิน
- 3.2.16 เครื่องแก้วที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ

3.3 สารเคมี สารละลาย และวิธีเตรียม

- 3.3.1 กรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้นร้อยละ 37 ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck

- 3.3.2 กรดซัลฟิวริกความเข้มข้นร้อยละ 95-97 ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.3 กรดไนตริกความเข้มข้นร้อยละ 65 ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.4 กรดซिटริก ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.5 กรดอะซิติคความเข้มข้นร้อยละ 100 ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.6 โซเดียมไนโตรพรัสไซด์ ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.7 เอทานอล ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.8 เอ็นปีวทานอล ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.9 ไอโซปีวทานอล ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.10 เบนซิลีนียม ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.11 คอปเปอร์คลอไรด์ ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.12 ซิลเวอร์ไนเตรท ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.13 แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 25 ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.14 โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.15 โซเดียมไฮดรอกไซด์ ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.16 โซเดียมคลอไรด์ ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.17 ควิโนลิน ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.18 แอมโมเนียมซัลเฟต ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.19 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 35 ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.20 โลหะอะลูมิเนียมชนิดแผ่น หนา 0.3 มิลลิเมตร ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.21 แอมโมเนียมไทโอไซยาเนต ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.22 เฟร์ริกแอมโมเนียมซัลเฟต ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.23 ไทเทเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.99 ของบริษัท Aldrich Chemical
- 3.3.24 โซเดียมไบคาร์บอเนต ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.25 โลหะโซเดียม ชนิด Analytical grade ของบริษัท Merck
- 3.3.26 แก๊สไฮโดรเจน เกรด High purity ของบริษัท T.I.G. สำหรับเครื่องตรวจวัดชนิดชนิดฟิล์มไอออไนเซชันของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี
- 3.3.27 อากาศอัด เกรด Zero ของบริษัท T.I.G. สำหรับเครื่องตรวจวัดชนิดชนิดฟิล์มไอออไนเซชันของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

- 3.3.28 แก๊สฮีเลียมเกรด High purity ของบริษัท T.I.G. สำหรับเป็นแก๊สตัวพาของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี
- 3.3.29 สารละลายโซเดียมไนโตรพลัสไซด์ ร้อยละ 2 ละลายโซเดียมไนโตรพลัสไซด์ 2 กรัม ในน้ำ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- 3.3.30 สารละลายเบนซิดิเนียมอะซิเตต ร้อยละ 1 เติมเบนซิดิเนียม 1 กรัม ลงในกรดอะซิติก 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปต้มบนเครื่องอังไอน้ำ จนละลายหมด เติมน้ำกลั่นจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- 3.3.31 สารละลายคอปเปอร์คลอไรด์ (CuCl) ในกรดอะซิติก ร้อยละ 0.1 เติมคอปเปอร์คลอไรด์ (CuCl) 0.1 กรัม ลงในกรดอะซิติก 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปต้มบนเครื่องอังไอน้ำ จนละลายหมด เติมน้ำกลั่นจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- 3.3.32 สารละลายกรดไนตริกเจือจาง ความเข้มข้น 2 นอร์มอล เติมกรดไนตริกเข้มข้น 13 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในน้ำกลั่น 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- 3.3.33 สารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ร้อยละ 5 ละลายซิลเวอร์ไนเตรต 5 กรัม ในน้ำกลั่น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- 3.3.34 สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ร้อยละ 10 เติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น ร้อยละ 25 จำนวน 40 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในน้ำกลั่น 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- 3.3.35 สารละลายกรดซัลฟิวริกเจือจาง ความเข้มข้น 1 นอร์มอล ค่อยๆ เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 27 ลูกบาศก์เซนติเมตรลงในน้ำกลั่น 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทั้งให้เย็น และเติมน้ำกลั่นจนครบ 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- 3.3.36 สารละลายซิริคโมลิบดีนัม ไตรออกไซด์ (Molybdenum trioxide, MoO₃) 54 กรัม และโซเดียมคลอไรด์ 12 กรัม เติมน้ำกลั่น 400 ลูกบาศก์เซนติเมตร คนให้ละลายบนแท่นให้ความร้อน ปล่อยให้เย็น ละลายกรดซิริค 60 กรัมในสารละลายไฮโดรคลอริก ที่เตรียมจากกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 140 ลูกบาศก์เซนติเมตรและน้ำกลั่น 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร จากนั้นค่อยๆ เติมสารละลายซิริคโมลิบดีนัมลงในสารละลายกรดซิริค คนให้เข้ากัน กรองสารละลายที่ได้ ถ่ายลงขวดปริมาตรขนาด 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร เก็บสารละลายนี้ที่เตรียมได้ในขวดสีชา
- 3.3.37 สารละลายควิโนลิเนียมคลอไรด์ เติมควิโนลิเนียม 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรลงในสารละลายของกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 60 ลูกบาศก์เซนติเมตรในน้ำกลั่น 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร คนให้เป็นเนื้อเดียวกัน ถ่ายลงขวดปริมาตรขนาด 1000 ลูกบาศก์

เซนติเมตร และเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร เก็บสารละลายที่เตรียมได้ในขวด สีชา

3.3.38 สารละลายโซเดียมไนโตรพรัสไซด์ (Sodium nitroprusside dihydrate) ละลาย 20 กรัม โซเดียมไนโตรพรัสไซด์ ในน้ำกลั่น 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยเมทา-นอล 450 ลูกบาศก์เซนติเมตร

3.3.39 สารละลายแอมโมเนียมไทโอไซยานเนตอินดิเคเตอร์ ชั่งแอมโมเนียมไทโอไซยานเนต 24.5 กรัม ละลายในน้ำร้อน 80 ลูกบาศก์เซนติเมตรปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาณ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรเก็บในขวดทึบแสงที่มีจุกปิดสนิท

3.3.40 สารละลายเฟร์ริกแอมโมเนียมซัลเฟต

- เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 15 ลูกบาศก์เซนติเมตรอย่างระมัดระวัง ลงในน้ำกลั่น 800 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผสมให้เข้ากัน
- ใส่เฟร์ริกแอมโมเนียมซัลเฟต 30.16 กรัม คนให้เข้ากัน
- เติมสารละลายร้อยละ 3 ของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต้มให้เดือดเบาๆ 15 นาที ปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง
- ถ่ายสารละลายที่ได้ลงในขวดปริมาตรขนาด 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

3.3.41 สารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนตอิ่มตัว ชั่งโซเดียมไบคาร์บอเนตประมาณ 10 กรัม ใส่ลงในน้ำกลั่น 90 ลูกบาศก์เซนติเมตร คนให้เข้ากัน

3.4 วิธีดำเนินการ

- 3.4.1 สังเกตและบันทึกลักษณะของตัวอย่าง เช่น สี กลิ่น สถานะ
- 3.4.2 ศึกษาหาวิธีวิเคราะห์รายละเอียดเฉพาะเรื่องจากเอกสารทางวิชาการ
- 3.4.3 กำหนดขั้นตอนการวิเคราะห์ทดสอบ

3.5 ขั้นตอนการศึกษาทดลอง

- 3.5.1 การตรวจพินิจ และการตรวจสอบเบื้องต้น เพื่อศึกษาลักษณะตัวอย่าง เช่น การดูสี การดมกลิ่น การเผาไหม้ การละลายในตัวทำละลายต่างๆ
- 3.5.2 การวิเคราะห์หาธาตุในสารประกอบอินทรีย์
- 3.5.3 การวิเคราะห์โครงสร้างโดยเครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์
- 3.5.4 การแยกและวิเคราะห์เชิงคุณภาพโดยวิธีแก๊สโครมาโทกราฟี
- 3.5.5 การวิเคราะห์น้ำหนักที่สูญเสียจากการเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส

- 3.5.6 การหาปริมาณไทเทเนียมทั้งหมดโดยวิธีรีดิวซ์ด้วยโลหะอะลูมิเนียม
- 3.5.7 การหาปริมาณเอ็นบีวทานอลโดยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี
- 3.5.8 การแปลผล และการสรุปผลการวิเคราะห์

3.6 วิธีวิเคราะห์

3.6.1 การตรวจพินิจและการตรวจสอบเบื้องต้น

- 3.6.1.1 สังเกตดูว่าสารเป็นของเหลว ซึ่งเป็นเนื้อเดียวกันหรือไม่ ชุ่มหรือโปร่งใส เขย่าแล้วเกิดฟองหรือไม่ คูสีของตัวอย่าง
- 3.6.1.2 คมกลิ่น โดยการนำตัวอย่าง มาดมห่างจากจมูกโดยใช้มือโบกให้สารระเหยผ่านจมูก จากกลิ่นที่เราดมอาจทำให้ทราบว่าเป็นสารชนิดใด เช่น กลิ่นหอมของเอสเทอร์ กลิ่นตัวทำละลายอินทรีย์ กลิ่นกรด กลิ่นแอมโมเนีย กลิ่นแอลกอฮอล์ กลิ่นเอมีน เป็นต้น
- 3.6.1.3 การเผาไหม้
- นำตัวอย่างประมาณ 0.1 กรัม ใส่ลงในฝาครุชชีเบิ้ล นำไปใกล้เปลวไฟเพื่อดูการติดไฟได้หรือไม่ ถ้าติดไฟ ให้เปลวไฟสีอะไร
 - สังเกตดูว่า ขณะติดไฟเกิดเขม่าหรือไม่ ถ้ามีเขม่าเกิดขึ้น เขม่าจะมีลักษณะเป็นอย่างไร เขม่าอาจมีได้หลายลักษณะ เช่น ดำเล็กหรือเป็นสายๆ
 - เมื่อนำฝาครุชชีเบิ้ลออกห่างจากเปลวไฟ ถ้าตัวอย่างยังคงติดไฟอยู่ แสดงว่าติดไฟได้เอง
 - ขณะติดไฟเกิดปะทุหรือไม่ หรือไม่ติดไฟ จนกระทั่งเกิดสลายตัว จึงติดไฟ
 - เมื่อไฟดับเหลือเถ้าหรือไม่
 - ลองหยดน้ำกลั่นลงบนเถ้า เพื่อทดสอบการละลายน้ำ ทดสอบความเป็นกรด-ด่าง ด้วยกระดาษ pH
- 3.6.1.4 การทดสอบการละลาย (Solubility)
- การละลายน้ำ นำสารตัวอย่างประมาณ 20 มิลลิกรัม ใส่ในหลอดทดลอง เติมน้ำประมาณ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าให้เข้ากัน สังเกตดูว่า ถ้าตัวอย่างผสมเป็นเนื้อเดียวกันแสดงว่าตัวอย่างสามารถละลายในน้ำได้ และให้สังเกตการเกิดฟอง การเป็นกรด-ด่างของสารละลาย การเกิดความร้อน ในกรณีที่ไม่ละลาย ถ้าตัวอย่างเป็นของแข็งก็จะคงสภาพของแข็งไว้ ในกรณีที่ตัวอย่างเป็นของเหลวก็จะเกิดการแยกชั้น หรือเกิดตะกอนแยกตัวออกมา และอาจให้ความร้อนออกมา

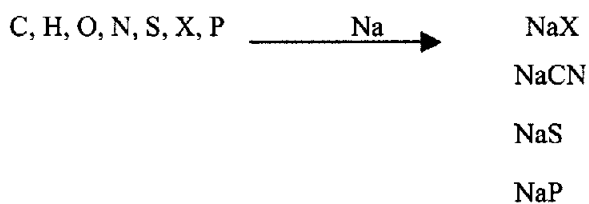
- การละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ นำสารตัวอย่างประมาณ 20 มิลลิกรัม ใส่ในหลอดทดลอง เติมตัวทำละลายอินทรีย์ประมาณ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าให้เข้ากัน สังเกตดูว่า ถ้าตัวอย่างผสมเป็นเนื้อเดียวกันแสดงว่าตัวอย่างสามารถละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ได้ ในกรณีที่ไม่ละลาย ถ้าตัวอย่างเป็นของแข็งก็จะคงสภาพของแข็งไว้ ในกรณีที่ตัวอย่างเป็นของเหลวก็จะเกิดการแยกชั้น

3.6.2 การวิเคราะห์หาธาตุ (Elemental Analysis)

ในการวิเคราะห์หาธาตุในสารอินทรีย์ ใช้วิธีทดสอบที่เรียกว่า Lassaigne Sodium Decomposition test ซึ่งในการหาโครงสร้างสารอินทรีย์ จำเป็นต้องทราบธาตุที่เป็นองค์ประกอบที่นอกเหนือจากธาตุคาร์บอน (C) ไฮโดรเจน (H) และออกซิเจน (O) ธาตุเหล่านี้ได้แก่ ไนโตรเจน (N) ซัลเฟอร์ (S) ฟลูออรีน (F) คลอรีน (Cl) และโบรมีน (Br)

หลักการ

ธาตุต่างๆในสารอินทรีย์จับตัวกันด้วย covalent bond จำเป็นต้องเปลี่ยนธาตุให้อยู่ในรูปของ อีออน (ion) ทำได้โดยการหลอมสารอินทรีย์เข้ากับโลหะโซเดียม ธาตุเหล่านี้จะถูกเปลี่ยนเป็นเกลือของโซเดียม เมื่อเกลือเหล่านี้ละลายน้ำแล้ว จะแตกตัวเป็นอีออนที่สามารถตรวจสอบได้ง่าย ดังปฏิกิริยาข้างล่างนี้



เมื่อ X = halogen (F, Cl, Br, I)

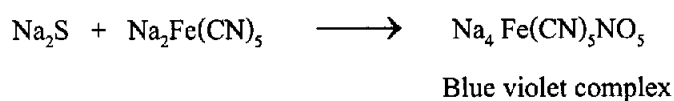
วิธีเตรียมสารละลายตัวอย่าง

1. ใส่โลหะโซเดียมที่แห้งและขนาดเท่าเมล็ดถั่วเขียว ลงในหลอดทดลองขนาด 50 x 8 ลูกบาศก์เซนติเมตร
2. ให้ความร้อนที่ก้นหลอดทดลอง โดยใช้ตะเกียงเบนเสน จนโซเดียมเป็นไอสูงขึ้นมาประมาณ 1 เซนติเมตร
3. ใส่ตัวอย่างลงไปประมาณ 0.1 กรัม

4. ให้ความร้อนต่อไปจนก้นหลอดร้อนเป็นสีแดงเข้ม เป็นเวลาประมาณ 1 นาที
5. ปล่อยให้เย็น เติม 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เอทานอล เพื่อทำลายโซเดียมที่เหลืออยู่
6. ให้ความร้อนโดยใช้ไฟอ่อน ประมาณ 1 นาที
7. หย่อนหลอดทดลองลงในบีกเกอร์บรรจุน้ำกลั่น 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร กระแทก หลอดแตก
8. ต้มสารละลายใช้ไฟอ่อน ต่อไปอีกประมาณ 10 นาที
9. กรองสารละลายขณะร้อน เก็บ filtrate ซึ่งเรียกว่า stock solution ใช้ทดสอบหา ซัลเฟอร์ ไนโตรเจน ฮาโลเจน และฟอสฟอรัสต่อไป

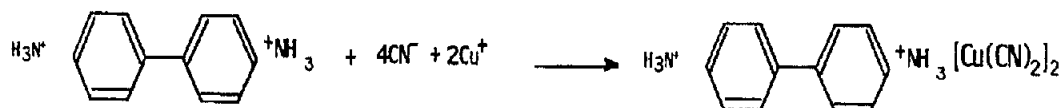
3.6.2.1 การวิเคราะห์หาซัลเฟอร์

1. นำ stock solution 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่หลอดทดสอบขนาด 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร
2. เติมสารละลาย 2 % โซเดียมไนโตรพลัสไซด์ 2 หยด เขย่าให้เข้ากัน ถ้าเกิดสารละลายสีม่วงแกมน้ำเงิน แสดงว่ามีซัลเฟอร์



3.6.2.2 การวิเคราะห์หาไนโตรเจน

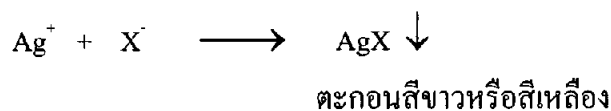
1. นำ stock solution 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่หลอดทดสอบขนาด 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร
2. เติม mixture ของสารละลายเบนซิดิเนียมอะซิเตดร้อยละ 1 และสารละลายคอปเปอร์คลอไรด์ในกรดอะซิติกร้อยละ 0.1 ในอัตราส่วน 1:1 จำนวน 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าให้เข้ากัน ถ้าเกิดสารละลายสีม่วงแกมน้ำเงิน แสดงว่ามีไนโตรเจน



3.6.2.3 การวิเคราะห์หาฮาโลเจน

1. นำ stock solution 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่หลอดทดสอบขนาด 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร

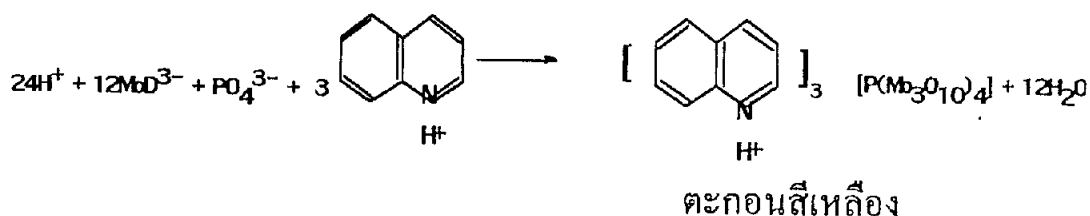
2. เติมสารละลายกรดไนตริกเจือจางความเข้มข้น 2 นอร์มอล ที่สะหยด จนสารละลายมีฤทธิ์เป็นกรด
3. เติมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรดความเข้มข้นร้อยละ 5 จำนวน 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าให้เข้ากันถ้าได้ตะกอนสีขาวหรือสีเหลือง แสดงว่ามีฮาโลเจน



4. เติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 10 จำนวน 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร สังเกตดูการละลาย ถ้าเป็นตะกอนสีขาวและละลายได้อย่างรวดเร็ว แสดงว่าเป็นคลอไรด์ ไอออน ถ้าเป็นตะกอนสีเหลืองอ่อนและละลายได้เล็กน้อย แสดงว่าเป็นโบรไมด์ไอออน ถ้าเป็นตะกอนสีเหลืองและไม่ละลาย แสดงว่าเป็นไอโอดีนไอออน

3.6.2.4 การวิเคราะห์หาฟอสฟอรัส

1. นำ stock solution 3 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่หลอดทดสอบขนาด 20 มิลลิลิตร
 2. เติมสารละลายกรดไนตริกเจือจางความเข้มข้น 2 นอร์มอล จนสารละลายมีฤทธิ์เป็นกรด
 3. นำไปต้มในน้ำเดือด 2 นาที
 4. เติมสารละลายซิติคโมลิบดิก 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร
 5. ต้มในน้ำเดือดอีก 1 นาที
 6. เติมสารละลายควิโนลิเนียมคลอไรด์ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ถ้าเกิดตะกอนเหลืองหรือสารละลายสีเหลืองแสดงว่ามีฟอสฟอรัส
- ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นมีดังนี้



3.6.3 การวิเคราะห์โครงสร้างโดยเครื่องฟูรีเยทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์

3.6.3.1 อุปกรณ์

- เซลล์โซเดียมคลอไรด์
- เซลล์โซลเดอร์

3.6.3.2 วิธีทดสอบ

ตัวอย่างเป็นของเหลวหนืด นำมาเคลือบลงบนเซลล์โซเดียมคลอไรด์เป็นฟิล์มบางๆ จากนั้นนำเซลล์โซเดียมคลอไรด์อีกอันหนึ่งมาประกบทับบนตัวอย่าง เพราะตัวอย่างเมื่อถูกความชื้นในอากาศจะเป็นฝ้าขาว นำเซลล์โซเดียมคลอไรด์ที่ประกบกันไปวางไว้ในเซลล์โซลเดอร์ จากนั้นนำเซลล์โซลเดอร์ไปใส่ในช่องรับเซลล์โซลเดอร์ ซึ่งอยู่ในเครื่องฟูเรียทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ เซลล์โซเดียมคลอไรด์จะไปขวางลำแสงอินฟราเรด และตัวอย่างจะดูดกลืนแสงอินฟราเรด ทำให้ได้อินฟราเรดสเปกตรัมของตัวอย่าง นำอินฟราเรดสเปกตรัมของตัวอย่างไปเปรียบเทียบกับอินฟราเรดสเปกตรัมมาตรฐาน

3.6.4 การแยกและวิเคราะห์เชิงคุณภาพโดยวิธีแก๊สโครมาโทกราฟี

หลักการ: นำตัวอย่างเทตรา-เอ็น-บิวทอกซิทีทานมาเติมด้วยน้ำกลั่น จะได้เอ็นบิวทานอลแยกตัวออกมา จากนั้นนำไปวิเคราะห์เชิงคุณภาพของเอ็นบิวทานอลที่เกิดขึ้นมาด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี นำคาร์เท็นชันใหม่ของเอ็นบิวทานอลไปเปรียบเทียบกับคาร์เท็นชันใหม่ของเอ็นบิวทานอลมาตรฐาน

3.6.4.1 การเตรียมเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีสำหรับทดสอบ

- Injector เป็นแบบ split/splitless อุณหภูมิของ Injector = 150 องศาเซลเซียส
- Detector เป็นแบบ Flame ionization detector (FID) อุณหภูมิของ Detector = 240 องศาเซลเซียส
- สภาวะอุณหภูมิในตู้อบของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีใช้แบบอินทีเกรด คือ
 1. อุณหภูมิเริ่มต้น = 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 7 นาที
 2. เพิ่มอุณหภูมิไปที่ 220 องศาเซลเซียส ด้วยอัตรา 20 องศาเซลเซียสต่อนาที
 3. คงที่ที่อุณหภูมิ 220 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที และจบโปรแกรมของการฉีดหนึ่งครั้ง
- แก๊สพา (Carrier gas) คือ แก๊สฮีเลียม อัตราการพาของแก๊สฮีเลียม = 5 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที
- Split ratio = 20 : 1

3.6.4.2 การเตรียมสารละลายสแตนดาร์ดเอ็น-บิวทานอล

จุดสแตนด์คาร์ดเอ็นบีวทานอล 1.0 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นลงไปให้ถึงขีดปริมาตร

3.6.4.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

- จุดตัวอย่างมา 1 ลูกบาศก์เซนติเมตรด้วยปิเปต ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- เติมน้ำกลั่น 80 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะเกิดตะกอนขุ่นขาวขึ้นในขวด
- นำขวดปริมาตรไปสั่นด้วยเครื่องสั่นระบบอุลตราโซนิก (Ultrasonic bath) 5 นาที ปลอ่ยกให้เย็นเติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร
- นำสารละลายที่ได้ซึ่งขุ่นขาวมากรองด้วยเข็มฉีดยาพร้อมตัวกรอง ได้สารละลายใสที่เหมาะสมสำหรับฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

3.6.4.4 การทดสอบ

1. จุดสารละลายสแตนด์คาร์ดเอ็นบีวทานอลมา 1.0 ไมโครลิตรด้วยเข็มฉีดยาขนาด 10.0 ไมโครลิตร นำไปฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี เพื่อหาค่ารีเทนชันไทม์ของสแตนด์คาร์ดเอ็นบีวทานอล
2. จุดสารละลายตัวอย่างที่ผ่านการกรองมาแล้ว 1.0 ไมโครลิตรด้วยเข็มฉีดยาขนาด 10.0 ไมโครลิตร นำไปฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี เพื่อหาค่ารีเทนชันไทม์ของเอ็นบีวทานอล
3. นำค่ารีเทนชันไทม์ของเอ็นบีวทานอลของตัวอย่างเปรียบเทียบกับค่ารีเทนชันไทม์ของเอ็นบีวทานอลมาตรฐาน
4. ถ้าค่ารีเทนชันไทม์ของเอ็นบีวทานอลของตัวอย่างตรงกับค่ารีเทนชันไทม์ของเอ็นบีวทานอลมาตรฐาน แสดงว่าตัวอย่างเป็นเอ็นบีวทานอล

3.6.5 การวิเคราะห์น้ำหนักที่สูญเสียจากการเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส

- นำปอร์ซเลนเบซินไปเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลาครึ่งชั่วโมง
- นำปอร์ซเลนเบซินที่ร้อนไปใส่ไว้ในเดสิคเกตอร์ ทิ้งไว้ให้เย็นในเดสิคเกตอร์ และนำไปชั่งหาน้ำหนักที่แน่นอน
- ชั่งตัวอย่างเทตรา-เอ็นบีวทอกซิทีทานเดแบบหักลบน้ำหนัก ประมาณ 3 กรัม ให้ได้น้ำหนักที่แน่นอนถึง 0.0001 กรัมด้วยขวดชั่งน้ำหนัก ถ่ายตัวอย่างใส่ลงในปอร์ซเลนเบซิน

- นำปอร์ซเลนเบซินไปตั้งบนแท่นให้ความร้อน ค่อยๆเพิ่มความร้อนขึ้น แต่ไม่ให้ตัวอย่างลุกติดไฟ จนกระทั่งตัวอย่างเปลี่ยนเป็นคาร์บอนทั้งหมด
- นำปอร์ซเลนเบซินไปใส่ในเตาเผาที่ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง หรือจนตัวอย่างหมดคาร์บอน
- นำปอร์ซเลนเบซินที่ร้อนไปใส่ไว้ในเดสิคเคเตอร์ ทิ้งไว้ให้เย็นในเดสิคเคเตอร์ และนำไปชั่งหาน้ำหนักที่แน่นอน
- นำน้ำหนักที่ได้ไปคำนวณหาน้ำหนักที่สูญเสียเนื่องจากการเผา จากสูตรดังนี้

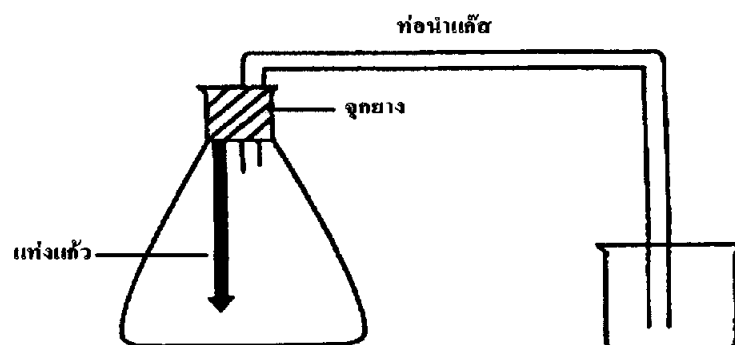
$$\text{น้ำหนักที่สูญเสียจากการเผา ร้อยละ} = [(W_2 - W_1) / W_s] \times 100$$

- เมื่อ
- W_1 = น้ำหนักของปอร์ซเลนเบซิน หน่วยเป็นกรัม
 - W_2 = น้ำหนักของตัวอย่าง และปอร์ซเลนเบซินหลังการเผาที่ 1000 องศาเซลเซียส หน่วยเป็นกรัม
 - W_s = น้ำหนักตัวอย่าง หน่วยเป็นกรัม

3.6.6 การหาปริมาณไทเทเนียมทั้งหมดโดยวิธีรีดิวซ์ด้วยโลหะอะลูมิเนียม

1. อุปกรณ์นำแก๊ส (Delivery tube)

อุปกรณ์นำแก๊สประกอบด้วย จุกยางเบอร์ 5 ที่มีรูเจาะ 2 รู รูที่หนึ่งเสียบด้วยแท่งแก้วที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 6 มิลลิเมตรมีความยาว 15 เซนติเมตร และรูที่หนึ่งเสียบด้วยหลอดแก้วนำแก๊สที่เป็นหลอดแก้วที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 4 มิลลิเมตร มีความยาวทั้งหมด 38 เซนติเมตร ปลายทั้งสองข้างของหลอดแก้วถูกตัดงอเป็นมุมฉาก มีปลายข้างหนึ่งยาว 7.5 เซนติเมตรสำหรับเสียบจุกยาง และปลายที่เหลือยาว 15 เซนติเมตร



อุปกรณ์นำแก๊ส (Delivery tube)

รูปที่ 4 : อุปกรณ์นำแก๊ส (Delivery tube)

2. สารละลายและวิธีเตรียม

2.1 สารละลายเฟรริกแอมโมเนียมซัลเฟต

- เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 15 ลูกบาศก์เซนติเมตรอย่างระมัดระวัง ลงในน้ำกลั่น 800 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผสมให้เข้ากัน
- ใส่เฟรริกแอมโมเนียมซัลเฟต 30.16 กรัม คนให้เข้ากัน
- เติมสารละลายร้อยละ 3 ของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต้มให้เดือดเบาๆ 15 นาที ปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง
- ถ่ายสารละลายที่ได้ลงในขวดปริมาตรขนาด 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

2.1.1 การสแตนด์ไดร์ดไคน์เซชัน (Standardization) สารละลายเฟรริกแอมโมเนียมซัลเฟต

- ชั่งไทเทเนียมไดออกไซด์มาตรฐานที่ผ่านการอบที่ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ให้น้ำหนักที่แน่นอนถึง 0.0001 กรัม ด้วยขวดชั่งน้ำหนักขนาด 7 ลูกบาศก์เซนติเมตร ให้น้ำหนักอยู่ระหว่าง 190 – 200 มิลลิกรัม เทสารใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- เติมแอมโมเนียมซัลเฟต 7 – 9 กรัม และกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 20 ลูกบาศก์เซนติเมตรลงในขวด ผสมให้เข้ากัน
- นำขวดไปตั้งบนแท่นให้ความร้อนที่ร้อนพอประมาณจนเกิดควันสีขาวจางๆ เพิ่มความร้อนจนได้ควันสีขาวที่หนาขึ้น และจนกรดซัลฟิวริกเดือด ตั้งบนแท่นความร้อนต่อไปเรื่อยๆจนสารละลายใสไม่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เหลืออยู่ แต่ไม่ควรเกิน 5 นาทีหลังเดือด
- ปล่อยให้ขวดรูปชมพู่ให้เย็น เติมน้ำกลั่น 120 ลูกบาศก์เซนติเมตรอย่างระมัดระวัง เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผสมให้เข้ากัน นำไปต้มจนเดือดเบาๆ ปล่อยให้เย็น
- นำอุปกรณ์นำแก๊สมาเสียบลงบนปากขวดรูปชมพู่ ที่ปลายแท่งแก้วดันพันด้วยแผ่นโลหะอะลูมิเนียมที่มีน้ำหนักประมาณ 1 กรัม และให้ปลายหลอดแก้วนำแก๊สข้างยาวจุ่มอยู่ในบีกเกอร์ทรงสูงขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร ที่บรรจุด้วยสารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนตที่อิ่มตัว 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปลายแท่งแก้วที่พันด้วยแผ่นโลหะอะลูมิเนียม และปลายท่อ นำแก๊สด้านยาว จะต้องจุ่มจนเกือบถึงก้นขวดรูปชมพู่ และก้นบีกเกอร์
- โลหะอะลูมิเนียมจะค่อยๆทำปฏิกิริยากับกรดจนหมด ให้สารละลายขุ่นดำที่ร้อน ขณะทำปฏิกิริยาแก๊สไฮโดรเจนที่เกิดขึ้นในขวดรูปชมพู่จะถูกถ่ายเทผ่านหลอดแก้วนำแก๊สสู่สารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนต บรรยากาศเหนือสารละลายในขวดจะไม่มีออกซิเจน

- นำขบวนการไปต้มให้เดือดเบาๆประมาณ 3 – 5 นาที หรือจนสารละลายข้างในเปลี่ยนเป็นสีม่วงใสของไทเทเนียมไตรคลอไรด์ โดยที่ปลายท่อหน้าแก๊สยังคงจุ่มอยู่ในสารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนต ขณะต้มให้เดือดแก๊สไฮโดรเจน และไอน้ำที่เกิดขึ้นในขบวนการจะถูกถ่ายเทผ่านหลอดแก้วนำแก๊สสู่สารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนต บรรยากาศเหนือสารละลายในขวดจะไม่มีออกซิเจน ซึ่งถ้ามีออกซิเจนอยู่จะไปออกซิไดซ์ไทเทเนียมไตรคลอไรด์
- ปล่อยให้ขบวนการค่อยๆเย็นลง จนกระทั่งอุณหภูมิลดลงมาที่ 60 องศาเซลเซียส ขณะที่อุณหภูมิของขบวนการลดลงสารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนตจะถูกไซฟอนกลับลงไป ในขบวนการ และทำให้เกิดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ภายในขบวนการ และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่มากเกินไปจะถูกถ่ายเทผ่านหลอดแก้วนำแก๊สสู่สารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนต
- ดึงจุกยางออกจากปากขบวนการ พร้อมทั้งฉีดน้ำเพียงเล็กน้อย เพื่อล้างแท่งแก้ว หลอดแก้วนำแก๊ส และจุกยาง เติมแอมโมเนียมไทโอไซยาเนต 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร และสารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนต 5 – 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ไทเทตสารละลายในขวดแก้วรูปขบวนการทันที และอย่างรวดเร็วด้วยสารละลายเฟร์ริกแอมโมเนียมซัลเฟต จนสีม่วงของไทเทเนียมไตรคลอไรด์ค่อยๆจางลงจนเกือบไม่มีสี และถึงจุดยุติเมื่อสารละลายเปลี่ยนเป็นสีฟางข้าว (สีส้ม) นำปริมาตรของสารละลายเฟร์ริกแอมโมเนียมซัลเฟตที่ไทเทตได้ไปคำนวณหาค่าสมมูลย์ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium equivalent) ของสารละลายเฟร์ริกแอมโมเนียมซัลเฟตจากสูตรดังนี้

$$T_1 = (W_1 \times P) / (V_2 \times 100)$$

เมื่อ

T_1 = สมมูลย์ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium equivalent) ของสารละลายเฟร์ริกแอมโมเนียมซัลเฟต

W_1 = น้ำหนักของไทเทเนียมมาตรฐานที่ใช้ หน่วยเป็นกรัม

P = ความบริสุทธิ์ของไทเทเนียมมาตรฐาน หน่วยเป็นร้อยละ

V_2 = ปริมาตรของสารละลายเฟร์ริกแอมโมเนียมซัลเฟตที่ไทเทตได้ หน่วยเป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

3. การทดสอบหาปริมาณไทเทเนียมใน เทตรา-เอ็น-บิวทอกซิทีทานต²

- ชั่งตัวอย่างเทตรา-เอ็น-บิวทอกซิทีทานต ให้ได้น้ำหนักที่แน่นอนถึง 0.0001 กรัม ด้วยขวดชั่งน้ำหนักขนาด 7 ลูกบาศก์เซนติเมตร มีน้ำหนักอยู่ประมาณ 1.0 กรัม ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- เติมน้ำ 5 – 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เพื่อให้เทตรา-เอ็น-บิวทอกซิทีทานตละลายตัวให้ไทเทเนียมไฮดรอกไซด์ และ เอ็นบิวทานอล
- นำขวดรูปชมพู่ไปตั้งบนเครื่องอังไอน้ำ เพื่อระเหยไอน้ำ และเอ็นบิวทานอลที่เกิดขึ้นจนหมด
- เติมแอมโมเนียมซัลเฟต 7 – 9 กรัม และกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 20 ลูกบาศก์เซนติเมตรลงในขวดผสมให้เข้ากัน
- นำขวดไปตั้งบนแท่นให้ความร้อนที่ร้อนพอประมาณจนเกิดควันสีขาวจางๆ เพิ่มความร้อนจนได้ควันสีขาวที่หนาขึ้น และจนกรดซัลฟิวริกเดือด ตั้งบนแท่นความร้อนต่อไปเรื่อยๆจนสารละลายใสไม่มีไทเทเนียมไฮดรอกไซด์ แต่ไม่ควรเกิน 5 นาทีหลังเดือด
- ปลดขวดให้เย็น เติมน้ำกลั่น 120 ลูกบาศก์เซนติเมตรอย่างระมัดระวัง เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผสมให้เข้ากัน นำไปต้มจนเดือดเบาๆ ปลดขวดให้เย็น
- นำอุปกรณ์นำแก๊สมาเสียบลงบนปากขวดรูปชมพู่ ที่ปลายแท่งแก้วดันพันด้วยแผ่นโลหะอะลูมิเนียมที่มีน้ำหนักประมาณ 1 กรัม และให้ปลายหลอดแก้วนำแก๊สข้างยาวจุ่มอยู่ในบีกเกอร์ทรงสูงขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร ที่บรรจุด้วยสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตที่อิ่มตัว 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปลายแท่งแก้วที่พันด้วยแผ่นโลหะอะลูมิเนียม และปลายท่อ นำแก๊สด้านยาว จะต้องจุ่มจนเกือบถึงก้นขวดรูปชมพู่ และก้นบีกเกอร์
- โลหะอะลูมิเนียมจะค่อยๆทำปฏิกิริยากับกรดจนหมด ให้สารละลายพุ่งดำที่ร้อน ขณะทำปฏิกิริยาแก๊สไฮโดรเจนที่เกิดขึ้นในขวดรูปชมพู่จะถูกถ่ายเทผ่านหลอดแก้วนำแก๊สสู่สารละลายโซเดียมคาร์บอเนต บรรยากาศเหนือสารละลายในขวดจะไม่มีออกซิเจน
- นำขวดรูปชมพู่ไปต้มให้เดือดเบาๆประมาณ 3 – 5 นาที หรือจนสารละลายข้างในเปลี่ยนเป็นสีม่วงใสของไทเทเนียมไตรคลอไรด์ โดยที่ปลายท่อ นำแก๊สยังคงจุ่มอยู่ในสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต ขณะต้มให้เดือดแก๊สไฮโดรเจน และไอน้ำที่เกิดขึ้นในขวดรูปชมพู่จะถูกถ่ายเทผ่านหลอดแก้วนำแก๊สสู่สารละลายโซเดียมคาร์บอเนต บรรยากาศเหนือสารละลายในขวดจะไม่มีออกซิเจน ซึ่งถ้ามีออกซิเจนอยู่จะไปออกซิไดซ์ไทเทเนียมไตรคลอไรด์
- ปลดยให้ขวดรูปชมพู่ค่อยๆเย็นลง จนกระทั่งอุณหภูมิตกลงมาที่ 60 องศาเซลเซียส ขณะที่อุณหภูมิของขวดรูปชมพู่ลดลงสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตจะถูกไซฟอนกลับลงไปในขวดรูปชมพู่ และทำให้เกิดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ภายในขวดรูปชมพู่ และแก๊ส

คาร์บอนไดออกไซด์ที่มากเกินไปจะถูกถ่ายเทผ่านหลอดแก้วนำแก๊สสู่สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

- ค้างจุกยางออกจากปากขวดรูปชมพู่ พร้อมทั้งฉีดน้ำเพียงเล็กน้อย เพื่อล้างแท่งแก้ว หลอดแก้วนำแก๊ส และจุกยาง เติมสารละลายแอมโมเนียมไทโอไซยาเนต 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 – 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ไทเทรตสารละลายในขวดแก้วรูปชมพู่ทันที และอย่างรวดเร็วด้วยสารละลายเฟร์ริกแอมโมเนียมซัลเฟต จนสีม่วงของไทเทเนียมเททระคลอไรด์ค่อยๆจางลงจนเกือบไม่มีสี และถึงจุดยุติเมื่อสารละลายเปลี่ยนเป็นสีฟางข้าว (สีส้ม) นำปริมาตรของสารละลายเฟร์ริกแอมโมเนียมซัลเฟตที่ไทเทรตได้ไปคำนวณหาปริมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) จากสูตรดังนี้

$$T_2 \text{ ร้อยละ} = \frac{V_3 \times T_1 \times 100}{S}$$

เมื่อ

T_2 = ปริมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2)

S = น้ำหนักของตัวอย่างเทตรา-เฮน-บิวทอกซิทีทานเนตที่ใช้ หน่วยเป็นกรัม

T_1 = สมมูลย์ไทเทเนียมไดออกไซด์ของสารละลายเฟร์ริกแอมโมเนียมซัลเฟต

V_3 = ปริมาตรของสารละลายเฟร์ริกแอมโมเนียมซัลเฟตที่ติเตรตได้ หน่วยเป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

เปลี่ยนปริมาณไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ไปเป็นปริมาณไทเทเนียม (Ti) จากสูตรดังนี้

$$\text{ไทเทเนียม(Ti) ร้อยละ} = \frac{T_2 \times M_1}{M_2}$$

เมื่อ

T_2 = ปริมาณไทเทเนียมไดออกไซด์ หน่วยเป็นร้อยละ

M_1 = น้ำหนักโมเลกุลของไทเทเนียม คือ 47.88 กรัมต่อโมเลกุล

M_2 = น้ำหนักโมเลกุลของไทเทเนียมไดออกไซด์ คือ 79.878 กรัมต่อโมเลกุล

3.6.7 การหาปริมาณเอ็นบีวทานอลโดยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

หลักการ: นำตัวอย่างเทตรา-เอ็น-บิวทอกซิทีทานมาเติมด้วยน้ำ จะได้เอ็นบีวทานอลแยกตัวออกมา จากนั้นหาปริมาณของเอ็นบีวทานอลด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีโดยใช้วิธีอินเทอร์นอลสแตนดาร์ด (Internal standard method)

1. การเตรียมเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีสำหรับทดสอบ

- Injector เป็นแบบ split/splitless อุณหภูมิของ Injector = 150 องศาเซลเซียส
- Detector เป็นแบบ Flame ionization detector (FID) อุณหภูมิของ Detector = 240 องศาเซลเซียส
- สภาวะอุณหภูมิในตู้ของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีใช้แบบอินทีเกรต คือ
 1. อุณหภูมิเริ่มต้น = 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 7 นาที
 2. เพิ่มอุณหภูมิไปที่ 220 องศาเซลเซียส ด้วยอัตรา 20 องศาเซลเซียสต่อนาที
 3. คงที่ที่อุณหภูมิ 220 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที และจบโปรแกรมของการฉีดหนึ่งครั้ง
- แก๊สพา (Carrier gas) คือ แก๊สฮีเลียม อัตราการพาของแก๊สฮีเลียม = 5 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที
- Split ratio = 20 : 1

2. การเตรียมสารละลายสแตนดาร์ดเอ็นบีวทานอล

จุดสแตนดาร์ดเอ็นบีวทานอล 1.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใสลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งให้น้ำหนักที่แน่นอนถึง 0.0001 กรัม จุดไอโซบิวทานอล 1.0 ลูกบาศก์เซนติเมตรใสลงในขวดปริมาตรใบเดิม ซึ่งให้น้ำหนักที่แน่นอนถึง 0.0001 กรัม เติมน้ำกลั่น 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมหทานอลลงไปให้ถึงขีดปริมาตร

3. การเตรียมตัวอย่าง

จุดตัวอย่างมา 1 ลูกบาศก์เซนติเมตรด้วยเข็มฉีดยาสำหรับชั่งน้ำหนัก (Weighting syringe) ใสลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งให้น้ำหนักที่แน่นอนถึง 0.0001 กรัม จุด

ไอโซบิวทานอล 1.0 ลูกบาศก์เซนติเมตรใส่ลงในขวดปริมาตรใบเดิม ซึ่งให้ได้น้ำหนักที่แน่นอนถึง 0.0001 กรัม เติมนีทานอล 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าให้เข้ากัน เติมน้ำกลั่น 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะเกิดตะกอนขุ่นขาวขึ้นในขวด นำขวดปริมาตรไปสั่นในเครื่องสั่นระบบอุลตราโซนิก(Ultrasonic bath) 5 นาที ปล่อยให้เย็น เติมนีทานอลจนถึงขีดปริมาตร

4. การทดสอบ

- ดูดสารละลายสแตนดาร์ดเอ็นบีทานอลจำนวน 1.0 ไมโครลิตรด้วยเข็มฉีดยาขนาด 10 ไมโครลิตร นำไปฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี
- นำสารละลายของตัวอย่างที่เตรียมไว้มา 3.0 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นในเข็มฉีดยาสำหรับกรอง และทำการกรอง ดูดสารละลายของตัวอย่างที่ผ่านการกรองมา 1.0 ไมโครลิตรด้วยเข็มฉีดยาขนาด 10 ไมโครลิตร นำไปฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

5. การคำนวณ

นำค่าอัตราส่วนของพื้นที่ได้ฟีกของเอ็นบีทานอลมาตรฐานต่อพื้นที่ได้ฟีกของไอโซบิวทานอล ซึ่งเป็นอินเตอร์นอลสแตนดาร์ดมาเปรียบเทียบกับค่าอัตราส่วนของพื้นที่ได้ฟีกของเอ็นบีทานอลที่ได้จากตัวอย่างต่อพื้นที่ได้ฟีกของไอโซบิวทานอล

$$\text{อัตราส่วนพื้นที่ได้ฟีก (PR)} = \frac{\text{พื้นที่ได้ฟีกของเอ็นบีทานอล}}{\text{พื้นที่ได้ฟีกของไอโซบิวทานอล}}$$

$$\text{เอ็นบีทานอล ร้อยละ} = \frac{\text{PR}_{\text{SAMPLE}} \times \text{M}_{\text{STANDARD}} \times 100}{\text{PR}_{\text{STANDARD}} \times \text{MW}}$$

$$\text{เมื่อ } \text{PR}_{\text{SAMPLE}} = \frac{\text{พื้นที่ได้ฟีกเอ็นบีทานอลของตัวอย่าง}}{\text{พื้นที่ได้ฟีกไอโซบิวทานอล}}$$

$$\text{PR}_{\text{STANDARD}} = \frac{\text{พื้นที่ได้ฟีกของเอ็นบีทานอลมาตรฐาน}}{\text{พื้นที่ได้ฟีกไอโซบิวทานอล}}$$

$$\text{M}_{\text{STANDARD}} = \text{น้ำหนักของเอ็นบีทานอลมาตรฐาน มีหน่วยเป็นกรัม}$$

$$\text{MW} = \text{น้ำหนักของตัวอย่าง มีหน่วยเป็นกรัม}$$

บทที่ 4

ผลการศึกษาทดลอง

4.1 ผลการทดสอบเบื้องต้น

1. ตัวอย่างเป็นของเหลวโปร่งใส ไม่มีสี มีความหนืดมากกว่าน้ำ มีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน
2. ตัวอย่างมีกลิ่นเหมือนกลิ่นของเอ็นบีวทานอล
3. การเผาไหม้ของตัวอย่าง
 - ตัวอย่างเมื่อนำไปใกล้เปลวไฟจะไม่ลุกติดไฟ แสดงว่าตัวอย่างไม่ใช่สารไวไฟ
 - นำตัวอย่างไปเผาไฟตัวอย่างจะลุกติดไฟ แสดงว่าตัวอย่างเป็นสารอินทรีย์
 - การลุกติดไฟของตัวอย่างจะได้เปลวไฟสีเหลือง ไม่มีเขม่าดำเกิดขึ้น แสดงว่าตัวอย่างไม่ใช่สารอินทรีย์ประเภทอะโรมาติก แต่เป็นสารอินทรีย์ประเภทอะลิฟาติก
 - เมื่อเผาตัวอย่างต่อไปด้วยไฟอย่างแรงจะเหลือเถ้าสีขาว แสดงว่าตัวอย่างประกอบด้วยสารอนินทรีย์ แต่เถ้าขณะร้อนแดงจะมีสีเหลืองส้ม แสดงว่าอาจเป็นสารประกอบของธาตุสังกะสี หรือไทเทเนียม
4. การละลายของตัวอย่างในตัวทำละลาย มีผลการทดสอบตามตารางที่ 3

ตารางที่ 3 : ผลการทดสอบการละลาย

ตัวทำละลาย	ผลการทดสอบการละลาย
เอทานอล	ละลายได้ดี
อะซีโตน	ละลายได้ดี
คลอโรฟอร์ม	ละลายได้ดี
ทูลูอิน	ละลายได้ดี
ไซลีน	ละลายได้ดี
เฮกเซน	ละลายได้ดี
น้ำ	เกิดการสลายตัวให้ตะกอนสีขาว

4.2 ผลการวิเคราะห์หาธาตุในสารอินทรีย์

การวิเคราะห์หาปริมาณธาตุ ใน โตรเจน ซัลเฟอร์ ฟลูออรีน คลอรีน โบรมีน และ ฟอสฟอรัสตามข้อ 3.6.2 ได้ผลการทดสอบหาปริมาณธาตุตามตารางที่ 4

ตารางที่ 4 : ผลการทดสอบหาธาตุในสารอินทรีย์

ธาตุ	ผลการทดสอบ
ไนโตรเจน	ไม่เกิดสารละลายสีม่วงแกมน้ำเงิน
ฟลูออรีน	ไม่เกิดตะกอนสีเหลือง
คลอรีน	ไม่เกิดตะกอนสีขาว
โบรมีน	ไม่เกิดตะกอนสีเหลือง
ฟอสฟอรัส	ไม่เกิดสารละลายหรือตะกอนสีเหลือง
ซัลเฟอร์	ไม่เกิดสารละลายสีม่วงแกมน้ำเงิน

ฉะนั้น ตัวอย่างเป็นสารอินทรีย์ที่มีธาตุคาร์บอนเป็นองค์ประกอบ ไม่มีธาตุไนโตรเจน ซัลเฟอร์ ฟอสฟอรัส คลอรีน โบรมีน และฟลูออรีนในโครงสร้าง

4.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างโดยเครื่องฟูรีเยทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์

เมื่อทดสอบตัวอย่างตามหัวข้อ 3.6.3 ได้อินฟราเรดสเปกตรัม(รูปที่ 5)ของตัวอย่างเททรา-เอิน-บิวทอกซิไททานेट เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับอินฟราเรดสเปกตรัมมาตรฐาน(รูปที่ 6)ของเอกสารอ้างอิง Sadtler Research Laboratories INC สำหรับ Monomer and polymer หมายเลข D 5444 ซึ่งเป็นอินฟราเรดสเปกตรัมของ Tetrabutyl titanate พบว่ามีลักษณะอินฟราเรดสเปกตรัมเหมือนกัน สรุปได้ว่า ตัวอย่างน่าจะเป็นเททรา-เอิน-บิวทอกซิไททานेट

4.4 การแยกและวิเคราะห์เชิงคุณภาพโดยวิธีแก๊สโครมาโทกราฟี

เมื่อทดสอบตัวอย่างตามหัวข้อ 3.6.4 จะได้

1. โครมาโตแกรม(รูปที่ 7) และตารางข้อมูล(ตารางที่ 1) ของสารละลายตัวอย่าง Tetra-n-butoxy titanate
2. โครมาโตแกรม(รูปที่ 8) และตารางข้อมูล(ตารางที่ 2) ของสารละลายเอ็นบิวทานอลมาตรฐาน

นำโครมาโทแกรมของสารละลายตัวอย่าง Tetra-n-butoxy titanate มาเปรียบเทียบกับโครมาโทแกรมของสารละลายเอ็นบีวทานอลมาตรฐาน พบว่าค่ารีเทนชันไทม์ของตัวอย่าง คือ 7.627 นาที ซึ่งตรงกับค่ารีเทนชันไทม์ของเอ็นบีวทานอลมาตรฐาน คือ 7.797 นาที แสดงว่าตัวอย่างมีเอ็นบีวทานอลเป็นองค์ประกอบ

นำรายงานผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างจากตารางที่ 1 มาเปรียบเทียบกับกับรายงานผลการวิเคราะห์ของสารละลายเอ็นบีวทานอลมาตรฐานจากตารางที่ 2 พบว่าที่ค่ารีเทนชันไทม์ 7.797 นาที ซึ่งเป็นพีคของเอ็นบีวทานอลของตัวอย่าง มีค่า Area percent เท่ากับ 99.6492 และที่ค่ารีเทนชันไทม์ 7.626 นาที ซึ่งเป็นพีคของเอ็นบีวทานอลมาตรฐาน มีค่า Area percent เท่ากับ 97.0495 ฉะนั้น สรุปได้ว่าตัวอย่างมีเอ็นบีวทานอลเป็นองค์ประกอบหลักเพียงตัวเดียว มีสารอินทรีย์ตัวอื่นปนเปื้อนอยู่ ร้อยละ 0.35

4.5 การวิเคราะห์น้ำหนักที่สูญเสียจากการเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส

เมื่อทดสอบตัวอย่างตามข้อ 3.6.5 ได้ข้อมูล และผลการวิเคราะห์ตามตารางที่ 5 ข้างล่างนี้

ตารางที่ 5 : ข้อมูลและผลการวิเคราะห์น้ำหนักที่สูญเสียหลังการเผา

	ตัวอย่างส่วน		
	ก	ข	ค
น้ำหนักตัวอย่าง หน่วยเป็นกรัม	3.3878	3.5887	3.4926
น้ำหนักของปอร์ซเลนเบซินและตัวอย่างหลังเผา กรัม	29.7090	30.1186	29.1375
น้ำหนักของปอร์ซเลนเบซิน	28.9151	29.2791	28.3219
น้ำหนักตัวอย่างหลังเผา หน่วยเป็นกรัม	0.7939	0.8395	0.8166
ตัวอย่างหลังเผา ร้อยละของน้ำหนักตัวอย่าง	23.4340	23.3928	23.3808
ตัวอย่างหลังเผา ร้อยละของน้ำหนักตัวอย่างเฉลี่ย	23.4025		
น้ำหนักที่สูญเสียหลังการเผา ร้อยละของน้ำหนักตัวอย่างเฉลี่ย	76.5975		

หมายเหตุ : ตัวอย่างหลังการเผาเป็นของแข็งสีขาว

4.6 การหาปริมาณไทเทเนียมทั้งหมดโดยวิธีรีดิวซ์ด้วยโลหะอะลูมิเนียม

เมื่อทดสอบตัวอย่างตามข้อ 3.6.6 ได้ข้อมูล และผลการวิเคราะห์ตามตารางที่ 6 ข้างล่างนี้

ตารางที่ 6 : ข้อมูลและผลการวิเคราะห์หาปริมาณไทเทเนียม

	ตัวอย่าง	
	ก	ข
น้ำหนักตัวอย่าง หน่วยเป็นกรัม	0.8012	0.8537
สารละลายเฟรริกแอม โมเนียมซัลเฟต หน่วยเป็นลบ.ชม. (titanium equivalent = 0.0054706)	31.4	33.4
ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO ₂) ร้อยละของน้ำหนักตัวอย่าง	21.4399	21.5312
ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO ₂) ร้อยละของน้ำหนักตัวอย่างเฉลี่ย	21.4855	
ไทเทเนียม (Ti) ร้อยละของน้ำหนักตัวอย่างเฉลี่ย	12.8783	

4.7 การหาปริมาณเอ็นบีวทานอลโดยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

เมื่อทดสอบตัวอย่างตามข้อ 3.6.7 จะได้ข้อมูล

1. การเตรียมสารละลายตัวอย่าง และสารละลายเอ็นบีวทานอลมาตรฐานตามตารางที่ 7 และทำปริมาตรเป็น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรด้วยเอทานอล

ตารางที่ 7 : ข้อมูลการเตรียมสารละลายตัวอย่าง และสารละลายเอ็นบีวทานอลมาตรฐาน

	เอ็นบีวทานอล มาตรฐาน	ตัวอย่าง	
		ก	ข
น้ำหนักตัวอย่าง 1 ลบ.ชม. หน่วยเป็นกรัม	-	0.9360	0.9849
น้ำหนักเอ็นบีวทานอล 1 ลบ.ชม. หน่วยเป็นกรัม	1.2544	-	-
น้ำหนักไอโซบิวทานอล 1 ลบ.ชม. กรัม	0.7911	0.7861	0.7852
น้ำกลั่น ลบ.ชม.	2	2	2

2. นำสารละลายเอ็นบีวทานอลมาตรฐาน และสารละลายตัวอย่างที่ได้ผ่านการกรองด้วยเข็มฉีดยาสำหรับกรองไปฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีได้

- 2.1 รายงานผลการวิเคราะห์ของสารละลายเอ็นบีวทานอลมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์หาปริมาณเอ็นบีวทานอล(ตารางที่ 9) และโครมาโทแกรมของสารละลายเอ็นบีวทานอลมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์หาปริมาณเอ็นบีวทานอล(รูปที่ 9)
- 2.2 รายงานผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างส่วน ก. สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณเอ็นบีวทานอล(ตารางที่ 10) และโครมาโทแกรมของสารละลายตัวอย่างส่วน ก. สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณเอ็นบีวทานอล(รูปที่ 11)
- 2.3 รายงานผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างส่วน ข. สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณเอ็นบีวทานอล(ตารางที่ 9) และโครมาโทแกรมของสารละลายตัวอย่างส่วน ก. สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณเอ็นบีวทานอล(รูปที่ 11)
- 2.4 ข้อมูล และผลการวิเคราะห์หาปริมาณเอ็นบีวทานอลในตัวอย่างตามตารางที่ 8

ตารางที่ 8 : ข้อมูลและผลการวิเคราะห์หาปริมาณเอ็นบีวทานอล

	เอ็นบีวทานอล มาตรฐาน	ตัวอย่าง	
		ก	ข
Peak area _{ISTD} ของไอโซบีวทานอล (ISTD)	848602	941552	917902
Peak area _{STD} ของเอ็นบีวทานอล (STD)	1284150	-	-
Peak area _{SAMPLE} ของเอ็นบีวทานอล (SAMPLE)	-	912599	935545
น้ำหนักตัวอย่าง 1 ลบ.ซม. กรัม	-	0.9360	0.9849
น้ำหนักเอ็นบีวทานอลมาตรฐาน 1 ลบ.ซม. กรัม	1.2544	-	-
น้ำหนักไอโซบีวทานอล (ISTD) 1 ลบ.ซม. กรัม	0.7911	0.7861	0.7852
Ratio of Peak area _{STD} and Peak area _{ISTD}	1.51325	-	-
Ratio of Peak area _{SAMPLE} and Peak area _{ISTD}	-	0.96924	1.01922
เอ็นบีวทานอล ร้อยละ	-	85.8388	85.7828
เอ็นบีวทานอลเฉลี่ย	-	85.8108	

บทที่ 5

วิจารณ์และสรุปผล

- 4.1 จากการตรวจสอบเบื้องต้น พบว่าตัวอย่างเป็นของเหลว มีกลิ่นเหมือนเอ็น-บิวทานอล เมื่อนำตัวอย่างไปเผาไฟ ตัวอย่างจะลุกติดไฟ แสดงว่าตัวอย่างเป็นสารอินทรีย์ และเมื่อเผาหมดแล้วจะเหลือเถ้าสีเทา เมื่อเผาด้วยไฟอย่างแรงจะเหลือเถ้าสีขาว แสดงว่าตัวอย่างไม่ได้เป็นสารอินทรีย์ล้วน
- เมื่อนำตัวอย่างมาละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ต่างๆ เช่น เอทานอล ทูลูอิน และเฮกเซน ตัวอย่างสามารถละลายได้ดีทุกตัว
- เมื่อนำตัวอย่างมาละลายด้วยน้ำ เกิดความร้อนและตะกอนขุ่นขาว แสดงว่าเกิดการสลายตัวได้ตะกอนสีขาวผสมกับสารละลาย
- ฉะนั้นตัวอย่างมีคุณสมบัติสอดคล้องกับคุณสมบัติของ Tetra-butyl titanate ที่ระบุในหนังสือชื่อ The Condensed Chemical Dictionary³
- 4.2 เมื่อนำตัวอย่าง Tetra-N-butoxy titanium มาตรวจวิเคราะห์หาโครงสร้างทางเคมีด้วยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ได้อินฟราเรดสเปกตรัมตามรูปที่ 5 ซึ่งมีอินฟราเรดสเปกตรัมเหมือนอินฟราเรดสเปกตรัมมาตรฐานของ Tetra-butyl titanate ตามรูปที่ 6⁷ จากหนังสืออ้างอิง IR spectrum มาตรฐานของ Sadtler Research Laboratories INC. หมายเลข Sadtler no. D 5444
- 4.3 นำตัวอย่าง Tetra-N-butoxy titanium ไปวิเคราะห์เชิงคุณภาพ เพื่อพิสูจน์ทราบว่าตัวอย่างมีเอ็นบิวทานอลเป็นองค์ประกอบหลักใช่หรือไม่ โดยใช้เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี พบว่าตัวอย่างมีเอ็นบิวทานอลเป็นองค์ประกอบหลัก ไม่มีสารอินทรีย์อื่นๆผสมอยู่
- 4.4 นำตัวอย่าง Tetra-N-butoxy titanium ไปทำการวิเคราะห์หาน้ำหนักที่สูญเสียจากการเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสได้ร้อยละ 23.4
- 4.5 วิเคราะห์หาปริมาณไทเทเนียมไดออกไซด์โดยการรีดิวซ์ตัวอย่าง Tetra-N-butoxy titanium ที่ผ่านการเตรียมด้วยโลหะอะลูมิเนียม ได้สารละลายสีม่วงของไทเทเนียมไตรคลอไรด์ ไทเตรตด้วยสารละลายเฟอร์ริกแอมโมเนียมซัลเฟต โดยมีสารละลายแอมโมเนียมไทโอไซยาเนตเป็นอินดิเคเตอร์ พบว่าตัวอย่างประกอบด้วยไทเทเนียมร้อยละ 12.9 หรือ คำนวณเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ร้อยละ 21.5
- 4.6 วิเคราะห์หาปริมาณเอ็นบิวทานอลด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี เลือกใช้วิธีอินเตอร์นอลสแตนดาร์ด (Internal standard method) โดยมีเอ็นบิวทานอลเป็นสแตนดาร์ด และ ไฮโซ

บิวทานอลเป็นอินเทอร์นอลสแตนดาร์ด พบว่าตัวอย่าง Tetra-N-butoxy titanium มีเอ็นบิวทานอล ร้อยละ 85.8

- 4.7 นำค่าไทเทเนียมมาคำนวณหาปริมาณ Tetra-N-butoxy titanium ได้ร้อยละ 91.5
 นำค่าน้ำหนักที่สูญเสียจากการเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสมาคำนวณหาปริมาณ Tetra-N-butoxy titanium ได้ร้อยละ 99.7
 นำค่าเอ็นบิวทานอลมาคำนวณหาปริมาณ Tetra-N-butoxy titanium ได้ร้อยละ 98.5
 จากผลการคำนวณหาปริมาณ Tetra-N-butoxy titanium ในข้อ 4.7 พบว่า ตัวอย่างเป็น Tetra-N-butoxy titanium มีส่วนผสมอื่นเจือปนอยู่ในปริมาณเล็กน้อย
 ข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ทดสอบสามารถนำไปใช้ประกอบการพิจารณาจัดพิถีพิถัน ภาษีสฤตการได้ และวิธีการวิเคราะห์ทดสอบและเทคนิคในการวิเคราะห์สามารถนำไปเป็นแนวทางในการวิเคราะห์สารตัวอย่างอื่นๆที่มีลักษณะคล้ายคลึงกัน

ผลการวิเคราะห์ทดสอบสารตัวอย่างจากกรมศุลกากร ตามใบขนสินค้าสำแดงชื่อว่า Tetra-N-butoxy titanium เมื่อตรวจวิเคราะห์หาโครงสร้างทางเคมีด้วยเครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ พบว่าเป็น Tetra-N-butoxy titanium

เมื่อตรวจวิเคราะห์หาเอ็นบิวทานอลด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี พบว่ามีเอ็นบิวทานอล ร้อยละ 85.8

เมื่อตรวจวิเคราะห์หาไทเทเนียมด้วยวิธีไทเทรต พบว่ามีไทเทเนียม ร้อยละ 12.9

จากผลการวิเคราะห์ทดสอบแสดงให้เห็นว่า สารตัวอย่างเป็น Tetra-N-butoxy titanium เป็นส่วนประกอบหลักประมาณร้อยละ 99.7 มีส่วนผสมอื่นเจือปนอยู่ในปริมาณเล็กน้อย

กิตติกรรมประกาศ

ผู้เขียนขอขอบคุณ คุณส่องแสง เลี้ยวชวลิต ผู้อำนวยการโครงการเคมี คุณจันทร์เพ็ญ ใจธีรภาพกุล และผู้ร่วมงานในงานวิเคราะห์เคมีภัณฑ์และผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมเคมี ที่ให้คำแนะนำ และช่วยเหลือ ขอขอบคุณกรมวิทยาศาสตร์บริการที่ให้ความเชื่อเพื่อวัสดุ อุปกรณ์ และสารเคมีต่างๆ ทำให้การศึกษาวิจัยครั้งนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

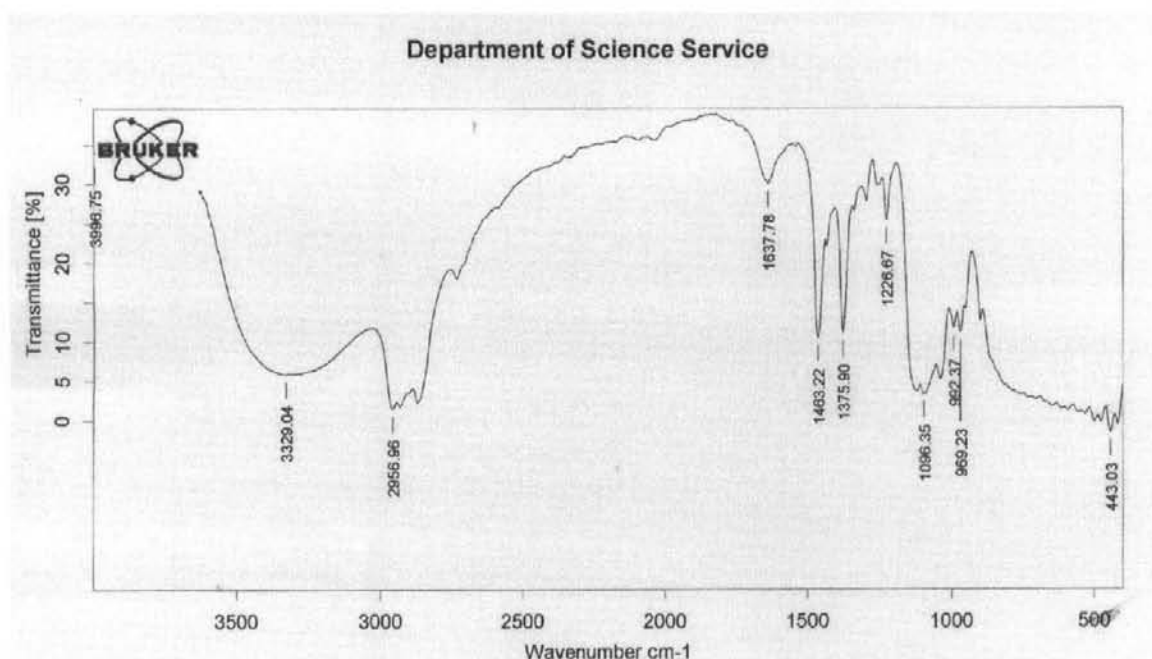
เอกสารอ้างอิง

1. แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ. กรุงเทพมหานคร : โรงพิมพ์ชวนพิมพ์, 2534. หน้า 108-192, 811-882.
2. American Society for Testing and Materials. Standard test methods for chemical analysis of white titanium pigments. D 1397-76(2003). In **Annual book of ASTM standard: paint, related coating, and aromatics**. vol 06.03. West Conshohocken, PA : ASTM, 2004. p. 293-299.
3. **Hawley's Condensed Chemical Dictionary**. 14th ed. rev. New York : Wiley, c2001. p. 1078.
4. Sadtler Research Laboratories. **The Sadtler standard spectra : Monomers and polymers**, vol 8; D 5390-5599. Philadelphia : Sadtler Research Laboratories, 1966.
5. Shriner, RL. **The systematic identification of organic compounds**. 6th ed., New York : Wiley, 1980. p. 26-27, 62-87.

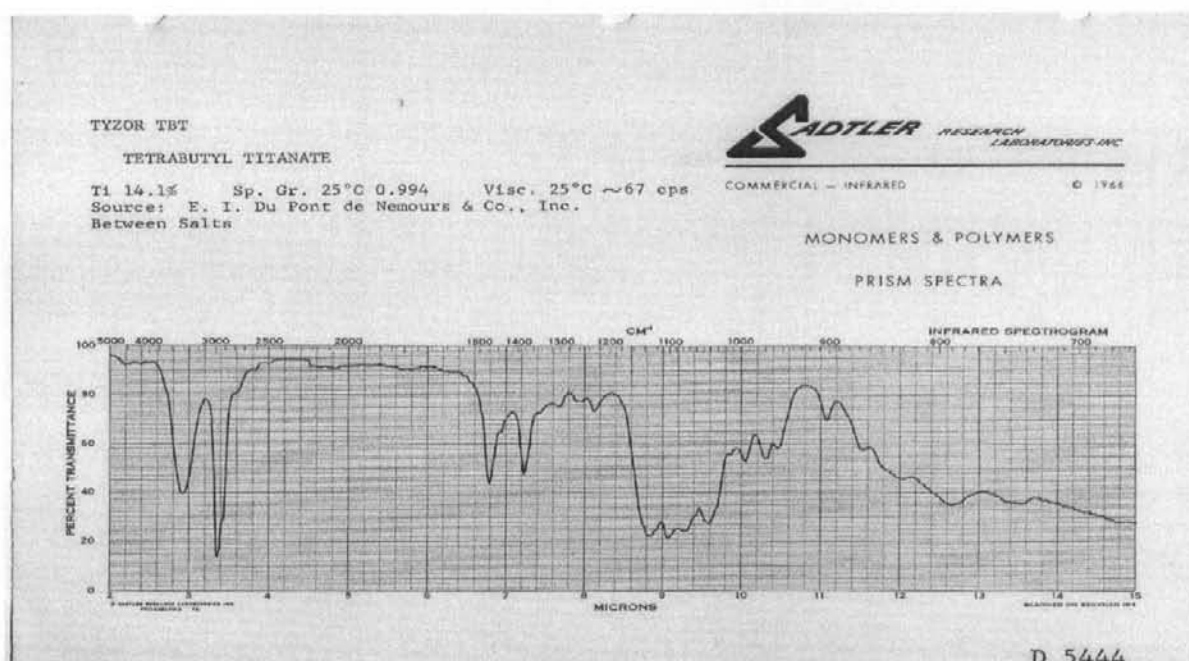
ภาคผนวก

ภาคผนวก 1

อินฟราเรดสเปกตรัม



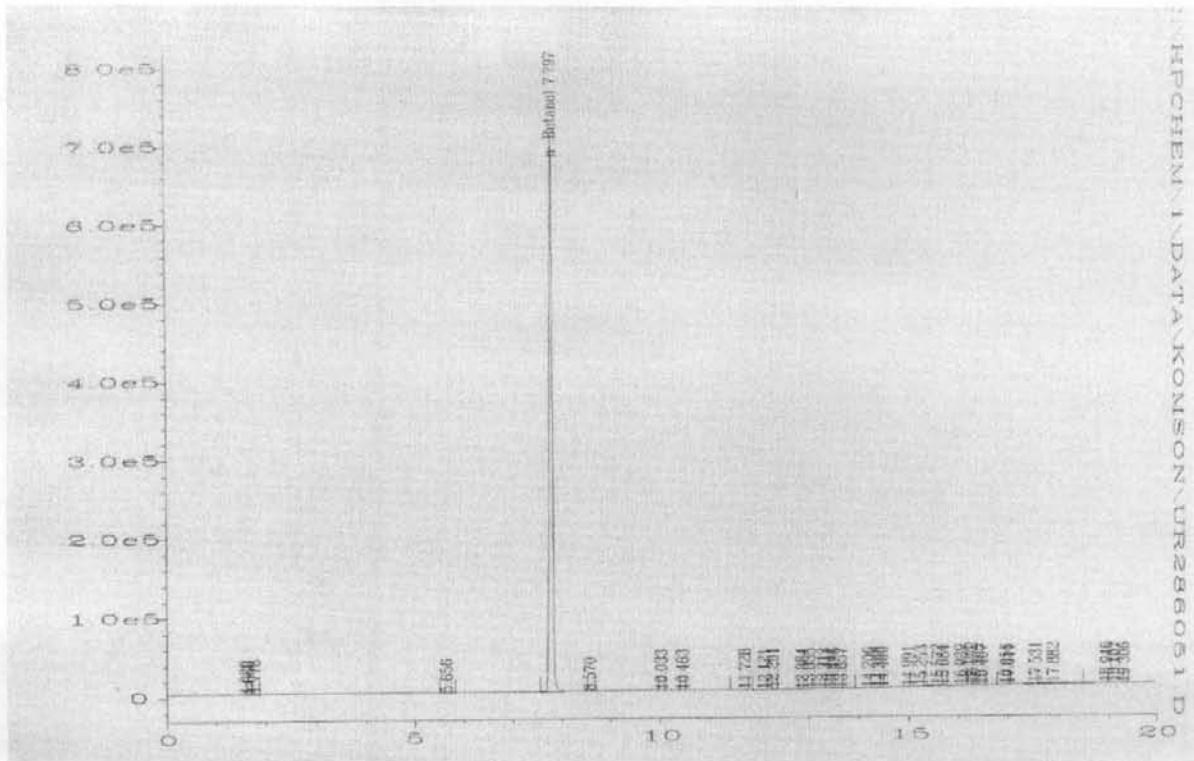
รูปที่ 5 : อินฟราเรดสเปกตรัมของตัวอย่าง Tetra-n-butoxy titanate



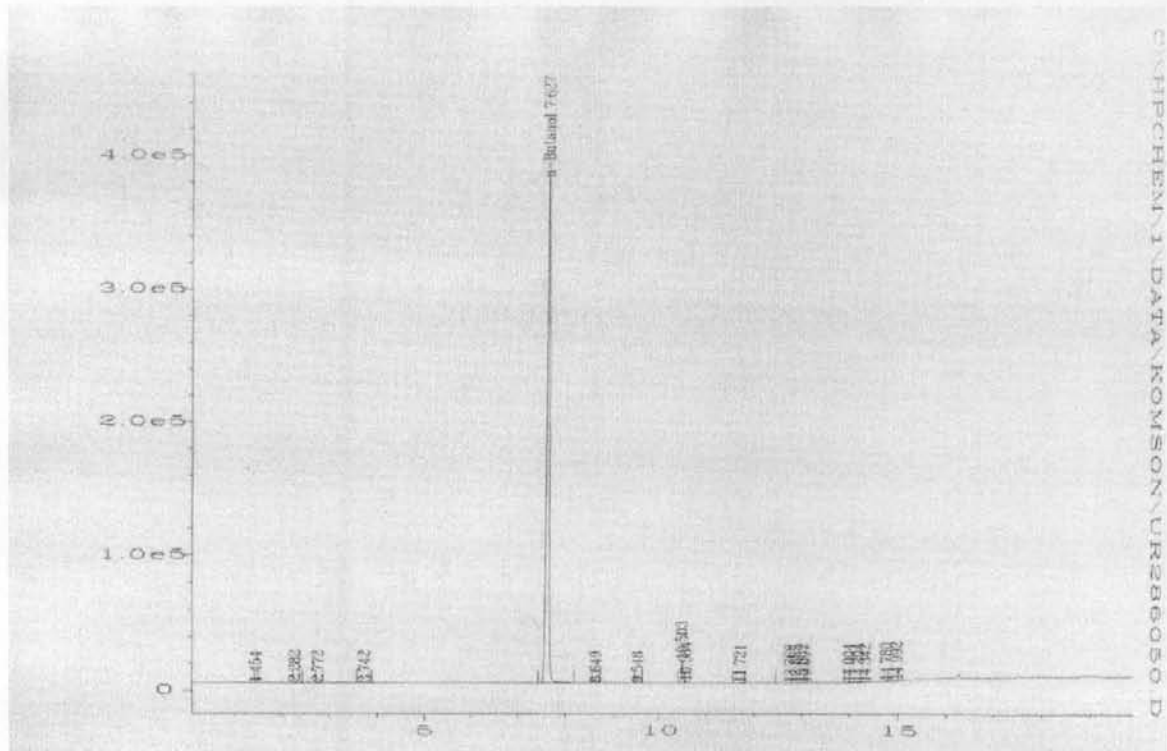
รูปที่ 6 : อินฟราเรดสเปกตรัมมาตรฐานของ Tetrabutoxy titanate

ภาคผนวก 2

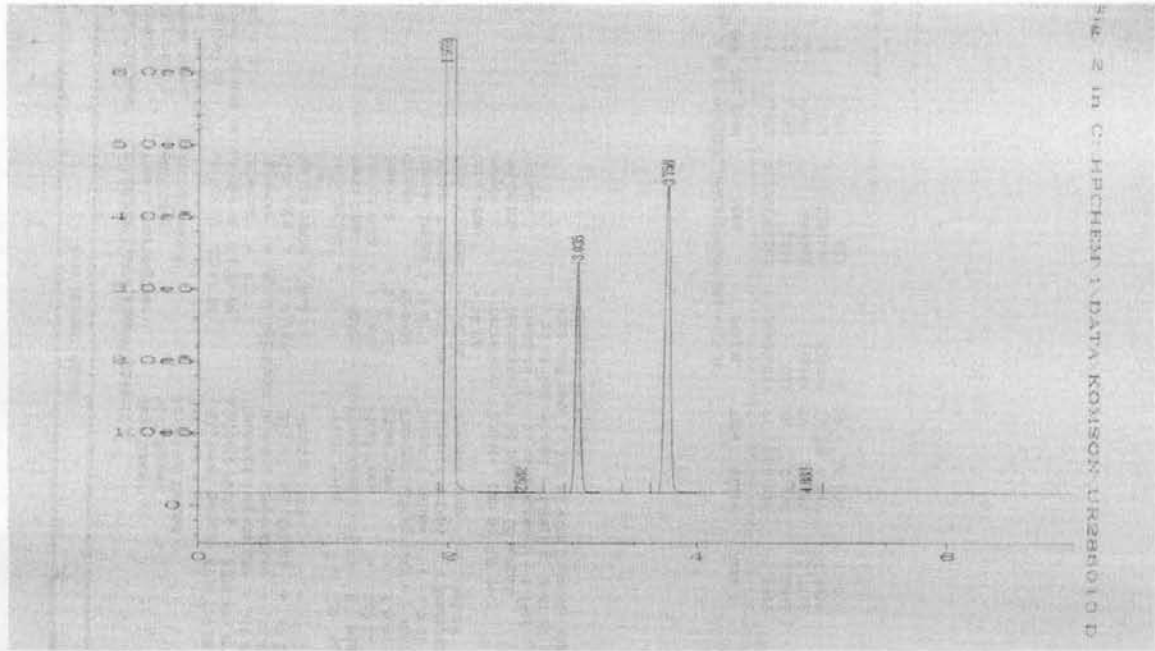
โครมาโทแกรมแก๊สโครมาโทกราฟี



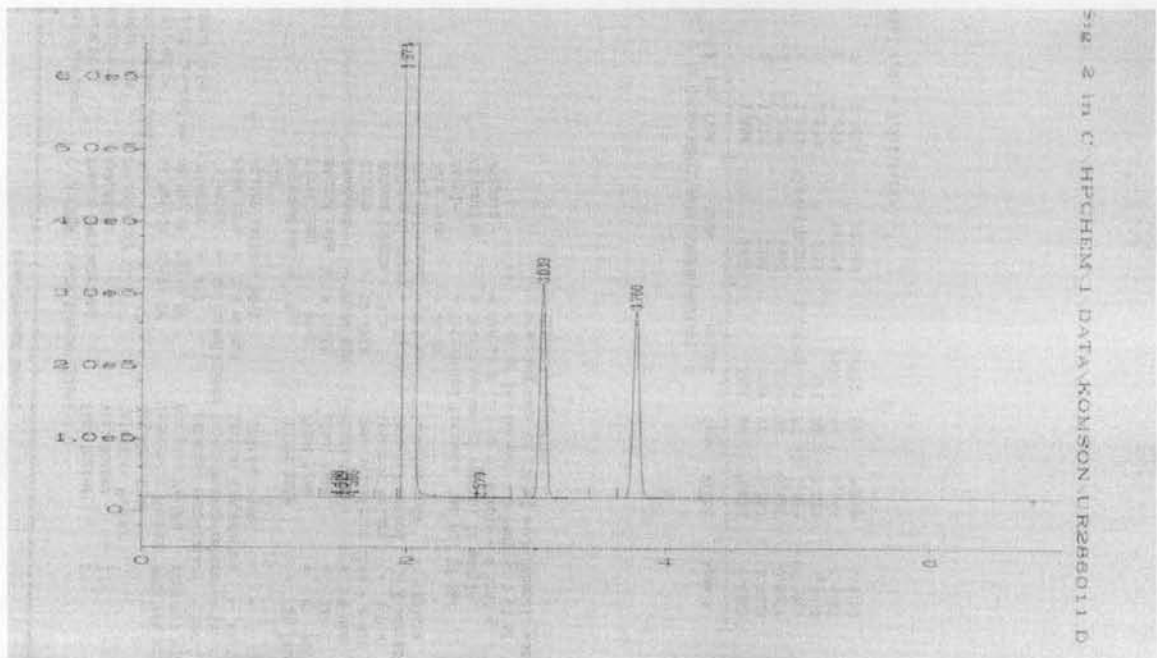
รูปที่ 7 : โครมาโทแกรมของสารละลายตัวอย่างสำหรับพิสูจน์ทราบสารเอ็น-บิวทานอล



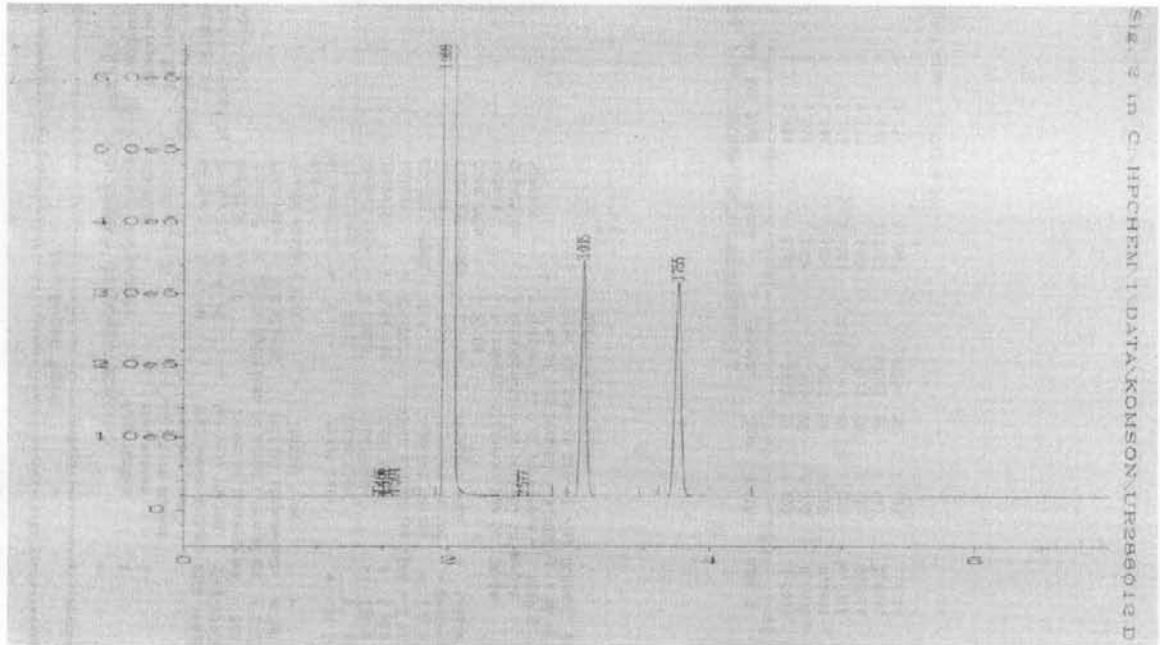
รูปที่ 8 : โครมาโทแกรมของสารละลายเอ็น-บิวทานอลมาตรฐานสำหรับพิสูจน์ทราบสารเอ็นบิวทานอล



รูปที่ 9 : โครมาโทแกรมของสารละลายเอ็นบีวทานอดมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์หาปริมาณเอ็นบีวทานอด



รูปที่ 10 : โครมาโทแกรมของสารละลายตัวอย่างส่วน ก สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณเอ็นบีวทานอด



รูปที่ 11 : โครมาโทแกรมของสารละลายตัวอย่างส่วน ข สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณเอ็นบีวานอล

ภาคผนวก 3

รายงานผลการวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี

Sig. 2 in C:\HPCHEM\1\DATA\KOMSON\UR286051.D

Pk#	Ret Time	Area	Height	Type	Width	Area %
1	1.620	395	320	VV	0.021	0.0126
2	1.666	401	206	VB	0.029	0.0129
3	1.778	2813	1714	BV	0.025	0.0902
4	5.656	1245	161	BB	0.099	0.0399
5	7.797	3108081	705260	BV	0.062	99.6492
6	8.570	586	139	VB	0.061	0.0188
7	10.033	252	128	BB	0.032	0.0081
8	10.463	293	157	BB	0.030	0.0094
9	11.728	625	351	BB	0.026	0.0200
10	12.121	72	122	BV	0.012	0.0023
11	12.291	1752	1233	PB	0.022	0.0562
12	12.884	88	35	VV	0.034	0.0028
13	13.035	519	228	PV	0.032	0.0167
14	13.313	405	75	VV	0.069	0.0130
15	13.411	377	96	PV	0.051	0.0121
16	13.496	191	109	VV	0.026	0.0061
17	13.657	232	45	VV	0.067	0.0074
18	14.206	156	96	PV	0.026	0.0050
19	14.398	357	77	PV	0.061	0.0114
20	14.463	184	82	VV	0.038	0.0059

Total area = 3119023

ตารางที่ 1 : รายงานผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างสำหรับพิสูจน์ทราบสารเอ็นบีวทานอล

Sig. 2 in C:\HPCHEM\1\DATA\KOMSON\UR286050.D

Pk#	Ret Time	Area	Height	Type	Width	Area %
1	1.454	194	189	BV	0.025	0.0120
2	2.282	1915	852	BB	0.034	0.1182
3	2.772	1348	552	BB	0.038	0.0832
4	3.742	2305	747	BB	0.047	0.1423
5	7.627	1571613	382826	BV	0.060	97.0495
6	8.649	558	192	BB	0.043	0.0344
7	9.548	603	246	BB	0.038	0.0373
8	10.503	34977	17537	BV	0.031	2.1599
9	10.584	3687	1945	VB	0.030	0.2277
10	11.721	378	195	BB	0.028	0.0233
11	12.769	228	47	BV	0.066	0.0141
12	12.885	123	23	VV	0.066	0.0076
13	13.032	288	223	PV	0.021	0.0178
14	13.097	51	24	VB	0.036	0.0032
15	14.004	46	16	PV	0.044	0.0028
16	14.204	551	103	PV	0.069	0.0340
17	14.342	181	45	VV	0.052	0.0112
18	14.780	164	61	PV	0.039	0.0101
19	14.992	184	36	PBA	0.085	0.0113

Total area = 1619392

ตารางที่ 2 : รายงานผลการวิเคราะห์ของสารละลายเอ็นบีวทานอลมาตรฐานสำหรับพิสูจน์ทราบสารเอ็นบีวทานอล

Sig. 2 in C:\HPCHEM\1\DATA\KOMSON\UR286010.D

Pk#	Ret Time	Area	Height	Type	Width	Area %
1	1.972	4.73937E+007	2.12543E+007	PV	0.032	95.6895
2	2.582	1568	314	VB	0.070	0.0032
3	3.035	848602	321344	BV	0.041	1.7134
4	3.758	1284150	425398	BB	0.047	2.5927
5	4.883	623	155	BB	0.052	0.0013

Total area = 4.95286E+007

ตารางที่ 9 : รายงานผลการวิเคราะห์ของสารละลายเอ็นบีวทานอลมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์หาปริมาณเอ็นบีวทานอล

Sig. 2 in C:\HPCHEM\1\DATA\KOMSON\UR286011.D

Pk#	Ret Time	Area	Height	Type	Width	Area %
1	1.488	3692	2811	BV	0.025	0.0063
2	1.519	2261	1084	VV	0.035	0.0039
3	1.596	5992	3353	VB	0.026	0.0103
4	1.973	5.64447E+007	2.04607E+007	PV	0.037	96.7961
5	2.579	2191	331	VB	0.083	0.0038
6	3.039	941552	297633	BV	0.048	1.6147
7	3.760	912599	260827	BB	0.055	1.5650

Total area = 5.8313E+007

ตารางที่ 10 : รายงานผลการวิเคราะห์ของสารละลายตัวอย่างส่วน ก สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณเอ็นบีวทานอล

Sig. 2 in C:\HPCHEM\1\DATA\KOMSON\UR286012.D

Pk#	Ret Time	Area	Height	Type	Width	Area %
1	1.486	4166	3242	BV	0.025	0.0073
2	1.518	1904	999	VV	0.032	0.0033
3	1.594	6036	3917	VV	0.023	0.0105
4	1.969	5.5354E+007	2.34753E+007	PV	0.034	96.7364
5	2.577	1956	311	VB	0.081	0.0034
6	3.035	917902	329042	BB	0.043	1.6041
7	3.755	935545	298238	BB	0.049	1.6350

Total area = 5.72215E+007

ตารางที่ 11 : รายงานผลการวิเคราะห์ของสารละลายส่วน ข สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณเอ็นบีวทานอล