

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 8 ว.

โดย
นางสาวอรทัย สีลาพจนานพร
นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

เรื่องที่ 2
คู่มือปฏิบัติการวิเคราะห์โดยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

กลุ่มฝึกอบรมเทคนิคทางห้องปฏิบัติการวิทยาศาสตร์ชีวภาพ
สำนักพัฒนาศักยภาพนักวิทยาศาสตร์ห้องปฏิบัติการ
กรมวิทยาศาสตร์บริการ

พ.ศ. 2547

คำนำ

ในงานจัดการศึกษาเพื่อผลิตและพัฒนาบุคลากรด้านวิทยาศาสตร์ที่มุ่งเน้นงานปฏิบัติการในห้องทดลอง สำนักพัฒนาศักยภาพนักวิทยาศาสตร์ห้องปฏิบัติการมีนโยบายที่จะให้นักศึกษาและบุคลากรด้านวิทยาศาสตร์ที่รับการฝึกอบรม มีความรู้ทางด้านวิเคราะห์อย่างกว้างขวางและมีการพัฒนา ดำเนินการจัดหา เครื่อง Fourier Transform InfraRed Spectrometer (FT- IR) Spectrum GX เพื่อเป็นเครื่องมือประกอบการฝึกปฏิบัติการวิเคราะห์เทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี เครื่อง Fourier Transform InfraRed Spectrometer (FT- IR) Spectrum GX เป็นเครื่องมือวิทยาศาสตร์ที่ใช้เทคโนโลยีขั้นสูง ที่ใช้ประโยชน์มากในด้านการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชัน และโครงสร้างของโมเลกุล เป็นเครื่องมือเกี่ยวกับแสง ที่มีความแม่นยำสูง เพื่อรักษาคุณสมบัติของความแม่นยำ ความถูกต้องและยืดอายุการใช้งาน นักศึกษา หรือผู้ใช้ เครื่องมือจึงควรศึกษารายละเอียด มีความรู้เกี่ยวกับเครื่องมือนี้เป็นอย่างดีทั้งภาคทฤษฎีและการดูแลบำรุงรักษาเครื่องอย่างถูกวิธี ในการนี้ เอกสาร คู่มือปฏิบัติการตำราวิชาการที่เกี่ยวข้อง ที่ได้รับการพัฒนาไปให้สอดคล้องกับเนื้อหาของรายวิชาให้ทันสมัย ทันกับ ความก้าวหน้าทางเทคโนโลยี จะมีส่วนช่วยให้นักศึกษา มีความรู้ เกิดความเข้าใจในเนื้อหา วิชาที่เกี่ยวข้องกับเครื่องมืออื่นๆ ช่วยให้ผู้เรียนสามารถเตรียมตัวล่วงหน้าก่อนทำการทดลอง มีวางแผนการทดลอง ทำให้เกิดการทำงานอย่างมีระบบ

วัตถุประสงค์ของการจัดทำคู่มือการปฏิบัติการฉบับนี้ เพื่อให้เป็นสื่อ การสอน ประกอบการเรียนวิชา ปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ขั้นสูง เรื่องการวิเคราะห์โดยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

คู่มือนี้ได้เรียบเรียงขึ้นระหว่าง ธันวาคม 2544 – มิถุนายน 2546 และได้ใช้ประกอบการสอน นักศึกษาชั้นปีที่ 3 ในหลักสูตรเคมีปฏิบัติ ซึ่งเป็นหลักสูตรการศึกษาระดับอนุปริญญา ของสถานศึกษาเคมีปฏิบัติ กรมวิทยาศาสตร์บริการ สถาบันสมทบจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย คู่มือประกอบด้วย ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับ อินฟราเรด เครื่องมืออินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ ส่วนประกอบหลักและการทำงานของ ด้วยเครื่อง FT-IR spectrometer การตรวจสอบ ข้อควรปฏิบัติในการใช้เครื่องมือและการดูแลบำรุงรักษาเครื่องมือในเบื้องต้น บทเรียนแบบฝึกหัดทดลองการใช้เทคนิคการต่างๆกัน เพื่อการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ โดยเครื่อง FT-IR Spectrometer

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

เลขหมู่ ๐๗ พ๗
— ๑๑ 6
เลขทะเบียน 13922
—
วันที่ 25/๗๑ / 49.

คู่มือปฏิบัติการเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

สารบัญ

	หน้า
คำนำ	
สารบัญ	ก
สารบัญตาราง	ค
สารบัญภาพประกอบ	ง
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 รังสีอินฟราเรด	1
1.2 อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี	1
1.3 อินฟราเรดสเปกตรัม	3
1.4 อินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์	6
1.5 เครื่อง Fourier Transform Infra Red Spectrometer	7
บทที่ 2 การเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์โดยเครื่อง FT – IR spectrometer	13
2.1 การเตรียมตัวอย่างที่เป็นของแข็ง	13
2.2 การเตรียมตัวอย่างที่เป็นของ	13
2.3 เซลล์ใส่สารตัวอย่าง	14
2.4 การใช้และบำรุงรักษาเซลล์	14
ภาคปฏิบัติ	16
บทที่ 3 การทดลอง	17
3.1 วัตถุประสงค์	17
3.2 ขั้นตอนการทดลอง	17
3.3 ตัวอย่าง	17
3.4 สารเคมี	17
3.5 เครื่องมือและอุปกรณ์	18
3.6 วิธีการใช้เครื่อง	18
3.7 การทดลองที่ 1	19
3.8 การทดลองที่ 2	20
3.9 การทดลองที่ 3	21
3.10 การทดลองที่ 4	22

บทที่ 4	สรุปและวิจารณ์ผล	22
4.1	สรุปผล	23
4.2	วิจารณ์และเสนอแนะ	24
4.3	ปัญหาและแนวทางแก้ไข	25
	เอกสารอ้างอิง	27
	กิตติกรรมประกาศ	28
	ภาคผนวก	29
	แบบรายงานผลการทดลอง	32
	แผนการสอน	41
	แบบประเมินอาจารย์	43
	ตัวอย่างรายงานการทดลองของนักศึกษา	44

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 1	แสดงตำแหน่งจำนวนคลื่นของฟลัก เมื่อมวลของสารเพิ่มขึ้น
ตารางที่ 2	แสดงตำแหน่งจำนวนคลื่นของฟลัก เมื่อพันธะเพิ่มขึ้น
ตารางที่ 3	วัสดุที่ใช้ทำเซลล์ในอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี
ตารางที่ 4	ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของสารอินทรีย์เคมี
ตารางที่ 5	การเปรียบเทียบตำแหน่งฟลักในอินฟราเรดสเปกตรัมของแผ่นฟิล์ม โพลีไธรีน ที่ปรากฏ กับค่าที่แสดงในเอกสารกำกับ

สารบัญภาพประกอบ

รูปที่	หน้า
1 รูปแบบของการสั่นของโมเลกุล	3
2 อินฟราเรดสเปกตรัมแสดงย่านความถี่หมู่ฟังก์ชันนัล กับย้ายลายพิมพ์นิ้วมือ	4
3 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบไฮโดร คาร์บอน	6
4 แผนผังส่วนประกอบการทำงาน ระบบ The Michelson Interferometer	8
5 แผนภูมิแสดงส่วนประกอบภายในเครื่อง FT – IR spectrometer	8
6 การเปรียบเทียบสเปกตรัมของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐาน	9
7 ส่วนประกอบภายนอกของเครื่อง FT – IR spectrometer รุ่น Spectrum GX	12
8 การวาง Liquid cell ลงในที่รองรับเพื่อการอ่านสเปกตรัม	15
9 อินฟราเรดสเปกตรัมของแผ่นฟิล์มมาตรฐาน โพลีไธรีน	20
10 อินฟราเรดสเปกตรัมของอะเซตตะนิลิด	37
11 อินฟราเรดสเปกตรัมของ กรดเบนโซอิก	38
12 อินฟราเรดสเปกตรัมของแผ่นฟิล์ม โพลีไธรีน จากการทดลอง	39

บทที่ 1

บทนำ

1.1 รังสีอินฟราเรด

ในปี คศ.1800 นักวิทยาศาสตร์ชาวอังกฤษชื่อ Sir William Herschel เป็นผู้ค้นพบ รังสีอินฟราเรด จากการทดลองวัดอุณหภูมิของแถบสีต่างๆที่เปล่งเป็นแถบสีรุ้งจากปริซึม พบว่า อุณหภูมิเพิ่มขึ้นตามลำดับและสูงสุดที่แถบสีแดง และเมื่อเลื่อนเทอร์โมมิเตอร์เลยออกไปจากแถบสีแดงไปยังที่แถบไม่มีสีก็ยังคงพบว่าอุณหภูมิสูงขึ้นเป็นลำดับ เซอร์วิลเลียมได้ให้ชื่อแถบคลื่นดังกล่าว ว่า อินฟราเรด ในปีคศ. 1910 Coblentz. ได้ศึกษาการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของสารต่างๆ และได้สร้างความสัมพันธ์ของอินฟราเรดสเปกตรัมกับโครงสร้าง ของสารขึ้น ซึ่งยังคงใช้อยู่จนกระทั่งปัจจุบัน⁽¹⁾

รังสีอินฟราเรดเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความถี่อยู่ในย่านที่ต่ำกว่าแสงสีแดง มองไม่เห็นด้วยตาเปล่าแต่ให้ความร้อนที่สัมผัสได้ รังสีอินฟราเรดอยู่ระหว่าง ย่านที่มองเห็น (Visible region) กับย่านไมโครเวฟ ความยาวของคลื่นแบ่งเป็นช่วงๆคือ ช่วงจำนวนคลื่นที่ (wave number) $12,800 - 4,000 \text{ ซม.}^{-1}$ (0.78 - 2.5 ไมโครเมตร) เป็นย่านอินฟราเรดใกล้ (Near - infrared region) ช่วงจำนวนคลื่นที่ $4,000 - 200 \text{ ซม.}^{-1}$ (2.5 - 50 ไมโครเมตร) เป็นย่านอินฟราเรดกลาง (Middle - infrared region) ช่วงจำนวนคลื่นที่ $200 - 10 \text{ ซม.}^{-1}$ (50 - 1,000 ไมโครเมตร) เป็นย่านอินฟราเรดไกล (Far - infrared region)

ความยาวของรังสีอินฟราเรดนิยมแสดงด้วย ตัวจำนวนคลื่น (Wave number, $\bar{\nu}$) มีหน่วยเป็น ซม.^{-1} ความสัมพันธ์ระหว่าง Wave number, ($\bar{\nu}$) กับความยาวคลื่น (λ) คือ

$$\bar{\nu} = 1 / \lambda \times 10,000$$

$$\text{เช่น } \lambda = 10 \text{ } \mu \longrightarrow \bar{\nu} = 1 / 10 \times 10,000 = 1,000. \text{ ซม.}^{-1}$$

1.2 อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Infrared spectroscopy)

อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Infrared spectroscopy) เป็นเทคนิคที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์ ตรวจจสอบและศึกษาเกี่ยวกับโมเลกุลของสาร ซึ่งอาจจะอยู่ในสถานะที่เป็นของแข็ง ของเหลว หรือแก๊ส ก็ได้ อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี เป็นเรื่องเกี่ยวกับการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด ของสาร เมื่อสารประกอบใดๆที่มีพันธะของโมเลกุลที่เป็นโควาเลนต์บอนด์ (Covalent bond) อยู่ในโครงสร้าง เมื่อได้รับพลังงานแสง ในช่วงอินฟราเรดที่เหมาะสม โมเลกุลนั้นๆจะถูกกระตุ้นให้ยกกระดับพลังงานให้สูงขึ้นทำให้เกิดการสั่นของพันธะของโมเลกุล⁽¹⁾

อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี เป็นเทคนิคการวิเคราะห์สารโดยอาศัยหลักการที่สารสามารถดูดกลืนแสงในช่วงอินฟราเรด แล้วทำให้อิเล็กตรอนเกิดการเลื่อนระดับพลังงาน (transition) ในระดับพลังงานของการหมุนและสั่น (Rotational and vibrational energy level) แสงในช่วงอินฟราเรดที่นำมาใช้

ประโยชน์ในงานวิเคราะห์ คือ แสงที่มีความยาวคลื่นในช่วง 4000-400 ซม.⁻¹ จัดเป็นแสงอินฟราเรด ช่วงกลาง (Middle IR) แสงในช่วงคลื่นดังกล่าวจะมีความถี่ตรงกับความถี่ของการสั่นแบบยืดหรือการสั่นตามแนวแกน (Stretching vibration) และการสั่นแบบงอหรือการสั่นแบบเบี่ยงเบน (Bending vibration) ของพันธะโควาเลนต์(Covalent bond) ทำให้เกิดเป็นแถบสัญญาณแสดงความสัมพันธ์ของช่วงความถี่กับการส่งผ่านของแสงสู่เครื่องวัด ในรูปของสเปกตรัม

1.2.1 สารประกอบที่เป็นสารอินทรีย์หรืออนินทรีย์เคมีเกือบทุกชนิดที่มี covalent bond อยู่ในโครงสร้างเมื่อได้รับพลังงานจากแสงในช่วงอินฟราเรดที่เหมาะสม โมเลกุลนั้นๆ จะถูกกระตุ้นยกระดับพลังงานให้สูงขึ้น ทำให้เกิดการสั่นหรือการหมุนของพันธะ การที่โมเลกุลที่ดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นอินฟราเรดได้เรียกว่า Infrared active(IR-active)จะต้องมีคุณสมบัติดังนี้

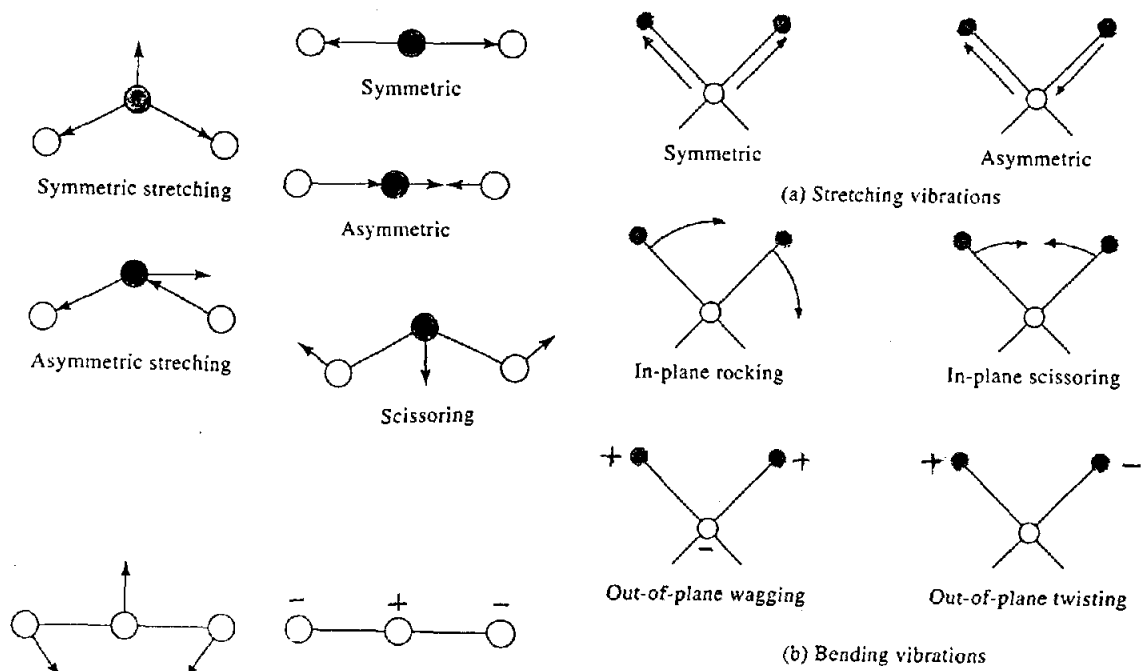
- 1) ได้รับพลังงานเหมาะสมที่จะทำให้เกิดการสั่นหรือการหมุนของพันธะในโมเลกุล
- 2) เมื่อเกิดการสั่นหรือการหมุนของพันธะแล้ว ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโมเมนต์ขั้วคู่ (Dipole moment) ของโมเลกุล
- 3) การสั่นหรือการหมุนของพันธะที่ไม่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโมเมนต์ขั้วคู่และไม่ทำให้เกิดการดูดกลืนแสงในช่วงอินฟราเรดเราเรียกการสั่นชนิดนี้ว่า Infrared inactive (IR- inactive)

1.2.2 การสั่นของพันธะในโมเลกุลแบ่งเป็น 2ประเภทใหญ่ๆคือ

- 1) การสั่นตามแนวแกนของพันธะ (Stretching) เป็นการสั่นแบบยืด หรือหด ตามแนวแกน
- 2) การสั่นแบบเบี่ยงเบน (Bending) เป็นการสั่นที่โค้งงอ หรือมีการเปลี่ยนรูป (Deformation) ซึ่งในแต่ละประเภทนี้อาจจะเป็นแบบสมมาตร(Symmetry) หรือแบบ อสมมาตร (Asymmetry) คือการยืดออกเท่าๆกันทั้ง 2 แขน หรือโค้งบิดแบบกรรไกร ก็ได้

1.2.3 การสั่นหรือการหมุนของพันธะเมื่อโมเลกุลดูดกลืนแสงในช่วงอินฟราเรดมีลักษณะเป็นไปตามกฎของการเคลื่อนที่ง่ายๆ อาทิเช่นเป็นไปตามกฎของแรง กฎข้อ 2 ของนิวตัน (Newton's law) , กฎการเคลื่อนที่แบบฮาร์โมนิคอย่างง่าย (Law of simple harmonic motion) และกฎของฮุกส์ (Hookes' Law) เป็นต้น ที่กล่าวถึงมวล, ความแข็งแรงของพันธะระหว่างอะตอม ยกตัวอย่างโมเลกุลที่ประกอบด้วย 2 อะตอมเช่น ไฮโดรเจน คลอไรด์ (H-Cl) 1 โมเลกุลมี 2 อะตอม ซึ่งมีมวลต่างกัน คือ m_1 และ m_2 จับต่อกันด้วยพันธะเดี่ยว(Single bond) ทำให้เกิดการสั่นเหมือนเป็นสปริง หดเข้า ยืดออก เป็นแบบ Stretching vibration ความถี่ ความแรงของการสั่น จะเป็นไปตามกฎ ซึ่งกำหนดได้จากมวลของอะตอมและความแข็งแรงของพันธะระหว่างอะตอม ถ้ามวลของโมเลกุลมากหนักมาก การสั่น ย่อมอ่อน (Heavier atom, absorption at lower wave number) ถ้าพันธะมีความแข็งแรงมาก ค่า Force constant ของพันธะสูง ก็จะทำให้เกิดการสั่นมาก (stronger bond, higher wave number)

1.2.4 จำนวนรูปแบบของการสั่น (Degree of vibrational freedom) สำหรับโมเลกุลที่มีโครงสร้างง่าย ๆ ซึ่งมีจำนวนอะตอมไม่มากนัก ของโมเลกุลทั่วไปคือ $3N - 6$ แต่ถ้ากรณีที่มีพันธะต่อกันเป็นเส้นตรง (linear of molecule) จำนวนรูปแบบ คือ $3N - 5$ ค่า N คือจำนวนอะตอมใน 1 โมเลกุล การคำนวณหาชนิดและจำนวนการสั่นย่อมทำได้ แต่กรณีโมเลกุลที่มีขนาดใหญ่ มีโครงสร้างซับซ้อน การคำนวณย่อมทำได้ยาก



รูปที่ 1 แสดงรูปแบบการสั่นของโมเลกุล

1.3 อินฟราเรดสเปกตรัม

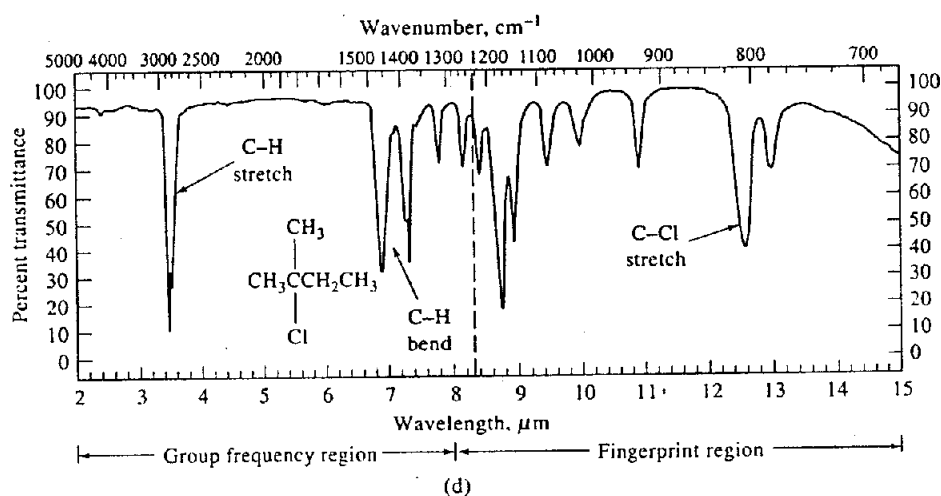
การวิเคราะห์โดยเทคนิคอินฟราเรดเป็นการวิเคราะห์ข้อมูลที่ได้รับจากเครื่องเป็นสัญญาณการตรวจวัดความสัมพันธ์ของความถี่ (Frequencies) ที่เปลี่ยนไป กับ ค่าการส่งผ่านของแสง (Transmittance, %T) เรียกว่า อินฟราเรดสเปกตรัม (Infrared spectrum) ที่ปรากฏในกระดาษบันทึกจะมีลักษณะปลายปีกที่ชี้ลง ในบางช่วงของสเปกตรัมจะมีค่า Transmittance เกือบ 100 % T แสดงว่าที่ความถี่นั้นสารตัวอย่างเกือบจะโปร่งใสต่อรังสีช่วงความถี่นั้น คือไม่มีการดูดกลืนรังสีในช่วงนั้น ดังนั้นจุดต่ำสุดของสเปกตรัม คือจุดที่สารดูดกลืนรังสีมากที่สุด

1.3.1 อินฟราเรดสเปกตรัมเป็นข้อมูลเฉพาะตัวของสารแต่ละชนิด ที่แตกต่างจากสารชนิดอื่น โมเลกุลที่มีพันธะต่างชนิดกันจะมีความถี่ของการดูดกลืนคลื่นต่างกัน ทำให้ทราบข้อมูลเกี่ยวกับ

โครงสร้างของโมเลกุลของสารนั้นๆว่ามีหมู่ฟังก์ชันอะไรบ้าง ในตำแหน่งไหน เช่น สารกลุ่มแอลกอฮอล์ จะมีพีคของพันธะ O-H อยู่ที่ ประมาณ $3,600 - 3,300 \text{ cm}^{-1}$ หมู่เอมีนมีพีคพันธะ N-H อยู่ที่ $3,500 \text{ cm}^{-1}$ และ สารเอสเทอร์ พีคของหมู่ C=O อยู่ที่ประมาณ $1,700 - 1,750 \text{ cm}^{-1}$ เป็นต้น เครื่องมือที่ใช้ตรวจสอบ Infrared absorption spectrum ของสารประกอบเรียกว่า Infrared Spectrometer

1.3.2 เมื่อพิจารณารายละเอียดที่ปรากฏใน อินฟราเรดสเปกตรัม ในช่วง $4,000 - 1,350 \text{ cm}^{-1}$ พบว่า เป็นช่วงความถี่ของการดูดกลืนคลื่นแสงของพันธะในของหมู่ฟังก์ชันต่างๆที่ค่อนข้างคงที่ จึงได้กำหนดเป็นย่านความถี่ของหมู่ฟังก์ชัน (Group functional region) และในช่วงประมาณ $1,350 - 910 \text{ cm}^{-1}$ จะได้ แถบการดูดกลืนคลื่นแสง ที่มีลักษณะเป็นเอกลักษณ์เฉพาะตัวของสารแต่ละชนิด เรียกว่าย่านลายพิมพ์นิ้วมือ (Finger print region)

1.3.3 การนำอินฟราเรดสเปกตรัมมาใช้ประโยชน์ในการหาหมู่ฟังก์ชัน และโครงสร้างของโมเลกุล นั้นจะต้องรู้ถึงความถี่ที่หมู่ฟังก์ชันเหล่านั้นดูดกลืนแสง ลักษณะรูปร่างของพีค และความเข้ม (Intensity) หรือความสูงของพีคประกอบกัน ข้อมูลจากอินฟราเรดสเปกตรัมเพียงอย่างเดียวไม่สามารถบอกได้ว่าเป็นสารอะไร ต้องใช้ข้อมูลจากการวิเคราะห์ด้วยวิธีอื่นมาพิจารณาประกอบเพิ่มเติมด้วยจึงจะบอกได้ว่าเป็นสารอะไร ในการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของสารอินทรีย์ เราจะพิจารณา แถบการดูดกลืนรังสีของหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญ และเด่นๆเช่น $C=C$, $C=O$, $C=N$, $N=O$, $C\equiv C$, $C\equiv N$, $N=O$ เป็นต้น มากกว่าที่จะพิจารณา รายละเอียดของ $C-H$ ที่ใกล้ $3,000 \text{ cm}^{-1}$ เพราะสารประกอบอินทรีย์ เกือบทุกชนิด มีการดูดกลืนรังสีบริเวณดังกล่าว



รูปที่ 2 อินฟราเรดสเปกตรัม แสดงย่านความถี่หมู่ฟังก์ชันหลัก และย่านลายพิมพ์นิ้วมือ

ที่มา : Skoog, Douglas A. ⁽⁸⁾

ตารางที่ 1 แสดงตำแหน่งจำนวนคลื่นของพีก เมื่อมวลของสารเพิ่มขึ้น จะเกิดการสั่นที่จำนวนคลื่นต่ำ

สาร	จำนวนคลื่น	มวล เพิ่มขึ้น ↓ จำนวนคลื่นต่ำ	สาร	จำนวนคลื่น
HF	3962 ซม. ⁻¹		CH ₃ F	1048 ซม. ⁻¹
HCl	2988 ซม. ⁻¹		CH ₃ Cl	732 ซม. ⁻¹
HBr	2558 ซม. ⁻¹		CH ₃ Br	611 ซม. ⁻¹
HI	2330 ซม. ⁻¹		CH ₃ I	533 ซม. ⁻¹

แสดงให้เห็นตามความจริงที่ว่า โมเลกุลที่ใหญ่ หนักมาก การสั่น การแกว่งก็เกิดขึ้นได้น้อย

ตารางที่ 2 แสดงตำแหน่งของจำนวนคลื่นของพีก เมื่อพันธะเพิ่มขึ้น แรงระหว่างพันธะเพิ่ม

สาร	จำนวนคลื่น	ชนิดของพันธะ	Force constant
CH ₃ – CH ₃	992 ซม. ⁻¹	Single bond	เพิ่มขึ้น ↓
CH ₂ = CH ₂	1623 ซม. ⁻¹	Double bond	
CH ₃ ≡ CH ₃	1976 ซม. ⁻¹	Triple bond	

แสดงให้เห็นตามความจริงว่า โมเลกุลที่มีพันธะที่แข็งแรงกว่า จะเกิดการสั่นที่จำนวนคลื่นสูงกว่า

1.3.4 ประโยชน์ของอินฟราเรดสเปกตรัม

1) ให้ข้อมูลเกี่ยวกับโครงสร้างของสาร ทั้งนี้เพราะอินฟราเรดสเปกตรัมของสารจะมีข้อมูลเฉพาะของสารแต่ละชนิด โดยการพิจารณาช่วงความถี่ของแถบการดูดกลืนรังสีของพันธะชนิดต่างๆในอินฟราเรดสเปกตรัม ในย่านความถี่ของหมู่ฟังก์ชัน (Group frequency region) และย่านลายพิมพ์นิ้วมือ (Finger print region) ยกตัวอย่างเช่น

C – C, C – O, C – N เกิดการสั่นแบบยืดและแบบงอ (stretching and bending)

ในช่วงคลื่น 1300 – 800 ซม.⁻¹

C = C, C = O, C = N, N = O ในช่วง 1900 – 1500 ซม.⁻¹

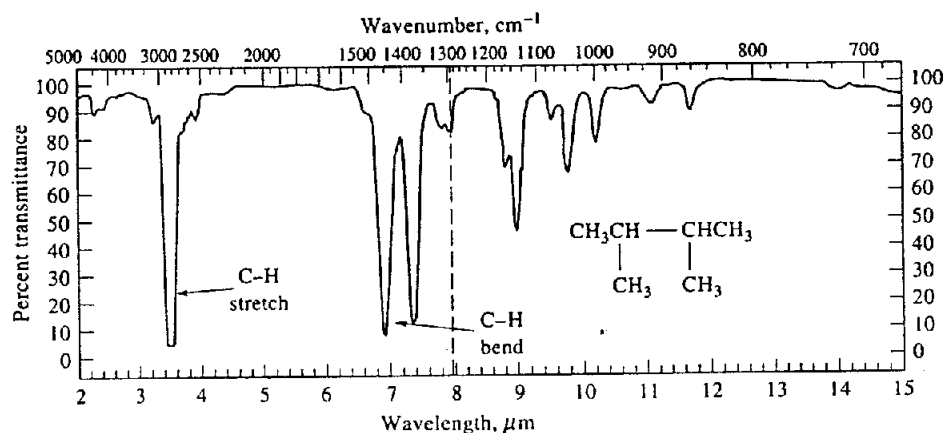
C ≡ C, C ≡ N ในช่วง 2300 – 2000 ซม.⁻¹

C – H, O – H, N – H ในช่วง 3800 – 2700 ซม.⁻¹

สารประกอบใดที่มีการดูดกลืนรังสีที่มีความเข้มสูงในย่าน 900 – 650 ซม.⁻¹ นี้ มักบ่งชี้ว่าเป็นสารประกอบอะโรมาติก (Aromatic compounds) การงอของ พันธะ C – H นอกระนาบ (Out-of-plane bending) ของวงแหวนอะโรมาติก ถ้าสารประกอบใดที่มีแถบการดูดกลืนรังสีความเข้มปานกลางและกว้าง แสดงว่าอาจเป็น กรดคาร์บอกซิลิก ไดเมอร์, เอมีน หรือ เอมีด

2) เพื่อการเปรียบเทียบ พิสูจน์โครงสร้างของสาร โมเลกุลที่มีพันธะต่างชนิดกันย่อม

ดูคลื่นรังสีที่ความถี่ต่างกัน พันธะชนิดเดียวเมื่อมีสภาพแวดล้อมต่างกันในสารประกอบต่างกัน ย่อมมีอินฟราเรด สเปกตรัมต่างกันด้วยโดยเฉพาะอย่างยิ่งในย่านลายพิมพ์นิ้วมือ ดังนั้นเมื่อนำอินฟราเรดสเปกตรัมของสารสองตัวที่สงสัยว่าจะเป็นสารชนิดเดียวกันหรือไม่ มาวางทับกัน เมื่อเปรียบเทียบฟีกต่อฟีก แล้วพบว่าเหมือนกัน ย่อมแสดงว่า สารสองตัวนี้เป็นสารชนิดเดียวกัน



รูปที่ 3 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบ ไฮโดร คาร์บอน แสดงตำแหน่งฟีก

ที่มา : Skoog ,Douglas A. ⁽⁸⁾

1.4 เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์

เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์^(1,7) เป็นเครื่องมือที่ตรวจวัด สัญญาณแสง ที่ให้ข้อมูลเกี่ยวกับการเกิดการสั่นการหมุนของโมเลกุลของสาร ในรูปของการตรวจวัดความสัมพันธ์ของความถี่ (Frequencies) ที่เปลี่ยนไป กับ ค่าการส่งผ่านของแสง (Transmittance, %T) เรียกว่า อินฟราเรดสเปกตรัม (Infrared spectrum) ผลที่ปรากฏเป็นข้อมูลในกระดาษบันทึกมีลักษณะปลายฟีกที่ชี้ลง เครื่องประกอบด้วยส่วนต่างๆที่สำคัญคือ

1.4.1 ต้นกำเนิดแสงอินฟราเรด (IR source) เป็นสารประเภทของแข็งที่เจือยที่ทำให้ร้อนจนถึงอุณหภูมิประมาณ 1,500 – 2,000 องศาเซลวิน ⁽¹⁾ ได้แก่

1) Nersnt filament เป็นออกไซด์ผสมของ เซอร์โคเนียม (Zirconium), ทอเรียม(Thorium) และซีเรียม(Cerium) เป็นรูปทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง ประมาณ 1 – 2 มิลลิเมตร ยาวประมาณ 2 เซนติเมตร ต่อด้วยลวดเพลตินัม เพื่อคุ้มกันไฟฟ้า อุณหภูมิที่ใช้งาน สามารถเผาได้ถึง 1,800. องศาเซลวิน

2) Globar เป็นท่อน เซรามิคที่ทำจาก ซิลิคอน คาร์ไบด์ ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง ประมาณ 5 มิลลิเมตร ยาวประมาณ 8 เซนติเมตร อุณหภูมิที่ใช้งานระหว่าง 1300 - 1500 องศาเซลวิน

3) แสงเลเซอร์

1.4.2 เซลล์สำหรับใส่สารตัวอย่าง

1.4.3 ไมโครเมตรเตอร์

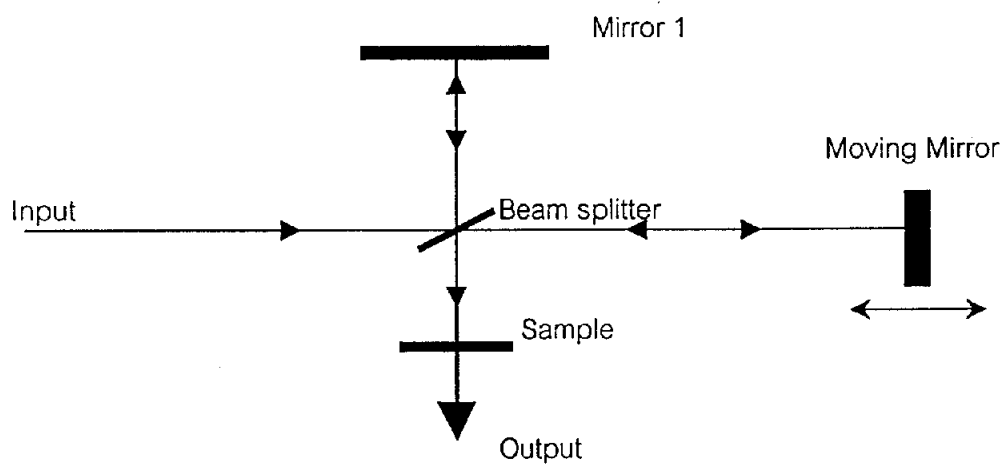
1.4.4 เครื่องวัดแสงอินฟราเรด (IR detector)

1.4.5 เครื่องบันทึกสเปกตรัม (Recorder)

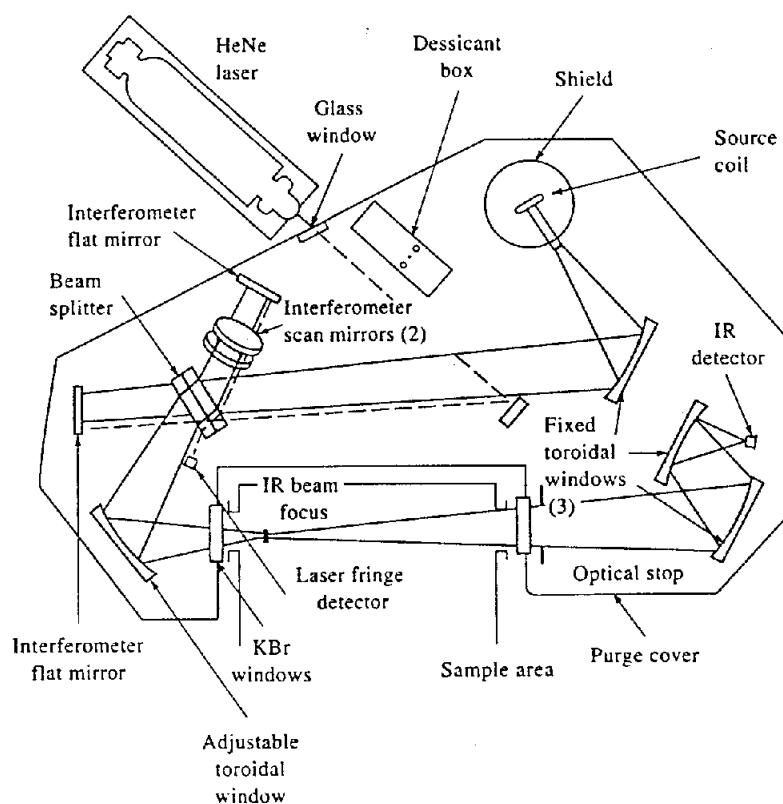
1.5 เครื่อง Fourier Transform Infra Red Spectrometer (FT- IR) Spectrum GX : Application of Infrared spectroscopy เป็นเครื่องมืออินฟราเรด สเปกโตรมิเตอร์ที่ใช้เทคโนโลยีขั้นสูง ซึ่งพัฒนาจากลำแสงคู่ (Double beam) เป็นลำแสงเดี่ยว (Single beam) ที่สามารถทำงานได้รวดเร็ว มีความสามารถในการแยกสูงและสภาพไวสูง สามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างที่มีในปริมาณน้อยๆได้ แหล่งกำเนิดคลื่นอินฟราเรดของ เครื่อง FT- IR Spectrometer เป็นแท่งเซรามิกที่เผาด้วยขดลวดความร้อน ทำให้เกิดรังสีอินฟราเรด ส่องกระจกเงาที่ทำด้วยโลหะขัดมัน สะท้อนคลื่นแสงสู่ส่วนสำคัญคือตัวแยกแสง (Beam Splitter) เพื่อแยกคลื่นแสงออกเป็นสองส่วนเท่าๆกัน ส่วนหนึ่งจะผ่านทะลุออกไป อีกส่วนหนึ่ง จะสะท้อนกลับสู่กระจกเงาที่เคลื่อนที่ได้ โดยมีแสงเลเซอร์ปรับระยะการเคลื่อนที่ของกระจก เพื่อให้มีระยะและทิศทางให้คลื่นแสงทั้งสองส่วนมารวมกันเป็นลำแสงเดี่ยวผ่านไปยังสารตัวอย่าง ซึ่งเรียกระบบนี้ว่าเรียกว่า The Michelson interferometer ^(1,3,4,5,6,8)

1.5.1 ส่วนประกอบที่สำคัญของ เครื่อง FT- IR Spectrometer มีดังนี้

- 1) แหล่งกำเนิด รังสีอินฟราเรดมีลักษณะเป็นแท่งเซรามิกที่ถูกเผาด้วยขดลวด จะให้ รังสีอินฟราเรดออกมา
 - 2) แหล่งกำเนิดแสงเลเซอร์เพื่อใช้แสงเลเซอร์นี้ปรับระยะของการเคลื่อนที่ของกระจก
 - 3) กระจกเงาที่เคลื่อนที่ (mobile mirror) ที่สามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรด และเคลื่อนที่ได้
 - 4) กระจกเงาที่ไม่เคลื่อนที่ (fixed mirror) ที่สามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรด แต่ไม่เคลื่อนที่
- ทำ หน้าทีปรับทิศทางการเดินของรังสีอินฟราเรด ให้ไปในทิศที่ต้องการ
- 5) Beam splitter เป็นส่วนที่ทำการแบ่งครึ่งรังสีอินฟราเรดออก ส่วนหนึ่งผ่านทะลุออกไป อีกส่วนหนึ่งสะท้อนกลับ สำหรับเครื่อง รุ่น The Spectrum GX ส่วนที่เป็น Beam splitter เป็นแผ่นโพแทสเซียมคลอไรด์ ที่เคลือบด้วยแผ่น เยอร์มาเนียมบางๆ (KBr plate with Germanium coating)
 - 6) Detector ทำหน้าที่วัดความเข้มของแสงที่เหลือจากการดูดกลืนของตัวอย่าง ส่วนนี้ในเครื่อง รุ่น The Spectrum GX เป็นชนิด Fast recovery deuterated tri-glycine sulfate detector (FR-DTGS)



รูปที่ 4 แผนผังส่วนประกอบการทำงาน ของ The Michelson Interferometer

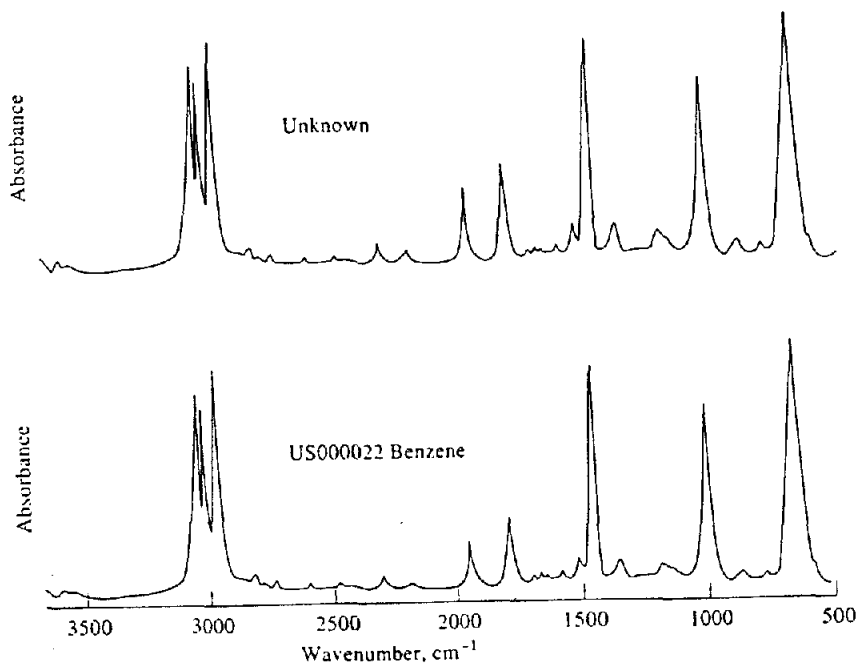


รูปที่ 5 แผนภูมิแสดงส่วนประกอบภายในเครื่อง FT- IR spectrometer และเส้นทางเดินทางของคลื่น
ที่มา : Skoog, Douglas,A.⁽⁸⁾

1.5.2 ประโยชน์ของเครื่อง FT-IR spectrometer ในการวิเคราะห์

เพื่อหาข้อมูลเกี่ยวกับโมเลกุลของสาร การหาหมู่ฟังก์ชัน และโครงสร้างของโมเลกุล โดยการนำอินฟราเรดสเปกตรัมมาใช้ประโยชน์ เป็นการตรวจสอบสารในเชิงคุณภาพ หรือเพื่อยืนยันสูตรโครงสร้างของสารตัวอย่างได้ โดยการพิจารณาเปรียบเทียบจากอินฟราเรด สเปกตรัมของสารประกอบมาตรฐานกับตัวอย่าง ที่วัดในตัวอย่างชนิดเดียวกัน เมื่อนำมาเปรียบเทียบกัน พิกัดพิกัด ถ้าตรงกันเหมือนกันย่อมแสดงว่าเป็นสารชนิดเดียวกัน เช่น แผ่นพลาสติก หมึกพิมพ์บนแผ่นกระดาษ

เส้นใยของสิ่งทอ สารเคลือบผิวภาชนะบรรจุอาหาร หาสูตรของตัวอย่างโพลิเมอร์ เพื่อตรวจสอบชนิด และคุณสมบัติของวัตถุดิบ ที่ใช้ในการผลิต เป็นต้น จากที่กล่าวมาจะเห็นว่า การวิเคราะห์สารด้วย เทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโคปีนำไปใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์เชิงคุณภาพเป็นส่วนใหญ่ อย่างไรก็ตาม เทคนิคนี้สามารถใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยเทียบ %Transmittance เช่น การหาปริมาณ ยาที่ออกฤทธิ์ ในยาเม็ด เป็นต้น ในการนี้จะต้องรู้ถึงความถี่ที่หมู่ฟังก์ชันเหล่านั้นดูดกลืนแสง ลักษณะรูปร่างของพีค และความเข้ม (Intensity) หรือความสูงของพีคประกอบกัน ข้อมูลจาก อินฟราเรดสเปกตรัมเพียงอย่างเดียวไม่สามารถบอกได้ว่าเป็นสารอะไร ต้องใช้ข้อมูลจากการวิเคราะห์ ด้วยวิธีอื่นมาพิจารณาประกอบเพิ่มเติมด้วยจึงจะบอกได้ว่าเป็นสารอะไร ในการวิเคราะห์อินฟราเรด สเปกตรัมของสารอินทรีย์ เราจะพิจารณา แถบการดูดกลืนรังสีของหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญ และเด่นๆ เช่น $C=C$, $C=O$, $C=N$, $N=O$, $C\equiv C$, $C\equiv O$, $C\equiv N$, $N\equiv O$ เป็นต้น มากกว่าที่จะพิจารณา รายละเอียดของ $C-H$ ที่ใกล้ 3000 cm^{-1} เพราะสารประกอบอินทรีย์ เกือบทุกชนิด มีการดูดกลืน รังสีบริเวณดังกล่าว



Plot of an unknown spectrum and the best match from a search report. (Courtesy of Sadtler Research Laboratories, Bio-Rad Division, Philadelphia, PA.)

รูปที่ 6 การ เปรียบเทียบสเปกตรัมของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐาน

ที่มา : Skoog, Douglas, A.⁽⁸⁾

1.5.3 ข้อดีของการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR Spectrometer

1) การใช้เครื่อง FT-IR Spectrometer วิเคราะห์ตัวอย่างใช้เวลาไม่นานและไม่สิ้นเปลืองสารเคมี จึงนิยมนำมาใช้ประโยชน์ในด้านการวิเคราะห์ ประหยัดเวลาและสารเคมี ใช้เวลาน้อย รวดเร็ว สารตัวอย่างไม่สิ้นเปลือง

2) มีความแม่นยำในการตรวจพิสูจน์สาร หรือการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ และในการวิเคราะห์ องค์ประกอบของสาร โดยการเปรียบเทียบสเปกตรัมของสารประกอบมาตรฐานกับตัวอย่างสามารถใช้ Circular entrance aperture แทน Entrance slit ทำให้ได้กำลังแสงสูงขึ้น เรียกว่า Jacquinot advantage และช่วยให้การแยก(Resolution)และความถูกต้องดีขึ้น เรียกว่า Conne's advantage⁽¹⁾

3) ในการตรวจวิเคราะห์ แต่ละครั้ง (Scan) สเปกตรัมที่ได้ครอบคลุมความถี่ ตลอดทั้งย่าน ตั้งแต่จำนวนคลื่นที่ $4,000 - 370 \text{ cm}^{-1}$ เครื่อง FT-IR spectrometer วัดความถี่ต่างๆอย่างต่อเนื่อง (Simultaneous) ซึ่งเรียกว่า Fellgetts advantage

4) การวิเคราะห์ หรือการวัดสเปกตรัมของตัวอย่างทำได้รวดเร็วกว่า เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ธรรมดา หลายเท่าเพราะ เครื่อง FT-IR spectrometer ใช้คอมพิวเตอร์ควบคุมการทำงาน ช่วยทำให้การวิเคราะห์ง่ายและสะดวกยิ่งขึ้น

1.5.4 วิธีการใช้เครื่อง FT-IR spectrometer รุ่น The Spectrum GX⁽⁶⁾ เพื่อการสแกนสเปกตรัม

1) เปิดสวิตช์เครื่อง ที่ด้านหลังตัวเครื่อง และที่เครื่องคอมพิวเตอร์ ควบคุมระบบ คอยล์กดปุ่ม จะมีอักษรไฟสีเขียวคำว่า "Power ON" และ "Laser ON" สว่างขึ้นที่ด้านหน้าเครื่อง แสดงว่า เครื่องส่วนที่เป็น แหล่งแสง พร้อมใช้งาน

2) เลือกคลิกที่ "Spectrum" โปรแกรม Spectrum เริ่มทำงาน คอยจนที่คำว่า "READY" ปรากฏ ที่เครื่องแสดงว่า เข้าสู่โปรแกรมเรียบร้อยแล้ว

3) คอยให้เครื่องพร้อมใช้งาน ประมาณ 20 นาที

4) เลือก คำสั่ง "Initialize" เพื่อให้เครื่องเริ่มทำงานอีกครั้งหลังจากมีการปิดเครื่องไป(ซึ่งโดยปกติทั่วๆไปแล้วเครื่อง FT-IR spectrometer ส่วนที่เป็นแหล่งแสงจะไม่ปิด จะปิดเฉพาะส่วนที่เป็นคอมพิวเตอร์เท่านั้น ดังนั้นถ้ามีการปิดเครื่องทั้งหมด เมื่อเปิดครั้งต่อไป ผู้ใช้จะต้องสั่งให้เครื่องเริ่มทำงานใหม่โดยการเลือกคำสั่ง "Initialize"

5) ภายใต้คำสั่ง "Initialize" เลือก "Instrument" กดคลิกที่ The Initialize Instrumen

6) เลือก "OK" รอคลิกปุ่ม เครื่องทำงาน

7) อ่านค่าพลังงานของระบบ โดยเลือก "Monitor" เพื่อให้แน่ใจว่า ส่วนประกอบที่เกี่ยวข้องกับแสง อยู่ในตำแหน่งที่ถูกต้อง

8) ภายใต้คำสั่ง "Monitor the energy" ปรากฏ ที่หน้าจอ เลือก energy กด OK. เครื่องจะวัดค่าพลังงาน ภายในเครื่อง ปรากฏเป็นค่าตัวเลข ประมาณ 4,000.- บันทึกค่าพลังงานนี้ไว้เพื่อเป็นค่าเปรียบเทียบ ครั้งต่อไป ถ้าค่าลดลงเหลือประมาณ 1,000. เครื่องจะไม่สามารถอ่านสเปกตรัมได้ ต้องปรับตั้งค่าใหม่ โดยใช้โปรแกรม Realignment

9) อ่านค่า background Spectrum เพื่อตรวจความชื้นภายในเครื่อง โดยการให้เครื่องสแกนขณะที่ช่องใส่ตัวอย่างว่าง และให้คำสั่ง "Scan Background" จะได้สเปกตรัมที่มี แถบพีกของคาร์บอนไดออกไซด์ และไอน้ำ ถ้ามีพีกถี่ๆมาก เป็นการเตือนให้ผู้ใช้เปลี่ยน สารดูดความชื้นภายในเครื่อง ปกติ กำหนดให้เปลี่ยน Desiccant pack ภายในเครื่องทุกๆ 6 เดือน

10) ตรวจสอบความถูกต้องเบื้องต้นของช่วงคลื่น โดยการอ่านสเปกตรัมของแผ่นฟิล์มโพลิไตรีนมาตรฐาน โดยการนำแผ่นฟิล์มวางที่ช่องใส่ตัวอย่าง เลือก Scan sample

11) เราสามารถกำหนดสเกลของสเปกตรัมได้ทั้งแกน x ,แกน y

1.5.5 การดูแลบำรุงรักษาเครื่อง FT-IR Spectrometer Spectrum GX เบื้องต้น เนื่องจากเครื่อง FT-IR Spectrometer ไม่ใช่เครื่องจักร หรือเครื่องมือทั่วไป แต่เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่เกี่ยวกับแสง ที่มีความแม่นยำสูง เพื่อรักษาคุณสมบัติของความแม่นยำ ความถูกต้องและยืดอายุการใช้งาน ผู้ใช้จะต้องมีความรู้พื้นฐานเกี่ยวกับเครื่อง ควรที่จะดูแลบำรุงรักษาเครื่องอย่างถูกวิธี⁽⁶⁾ เพื่อให้เกิดความคุ้มค่าของเครื่องมือ ดังนี้คือ

1) สถานที่วางหรือติดตั้งเครื่อง (Position of instrument) ควรอยู่ในห้องปรับอากาศที่สะอาด อุณหภูมิห้องคงที่ อุณหภูมิที่เหมาะสมอยู่ระหว่าง 15 – 35 องศาเซลเซียส เครื่องมือไม่ควรตั้งในที่ซึ่งแสงแดดส่องถึง หรืออยู่ใกล้หน้าต่าง และอยู่ในที่ซึ่งไม่มีไอของสารเคมี หรือสารกัดกร่อนรบกวน

2) ความชื้นในห้อง ถ้าเป็นไปได้ความชื้นสัมพัทธ์ไม่ควรเกิน 75 % ทั้งนี้เพราะความชื้นจะทำให้ส่วนที่เกี่ยวข้องกับแสงเสื่อมได้ง่าย เช่น beam splitter ,เลนส์ต่างๆในส่วนวัดแสง เกิดขุ่นมัวได้ และไอน้ำจะดูดกลืนรังสีอินฟราเรดด้วย

3) ฝุ่นละอองเป็นสิ่งที่ต้องหลีกเลี่ยง เครื่องมือต้องอยู่ในสภาพที่เรียกว่าปราศจากฝุ่น ทั้งนี้เพราะฝุ่นจะดูดกลืนรังสีและทำให้รังสี แดกกระจัด กระจาย

4) การสั่นสะเทือน การกระทบกระเทือน ย่อมมีผลกระทบต่อนั่นส่วนที่เป็นอุปกรณ์ไฟฟ้าของเครื่อง รวมทั้ง น็อตหรือ สกรูบางชิ้นอาจหลวมได้

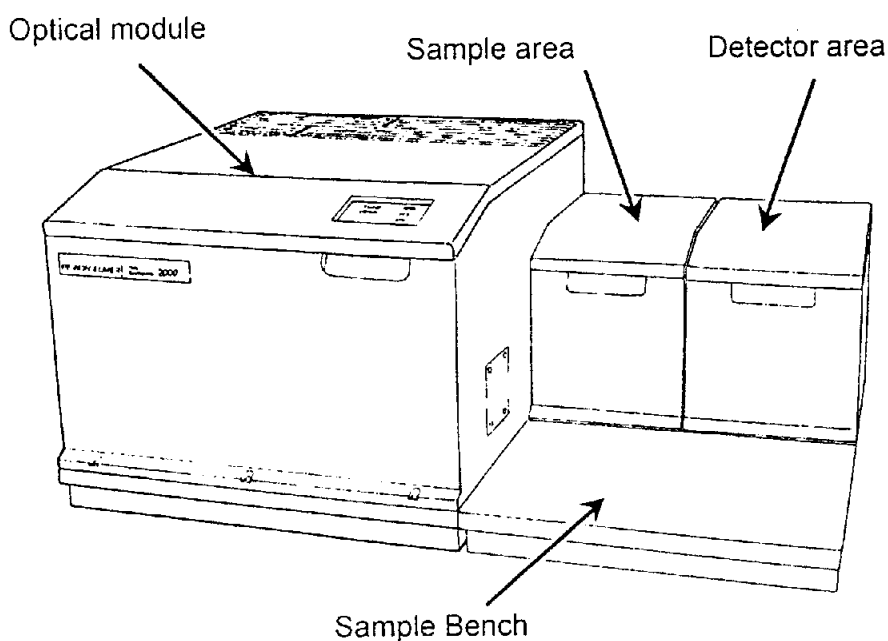
5) กระแสไฟฟ้าที่ใช้กับเครื่องมือนี้ต้องคงที่ ดังนั้นไม่ควรติดตั้งหรือวางเครื่องใกล้ลิฟท์ หรืออุปกรณ์ไฟฟ้าที่ใช้กำลังไฟสูงๆ หรือมีลักษณะที่เรียกว่าการกระชากไฟ

6) การไล่ความชื้นในเครื่อง (Purging) ปกติเครื่องมือนี้จะอยู่ในสภาพที่ปิดมิดชิด และ มีกล่องบรรจุสารดูดความชื้น (Desiccant pack) อยู่ภายในเครื่อง ซึ่งมีอายุการใช้งาน 6 เดือน ดังนั้น ทุก 6

เดือนเราต้องเปลี่ยนสารดูดความชื้น และไล่ความชื้นภายในเครื่องด้วยการใช้ ไนโตรเจน

7) สารที่จะนำมาวิเคราะห์โดยเทคนิคนี้จะต้องแห้งและบริสุทธิ์ สารตัวอย่างที่สงสัย สารที่จะนำมาวิเคราะห์โดยเครื่อง FT-IR Spectrometer จะต้องผ่านการทำให้บริสุทธิ์ด้วยวิธีที่เหมาะสมก่อน ตัวอย่างที่เป็นสารที่ขึ้นง่าย ต้องแยกเก็บในภาชนะที่มีฝาปิดนำมาอบหรือทำให้แห้งด้วยวิธีที่เหมาะสม เก็บใส่ภาชนะที่มีฝาปิดและเก็บในเดซิเคเตอร์ (Desiccator) และเมื่ออ่านสเปกตรัมแล้วต้องนำตัวอย่างออกจากเครื่องทันทีและถ้าเป็นของเหลวหรือสารที่มีลักษณะหนืดต้องทำความสะอาดทันที

8) ตั้งเครื่องให้ห่างจากผนัง หรืออุปกรณ์ข้างเคียงให้เกิดช่องทาง ระบายอากาศและความร้อน กว้างประมาณ 3 – 6 นิ้ว



รูปที่ 7 เครื่อง FT-IR Spectrometer : รุ่น Spectrum GX แสดงส่วนประกอบภายนอกของเครื่อง
ที่มา : Spectrum GX User's Guide

บทที่ 2

การเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์โดยเครื่อง FT-IR spectrometer

2.1 การเตรียมสารตัวอย่างที่เป็นของแข็งเพื่อการวิเคราะห์โดยเครื่อง FT-IR spectrometer
สารที่จะนำมาวิเคราะห์นี้จะต้องแห้งและบริสุทธิ์ ผู้วิเคราะห์จะต้องเตรียมสารตัวอย่างให้เป็นแผ่นบางๆ
ที่หนาประมาณ 0.1 มม. เพื่อให้แสงผ่านได้ การเตรียมแผ่นฟิล์มตัวอย่างทำได้ดังนี้⁽¹⁾

1) Mull technique โดยการบดสารตัวอย่างให้ละเอียด แล้วหยด Nujol ซึ่งเป็น พาราฟินเหลว
หรือ Mineral oil หรืออาจใช้ Hexachloro butadiene หรือ Fluoro lube ซึ่งเป็น perfluoro kerosene ⁽¹⁾
แล้วบดต่อไปจนเป็นเนื้อเดียวกัน นำสารละลายตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นนมข้นนี้ มาป้ายบนแผ่น เซลล์
โซเดียมคลอไรด์ เพียงเล็กน้อย นำแผ่นเซลล์อีกแผ่นมาวางประกบ แล้วนำไปวางใน
ช่องใส่ตัวอย่าง (Demountable cell) เพื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่อง อินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์

2) KBr – pellet technique โดยการอัดเป็นแผ่นบางกับ โพแทสเซียม โบรไมด์ โดยบดสาร
ตัวอย่าง ประมาณ 1 มิลลิกรัม กับโพแทสเซียม โบรไมด์ ประมาณ 100 – 200 มิลลิกรัม บดให้เป็นเนื้อ
เดียวกัน นำไปอัดเป็นแผ่นบาง โดยเครื่องอัดพิเศษ ภายใต้ความดัน ข้อดีของเทคนิคนี้คือ สามารถ
นำมาใช้งานระดับไมโคร แผ่นใส ที่อัดได้ (KBr disc) ที่ได้อาจจะเก็บไว้ใช้วิเคราะห์ซ้ำได้และที่สำคัญ
คือ ค่า background absorption ของ โพแทสเซียม โบรไมด์ มีน้อย ใช้ได้ทั่วไป

3) โดยการหลอม สำหรับสารตัวอย่างที่หลอมเหลวได้ง่าย แล้วนำสารตัวอย่างที่หลอมเหลวนี้เท
บนแผ่นโลหะแผ่นเรียบ ประกบรัดทับให้แผ่นบางๆ หรือเทบนแผ่นเซลล์ 2 แผ่นวางประกบกัน

4) โดยการอัดและรีดให้เป็นแผ่นบางๆ เทคนิคนี้เหมาะสำหรับสารตัวอย่างประเภท พลาสติก

2.2 การเตรียมสารตัวอย่างที่เป็นของเหลว ทำได้ 2 วิธี ดังนี้

1) Neat technique หรือ Capillary film technique โดยการหยดตัวอย่างที่เป็นของเหลว
บริสุทธิ์ 1 หยด หรือนำมาป้ายบนแผ่นวินโดว(Window)หรือเซลล์ โซเดียมคลอไรด์ วางแผ่น เซลล์
โซเดียมคลอไรด์ อีกแผ่นมาวางประกบ นำไปวางใน ช่องใส่ตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่อง
อินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ ต่อไป

2) Solution technique เตรียมตัวอย่างเป็นสารละลาย โดยละลายในตัวทำละลาย เช่น
Chloroform ให้มีความเข้มข้นประมาณ 5-20 เปอร์เซ็นต์ นำสารละลายไปฉีดใส่ในเซลล์บรรจุของเหลว
โดยใช้กระบอกฉีด (Syringe) จนสารละลายเต็มเซลล์ ปิดจุกที่เซลล์ให้เรียบร้อย นำไปใส่ลงในช่อง
สำหรับใส่ตัวอย่าง บันทึกอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ ต่อไป ตัวทำละลายที่เลือก ต้องแห้ง และโปร่งใส
ไม่ดูดกลืนรังสีอินฟราเรด ที่นิยมใช้คือ คาร์บอนเตตระคลอไรด์ คาร์บอนไดซัลไฟด์ คลอโรฟอร์ม
ถ้าใช้น้ำกลั่นเป็นตัวทำละลาย ต้องใช้ เซลล์ที่ทำจาก ซิลเวอร์ คลอไรด์

2.3 เซลล์ใส่สารตัวอย่าง (Window ,Cell) สารเกือบทุกชนิดมีคุณสมบัติในการดูดกลืนแสงอินฟราเรด ดังนั้น การเลือกวัสดุสำหรับทำเซลล์ใส่สารที่จะนำมาตรวจวัดสเปกตรัมจึงค่อนข้างจำกัด ต้องเลือกวัสดุที่ไม่ดูดกลืนแสงอินฟราเรดในช่วงที่จะใช้ในการวิเคราะห์ โดยทั่วไป จะเป็นพวกอัลคาไลน์ เฮไลต์ เนื่องจากสารเหล่านี้มีคุณสมบัติในการดูดความชื้นได้ดี จึงต้องเก็บรักษาไว้ใน เดซิเคเตอร์ และเมื่อใช้งานไปได้ระยะเวลาหนึ่งจะเกิดเป็นฝ้าขาว จะต้องนำมาทำความสะอาด นำมาขัดเป็นครั้งคราว วัสดุที่นำมาใช้เป็นเซลล์ใส่ตัวอย่าง ได้แก่ โซเดียม คลอไรด์, โพแทสเซียม โบรไมด์ , แคลเซียม - ฟลูออไรด์และแบเรียม ฟลูออไรด์ เป็นต้น⁽¹⁾

2.3.1 เซลล์สำหรับใส่ตัวอย่างของเหลวมี 3 ชนิด คือ

1. Sealed cell เป็นชนิดที่มีความหนาคงที่
2. Demountable cells เป็นเซลล์ที่สามารถปรับความหนาของสารตัวอย่างได้ โดยใช้ spacers กั้นระหว่าง วินโดว์ ทั้งสอง
3. Variable thickness cells ซึ่งสามารถปรับความหนาของสารตัวอย่างได้

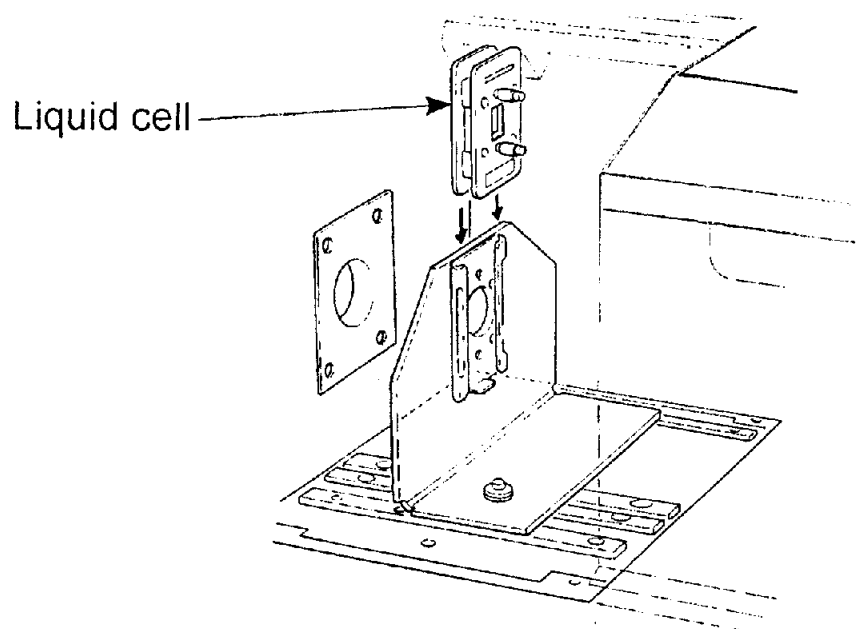
2.4 การใช้และบำรุงรักษาเซลล์

การใช้เซลล์ และทำความสะอาดเซลล์ การใช้เซลล์ที่สะอาด ย่อมช่วยให้ผู้วิเคราะห์ได้สเปกตรัมที่ชัดเจน ผู้วิเคราะห์ต้องทำความสะอาดเซลล์และใช้ อย่างถูกต้อง ดังนี้

1. เช็ดเซลล์ด้วยกระดาษทิชชูเนื้อละเอียดอย่างเบามือ
2. เช็ดด้วย อะซีโตน จนสะอาดโดยใช้ผ้าสีซูป อะซีโตนโดยการเช็ดไปทางเดียวกันให้ทั่วเซลล์ และเช็ดวนเป็นรูป เลข 8 ต้องทำความสะอาดทันทีเมื่อทำการวิเคราะห์เสร็จ
3. เก็บรักษาไว้ในเดซิเคเตอร์ ที่มีสารดูดความชื้นด้วย
4. สำหรับเซลล์ของเหลวนี้ให้ใช้กระบอกฉีดบรรจุ acetone ฉีดเบา ๆ เข้าไปในเซลล์ เพื่อป้องกันเซลล์แตกและไม่ทำให้ความหนาของช่องใส่ตัวอย่างเปลี่ยนไป ทำซ้ำประมาณ 3 ถึง 4 ครั้งจนเซลล์สะอาดดี
5. ใช้ปั๊มสุญญากาศดูดอากาศข้างในออกเบา ๆ ห้ามเป่าลมเข้าไปในเซลล์อย่างเด็ดขาด
6. ขณะใช้งานควรสวมถุงมือที่ทำด้วยพลาสติกหรือยางเพื่อป้องกันความชื้นจากมือไปสัมผัสกับเซลล์
7. เมื่อจะใช้เซลล์กับสารตัวอย่าง ควรทำให้สารตัวอย่างนั้นแห้ง หรือไล่ความชื้นก่อน
8. เซลล์หรือวินโดว์ที่เป็นผลึกของเกลือเฮไลต์ กรณีในที่นี้ใช้ เซลล์โซเดียม คลอไรด์ จะต้องไม่ให้ถูกน้ำหรือไอน้ำ เพราะน้ำจะละลายเซลล์ทำให้เกิดเป็นฝ้าได้
9. ถ้าเซลล์ทำด้วย ซิลเวอร์ คลอไรด์ ข้อควรระวังคือ อย่าให้ถูกแสงมากนัก เพราะจะเปลี่ยนเป็นสีดำได้

ตารางที่ 3 วัสดุที่ใช้ทำ เซลล์หรือ วินโดว์ ในอินฟราเรด สเปกโทรสโกปี⁽¹⁾

วัสดุ	ช่วง คลื่น (wave number ,cm ⁻¹)	คุณสมบัติ
NaCl	4,000 - 590	ดูดความชื้น ชัดง่าย ใช้งานทั่วไป ราคาถูก
KBr	4,000 - 340	ดูดความชื้น ใช้ทำแผ่นตัวอย่าง (KBr disc) ใช้งานทั่วไป
CaF ₂	4,000 - 1,140	แข็ง ชัดยาก ไม่ดูดความชื้น
BaF ₂	4,000 - 840	แข็ง ชัดยาก ไม่ดูดความชื้น เหมือน CaF แต่แตกง่ายกว่า
CsBr	4,000 - 250	อ่อน ดูดความชื้น
AgCl	4,000 - 450	อ่อน ทนความร้อน กัดโลหะ เมื่อถูก แสง ยูวี จะดำ



รูปที่ 8 แสดงการวางเซลล์ Liquid cell ลงในที่รองรับ เพื่อการอ่านสเปกตรัม

ที่มา : Spectrum GX User's Guide⁽⁶⁾

ภาคปฏิบัติ

บทที่ 3

การทดลอง

3.1 วัตถุประสงค์

เครื่อง FT-IR spectrometer เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่ใช้เทคโนโลยีขั้นสูง ที่ใช้ประโยชน์มากใน ด้านงานวิเคราะห์ เพื่อการตรวจพิสูจน์ยืนยัน การศึกษาโครงสร้างของโมเลกุล ผู้วิเคราะห์สมควรที่จะมี ความรู้ ความเข้าใจและทักษะการใช้เครื่องมือ การทดลองนี้เป็นแบบฝึกหัดเพื่อให้ นักศึกษาได้ทราบ เทคนิคเบื้องต้นในการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ ด้วยเทคนิคอินฟราเรด กำหนดวัตถุประสงค์ให้นักศึกษามี ความรู้เบื้องต้น ในเรื่องการวิเคราะห์เชิงคุณภาพโดยใช้เครื่อง FT- IR spectrometer การทดลอง เบื้องต้นที่นำเป็นแบบฝึกหัดทดลองมี 3 การทดลอง คือ การตรวจสอบเครื่องมือเบื้องต้น เพื่อความ พร้อมในการใช้งาน ตรวจสอบความแม่นยำและความถูกต้องของการวัดช่วงคลื่น, การวิเคราะห์ตัวอย่าง ที่เป็นของแข็ง และการวิเคราะห์ตัวอย่างที่เป็นของเหลว สารตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษาทดลองซึ่งเป็น บทเรียนภาคปฏิบัติ เป็นสารอินทรีย์เคมีทั่วไปที่ไม่เป็นอันตรายร้ายแรง

3.2 ขั้นตอนการทดลอง

3.2.1 การทดลอง กำหนดให้ปฏิบัติในเวลา 2 คาบการทดลอง คาบละ 3 ชั่วโมง 4 การทดลอง การทดลองที่ 1 เพื่อศึกษาส่วนประกอบของเครื่องและตรวจสอบความพร้อมในการใช้งานเบื้องต้น การทดลองที่ 2 เพื่อศึกษาวิธีวิเคราะห์เชิงคุณภาพ โดยใช้ตัวอย่างที่เป็นของแข็ง การทดลองที่ 3 เพื่อศึกษาวิธีวิเคราะห์เชิงคุณภาพ โดยใช้ตัวอย่างที่เป็นของเหลว การทดลองที่ 4 เพื่อวิเคราะห์เชิงคุณภาพ ในสาร ตัวอย่างที่เป็น Unknown

3.2.2 ในคาบที่ 1 กำหนดให้ นักศึกษาทำการทดลองที่ 1 – ที่ 3 เพื่อฝึกฝนให้เกิดความชำนาญ เกิดทักษะในการเตรียมตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ โดยใช้ตัวอย่างที่จัดไว้ให้

3.2.3 ในคาบที่ 2 กำหนดให้นักศึกษาวิเคราะห์เชิงคุณภาพ ในสาร ตัวอย่างที่เป็น Unknown

3.3 ตัวอย่าง

แผ่นฟิล์ม มาตรฐานโพลีสไตรีน (polystyrene film)

แผ่นฟิล์มพลาสติก

กรดซาลิซิลิก (Salicylic acid)

กรดเบนโซอิก (Benzoic acid)

อะเซตตะนิลิด (Acetanilide)

2- บิวทานอล (2 – Butanol, sec –butyl alcohol)

3.4 สารเคมี

อะซีโตน ชั้นคุณภาพ รีเอเจนต์

นุโจล (Nujol) ชั้นคุณภาพ สเปกโทรสโกปี (Spectroscopy grade) ผู้ผลิต : บริษัท Specac Limited ประเทศอังกฤษ

โพแทสเซียม โบรไมด์ (Potassium bromide powder) ชั้นคุณภาพ สเปกโทรสโกปี (Spectroscopy grade powder) ขนาด 100 เมช. (100 mesh) ผู้ผลิต : International Crystal Labs. ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.5 เครื่องมือและอุปกรณ์

3.5.1 เครื่อง FT-IR spectrometer รุ่น The Spectrum GX บริษัท เพอร์กิน เอลเมอร์ อินสตรูเมนต์ (Perkin Elmer Instruments) ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.5.2 เครื่องอัดเม็ด ชนิด Evacuable KBr die และปั๊มสุญญากาศ

3.5.3 เดซิคาเตอร์ และสารดูดความชื้น (desicator , silica gel)

3.5.4 โกร่งบดตัวอย่าง (agate mortar และ pestle)

3.5.5 แผ่นเซลล์ โซเดียม คลอไรด์

3.5.6 ชุดรองรับแผ่นตัวอย่าง (Disc holder)

3.5.7 ชุดเซลล์รองรับตัวอย่าง (Demountable cell and spacer)

3.5.8 ช้อนตักสาร (spatula)

3.6 วิธีการใช้เครื่อง FT-IR spectrometer รุ่น The Spectrum GX ⁽⁶⁾ เพื่อสแกนสเปกตรัม

1) เปิดสวิตช์เครื่อง ที่ด้านหลังตัวเครื่อง และที่เครื่องคอมพิวเตอร์ ควบคุมระบบ คอยล์คักคู จะ มีอักษรไฟสีเขียวคำว่า "Power ON" และ "Laser ON" สว่างขึ้นที่ด้านหน้าเครื่อง แสดงว่า เครื่องส่วน ที่เป็น แหล่งแสง พร้อมใช้งาน

2) เลือกคลิกที่ "Spectrum" โปรแกรม Spectrum เริ่มทำงาน คอยจนที่คำว่า "READY" ปรากฏ ที่เครื่องแสดงว่า เข้าสู่โปรแกรมเรียบร้อยแล้ว

3) คอยให้เครื่องพร้อมใช้งาน ประมาณ 20 นาที ตรวจสอบจากค่า พลังงาน ให้ค่าคงที่

4) เลือก คำสั่ง "Initialize" เพื่อให้เครื่องเริ่มทำงานอีกครั้งหลังจากมีการปิดเครื่องไป (ซึ่งโดย ปกติทั่วไปแล้วเครื่อง FT-IR spectrometer ส่วนที่เป็นแหล่งแสงจะไม่ปิด จะปิดเฉพาะส่วนที่เป็น คอมพิวเตอร์เท่านั้น ดังนั้นถ้ามีการปิดเครื่องทั้งหมด เมื่อเปิดครั้งต่อไป ผู้ใช้จะต้องสั่งให้เครื่องเริ่ม ทำงานใหม่โดยการเลือกคำสั่ง "Initialize"

5) ภายใต้คำสั่ง "Initialize" เลือก " Instrument" กดคลิกที่ The Initialize Instrumen

6) เลือก "OK" รอสักครู่ เครื่องทำงาน

7) อ่านค่าพลังงานของระบบ โดยเลือก " Monitor" เพื่อให้แน่ใจว่า ส่วนประกอบที่เกี่ยวข้องกับแสง อยู่ในตำแหน่งที่ถูกต้อง

8) การ " Monitor the energy" ที่หน้าจอ เลือก energy กด OK. เครื่องจะวัดค่าพลังงานภายในเครื่อง ปรากฏเป็นค่าตัวเลข ประมาณ 4,000.- บันทึกค่าพลังงานนี้ไว้เพื่อเป็นค่าเปรียบเทียบกับครั้งต่อไป ถ้าค่าลดลงเหลือประมาณ 1,000. เครื่องจะไม่สามารถอ่านสเปกตรัมได้ ต้องปรับตั้งค่าใหม่โดยใช้โปรแกรม Realignment

9) ทำการสแกน background Spectrum เพื่อตรวจความชื้นภายในเครื่อง โดยการให้เครื่องสแกนขณะที่ช่องใส่ตัวอย่างว่าง และใช้คำสั่ง "Scan Background" จะได้สเปกตรัมที่มีแถบของคาร์บอนไดออกไซด์ และไอน้ำ ถ้ามีแถบดำมาก เป็นการเตือนให้ผู้ใช้เปลี่ยน สารดูดความชื้นภายในเครื่อง

10) การอ่านสเปกตรัมของตัวอย่าง โดยการนำแผ่นตัวอย่างที่เตรียมไว้มาวางที่ช่องใส่ตัวอย่าง เลือก Scan sample

3.7 การทดลองที่ 1 การตรวจสอบเครื่องมือเบื้องต้น เพื่อความพร้อมในการใช้งาน ความถูกต้องของช่วงคลื่น

3.7.1 วัตถุประสงค์การทดลอง

- 1) เพื่อศึกษาหลักการวิเคราะห์และส่วนประกอบต่างๆของเครื่อง FT-IR spectrometer
- 2) ศึกษาการตรวจสอบเครื่องมือเบื้องต้น
- 3) ศึกษาวิธีการดูแล บำรุงรักษาเครื่องมือเบื้องต้น

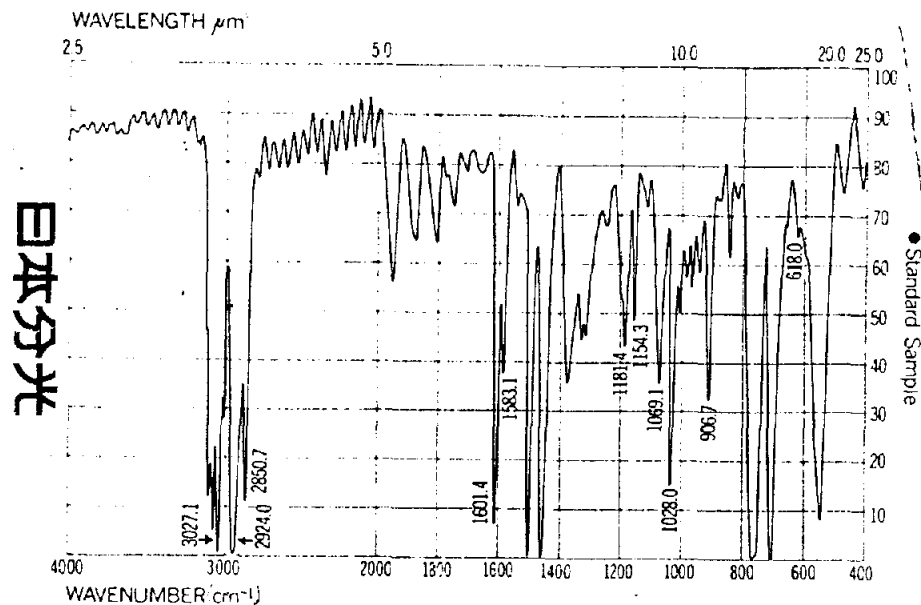
3.7.2 วิธีทดลอง

- 1) เปิดเครื่องให้อยู่ในสภาพเตรียมพร้อมใช้งาน เป็นเวลาอย่างน้อย 1 ชั่วโมง
- 2) ตรวจวัดค่าพลังงานของแหล่งกำเนิดรังสีอินฟราเรดของเครื่อง บันทึกค่าพลังงานเปรียบเทียบกับพลังงาน ครั้งสุดท้ายที่บันทึกได้ ถ้าค่าพลังงานที่อ่านได้ต่ำลงมากเกิน 1/3 ของค่าพลังงานที่ยอมรับได้ ให้ทำการปรับตั้ง (alignment) แนวของแหล่งกำเนิดรังสีใหม่

3) ทำการวัด background (ช่องใส่ตัวอย่างว่างเปล่า: Scan background) สังเกตลักษณะสเปกตรัม ศึกษาฟีกของความชื้น และ คาร์บอนไดออกไซด์ ที่ปรากฏ

4) ตรวจสอบความถูกต้องของเครื่องมือ โดยนำแผ่นฟิล์มมาตรฐาน (Polystyrene film) ใส่ในช่องสำหรับใส่ตัวอย่าง (Scan sample) วัดค่าการดูดกลืนของแสง (Scan sample) และสังเกตลักษณะสเปกตรัม เปรียบเทียบ ตำแหน่งของฟีกที่ปรากฏกับฟีกของสเปกตรัมมาตรฐานประจำแผ่นฟิล์มตามตำแหน่งช่วงคลื่นที่กำหนด สังเกต ฟีกที่คลาดเคลื่อนไป

5) นำตัวอย่างแผ่นฟิล์มพลาสติก ใส่ในช่องสำหรับใส่ตัวอย่าง (Scan sample) วัดค่าการดูดกลืนของแสง (Scan sample) และสังเกตลักษณะสเปกตรัม เปรียบเทียบ ตำแหน่งของฟีกที่ปรากฏกับฟีกของสเปกตรัมมาตรฐานที่สืบค้นได้จากแฟ้มข้อมูล



รูปที่ 9 สเปกตรัมของแผ่นฟิล์มมาตรฐานโพลีสไตรีน (Polystyrene film)

ที่มา : เอกสารกำกับแผ่นฟิล์ม

3.8 การทดลองที่ 2 การวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุล ของตัวอย่างที่เป็นของแข็ง

3.8.1 ตัวอย่าง

อะเซตตะนิลิด

กรดซาลิซิลิก

กรดเบนโซอิก

3.8.2 วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาวิธีวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุล ของตัวอย่างที่เป็นของแข็ง โดยใช้เทคนิคการเตรียมตัวอย่าง คือ Mull technique และ KBr pellet technique

3.8.3 วิธีการทดลอง : โดยการใช้มุลโจล (Mull technique)

- 1) บดสารตัวอย่างปริมาณ 1- 2 มิลลิกรัม ในโกร่งให้ละเอียด
- 2) หยดมุลโจล 1 - 2 หยด ลงในผงตัวอย่าง บดต่อไป ให้เข้ากันจนมีลักษณะเป็นน้ำมันข้นสีขาว นำไปป้ายบนแผ่น เซลล์โซเดียมคลอไรด์ และนำแผ่นเซลล์อีกแผ่นวางประกบ
- 3) วางเซลล์ในชุดรองรับตัวอย่าง นำไป วัดค่าการดูดกลืนของแสง (Scan sample) บันทึก และสังเกตลักษณะสเปกตรัม

3.8.4 วิธีการวิเคราะห์ : โดยการใช้ โพแทสเซียม โบรไมด์ (KBr pellet technique)

- 1) บด สารตัวอย่างปริมาณ 1- 2 มิลลิกรัม ในโกร่งให้ละเอียด
- 2) เติม โพแทสเซียม โบรไมด์ ประมาณ 100 – 200 มิลลิกรัม หรือประมาณหัวไม้ขีดไฟ เพื่อ บดกับผงตัวอย่างจนเข้ากัน
- 3) นำไปอัดเป็นแผ่นฟิล์มบางๆ ด้วยเครื่องอัดเม็ดและปั๊มสุญญากาศ

4) นำไปใส่ในช่องสำหรับใส่ตัวอย่าง วัดค่าการดูดกลืนของแสง (Scan sample) บันทึก และสังเกตลักษณะสเปกตรัม

5) เปรียบเทียบ สเปกตรัมและ สีของข้อแตกต่าง ของการเตรียมตัวอย่างของสารที่เตรียม โดยเทคนิคต่างกัน

6) สังเกตลักษณะสเปกตรัม เปรียบเทียบ ตำแหน่งของพีกที่ปรากฏกับพีกของสเปกตรัม มาตรฐานที่สืบค้นได้จากแฟ้มข้อมูล

3.9. การทดลองที่ 3 การวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุล ของตัวอย่างที่เป็นของเหลว

3.9.1 ตัวอย่างที่ใช้ 2 – บิวทานอล

3.9.2 อุปกรณ์ เซลล์โซเดียม คลอไรด์

ชุดเซลล์รองรับตัวอย่าง (Demountable cell and spacer)

3.9.3 วิธีทดลอง

1) การเตรียมเซลล์โซเดียม คลอไรด์ โดยการทำความสะอาดเซลล์ด้วยการใช้ สำลี ขูบ อะซิโตน เช็ดที่เซลล์ โดยการเช็ดไปทางเดียวกันให้ทั่วเซลล์และเช็ดเป็นรูป เลข 8

2) หยดตัวอย่างของเหลวคือ 2 – บิวทานอล ที่จะตรวจวิเคราะห์ 1 หยด บนแผ่นเซลล์- โซเดียมคลอไรด์ นำเซลล์อีกแผ่นมาวางประกบ เข้าด้วยกันโดยไม่ให้มีฟองอากาศอยู่ แล้วประกบ เซลล์นี้เข้ากับอุปกรณ์ยึดเซลล์ (Holder) - ชุดรองรับตัวอย่าง ก่อนนำไปใส่ลงในช่องสำหรับใส่ตัวอย่าง เพื่อตรวจวิเคราะห์ สเปกตรัมต่อไป

3) สังเกตลักษณะสเปกตรัม เปรียบเทียบ ตำแหน่งของพีกที่ปรากฏกับพีกของสเปกตรัม มาตรฐานที่สืบค้นได้จากแฟ้มข้อมูล

4) ทำความสะอาดเซลล์ทันที ด้วยการ ใช้ สำลี ขูบอะซิโตน เช็ดที่เซลล์ โดยการเช็ดไปทาง เดียวกันให้ทั่วเซลล์และเช็ดเป็นรูป เลข 8 เก็บเซลล์ในดีซีเคเตอร์

3.10 การทดลองที่ 4 ให้นักศึกษาทำการทดลองหาอินฟราเรดสเปกตรัม ของสารตัวอย่าง ต่างๆที่ กำหนดให้โดยเทคนิคเตรียมตัวอย่างต่างกัน เป็นการวิเคราะห์สารตัวอย่าง (unknown)

3.10.1 วัตถุประสงค์การทดลอง

1) ฝึกฝนความชำนาญในการใช้เครื่อง FT-IR spectrometer

2) ทดลองวิเคราะห์สารตัวอย่างที่สงสัย โดยวิธีคุณภาพ

3) สามารถเลือกวิธีการเตรียมตัวอย่างได้อย่างเหมาะสม

3.10.2 ตัวอย่าง

1) ผงกันบูด โซเดียม เบนโซเอต

2) แผ่นฟิล์ม

3) tert-butanol

3.9.3 วิธีการทดลอง

1) รับตัวอย่างจากอาจารย์ผู้ควบคุม บันทึกลักษณะภายนอก

2) เตรียมตัวอย่างด้วยวิธีที่เหมาะสม แล้วนำไปวัดและบันทึกอินฟราเรดสเปกตรัม แปลผล

(Interpret) จากสเปกตรัมนั้น เทียบกับสเปกตรัมมาตรฐานจากแฟ้มข้อมูล Infrared spectra และ
วิจารณ์ผลการทดลอง

บทที่ 4

สรุปและวิจารณ์ผล

4.1 สรุปผล

4.1.1 การจัดทำเอกสารฉบับนี้เพื่อเป็นคู่มือปฏิบัติการประกอบบทเรียน วิชา9000315 ปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ ขั้นสูง ที่ใช้เป็นสื่อการสอนแก่นักศึกษาของสถานศึกษาเคมีปฏิบัติได้ใช้อ่านประกอบการเรียนวิชาเคมีวิเคราะห์ขั้นสูง ประโยชน์ที่ได้จากการใช้คู่มือการทดลองคือ ทำให้การเรียนการสอนเป็นไปอย่างมีระบบ มีเนื้อหาในหลักสูตรชัดเจน และผู้ปฏิบัติงานสามารถทำงานเป็นทีมและทำงานแทนกันได้เนื่องจากมีคู่มือที่ชัดเจน ผู้เรียนมีโอกาอ่านล่วงหน้าก่อนทำการทดลอง และนำไปทบทวนสิ่งที่ยังไม่เข้าใจ และ ผู้สนใจสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้

4.1.2 ในการศึกษาทดลองวิเคราะห์เชิงคุณภาพโดยเครื่องมือ FT-IR spectrometer พบว่าจะต้องทำการทดลองซ้ำๆหลายๆครั้ง เพื่อให้เกิดความชำนาญ เพิ่มทักษะในการเตรียมตัวอย่าง ทั้งชนิดที่เป็นของแข็งและของเหลว โดยใช้ตัวอย่างที่เป็นสารอินทรีย์เคมีทั่วไปที่ไม่เป็นอันตรายมากนักในห้องปฏิบัติการ และสารที่หาง่ายๆเช่น สารกันบูด เป็นต้น และใช้เทคนิคการเตรียมตัวอย่างที่สะดวก ไม่ต้องใช้อุปกรณ์พิเศษเพื่อให้ได้สเปกตรัมที่ชัดเจน เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับแฟ้มข้อมูลมาตรฐานแล้วถูกต้องตรง

4.1.3 เทคนิคที่ดีที่สุดและสะดวกสำหรับตัวอย่างที่เป็นของแข็งคือการใช้ KBr pellet technique ทั้งนี้เพราะ สเปกตรัมที่ได้สามารถนำไปเปรียบเทียบกับสเปกตรัมมาตรฐานซึ่งมีการจัดรวบรวมไว้เป็นคู่มือ เอกสารอ้างอิงหรือจากแฟ้มสเปกตรัมมาตรฐานได้โดยตรง

4.1.4 เทคนิคที่ดีที่สุดและสะดวกสำหรับตัวอย่างที่เป็นของเหลวคือการป้ายสารละลายตัวอย่างบนแผ่นเซลล์ โซเดียม คลอไรด์ ข้อควรระวังคือ แผ่นเซลล์ทำด้วยวัสดุที่ดูความชื้นได้ดี จึงต้องทำความสะอาดและเก็บในเดซิเคเตอร์ที่มีสารดูดความชื้นทันที

4.1.5 ได้เพิ่มแบบรายงานผลการทดลองในคู่มือ เพื่อช่วยให้นักศึกษากำหนดแนวทางการปฏิบัติงานและจับประเด็นของการทดลองได้ง่ายยิ่งขึ้น นักศึกษามีความพอใจที่ได้จัดทำแบบฟอร์มไว้ให้ เพื่อทดแทนการจัดทำเอกสาร รายงานที่เป็นรูปเล่มสรุปประเมินผลนักศึกษา

4.1.6 การนำเอกสารประกอบการทดลอง ที่จัดทำขึ้นทดลองใช้เป็นคู่มือปฏิบัติการ กับนักศึกษา ได้ทำการประเมินผล 2 ทาง คือ

- 1) โดยทำการซักถาม นักศึกษาระหว่าง เวลาเรียน และ การวัดผล 2 ครั้ง ครั้งที่ 1

นักศึกษาจะต้องทราบวิธีการเตรียมตัวอย่างที่เหมาะสมกับชนิดของตัวอย่าง ครั้งที่ 2 นักศึกษาสามารถใช้เครื่องมือได้อย่างถูกวิธี บางคนมีความพยายามที่จะฝึกฝนทักษะในการเตรียมตัวอย่างเพื่อให้ได้

สเปกตรัมที่ชัดเจน สวยงาม สามารถจับประเด็นได้ว่า ควรใช้ตัวอย่างในปริมาณเท่าไร และเข้าใจเกี่ยวกับศัพท์เทคนิค ที่เกี่ยวข้อง

2) โดยการให้นักศึกษาแสดงความคิดเห็น กรอกแบบสอบถามประเมินผู้สอน เมื่อการเรียนสิ้นสุดลง

3) จากการวัดผลโดยการตอบคำถามท้ายบท พบว่า ยังมีนักศึกษาบางคน ไม่เข้าใจศัพท์เทคนิค ที่เป็นศัพท์เฉพาะทาง ของอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี เช่น IR active , IR inactive ,Group functional region, Finger print region

4.2 วิจัยรณและข้อเสนอแนะ

4.2.1 เพื่อให้นักศึกษาได้ความรู้ ในเรื่อง การสอบความแม่นยำความถูกต้องของเครื่องมือเบื้องต้นเกี่ยวกับการควบคุมคุณภาพการวิเคราะห์ทดสอบขั้นต้น ได้นำวิธีการตรวจหาอินฟราเรดสเปกตรัมของแผ่นฟิล์ม โพลีสไตรีนมาตรฐาน ในการทดลองที่ 1 เป็นการตรวจสอบความถูกต้องขั้นต้นของเครื่องมือทั้งนี้เพราะอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ เป็นเครื่องมือเกี่ยวกับแสง ความถูกต้องของการหักเห การดูดกลืนของคลื่นย่อมเป็นเรื่องสำคัญ ถ้ามีข้อผิดพลาดเกิดขึ้นที่ตำแหน่ง พิก และจำนวนคลื่นย่อมทำให้เกิดการวิเคราะห์ผิดพลาดได้

4.2.2 แผ่นฟิล์ม โพลีสไตรีนมาตรฐาน เปรียบเสมือน วัสดุอ้างอิง ในการสอบเทียบเครื่องวัดเกี่ยวกับแสง ที่ใช้ต้องเก็บรักษา ดูแลให้ถูกวิธี เพื่อให้คงสภาพดีด้วย ทั้งนี้เพราะถ้าแผ่นฟิล์มที่มีร่องรอย ขำรูดย่อมให้ผลการวัด สเปกตรัมที่ผิดเพี้ยนกัน

4.2.3 การวิเคราะห์โดยเครื่องอินฟราเรด สเปกโทรสโกปี เป็นสิ่งสำคัญที่จะต้องคำนึงถึงคือ ต้องหลีกเลี่ยงความชื้น และความบางของแผ่นฟิล์มตัวอย่าง ต้องบางอย่างสม่ำเสมอ ในกรณีนี้ ขึ้นอยู่กับความชำนาญของผู้วิเคราะห์ ถ้าแผ่นฟิล์มบางจนเกินไป จะแตกหักระหว่างการวัด และได้ข้อมูลของโครงสร้าง ไม่เลกุลไม่เพียงพอ ถ้าเตรียมหนาเกินไป สเปกตรัมที่ได้จะไม่สามารถแยกออกเป็นพีกได้

4.2.4 เทคนิคการวิเคราะห์ด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ เป็นเพียงหนึ่งหัวข้อในวิชาปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ขั้นสูงเท่านั้น โดยมีจุดมุ่งหมายให้ผู้เรียนได้ศึกษาองค์ประกอบพื้นฐานหลักการทำงาน และการตรวจสอบประสิทธิภาพของเครื่องมือวิทยาศาสตร์นั้นๆ เมื่อจัดทำเป็นรูปเล่มได้บริการจัดทำระบบให้ยืมเพื่อให้นักศึกษาของสถานศึกษาเคมีปฏิบัติ ยืมเอกสารที่จัดเพื่อใช้เป็นคู่มือการทดลอง ทำให้ประหยัดงบประมาณ

4.2.5 นักศึกษาสามารถนำความรู้และความชำนาญในการทดลองไปประยุกต์ใช้กับการวิเคราะห์ในวิชาปฏิบัติการอื่นๆได้ เช่นการวิเคราะห์หาโครงสร้างของแผ่น ยาง พลาสติก เป็นต้น

4.3 ปัญหา และแนวทางแก้ไข

เครื่อง FT-IR spectrometer เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่เกี่ยวข้องกับแสง ที่มีความแม่นยำสูง เพื่อรักษาคุณสมบัติของความแม่นยำ ความถูกต้องและยืดอายุการใช้งาน ผู้ใช้จะต้องมีความรู้พื้นฐานเกี่ยวกับเครื่อง ศึกษาคู่มือ วิธีดูแลบำรุงรักษาเครื่องอย่างถูกวิธี⁽⁶⁾ เพื่อป้องกันความเสียหายที่อาจจะเกิดขึ้น ปัจจัยสำคัญ ที่ต้องหลีกเลี่ยงซึ่งจะเป็นสาเหตุที่จะทำให้เกิดปัญหาต่างๆที่เกิดขึ้นกับเครื่อง FT-IR spectrometer คือ ความชื้น ฝุ่น และการกระทบกระเทือน ผู้ใช้สามารถดูแลบำรุงรักษาเครื่องมือได้ด้วยตนเองเฉพาะส่วนภายนอกเท่านั้น การเปิดเครื่องเพื่อ การซ่อมบำรุงในระบบต้องปรึกษาช่างของบริษัทที่ได้รับการฝึกฝนมาโดยเฉพาะเท่านั้น ดังนั้นปัญหาพบส่วนใหญ่จะเป็นปัญหาเกี่ยวกับเทคนิคการเตรียมตัวอย่าง การอ่านสเปกตรัม ซึ่งแก้ไขได้โดยการฝึกฝน การฝึกปฏิบัติบ่อยๆและการสืบค้นจากเอกสารรวบรวม สเปกตรัม (The Infrared Spectras) ปัญหาและแนวทางแก้ไขที่ได้รวบรวมไว้เพื่อให้ผู้ใช้เครื่องมือได้ใช้ประโยชน์จากการใช้เครื่องมืออย่างคุ้มค่าดังนี้

ตารางที่ 4 ปัญหาและแนวทางแก้ไข

ปัญหา	สาเหตุ	การแก้ไข
1.เครื่องไม่ทำงาน ไม่สแกนค่า background	ค่าพลังงานต่ำมาก ไม่ถึง 2,000 พลังงานผ่านส่งมาไม่พอ	ตั้งค่าใหม่ ที่Tool barเข้า 1. โปรแกรม "set up" 2. เลือก Instrument 3. กด Align – Auto alignment
2. ค่า% T ของ background spectrum ต่ำมาก	มีความชื้นภายในเครื่องสูง และมีแถบฟลักคาร์บอน -- ไดออกไซด์ที่บัพ	เปลี่ยน Desiccant pack และทำ Nitrogen purge เพื่อไล่ความชื้นออก
3. สเปกตรัมเป็นก้อน ไม่ลง 0 ไม่แหลมเป็นพีก	ในการใช้ หนูโจลเพื่อเตรียมตัวอย่างการป้ายสารละลายไม่ทั่ว หนาเกินไป เป็นกระจุก แห้งเกินไป	-เติมหนูโจลอีกเล็กน้อย -บดเข้ากัน -ป้ายให้ทั่วๆกันบางๆ
4 พีกเด่น อยู่ทีบริเวณ ย่านไฮโดร คาร์บอน แต่บริเวณ ย่านรอยพิมพ์นิ้วมือ ไม่ค่อยมีพีกที่ชัดเจน	ใช้หนูโจลมากเกินไป ปริมาณตัวอย่างน้อยเกินไป	ทำใหม่เติมตัวอย่าง และลดปริมาณ หนูโจลลงเล็กน้อย

ปัญหา	สาเหตุ	การแก้ไข
5. เส้นฐาน(Baseline) ลาดลง เป็นเส้นเอียง (Sloping baseline)	การบดตัวอย่างกับ หนูโจลยังไม่ทั่วกัน บดไม่ดี	บดตัวอย่างกับหนูโจล ให้เข้ากันจนขึ้นเงา
6. แผ่น KBr ตัวอย่างบางส่วนใส บางส่วนขุ่น	บดตัวอย่างกับ ผง KBr ไม่ทั่ว	บดใหม่ ให้เข้ากันอย่างทั่วๆ
7.แผ่นบางใส โปร่งแสง วัดไม่ได้	เป็นธรรมชาติของตัวอย่าง	เปลี่ยนวิธีเตรียมตัวอย่าง
8.แผ่น KBr ขุ่นมัว ทั้งแผ่น	การกระจายตัวขณะบดไม่ดีอัดไม่ดี ความดันไม่พอ	บดใหม่ เพิ่มความดันในขณะอัดแผ่นให้สูงขึ้น และนานอีกเล็กน้อย
9.แผ่น KBr ขุ่นมัว เป็นจุดๆ หนาๆ	มีความชื้น	ทำให้แห้ง –อบ KBr ไล่ความชื้นในตัวอย่าง เพิ่มเวลาและเพิ่มความดันในการอัดแผ่น KBr ตัวอย่าง
10.แผ่น KBr ใส บาง ร้าวทั่วแผ่น	KBr ที่ใช้ไม่ดี	ใช้ KBr สเปกโทรนิค เกรด

เอกสารอ้างอิง

1. แม้น อมรสิทธิ์ และอมร เพชรสม. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ. พิมพ์ครั้งที่ 1 กรุงเทพฯ: ชวนพิมพ์, 2531, หน้า 108 – 188.
2. สทิตเวช ต.แสงจันทร์, เรียบเรียง. เอกสารประกอบการสอน วิชาปฏิบัติการอินทรีย์เคมีประยุกต์. กรุงเทพมหานคร: กรมวิทยาศาสตร์บริการ, 2541. หน้า 40 - 59.
3. Boon,TW. Fourier transform infrared spectroscopy, Perkin Elmer Instruments. Singapore: 2001
4. FT-IR explained. Available: <http://www.spectroscopy.co.uk/ftir/pages/explain.html>. 2 April 2003.
5. Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR). Available: http://it.ripa.ac.th/chemistry/ft_ir1.html. 15/1/ 2547
6. Perkin Elmer Instruments. Spectrum GX user's guide. U.S.A.
7. Pouchert, CJ. The aldrich library of infrared spectra . 3rd ed. Vol. I Wis. Aldrich Chemical Company, Inc. 1981.
8. Skoog, DA, Holler, JF.,and Nieman TA. Principles of instrumental analysis. 5th ed. Philadelphia : Saunders College Publishing. 1998, p. 380-428.

กิตติกรรมประกาศ

ผลงานฉบับนี้ได้รับความเอื้อเฟื้อและความร่วมมือเป็นอย่างดีจากบุคลากรในสำนักพัฒนา ศักยภาพนักวิทยาศาสตร์ห้องปฏิบัติการ ขอแสดงความขอบคุณผู้อำนวยการสำนักพัฒนา ศักยภาพนักวิทยาศาสตร์ห้องปฏิบัติการ หัวหน้าสถานศึกษาเคมีปฏิบัติ- นว.8 ว.อุมาพร สุขม่วง และ คุณกนกวรรณ จุมที ที่ได้กรุณา ให้การสนับสนุนเป็นอย่างดี

ภาคผนวก

ตารางที่ 4 ข้อมูลอินฟราเรดสเปกตรัมของสารอินทรีย์⁽²⁾

ประเภทการสั่น	ตำแหน่งจำนวนคลื่น ซม. ⁻¹	ความถี่ ไมครอน	ข้อสังเกต
สารประกอบ อัลเคน (alkanes)			
CH ₃ stretching			very strong band
asymmetric	2,975 – 2,950	3.35 - 3.4	
symmetric	2,885 – 2,860	3.45 - 3.5	
CH ₃ deformation			strong bands
asymmetric	1,470 – 1,430	6.8 – 7.0	medium bands
symmetric			
CH ₂ stretching			very strong bands
asymmetric	2,940 – 2,915	3.4 – 3.45	
symmetric	2,870 – 2,710	3.5 – 3.7	
CH ₂ deformation	1,470 – 1,430	6.8 -,7.0	medium bands
CH ₂ rocking	810 - 720	12.3 – 13.9	
สารประกอบไซโคลอัลเคน (cyclo alkanes)			
CH ₂ stretching			
asymmetric	3,110 – 3,080	3.2 – 3.25	strong bands
symmetric	3,040 – 3,020	3.2 – 3.3	
CH ₂ deformation	1,260 – 1,220	7.9 - 8.7	strong bands
wagging	1,260 – 1,220	7.9 - 8.7	weak bands
twisting	1,050 – 1,000	9.5 – 10.0	weak bands
rocking	900 - 800	11.1 – 12.5	weak bands
สารประกอบอะโรมาติกไฮโดรคาร์บอน (aromatic hydrocarbons)			
C-H stretching	3,215 - 3030	3.2 – 3.3	medium bands
	2,000 – 1,665	5.0 – 6.0	weak bands

ประเภทการด้น	ตำแหน่งจำนวนคลื่น ซม. ⁻¹	ความถี่ ไมครอน	ข้อสังเกต
C=C stretching	1,665 – 1,430	6 - 7	strong bands
Ring rocking	1,250 – 1,000	8 - 10	weak bands
C-H deformation	770 - 730	12.5 – 13.7	
	770 - 735	12.5 – 13.6	
	810 - 750	12.3 – 13.3	
	860 - 800	11.5 – 12.5	
	900 - 860	11.1 – 11.6	
สารประกอบอัลไคน์ (alkynes)			
C≡C stretching	2,130 – 2,110	4.6 – 4.7	monosubstituted
	2,235 – 2,215	4.5 – 4.6	disubstituted
C-H stretching	3,310 – 3,290	2.9 – 3.0	monosubstituted
อะลิฟาติกเฮไลด์ (aliphatic halides)			
CH ₂ deformation	1,250	8.0	
C-Cl stretching	645	15.5	medium bands
C-Br stretching	625	16.0	
C-I stretching	500	20	weak bands
อะโรมาติกเฮไลด์ (aromatic halides)			
C-Cl stretching	1,050-1,030	9.5 – 9.8	medium bands
C- Br stretching	1,040-1,025	9.6 – 9.8	medium bands
เอมีน (amines)			
1 ^o amines			
NH,NH ₂ stretching	3,335 – 3,350	3.0 – 3.1	เป็นพ้นระคู่
NH ₂ deformation	1,615 – 1,600	6.2 – 6.3	medium bands
NH ₂ wagging	910 - 770	11.0 – 13.0	broad band
2 ^o amines			
NH stretching	3,335 – 3,350	3.0 – 3.1	เป็นพ้นระคู่
NH deformation	1,500 – 1,450	6.7 – 6.9	medium bands
NH wagging	910 - 770	11.0 – 13.0	broad band

แบบรายงานผลการทดลอง

ปฏิบัติการครั้งที่ 1 ชื่อ..... วันที่

การทดลองที่ 1_การตรวจสอบความถูกต้องของช่วงคลื่นด้วย แผ่นฟิล์ม Polystyrene

ค่าพลังงาน.....

เมื่อใส่แผ่นฟิล์ม Polystyrene ในช่องใส่แผ่นตัวอย่าง วัดค่าและสังเกตลักษณะสเปกตรัม

ตารางที่ 1 ผลการตรวจวิเคราะห์ แผ่นฟิล์มมาตรฐาน Polystyrene ปรากฏฟลักซ์ที่ตำแหน่ง

ฟลักซ์	ตำแหน่งเลขที่คลื่น

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

.....
.....

การทดลองที่.....

การวิเคราะห์ตัวอย่าง ชื่อตัวอย่าง 1.....
2.....

ลักษณะตัวอย่าง

.....
.....
.....

การเตรียมตัวอย่าง

.....
.....
.....
.....

ตารางที่ 2 ผลการทดลอง สเปกตรัมของสารตัวอย่าง ปรากฏฟลักที่ตำแหน่ง

ที่	ตำแหน่งคลื่นเลขที่	รายการ

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

ปฏิบัติการครั้งที่ 2

วันที่

การทดลองที่ 1 การวิเคราะห์ตัวอย่าง Unknown หมายเลขตัวอย่าง.....

ลักษณะตัวอย่าง

.....
.....

การเตรียมตัวอย่าง

.....
.....
.....
.....

ค่าพลังงาน.....

ผลการทดลอง จากสเปกตรัมของตัวอย่าง ปรากฏมีพีคที่ตำแหน่งดังต่อไปนี้

ที่	ตำแหน่งคลื่น	รายการ

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

.....

.....

.....

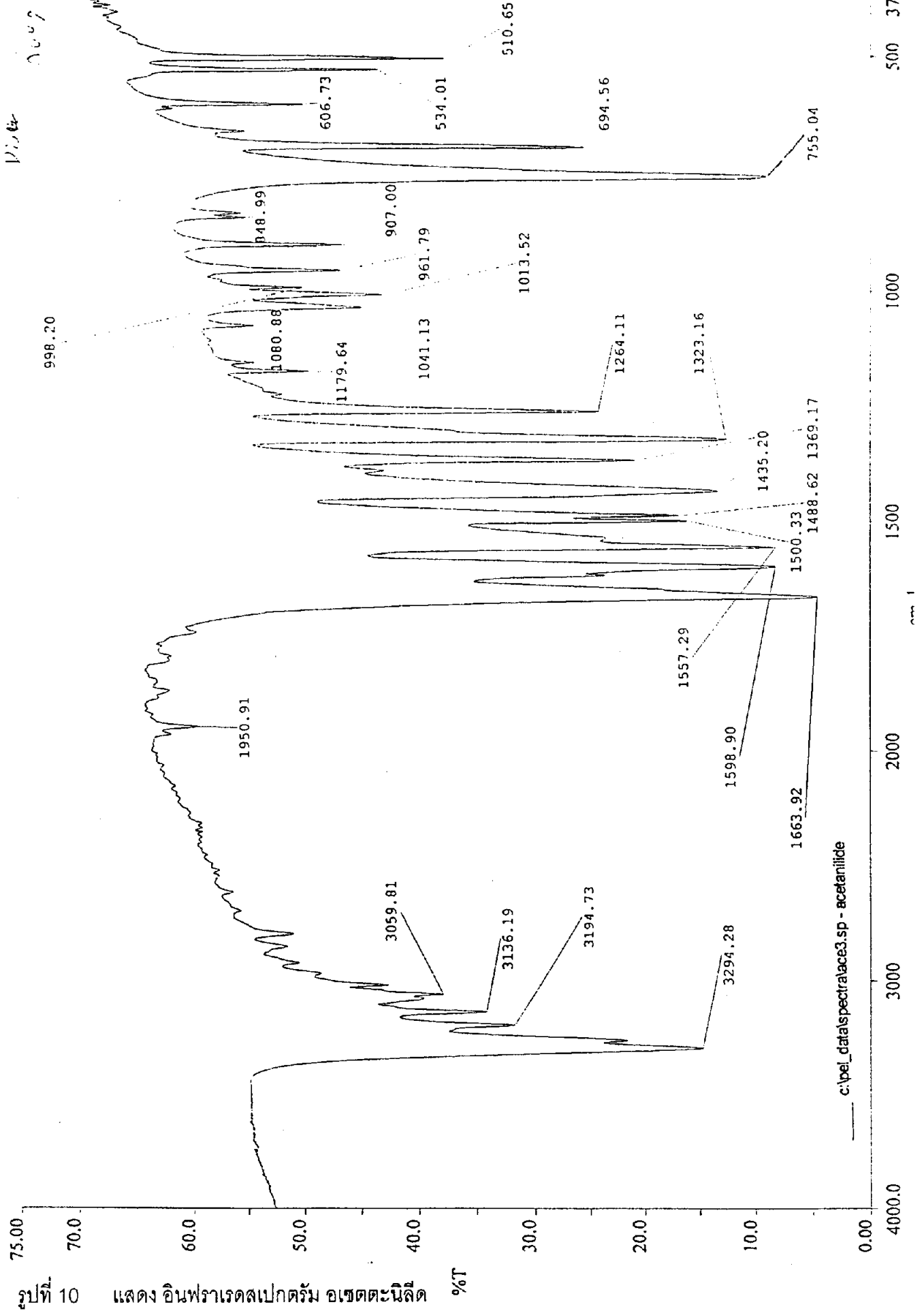
.....

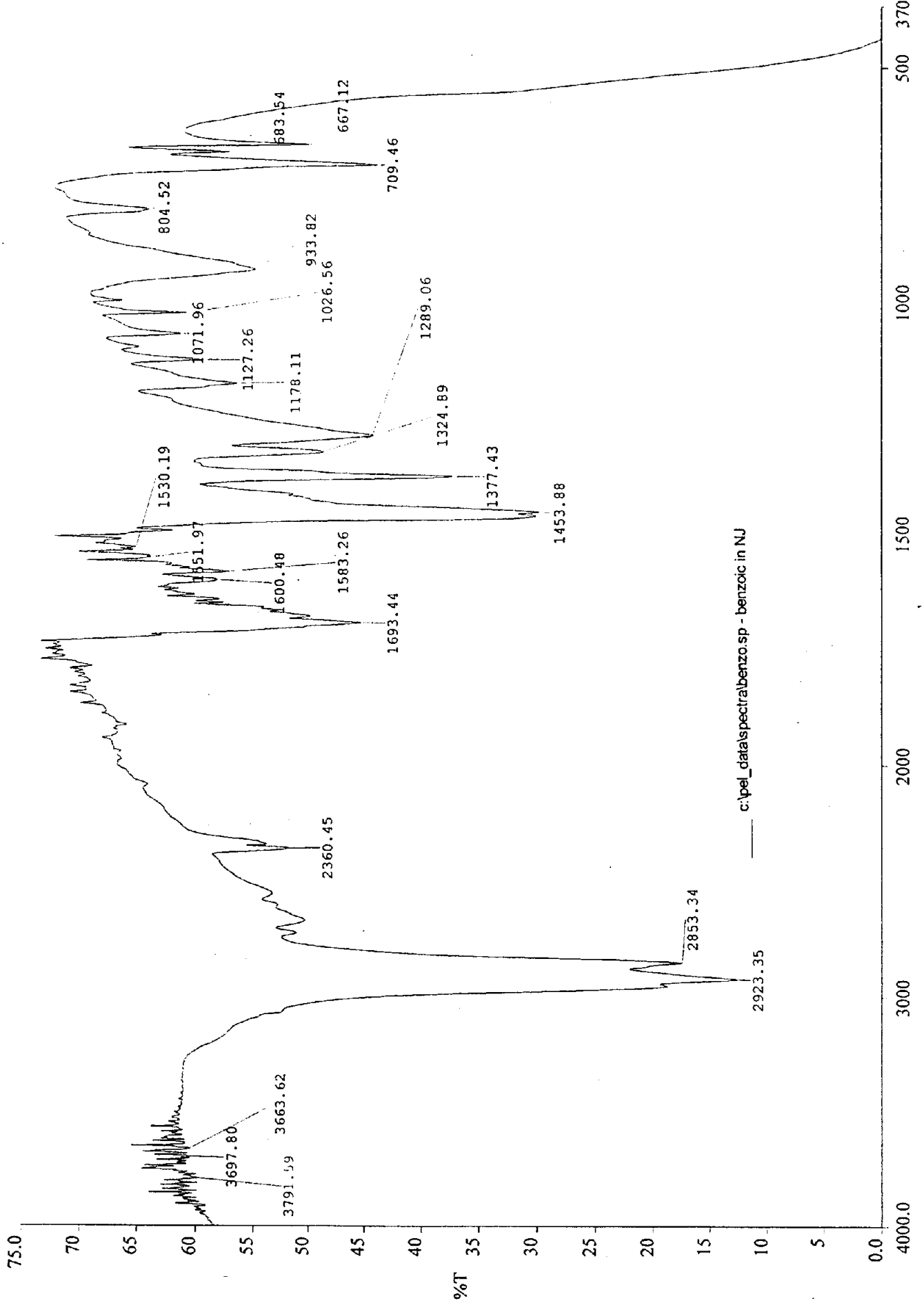
.....

คำถามท้ายบท

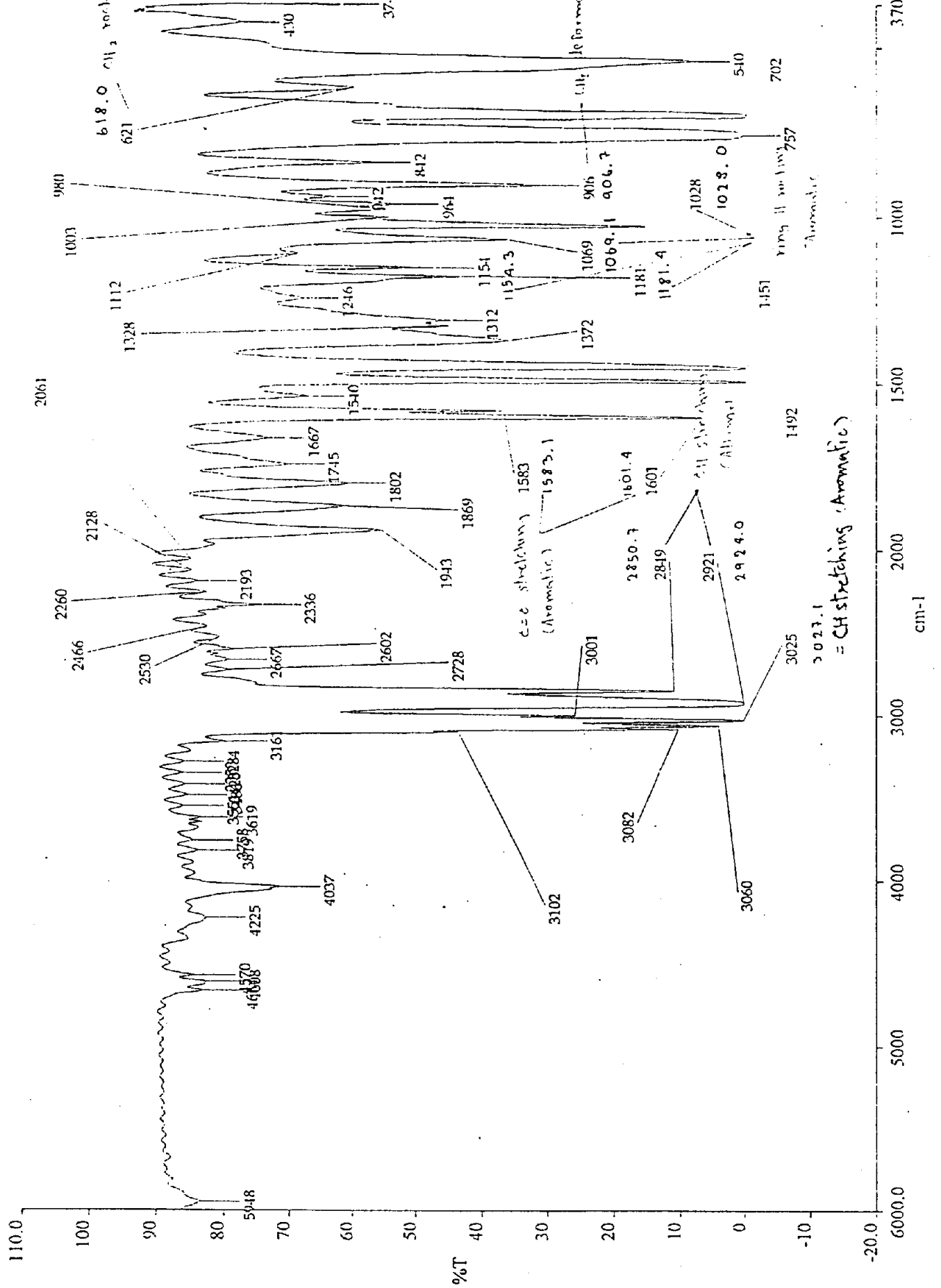
จงให้ความหมาย

1. ประโยชน์ของ เครื่อง FT-IR spectrometer
2. ย่านหมู่ฟังก์ชัน
3. ย่านรอยยพิมพ์นิ้วมือ
4. IR active
5. IR inactive





รูปที่ 11 อินฟราเรดสเปกตรัมของ กรดเบนโซอิก



รูปที่ 12 สเปกตรัมของแผ่นฟิล์มโพลีสไตรีน (Polystyrene film) จากการทดลอง

ตารางที่ 5 เปรียบเทียบตำแหน่งพีก ในอินฟราเรดสเปกตรัม ของแผ่นฟิล์มโพลีไสตรีนที่ปรากฏ
เทียบกับ ค่าที่แสดงในเอกสารกำกับฟิล์ม

ตำแหน่งพีกที่อ่านได้ wave number (cm^{-1})	ตำแหน่งมาตรฐาน wave number (cm^{-1})
3026.0	3027.1
2922.51	2924.0
2849.92	2850.1
1601.55	1601.4
1583.23	1583.1
1181.51	1181.4
1069.32	1069.1
906.82	906.7
620.92	618.0

แผนการสอน

1. แผนการจัดการเรียนการสอน

รหัสวิชา 9000315 ปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ขั้นสูง II วิชาปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ขั้นสูง เป็นวิชาปฏิบัติการ 1 หน่วยกิต เรื่อง การวิเคราะห์โดยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี ที่เปิดสอนให้นักศึกษาเคมีปฏิบัติชั้นปีที่3 เรียนควบกับวิชาบรรยาย เนื้อหาวิชาเกี่ยวกับเคมีวิเคราะห์ที่ใช้เทคนิค และเครื่องมือสมัยใหม่ โดยการทดลองฝึกปฏิบัติการใช้เครื่องมือวิเคราะห์เทคนิคขั้นสูงต่างๆ สัปดาห์ละ 1 ครั้ง ทุละ 3 ชั่วโมง เพื่อให้ นักศึกษามีความรู้ ความเข้าใจในเรื่องการวิเคราะห์โดยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโคปีเป็นอย่างดีและ เกิดทักษะในการใช้เครื่อง FT-IR spectrometer

2. เครื่องมืออุปกรณ์

1. เครื่อง FT-IR spectrometer - รุ่น The Spectrum GX
2. เครื่องอัดเม็ด อุปกรณ์อัดเม็ด และปั๊มสุญญากาศ

3. กิจกรรมการสอน

2. จัดการสอนภาคปฏิบัติ 2 คาบ คาบละ 3 ชั่วโมง
3. คาบที่ 1 แนะนำเครื่องมือ การใช้อุปกรณ์ต่างๆที่เกี่ยวข้อง ตรวจสอบเครื่องมือในเบื้องต้น ได้การดูแลเครื่องมือ การเตรียมตัวอย่าง การวิเคราะห์สารตัวอย่าง ที่เป็นของแข็งของเหลว
ลักษณะของพีคของอินฟราสเปกตรัม
4. ให้นักศึกษาทดลองวิเคราะห์ตัวอย่าง โดยใช้ สารเคมี ที่เป็นของแข็ง และของเหลว
5. การวัดผลครั้งที่ 1 นักศึกษาต้อง รู้จักวิธีการเตรียมตัวอย่างที่เหมาะสมกับชนิดของตัวอย่าง
6. คาบที่ 2 ให้นักศึกษาฝึกปฏิบัติ เพื่อให้เกิดความชำนาญ และสามารถตัดสินใจวิเคราะห์ได้ โดยการให้นักศึกษา ทดลองวิเคราะห์สารที่ไม่รู้จัก (Unknown sample)
7. การวัดผลครั้งที่ 2 นักศึกษาใช้เครื่องมือได้อย่างถูกวิธีและตอบคำถามเกี่ยวกับการใช้เครื่องมือได้

4. รูปแบบการดำเนินงาน จัดการสอนภาคปฏิบัติการ 2 สัปดาห์ ทุละ 3 ชั่วโมง

4. แบ่งนักศึกษาออกเป็นกลุ่มย่อยๆ กลุ่มละ 3 คน เพื่อให้ทุกคนได้มีโอกาสฝึกปฏิบัติ
5. แนะนำ และทำให้ดูเป็นตัวอย่างก่อน
6. ให้นักศึกษาลงมือปฏิบัติด้วยตนเอง โดยมีผู้สอนให้คำแนะนำ ดูแล

5. การวัดผล

1. ความตั้งใจ ตรงต่อเวลา	30	คะแนน
2. รายงาน	20	คะแนน
3. ตอบคำถามท้ายบท	10	คะแนน
4. นักศึกษาสามารถเตรียมตัวอย่างได้ถูกต้อง	20	คะแนน
5. ได้สเปกตรัมที่แสดงฟลัก ของสารตัวอย่าง	10	คะแนน
6. การสอบ ข้อสอบปลายภาค	10	คะแนน
รวม	100	คะแนน

ชื่อ น. ศ. ... รวบรวม รวบรวม รวบรวม รวบรวม รวบรวม รวบรวม รวบรวม รวบรวม รวบรวม รวบรวม
 รหัส 44 21 24
 ผู้ร่วมกลุ่ม 1. น. ศ. ... 2. น. ศ. ...

รายงานการทดลอง

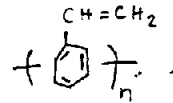
ปฏิบัติการครั้งที่ 1

วันที่ 11 8. 2546

วัตถุประสงค์ เพื่อให้ นักศึกษามีความรู้เรื่อง

1. ส่วนประกอบของเครื่อง FT-IR Spectrometer
2. การเตรียมเครื่องมือ การตรวจสอบคุณภาพเครื่องมือ ก่อนการใช้งาน
3. การเตรียมตัวอย่าง ชนิดของแข็ง ชนิดของเหลว
4. การวิเคราะห์ตัวอย่างเชิงคุณภาพ โดยเครื่อง FT-IR Spectrometer
5. การทำความสะอาดเซลล์

การทดลองที่ 1 การตรวจสอบความถูกต้องของช่วงคลื่นด้วย แผ่นฟิล์ม Polystyrene
 ค่าพลังงาน 3.760 eV



ผลการตรวจวิเคราะห์ ปรากฏพิกัดที่ตำแหน่ง

ที่	ตำแหน่งคลื่น	รายการ
1	3027.1 3025.0	C-H stretching (aromatic)
2	2924.0 2921.0	C-H stretching (aromatic)
3	2850.7 2849.0	C-H stretching (aromatic)
4	1601.4 1601.0	C=C stretching
5	1543.1 1543.0	C=C stretching
6	1181.4 1181.4	C-H stretching
7	1154.3 1154.0	ring H rocking
8	1069.1 1069.0	C-H stretching
9	1028.0 1028.0	C-H stretching
10	906.7 906.0	C-H deformation
11	613.0 621.0	CH ₂ rocking

การทดลองที่ 2 การวิเคราะห์ตัวอย่าง ชื่อตัวอย่าง 1. acetanilide

2. iso-propyl alcohol

ลักษณะตัวอย่าง 1. ของแข็ง เป็นเกล็ดสีขาว มีกลิ่นเฉพาะตัว

2. เป็นของเหลวใสไม่มีสี มีกลิ่นฉุนเฉพาะตัว

การเตรียมตัวอย่าง

1. acetanilide เตรียม 2 วิธี

1.1. โดยผง KBr ; โปวเดอร์เป็น 1 ใน 1000 KBr แล้วนำส่วนผสมนี้มาทำผงผสมกับแก้ว
 เครื่องวัด ไดโนเป็นหลอดดูดความ 3-5 นาที ใช้คีมคีบส่วนผสมที่อัดเป็นเม็ดกลมมาใส่ที่ holder จั่ว

1.2. โดย nujol ; ผสมตัวอย่างในหลอดโวลุ่มใช้ปริมาณสารเล็กน้อย (ประมาณปลายนิ้ว) Run :
 ตักสาร แล้วหยด nujol ลงไป 1 หยด ผสมให้เข้ากัน แล้วนำลงไปใน cell แล้วประกบ cell ให้เข้าที่
 ใน holder ที่จั่วให้ Run IR ได้ * ตัวประกอบในสูตรคือค่าของค่า * ในบริเวณที่ค่า = 0

2. iso-propyl alcohol เตรียม 1 วิธี คือ

2.1 Neat technique ; นำสารตัวอย่างมาทำเป็นของเหลวใส 1 หยด หยดลงใน cell ใน
 แล้วทำการประกบ cell โดยอย่าให้มีฟองอากาศตรงที่วัด ทำ cell ไปใส่ใน holder แล้วนำไปวัด IR ได้

สถานศึกษาเคสิปปฏิบัติ

แบบประเมินผู้สอนโดยผู้เรียน (ภาคปฏิบัติ)

ชื่อผู้สอน อ. ดัทพ์ วิชาสอน วัสดุวิชา 5000313
 วิชาหัวข้อวิชา Adv. Anal. Lab 1 วันที่ประเมิน 7 กันยายน 2546
 ภาคการศึกษา 1 ปีการศึกษา 2546
 ผลการประเมิน.....

ข้อชี้แจง ให้เขียนเครื่องหมาย ✓ ลงในช่องตัวเลขที่ตรงกับความเห็นของท่านมากที่สุด

5 = ดีมาก 4 = ดี 3 = ปานกลาง 2 = พอใช้ 1 = ต้องปรับปรุง

รายการประเมิน	5	4	3	2	1
1. ผู้สอนมีความรู้ในเนื้อหาวิชาปฏิบัติการ อย่างถูกต้อง ทันสมัย		✓			
2. ผู้สอนได้เรียงตามลำดับเป็นขั้นตอนการเรียนปฏิบัติการได้อย่างต่อเนื่องและเหมาะสม		✓			
3. ผู้สอนอธิบายขั้นตอนการปฏิบัติการและมีการยกตัวอย่างประกอบให้เข้าใจง่าย			✓		
4. ผู้สอนตรงต่อเวลาในการสอน		✓			
5. ผู้สอนมีการเตรียมการสอนล่วงหน้า		✓			
6. ผู้สอนใช้เวลาอย่างเหมาะสมในการสอนกับเนื้อหา		✓			
7. ผู้สอนมีเทคนิควิธีการสอนที่กระตุ้นให้ผู้เรียนสนใจ และก่อให้เกิดทักษะ			✓		
8. ผู้สอนสามารถชี้ให้ผู้เรียนเห็นความสำคัญของเครื่องมือ/อุปกรณ์และสารเคมี รวมทั้งข้อควรระวัง ความปลอดภัยในการเข้าเรียนวิชาปฏิบัติการ ได้อย่างเหมาะสม			✓		
9. ผู้สอนส่งเสริมให้มีการคิด วิพากษ์วิจารณ์อย่างสร้างสรรค์		✓			
10. ผู้สอนมีบุคลิกภาพที่เหมาะสม เช่น ความสุภาพ ความกระตือรือร้น การใช้เสียง และท่วงท่าการพูดที่เหมาะสม		✓			
11. ผู้สอนมีความตั้งใจในการสอน		✓			
12. ผู้สอนเปิดโอกาสให้ผู้เรียนซักถามข้อสงสัย		✓			
13. ผู้สอนได้ดูแลปฏิบัติการของผู้เรียนอย่างใกล้ชิด และเป็นกันเอง	✓				
14. ผู้สอนมอบหมายงาน แนะนำวิธีใช้เครื่องมือ/อุปกรณ์ และสารเคมีในการเรียนวิชาปฏิบัติการให้ผู้เรียนทำอย่างเหมาะสม			✓		
15. ผู้สอนแนะนำหนังสือและแหล่งค้นคว้าเพิ่มเติม			✓		

ความคิดเห็นอื่น ๆ และข้อเสนอแนะ

..... ตั้งที่ ๒๖ พฤษภาคม ๒๕๔๖ พัดลม ภาณุ ฟ้า ๒๕๔๖ ๒๕๔๖ พัดลม ๒๕๔๖

.....

.....

ชื่อ น.ร. ศุภนรช เลขประจำตัวประชาชน รหัส 442122
 ผู้ร่วมกลุ่ม 1. น.ร. วิมล ยืนตะ 2. น.ร. ศุภิต อังสเลิศวิวัฒนา
 ปฏิบัติการครั้งที่ 2 วันที่ 18 ธ.ค. 46
 วัตถุประสงค์ เพื่อให้ นักศึกษามีความรู้เรื่องการวิเคราะห์ตัวอย่าง โดยเครื่อง FT-IR.
 ค่าพลังงาน 3700 J

การทดลองที่ 1 การวิเคราะห์ตัวอย่าง หมายเลขตัวอย่าง -

ลักษณะตัวอย่าง เป็นผงแข็งละเอียดสีขาว มีกลิ่นฉุน

การเตรียมตัวอย่าง

เตรียม KBr : ขุดสาร unknown กับ KBr เข้าด้วยมอร์ตาร์ใช้ปริมาณของสาร unknown น้อยกว่า
 แล้วนำมาอัดเป็น pellet กดหน้าไป Run IR

ผลการวิเคราะห์ ปรากฏมีพีคที่ตำแหน่ง

ที่	ตำแหน่งคลื่น, cm^{-1}	รายการ
1	3367 - 3160	NH_2 - stretching (i amide)
2	1681	$\text{C}=\text{O}$ stretching (i amide)
3	1620	NH_2 - deformation (i amide)
4	1423	CH_2 - deformation (i amide)
5	1395	$\text{C}-\text{N}$ stretching (i amide)
6	778	NH_2 - stretching (i amide)
7	624 - 604	$\text{C}-\text{H}$ deformation (out of plane) (i amide)

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

จากผลการทดลอง พบ peak ของ NH_2 -stretching, $\text{C}=\text{O}$ stretching, NH_2 -deformation, CH_2 -deformation, $\text{C}-\text{N}$ stretching, NH_2 -stretching และ CH deformation ซึ่งจะเห็นว่า ปรากฏ peak ของ $\text{C}=\text{O}$, NH_2 แต่ไม่ปรากฏ peak ของ Aromatic แสดงว่า สาร unknown น่าจะเป็น aliphatic amide และเลือก ใช้ KBr ในการเตรียมเนื่องจาก ปรากฏค่า Nujol ไม่ปรากฏ peak ของ unknown ทำให้วิเคราะห์ผลได้ง่ายขึ้น
 ข้อสังเกตในการทดลองอาจเกิดจาก

- หากเตรียม pellet เสร็จแล้ว จะ ทำให้ ได้ peak ที่ไม่ชัดเจน เช่น peak board
- สารอาจชื้น ทำให้อัดเป็น pellet ได้ไม่ดี และอาจ มี peak ของน้ำมาปน
- หากอัด pellet ไม่สม่ำเสมอ จะ ทำให้ ได้ผลการวิเคราะห์ที่ไม่ดี
- ขณะ Run IR ต้องควบคุมความชื้น และหัน ความชื้น บริเวณนั้น จะ กระทบ peak ที่วิเคราะห์

ชื่อ น.ศ. นริศนุรักษ์ นมสธกธวิศัลย์ รหัส 442099

ผู้ร่วมกลุ่ม 1. นนทอร์ ศักดิ์รุ่งเรือง รหัส 442103

2. อธิษฐ์ ศาสนา

จงให้ความหมายของคำ (ที่เกี่ยวข้องกับ IR spectrometry)

7

1. Infra red active (IR active)

โมเลกุลที่สร้างการดูดกลืนแสง หรือ แสดงออกมาในรูปของ peak ซึ่งเฉพาะ
ที่ระดับการสั่นสะเทือน

2. ประโยชน์ของ IR spectrometer

1. ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างของสาร โดยอาศัยหลักการดูดกลืนแสง แล้ววิเคราะห์ในแง่ของ
แสงที่ผ่านได้คือความถี่ของสเปกตรัมที่ปรากฏ

2. ในการวิเคราะห์โครงสร้างของสาร โดยดูจากค่าความถี่ (intensity) ของความถี่ของ peak ลักษณะของ peak

3. ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างของสาร โดยดูจากค่าความถี่ของ peak

ชื่อ..... น.ส.ศุภมาส สุทธิวิเศษศักดิ์..... รหัส..... 442100.....

ผู้ร่วมกลุ่ม.....

จงให้ความหมายของคำ (ที่เกี่ยวข้องกับ IR spectrometry)

10

1. Infra red active (IR active)

โมเลกุลที่สามารถดูดกลืนพลังงานในช่วง IR spectrum หรือ
ทำให้เกิดการสั่นของพันธะ อยู่ในระดับพลังงานของพันธะ หรือ
พันธะที่ active ได้ในช่วงของ Infra red spectrum

2. ประโยชน์ของ IR spectrometer

สามารถวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชัน โมเลกุลหรือไอโซเมอร์ ลักษณะ
ของ peak ความถี่ของพันธะที่ดูดกลืนพลังงาน ตาม
เริ่มตามช่วงของ peak

สำหรับการวิเคราะห์โครงสร้างหรือองค์ประกอบ หรือ วิเคราะห์เชิงปริมาณ
ต่อไป

โดยในการศึกษา วิเคราะห์ตัวอย่างสารเคมีต้องรู้คุณสมบัติของสาร
นั้นก่อน เช่น การวิเคราะห์ธาตุ หมู่ฟังก์ชัน การตรวจสอบ
ด้วย IR spectroscopy เพื่อความมั่นใจว่าสารที่สร้างพบใน
ผล เป็นสารอะไรก็ตามลำดับ