

วัตถุ และ วิธีการ



เครื่องมือในการวิเคราะห์ฮัลต์ไฮด์และฟูเซลอยล์

1. เครื่องกลั่นชนิด Ground Joint-Exelo
2. เครื่องชั่ง Analytical Balance-Mettler
3. Spectrophotometer-Pye Unicam Model 1800
4. Immersion Refractometer-Carl Zeiss
5. นาฬิกาจับเวลา
6. Rack สำหรับใส่หลอดทดลองขนาด 15x150 มิลลิเมตรที่มีจุด

สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์ฮัลต์ไฮด์

1. Acetaldehyde-AR grade
2. Distilled Water-N free
3. Ethyl Alcohol-Ar grade
4. Piperidine-AR grade
5. Sodium Acetate-AR grade
6. Sodium Hydroxide (NaOH)-AR grade
7. Sodium Nitroprusside-AR grade

สารละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. Sodium Acetate Solution-ละลาย sodium acetate ($\text{NaCH}_3\text{COO} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) 27 กรัม ในน้ำ ทำให้เป็น 100 มิลลิตร
2. Sodium Nitroprusside Solution-ละลาย sodium nitroprusside ($\text{Na}_2 [\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 2 กรัมในน้ำ ทำให้เป็น 100 มิลลิตร (เมื่อปราศจากแสงจะใช้ งานได้ภายใน 1 - 2 อาทิตย์)

3. Piperidine Solution-pipet Piperidine 10 มิลลิลิตร ทำให้เจือจางด้วยน้ำให้ได้ 100 มิลลิลิตร (มีอายุใช้ได้ภายใน 2 อาทิตย์)

การเตรียมตัวอย่าง

นำเครื่องดื่มน้ำที่มีอัลกอฮอล์ โดยใช้ Volumetric flask ตวงมา 100 มิลลิลิตร ทำให้เป็นกลางด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ถ้ายังใส่เครื่องกลั่นโดยเติมน้ำกลั่นอีก 50 มิลลิลิตร กลั่นให้ได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร นำไปหาเปอร์เซ็นต์อัลกอฮอล์ที่แท้จริงด้วยเครื่อง Immersion Refractometer ที่ 25 องศาเซลเซียส นำค่าที่ได้ไปเทียบกับตารางเปรียบเทียบได้เปอร์เซ็นต์อัลกอฮอล์ออกมา และนำสารละลายที่กลั่นได้ไปหาค่าอัลดีไฮด์และฟูเชลอลอยล์

วิธีการวิเคราะห์

นำสารละลายที่กลั่นได้มาตัวอย่างละ 2 มิลลิลิตร ใส่ในหลอดทดลอง เติมน้ำกลั่น Sodium Acetate 2 มิลลิลิตร และสารละลายของ Sodium Nitroprusside 2 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน เมื่อเติมน้ำกลั่นของ Piperidine 2 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากันโดยเขย่าใช้เวลา 40 - 50 วินาที นำไปวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 546 nm. เติมน้ำกลั่นต่าง ๆ ที่ใช้กับตัวอย่างลงในน้ำกลั่น 2 มิลลิลิตร แล้วใช้เป็น blank ค่า Absorbance ที่อ่านได้ นำไปหาปริมาณมิลลิกรัมของ Acetaldehyde จากกราฟมาตรฐาน

การเตรียมกราฟมาตรฐาน

ชั่ง acetaldehyde ชนิดบริสุทธิ์ร้อยละ 99 ชั่งให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน ใส่ใน Volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร โดยให้มีปริมาณของ acetaldehyde ตั้งแต่ 0.6, 1, 2, 3, 4, 5 และ 6 มิลลิลิตร ตามลำดับ และเติมน้ำกลั่นของน้ำที่มีอัลกอฮอล์ร้อยละ 40 ให้ได้ปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร

นำมาตัวอย่างละ 2 มิลลิลิตร ใส่ในหลอดทดลอง นำไปผ่านขั้นตอนของการทดลอง เช่นเดียวกับตัวอย่างดังกล่าวแล้วข้างต้น

สร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่า Absorbance กับจำนวนมิลลิกรัมของฮาซีตัสไฮด์

ตารางที่ 5 แสดงค่า Absorbance ของฮาซีตัสไฮด์ในสารละลายมาตรฐาน

ปริมาณฮาซีตัสไฮด์ มิลลิกรัม/100 มิลลิลิตร	Absorbance ที่ 546 nm
0.5936	0.085
1.0252	0.139
1.9965	0.300
3.0218	0.446
3.993	0.589
5.018	0.763
5.9896	0.889

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์ฟูเซลอยล์

1. Ethyl Alcohol-AR grade
2. Distilled Water-N free
3. Isobutyl Alcohol-AR grade
4. Isoamyl Alcohol-AR grade
5. p-Dimethylaminobenzaldehyde-AR grade
6. Concentrated Sulfuric Acid-AR grade
7. น้ำแข็ง

สารละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. p-Dimethylaminobenzaldehyde Solution (DMAB)-ละลาย DMAB 1 กรัม ในส่วนผสมของกรดกำมะถัน 5 มิลลิลิตร กับน้ำ 90 มิลลิลิตร แล้วทำให้เสื่อจางด้วยน้ำให้เป็น 100 มิลลิลิตร ใน Volumetric Flask
2. ฟูเซลอยล์ที่ใช้เป็นสารมาตรฐาน-ชั่ง Isobutyl Alcohol 2 กรัม และ Isoamyl Alcohol 8 กรัม ใส่ใน Volumetric Flask ขนาด 1 ลิตรและทำให้เสื่อจางด้วยน้ำจนครบปริมาตร

วิธีการวิเคราะห์

นำสุราแต่ละชนิดมาอย่างละ 100 มิลลิลิตร ฟูปล้อม เช่นเดียวกับในการหาอัลดีไฮด์
 ตวงสารที่กลั่นได้มา 2 มิลลิลิตร ด้วย Pipet ใส่ในหลอดทดลองขนาด 15x150 มิลลิเมตร
 ซึ่งมีจุกปิดได้ วางไว้ในรางในหม้อน้ำแข็ง

pipet สารละลาย DMAB 1 มิลลิลิตร ใส่ในหลอดทดลองแต่ละหลอด เขย่าและวาง
 ไว้ในหม้อน้ำแข็ง 3 นาที เติมกรดกำมะถันเข้มข้นที่แช่ไว้เย็นจัด 10 มิลลิลิตร ให้ค่อย ๆ ไหล
 ลงอย่างหลอดทดลอง เขย่าให้เข้ากันและแช่น้ำแข็งอีก 3 นาที จากนั้นนำไปแช่ในน้ำเดือด 30
 นาที แล้วนำไปแช่น้ำแข็ง 3 - 5 นาที จึงทิ้งไว้ให้เป็นที่อุณหภูมิห้อง

นำไปวัดค่า Absorbance ด้วยเครื่อง Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 540 nm ทั้งของสารละลายมาตรฐานและสารละลายจากตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ จากนั้นนำค่า Absorbance ที่ได้ไปหาฟลักซ์ลอออล์จากกราฟมาตรฐาน

แต่เนื่องจากตัวอย่างส่วนใหญ่ เมื่อผ่านขั้นตอนของปฏิกิริยาต่าง ๆ แล้ว จะให้สีที่เกิดขึ้นเข้มมาก ไม่สามารถนำไปวัดค่า Absorbance ได้ จำเป็นต้องเริ่มต้นปฏิกิริยาใหม่จากสารละลายที่เจือจางลง โดยเริ่มทำให้เจือจางลงด้วยอัตราส่วน 1 ต่อ 2, 1 ต่อ 4, 1 ต่อ 10, 1 ต่อ 20 จนกว่าสีที่เกิดขึ้นจะเจือจางพอที่จะวัดค่า Absorbance ได้ ซึ่งเมื่อนำค่าที่ได้ไปหาปริมาณฟลักซ์ลอออล์จากกราฟมาตรฐานแล้ว ต้องเอาตัว Dilution Factor คูณ

การเตรียมกราฟมาตรฐาน

นำส่วนผสมของสารละลายมาตรฐานฟลักซ์ลอออล์ที่เตรียมไว้แล้วมา 2 ส่วน ๆ ละ 10 มิลลิลิตร ใส่ใน Volumetric Flask ขนาด 100 มิลลิลิตร และทำให้เจือจางด้วยน้ำให้ครบ 100 มิลลิลิตร ส่วนอีก flask เจือจางด้วยฮัลกอฮอล์

เตรียม working standard โดยละลายสารละลายมาตรฐาน 1, 2, 3, 4, 5 และ 6 มิลลิลิตร ในสารละลายฮัลกอฮอล์ที่มีพรูฟตามต้องการใน Volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร ซึ่งจะได้สารละลายที่มีปริมาณฟลักซ์ลอออล์ ตั้งแต่ 1.0 ถึง 6.0 กรัม/100 ลิตร ตามลำดับ

เมื่อสารละลายมาตรฐาน 6 มิลลิลิตร ทำให้เจือจางด้วยฮัลกอฮอล์ 190 พรูฟ เมื่อทำการตรวจหาปริมาณฟลักซ์ลอออล์ตามวิธีดังกล่าว วัดค่า Absorbance ที่ 530 nm แล้วจะได้ค่าเป็น 0.83 ± 0.03

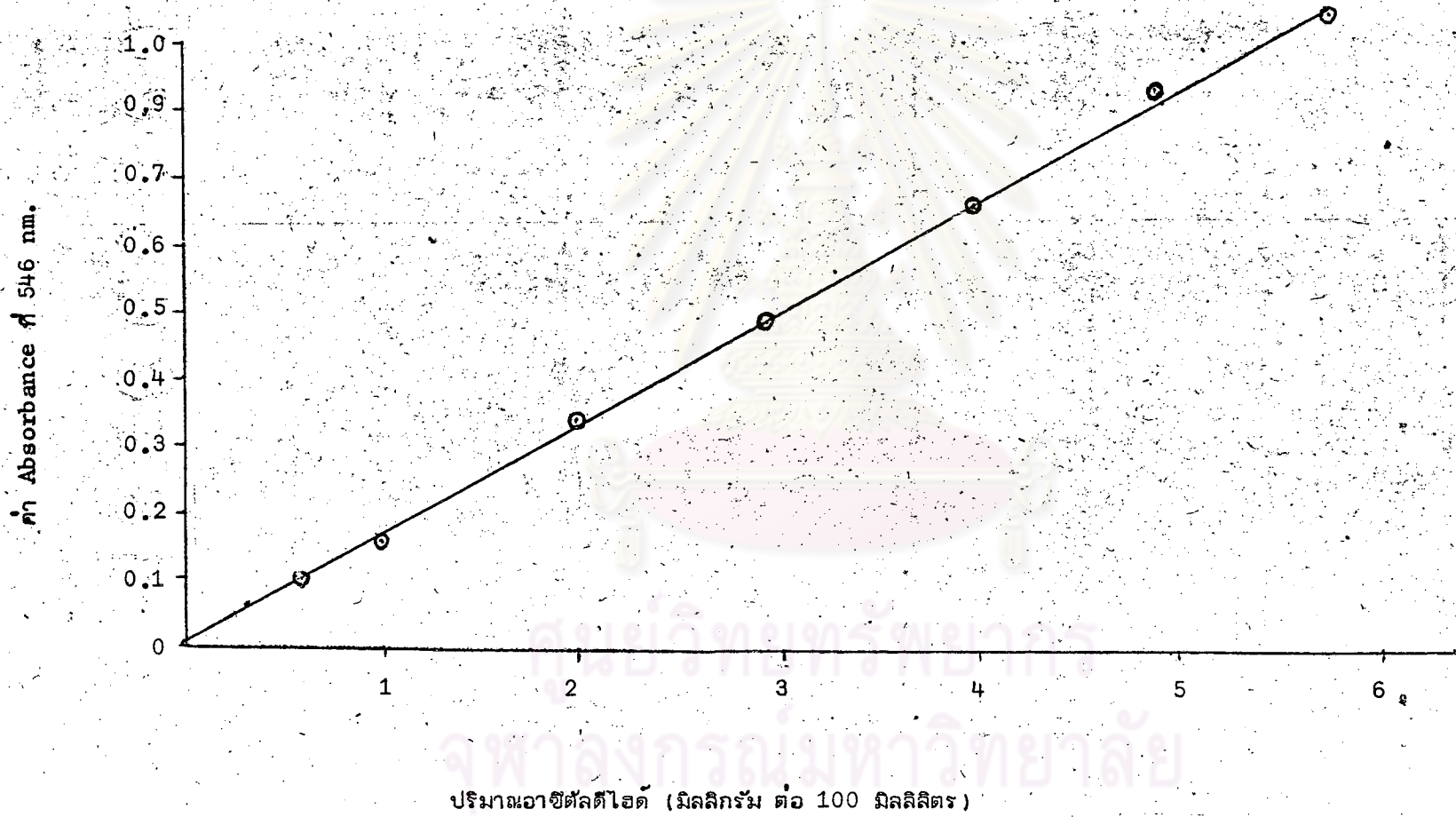
นำค่า Absorbance มาสร้างกราฟกับจำนวนมิลลิกรัมของฟลักซ์ลอออล์ ในแต่ละความเข้มข้นของฮัลกอฮอล์

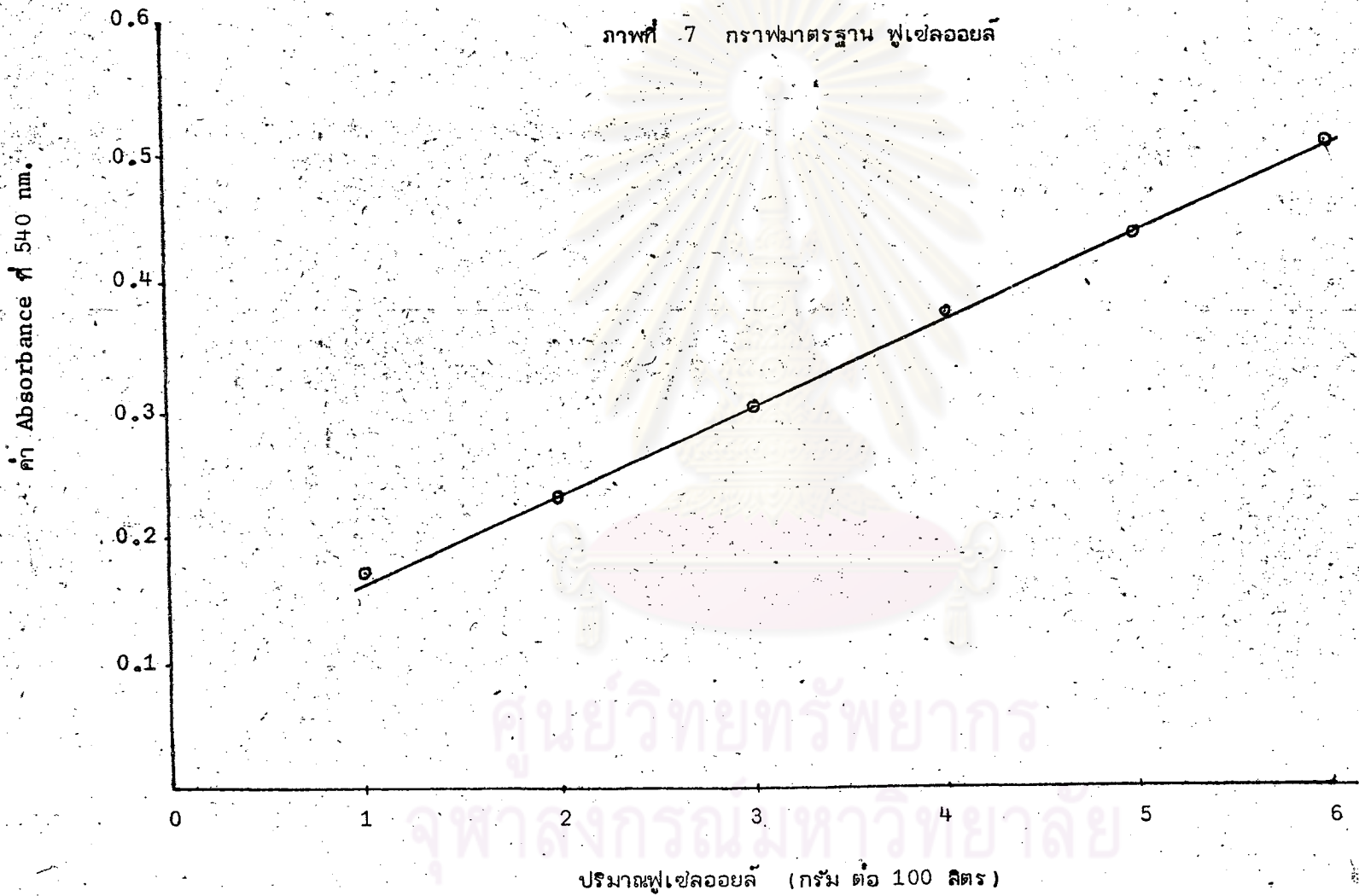
ตารางที่ 6 แสดงค่า Absorbance ของฟูเซลอยล์ในสารละลายมาตรฐาน

ปริมาณฟูเซลอยล์ใน 40% ีลกอฮอล์ กรัม ต่อ 100 ลิตร	Absorbance ที่ 540 nm.
1.0	0.171
2.0	0.226
3.0	0.296
4.0	0.386
5.0	0.498
6.0	0.652

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาพที่ 6 กราฟมาตรฐานของอะซิติลดีไฮด์





ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย