

การหาปริมาณเอทิลีน ออกไซด์ ในสายพลาสติก โดยวิธี  
สเปกโตรโฟโตเมตรี

หลักการและขั้นตอนการทำ

เป็นการวิเคราะห์หาปริมาณเอทิลีน ออกไซด์โดยการแยก เอทิลีน ออกไซด์  
ออกจากสารตัวอย่างด้วยการกลั่นในน้ำเดือดที่  $100^{\circ}\text{C}$ . และจากเอทิลีน ออกไซด์ ที่แยก  
ไคนำไปทำปฏิกิริยาเคมีเปลี่ยนให้อยู่ในรูปของฟอร์มมาลดีไฮด์ (Formaldehyde) ซึ่ง  
จะทำปฏิกิริยาการเกิดสีกับสารละลายโซเดียมโครมาโตเปท ในกรดกำมะถัน ได้เป็นสี  
ม่วงแดง มีการ absorb แสงมากที่สุดที่ช่วงความยาวคลื่น 570 มมค.

ขั้นตอนการวิเคราะห์มีดังนี้

1. การแยกเอทิลีน ออกไซด์ออกจากสารตัวอย่าง เป็นการแยกสาร  
เอทิลีน ออกไซด์โดยการกลั่นที่  $100^{\circ}\text{C}$ . และมีน้ำเป็นตัวทำละลาย ความร้อนได้  
เอทิลีน ออกไซด์ออกจากสารตัวอย่างที่ใช้ในการทดลองพร้อมกับไอน้ำผ่านเครื่องควบ  
แน่นแบบ 2 ชั้น (Dimroth condenser) และมีน้ำซึ่งมีอุณหภูมิมากกว่า  $10^{\circ}\text{C}$ .  
ผ่าน ไอน้ำจะถูกกลั่นตัวกลับลงมาในภาชนะกลั่น ส่วนเอทิลีน ออกไซด์จะยังคงเป็นกาซ  
และถูกพาไปตามความเร็วของอากาศที่ผ่านเครื่องมือไปยังภาชนะรองรับ ซึ่งมีน้ำเย็นจัด  
ที่  $0^{\circ}\text{C}$  เป็นตัวทำละลาย โดยการหลอภายนอกภาชนะด้วยน้ำแข็งที่หุบละเอียก  
เอทิลีน ออกไซด์ จะผ่านละลายลงไปใต้น้ำในภาชนะรองรับหมด

การแยกเอทิลีน ออกไซด์วิธีนี้เป็นการใช้คุณสมบัติทางฟิสิกส์ของ  
เอทิลีน ออกไซด์ ที่ว่าเอทิลีน ออกไซด์ มีจุดเดือด ที่  $10.73^{\circ}\text{C}$ . และละลายได้ดี  
ในน้ำ ดังนั้น การแยกเอทิลีน ออกไซด์โดยวิธีนี้ จึงง่ายและเหมาะแก่การทำในห้อง  
ปฏิบัติการธรรมดา

- 2) การทำปฏิกิริยาทางเคมี เพื่อเปลี่ยนเอทธิลีน ออกไซด์ เป็นฟอร์มมาดีไฮด์ โดย เอทธิลีน ออกไซด์ ในสารละลายที่มีฤทธิ์เป็นกรด จะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสได้เอทธิลีน ไกลคอล ซึ่งจะทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน กับเปอร์ไฮโดรออกไซด์ เกิดเป็นฟอร์มมาดีไฮด์ 2 โมเลกุล และเปอร์ไฮโดรออกไซด์ที่เหลือจะทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมซัลไฟด์ ต่อไป
- 3) การทำปฏิกิริยาการเกิดดี ฟอร์มมาดีไฮด์จะทำปฏิกิริยากับสารละลายโครมาโตเปทในกรรก้ามะถัน เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนที่มีสี ซึ่งนำไปวัดค่าด้วยเครื่องสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ ต่อไป

ประวัติความเป็นมาของวิธีวิเคราะห์

การวิเคราะห์เอทธิลีน ออกไซด์ โดยวิธีนี้ Critchfield and Johnson<sup>113</sup> เป็นผู้ที่เริ่มนำมาใช้เพื่อวิเคราะห์ปริมาณของ เอทธิลีน ออกไซด์ ที่เหลือค้างในลูกจันทน์ และ ปาปริก้า โดยแยกเอทธิลีน ออกไซด์ ด้วยการกลั่นในน้ำที่ 100°C. และทำปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสเปลี่ยนเอทธิลีน ออกไซด์เป็นเอทธิลีน ไกลคอล แล้วจึงดัดแปลงวิธีของ Speck and Forist<sup>139</sup> ในการวิเคราะห์ไกลคอลที่ได้ ด้วยวิธีการทำปฏิกิริยาการเกิดดี แต่เนื่องจากผลการวิเคราะห์ที่ได้ยังไม่ดีเท่าที่ควร คือ ได้ผลเพียง 86 % Lacomme and Chaigneau<sup>114</sup> ได้ดัดแปลงวิธีวิเคราะห์ใหม่ โดยใช้วิเคราะห์หาเอทธิลีน ออกไซด์ในพลาสติก การดัดแปลงใหม่ได้ผลถึง 96 - 99 %

การวิจัยได้ทดลองทำตามวิธีของ Lacomme and Chaigneau พบว่าไม่ได้ผลเหมือนที่กล่าวไว้ ดังตารางที่ 5 จึงได้ปรับปรุงสภาวะต่าง ๆ ในการทดลองขึ้นใหม่เพื่อให้เหมาะสมกับการที่จะทำในห้องปฏิบัติการธรรมดาในสภาวะอากาศ และอุณหภูมิของประเทศไทย โดยได้ทำการทดลองและปรับปรุงในค่านระยะเวลาที่ใช้ในการกลั่น อัตราความเร็วของอากาศที่ผ่านเครื่องมือ ระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน ระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาการเกิดดี และระยะเวลาที่เหมาะสมที่จะให้อานาคา absorbance ได้มากที่สุด และคงตัวที่สุด ซึ่งจากการปรับปรุงสภาวะ



การทดลองใหม่นี้ทำให้สามารถวิเคราะห์หาเอทธิลีน ออกไซด์ได้ถึง 100 % และมีภาวะไวความรู้สึก (sensitivity) สูงมาก คือ 0.002 มก. ของ เอทธิลีน ออกไซด์ ต่อกรัม หรือ 2 ppm. ดังตารางที่ 6

การแก้ไข คัดแปลงและปรับปรุงสภาวะการทดลอง



ได้แบ่งศึกษาออกเป็น 2 ขั้นตอน ดังนี้

1. การกลั่นเพื่อแยก เอทธิลีน ออกไซด์ ออกจากสารตัวอย่าง
2. การวิเคราะห์หาปริมาณของ เอทธิลีน ออกไซด์ ที่แยกออกมาได้

เนื่องจากขั้นตอนของการกลั่นเพื่อแยก เอทธิลีน ออกไซด์ ออกจากสารตัวอย่าง ถือเป็นขั้นตอนที่สำคัญมาก และต้องทำการปรับปรุงแก้ไขให้ดีที่สุด ดังนั้น การศึกษานี้ จึงยกเอาขั้นตอนที่ 2 ซึ่งเป็นการวิเคราะห์หาปริมาณของ เอทธิลีน ออกไซด์ ที่แยกออกมาได้ มาทำการศึกษาปรับปรุงก่อน โดยใช้สารมาตรฐานเอทธิลีน ออกไซด์ ซึ่งไม่จำเป็นต้องผ่านการกลั่นก่อน มาทำการศึกษา

สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณของ เอทธิลีน ออกไซด์ นี้ แบ่งลักษณะของปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นได้เป็น 3 ปฏิกิริยา ด้วยกัน คือ

- ก. ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ในสารละลายที่มีฤทธิ์เป็นกรด เพื่อเปลี่ยนเอทธิลีน ออกไซด์ เป็น เอทธิลีน ไกลคอล
- ข. ปฏิกิริยาออกซิเดชัน ระหว่าง เอทธิลีน ไกลคอล กับสารละลายเปอร์ไอโอเดท
- ค. ปฏิกิริยาการเกิดสี ระหว่าง ฟอร์มาดีไฮด์กับสารละลายโซเดียมโครมาโตเปท ในกรดกำมะถัน

การศึกษาค้นหาการทดลอง แก้ไข และปรับปรุงสภาวะต่าง ๆ ของแต่ละปฏิกิริยาเหล่านี้ โดยนำเอาปฏิกิริยาการเกิดสี มาศึกษาก่อนและให้สภาวะของปฏิกิริยาอื่นๆ

คงที่

สาเหตุที่ต้องทำการแก้ไข ปรับปรุงสภาวะการทำปฏิกิริยาการเกิดสี

เพราะจากการศึกษาพบว่า ปฏิกิริยาการเกิดสีระหว่าง พอร์มาดีไฮด์ กับสารละลาย โซเดียมโครมาโตเปท ในกรดกำมะถัน เป็นปฏิกิริยาการเกิดสารเชิงซ้อนที่ไวและ เฉพาะเจาะจงสำหรับพอร์มาดีไฮด์มาก<sup>140</sup> (ตารางที่ 7) ซึ่งการที่จะให้ได้ปฏิกิริยา ที่สมบูรณ์ สีที่เกิดขึ้นคงตัวที่สุด และมีค่า absorbance สูง ขึ้นอยู่กับ

1. ความเข้มข้นของสารละลายโครมาโตเปท และกรดกำมะถัน
2. ระยะเวลาที่ใช้ในการอุ่นไทรอน เพื่อช่วยให้ปฏิกิริยาเกิดได้

อย่างสมบูรณ์

3. ระยะเวลาหลังจากการอุ่นไทรอนที่จะให้ได้อา absorbance

ที่คงตัวที่สุด

วิธีการของ Lacomme and Chaigneau ไม่ได้คำนึงถึงสาเหตุเหล่านี้ เท่าที่ควร ซึ่งจะเห็นได้จากการทดลองว่าค่า absorbance ไม่ค่อยคงตัวและค่า ไม่สูงมาก ดังตารางที่ 13

เมื่อได้ทำการแก้ไข ปรับปรุง เกี่ยวกับอิทธิพลต่าง ๆ ต่อปฏิกิริยาการเกิดสี และค่า absorbance ที่อ่านได้ จะได้อา absorbance ที่สูงกว่าเดิมมากใน ความเข้มข้นของ เอทริลีน ออกไซด์ ขนาดเดียวกัน ทั้งค่าที่ได้ก็คงตัว ไม่ขึ้นลง เปลี่ยนแปลงมากเหมือนเดิม ดังตารางที่ 14

การศึกษาถึงอิทธิพลของความเข้มข้นของสารเคมีที่ใช้กับค่า absorbance

ที่อ่านได้

วิธีการ ทำการทดลองโดยเตรียมสารละลายของโซเดียมโครมาโตเปท ในกรดกำมะถัน ดังนี้ คือ ใช้โซเดียมโครมาโตเปท 1.5 ถึง 2.0 มก./มล. ของสาร



ละลายทั้งหมดในการทำปฏิกิริยาการเกิดสี และใช้ความเข้มข้นของกรตกำมะถัน ในสารละลายทั้งหมด 9.0 ถึง 10.0 M.<sup>141</sup> นำมาใช้เปรียบเทียบกับความเข้มข้นของสารละลายการเกิดสีนี้ตามวิธีของ Lacomme and Chaigneau คือ โซเดียมโครมาโตเปท 100 มก. ตอ น้ำ 2 มล. และ กรตกำมะถันเข้มข้น 50 มล. โดยใช้สารมาตรฐานเอทริลีน ออกไซด์ ความเข้มข้นเดียวกัน ชั้นตอนอื่น ๆ คงที่เหมือนกันหมด ปริมาตรของสารละลายที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาการเกิดสีเท่ากัน คือ 3 มล. ได้ผลการทดลองดังตารางที่ 8

การวิเคราะห์ผล จากตารางการทดลอง แสดงให้เห็นว่า ถ้าความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาการเกิดสีไม่เหมาะสมก็จะมีผลทำให้ค่า absorbance ที่ได้ ไม่คงที่ และไม่สูงเท่าที่ควร ดังนั้น ความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลายที่จะใช้ในการทำปฏิกิริยาการเกิดสี คือ โซเดียมโครมาโตเปท 150 - 200 มก. ละลายในน้ำ 2 มล. เติมกรตกำมะถันเข้มข้นครบ 50 มล. นำมาใช้ 5 มล. ตอสารละลายฟอร์มาดีไฮด์ 3 มล.

### การศึกษาถึงวิธีการที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาการเกิดสี

วิธีการ เนื่องจากวิธีของ Lacomme and Chaigneau ในการทำปฏิกิริยาการเกิดสี ยุ่งยาก เสียเวลาและมักเกิดสีเหลืองของไอโอดีนขึ้นในสารละลาย คือต้องแช่สารละลายฟอร์มาดีไฮด์ที่ได้จากปฏิกิริยาในน้ำแข็ง แล้วค่อย ๆ หยดสารละลายโครมาโตเปทในกรตกำมะถันจากบุเรตลงไปที่ละหยด<sup>142</sup> จากการศึกษาวิธีการของ Mac facyen<sup>141</sup>, West and Sen,<sup>143</sup> Speak,<sup>144</sup> Speak and Forist<sup>137</sup> และ Altshuller, Miller and Sleva<sup>145</sup> ในการวิเคราะห์ฟอร์มาดีไฮด์ในสารต่างๆ เช่น ผลิตภัณฑ์ทางชีวสาร ส่วนผสมของอากาศ ไกลคอล ฯลฯ โดยการใส่สารละลายโครมาโตเปทลงไปในสารละลายของฟอร์มาดีไฮด์อย่างรวดเร็ว พร้อมทั้งเขย่าอย่างทั่วถึง เพื่อให้ความร้อนจากการผสมกันของสารละลายโครมาโตเปท กับฟอร์มาดีไฮด์

ช่วยย่นระยะเวลาการอุ้มน้ำร้อนเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาการเกิดสีอย่างสมบูรณ์

จากวิธีการที่แตกต่างกันนี้ จึงได้ทำการศึกษาทดลองโดยใช้สารมาตรฐาน เอทรีลีน ออกไซด์ ความเข้มข้นเดียวกัน สภาวะอื่น ๆ คงที่หมด และแบ่งทดลอง ดังนี้คือ

1. ใช้ความเข้มข้นของสารละลายที่ได้แก้ไขตัดแปลงแล้ว และใช้วิธีการทำปฏิกิริยาการเกิดสีทั้งสองวิธีได้ผลดังตารางที่ 9

2. ใช้ reagent ของ Lacomme and Chaigneau ในการทำปฏิกิริยาการเกิดสีตามวิธีของเขา และใช้ reagent ที่ได้แก้ไขตัดแปลงแล้วในการทำปฏิกิริยาการเกิดสีที่คาดว่าน่าจะดีกว่า ดังตารางที่ 10

3. เพื่อเป็นการพิสูจน์ว่าการทำปฏิกิริยาการเกิดสีวิธีใหม่จะช่วยย่นระยะเวลาการอุ้มน้ำร้อน เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์ โดยใช้ความเข้มข้นของสารละลาย และวิธีการทำปฏิกิริยาแบบเดิม เทียบกับการใช้ความเข้มข้นของสารละลาย และวิธีการทำปฏิกิริยาที่ได้แก้ไขตัดแปลงแล้ว และใช้ระยะเวลาการอุ้มน้ำร้อนต่าง ๆ กัน ดังนี้คือ 10, 20, 25, 30, 35 และ 40 นาที ตามลำดับ เปรียบเทียบค่า absorbance ที่อ่านได้ ดังตารางที่ 11 รูปที่ 1

วิเคราะห์ผล จากการทดลองเกี่ยวกับวิธีการทำปฏิกิริยาการเกิดสีสรุปได้ว่า

1. วิธีการทำปฏิกิริยาการเกิดสี โดยการใส่สารละลายจากบุเรตพร้อมทั้งเขย่าอย่างรวดเร็ว สม่่าเสมอ กับการใส่สารละลายจากบุเรตที่ละหยดลงในสารละลายที่แช่ในน้ำแข็ง ได้ผลไม่ต่างกันมาก ดังตารางที่ 9 ดังนั้น เพื่อประหยัดเวลา และสะดวกในการทำจึงไม่จำเป็นต้องทำปฏิกิริยาการเกิดสีซ้ำ ๆ

2. เมื่อลองเปรียบเทียบ โดยใช้สารละลายและวิธีการทำปฏิกิริยาแบบเดิมกับการใช้ความเข้มข้นของสารละลาย และวิธีการทำปฏิกิริยาแบบใหม่ ผลที่ได้ต่างกัน โดยการทำให้โดยวิธีใหม่ได้ค่า absorbance สูงกว่า และคงตัวมากกว่า



กัฏฑารางที่ 10 ซึ่งเป็นการพิสูจน์ให้เห็นชัดยิ่งขึ้นว่าความเข้มข้นของสารละลาย ที่นำมาใช้ในการทดลองมีความสัมพันธ์กับค่า absorbance ที่อ่านได้ ถ้าความเข้มข้นของสารละลายเหมาะสม ค่า absorbance ก็สูงและคงตัว

3. การทำปฏิกิริยาวิธีใหม่ จะช่วยย่นเวลาในการอุ่นไทรอนที่  $100^{\circ}\text{C}$ . เพื่อให้ปฏิกิริยาการเกิดสีเกิดสมบูรณ์ และได้ค่า absorbance สูงและคงตัว จากการทดลอง กัฏฑารางที่ 11 จะเห็นว่าใช้เวลาในการอุ่นเพียง 25 นาที ขณะที่วิธีแบบเดิม ต้องใช้เวลานานถึง 30 นาที

จากการทดลองทั้งสามเป็นข้อช่วยเสริมให้เห็นว่าวิธีการทำปฏิกิริยาการเกิดสีไม่ได้มีผลโดยตรงต่อค่า absorbance ที่อ่านได้ แต่จะมีผลต่อระยะเวลาการอุ่นไทรอน เพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดอย่างสมบูรณ์ และช่วยให้วิธีการทำสะดวก รวดเร็ว และง่ายขึ้น

การศึกษาถึงความสัมพันธ์ของระยะเวลา กับค่า absorbance ที่คงตัวมากที่สุด

สาเหตุที่แก้ไขปรับปรุง จากการทดลองต่าง ๆ ที่ผ่านมาพบว่าค่า absorbance ที่อ่านในแต่ละครั้งมักจะไม่เท่ากัน แม้จะเป็นสารมาตรฐานเอทิลีนออกไซด์ ความเข้มข้นเดียวกันก็ตาม ซึ่งหลังจากได้ทำการแก้ไข ปรับปรุงสภาวะการทำปฏิกิริยาการเกิดสีอื่น ๆ จนหมดแล้ว ผลก็ไม่เป็นที่น่าพอใจนัก จึงได้ลองนำสารละลายที่เกิดสีแล้ว มาอ่านค่า absorbance ในช่วงเวลาต่าง ๆ กัน พบว่าค่าที่อ่านได้จะมีช่วงซึ่งคงที่ที่สุด แม้จะไม่ใช่ค่าที่สูงที่สุดก็ตาม ซึ่งแสดงว่าจะต้องมีระยะเวลาที่เหมาะสมที่สุด หลังจากการอุ่นไทรอน ที่จะอ่านค่า absorbance ได้คงที่ แม่นยำที่สุด จึงได้ศึกษา ทดลอง เพื่อให้ได้สภาวะที่เหมาะสมดังกล่าวนี้ ดังนี้

วิธีการ ใช้สารมาตรฐาน เอทิลีน ออกไซด์ ความเข้มข้นหนึ่งซึ่งคงที่ตลอดการทดลอง สภาวะอื่น ๆ คงที่หมด ใช้ความเข้มข้นของสารละลายโครมาโตเปทในกรก้ามะถันและวิธีการทำปฏิกิริยาการเกิดสี วิธีเดิมเทียบกับวิธีใหม่ โดยใช้เวลา

ในการอุ่นที่  $100^{\circ}\text{C}$ . เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาการเกิดสีอย่างสมบูรณ์ ที่ 10, 20, 25, 30, 35 และ 40 นาที ตามลำดับ จับเวลาการอ่านค่า absorbance หลังการอุ่นที่  $100^{\circ}\text{C}$ . นี้ ต่าง ๆ กัน เพื่อหาระยะเวลาที่เหมาะสมที่สุด ที่จะได้อ่านค่า absorbance ที่คงตัวมากที่สุด ดังตารางที่ 12

วิเคราะห์ผล จากตารางการทดลองที่ได้ ทำให้สามารถทราบว่า

1. ระยะเวลาที่เหมาะสมที่สุดหลังการอุ่นที่  $100^{\circ}\text{C}$ . ที่จะทำให้ได้อ่านค่า absorbance คงตัวมากที่สุด สำหรับวิธีการใหม่ที่แก้ไข ปรับปรุงแล้วคือ ช่วงระยะเวลา 28 - 35 นาที หลังการอุ่น ซึ่งจะเห็นได้จากตารางการทดลองว่า ไม่ว่าจะอุ่นสารละลายที่เกิดสี ที่ระยะเวลาเท่าใด ก็ได้ผลเหมือนกัน เว้นแต่ที่ระยะเวลา 10 และ 40 นาที ซึ่งห่างจากจุดที่ปฏิกิริยาการเกิดสีจะเกิดอย่างสมบูรณ์ค่อนข้างมาก
2. การเปลี่ยนแปลงของค่า absorbance ในช่วงเวลาต่าง ๆ หลังการอุ่นที่  $100^{\circ}\text{C}$ . สำหรับวิธีเดิม และวิธีใหม่ จะเห็นว่า วิธีการใหม่จะมีการเปลี่ยนแปลงของค่า absorbance น้อยมาก และค่า absorbance ก็มักคงตัวในช่วงระยะเวลาที่ค่อนข้างยาว ส่วนวิธีการแบบเดิม ค่า absorbance จะขึ้น ๆ ลง ๆ ไม่คงที่สม่ำเสมอซึ่งเป็นผลจากการใช้ความเข้มข้นของสารละลายโครมาโตเปทและกรดกัมมันต์ในการทำปฏิกิริยาไม่เหมาะสมนั่นเอง
3. ในวิธีการแบบเดิม ค่า absorbance จะมากที่สุดที่การอุ่น 30 นาที ขณะที่วิธีการแบบใหม่ใช้เวลาอุ่นเพียง 25 นาที ก็พอ ซึ่งเป็นผลจากวิธีการทำปฏิกิริยาการเกิดสีที่ต่างกัน

การทำปฏิกิริยา ออกซิเคชัน ได้ศึกษาโดยใช้สารมาตรฐาน เอทิลีน ออกไซด์ ความเข้มข้นเดียวกัน ทำสภาวะอื่น ๆ เหมือนกัน ใช้สภาวะการทำปฏิกิริยาการเกิดสีที่ได้ปรับปรุงแล้ว และใช้เวลาการทำออกซิเคชันต่าง ๆ กัน ดังนี้คือ 15, 20 และ 25 นาที ตามลำดับ ทำเปรียบเทียบระหว่างการใช้สารละลายโครมาโตเปท



ตามวิธีของ Lacomme and Chaigneau กับวิธีที่ปรับปรุงแล้ว พบว่า การใช้เวลา ในการทำปฏิกิริยาออกซิเคชัน เพียง 15 นาที ตามแบบของ Lacomme and Chaigneau ไม่เพียงพอ เวลาที่เหมาะสมควรเป็น 20 นาที ดังตารางที่ 15

สาเหตุที่ปรับปรุงระยะเวลาการทำปฏิกิริยา ออกซิเคชัน เนื่องมาจาก การที่ไคท์ทำการทดลองโดยใช้เวลาการเกิด ออกซิเคชัน ระหว่างเอทธิลีน ไกลคอล กับไซเคียมเปอร์ไอโอเคท (ตามวิธีของ Lacomme and Chaigneau) เมื่อทำปฏิกิริยา การเกิดสี มักจะมีสีเหลืองของไอโอเคทินเกิดขึ้นในสารละลาย และผลการวิเคราะห์ ก็ได้น้อย สีที่ได้จากการทำปฏิกิริยาแต่ละครั้ง โดยใช้สารมาตรฐาน เอทธิลีน ออกไซด์ ความเข้มข้นเดียวกันไม่คงที่ เมื่อทำการปรับปรุงแก้ไขสภาวะในช่วงการเกิดสีแล้ว ผลก็ยังไม่ดีเท่าที่ควร จึงไคท์ทำการทดลองถึงอิทธิพลของระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยา ออกซิเคชันกับผลที่ได้ ซึ่งพบว่า การแก้ไขระยะเวลาการทำปฏิกิริยาออกซิเคชัน นี้ช่วย แก้ปัญหาที่เกิดขึ้นได้

การศึกษาถึงสภาวะที่เหมาะสมในการแยก เอทธิลีน ออกไซด์ ออกจากสาร พลาสติก โดยการกลั่นที่ 100°C. และใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย

สาเหตุที่ต้องปรับปรุง จากการศึกษาทดลองวิธีการของ Lacomme and Chaigneau ในการแยก เอทธิลีน ออกไซด์ ออกจากสารตัวอย่าง พบว่า ไม่ได้ผลดีเท่าที่ควร แม้จะใช้สภาวะที่ไคท์ทดลองแล้วในช่วงการทำปฏิกิริยาของเอทธิลีน ออกไซด์ จนกระทั่งเกิดสี ก็ตาม แสดงว่าวิธีการกลั่นดังกล่าวในสภาวะการทดลอง ในห้องปฏิบัติการหรือในสภาวะอากาศของประเทศไทยอาจไม่เหมาะสมก็ได้ ซึ่งจุดที่ น่าสนใจในการแก้ไขปรับปรุง คือ

- ก. อัตราความเร็วของอากาศที่เปิดผ่านเครื่องมือ เพื่อเป็นตัวพา เอทธิลีน ออกไซด์ ไปสู่ภาชนะรองรับ
- ข. อิทธิพลของระยะเวลาการกลั่นต่อปริมาณของ เอทธิลีน ออกไซด์ ที่วิเคราะห์ได้

### วิธีการ เกี่ยวกับอัตราการความเร็วของอากาศที่เป็คผ่านเครื่องมือ

ได้ทดลองโดยใช้สารมาตรฐาน เอทิลีน ออกไซด์ และทำเปรียบเทียบระหว่างวิธีของ Lacomme and Chaigneau<sup>114</sup> ซึ่งให้ความเร็วของอากาศที่ผ่านเครื่องมือประมาณ 5 - 6 ลิตร ต่อชั่วโมง ในอัตราการเร็วที่คงที่ และสม่ำเสมอ กับวิธีที่ได้ปรับปรุงแก้ไขแล้ว โดยใช้วิธีของ Critchfield and Johnson<sup>113</sup> ซึ่งให้ความเร็วอากาศที่ผ่านเครื่องมือประมาณ 10 มล./นาที ในอัตราการเร็วคงที่ และสม่ำเสมอเช่นกัน

วิเคราะห์ผล ถ้าใช้อัตราความเร็วของอากาศมาก ภาชนะรองรับเอทิลีน ออกไซด์ ใบที่สองจะมีปริมาณของเอทิลีน ออกไซด์ มากกว่าใบแรก และเมื่อปรับอัตราการความเร็วของอากาศให้ช้าลงเป็น 10 มล./นาที ส่วนวิธีการอื่น ๆ คงเดิม พบว่าตามวิธีของ Lacomme and Chaigneau แม้อากาศที่ผ่านเครื่องมือจะเร็วหรือช้า ก็ไม่ทำให้ผลการวิเคราะห์ที่ขึ้น คือได้ % การวิเคราะห์ต่ำ เพียง 50 % เท่านั้น ขณะที่วิธีการใหม่ ไม่ว่าจะใช้อัตราความเร็วของอากาศมากหรือน้อยผลการวิเคราะห์ก็ดีมาก คือ 99 - 100 % แสดงว่า อัตราความเร็วของอากาศที่ผ่านเครื่องมือไม่ได้มีผลโดยตรงต่อการวิเคราะห์ แต่ถ้าใช้อัตราความเร็วที่ช้าลง เพื่อให้ภาชนะรองรับเอทิลีน ออกไซด์ใบแรกได้รับ เอทิลีน ออกไซด์ ไว้เต็มที่ จึงค่อยไปยังภาชนะใบที่สอง ย่อมดีกว่าการใช้อัตราความเร็วของอากาศสูงทำให้ภาชนะใบแรกรับเอทิลีน ออกไซด์ ไว้ไม่ทัน ผ่านเลยไปยังภาชนะใบที่สอง ซึ่งโอกาสการสูญหายของ เอทิลีน ออกไซด์ จะเกิดได้มากกว่า

วิธีการ เกี่ยวกับอิทธิพลของระยะเวลาการกลั่นต่อปริมาณของ เอทิลีน ออกไซด์ ที่วิเคราะห์ได้ ใช้สารมาตรฐาน เอทิลีน ออกไซด์ ในน้ำหนักต่าง ๆ กัน ทำการกลั่นที่ระยะเวลาต่าง ๆ กัน ดังนี้ คือ 20, 30, 45 และ 60 นาที ตามลำดับ โดยใช้สภาวะอื่น ๆ ตามที่ได้แก้ไขปรับปรุงแล้ว



วิเคราะห์ผล จากตารางที่ 16 แสดงให้เห็นว่า การกลั่นเพียง 20 นาที ก็เพียงพอในการแยก เอทิลีน ออกไซด์ ออกจากสารตัวอย่าง ถ้าใช้เวลานานขึ้น นอกจากเสียเวลาแล้ว ก็ไม่ได้ช่วยให้ผลการวิเคราะห์ดีขึ้น (ดูรูปที่ 2.)

### วิธีการทำ

#### 1. เครื่องมือ (Apparatus)

##### 1.1 เครื่องมือที่ใช้ในการสกัด (รูปที่ 3) ประกอบด้วย

ก. Gas bottle ขนาดความจุ 250 มล. (1) ซึ่งจะใส่สารละลายของ hydroxylamine และ triethanolamine 100 มล. เพื่อใช้กำจัด อัลคิลไฮด์ ที่อาจมีอยู่ในบรรยากาศของห้องทดลองซึ่งจะรบกวนต่อการวิเคราะห์ได้

ข. Flask ก้นกลมขนาดความจุ 1,000 มล. ใส่น้ำกลั่นที่เป็นกลางและปราศจากคลอไรด์ ประมาณ 100 - 150 มล. เพื่อใช้เป็นตัวทำละลาย ในการแยกเอทิลีน ออกไซด์ ออกจากตัวอย่าง

Flask นี้จะมีทางเปิด 3 ทาง คือ

- a) ช่องกลาง เป็นช่องสำหรับต่อเข้ากับเครื่องความแน่น (3)
- b) ช่องขวามือ สำหรับต่อเข้ากับหลอดแก้วซึ่งจะไปต่อกับ Gas bottle (1)

เพื่อเป็นทางผ่านของอากาศจากภายนอก

- c) ช่องทางซ้ายมือ มีจุกปิด เป็นช่องสำหรับใส่สารตัวอย่าง

ค. Dimroth condenser (3) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.5 นิ้ว ยาว 15 นิ้ว เป็นเครื่องควบแน่นแบบ 2 ชั้น ซึ่งจะต่อเข้ากับ Flask ก้นกลม (2) ที่ทางต่อ a) น้ำที่ไหลผ่านเครื่องควบแน่น ต้องเป็นน้ำที่มีอุณหภูมิมากกว่า  $10^{\circ}\text{C}$ . ทั้งนี้เพื่อให้แน่ใจว่าเอทิลีน ออกไซด์ ที่กลั่นออกมา ยังคงอยู่ในสถานะของก๊าซ

ง. ขวดแก้ว (4) และ (5) เป็นขวดแก้วทำขึ้นพิเศษ มีขนาดความจุ ประมาณ 120 - 150 มล. ผนังของขวดแก้วจะหนูนๆ เข้าด้านใน เพื่อป้องกันการหนีหายของก๊าซ ปากขวดเป็น ground joint ซึ่งจะมีทางลงของก๊าซ และมีทางต่อเชื่อมกับขวดแก้วอีกใบหนึ่ง ขวดแก้วนี้จะบรรจุน้ำเย็นที่ 0°C. ประมาณ 50 มล. และแช่อยู่ในกระติกน้ำแข็งที่อ้อม ๆ ถ้วยน้ำแข็งที่หุบละเอียด เพื่อใช้เป็นตัวทำละลายสำหรับเอทริลีน ออกไซด์ ที่แยกออกมาได้

จ. Gas bottle (6) ขนาดความจุ 250 มล. ภายในบรรจุ น้ำกลั่นประมาณ 200 มล. ต่อเชื่อมเข้ากับขวดแก้ว (5) และมีทางต่อไปยังเครื่องดูดอากาศ เพื่อป้องกันการไหลออกของน้ำในขวดแก้ว (5) เนื่องจากแรงดูดของอากาศ

ฉ. ที่ดูดอากาศ (7) อาจใช้เครื่องดูดที่ปรับความเร็วได้ หรือใช้ท่อเข้ากับคอกน้ำ เพื่อใช้แรงไหลของน้ำช่วยดูด

ช. heating mantle (8) ใช้เป็นตัวให้ความร้อนแก่ Flask หนักกลม ในการแยก เอทริลีน ออกไซด์ ออกจากตัวอย่าง

1.2 เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ พร้อมเซลล์ขนาด 1 ซม.

1.3 เครื่องแก้วที่ใช้ในการทดลอง มีดังนี้

ก. Glass - stoppered flask ขนาด 125 - 150 มล.

ข. Volumetric flask ขนาด 100 มล. และ 10 มล.

ค. Measuring หรือ Transferring pipet ขนาด

1, 2 และ 3 มล.

ง. Acid buret

จ. Glass funnel

## 2. สารเคมีและการเตรียม

2.1 สารละลาย hydroxylamine hydrochloride ใน triethanolamine



เตรียม hydroxylamine hydrochloride 1.7 ก. ละลายในน้ำ  
เติม triethanolamine 3.3 มล. เติมน้ำครบ 100 มล.  
(สารละลายนี้เก็บไว้ใช้ได้นาน 1 อาทิตย์)

### 2.2 .สารละลายกรดกำมะถัน

เตรียม เติมกรดกำมะถันเข้มข้น 15 มล. ลงในน้ำ ทิ้งให้เย็น เติมน้ำ  
ครบ 1,020 มล.

### 2.3 สารละลายโซเดียม ไฮดรอกไซด์

เตรียม โซเดียม ไฮดรอกไซด์ 20 กรัม เติมน้ำครบ 1 ลิตร

### 2.4 กรดกำมะถันเข้มข้น (Conc. $H_2SO_4$ ) (AnaLaR) 98 %

### 2.5 สารละลายโซเดียมเปอร์ไอโอเดท

เตรียม โซเดียมเปอร์ไอโอเดท 2.1389 กรัม เติมน้ำครบ 100 มล.  
(สารละลายนี้เก็บไว้ใช้ได้นาน 1 เดือน)

### 2.6 สารละลายโซเดียม ซัลไฟต์ 5.5 %

เตรียม โซเดียม ซัลไฟต์ 5.5 กรัม เติมน้ำครบ 100 มล.  
(สารละลายนี้ เก็บไว้ใช้ได้นาน 1 อาทิตย์)

### 2.7 สารละลายโซเดียมโครมาโตเปท ( $C_{10}H_6Na_2O_3S_2 \cdot 2H_2O$ )

เตรียม 150 - 200 มก. ของโซเดียมโครมาโตเปท เติมน้ำ 2 มล.  
เติมกรดกำมะถันเข้มข้น ครบ 50 มล.  
(สารละลายนี้ใช้ไ้ภายใน 24 ชม.)

### 2.8 สารละลายกรดกำมะถัน ( $H_2SO_4$ ) 18 N

เตรียม ใช้น้ำกลั่น และกรดกำมะถันเข้มข้นในปริมาณเท่า ๆ กัน

## 3. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน เอทิลีน ออกไซด์ เพื่อใช้ในการทำ กราฟมาตรฐาน (Calibration curve) 114

1. ใส่น้ำกลั่น 3 ครั้งเป็นกลางและปราศจากคลอไรด์ ประมาณ  
100 - 200 มล. ลงใน glass stoppered erlenmeyer flask ขนาด

250 - 300 มล. ซึ่งมี  $0.5 \text{ N H}_2\text{SO}_4$  1 มล. ซึ่งห่าน้ำหนักด้วย Analytical Balance ซึ่งมีความแม่นยำ ถึงทศนิยม ตำแหน่งที่ 4 ภายเอทธิลีน ออกไซด์มาตรฐาน ผ่านกรวยแก้วลงใน flask ข้างต้น ประมาณ 150 - 200 มก. เร็ว ๆ ปิดจุกเขย่าให้เข้ากัน ซึ่งห่าน้ำหนักที่เพิ่มขึ้น จะเป็นน้ำหนักของ เอทธิลีน ออกไซด์

2. ทำ blank โดยใช้ น้ำกลั่น 3 ครั้ง ที่เป็นกลาง และปราศจากคลอไรด์ 100 - 120 มล. ใส่ glass stoppered erlenmeyer flask ขนาด 250 - 300 มล. แล้วใส่  $0.5 \text{ N H}_2\text{SO}_4$  1 มล. ปิดจุกผสมให้เข้ากัน

3. นำ flask ทั้งสองนี้ไปอุ่นที่  $98 \pm 2^\circ\text{C}$ . เป็นเวลา 1 ชม. ทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

4. ภายสารละลายใหม่ลงใน volumetric flask ขนาด 250 มล. ใช้น้ำล้าง flask ครั้งละประมาณ 5 มล. 3 ถึง 4 ครั้ง ภายรวมใน volumetric flask จนแน่ใจว่าล้างสารละลายหมด

5. เติมน้ำใส่ volumetric flask ครบ 250 มล. เป็นสารละลาย ① นำมาทำ Aliquot portion โดยการถ่ายสารละลาย ① 1.5 มล. ใส่ volumetric flask ขนาด 100 มล. ซึ่งมีน้ำอยู่ประมาณ 50 มล. ผสมเขย่ากัน เติมน้ำจนครบ 100 มล. เป็นสารละลาย ② นำไปใช้ในการวิเคราะห์ต่อไป

6. นำสารละลาย ② มา 1, 2, 3, 4, 5 มล. ตามลำดับ ใส่ใน volumetric flask ขนาด 100 มล. 5 ใบ แต่ละใบมีน้ำอยู่แล้วประมาณ 50 มล. นำสารละลายทั้งหมดข้างต้นนี้ไปทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน และปฏิกิริยาการเกิดสี ตามวิธีการทำต่อไป

ทำสารละลายมาตรฐาน เอทธิลีน ออกไซด์ ลักษณะเช่นนี้ 2 - 3 ชุด นำค่า absorbance ที่ได้ทั้งหมดมาสร้างกราฟ ระหว่างค่า absorbance กับ ปริมาณของ เอทธิลีน ออกไซด์ เป็น มก.



หมายเหตุ เอทริลีน ออกไซด์ ที่ใช้ เป็นของ B.D.H. อยู่ในรูปของ ก๊าซ กับอากาศอัดภายใต้ไนโตรเจน มีน้ำหนักของเอทริลีน ออกไซด์ ที่  $0^{\circ}\text{C}$ . เท่ากับ 0.896 กรัม/มล.

#### 4. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน เอทริลีน ออกไซด์ เพื่อใช้ในการ ทดสอบผลการกลั่น

ใส่น้ำกลั่น 3 ครั้ง ที่เป็นกลางและปราศจาก คลอไรด์ ประมาณ 20 มล. ลงใน volumetric flask ขนาด 25 มล. ซึ่งห่าน้ำหนักด้วย Analytical Balance ซึ่งมีความแม่นยำถึงทศนิยมตำแหน่งที่ 4 ภายเอทริลีน ออกไซด์มาตรฐาน 150 - 200 มก. ผ่านกรวยแก้วลงไปใน volumetric flask ที่มีน้ำอยู่นั้น ซึ่ง น้ำหนักทั้งหมดที่ได้ ปิดจุก flask เขย่าให้เข้ากัน แล้วนำไปเทรวมใน volumetric flask ขนาด 1,000 มล. ซึ่งมีน้ำอยู่ประมาณ 700 - 800 มล. เติมน้ำจนครบ 1,000 มล. จะได้น้ำหนักของเอทริลีน ออกไซด์ในสารละลาย 1,000 มล. เป็น สารละลายที่ ① ทำ aliquot portion โดยนำสารละลายที่ ① มา 10 มล. ทำให้เป็น 100 มล. เป็นสารละลายที่ ② นำสารละลายที่ ② มาในปริมาตรต่าง ๆ กันคือ 2, 3, 4, 5 มล. ตามลำดับ ใส่น้ำใน distilled flask ซึ่งมีน้ำอยู่ประมาณ 100 - 105 มล. เพื่อทำการกลั่นต่อไป

#### 5. ขั้นตอนการวิเคราะห์

##### 5.1 การสกัด เอทริลีน ออกไซด์ จากสารตัวอย่าง

##### 5.1.1 การเตรียมเครื่องมือเพื่อใช้ในการกลั่น

ถอดชุดเครื่องมือดังรูปที่ 3 โดยใส่สารละลาย hydroxylamine กับ triethanolamine ใน gas bottle (1) ใส่น้ำกลั่น 3 ครั้ง ที่เป็นกลาง และปราศจากคลอไรด์ ใน distilled flask (2) 100 - 150 มล.

ใส่น้ำกลั่น 3 ครั้งที่เป็นกลางและปราศจาก คลอไรด์ ที่เย็นที่  $0^{\circ}\text{C}$ . ในขวดแก้ว (4) และ (5) ขวดละ 50 มล. ใส่น้ำกลั่นใน Gas bottle (6) ประมาณ 100 มล. เครื่องมือแต่ละชิ้นจะ เชื่อมและสวมกันสนิท

ทดสอบว่าเครื่องมือแต่ละชิ้นสวมกันไต่สนิท โดยลองเปิดเครื่องดูดอากาศ และสังเกตฟองอากาศ ที่ gas bottle (1) และ (6) ถ้าเครื่องมือสวมกันได้สนิทฟองอากาศที่เกิดขึ้นจะ เกิดเท่ากันและพร้อมกัน

5.1.2 การกลั่นเพื่อแยกเอทิลีน ออกไซด์จากสารตัวอย่าง  
 ใช้น้ำแข็งที่ทุบละเอียดลงในกระติกน้ำแข็งซึ่งใส่ขวดแก้ว (4) และ (5) ไว้ เปิดเครื่องดูดอากาศให้อัตราความเร็วคงที่และสม่ำเสมอที่ 10 มล./นาที เพื่อไล่อากาศภายในเครื่องมือออก ให้อากาศที่ปราศจาก อลดีไซด์ ผ่านเข้ามาแทน เปิดเครื่อง heating mantle เปิดน้ำเข้าเครื่องควบแน่น พอน้ำใน distilled flask ไกลจะเดือด ใส่ตัวอย่างหรือสารละลายมาตรฐาน เอทิลีน ออกไซด์ ที่ได้เตรียมไว้แล้วในข้อ 4 พอน้ำเดือด เริ่มจับเวลาการกลั่น 20 นาที

## 5.2 ปฏิกิริยาไฮโครลิซิส

ถ่ายน้ำในขวดเก็บก๊าซ (4) และ (5) ซึ่งมีเอทิลีน ออกไซด์ ที่ได้จากการกลั่นอยู่ใน glass stoppered flask ขนาด 125 - 150 มล. 2 ใบ ซึ่งมี 1 มล.  $0.5\text{ N H}_2\text{SO}_4$  แล้วใส่น้ำล้างขวดทั้ง 2 นี้ ครั้งละน้อย ๆ ประมาณ 2 - 3 ครั้ง ถ่ายลงใน flask แต่ละใบปิดจุกให้แน่น

blank ใช้น้ำกลั่นประมาณเท่ากับในขวดเก็บก๊าซ ใส่ใน glass stoppered flask ซึ่งมี 1 มล.  $0.5\text{ N H}_2\text{SO}_4$  อยู่ ปิดจุกให้แน่นนำไปอุ่นไทรอน ที่  $98 \pm 2^{\circ}\text{C}$ .<sup>113</sup> เป็นเวลา 60 นาที แล้วทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จะได้สารละลายของเอทิลีน ไกลคอลใน flask



ทั้งสอง เติม  $0.5 \text{ N NaOH}$  1 มล. เขย่าเขาควยกัน ถ้ายสารละลายที่ได้ใส่ volumetric flask ขนาด 100 มล. ใช้น้ำล้าง flask หลาย ๆ ครั้ง เทรวมใน volumetric flask

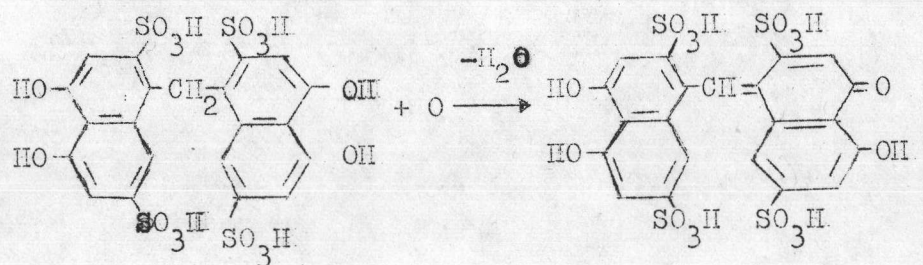
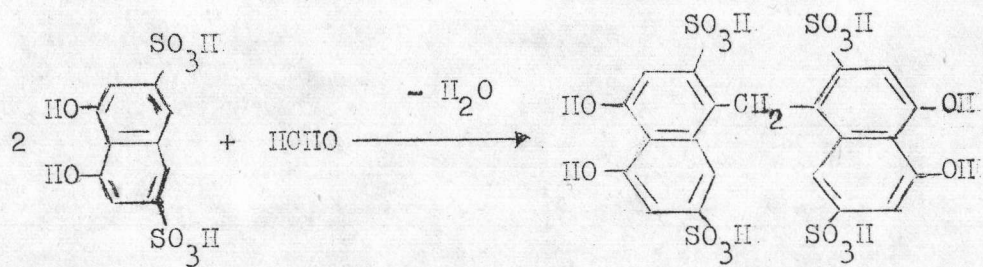
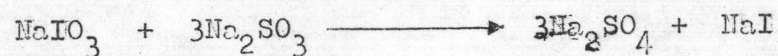
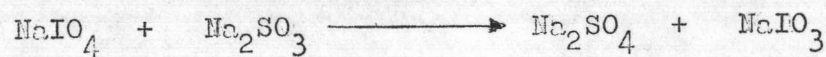
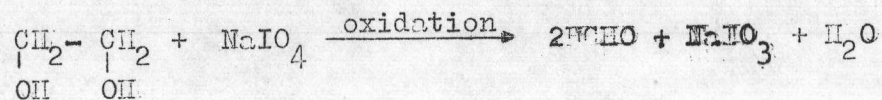
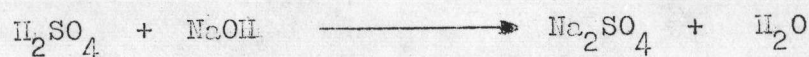
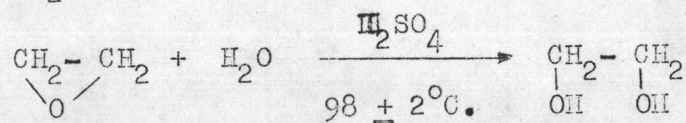
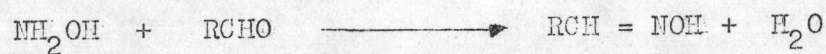
### 5.3 ปฏิกิริยาออกซิเคชัน

สารละลาย เอทิลีน ออกไซด์ ซึ่งได้จากปฏิกิริยา ข้อ 5.2 นำมาเติม 2 มล.  $0.1 \text{ M NaIO}_4$  เขย่าให้เขากันตั้งทิ้งไว้ 20 นาที พร้อมกับเขย่า flask เป็นพักๆ จะได้เป็นสารละลายของฟอร์มาดีไฮด์ เติม 2 มล.  $5.5\% \text{ Na}_2\text{SO}_3$  เพื่อทำปฏิกิริยากับโซเดียมเปอร์ไอโอเดทที่เหลือ เติมน้ำครบ 100 มล.

### 5.4 ปฏิกิริยาการเกิดสี

นำสารละลาย ฟอร์มาดีไฮด์ ที่ได้จากปฏิกิริยา ข้อ 5.3 3 มล. ใส่ในหลอดแก้วขนาด 15 - 20 มล. เติมสารละลายโซเดียมโครมาโตเปท 5 มล. โดยการไซจากบuret ลงไปในหลอดเร็ว ๆ พร้อมทั้งเขย่าให้เขากัน นำสารละลายที่ได้ไปจุ่มในน้ำเคือก  $100^\circ\text{C}$ . ให้ระดับน้ำสูงกว่าระดับของสารละลายในหลอดทดลอง เวลา ใช้เวลา 25 นาที เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาการเกิดสีอย่างสมบูรณ์ ทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วถ่ายสารละลายในหลอดใส่ volumetric flask ขนาด 10 มล. ใช้  $18 \text{ N H}_2\text{SO}_4$  ล้างสารละลายในหลอดลงใน volumetric flask ให้หมด เติม  $18 \text{ N H}_2\text{SO}_4$  ใน volumetric flask จนครบ 10 มล. เขย่าเขาควยกัน นำไปอ่านค่า absorbance ด้วยเครื่อง สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ช่วงความยาวคลื่น 570 มม. เที่ยงกับ blank โดยใช้เซลล์ ขนาด 1 ซม.

ระยะเวลาตั้งแต่เริ่มนำหลอดแก้วขึ้นจากน้ำเคือก จนกระทั่งอ่านค่า absorbance หางกันประมาณ 28 - 35 นาที ผลที่ได้จะคงที่และแม่นยำที่สุด

6. ปฏิกิริยาเคมีทั้งหมด

p-Quinoidal Compound



## 7. การสร้างกราฟมาตรฐาน

จากค่า absorbance ของสารละลายมาตรฐานเอทิลีน ออกไซด์ ความเข้มข้นต่าง ๆ กัน นำมาสร้างกราฟระหว่างค่า absorbance ที่อ่านได้กับความเข้มข้นของ เอทิลีน ออกไซด์ กราฟนี้จะเป็นไปตามกฎของ Beer ตามทฤษฎี

การสร้างกราฟมาตรฐาน ทำดังนี้

- นำข้อมูลที่ใดทั้งหมดมาสร้างกราฟระหว่างค่า absorbance กับความเข้มข้นของ เอทิลีน ออกไซด์ เพื่อหาว่าข้อมูลทั้งหมดมีจุดใดจุดหนึ่งที่ไม่อยู่ในแนวเดียวกันเลย เป็น outlier point หรือไม่
- นำข้อมูลทั้งหมดคนซึ่งตัดจุด outlier point ออกก่อน มาเข้าสู่สูตร Least square equation เพื่อหา slope และ intercept ซึ่งจะเป็นตัวแทนของเส้นตรงที่ตัดที่สุด ดังนี้

จากสมการทั่วไปของกราฟเส้นตรง  $Y = a + bX$

$a$  = intercept,  $b$  = slope

$$r^2 = \frac{\left[ \sum X_i Y_i - \frac{\sum X_i \sum Y_i}{n} \right]^2}{\left[ \sum X_i^2 - \frac{(\sum X_i)^2}{n} \right] \left[ \sum Y_i^2 - \frac{(\sum Y_i)^2}{n} \right]}$$

$r$  = Coefficient determination

$$b = \frac{\sum X_i Y_i - \frac{\sum X_i \sum Y_i}{n}}{\sum X_i^2 - \frac{(\sum X_i)^2}{n}}$$

$$a = \frac{\sum Y_i}{n} - b \frac{\sum X_i}{n}$$

เมื่อ  $X =$  ข้อมูลในแนวนอน (ordinate) ซึ่งก็คือปริมาณของ  
เอทรีลีน ออกไซด์  
 $Y =$  ข้อมูลในแนวตั้ง (abscissa) ซึ่งก็คือค่าของ  
absorbance ที่อ่านได้  
 $n =$  จำนวนข้อมูล

การที่ค่าของ intercept ภาย เพราะว่าการทดลองอาจไม่ได้ผล  
แม่นยำเท่ากับทฤษฎีก็ได้ ซึ่งถ้าการทดลองได้เส้นตรงผ่านจุดเริ่มต้นเหมือนทฤษฎี  
ค่า  $a$  ก็จะเท่ากับ 0

3 เมื่อคำนวณค่า intercept และ slope จากสูตรแล้วนำไปสร้างกราฟ  
โดยการนำค่า intercept และ slope ที่ได้มาแทนในสมการ เพื่อหาค่าของ  $Y$   
(absorbance) ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ของ เอทรีลีน ออกไซด์ใหม่ จากค่า  $Y$   
(absorbance) ที่คำนวณขึ้นมาใหม่ กับค่า  $X$  (ปริมาณของเอทรีลีน ออกไซด์) จึงนำ  
ไปสร้างกราฟซึ่งจะเป็นตัวแทนที่ดีที่สุดของข้อมูลที่ได้อีก ทั้งกราฟที่ 4 และตารางที่ 18  
การคำนวณเพื่อสร้างกราฟมาตรฐานโดยอาศัยหลักทางสถิติ

1. การคำนวณค่าของ  $r^2$  เพื่อเป็นการตรวจสอบว่าข้อมูลที่ได้อีก  
เหมาะกับการจะนำมาสร้างกราฟมาตรฐานหรือไม่ โดยค่าของ  $r^2$  จะคงมากกว่า  
0.95

$$\text{จากสูตร } r^2 = \frac{\left[ \sum X_i Y_i - \frac{\sum X_i \sum Y_i}{n} \right]^2}{\left[ \sum X_i^2 - \frac{(\sum X_i)^2}{n} \right] \left[ \sum Y_i^2 - \frac{(\sum Y_i)^2}{n} \right]}$$

$Y_i =$  ค่าของ absorbance ที่อ่านได้  
 $n =$  จำนวนข้อมูลทั้งหมด  
 $X_i =$  ปริมาณของเอทรีลีน ออกไซด์ (มก.)



ผลการคำนวณจากตารางที่ 18 ได้ว่า

$$\begin{aligned}
 \sum X_i Y_i &= 0.8091 \\
 \sum X_i &= 1.5056 \\
 \sum Y_i &= 4.203 \\
 \sum X_i^2 &= 0.2799 \\
 \sum Y_i^2 &= 2.3459 \\
 \text{ดังนั้น } r^2 &= \frac{\left[ 0.8091 - \frac{(1.5056)(4.203)}{12} \right]^2}{\left[ 0.2799 - \frac{(1.5056)^2}{12} \right] \left[ 2.3459 - \frac{(4.203)^2}{12} \right]} \\
 &= 0.9989
 \end{aligned}$$

แสดงว่าผลการทดลองนี้ นำมาสร้างกราฟมาตรฐานได้คือ

2. การคำนวณค่าของ slope เป็นการหา slope ของเส้นตรง  
ที่จะเป็นตัวแทนที่ดีที่สุดของข้อมูลที่ได้อีก ดังนี้

$$b = \frac{\sum X_i Y_i - \frac{\sum X_i \sum Y_i}{n}}{\sum X_i^2 - \frac{(\sum X_i)^2}{n}}$$

b = slope ของข้อมูล

แทนค่าสูตรจากตัวเลขข้อ 1 ได้ดังนี้

$$\begin{aligned}
 b &= \frac{0.8091 - 0.5273}{0.2799 - \frac{(1.5056)^2}{12}} \\
 &= 3.0967
 \end{aligned}$$

slope ของกราฟมาตรฐานที่ได้ จะเท่ากับ 3.0967

## 3. การคำนวณค่าของ intercept

ถ้าเส้นตรงนี้ผ่านจุดเริ่มต้น

ค่า intercept จะเท่ากับ 0

$$\begin{aligned}
 a &= \frac{\sum Y_i}{n} - b \frac{\sum X_i}{n} \\
 &= \frac{4.203}{12} - 3.0967 \frac{(1.5056)}{12} \\
 &= -0.03825
 \end{aligned}$$

4. การคำนวณค่า absorbance แต่ละจุดโดยใช้ค่า slope และ intercept ที่คำนวณได้แทนในสมการ  $Y = a + bX$  เพื่อนำไปสร้างกราฟต่อไป ดังตารางที่ 18 ของที่ 3