

บทที่ 3

การวิเคราะห์หาบอแรกซ์

3.1 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. uv - vis Spectrophotometer HITACHI 3
2. เตาเผาอุณหภูมิสูง
3. water bath ที่ควบคุมอุณหภูมิได้
4. ตะเกียงเบนเสน
5. Crucible
6. เพลลอน บิกเกอร์

3.2 สารเคมีที่ใช้

ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้, เกรดและบริษัทที่ผลิต

สารเคมี	เกรด	บริษัท
Boric acid	AR	E. Merck, Darmstadt.
Hydrochloric acid	AR	FARMITALA CARLOERBA
Oxalic acid	AR	E. Merck, Darmstadt
Aectone	AR	BDH. Chemical Ltd. Poole England
Sodium carbonate	AR	Riedel - de Hain
Curcumine	-	-

3.3 วิธีเตรียมสารเคมี

3.3.1 เตรียมสารละลายมาตรฐานโบรอน (boron, B) 100 ppm.

ซึ่งกรดบอริกมาก 0.5720 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 ml. และปรับปริมาตรให้เป็น 1000 ml. ด้วยน้ำกลั่น จะได้ stock Solution

3.3.2 เตรียมสารละลายมาตรฐานโบรอน 1 ppm.

ปิเปต stock solution มา 10 ml. ใส่ในขวดวัดปริมาตร ขนาด 1000 ml. ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้เป็น 1000 ml.

3.3.3 เตรียมสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต 1% (1% Na₂ CO₃)

ซึ่ง Na₂ CO₃ · 10 H₂O 13.4500 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นในขวดปริมาตร 500 ml. ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้เป็น 500 ml.

3.3.4 เตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1 : 4 (1 : 4 HCl)

ปิเปตกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นมา 100 ml. ใส่ในขวดวัดปริมาตร 500 ml. ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้เป็น 500 ml.

3.3.5 เตรียมสารละลาย Curcumine

ซึ่ง curcumine มา 0.04 กรัม และกรดออกซาลิก 5.00 กรัม ละลายด้วยอะซีโตนเทใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 ml. จากนั้นปิเปตกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 4.2 ml. ลงในขวดวัดปริมาตรปรับให้เป็น 100 ml. ด้วยอะซีโตน กรองด้วยสำลีแล้วเก็บสารละลาย curcumine ไว้ในตู้เย็นและใช้ให้หมดภายใน 2 - 3 วัน

3.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์

3.4.1 หาความยาวคลื่นที่ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด

นำสารละลายมาตรฐานโบรอน 0.1 ppm. ใส่ในถ้วยกระเบื้องเตรียมสารละลาย curcumine 4 ml. จากนั้นนำด้วยถ้วยกระเบื้องไปแช่ใน water bath ที่อุณหภูมิ 55° C จนแห้งซึ่งใช้เวลาประมาณ 3 - 4 ชั่วโมง ละลายส่วนที่เหลือในถ้วยกระเบื้องด้วยอะซีโตนกรองผ่านสำลีในขวดวัดปริมาตร 25 ml. ล้างสีของขี้ผึ้งที่ติดบนสำลีให้หมดปรับปริมาตรเป็น 25 ml. ด้วยอะซีโตน นำมาวัดการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องอูลตราไวโอเลตวิสิเบิล สเปคโตรโฟโตมิเตอร์ โดยวัดที่ความยาวคลื่น 600 - 350 nm.

3.4.2 การสร้างกราฟมาตรฐานของสารละลายโบรอน

1. ปิเปตสารละลายมาตรฐานโบรอน 1 ppm. มา 1.25, 2.50, 3.75 และ 5.00 ml. ใส่ลงในถ้วยกระเบื้องปรับปริมาตรให้เป็น 5 ml. ด้วยน้ำกลั่นแล้วเติม curcumine 4 ml.
2. นำถ้วยกระเบื้องไปแช่ใน water bath ที่อุณหภูมิ 55° C เป็นเวลา 3 - 4 ชั่วโมง
3. ละลายส่วนที่เหลือในถ้วยกระเบื้องด้วยอะซิโตน กรองผ่านสำลีในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 ml. ล้างสีของขี้ผึ้งที่ติดอยู่บนสำลีลงในขวดให้หมดปรับปริมาตรให้เป็น 25 ml. ด้วยอะซิโตน
4. นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 530 nm. สร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโบรอน

3.5 การวิเคราะห์ตัวอย่าง

3.5.1 การเก็บตัวอย่าง

ตัวอย่างที่ทำการศึกษาเก็บจากตลาดไม้แป๊ะ อ.เมือง จ.ขอนแก่น ตลาดเทศบาล อ.เมือง จ.นครราชสีมา และตลาด อ.เมือง จ.อุดรธานี

3.5.2 การเตรียมตัวอย่าง

1. นำตัวอย่างแต่ละชนิดมาบดด้วยเครื่องบดให้ละเอียดเป็นเนื้อเดียวกัน
2. หั่งตัวอย่างที่บดละเอียดมาประมาณ 2 กรัม ใส่ใน crucible
3. เติมสารละลาย sodium carbonate 1% 4 ml. เพื่อให้สถานะของตัวอย่างเป็นกลาง ธาตุโบรอนจะได้หลุดออกมามากที่สุด
4. นำไปแช่ในอ่างน้ำ water bath แล้วนำไปเผาไฟอ่อน ๆ จนหมดควัน
5. นำไปเผาในตู้อบอุณหภูมิสูงที่ 550° C ประมาณ 15 ชั่วโมง จะได้เถ้าสีขาว

3.5.3 วิธีวิเคราะห์

1. นำ crucible ที่มีสารที่เผาเป็นเถ้าสีขาวมาละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก (1 : 4) 2.5 ml. เทใส่ในถ้วยกระเบื้อง
2. เติมสารละลาย curcumie 4 ml.
3. ทำ blank โดยใช้ น้ำกลั่น 2.5 ml. แล้วเติมสารละลาย curcumine 5 ml. ในถ้วยกระเบื้อง

4. นำถ้วยกระเบื้องในข้อ 2,3 ไปแช่ใน water bath ที่อุณหภูมิ 55°C จนแห้ง
5. ละลายส่วนที่เหลือในถ้วยกระเบื้องด้วยอะซีโตน กรองผ่านสำลีลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 25 ml. ล้างสีของทึบที่ติดบนสำลีลงในขวดให้หมดปริมาตรเป็น 25 ml. ด้วยอะซีโตน
6. นำไปดูดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 530 nm.

3.6 การหาเปอร์เซ็นต์ที่ได้กลับคืนมาของบอแรกซ์

โดยนำสารตัวอย่างมาหนึ่งคืบ สกัดออก C.P. ชนิดแบ่งขาย จากการเก็บครั้งที่ 2 ทั้งหมดประมาณ 2 กรัม 3 ชุด เติมสารละลายมาตรฐานโบรอน 1 ppm. 2.50, 3.75 และ 5.00 ml. ตามลำดับ แล้วนำไปเตรียมตามข้อ 5