

ปฏิบัติการเคมีอินทรีย์

102106

ผศ.ดร.สันติ ตักคาร์ตัน

สงวนลิขสิทธิ์

- พิมพ์ครั้งที่ 1 พ.ศ. 2536 จำนวน 500 เล่ม
- พิมพ์ครั้งที่ 2 พ.ศ. 2540 จำนวน 500 เล่ม
- พิมพ์ครั้งที่ 3 พ.ศ. 2543 จำนวน 500 เล่ม
- พิมพ์ครั้งที่ 4 พ.ศ. 2545 จำนวน 500 เล่ม
- พิมพ์ครั้งที่ 5 พ.ศ. 2550 จำนวน 500 เล่ม

จัดพิมพ์โดย

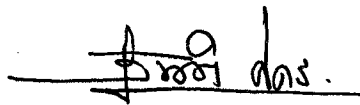
ศูนย์บรรณสารและสื่อการศึกษา

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

คำนำ

เอกสารประกอบการสอนปฏิบัติการเคมีอินทรีย์เล่มนี้ เขียนขึ้นด้วยจุดประสงค์เพื่อจะให้นักศึกษาที่เริ่มเรียนวิชาเคมีอินทรีย์ใช้เป็นคู่มือทำการทดลอง เป็นการโยงเอาทฤษฎีให้มาเกี่ยวข้องกับ การปฏิบัติเพื่อให้ความสัมพันธ์กันระหว่างภาคทฤษฎีและการปฏิบัติ ซึ่งจะช่วยเน้นให้เห็นว่า ทฤษฎีเป็นผลที่ได้มาจากการทดลอง เอกสารประกอบการสอนเล่มนี้ได้ใช้สอนนักศึกษาจำนวน ประมาณ 400 คนมาเป็นเวลาสองปีแล้ว ครอบคลุมเนื้อหาตั้งแต่การเตรียมตัวก่อนเข้าห้องปฏิบัติการ เคมีอินทรีย์ กฎและระเบียบในการทำปฏิบัติการ วิธีทำงานด้วยความปลอดภัยและการป้องกันอุบัติเหตุ รูปและชื่อเครื่องมือสามัญที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ การทดลองซึ่งประกอบด้วยการแยกสารและ การทำสารให้บริสุทธิ์ (ปฏิบัติการที่ 1 - 8) การทดสอบปฏิกิริยาของสารประกอบพวกไฮโดรคาร์บอน (ปฏิบัติการที่ 9) การเตรียมสบู่และยารักษาโรค (ปฏิบัติการที่ 10) เนื้อหาในแต่ละหัวข้อ การทำปฏิบัติการจะมีทฤษฎีเขียนแทรกลงไว้ก่อนเขียนการทดลองเสมอ เพื่อให้นักศึกษาได้อ่านเพื่อ ทำความเข้าใจ และคุ้นกับทฤษฎีก่อนที่จะลงมือปฏิบัติ เป็นการเตรียมตัวให้พร้อมสำหรับการทำการ ทดลองในปฏิบัติการเรื่องนั้นๆ เพื่อให้นักศึกษาได้ศึกษาหลักสำคัญของการทดลองที่จะทำนั้นๆ ก่อน นอกจากนี้ในตอนท้ายของการทดลองจะมีแบบรายงานผลการทดลอง สำหรับบันทึกผลการ ทดลองไว้ให้เพื่อบันทึกสิ่งที่ควรบันทึก และสังเกตสิ่งที่ควรสังเกต การได้ลงมือปฏิบัติทางด้านเคมี จริงๆ นั้น จะทำให้คุ้นเคยกับสารเคมีอินทรีย์ และมีความชำนาญในเทคนิคต่างๆ ที่ใช้ในวิชาเคมี อินทรีย์ รวมทั้งทำให้รู้จักใช้เครื่องใช้และเครื่องมือต่างๆ ในห้องปฏิบัติการด้วย

หวังเป็นอย่างยิ่งว่าเอกสารประกอบการสอนเล่มนี้จะเป็นประโยชน์ ให้ความรู้ความเข้าใจ ทั้งในทางทฤษฎี และทางปฏิบัติในวิชาเคมีอินทรีย์แก่นักศึกษาที่สนใจในวิชานี้ และต้องขออภัยด้วย หากมีข้อบกพร่อง และขอขอบพระคุณสำหรับคำแนะนำแก้ไข



(อาจารย์ ดร. สันติ ศักดาร์ตน์)

อาจารย์ประจำสาขาวิชาเคมี

สำนักวิชาวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ธันวาคม 2536

หลักสูตร ปฏิบัติการเคมีอินทรีย์ 102 106

เงื่อนไขรายวิชา : เคมีอินทรีย์ 102 105 หรือเรียนควบคู่กัน ภาคการศึกษาที่ 3
การทดลองเกี่ยวกับหัวข้อในรายวิชาเคมีอินทรีย์ซึ่งประกอบด้วยการแยกสารและ
การทำสารให้บริสุทธิ์ การทดสอบปฏิกิริยาของสารพวกไฮโดรคาร์บอน การ
เตรียมสบู่และยารักษาโรค

แผนการสอน

หัวข้อปฏิบัติการ	จำนวนชั่วโมง
1. จุดหลอมเหลวและจุดเดือดของสารเคมีอินทรีย์	3
2. การตกผลึก	3
3. การกลั่นด้วยไอน้ำ	3
4. ปฏิกิริยาของสารไฮโดรคาร์บอน	3
5. การสกัด	3
6. โครมาโตกราฟีคอลัมน์	3
7. โครมาโตกราฟีผิวบาง	3
8. ไขมัน , น้ำมัน , สบู่ , น้ำมันระกำ , แอสไพรีน และยาหม่อง	3
- มีการบรรยายอธิบายเกี่ยวกับทฤษฎีและการทำปฏิบัติการแก่นักศึกษา ประมาณ 400 คน 1 ชั่วโมง ในห้องบรรยายก่อนการทำปฏิบัติการ ในแต่ละคาบ	8
- Conference Lab เตรียมติดตั้งตรวจสอบเครื่องมือ สารเคมี และทำการทดลองล่วงหน้าในห้อง Lab ก่อนการทำปฏิบัติการในแต่ละคาบ อธิบายเกี่ยวกับทฤษฎีและสาธิตการทำปฏิบัติการแก่อาจารย์ผู้ควบคุม Lab ครั้งละ 2 ชั่วโมง	16

สารบัญ

	หน้า
กฎและระเบียบในการทำปฏิบัติการเคมีอินทรีย์	5
วิธีทำงานด้วยความปลอดภัยและการป้องกันอุบัติเหตุ	7
การขาดปฏิบัติการ	10
เครื่องมือสามัญที่ใช้ในห้องปฏิบัติการเคมีอินทรีย์	11
การทดลอง	
ปฏิบัติการที่ 1 จุดหลอมเหลวและจุดเดือดของสารเคมีอินทรีย์	13
ปฏิบัติการที่ 2 การตกผลึก	21
ปฏิบัติการที่ 3 การกลั่นแบบธรรมดา	31
ปฏิบัติการที่ 4 การกลั่นลำดับส่วน	35
ปฏิบัติการที่ 5 การกลั่นด้วยไอน้ำ	37
ปฏิบัติการที่ 6 ปฏิกริยาของสารประกอบพวงไฮโดรคาร์บอน	43
ปฏิบัติการที่ 7 การสกัด	47
ปฏิบัติการที่ 8 โครมาโตกราฟีคอลัมน์	51
ปฏิบัติการที่ 9 โครมาโตกราฟีผิวบาง	55
ปฏิบัติการที่ 10 ไขมัน น้ำมัน สบู่ น้ำมันระกำ แอสไพรีน และยาหม่อง	61
หนังสืออ้างอิง	67

กฎและระเบียบในการทำปฏิบัติการวิชาเคมี

อ่านให้ละเอียด ทำความเข้าใจและถือปฏิบัติโดยเคร่งครัด เพื่อความปลอดภัยและผลประโยชน์ของตัวนักศึกษาเอง

1. แต่งกายสุภาพ สวมรองเท้าให้เรียบร้อย ไม่มีการใส่รองเท้าแตะ โดยเด็ดขาด
2. ใส่เสื้อกาวน์ ในการทำปฏิบัติการทุกครั้ง
3. เข้าปฏิบัติการตรงตามเวลา ห้ามเข้าทำในกลุ่มอื่น ถ้ามาช้าเกิน 15 นาที จะไม่ได้รับอนุญาตให้เข้าทำปฏิบัติการ และถ้ามีเวลาเข้าทำปฏิบัติการ ไม่ครบ 80% จะไม่มีสิทธิเข้าสอบวิชานี้
4. เขียนชื่อในแบบฟอร์มที่จัดไว้ให้ทุกครั้งที่จะเข้าทำปฏิบัติการ และเมื่อจะออกจากห้องปฏิบัติการ หลังจากเสร็จสิ้นการทดลองแล้ว
5. เข้าฟังการบรรยายการอธิบายการทำปฏิบัติการ ตามวันและเวลาที่กำหนดโดยอ่านคู่มือปฏิบัติการมาก่อนทุกครั้ง ทั้งนี้จะเป็นการอธิบายการทำปฏิบัติการเรื่องที่จะทำในสัปดาห์ต่อไป และควรศึกษาด้วยตนเองอีกครั้งหนึ่งก่อนเข้าทำปฏิบัติการ
6. ห้ามทำการทดลองนอกเหนือไปจากที่กำหนดให้
7. บนโต๊ะปฏิบัติการ ควรมีแต่เครื่องมือเครื่องใช้ที่จำเป็นจริงๆ เท่านั้น หนังสือและสัมภาระต่างๆ ไม่ควรวางไว้บนโต๊ะปฏิบัติการ เพราะนอกจากจะเกะกะกีดขวางแล้วยังอาจเสียหายได้ง่าย
8. ขณะทำปฏิบัติการ ห้ามส่งเสียงดัง เล่น ผีปาก ร้องเพลง สูบบุหรี่
9. ไม่ว่าจะเกิดอุบัติเหตุ หรืออันตรายใดๆ ต้องแจ้งให้อาจารย์ผู้คุมปฏิบัติการทราบทันที ถ้าถูกกรด เบส ฟอสฟอรัส หรือ โบรมีน ให้ล้างบริเวณดังกล่าวด้วยน้ำปริมาณมากๆ แล้วแจ้งให้อาจารย์ประจำกลุ่มทราบ
10. ห้ามนำสารเคมี และเครื่องมืออุปกรณ์ต่างๆ ออกจากห้องปฏิบัติการ
11. การใช้ตะเกียงบุนเสนนั้น ให้จุดตะเกียงใช้เฉพาะแต่เวลาที่จำเป็นต้องใช้งานเท่านั้น และให้ใช้ด้วยความระมัดระวัง ก่อนจุดตะเกียง ต้องสำรวจให้แน่ใจว่าไม่มีสารไวไฟอยู่ใกล้ๆ ถ้ามีแยกออกไปให้ไกลเสียก่อน จุดไม้ขีดก่อน แล้วจึงค่อยเปิดแก๊สและไม่มีการใช้เศษกระดาษต่อไฟจากตะเกียงเป็นอันขาด เมื่อไม่ใช้ตะเกียงแก๊สให้ปิดแก๊สทุกครั้ง ถ้าไม่แน่ใจในวิธีการจุดตะเกียงให้ถามอาจารย์ประจำกลุ่ม
12. การใช้สารเคมีจำพวกกรดและเบส เวลาจะรินใช้ ให้รินออกทางด้านตรงกันข้ามกับฉลากปิดขวด ถ้าจะวางฝาขวด ต้องวางหงายเพื่อป้องกันการปนเปื้อน เมื่อใช้สารเสร็จต้องรีบปิดขวดทันที แล้ววางกลับคืนให้ถูกที่ทุกครั้ง ห้ามใช้วัตถุอื่นใด เช่น หลอดหยด จุ่มลงไปในขวดกรด-เบสเป็นอันขาด

13. น้ำยาเคมี หรือสารเคมี ที่แบ่งมาใช้ แล้วมีเหลืออยู่ ห้ามเทคืนขวดเดิมให้เทลงในภาชนะที่จัดไว้ให้

14. เศษกระดาษ ไม้ขีดไฟ เศษแก้วแตกและของแข็งต่างๆ ห้ามทิ้งลงในอ่างน้ำ เพราะจะทำให้ท่ออุดตัน ให้ทิ้งลงในถังขยะที่จัดเตรียมไว้ให้ ส่วนของเหลวให้เททิ้งลงในอ่างน้ำ ถ้าเป็นพวกกรด-เบส ต้องเปิดน้ำตามทุกครั้ง ของเหลวพวกสารอินทรีย์บางชนิด เช่น benzene, ethyl alcohol, carbon tetrachloride, acetone เป็นสารพิษไม่มีการเท benzene หรือ carbon tetrachloride ลงอ่างน้ำโดยเด็ดขาด ให้เทลงภาชนะที่จัดไว้ให้ส่วน acetone และ ethyl alcohol เทลงอ่างน้ำได้ แต่ต้องชะล้างด้วยน้ำจนหมด ไอของสารอินทรีย์พวกนี้ติดไฟง่ายมาก จึงต้องระวัง ไม่ให้มีเปลวไฟอยู่ใกล้กับสารเหล่านี้

15. อย่าชิมสารเคมี และถ้าจะดมกลิ่นสารเคมี ให้หันภาชนะออกจากหน้าแล้วใช้มือโบกไอสารมาดม

16. ถ้ามีการดมสาร หรือให้สารทำปฏิกิริยากันในหลอดทดลอง อย่าหันปากหลอดเข้าหาตัวเองหรือผู้อื่น โดยเด็ดขาด

17. อย่าเทน้ำลงในกรดเข้มข้น เพราะปฏิกิริยาจะเกิดอย่างรุนแรง พร้อมทั้งเกิดความร้อนสูง ให้เทกรดลงในน้ำอย่างช้าๆ พร้อมทั้งคนตลอดเวลา นอกจากนี้การละลายสารเคมีบางชนิด เช่น เบสโซเดียมไฮดรอกไซด์ จะเกิดความร้อนสูงมากเช่นกัน จึงต้องทำด้วยความระมัดระวัง และอย่าเผลอจับภาชนะที่บรรจุสารด้วยมือเปล่า

18. การใช้ pipet ต้องใช้ถูกยงในการดูดสารละลายเสมอ ห้ามใช้ปากดูดเพราะสารเคมีจะเข้าปาก และอาจเกิดอันตรายได้

19. ในการทดลองที่มีควันหรือแก๊สพิษเกิดขึ้น ต้องทำการทดลองในตู้ดูดควัน (fumehood) เสมอ

20. เมื่อทำการทดลองเสร็จทุกครั้ง ทำความสะอาดอุปกรณ์และล้างเครื่องแก้วให้สะอาดด้วยผงซักฟอก น้ำประปา แล้วล้างอีกครั้งด้วยน้ำกลั่นจำนวนน้อยที่สุด เก็บเข้าตู้ให้เรียบร้อย ก่อนออกจากห้องปฏิบัติการจะต้องตรวจดู โต้ะ และหิ้งวางขวดสารเคมีประจำโต้ะ ให้อยู่ในสภาพสะอาดและเรียบร้อยทุกครั้ง และนักศึกษาจะต้องนำผงซักฟอก ผ้าเช็ดโต้ะ ไม้ขีดไฟมาเอง

21. นักศึกษาจะต้องมีสมุดไว้บันทึกการทำปฏิบัติการ ต้องบันทึก วันที่ เดือน พ.ศ. และเรื่องทำการทดลอง ตลอดจนข้อมูล และรายละเอียดต่างๆ จากการทดลอง ไม่มีการจดลงในฝ่ามือหรือในเศษกระดาษ ผู้ใดไม่ปฏิบัติตามกฎจะโดนหักคะแนนเทคนิค

วิธีทำงานด้วยความปลอดภัยและการป้องกันอุบัติเหตุ

อุบัติเหตุในห้องปฏิบัติการเคมีซึ่งมักจะเกิดขึ้นเสมอ ๆ ถึงแม้จะเป็นเรื่องเล็ก แต่บางทีก็ทำให้เสียหายอย่างใหญ่หลวงได้เหมือนกัน อาจทำให้พิการหรือเสียชีวิตได้ อุบัติเหตุเหล่านี้มักจะเนื่องมาจากนักศึกษากระทำไปโดยเลินเล่อ หรือขาดความระมัดระวัง ฉะนั้น ก่อนหน้าที่จะเข้าห้องปฏิบัติการ นักศึกษาควรอ่านข้อควรระวังต่าง ๆ ข้างล่างนี้ก่อน ทั้งนี้ นอกจากเพื่อป้องกันมิให้เกิดอุบัติเหตุแล้วยังเป็นการฝึกนิสัยให้ทำงานด้วยความรอบคอบและปลอดภัยอีกด้วย ซึ่งนอกจากจะเป็นประโยชน์แก่ตนเองในห้องปฏิบัติการแล้ว ยังเป็นประโยชน์คิดตัวในทีอื่น ๆ ต่อไปภายหน้าอีกด้วย นอกจากนั้น การให้คะแนนปฏิบัติการตลอดปีสำหรับนักศึกษาส่วนหนึ่งจะพิจารณาจากเทคนิคเหล่านี้ด้วย

ก. การป้องกันไฟไหม้

ตัวทำละลายอินทรีย์ที่ใช้ในห้องปฏิบัติการเคมีนั้น ติดไฟง่ายมาก ให้ใช้ความระมัดระวังต่อไปนี้

1. ตัวทำละลายที่ไวไฟและมีจุดเดือดต่ำกว่า 100°C เมื่อจะกลั่น ต้มหรือเคี่ยวให้งวดก็ตามให้ใช้เครื่องอ่างน้ำ (water bath) หรือเครื่องอังไอน้ำ (steam bath) ไม่ใช่ตั้งบนเปลวตะเกียงโดยตรง ตัวทำละลายเหล่านี้ได้แก่ ether, methanol, ethanol, acetone, benzene, petroleum ether, ligroin เป็นต้น
2. ให้ใส่ตัวทำละลายที่ไวไฟไว้ในขวดรูปกรวย ไม่ใช่ใส่ในบีกเกอร์ที่ไม่มีอะไหล่ปิด
3. ขวดที่ใส่ตัวทำละลายที่ไวไฟ ให้เอาออกห่างจากตะเกียงของเราเองหรือตะเกียงของเพื่อนให้มากที่สุด และควรตั้งอยู่บนชั้นข้างฝา
4. อย่าเทของเหลวที่ไวไฟลงในอ่างทิ้งเศษผง

ข. การป้องกันตา

1. สวมแว่นตานิรภัยทุกครั้งเมื่อเข้าห้องทดลองเพื่อความปลอดภัยที่ดีที่สุดสำหรับตัวเราเอง
2. ให้สวมแว่นตา ในขณะที่ทำการทดลองที่เป็นอันตราย ซึ่งอาจเกิดจากการระเบิดหรือสารกระเด็นเข้าตา
3. อย่าชะโงกมองคู่มือปากหลอดทดลองหรือปากขวดในขณะที่สารกำลังทำปฏิกิริยากัน

ค. การปฏิบัติทั่วไป

1. การทดสอบว่าสารละลายเป็นกรดหรือด่าง ให้ใช้แท่งแก้วแตะสารละลายมาแตะกับกระดาษลิตมัส ไม่ใช่ใส่กระดาษลิตมัสลงในสารละลาย

2. ก่อนจะหยิบสารเคมีไปใช้ให้อ่านฉลากบนขวดให้แน่ใจว่าถูกต้องก่อน เพราะการใช้สารเคมีที่ผิด นอกจากจะไม่ได้ผลการทดลองที่ถูกต้องแล้ว ยังอาจทำให้เกิดอันตรายได้ อย่างนำสารเคมีที่เหลือใช้แล้วมาคืนขวดเดิม ในการเอาสารเคมีไปใช้ ให้ใช้ภาชนะที่สะอาด แบ่งเอาจากขวดบนชั้นตามจำนวนเท่าที่กะไว้เท่านั้น แล้วรีบนำขวดวางไว้บนชั้นตามเดิมทันที

3. เวลาต้มหรือให้สารทำปฏิกิริยากันในหลอดทดลอง ให้หันปากหลอดไปทางที่ไม่มีคน

4. อย่าต้มหรือให้ความร้อนแก่สารในภาชนะที่ปิดหมด ไม่มีทางให้อุณหภูมิหรือแก๊สออกไปได้

5. อย่าเทน้ำลงบนกรดเข้มข้น แต่ให้เทกรดลงในน้ำช้า ๆ พร้อมกับกวนตลอดเวลา

6. อย่าชิมสารเคมี นอกจากจะสั่งให้ชิม เมื่อจำเป็นต้องดมสารเคมี ให้ใช้มือ โบกไอ

ของมันมาตรงหน้า อย่าสูดแรง ๆ

7. เมื่อจะตกผลึกสารให้ทำในขวดรูปกรวย อย่าตกผลึกในบีกเกอร์ นอกจากในกรณีที่ต้องให้ใช้เท่านั้น

8. เมื่อทำการทดลองที่จำเป็นต้องใช้ โบรมีน ฟอสฟอรัสไตรคลอไรด์ acetyl chloride, benzoyl chloride และสารที่มีกลิ่นเหม็นหรือเป็นอันตรายอื่น ๆ ให้ทำในตู้ควัน

9. จงทำงานด้วยความประณีต วางข้าวของเครื่องใช้ให้เป็นระเบียบ เมื่อทำสารหกหรือทำโต๊ะเปื้อนให้รีบทำความสะอาดทันที และเมื่อเลิกทำการทดลองแล้วให้เช็ดโต๊ะ ทำความสะอาดอ่างน้ำ รางน้ำ ฯลฯ ให้เรียบร้อย

ในกรณีที่เกิดอุบัติเหตุ

ถ้าแก้วขาดมือ เอากระดาษกรองหรือผ้าที่สะอาดวางกดที่แผลสักครู่เพื่อคัดเลือดให้หยุด ล้างแผลด้วยแอลกอฮอล์ ใส่ยาทาแผล แล้วเอาผ้าพลาสติกหรือปิดแผลไว้ ถ้าเป็นแผลใหญ่และลึกต้องนำส่งแพทย์

ถ้าไฟไหม้ ต้องรีบดับตะเกียงในห้องปฏิบัติการให้หมด นำสารที่ไวไฟออกไปให้ห่างที่สุด ในห้องปฏิบัติการจะมีอุปกรณ์สำหรับดับไฟ เช่น ผ้าหนา ๆ ถังทราย เครื่องดับเพลิง เตรียมไว้สำหรับดับไฟ นักศึกษาควรจะทราบว่สิ่งเหล่านี้อยู่ที่ใด เมื่อเกิดไฟไหม้จะได้หยิบได้ทันที จำไว้ว่า โซเดียมที่กำลังติดไฟจะทำปฏิกิริยากับคาร์บอนเตตระคลอไรด์ และระเบิดอย่างรุนแรง การดับโซเดียมที่กำลังไหม้ไฟ จึงควรใช้ทรายที่แห้งหรือโซเดียมคาร์บอเนต แล้วกวาดเศษวัสดุทั้งหมดใส่ถังเอาออกไปทิ้งนอกห้องทันที

ถ้าเสื้อผ้าติดไฟ อย่าวิ่ง ให้นอนราบกับพื้น และเพื่อนนักศึกษาด้วยกันควรหาผ้าหนา ๆ หรือเสื้อคลุมกันเปื้อน คลุมบนเปลวไฟให้ดับ การทำเช่นนี้เพื่อป้องกันไม่ให้เปลวไฟลามขึ้นไปถึงศีรษะ

ถ้าผิวหนังถูกไฟลวก อย่าใช้น้ำล้าง แต่ให้ใช้ยาสำหรับทาแผลไฟไหม้น้ำร้อนลวก ถ้าถูกไฟลวกมาก ๆ ต้องนำส่งแพทย์

ถ้าสารที่ร้อนหรือสารที่เป็นอันตรายเข้าตา ให้ล้างตาทันทีด้วยน้ำจำนวนมาก ๆ เมื่อล้างเปลือกตาแล้ว ต้องพยายามลืมตาให้น้ำจำนวนมาก ๆ ถูกกับภายในตาอย่างน้อย 2-3 นาที แล้วนำส่งแพทย์ ถ้ากรดหรือโบรมีนเข้าตาให้ล้างตาด้วยสารละลาย 1% โซเดียมไบคาร์บอเนต (โซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต) ถ้าด่างเข้าตาให้ล้างด้วยสารละลาย 1% กรดโบริก

ถ้าผิวหนังถูกสารที่เป็นอันตราย ต้องล้างผิวหนังด้วยแอลกอฮอล์ตามด้วยน้ำและสบู่ทันที แล้วทาเกลือเชอร์รอล อย่าทาน้ำมันจำพวกที่ใช้ทาแผลไฟไหม้ น้ำร้อนลวก เพราะยาประเภทนี้มีจี๊ซึ่งจะช่วยพาสารเคมีแทรกซึมเข้าในร่างกายได้ ถ้าผิวหนังถูกกรดให้ชะบแล้วล้างด้วยน้ำจำนวนมาก ๆ แล้วล้างด้วยสารละลาย โซเดียมคาร์บอเนตอิ่มตัว แล้วล้างด้วยน้ำอีก ถ้าผิวหนังถูกด่าง ให้ล้างด้วยน้ำจำนวนมาก ๆ แล้วล้างด้วยสารละลายกรดน้ำส้ม แล้วล้างด้วยน้ำอีก

ที่กล่าวมานี้ เป็นเพียงวิธีปฏิบัติทั่ว ๆ ไป เมื่อเกิดอุบัติเหตุเล็ก ๆ น้อย ๆ เท่านั้น อย่างไรก็ตาม เมื่อเกิดอุบัติเหตุขึ้นไม่ว่าในกรณีใด ๆ ก็ตาม จะเป็นอุบัติเหตุเล็กน้อยหรือรุนแรงก็ตาม จะต้องรายงานให้อาจารย์ผู้ควบคุมทราบทันที

การขาดปฏิบัติการ

1. ถ้ามีเหตุอันจำเป็นทำให้ไม่สามารถเข้าทำปฏิบัติการในวันและเวลาที่กำหนด ให้ยื่นใบลาตามแบบฟอร์มของห้องปฏิบัติการ ต่อหัวหน้าสาขาวิชาเคมีล่วงหน้าและต้องได้รับอนุมัติก่อน จึงจะขาดปฏิบัติการดังกล่าวได้ ทั้งนี้ในแบบฟอร์มใบลาจะต้องมีอาจารย์ที่ปรึกษาเซ็นรับรองด้วยทุกครั้ง
2. นักศึกษาที่ขาดปฏิบัติการ อาจไม่ได้รับการพิจารณาให้ทำชดเชยกับกลุ่มอื่น และเป็นหน้าที่ที่นักศึกษาต้องศึกษาหัวข้อการทำปฏิบัติการที่ขาดไปนั้นด้วยตนเอง
3. ถ้านักศึกษาป่วยจนไม่สามารถเข้าทำปฏิบัติการได้ ให้ส่งใบลาพร้อมใบรับรองแพทย์ให้กับหัวหน้าสาขาวิชาเคมี ก่อนเข้าทำปฏิบัติการครั้งต่อไป

หมายเหตุ การลาและการขอทำปฏิบัติการชดเชย ต้องขออนุญาตล่วงหน้าก่อนวันทำปฏิบัติการจริง และต้องได้รับอนุญาตแล้วเท่านั้น จึงจะขาดหรือเข้าทำปฏิบัติการชดเชยได้

เครื่องมือสามัญที่ใช้ในห้องปฏิบัติการเคมีอินทรีย์

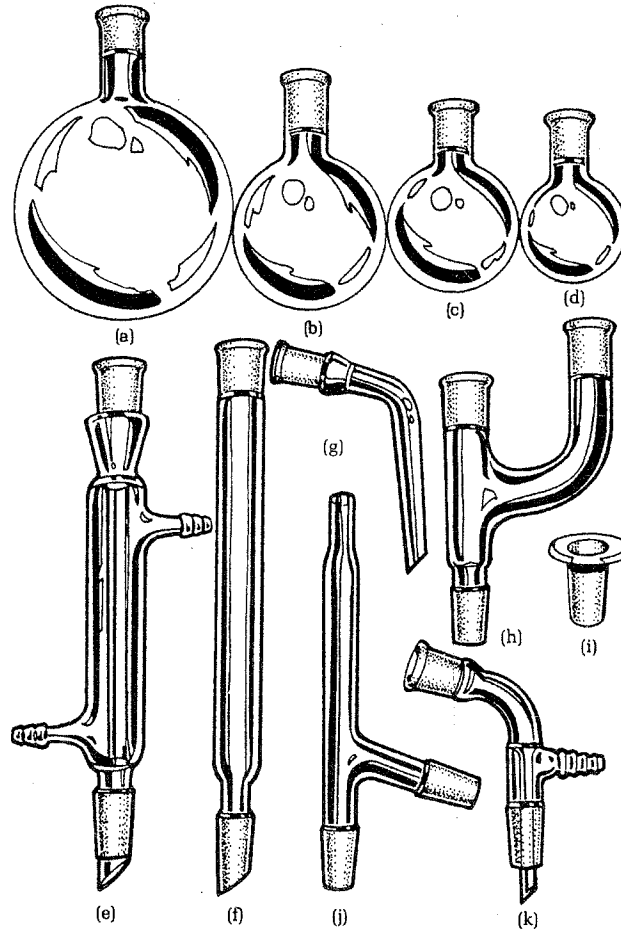


FIG. 1. Standard taper ground glass apparatus (14/20 or 19/22). Round-bottomed flasks of (a) 250, (b) 100, (c) 50, and (d) 25 mL capacity; (e) condenser; (f) distilling column; (g) simple bent adapter; (h) Claisen distilling head; (i) stopper; (j) distilling head, and (k) vacuum adapter.

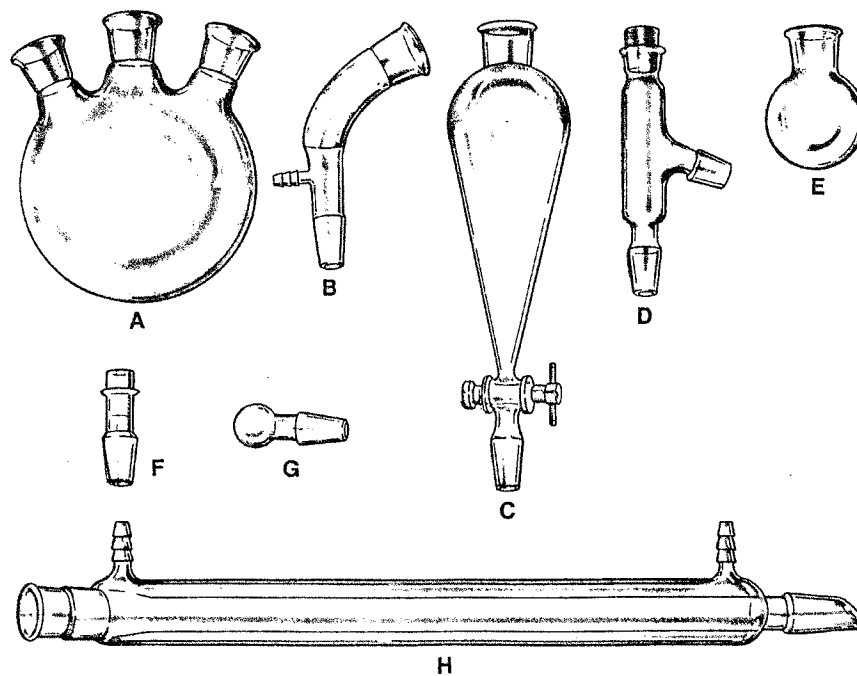
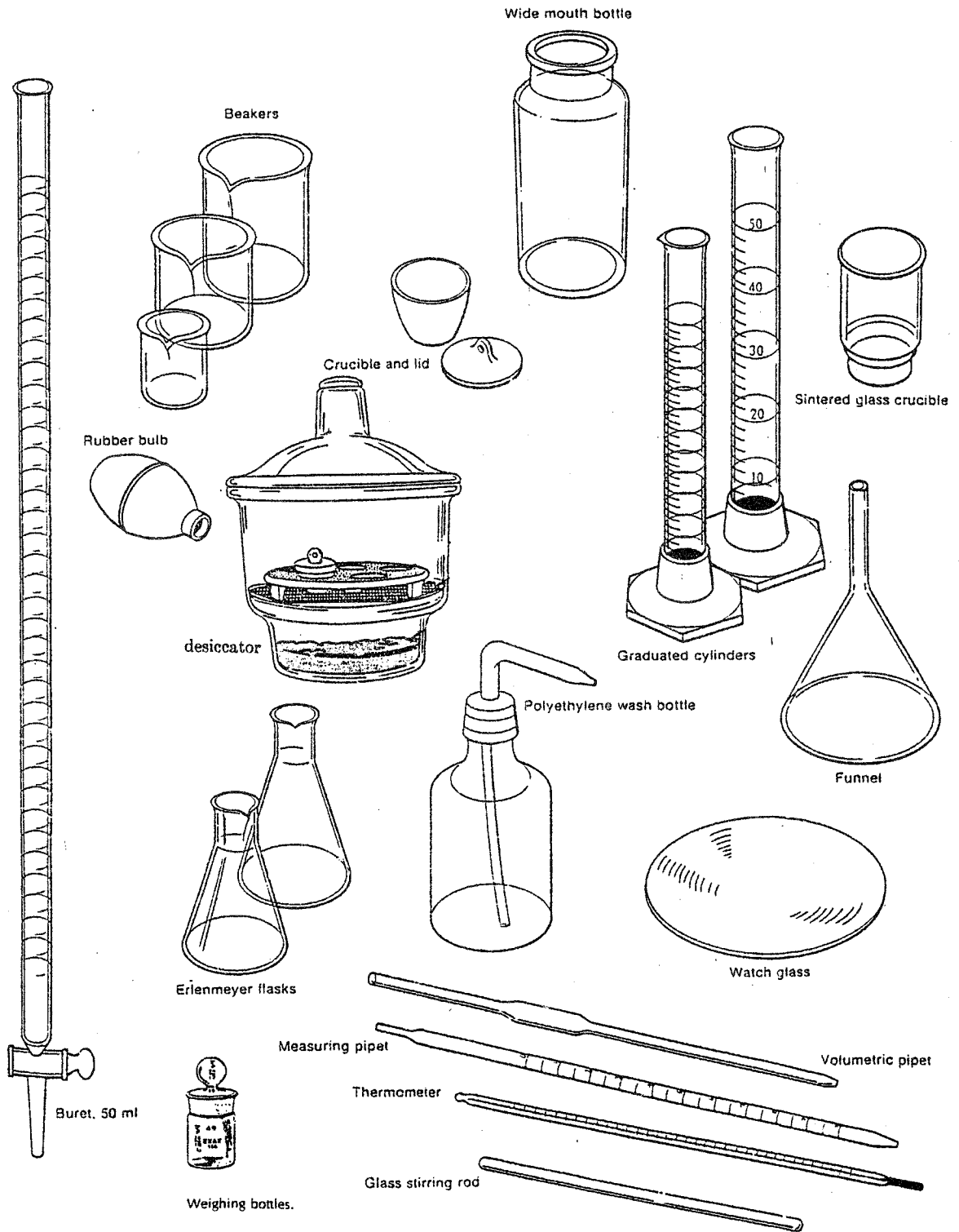


Figure 1. Standard-taper glassware. (A) three-necked round-bottom flask; (B) vacuum take-off adapter; (C) dropping funnel; (D) distillation head with rubber connector; (E) round-bottom flask; (F) tubing connector; (G) standard-taper stopper; (H) condenser.



ปฏิบัติการที่ 1

จุดหลอมเหลวและจุดเดือดของสารเคมีอินทรีย์ (Melting Points and Boiling Points of Organic Compounds)

วัตถุประสงค์ เพื่อการเรียนรู้เทคนิคในการหาจุดหลอมเหลวและจุดเดือดของสารเคมีอินทรีย์

1. จุดหลอมเหลว (Melting Points) เป็นค่าคงที่ของลักษณะคุณสมบัติทางกายภาพอันหนึ่งของสารเคมีอินทรีย์ นอกเหนือไปจากจุดเดือด น้ำหนักโมเลกุล ความหนาแน่น และดัชนีหักเห (refractive index) เป็นคุณสมบัติที่สารเปลี่ยนสภาพจากของแข็งเป็นของเหลวภายใต้ความดัน 1 บรรยากาศ สารบริสุทธิ์ที่เป็นของแข็งจะมีช่วงจุดหลอมเหลว (mp range) (ช่วงที่สารเริ่มหลอมจนกระทั่งหลอมหมดพอดี) โดยทั่วไปน้อยกว่า 1°C ดังนั้น จุดหลอมเหลวของสารจึงใช้เป็นค่าตรวจสอบความบริสุทธิ์ของสาร และนอกจากนี้ยังใช้วินิจฉัย (identify) สารว่า สารสองชนิด X และ Y เป็นสารตัวเดียวกันหรือไม่จากการทดลองหาจุดหลอมเหลวผสม (mixed mp) โดยนำสารที่สงสัย X มาผสมรวมกับสาร Y ที่รู้สูตร โครงสร้างแล้วในอัตราส่วนเท่ากัน บดให้รวมกันเป็นเนื้อเดียวกันนำไปหาจุดหลอมเหลวของของผสม ถ้าเป็นสารตัวเดียวกันจุดหลอมเหลวจะเท่าเดิม ถ้าไม่ใช่สารตัวเดียวกันจุดหลอมเหลวจะต่ำกว่าเดิม

1.1 เครื่องมือที่ใช้หาจุดหลอมเหลวของสาร (Melting Point Apparatus)

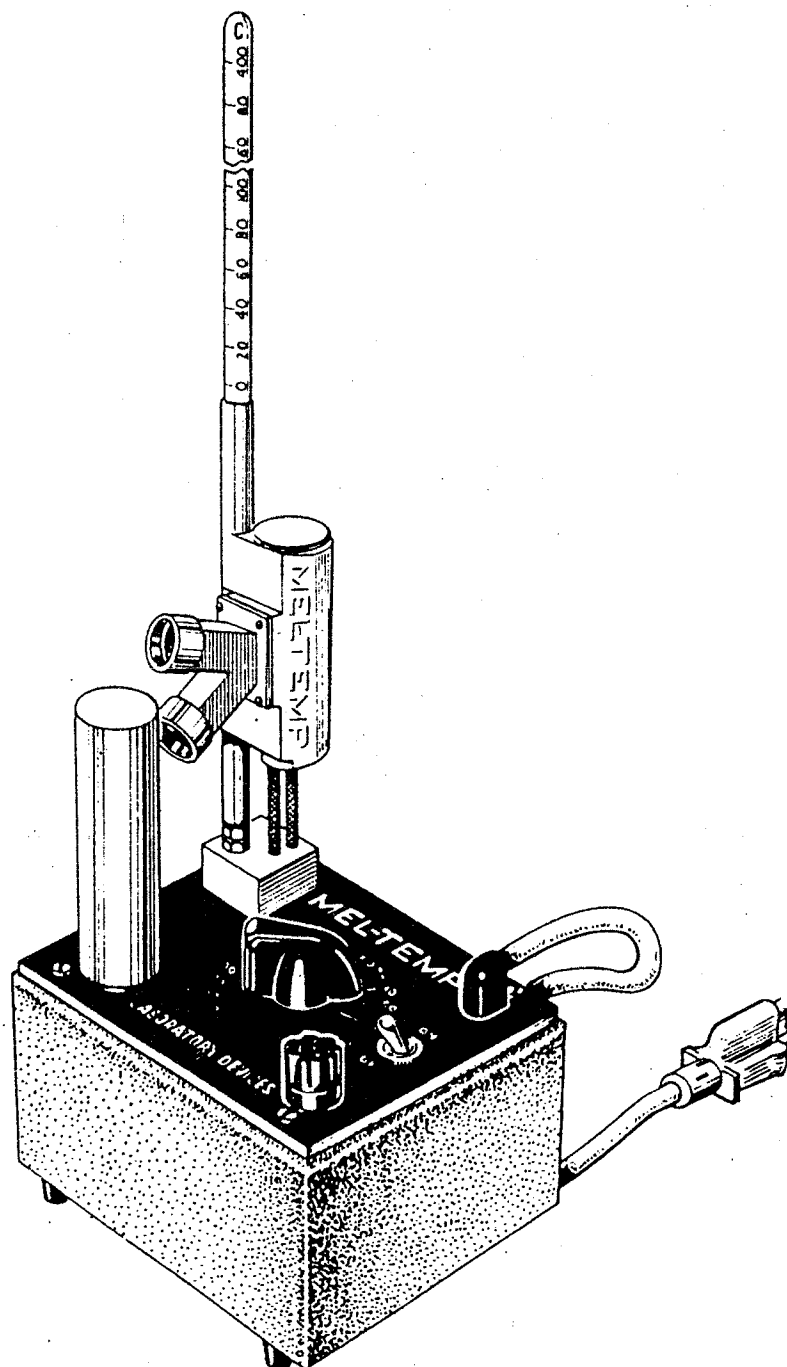
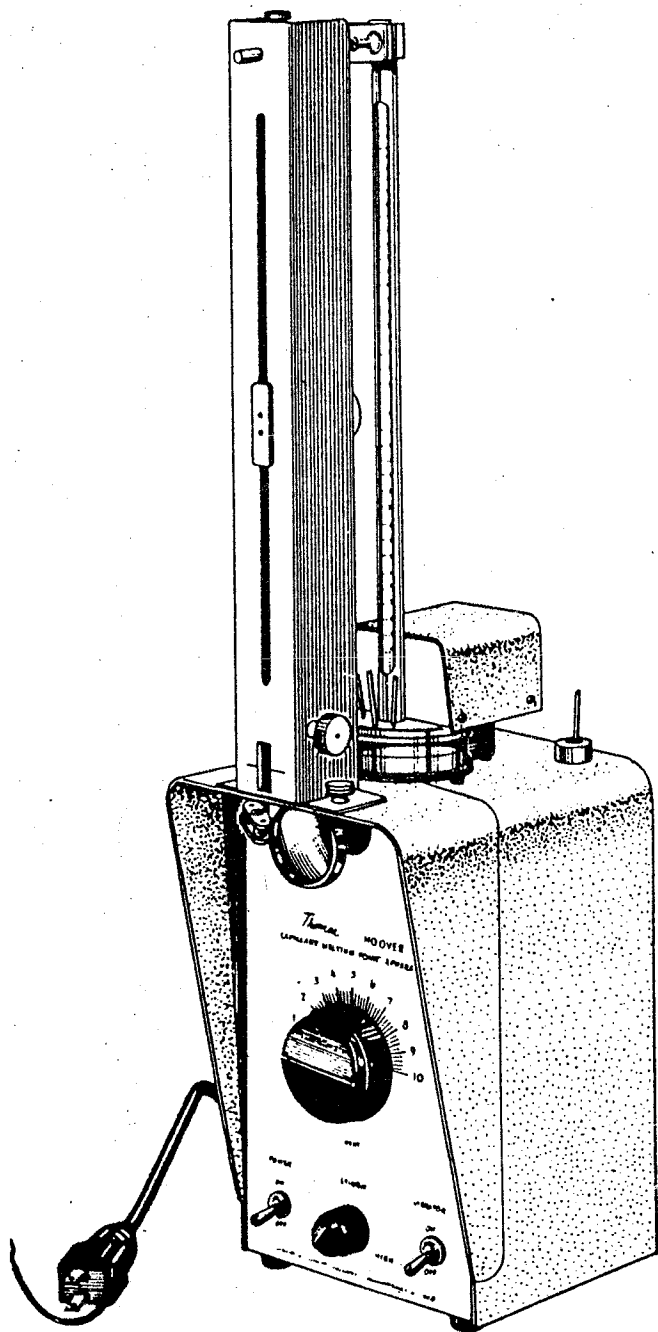
มีหลายชนิดดังรูปที่ 1.1 ก,ข,ค,ง

ก. เครื่องมือ Thomas-Hoover Uni-Melt :

ช่วงอุณหภูมิ 25-300°C

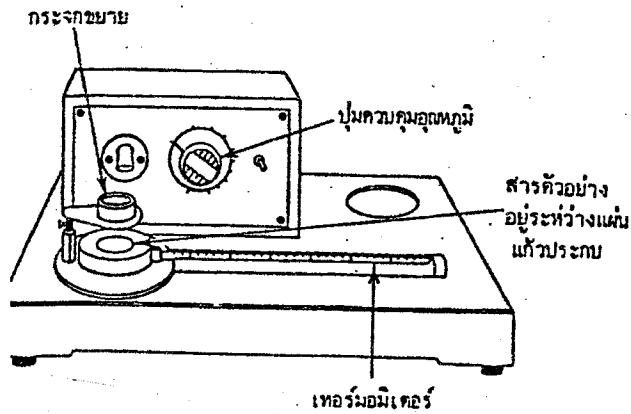
ข. เครื่องมือ Mel-Temp :

ช่วงอุณหภูมิ 25-300°C



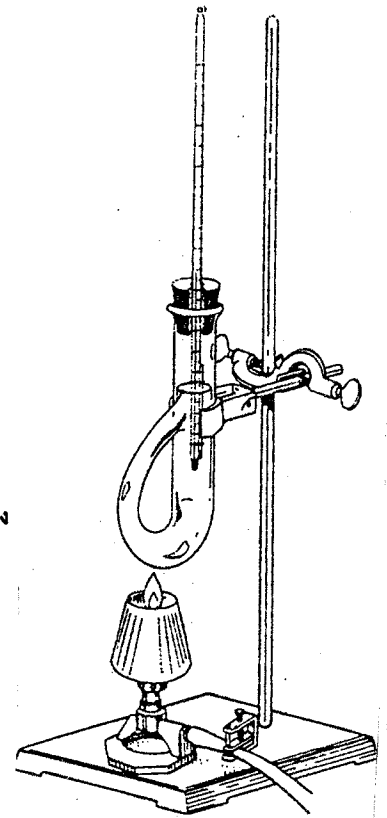
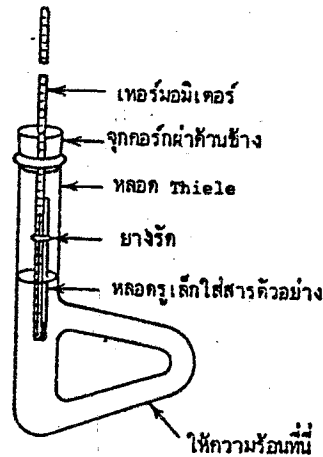
ค. เครื่องมือ Fisher-Johns :

ช่วงอุณหภูมิ 25-300°C



ง. เครื่องมือ Thiele :

ช่วงอุณหภูมิ 25-180°C



1.2 การหาจุดหลอมเหลวของสาร

การทดลองนี้จะหาจุดหลอมเหลวของสารโดยใช้เครื่องมืออย่างง่ายที่เรียกว่า เครื่องมือ Thiele (Thiele apparatus) ดังรูปที่ 1.1 ง การหาจุดหลอมเหลวทำได้ดังนี้ บรรจุสารที่จะหาจุดหลอมเหลวซึ่งแห้งและบดละเอียดแล้ว (บนกระจกนาฬิกา) ใส่ในหลอดครูเล็ก (mp.tube) ให้มีความสูงประมาณ 0.5-1 ซม. อย่าใส่ให้มากกว่านี้ การบรรจุสารใส่ลงในหลอดครูเล็กทำได้ง่ายๆ โดยใช้หลอดเล็กด้านปลายเปิดซ้อนสารขึ้นมา สารจะค้างอยู่ที่ปลายด้านนี้ เคาหลอดครูเล็กเบาๆ สารจะตกลงมาอยู่ที่ปลายด้านปิดด้วยแรงกระทำ ใช้ยางรัดหลอดครูเล็กให้ติดกับเทอร์โมมิเตอร์โดยให้ปลายล่างของหลอดครูเล็กอยู่ในระดับเดียวกันกับกระเปาะเทอร์โมมิเตอร์ เสร็จแล้วนำไปใส่ลงใน Thiele tube ที่ภายในบรรจุ paraffin oil อยู่ ซึ่งจะใช้เป็น oil bath โดยให้ยางรัดอยู่เหนือระดับของน้ำมัน (ระวังอย่าให้ยางที่ใช้รัดจุ่มอยู่ในน้ำมันเพราะยางจะขาดเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น) ดังรูปที่ 1.1 ง ครั้งแรกควรให้ความร้อนแก่ Thiele tube โดยเร็วโดยลนเปลวไฟที่ก้นอย่างช้าๆ แล้วค่อยๆ เลื่อนเปลวไฟไปที่แขนของ Thiele tube คะเนาอีก 10-15°C จึงจะถึงจุดหลอมเหลวของจุดนั้น ให้เริ่มปรับเปลวไฟให้อ่อนลงให้อุณหภูมิสูงขึ้นอย่างช้าๆ ประมาณ 1°C ต่อนาทีอ่านอุณหภูมิที่สารเริ่มหลอมจนกระทั่งหลอมหมดเป็นช่วงจุดหลอมเหลวของสาร (สารก่อนหลอมจะทึบแสงเมื่อหลอมเหลวหมดจะโปร่งแสง)

หมายเหตุ ถ้าสารหลอมเร็วเกินไป เนื่องจากให้ความร้อนเร็วเกินไปอุณหภูมิของ oil bath ร้อนขึ้นเกินกว่า 1°C ต่อนาที จะต้องทำการทดลองซ้ำใหม่โดยปล่อยระบบให้เย็นลง เปลี่ยนหลอดครูเล็กเป็นหลอดที่บรรจุสารหลอดใหม่

1.3 การทดลอง (Experiments)

1. หาจุดหลอมเหลวของสารบริสุทธิ์ Urea และ Benzoic acid
2. หาจุดหลอมเหลวของ Unknown solid sample ที่ได้รับแจก
3. การวินิจฉัยสาร Unknown ที่เป็นของแข็ง โดยการหาจุดหลอมเหลวผสม (mixed mp.)

เมื่อทราบค่าจุดหลอมเหลวของสาร Unknown แล้ว ให้เทียบจุดหลอมเหลวที่หาได้กับจุดหลอมเหลวของสารในตารางที่ 1 ถ้าใกล้เคียงหรือเท่ากับจุดหลอมเหลวของสารใด ให้หาจุดหลอมเหลวผสม (mixed mp.) เพื่อยืนยันให้ทราบแน่ชัด โดยนำสาร Unknown และสารที่ถูกเลือกในตารางที่ 1.1 มาผสมในอัตราส่วนเท่าๆ กัน บดให้รวมกันเป็นเนื้อเดียวกันบนกระจกนาฬิกา นำของผสมไปหาจุดหลอมเหลวตามวิธีที่กล่าวไว้แล้วในข้อ 1.2

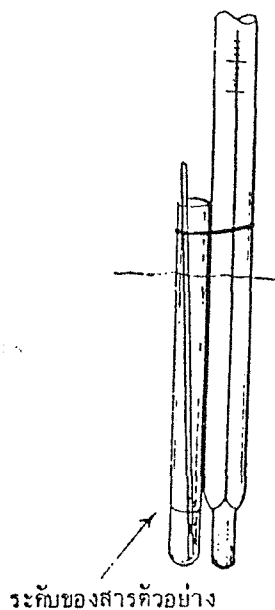
ตารางที่ 1.1 จุดหลอมเหลวของสารบางชนิด

สาร	m.p. °C
Biphenyl	68-70
Naphthalene	79-82
Oxalic acid	100-102
Acetanilide	114
Benzoic acid	121
Malic acid	129-131
Urea	132
Anthranilic acid	146
Adipic acid	152
Salicylic acid	159
Hydroquinone acid	170
Anthracene	216

2. จุดเดือด (Boiling Points, bp) เป็นค่าคงที่ของลักษณะคุณสมบัติทางกายภาพอันหนึ่งของสารเคมีอินทรีย์ที่เป็นของเหลว เช่นเดียวกับกับจุดหลอมเหลว , น้ำหนักโมเลกุล , ความหนาแน่น และดัชนีหักเห (refractive index) เป็นอุณหภูมิตั้งแต่ความดันไอของของเหลวเท่ากับความดันบรรยากาศที่อยู่เหนือของเหลว นั้นซึ่งโดยปกติจุดเดือดมาตรฐานจะวัดที่ความดัน 1 บรรยากาศ (760 มม.ปรอท) จุดเดือดจะเปลี่ยนแปลงตามความดันบรรยากาศที่อยู่เหนือของเหลว ซึ่งถ้าหากว่าทำการหาจุดเดือดของของเหลวในที่ที่มีความดันต่ำกว่าบรรยากาศปกติ จุดเดือดของของเหลวนั้นก็จะมีค่าต่ำลงด้วย โดยทั่วไปจุดเดือดของของเหลวส่วนใหญ่จะลดลงประมาณ 0.5°C เมื่อความดันของบรรยากาศลดลง 10 มม.ปรอท ในความดันบรรยากาศของเหลวที่ไม่บริสุทธิ์จะมีความดันไอลดต่ำกว่าของเหลวที่บริสุทธิ์ ซึ่งมีผลทำให้จุดเดือดสูงกว่าของเหลวบริสุทธิ์ที่ความดันเดียวกันและช่วงจุดเดือด (bp range) จะกว้างจุดเดือดของสารใช้ตรวจความบริสุทธิ์ของสารและวินิจฉัยสารที่เป็นของเหลวได้ แต่มีข้อยกเว้น คือ ของเหลวบางชนิดสามารถรวมตัวกับของเหลวชนิดอื่นเกิดเป็นของผสมที่มีจุดเดือดคงที่ เรียกของผสมนี้ว่า Constant boiling mixture

2.1 การหาจุดเดือดของสาร

การหาจุดเดือดของของเหลวทำได้ 2 วิธี คือ ถ้ามีของเหลวในปริมาณมากพอก็สามารถหาจุดเดือดได้ด้วยวิธีการกลั่น ก็จะได้จุดเดือดของสาร คือ อุณหภูมิเมื่อสารนั้นเริ่มกลั่นตัวออกมาร ซึ่งจะกล่าวถึงและทำการทดลองในการทดลองที่ 3 แต่ถ้ามีสารปริมาณน้อยก็จะทำการหาจุดเดือดโดยวิธีไมโคร (micromethod) จะใช้เครื่องมือดังรูปที่ 1.2 ซึ่งจะเป็นวิธีหาจุดเดือดของสารในการทดลองนี้



รูปที่ 1.2

การหาจุดเดือดของสารด้วยวิธีไมโครนีทำโดยใช้หลอดทดลอง (test tube) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 0.5 cm ยาว 5 cm เพื่อบรรจุของเหลวที่จะหาจุดเดือดของเหลวที่จะหาจุดเดือดลงในหลอดทดลองขนาดเล็กนี้ ให้ระดับของของเหลวในหลอดสูงประมาณ 1 ซม. หย่อนหลอดรูเล็ก (หลอดที่ใช้หาจุดเดือดของสาร melting point capillary) ลงไปในหลอดทดลองขนาดเล็กเสร็จแล้วนำหลอดทดลองนี้ไปผูกติดกับเทอร์โมมิเตอร์ด้วยยางรัด ดังรูปที่ 1.2 จากนั้นจึงนำไปหาจุดเดือดใน Thiele tube (ระวังอย่าให้ยางที่ใช้รัดจุ่มอยู่ในน้ำมันใน Thiele tube เพราะเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นยางจะขาด) เริ่มให้ความร้อนอย่างช้าๆ แก่ระบบ สังเกต เมื่อมีฟองอากาศพุ่งออกมาจากปลายหลอดรูเล็กเป็นสายจึงหยุดให้ความร้อน ฟองอากาศจะพุ่งออกมาช้าลงๆ จนกระทั่งไม่มีฟองอากาศพุ่งออกมาอีก เมื่อฟองอากาศหยุดของเหลวก็จะเข้าไปในหลอดรูเล็กทันที อ่านอุณหภูมิทันทีที่ของเหลวในหลอดทดลองเริ่มไหลเข้าไปในหลอดรูเล็ก อุณหภูมินี้คือจุดเดือดของของเหลว สามารถอธิบายได้คือ ในขณะที่เริ่มต้นให้ความร้อน อากาศที่ขังอยู่ในหลอดทดลองจะขยายตัวแล้วดันออกมาเป็นฟองอากาศพุ่งออกมา และเมื่อความร้อนมากขึ้นจะเห็นฟองอากาศดันออกมาเร็วขึ้นจนเป็นสาย เมื่อหยุดให้ความร้อน ภายในหลอดรูเล็ก ก็จะมีแต่ไอของสารเท่านั้นซึ่งไอของสารก็จะสมดุลกับของเหลวในหลอดรูเล็กสูงกว่าจุดเดือดจะได้ว่าความดันของสารที่อยู่ในหลอดรูเล็กจะมากกว่าหรือเท่ากับความดันบรรยากาศ และเมื่อของเหลวเย็นลงความดันไอของสารก็จะลดลงเกือบต่ำกว่าความดันบรรยากาศจึงดันให้ของเหลวเข้าไปในหลอดรูเล็ก ให้ทำการทดลองซ้ำอีกครั้งหนึ่ง หยิบหลอดรูเล็กออกมาจากหลอดทดลอง สกัดหลอดรูเล็กเพื่อให้ของเหลวที่ค้างอยู่หลุดไป หย่อนหลอดรูเล็กลงไปในหลอดทดลองอีกครั้งหนึ่ง (ถ้าระดับของเหลวในหลอดทดลองต่ำกว่ารอยต่อของหลอดรูเล็ก ให้เติมของเหลวที่จะหาจุดเดือดลงไปอีก) ทำการทดลองซ้ำเดิมตามที่กล่าวมาข้างต้น อุณหภูมิที่อ่านได้ทั้งสองไม่ควรต่างกันเกิน $1-2^{\circ}\text{C}$

ข้อควรระวัง

- ก. อย่าให้ความร้อนแก่ของเหลวที่จะหาจุดเดือดสูงเกินไปจะทำให้ของเหลวนั้นเดือดและระเหยไปหมด
- ข. ถ้าให้ความร้อนแก่สารต่ำกว่าจุดเดือดของสารแล้วหยุดให้ความร้อนจะทำให้ของเหลวไหลเข้าไปในหลอดรูเล็กได้ เนื่องจากความดันภายในหลอดรูเล็กต่ำกว่าความดันบรรยากาศ

2.2 การวินิจฉัยสารตัวอย่างที่เป็นของเหลวโดยการหาจุดเดือดของสาร

รับสารตัวอย่างที่เป็นของเหลวนำไปหาจุดเดือดตามที่บรรยายไว้ในคำอธิบาย 2.1 เปรียบเทียบจุดเดือดของสารตัวอย่างที่หาได้กับจุดเดือดของสารในตารางที่ 1.2 ถ้าจุดเดือดของสารตัวอย่างตรงกับจุดเดือดของสารใด สารตัวอย่างที่ได้ อาจเป็นสารตัวนั้น บันทึกผลการทดลอง

ตารางที่ 2.1 จุดเดือดของสารบางชนิดที่ความดัน 1 บรรยากาศ

สาร	b.p ^o C
Chloroform	61
Methyl alcohol	65
n-Hexane	69
Ethyl acetate	77
Ethyl alcohol	78.1
Cyclohexane	81
Isopropyl alcohol	82
ethylene chloride	84
n-Propyl alcohol	97
n-Heptane	98
Dioxane	101
Toluene	111
n-Butyl alcohol	117
Xylene (o , m or p)	139-142
Tetrachloroethane	146.3

คำถามท้ายบทการทดลองที่ 1

1. ท่านจะตรวจสอบได้อย่างไรว่า สารที่ท่านตกผลึกแล้วมีความบริสุทธิ์หรือไม่
2. ถ้าท่านได้รับสารตัวอย่างเป็นของแข็ง มีจุดหลอมเหลว 121-122^oC ท่านจะยืนยันได้อย่างไรสารตัวอย่างนี้เป็น Benzoic acid ซึ่งมีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 121-122^oC เช่นเดียวกัน
3. ในการทดลองหาจุดเดือดของของเหลว เพราะเหตุใดจึงอ่านช่วงอุณหภูมิเมื่อฟองอากาศหยุดปุดออกจากหลอดรูเล็ก และของเหลวเริ่มไหลเข้าไปในหลอดรูเล็กเป็นจุดเดือดของของเหลว

ปฏิบัติการที่ 2

การตกผลึก (Crystallization)

วัตถุประสงค์ เพื่อเรียนรู้การทำสารอินทรีย์ให้บริสุทธิ์โดยการตกผลึกและวิธีเลือกตัวทำละลาย (solvent) ที่เหมาะสมในการตกผลึก

การตกผลึก (Crystallization) เป็นกระบวนการที่สำคัญที่สุดสำหรับการทำสารเคมีอินทรีย์เคมีที่เป็นของแข็งให้บริสุทธิ์ โดยทั่วไปการตกผลึกทำได้โดยการนำสารอินทรีย์ที่เป็นของแข็งไปละลายในตัวทำละลาย (solvent) ที่เหมาะสมขณะร้อน [ถ้ามีสิ่งเจือปน (solid impurities) จำนวนเล็กน้อยที่ไม่ละลายให้กรองออกขณะร้อน] เมื่อสารละลายเย็นลงจะเกิดการตกผลึกแยกออกจากสารละลายอย่างช้าๆ โดยที่สิ่งเจือปน (impurities) จำนวนเล็กน้อยก็จะยังคงละลายอยู่ในสารละลาย แยกผลึกออกจากสารละลายโดยการกรองและทำผลึกให้แห้งก็จะได้ผลึกของสารอินทรีย์เคมีที่บริสุทธิ์ ในห้องทดลองปฏิบัติการเคมีอินทรีย์เคมี (organic laboratory) กระบวนการตกผลึกเป็นวิธีรวดเร็วและสะดวกสบายที่สุดในการทำให้สารบริสุทธิ์

ขบวนการในการทำให้สารบริสุทธิ์ โดยการตกผลึกมี 7 ขั้นตอน ดังนี้

1. การเลือกตัวทำละลาย (solvent) และตัวทำละลายผสม (mixed solvent)

1.1 ตัวทำละลาย ในการเลือกตัวทำละลาย คำแนะนำโดยทั่วไปสำหรับนักเคมีให้คำนึงถึงคำว่า "สารยอมละลายได้ดีในตัวทำละลายที่คล้ายกัน" ("like dissolves like") หรือหมายความว่าสารที่มีขั้ว (polar compound) ยอมละลายได้ดีในตัวทำละลายที่มีขั้ว (polar solvent) เหมือนกัน และสารที่ไม่มีขั้ว (nonpolar compound) ยอมละลายได้ดีในตัวทำละลายที่ไม่มีขั้ว (nonpolar solvent) เหมือนกัน เช่น น้ำตาลหรือเกลือซึ่งเป็นสารที่มีขั้วจะละลายได้ดีในน้ำซึ่งเป็นตัวทำละลายที่มีขั้วแต่จะไม่ละลายในน้ำมันซึ่งเป็นตัวทำละลายที่ไม่มีขั้ว และน้ำมันซึ่งเป็นสารที่ไม่มีขั้วจะไม่ละลายในน้ำซึ่งเป็นตัวทำละลายที่มีขั้ว

ตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ไม่มีขั้ว (nonpolar hydrocarbon solvents) เช่น เฮกเซน (hexane) ยอมละลายสารพวกไฮโดรคาร์บอน และสารที่ไม่มีขั้วได้ดี ตัวทำละลายที่มีหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxylic solvent) เป็นตัวทำละลายที่มีขั้วเช่นน้ำและ ethanol หรือ methanol ยอมละลายสารพวกที่มีขั้วได้ดีโดยทั่วไปแล้วมันเป็นการยากมากที่จะตัดสินใจด้วยการพิจารณาจากที่โครงสร้างโมเลกุลของสารว่าเป็นสารที่มีขั้วหรือไม่มีขั้ว แล้วตัดสินใจเลือกตัวทำละลายว่าตัวไหนเป็นตัวทำละลายที่ดีที่สุด ดังนั้นตัวทำละลายที่เหมาะสมที่สุดจะถูกเลือกโดยการทำการทดลอง (by experimentation) โดยวิธีลองผิดลองถูก (trial-and-error process) ดังนี้ นำสารที่จะใช้ในการตกผลึกปริมาณเล็กน้อย (ประมาณ 0.1 กรัม) ใส่ลงในหลอดทดลองแล้วเติมตัวทำละลายทีละหยดเข้าหลอดทดลองตลอดเวลาเมื่อเติมตัวทำละลายครบ 1 มล. (1 mL) ถ้าสารที่ใส่ละลายในตัวทำละลายเย็นละลายหมดที่อุณหภูมิห้อง ตัวทำละลายชนิดนั้นไม่เหมาะสม

ถ้าของแข็งละลายไม่หมดให้นำไปอุ่นในอ่างน้ำร้อน (water bath) จนเดือดพร้อมกับเขย่าตลอดเวลา
สังเกตดูถ้าของแข็งละลายหมดหรือละลายยังไม่หมดให้เติมตัวทำละลายอีกประมาณ 0.5 mL ถ้าของแข็ง
ละลายหมดแสดงว่าของแข็งนี้ละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสมให้ผลดีในการตกผลึก

ตัวทำละลายต่างๆ ไปที่ใช้ในการตกผลึก (common crystallization solvents) จากมีขั้วมาก (polar)
ไปหาขั้วน้อย (non polar) สมบัติทางกายภาพและพวกของสารที่ใช้ในการตกผลึก แสดงไว้ใน

ตารางที่ 2.1

ตัวทำละลายจาก ขั้วมากไปหาขั้วน้อย	สูตรเคมี	จุดเดือด °C	จุดเยือกแข็ง °C	การละลายน้ำ +ละลาย -ไม่ละลาย	การติดไฟ	พวกของสาร ที่ใช้ในการตก ผลึก class of substance
Water	H ₂ O	100°	0	+	-	sulphonic acids, organic salts
Acetic acid	CH ₃ COOH	118	17	+	+	
Dimethylformamide	HCO N(CH ₃) ₂	153	-61	+	+	Carboxylic acids
Methanol	CH ₃ OH	65	-98	+	++	
95% Ethanol	C ₂ H ₅ OH	78	-116	+	++	Phenols Alcohols
Acetone	CH ₃ COCH ₃	56	-95	+	+++	
Ethyl acetate	CH ₃ COOC ₂ H ₅	77.2	-84	-	++	Ketones Tertiary amines
Chloroform	CHCl ₃	61	-63.5	-	-	
Methylene chloride	CH ₂ Cl ₂	41	<0	-	-	Ester Ketone, Aldehydes
Carbon tetrachloride	CCl ₄	77	-23	-	-	
Diethyl ether	C ₂ H ₅ OC ₂ H ₅	35	-116	-	-	Halohydro carbons Ethers
Dioxane	(CH ₂) ₄ O ₂	101	11	+	++	
Ligroin	mixture ของ C _n H _{2n+2}	60-90	<0	-	++++	Hydrocarbons
Petroleum ether	C ₅ H ₁₂ + C ₆ H ₁₄	60-80	<0	-	++++	
Hexane	C ₆ H ₁₄	30-60	<0	-	++++	
Cyclohexane	C ₆ H ₁₂	69	-94.3	-	++++	
Pentane	C ₅ H ₁₂	81	-131.5	-	++++	

หมายเหตุ Methylated spirit คือ Ethanol ที่เติมสารพิษ คือ methanol ลงไปโดยมีวัตถุประสงค์เพื่อนำ ethanol
ไปใช้ในอุตสาหกรรม (b.p. 77-82°C) ติดไฟได้ง่าย Rectified spirit คือ 95% Ethanol b.p. 78°C

สรุป ตัวทำละลายที่เหมาะสมใช้ในการตกผลึกควรมีสมบัติดังต่อไปนี้

- ก. ละลายสารที่จะตกผลึกขณะร้อน ไม่ละลายขณะเย็นหรือละลายได้น้อย สำหรับสิ่งเจือปน (impurities) ควรละลายได้ดีหรือไม่ละลายเลยในตัวทำละลายขณะร้อน (ทำให้สามารถแยกเอาสิ่งเจือปนออกได้เมื่อกรองสารละลายขณะร้อนก่อนปล่อยให้ตกผลึกเมื่อเย็น)
- ข. ต้องมีจุดเดือดต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของสารที่จะตกผลึก
- ค. จุดเดือดควรต่ำ ระบายง่ายเพื่อความสะดวกในการทำผลึกให้แห้ง
- ง. ต้องไม่ทำปฏิกิริยากับสารที่ต้องการตกผลึก
- จ. ควรเลือกตัวทำละลายที่ไม่เป็นพิษ (nontoxic) ที่เป็นพิษและอันตรายมากไม่ควรใช้ เช่น เบนซีน (C_6H_6 , benzene), เมทานอล (methanol) เลือกตัวทำละลายที่ไม่ติดไฟง่าย และที่ราคาถูก

1.2 ตัวทำละลายผสม (Mixed solvents)

ถ้าจากการใช้วิธี ลองผิดลองถูก หาตัวทำละลายเดี่ยวที่เหมาะสมไม่ได้ก็จำเป็นต้องใช้ตัวทำละลายผสม ซึ่งส่วนใหญ่ในการตกผลึกจะพบว่าตัวทำละลายผสมจะเป็นตัวทำละลายที่เหมาะสมที่สุด ตัวทำละลายผสมที่ใช้จะต้องสามารถละลายเป็นเนื้อเดียวกัน ตัวอย่างของตัวทำละลายผสมที่มีประโยชน์และละลายเป็นเนื้อเดียวกัน แสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 ตัวทำละลายผสมที่มีประโยชน์ใช้ในการตกผลึก

ตัวทำละลายผสม	ตัวทำละลายผสม
acetic acid – water	ethylacetate - cyclohexane
ethanol – water	acetone - ligroin
acetone – water	ethyl acetate - ligroin
dioxane – water	diethylether - ligroin
acetone – ethanol	dichloromethane - ligroin
ethanol - diethyl ether	toluene - ligroin
acetone - diethyl ether	dichloromethane - methanol

การตกผลึกโดยใช้ตัวทำละลายผสมทำได้ดังนี้ นำสารที่จะตกผลึกมาละลายในตัวทำละลายที่ละลายได้ดีมากเมื่อเย็นหรือร้อนที่จุดเดือดของตัวทำละลายนั้น จากนั้นค่อยๆ หยดตัวทำละลายที่ไม่ละลายสารนั้นลงไปทีละหยดจนสารละลายขุ่น นำไปอุ่นให้ร้อนจนเดือดพร้อมเขย่า จน

สารละลายไอพอดี้ ถ้าสารละลายยังข้นอยู่ให้ค่อยๆ เติมตัวทำละลายแรกลงไปที่อีกที่ละหยดจนสารละลายไอพอดี้ นำไปอุ่นให้เดือดแล้วปล่อยให้เย็นลงสารก็จะตกผลึก

2. การละลายสารที่จะตกผลึก

เมื่อเลือกตัวทำละลายที่เหมาะสมที่จะนำมาใช้ในการตกผลึกสารนั้นได้แล้ว ให้นำสารที่จะตกผลึกใส่ลงใน Erlenmeyer flask (ไม่ใช่ beaker) ให้เก็บสารที่จะตกผลึกนี้ไว้เล็กน้อย (เพื่อใช้เป็นตัวล่อการตกผลึกในกรณีที่มีปัญหาสารไม่ตกผลึก) เติมตัวทำละลายลงใน Erlenmeyer flask พอประมาณ เขย่าหรือแกว่งของผสมแล้วนำไปต้มให้เดือดใน steam bath หรือ hot plate (ถ้าจุดเดือดมากกว่า 100°C) (ห้ามต้มด้วยไฟที่มีเปลวโดยตรงเพราะไอของสารอินทรีย์เคมีติดไฟง่าย) เมื่อสารละลายเดือดแล้วยังมีของแข็งเหลืออยู่อีกก็ให้เติมตัวทำละลายลงไปที่อีกจนของแข็งละลายหมดพอดี (อย่าเติมตัวทำละลายให้มากเกินไปให้ค่อยๆ เติมทีละน้อยจนของแข็งละลายหมดพอดีเมื่อร้อน) ถ้ามีของแข็งเหลืออยู่นิดหน่อยอาจเป็นสิ่งเจือปน (impurity) ที่ไม่ละลายในตัวทำละลายเมื่อร้อนก็ให้กรองออกในขั้นตอนที่ 4 ถ้าสารละลายที่ได้มีสีก็ให้นำไปฟอกสี (decolorizing) ในขั้นตอนที่ 3 ถ้าสารละลายที่ได้ไม่มีสีหรือสีเหลืองอ่อน, น้ำตาลอ่อน ให้ตกผลึกใน ขั้นตอนที่ 5 ได้

3. การฟอกสีของสารละลาย (Decolorizing the Solution)

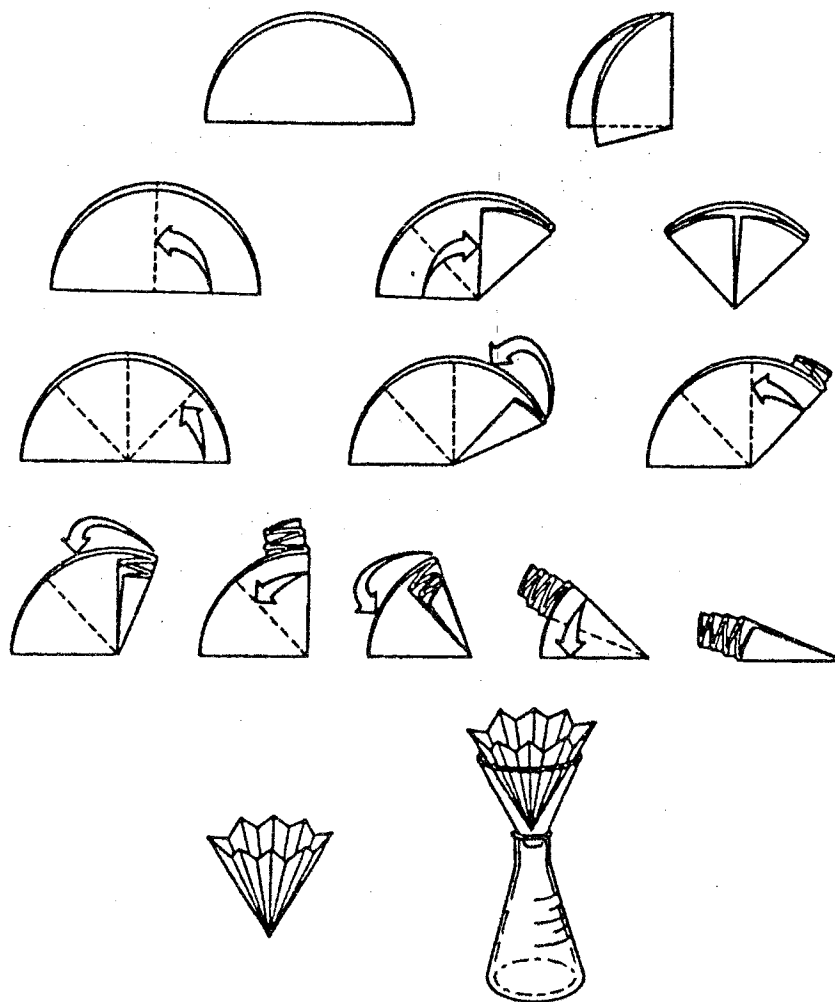
ถ้าสารละลายที่ได้มีสีเป็นสิ่งเจือปนที่มีสี ให้ฟอกสีด้วย "ถ่านฟอกสี" (decolorizing) carbon = activated charcoal = Norit) ซึ่งจะต้องเติมลงไปในสารละลายขณะที่ร้อนที่มี boiling chip อยู่ เพื่อป้องกันการเดือดอย่างรุนแรง (ห้ามเติมถ่านฟอกสีในขณะที่สารละลายกำลังเดือดจะทำให้สารละลายเดือดอย่างรุนแรงและล้นออกจากภาชนะ และอย่าเติมถ่านฟอกสีในขณะที่สารละลายเย็น) นำสารละลายไปต้ม 2 - 3 นาที สิ่งเจือปนที่มีสีจะถูกดูดไว้ที่ผิวของถ่านกรองสารละลายขณะที่ร้อนใน ขั้นตอนที่ 4 ก็สามารถแยกเอาถ่านฟอกสีและสิ่งเจือปนที่มีสีออกไปได้ (อย่าเติมถ่านฟอกสีมากเกินไป เพราะถ่านฟอกสีจะดูดสารที่ตกผลึกไว้ด้วยซึ่งจะทำให้ได้สารน้อยกว่าที่ควร ให้เติมถ่านฟอกสีประมาณ 0.1% ของน้ำหนักของสารละลายก็เพียงพอ)

4. การกรองเอาของแข็งที่เหลืออยู่ออกไป (Filtering suspended solids)

จากการเตรียมสารละลายและต้มให้เดือดใน ขั้นตอนที่ 2 ถ้ามีสิ่งเจือปนที่ไม่ละลายเหลืออยู่ และถ้าใช้ถ่านฟอกสีใน ขั้นตอนที่ 3 จะต้องกรองสารละลายนั้นขณะร้อนด้วยกรวยกรอง (funnel) ก้านสั้นๆ และกระดาษกรองที่พับแบบห้วย (fluted filter paper) (ดูวิธีการพับดังรูปที่ 2. 1) ซึ่งเป็นการพับที่ทำให้มีพื้นที่ผิวในการกรองมากทำให้กรองได้เร็ว วางกรวยกรองที่มีกระดาษกรองพับแบบห้วยวางอยู่นี้ไปวางบน Erlenmeyer flask ดังรูปที่ 2.2 ซึ่งตั้งอยู่บน water bath หรือ hot plate เพื่อทำให้

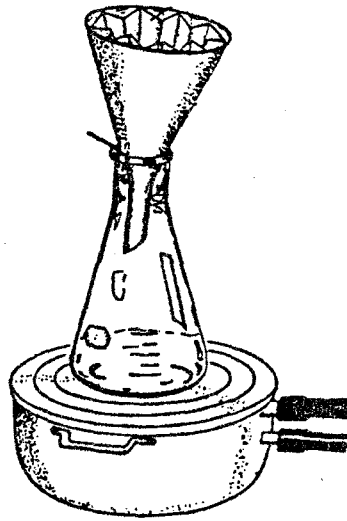
Erlenmeyer flask อุณหภูมิไม่เกิดการตกผลึกในระหว่างที่กรอง การกรองสารละลายขณะร้อนนี้จะไม่กรองภายใต้การลดความดัน (Suction filtration , vacuum filtration) เพราะขณะที่กรองภายใต้การลดความดันสารละลายจะเย็นลงอย่างรวดเร็วทำให้สารตกผลึกในขณะที่ทำการกรอง

รูปที่ 2.1 การพับกระดาษกรองแบบหยัก



แสดงการพับกระดาษกรองแบบจับ

รูปที่ 2.2 การกรองขณะร้อน



แสดงการ กรองสารละลายขณะร้อน

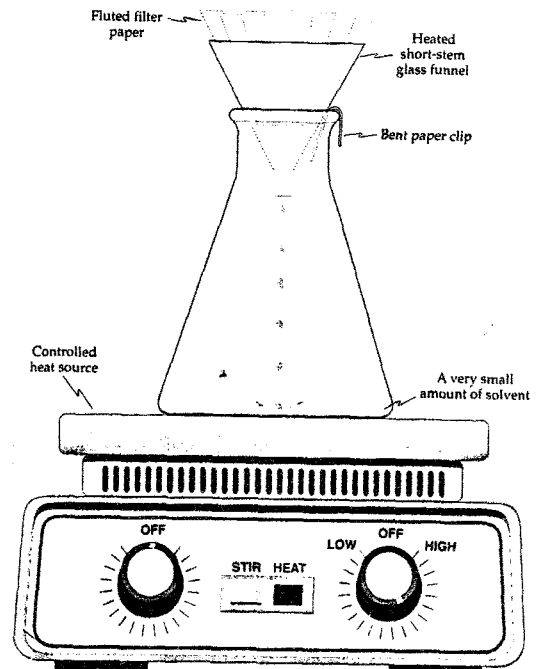


Figure 2.6B Hot filtration.

5. การปล่อยให้สารตกผลึก (Crystallizing the Solute)

สารละลายที่ได้หลังจากการกรองขณะร้อนใน ขั้นตอนที่ 4 นิยมปล่อยให้เย็นลงอย่างช้าๆ ที่ อุณหภูมิห้องจะทำให้ได้ผลึกรูปสวยและรูปใหญ่ ถ้าทำให้สารละลายเย็นลงอย่างรวดเร็วหรือสารละลายได้รับการกระทบกระเทือน โดยการเขย่าหรือคนจะ ได้ผลึกรูปเม็ดเล็กๆ หรือเป็นผง

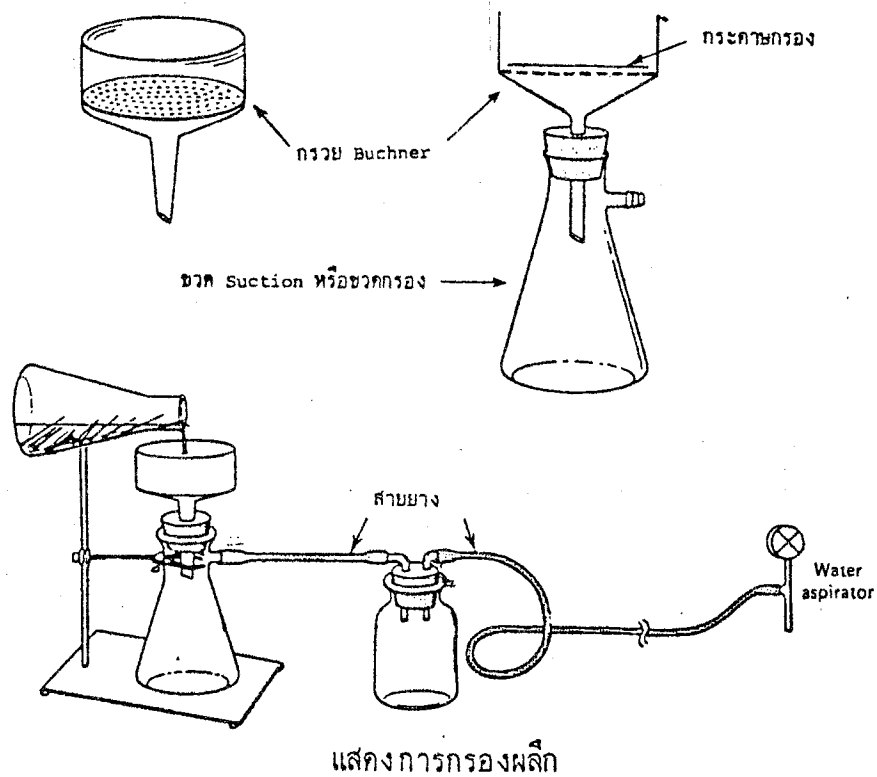
ถ้าสารละลายนี้เย็นลงแล้วยังไม่มีการตกผลึกของสาร จะต้องต้มไล่ตัวทำละลายที่มากเกินไป ออกไปเสียบ้าง ให้สารละลายเข้มข้นมากขึ้น แล้วปล่อยให้เย็นลงอย่างช้าๆ อีกครั้ง หากยังไม่มีการตกผลึกอีก จะต้องใช้วิธีช่วยให้สารตกผลึกซึ่งทำได้ 2 วิธี คือ

ก. การล่อผลึก (seeding) ทำได้โดยใช้สารที่เก็บไว้ก่อนทำการตกผลึกใน ขั้นตอนที่ 2 ใส่ ลงไปในสารละลายนั้นเล็กน้อย 3 - 4 ผลึก ซึ่งจะล่อให้สารนั้น ไปเกาะที่ผลึกทำให้เกิด การตกผลึกได้

ข. การขีดข่วนภาชนะ (scratching) ทำได้โดยใช้ stirring rod ขูดข่วนในภาชนะที่บรรจุสารละลาย นั้นอยู่

6. การกรองและล้างผลึก (Filtration and Washing the Crystals)

สารละลายเมื่อตั้งทิ้งไว้ให้เย็นจะเกิดผลึก นำไปกรองโดยการกรองภายใต้ความดันใช้กระดาษกรองวางบน Buchner funnel ดังรูปที่ 2.3 แล้วใช้ขวดน้ำกลั่นฉีดน้ำลงบนกระดาษกรองเพื่อให้เนบกับกรวย เมื่อกระดาษกรองเนบสนิทกับกรวยแล้วจึงเทสารละลายที่จะกรองลงไปตรงกลางของกระดาษกรอง เปิดน้ำหรือท่อความดันเพื่อลดความดันใน Suction flask เมื่อตัวทำละลาย (solvent) ไหลลงใน suction flask หมดยจะเหลือผลึกบนกระดาษกรอง ล้างผลึกด้วยตัวทำละลายเช่นเดียวกันที่ใช้ในการตกผลึกเพื่อล้างเอาสิ่งเจือปนออกจากผลึก จากนั้นจึงเอากระดาษกรองปิดข้างบนผลึกนั้นกดด้วย spatular หรือ stirring rod จนกระทั่งไม่มีสารละลายหยดออกมาจากกรวย Buchner อีก เอากระดาษกรองที่ปิดด้านบนออกใช้ spectator ตักสารใส่บนกระดาษกรองแล้วนำไปทำให้แห้ง



รูป 2.3

7. การทำผลึกให้แห้ง

เมื่อได้ตัวผลึกใสบนกระจกนาฬิกาแล้ว ให้นำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของผลึกประมาณ 20°C ถ้าได้ผลึกจำนวนน้อยให้ซับด้วยกระดาษกรองแล้วตักใส่กระจกนาฬิกาปล่อยให้แห้งในอากาศ หรือนำไปใส่ใน desiccator ที่มีสารดูดความชื้น anh. CaCl_2 หรือ P_2O_5 อยู่

การทดลอง (Experiments)

ให้รับสารของแข็งที่จะนำมาตกผลึก (Unknown impure solid) ที่ชั่งน้ำหนักแน่นอนแล้ว 2 กรัม นำไปทดลองดังต่อไปนี้

1. แบ่งสารมาเล็กน้อยเก็บแยกไว้เพื่อนำไปใช้ในการหาจุดหลอมเหลว (mp.) และเพื่อใช้เป็นตัวล่อการตกผลึกในกรณีที่มีปัญหาสารไม่ตกผลึก
2. เลือกตัวทำละลายที่เหมาะสมในการตกผลึก โดยใช้สาร Unknown ใส่ลงในหลอดทดลองจำนวน 5 หลอดๆ ละประมาณ 0.1 กรัม จากนั้นเติมตัวทำละลายแต่ละชนิด คือ ethanol, acetone, chloroform, petroleum ether และ toluene ลงไปในแต่ละหลอดปริมาณ 1 mL เขย่าสักครู่แล้วบันทึกผลการละลายของสารแต่ละหลอดที่อุณหภูมิห้องหากหลอดใดยังคงมีสารเหลืออยู่ให้นำไปอุ่นใน water bath จนเดือดพร้อมเขย่าเป็นระยะๆ (สำหรับ petroleum ether ให้อุ่นให้ร้อนก็พอ อย่าให้เดือดเพราะจุดเดือดต่ำจะระเหยออกไปหมด) ถ้าสารยังละลายไม่หมดให้เติมตัวทำละลายนั้นลงไปอีก 0.5 mL. นำไปทำให้ร้อนอีก ถ้ายังมีสารเหลืออยู่อีกแสดงว่าสารนั้นไม่ละลายในตัวทำละลายชนิดนั้น จากนั้นปล่อยให้สารละลายทุกหลอดให้เย็น หลอดใดให้ผลึกของสารมากที่สุดและรูปผลึกสวยที่สุด โดยผลึกจะต้องเกิดอยู่ในสารละลาย (ไม่ใช่เกิดเพราะตัวทำละลายระเหยออกไปหมด) แสดงว่าตัวทำละลายในหลอดนั้นเป็นตัวทำละลายที่เหมาะสมที่สุดในการตกผลึกสาร Unknown นั้น ถ้าไม่มีผลึกเกิดขึ้นเลยทั้ง 5 หลอดก็ให้ทำการทดลองเปลี่ยนตัวทำละลายชนิดใหม่เพิ่มหรืออาจต้องใช้ตัวทำละลายผสม ตามวิธีทำที่ได้กล่าวไว้แล้วข้างต้นในหัวข้อที่ 1
3. วิธีการตกผลึก เมื่อเลือกตัวทำละลายที่เหมาะสมได้แล้วให้ชั่งสาร Unknown ที่ได้ 1 กรัม ใส่ลงใน conical flask ขนาด 100 mL แล้วเติมตัวทำละลายที่เหมาะสมลงไปประมาณ 10 mL (สำหรับ toluene ใช้ประมาณ 5-7 mL) ทำการทดลองตามวิธีที่ได้กล่าวไว้แล้วตาม ขั้นตอนที่ 2,3,4,5,6 และ 7
4. เมื่อได้ผลึกที่ทำให้แห้งแล้วให้ชั่งน้ำหนักเพื่อหา % recovery เสร็จแล้วนำไปหาจุดหลอมเหลว (mp.) ของผลึกที่บริสุทธิ์ที่ได้ เปรียบเทียบกับ impure solid ที่ได้ทำไว้แล้ว
5. ผลึกที่ได้ให้ใส่ขวด sample เขียนสลากติดขวด ดังนี้

การทดลองที่ 2 เรื่องการตกผลึก

สารตัวอย่างเลขที่

ชื่อผู้ทดลอง 1..... กลุ่ม

2..... กลุ่ม

อาจารย์ผู้รับผิดชอบ วันที่ทดลอง

น้ำหนักของสารที่ได้รับ กรัม ผลึกที่ได้หนัก กรัม

% recovery =

จุดหลอมเหลวของผลึกที่ได้ °C

เมื่อเปรียบเทียบกับตารางที่ 1.1 แล้ว คาดว่าเป็นสาร

คำถามท้ายบทการทดลอง

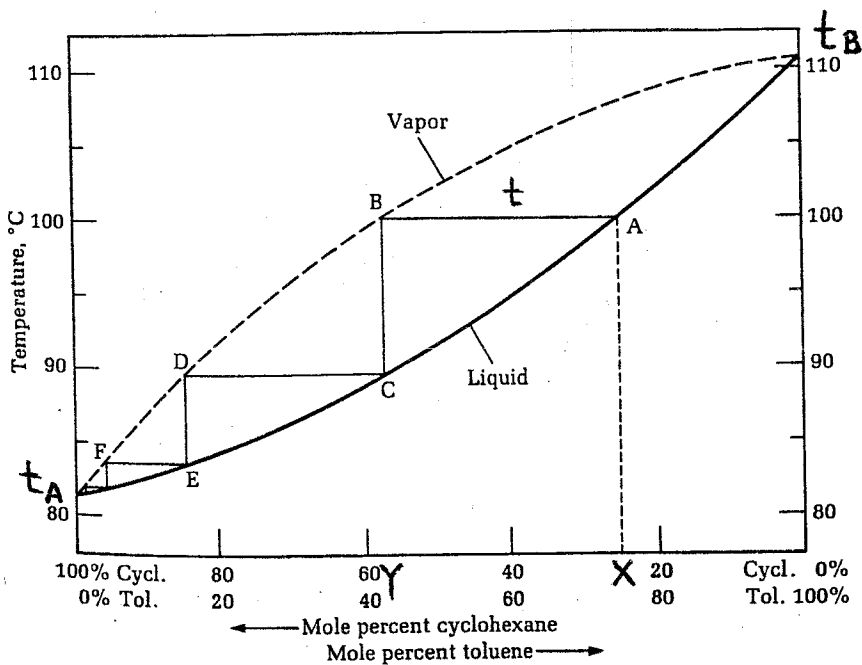
1. ถ้าปล่อยให้สารละลายทิ้งไว้ให้เย็นแล้ว สารนั้นไม่ตกผลึกออกจากสารละลายแม้ว่าจะพยายามชูดข้างในภาชนะหรือล่อผลึกแล้ว ท่านจะมีวิธีการทำอย่างไรให้สารนั้นตกผลึก ?
2. การกรองสารละลายขณะร้อน เพื่อเอาสิ่งเจือปนที่ไม่ละลายเหลืออยู่ออกไปนั้นมักจะมีผลึกติดอยู่บนกระดาษกรองเสมอ ท่านจะป้องกันและ แก้ไขได้อย่างไร ?

ปฏิบัติการที่ 3

การกลั่นแบบธรรมดา (Simple Distillation)

วัตถุประสงค์ เพื่อเรียนรู้วิธีการแยกสารและทำสารให้บริสุทธิ์โดยวิธีกลั่นอย่างง่าย

การกลั่น เป็นการแยกสารและทำสารให้บริสุทธิ์โดยอาศัยหลักความแตกต่างของความดันไอของสารในของผสม เป็นการทำให้ของเหลวกลายเป็นไอ และให้ไอของสารกระทบกับเทอร์โมมิเตอร์แล้วผ่านไปยังตัวควบแน่นกลายเป็นของเหลวไหลลงภาชนะอีกใบหนึ่ง อุณหภูมิที่วัดได้ตอนกลั่นของสารบริสุทธิ์จะคงที่ตลอดเวลา แต่ถ้ากลั่นของเหลวผสมอุณหภูมิที่กลั่นจะไม่คงที่จะเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ ตลอดการกลั่น เพราะส่วนผสมของไอที่กลั่นออกมาจะแปรต่อเนื่องกันในระหว่างกลั่นดังรูปที่ 3.1 แสดง boiling point composition diagram สำหรับของเหลวผสม Cyclohexane และ Toluene



รูป 3.1

จากรูปที่ 3.1 Curve เส้นล่าง (เส้นหนา) แสดงถึงส่วนผสมของของเหลวส่วน Curve เส้นบนแสดงถึงส่วนผสมไอของสาร ถ้าลากเส้นระนาบที่อุณหภูมิคงที่เท่ากับ t ตัดผ่าน Curve เส้นล่างที่ A และ Curve เส้นบนที่ B จะได้ว่าที่อุณหภูมิ t ตัด Curve เส้นล่างที่ A หมายความว่า ของเหลวที่มีส่วนผสม X จะสมดุลกับไอที่มีส่วนผสม Y ซึ่งส่วนผสมนี้จะเป็นโมลเปอร์เซ็นต์ของ Cyclohexane + Toluene Cyclohexane เมื่อบริสุทธิ์จะเดือดที่ t_A เช่นเดียวกัน Toluene จะเดือดที่ t_B เสมอ ส่วนผสมของ Cyclohexane และ Toluene ที่สัดส่วน X เมื่อให้ความร้อน อุณหภูมิของของเหลวผสมจะเพิ่มขึ้นจน

กระทั่งถึงจุดเดือดของของเหลวผสมที่อุณหภูมิ t ซึ่งเป็นไปตามเส้น Ax ที่อุณหภูมินี้ สารเริ่มกลายเป็นไอตามเส้น AB ไอที่เกิดขึ้นก็จะมีส่วนผสมในอัตราส่วน Y อาจกล่าวได้ว่าไอที่เกิดขึ้นในช่วงแรกเมื่อทำการกลั่นของเหลวผสมจะไม่ได้มีเพียงไอของสาร Cyclohexane ที่บริสุทธิ์เพียงอย่างเดียว แต่มันจะประกอบด้วยไอของ Toluene ที่มีจุดเดือดสูงกว่าด้วยเสมอ แม้จะเป็นช่วงเริ่มต้นก็ตาม อย่างไรก็ตาม ไรก็ตาม ไอของสารที่ออกมาช่วงแรกก็จะมีอัตราส่วนของ Cyclohexane มากกว่า

ผลการกลั่นนี้ไม่สามารถที่จะแยกได้อย่างสมบูรณ์โดยการกลั่นอย่างง่ายนี้ ซึ่งวิธีการที่จะแยกสารทั้งสองให้ได้สารบริสุทธิ์ ออกจากกันทำได้ 2 กรณี คือ

ก. จุดเดือดของของเหลวผสมต้องห่างกันมากๆ อย่างน้อย 80°C

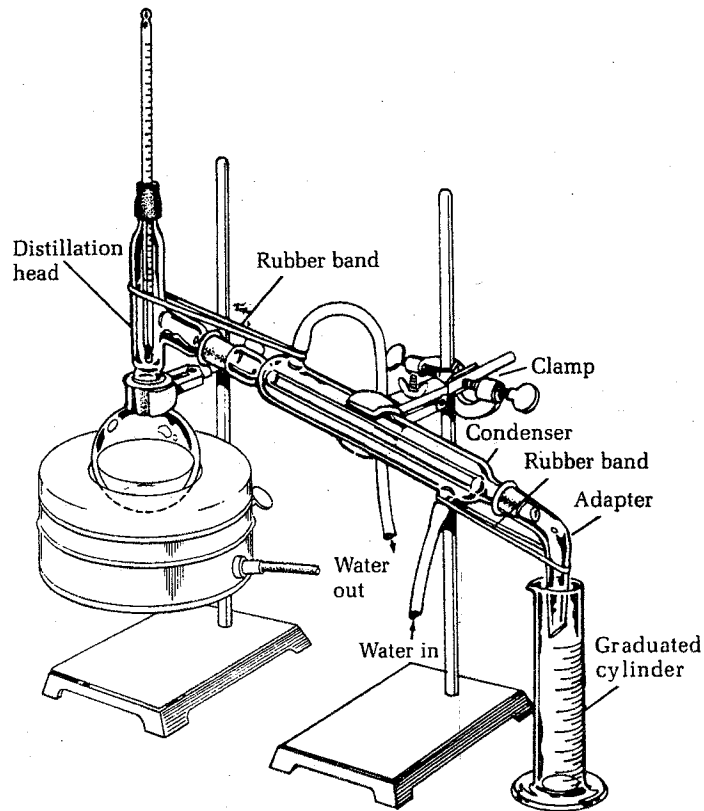
ข. ของเหลวผสม A และ B มีสาร B ปนอยู่เล็กน้อย (น้อยกว่า 10%) ก็จะสามารถกลั่นแยกสาร A บริสุทธิ์ได้ แต่ถ้า A และ B มีจุดเดือดต่างกันไม่มากนักการกลั่นแยกให้ได้สารแต่ละชนิดบริสุทธิ์จำเป็นต้องใช้วิธีการกลั่นลำดับส่วน (fractional distillation) ซึ่งจะกล่าวถึงในการทดลองที่ 4

การกลั่นมีหลายวิธีคือ การกลั่นแบบธรรมดา การกลั่นภายใต้ความดันต่ำ การกลั่นด้วยไอน้ำ (การทดลองที่ 5) และการกลั่นลำดับส่วน (การทดลองที่ 4)

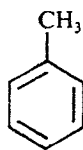
การทดลอง

การกลั่นอย่างธรรมดาเป็นการกลั่นภายใต้ความดันปกติ (1 บรรยากาศ) เครื่องมือที่ใช้ประกอบด้วยขวดก้นกลม (round bottom flask) หัวกลั่น (distilling head) ตัวควบแน่น (condenser) และเทอร์โมมิเตอร์ จัดเครื่องมือดังรูปที่ 3. 2

พวกเครื่องแก้วที่เป็นข้อต่อ (joint) ควรทาด้วยครีม (grease) บางๆ เพื่อป้องกันไม่ให้เครื่องแก้วติดกันแน่น ทำให้ถอดออกจากกันลำบากตอนหลังการทดลองแต่อย่าทามากเกินไป เสร็จแล้วบรรจุสาร cyclohexane 20 mL และ toluene 20 mL ลงในขวดก้นกลม ขนาด 100 mL (อย่าใส่สารเกินกว่าสองในสามของภาชนะ) ให้ใส่เศษกระเบื้องขึ้นเล็กๆ ลงไปสัก 2 - 3 ชิ้น เพื่อป้องกันการเดือดอย่างรุนแรงจากนั้นเริ่มให้ความร้อนอย่างช้าๆ จนกระทั่งสารเริ่มเดือดและกลั่นออกมา บันทึกอุณหภูมิเมื่อสารเริ่มกลั่นตัวออกมาครั้งแรก จากนั้นบันทึกอุณหภูมิอีกครั้งเมื่อกลั่นสารออกมาทุกๆ 5 mL ให้หยุดกลั่นเมื่อของเหลวในขวดกลั่นเหลือประมาณ 3 - 5 mL



Cyclohexane
bp 81.4°C,
den 0.78, MW 84.16



Toluene
bp 110.8°C
den 0.87, MW 92.13

รูปที่ 3.2 แสดงการกลั่นอย่างธรรมดา

เปรียบเทียบจุดเดือดของสารที่กลั่นได้กับจุดเดือดของสารในตารางที่ 2.1 ถ้าจุดเดือดของสารที่กลั่นได้ตรงกับจุดเดือดของสารใด แสดงว่าสารที่ได้จากการกลั่น อาจเป็นสารนั้น บันทึกผลการทดลอง

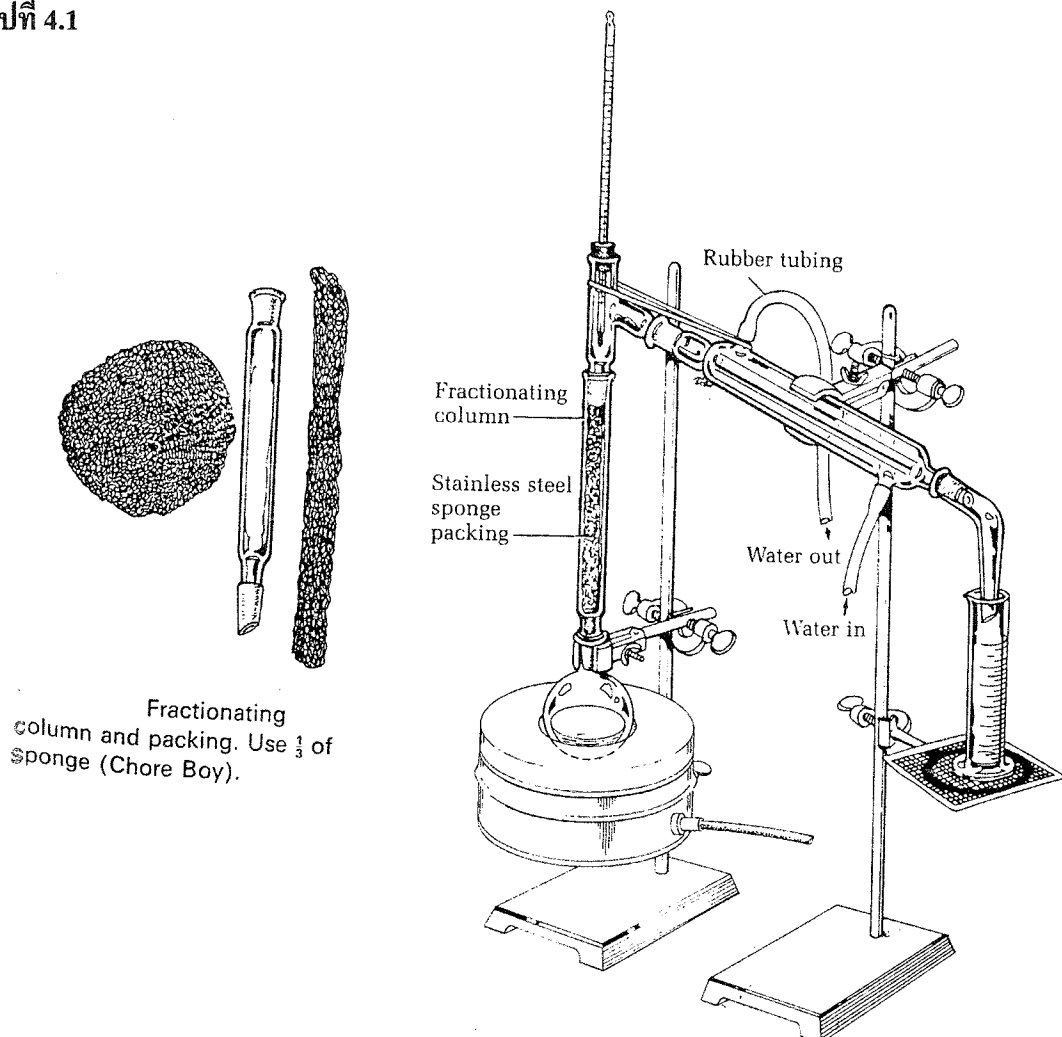
ปฏิบัติการที่ 4

การกลั่นลำดับส่วน (Fractional Distillation)

วัตถุประสงค์ เพื่อเรียนรู้วิธีการแยกสารให้บริสุทธิ์ออกจากของเหลวผสมและศึกษาเทคนิคการใช้เครื่องมือต่างๆ โดยวิธีกลั่นลำดับส่วน

การกลั่นลำดับส่วน เป็นเทคนิคการกลั่นเพื่อแยกสารผสมตั้งแต่สองชนิดขึ้นไปซึ่งผสมรวมเป็นของเหลวเนื้อเดียวกันและมีจุดเดือดที่ต่างกันไม่มากนัก ไม่สามารถกลั่นแยกสารให้บริสุทธิ์ได้ด้วยการกลั่นแบบธรรมดา เทคนิคการกลั่นลำดับส่วนนี้สามารถดัดแปลงนำไปใช้ในอุตสาหกรรมการกลั่นน้ำมัน petroleum ซึ่งเป็นส่วนผสมของของเหลวพวก hydrocarbons ของเหลวที่ผสมเป็นเนื้อเดียวกันนี้จะมี ความดันไอที่ประกอบด้วย โมเลกุลของของเหลว นั้น ๆ ด้วยอัตราส่วนที่แตกต่างกันไป ซึ่งขึ้นกับอุณหภูมิ ในทำนองเดียวกันส่วนผสมในของเหลวก็จะมีอัตราส่วนต่างๆ กันตามอุณหภูมิด้วย ดังรูปกราฟรูปที่ 3.1 ในการทดลองที่ 3 การกลั่นแบบธรรมดา ซึ่งได้กล่าวอธิบายไว้แล้ว (ให้อ่านเพิ่มเติมอีกครั้งหนึ่งในการทดลองที่ 3 เพื่อให้เข้าใจถึงหลักการกลั่นลำดับส่วนดีขึ้น)

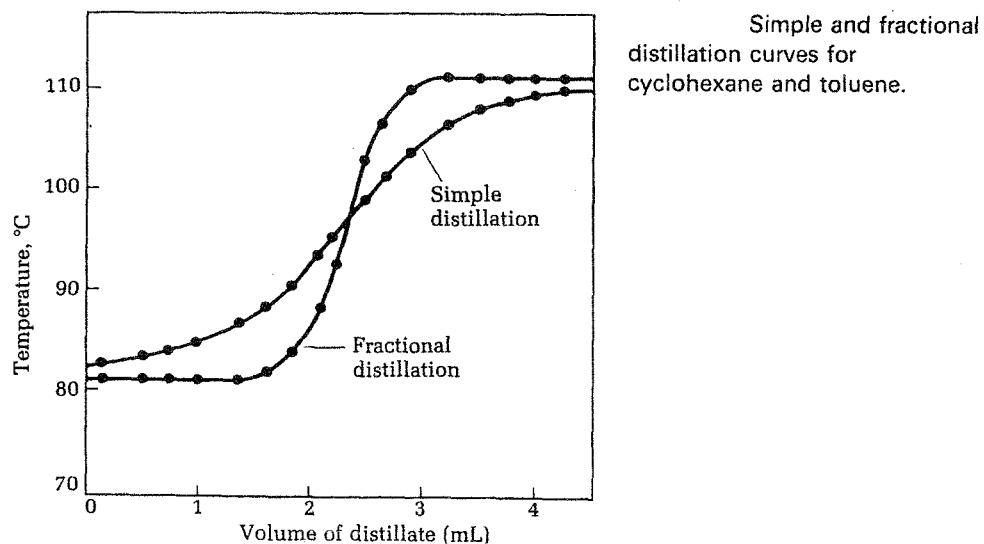
รูปที่ 4.1



การทดลอง (Experiment)

การกลั่นลำดับส่วนเพื่อแยก Cyclohexane (bp 81.4°C) จาก Toluene (bp 110.6°C) ภายใต้ความดันปกติ (1 บรรยากาศ) เครื่องมือที่ใช้คล้ายกับการกลั่นแบบธรรมดา แต่มีคอลัมน์ (Column) ขนาด 20 - 22 มม. บรรจุคอลัมน์ด้วยแท่งแก้วที่เป็นเกลียว หรือวงแหวนแก้ว (ขนาด 0.25 " x 0.25 ") หรือ porcela in rings เพื่อให้วงแหวนแก้วบรรจุอยู่ในคอลัมน์ได้ใส่ลวดที่ปลายคอลัมน์รองรับไว้ บรรจุวงแหวนแก้วให้สูงประมาณ 30 ซม. โดยให้ด้านบนอยู่ห่างจาก side arm ของหัวกลั่นมากกว่า 5 ซม. ติดหัวกลั่นแบบธรรมดาหรือแบบ Claisen ดังรูปแสดงในรูปที่ 4.1 เครื่องมือทุกชิ้นต้องแห้งเติม Cyclohexane 50 mL และ toluene 50 mL ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 mL ใส่ boiling chip 2 - 3 เม็ด ใช้ตะเกียงเบนซีนเผาที่ flask ให้ร้อนอย่างช้าๆ เพื่อให้ของเหลวกลั่นออกมาอย่างช้าๆ (ไม่ควรมากกว่า 1 mL ใน 1.5 - 2 นาที) ให้สังเกตอุณหภูมิที่เทอร์โมมิเตอร์บันทึกอุณหภูมิทุกๆ 1 mL ที่ของเหลวกลั่นออกมาหยดลงไปที่ graduated cylinder ให้ใช้ aluminum foil ห่อหุ้มรอบคอลัมน์และหัวกลั่นเพื่อกันลมพัดและทำให้อุณหภูมิที่อ่านได้จากเทอร์โมมิเตอร์ตรงหัวกลั่นถูกต้องเที่ยงตรงขึ้น พยายามควบคุมให้ความร้อนอย่างช้าๆ และให้คงที่สม่ำเสมอและให้บันทึกผลการทดลองค่าของอุณหภูมิและปริมาตรของเหลวที่กลั่นออกมาได้ให้ถี่มากขึ้น เมื่ออุณหภูมิของของเหลวเริ่มเปลี่ยนแปลงสูงขึ้น เมื่อของเหลวที่กลั่นออกมาใน graduated cylinder เริ่มจะเต็มก็ให้ย้ายใส่ลงไปใน Erlenmeyer flasks ให้เก็บของเหลวที่กลั่นได้แยกเป็นส่วนๆ ส่วนที่อุณหภูมิไม่คงที่และส่วนที่อุณหภูมิคงที่ให้เก็บแยกไว้ใน Erlenmeyer flask คนละใบ ให้หยุดกลั่นเมื่อของเหลวในขวดกลั่นเหลือประมาณ 3 - 5 mL รวบรวมของเหลวที่กลั่นได้ส่วนที่มีอุณหภูมิคงที่ที่คิดว่าเป็นของเหลวที่บริสุทธิ์นำไปชั่งน้ำหนักของเหลวที่กลั่นได้ บันทึกผลการทดลองและอุณหภูมิจุดเดือดของของเหลวนั้น ให้ plot graph ระหว่างจุดเดือดของของเหลวที่กลั่นได้กับปริมาตรของของเหลวที่กลั่นตัวออกมาดังแสดงในรูปที่ 4.2

รูปที่ 4.2



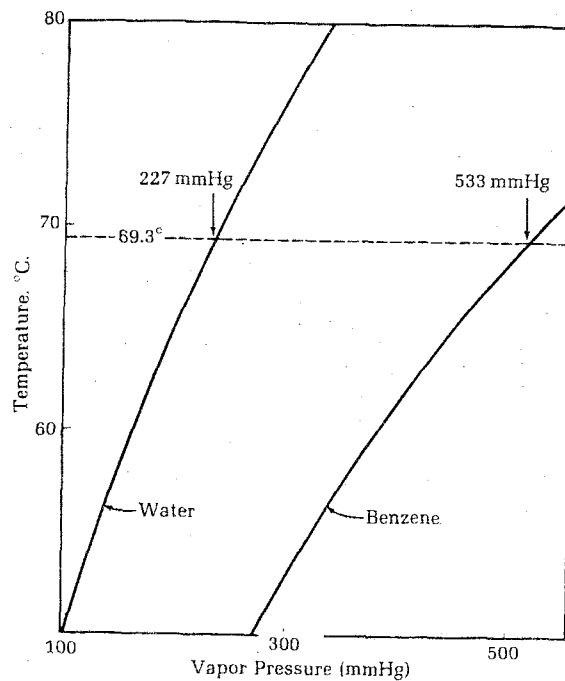
ปฏิบัติการที่ 5

การกลั่นด้วยไอน้ำ (Steam Distillation)

วัตถุประสงค์ เพื่อเรียนรู้เทคนิค หลักการ และขอบเขตการใช้งานของเครื่องมือกลั่นด้วยไอน้ำ

การกลั่นด้วยไอน้ำเป็นเทคนิคในการกลั่นแยกของเหลวผสมให้บริสุทธิ์อีกแบบหนึ่งในจำนวนเทคนิคการกลั่นหลาย ๆ แบบที่ได้กล่าวไปแล้ว คือ การกลั่นแบบธรรมดา (simple distillation) (การทดลองที่ 3) และการกลั่นลำดับส่วน (fractional distillation) (การทดลองที่ 4) จากการทดลองที่ 4 การกลั่นลำดับส่วนที่ได้ทำการทดลองไปแล้วนั้น ซึ่งเป็นการกลั่นแยกของเหลวผสมระหว่าง Cyclohexane และ toluene ซึ่งของเหลวผสมนี้จะละลายเป็นเนื้อเดียวกัน (miscible liquids) และจากการทดลองนี้เราพบว่า จุดเดือดของของเหลวผสมที่ละลายเป็นเนื้อเดียวกันนี้ จุดเดือดของมันจะอยู่ระหว่างจุดเดือดของของเหลวที่บริสุทธิ์แต่ละตัวก่อนผสม คือ จุดเดือดของของเหลวผสม Cyclohexane และ toluene จะอยู่ระหว่างจุดเดือดของ Cyclohexane ที่บริสุทธิ์กับจุดเดือดของ toluene ที่บริสุทธิ์ก่อนผสมรวมกันในทางกลับกันถ้านำเอาของเหลวผสมของของเหลวสองชนิดที่ไม่ละลายเป็นเนื้อเดียวกัน (immiscible liquids) เช่น ของเหลวผสมของเบนซีนกับน้ำซึ่งจะเป็นของเหลวผสมที่ไม่ละลายเป็นเนื้อเดียวกันมาทำการกลั่น จะได้ว่าจุดเดือดของของเหลวผสม จะต่ำกว่าจุดเดือดของของเหลวที่บริสุทธิ์แต่ละตัวก่อนผสม เนื่องจากของเหลวทั้งสองไม่ละลายซึ่งกันและกัน โมเลกุลของเบนซีนในเบนซีนแต่ละหยดจะไม่ถูกทำให้เดือดลงโดยโมเลกุลของน้ำจากหยดน้ำที่อยู่ล้อมรอบอยู่อย่างใกล้ชิด ดังนั้น ความดันไอที่เกิดขึ้นในตัวเบนซีนในของเหลวก็คือ ความดันไอของเบนซีนนั่นเองที่อุณหภูมินั้น และความดันไอของน้ำในของเหลวผสมก็คือ ความดันไอน้ำที่อุณหภูมินั้นเช่นกัน เนื่องมาจากมันไม่ผสมละลายเป็นเนื้อเดียวกัน ของเหลวทั้งสองแต่ละตัวก็จะเกิดความดันอย่างอิสระต่อด้านความดันภายนอก และเมื่อผลรวมของความดันที่เกิดขึ้นทั้งสองเท่ากับความดันของเหลวผสมนั้นก็เกิดการเดือดขึ้น ตัวเบนซีนเองมีความดันไอเท่ากับ 760 torr ที่ 80.0°C และถ้าเบนซีนผสมกับน้ำผลรวมความดันไอของของเหลวจะต้องเท่ากับ 760 torr ที่อุณหภูมิใดอุณหภูมิหนึ่งที่ต่ำกว่า 80.1°C อุณหภูมินี้ก็คือ จุดเดือดของของเหลวซึ่งสามารถที่จะคำนวณได้ถ้าทราบค่าความดันไอของของเหลวที่บริสุทธิ์แต่ละตัวก่อนผสมรูปที่ 5.1 แสดงการ plot กราฟ ของความดันไอน้ำกับเบนซีนที่อุณหภูมิระหว่าง $50-80^{\circ}\text{C}$ จะเห็นว่าเมื่อลากเส้นปะในแนวราบตัด Curve ทั้งสองของน้ำและเบนซีนที่ค่าผลรวมของความดันไอของของเหลวผสมทั้งสองเท่ากับ 760 torr อุณหภูมิที่อ่านได้จากกราฟ = 69.3°C ก็คือจุดเดือดของของเหลวผสมนั่นเอง

Vapor pressure vs. temperature curves for water and benzene.



รูปที่ 5.1

ในทางปฏิบัติบางครั้งพบว่าของเหลวหรือของแข็งที่มีคุณสมบัติเหมือนเบนซีน เมื่อผสมกับน้ำระเหยออกมาที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดเดือดของมัน เช่น naphthalene เป็นของแข็งมีจุดเดือดที่ 218°C เมื่อผสมกับน้ำจะกลั่นออกมาที่อุณหภูมิต่ำกว่า 100°C เนื่องจาก naphthalene เป็นสารระเหยไม่เร็วนัก ดังนั้นจึงจำเป็นต้องใช้น้ำเป็นตัวพาให้กลั่นตัวออกมาโดยการผ่านไอน้ำเข้าไปในของเหลวผสมที่ต้มจนเดือดที่มี naphthalene และน้ำผสมรวมกันอยู่ ขบวนการนี้เรียกว่า การกลั่นด้วยไอน้ำ (steam distillation)

การกลั่นด้วยไอน้ำมีขอบเขตจำกัด ดังนี้ คือ

1. สารนั้นต้องไม่รวมตัวกับน้ำ
2. สารนั้นจะต้องไม่ทำปฏิกิริยากับไอน้ำ หรือสลายตัวเมื่อถูกไอน้ำ
3. สารนั้นจะต้องมีความดันไอไม่น้อยกว่า 5 mmHg ที่อุณหภูมิ 100°C

กฎของดาลตัน (Dalton' law)

ความดันไอของของเหลว 2 ชนิด ที่ผสมกันแล้วไม่ละลายซึ่งกันและกันจะเท่ากับความดันไอรวมของสารบริสุทธิ์แต่ละชนิดที่ผสมกันอยู่

$$P_{\text{total}} = P_A + P_B \quad \dots\dots\dots (1)$$

และเมื่อให้ความร้อนจนกระทั่งความดันไอผสม ($P_A + P_B$) มีค่าเท่ากับความดันบรรยากาศเหนือภาชนะโดยกำหนดให้เป็น 760 mmHg จะได้

$$P_{\text{total}} = P_A + P_B = 760 \text{ mmHg} \quad \dots\dots\dots (2)$$

และจำนวนโมลของไอของสารผสมที่กลั่นออกมาจะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความดันไอของสารที่เป็นองค์ประกอบ

$$\frac{n_B}{n_A} = \frac{P_B}{P_A} \quad \dots\dots\dots (3)$$

หรือ
$$\frac{W_B}{W_A} = \frac{M_B P_B}{M_A P_A} \quad \dots\dots\dots (4)$$

เมื่อ W_A = น้ำหนักของสาร A มีหน่วยเป็นกรัม

W_B = น้ำหนักของสาร B มีหน่วยเป็นกรัม

M_A = น้ำหนักโมเลกุลของสาร A มีหน่วยเป็นกรัมต่อโมล

M_B = น้ำหนักโมเลกุลของสาร B มีหน่วยเป็นกรัมต่อโมล

P_A = ความดันไอของสาร A มีหน่วยเป็น mmHg

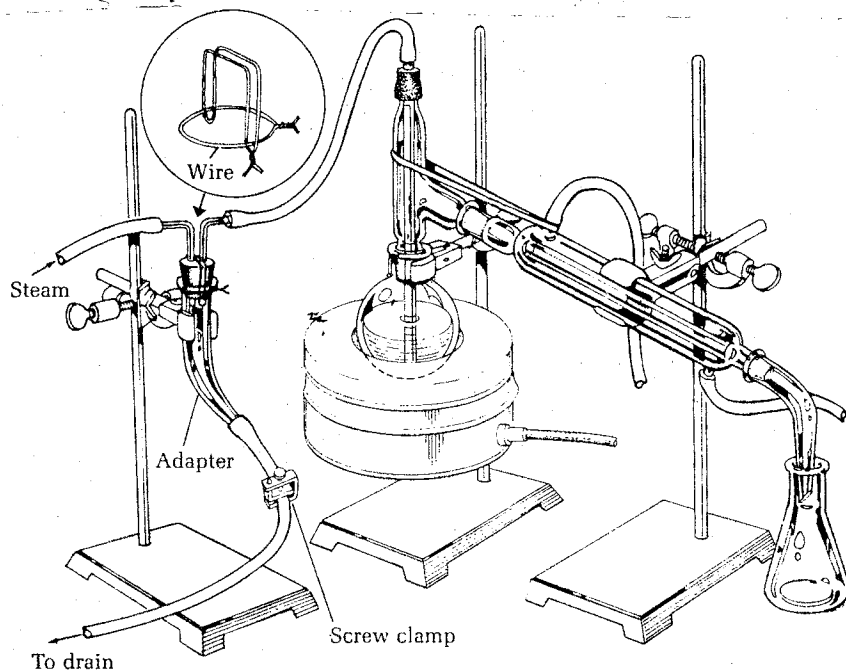
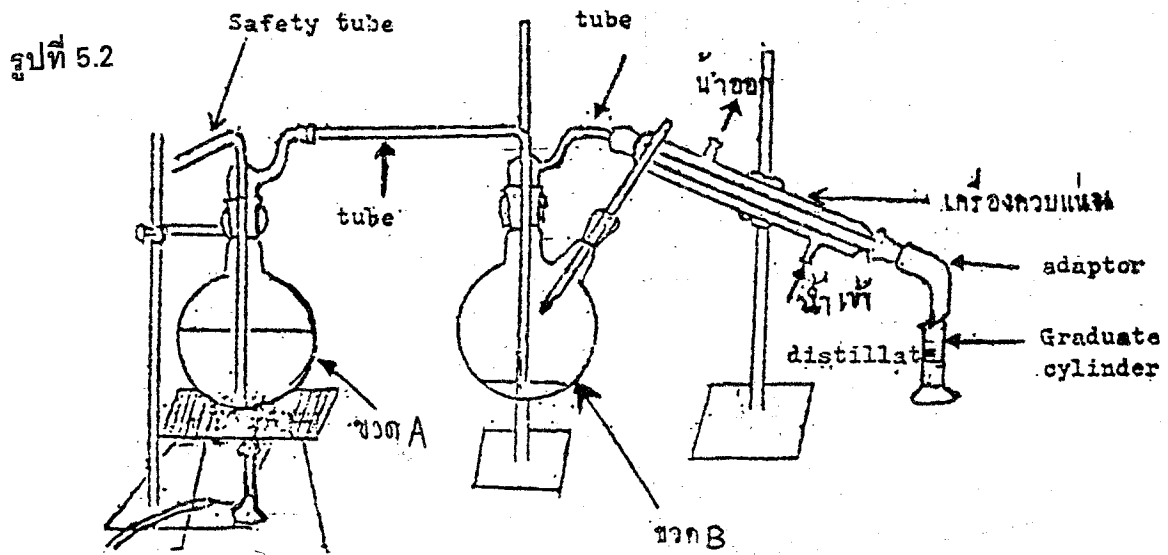
P_B = ความดันไอของสาร B มีหน่วยเป็น mmHg

จากสมการที่ 4 จะเห็นว่าอัตราส่วนโดยน้ำหนักของสารที่ต้องการแยกย่อมขึ้นกับความดันไอของสารและน้ำหนักโมเลกุลของสารนั้นด้วย และตลอดระยะเวลาการกลั่นนั้นสารผสมที่กลั่นออกมาจะประกอบด้วยสารที่เป็นองค์ประกอบที่มีสัดส่วนคงที่ และอุณหภูมิที่สารกลั่นออกมานั้นไม่เปลี่ยนแปลงตรวจดูที่ซึ่งมีสารผสมอยู่ จากการทดลองในห้องปฏิบัติการสามารถหาความดัน

ไอของสารทั้งสองชนิดได้ ณ อุณหภูมิที่ทำการกลั่น โดยสามารถทราบน้ำหนักของสารที่กลั่นแยกออกมา (W_B) และน้ำหนักของน้ำที่ออกมาพร้อมกับสาร (W_A)

การทดลอง (Experiments)

การทดลองนี้จะศึกษาการแยกของผสมระหว่าง p-Dichlorobenzene กับ Benzoic acid โดยวิธีการกลั่นด้วยไอน้ำ เครื่องมือสำหรับการกลั่นด้วยไอน้ำประกอบด้วย ขวดกลั่นให้ไอน้ำ (A) ขวดกลั่นที่ใส่สารที่ด้อยแยก (B) safety tube และ tube สำหรับนำไอน้ำ เทอร์โมมิเตอร์ เครื่องควบคุมแรงดัน และภาชนะรองรับสาร จัดเครื่องมือดังแสดงในรูปที่ 5.2 เติมน้ำลงในขวดกลั่นก้นกลม (A) 250 mL พร้อมกับใส่ boiling chip ลงไป 3-4 เม็ด แล้วปิดจุกด้วย safety tube และ tube สำหรับนำไอน้ำดังรูปที่ 5.2 เติมน้ำของผสมระหว่าง p-dichlorobenzene กับ benzoic acid อย่างละ 1 กรัม ลงไปในขวดกลั่นก้นกลม (B) ที่มี 2 คอ พร้อมกับเติมน้ำลงไป 5 mL แล้วปิดจุกด้านบนด้วย safety tube พร้อมกับเสียบ thermometer ที่อีกคอหนึ่งของขวด (B) ดังรูปที่ 5.2



ต่อขวดก้นกลม (A) และ (B) เข้าด้วยกันดังรูปที่ 5.2 ดันน้ำในขวดก้นกลม (A) ให้เดือด ให้น้ำจะผ่านไปตาม tube ลงไปในของผสมที่ต้องการแยกในขวดก้น (B) ซึ่งความดันไอน้ำนี้จะผสมกับไอของสารระเหยง่ายในของผสมออกมาตาม tube อ่านอุณหภูมิของไอเมื่อสารเริ่มกลั่นออกมา เมื่อสารกลั่นออกมามาก และเมื่อสารออกหมดแล้ว เปรียบเทียบอุณหภูมิทั้งสามตอนนี้ว่าแตกต่างกันหรือไม่ เนื่องจากสารที่กลั่นออกมากับไอน้ำเป็นของแข็งที่อุณหภูมิห้อง ดังนั้นในขณะที่ไอของสารผ่านเครื่องควบแน่นจะกลายเป็นของแข็งติดอยู่ภายในเครื่องควบแน่น ให้น้ำที่เข้าเครื่องควบแน่นของแข็งจะละลายออกมาใน Graduated Cylinder ที่รองรับเมื่อของแข็งละลายออกมาหมดแล้ว ให้น้ำเข้าเครื่องควบแน่นใหม่ เมื่อสารและปริมาณน้ำที่ถูกกลั่นออกมาใน graduated cylinder ที่รองรับประมาณ 5 mL ก็ให้หยุดกลั่นได้ สารที่กลั่นได้ใน graduated cylinder จะประกอบด้วยของแข็งและน้ำให้กรองด้วยกรวยกรองธรรมดาที่มีกระดาษกรองอยู่ ชั่งน้ำหนักของน้ำที่ได้ ส่วนผลึกให้ใช้กระดาษกรองซับให้แห้งวางตากบนกระดาษฟิลา จนแห้ง (อย่านำไปอบในเตาอบ เพราะสารนี้จุดหลอมเหลวต่ำ และระเหยง่าย) ชั่งน้ำหนักและใส่ขวด sample ส่ง ส่วนสารละลายที่เหลือในขวดกลั่นเมื่อตั้งทิ้งไว้ให้เย็นสารที่เหลือจากการกลั่นจะตกผลึกออกมากรองด้วย Buchner funnel ซับผลึกที่ได้ด้วยกระดาษกรองให้แห้ง นำไปอบให้แห้งชั่งน้ำหนักและใส่ขวด sample ส่ง

คำถามท้ายบท

จงคำนวณหาอัตราส่วนความดันไอของสารที่ได้ต่อความดันไอน้ำจากการทดลองนี้

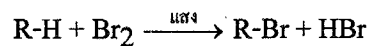
ปฏิบัติการที่ 6

ปฏิกิริยาของสารประกอบไฮโดรคาร์บอน

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาปฏิกิริยาของสารประกอบพวก Aliphatic hydrocarbon

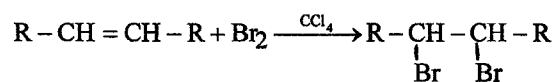
Aliphatic hydrocarbon แบ่งออกเป็น

1. สารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัว (Saturated hydrocarbons) ได้แก่ สารประกอบพวกอัลเคน (Alkanes) มีสูตรโมเลกุลทั่วไปเป็น $C_nH_{2n} + 2$ โมเลกุลของอัลเคนอะตอมของคาร์บอนเกาะกันด้วยพันธะโคเวเลนต์ชนิดพันธะเดี่ยว (single covalent bonds) เท่านั้น ดังนั้นสารพวกอัลเคนจึงเฉื่อยต่อปฏิกิริยา แต่ภายใต้สภาวะที่มีพลังงานสูงเช่น เมื่อใช้แสงหรือความร้อน อัลเคนก็สามารถเกิดปฏิกิริยาเคมีได้ โดยทั่ว ๆ ไปมักจะเป็นปฏิกิริยาการแทนที่ (substitution reaction) เช่น ปฏิกิริยากับโบรมีนเมื่อมีแสงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) เราจะสังเกตได้จากสีน้ำตาลแดงของโบรมีนในคาร์บอนเตตระคลอไรด์จางลง หรือจากการมีแก๊สไฮโดรเจนโบรไมด์ (HBr) เกิดขึ้น ปฏิกิริยาจะเกิดช้ากว่าสารพวกอัลคีน (alkene) ดังสมการ

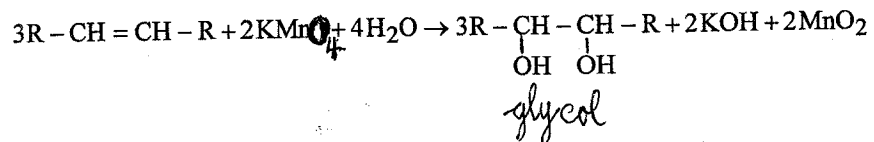


2. สารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัว (Unsaturated hydrocarbons) ได้แก่ สารประกอบพวกอัลคีน (Alkenes) มีสูตรโมเลกุลทั่วไปเป็น C_nH_{2n} ภายในโมเลกุลจะมีพันธะคู่ (double bonds) และสารพวกอัลไคน์ (Alkynes) มีสูตรโมเลกุลทั่วไปเป็น C_nH_{2n-2} ภายในโมเลกุลจะมีพันธะสาม (triple bonds) สารพวกอัลคีน ภายในโมเลกุลมีอย่างน้อยหนึ่งพันธะคู่ ซึ่งประกอบด้วยหนึ่งพันธะซิกมา (sigma bond) กับหนึ่งพันธะไพ (pi bond) ดังนั้นสารพวกอัลคีนจึงเกิดปฏิกิริยาได้ว่องไวกว่าสารพวกอัลเคน ปฏิกิริยาส่วนใหญ่ของสารพวกอัลคีนจะเป็นปฏิกิริยาการเพิ่ม (addition reaction) เช่น

1. ปฏิกิริยากับโบรมีนในคาร์บอนเตตระคลอไรด์ สีน้ำตาลแดงของสารละลายโบรมีนจะจางหายไปและไม่มีแก๊ส HBr เกิดขึ้น ดังสมการ

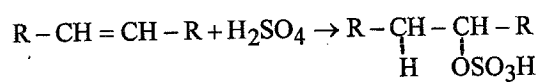


2. ปฏิกริยากับสารละลาย KMnO_4 ปฏิกริยานี้มีชื่อว่า Baeyer test for unsaturation ใช้เป็นการทดสอบข้อแตกต่างระหว่างอัลคีนกับอัลเคน โดยสารพวกอัลคีนจะถูกออกซิไดส์ด้วยสารละลายโพตัสเซียมเปอร์แมงกานेट (KMnO_4) ในน้ำได้ glycol เกิดขึ้นเมื่อเกิดปฏิกริยาสีม่วงของ KMnO_4 จะจางหายไปและได้ตะกอนสีน้ำตาลแดงของแมกนีสไดออกไซด์ (MnO_2) เกิดขึ้น ดังสมการ



ส่วนสารพวกอัลเคนจะไม่ฟอกสีสารละลาย KMnO_4



3. ปฏิกริยากับ $\text{conc. H}_2\text{SO}_4$ ปฏิกริยานี้ใช้การบอกความแตกต่างระหว่างอัลเคนและอัลคีนได้ โดยอัลเคนจะไม่ทำปฏิกริยากับกรดซัลฟิวริกเข้มข้น ($\text{conc. H}_2\text{SO}_4$) ที่เย็น ส่วนอัลคีนจะเกิดปฏิกริยาการเพิ่มกับกรดซัลฟิวริกตรงพันธะคู่ ปฏิกริยานี้ให้ความร้อนได้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกันและสีของสารละลายเข้มข้น ดังสมการ



อุปกรณ์ : หลอดทดลองขนาด 1.5 x 15 cm

บีกเกอร์ ขนาด 100 cm³

สารเคมี

1. ไซโคลเฮกเซน  หรือปีโตรเลียมอีเทอร์
2. ไซโคลเฮกซีน 
3. 0.5 % KMnO_4 ในน้ำ
4. 2% Br_2 ใน CCl_4
5. กรดซัลฟิวริกเข้มข้น

การทดลอง

การทดลองนี้ชี้ให้เห็นปฏิกิริยาที่แตกต่างกันระหว่าง อัลเคนหรือไซโคลอัลเคน ซึ่งเป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัว และอัลคีน ซึ่งเป็นไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวในการทดลอง สารพวกอัลเคนหรือไซโคลอัลเคนจะใช้ปฏิกิริยาปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสซึ่งเป็นสารผสมของอัลเคน (C₅-C₆) หรืออาจจะใช้ไซโคลเฮกเซน (cyclohexane) ก็ได้ ส่วนสารพวกอัลคีนจะใช้ไซโคลเฮกซีน (cyclohexene) ซึ่งเกิดปฏิกิริยาแบบเดียวกันกับสารพวกอัลคีน

1. การละลายในน้ำ

นำหลอดทดลองมา 2 หลอด ใส่หลอดละ 2 cm³ แล้วหยดไซโคลเฮกซีนลงในหลอดแรก 3 หยด หยดไซโคลเฮกเซนหรือปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสลงในหลอดที่สอง 3 หยด บันทึกผลว่าละลายหรือไม่ละลาย และบันทึกด้วยว่าอัลคีนและอัลเคนหนักหรือเบากว่าน้ำ

2. ปฏิกิริยากับโบรมีนในคาร์บอนเตตระคลอไรด์ (Bromine test)

ข้อควรระวัง : อย่าให้โบรมีนโดนผิวหนัง หรือสูดไอของโบรมีนเข้าไป

ก. นำหลอดทดลองที่แห้งมา 2 หลอด ใส่ไซโคลเฮกเซนลงไปหลอดละ 5 หยด แล้วหยดสารละลายโบรมีนใน CCl₄ ช้ำ ๆ ทีละหยดจนครบ หลอดละ 10 หยด รีบปิดด้วยจุกคอร์กทั้งสองหลอดทันที เขย่า นำหลอดหนึ่งไปใส่ไว้ในตู้ทึบแสงไม่ให้ถูกแสงสว่าง อีกหลอดหนึ่ง ตั้งทิ้งไว้บนโต๊ะที่สว่างนาน 15 นาที เปรียบเทียบสีของโบรมีนในทั้งสองหลอด เพื่อดูว่าหลอดไหนเกิดหรือไม่เกิดปฏิกิริยา สำหรับหลอดที่เกิดปฏิกิริยาให้ทดสอบว่ามีแก๊สไฮโดรเจนโบรไมด์ (HBr) หรือไม่ โดยใช้กระดาษลิตมัสที่ขึ้นสีน้ำเงินอังที่ปากหลอด ถ้ามี HBr กระดาษลิตมัสจะเปลี่ยนเป็นสีแดงหรือสังเกตได้ว่าที่ปากหลอดจะมีควันสีขาวซึ่งเกิดจากแก๊ส HBr รวมตัวกับไอน้ำในอากาศ บันทึกผล

ข. ทำการทดลองซ้ำแบบเดิมเหมือนในข้อ ก แต่ใช้ไซโคลเฮกซีนแทนไซโคลเฮกเซน เปรียบเทียบผลปฏิกิริยาที่ได้กับไซโคลเฮกเซน บันทึกผล

3. ปฏิกิริยาการละลาย KMnO₄ ในน้ำ (Baeyer test)

นำหลอดทดลองมาใส่สารละลาย KMnO₄ ในน้ำเข้มข้น 0.5% ลงไปจำนวน 1 cm³ แล้วหยดไซโคลเฮกเซนลงไปจำนวน 5 หยด เขย่าหลอดนาน 1-2 นาที สังเกตผลของปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น

ทำการทดลองซ้ำแบบเดิม แต่ใช้ไซโคลเฮกซีนแทนไซโคลเฮกเซน เปรียบเทียบผลของปฏิกิริยาที่ได้กับไซโคลเฮกเซน บันทึกผล

4. ปฏิกริยากับกรดซัลฟิวริกเข้มข้น (Sulphuric acid test)

ค่อย ๆ รินกรดซัลฟิวริกเข้มข้นลงในหลอดทดลองจำนวน 1 cm³ หยดไซโคลเฮกเซนลงไป 10 หยด เขย่าหลอดทดลองด้วยความระมัดระวัง สังเกตการเปลี่ยนแปลง เช่น มีการเปลี่ยนสีหรือมีความร้อนเกิดขึ้น ของเหลวแยกชั้นหรือรวมเป็นเนื้อเดียวกัน เป็นต้น

ทำการทดลองซ้ำแบบเดิม แต่ใช้ไซโคลเฮกซีนแทนไซโคลเฮกเซน เปรียบเทียบผลของปฏิกิริยาที่ได้กับไซโคลเฮกเซน บันทึกผล

หมายเหตุ : การทดลองนี้ให้ทำด้วยความระมัดระวัง หลังจากทำการทดลองเสร็จแล้ว เทสารละลายในหลอดทดลองทั้งสองลงในบีกเกอร์ที่มีน้ำบรรจุอยู่ 50 cm³

คำถามท้ายบท

1. โบรมีนใน CCl₄ จะใช้บอกความแตกต่างระหว่างสารพวกอัลเคนและอัลคีนได้อย่างไร อธิบายให้ชัดเจน
2. ทำไมปฏิกิริยาโบรมิเนชัน (Bromination) ของไซโคลเฮกเซนในที่มืดกับในที่สว่างมากจึงแตกต่างกัน

ปฏิบัติการที่ 7

การสกัด (Extraction)

วัตถุประสงค์ เพื่อสามารถใช้เครื่องมือสกัดอย่างธรรมดา คือ กรวยแยก (Separatory funnel)

ในการสกัดแยกสารผสมได้อย่างถูกต้องด้วยวิธี liquid / liquid extraction

การสกัด (Extraction) เป็นขบวนการทางเคมีที่เก่าแก่อันหนึ่งของมนุษยการเตรียมชาหรือกาแฟถ้วยหนึ่งจะเกี่ยวกับการสกัดเอารส (flavor) และกลิ่น (order) จากส่วนประกอบของใบชาและเมล็ดกาแฟด้วยน้ำร้อนเป็นวิธีการสกัดเอารสที่เป็นของเหลวออกจากของแข็งด้วยของเหลว เรียก solid/liquid extraction นอกจากนี้ก็ยังมีวิธีการสกัดอีกสองแบบคือ การสกัดเอารสที่เป็นของเหลวออกจากของผสมที่เป็นของเหลวด้วยของเหลว เรียก liquid/liquid extraction และการสกัดโดยใช้กรดหรือด่าง acid/base extraction ในการทดลองนี้จะกล่าวพอสังเขปเฉพาะการสกัดอย่างธรรมดาด้วยวิธี liquid/liquid extraction โดยใช้กรวยแยก (Separatory funnel)

สัมประสิทธิ์การแยกส่วน (Partition coefficient) หรือสัมประสิทธิ์การแจกแจง (Distribution coefficient)

เมื่อสาร C ละลายได้ในตัวทำละลายสองชนิดที่ไม่รวมเป็นเนื้อเดียวกันและความเข้มข้นของสาร A ในตัวทำละลายสองชนิดไม่เท่ากัน ดังนั้นความสามารถในการละลายของสารต่างๆ ในตัวทำละลายสองชนิดที่ไม่ละลายซึ่งกันและกัน สามารถกำหนดได้ด้วยค่า k

$$k = \frac{\text{ความเข้มข้นของสาร C ในตัวทำละลายที่ 2}}{\text{ความเข้มข้นของสาร C ในตัวทำละลายที่ 1}} = \frac{C_2}{C_1}$$

เมื่อ C_1 เป็นความเข้มข้นของสารละลายในตัวทำละลายแรก

C_2 เป็นความเข้มข้นของสารละลายในตัวทำละลายที่ทำหน้าที่เป็นตัวสกัด

ตัวอย่าง สารละลาย A ละลายใน Ethyl acetate ได้ความเข้มข้น 12 กรัม/100 mL และละลายในน้ำได้ความเข้มข้น 6 กรัม / 100 mL

$$\therefore k = \frac{12 \text{ กรัม} / 100 \text{ ml Ethyl acetate}}{6 \text{ กรัม} / 100 \text{ ml น้ำ}} = 2$$

ถ้านำสารละลาย A มา 6 กรัม ละลายในน้ำ 100 mL แล้วทำการสกัดด้วย Ethyl acetate 100 mL. จะได้

$$k = \frac{(x \text{ กรัมของ A} / 100 \text{ ml Ethyl acetate})}{(6 - x \text{ กรัมของ A} / 100 \text{ ml ของน้ำ})} = 2$$

∴ $x = 4$ กรัมของ A อยู่ในชั้นของ Ethyl acetate $x \times 100$ ml และสาร A ที่เหลืออยู่ในชั้นของน้ำ = $6 - x = 2$ กรัม และถ้าสกัดสาร A ด้วย Ethyl acetate 50 ml จะได้

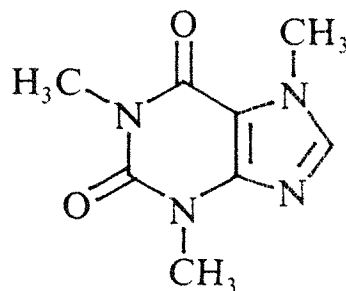
$$k = \frac{(x \text{ กรัมของ A} / 50 \text{ ml Ethyl acetate})}{(6 - x \text{ กรัมของ A} / 100 \text{ ml ของน้ำ})} = 2$$

จะได้ $x = 3$ กรัมของ A อยู่ในชั้นของ Ethyl acetate 50 mL และเหลือสาร A อยู่ในชั้นของน้ำ = 3 กรัม ถ้าทำการสกัดสาร A 3 กรัม ที่เหลืออยู่ในชั้นของน้ำ 100 mL นี้อีกครั้งหนึ่งด้วย Ethyl acetate จะได้ (ด้วยการคำนวณเหมือนกับข้างต้น) 1.5 กรัมของ A อยู่ในชั้นของ Ethyl acetate และเหลือสาร A อยู่ในชั้นของน้ำ 1.5 กรัม ดังนั้นถ้าทำการสกัดสาร A ที่ละลายในน้ำ 100 mL ด้วย Ethyl acetate 50 mL จำนวนสองครั้งจะสกัดได้สาร A ออกมา = $3 + 1.5 = 4.5$ กรัม จะเห็นว่าการสกัดสาร A ด้วย Ethyl acetate 50 mL สองครั้งจะได้สารมากกว่าการสกัดสาร A ด้วย Ethyl acetate 100 mL ครั้งเดียว (สกัดครั้งเดียวได้สาร A 4 กรัม)

ดังนั้นให้ระลึกไว้เสมอว่าการสกัดด้วยตัวทำละลายจำนวนน้อยแต่ทำการสกัดหลาย ๆ ครั้ง จะได้สารมากกว่าการสกัดโดยใช้ตัวทำละลายจำนวนมากแต่ทำการสกัดน้อยครั้ง

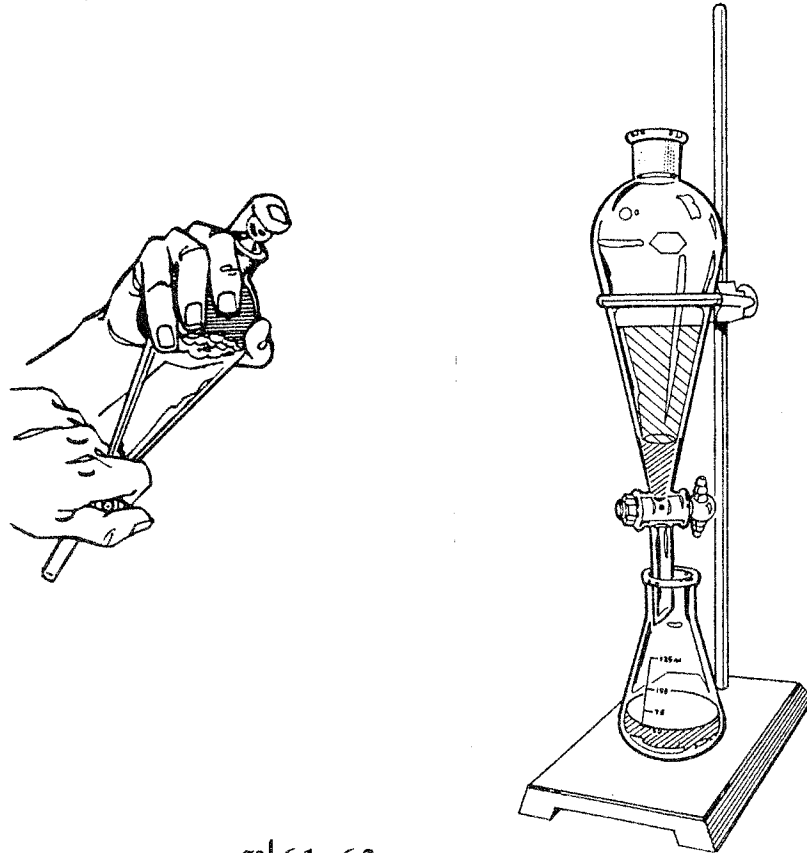
การทดลอง (Experiment)

การทดลองนี้จะใช้การสกัดอย่างธรรมดา (simple extraction) ทำการสกัด caffeine ออกจากเครื่องดื่มชูกำลัง โดยเครื่องมือที่ใช้ คือ กรวยแยก (separatory funnel) ให้นำเครื่องดื่มชูกำลังเทใส่ลงไป ในกรวยแยกซึ่งบรรจุ Methylene Chloride (25 mL) อยู่



Caffeine
mp 238°C

จากนั้นเติม 4 M HCl (10 mL) ลงไปในกรวยแยกเสร็จแล้วปิดจุก (Stopper) ถือกรวยแยกให้มั่นคงด้วยมือทั้งสองมือหนึ่งจับปลายกรวยเพื่ออีกไม่ให้จุกกระเด็นออก อีกมือหนึ่งจับปลายกรวยแยกให้พอเหมาะที่จะเปิด - ปิด stopcock ได้สะดวกดังแสดงรูปที่ 6.1 แล้วเขย่าเบาๆ 2 - 3 ครั้ง หงายกรวยแยกขึ้นเปิด stopcock เพื่อลดความดัน เสร็จแล้วตั้งกรวยแยกไว้เพื่อให้ตัวทำละลายแยกชั้นออกจากกัน ดังรูปที่ 6.2 และจะต้องเปิดจุกของกรวยแยกออกด้วย



รูป 6.1 - 6.2

เมื่อสารแยกชั้นแล้วเอา erlenmeyer flask มารองรับใต้กรวยแยกเปิด stopcock ให้ของเหลวชั้นล่าง คือ methylene chloride ไหลลงสู่ erlenmeyer flask ของเหลวส่วนนี้ทิ้งไปได้ เหลือชั้นของกรด HCl ในกรวยแยก Caffeine ที่เป็นส่วนผสมอยู่ในเครื่องคัมชูกำลังจะเกิดเป็นเกลือละลายอยู่ในชั้นของกรด HCl ทำชั้นของ HCl ในกรวยแยกให้เป็นกลางโดยเติมโซเดียมไบคาร์บอเนต (Sodium bicarbonate) 5 กรัม ลงไปที่ละเล็กน้อยอย่างช้า ๆ และระมัดระวังเนื่องจากจะมีคาร์บอนไดออกไซด์ CO_2 เกิดขึ้นอย่างมากมาย พร้อมกับแกว่งกรวยแยกตลอดเวลา หลังจากได้เติมค้างลงไปในกรวยแยกหมดแล้วไม่มีก๊าซ CO_2 เกิดขึ้นแล้วให้เติม methylene chloride (15 mL) แล้วเขย่ากรวยแยกเบา ๆ 3 - 5 ครั้ง ให้หงายกรวยแยกขึ้นเปิด stopcock เพื่อลดความดันอย่างระมัดระวัง เสร็จแล้วเขย่ากรวยแยกเบา ๆ อีก 3 - 5 ครั้ง หงายกรวยแยกเปิด stopcock เพื่อลดความดันอีกทำเช่นนี้เรื่อยไปอีก 2 - 3 ครั้ง เมื่อของเหลวแยกชั้นแล้วเปิด stopcock ให้ของเหลวชั้นล่าง คือ methylene chloride ไหลลงไปใน erlenmeyer flask ทำการสกัดซ้ำอีกด้วย

methylene chloride (10 mL) สองครั้ง Methylene chloride ที่ใช้สกัดทั้งหมดให้ใส่รวมกันใน erlenmeyer flask ใบเดิม เติม anhydrous Na_2SO_4 ประมาณ 2 กรัม เพื่อดูดน้ำออกไปเขย่าเป็นครั้งคราวและตั้งทิ้งไว้ประมาณ 10 นาที ริน methylene chloride หรือกรองโดยใช้กรวยกรอง และพับกระดาษกรองแบบหยัก ลงไปในขวดก้นกลมที่ได้ชั่งน้ำหนักไว้แล้ว เสร็จแล้วนำไปกลั่นเอาตัวทำละลาย methylene chloride ออกโดยการกลั่นอย่างธรรมดาตามการทดลองที่ 3 ที่ได้ทำการทดลองไปแล้ว เมื่อกลั่น methylene chloride จนเหลือประมาณ (1 mL) ให้หยุดกลั่นจะเหลือสาร Caffeine อยู่ให้ถ่ายใส่ลงไปในขวด sample แล้วระเหย methylene chloride ออกบน steam bath หรือ hot plate จนหมด ชั่งน้ำหนัก Caffeine ที่ได้ แล้วส่งอาจารย์ผู้คุมแลบ

คำถามท้ายบท

สาร A ละลายใน Ether 100 cm^3 ได้ 16 กรัม และละลายในน้ำ 100 cm^3 ได้ 4 กรัม ถ้านำสาร A 12 กรัม ละลายในน้ำ 100 cm^3 แล้วทำการสกัดด้วย ether 50 cm^3 สกัดเพียงครั้งเดียวจะได้สาร A กี่กรัม (แสดงวิธีการคำนวณด้วย)

ปฏิบัติการที่ 8

โครมาโตกราฟี คอลัมน์ (Column Chromatography)

วัตถุประสงค์ เพื่อเรียนรู้หลักการทั่วไปของวิธีการแยกสารให้บริสุทธิ์ออกจากสารผสมด้วยวิธีการทางโครมาโตกราฟี สามารถใช้เทคนิคโครมาโตกราฟีคอลัมน์แยกสารให้บริสุทธิ์

โครมาโตกราฟี (Chromatography) เป็นเทคนิคทางปฏิบัติการเคมีอินทรีย์ที่มีประโยชน์และสำคัญมากอย่างหนึ่งที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลาย ในการตรวจสอบความบริสุทธิ์ของสาร การทำสารให้บริสุทธิ์ การแยกสารผสมออกจากกันให้ได้สารที่บริสุทธิ์ใช้ในการพิสูจน์หรือบ่งชี้สารที่สงสัยได้และใช้ติดตามการดำเนินไปของปฏิกิริยาเคมี เป็นต้น

หลักการของโครมาโตกราฟีคล้ายกับการสกัดสาร (Extraction) ด้วยตัวทำละลายซึ่งได้กล่าวถึงไปแล้วในการทดลองที่ 6 โดยหลักการพื้นฐาน (Basic principles) ความสามารถในการแยกสารทางโครมาโตกราฟี ขึ้นอยู่กับความแตกต่างของสัมประสิทธิ์การแยกส่วน (Partition coefficients) ของส่วนประกอบระหว่างเฟส 2 เฟส ซึ่งไม่ละลายซึ่งกันและกัน (immiscible phase) และสัมพัทธ์กันอยู่โดยเฟสหนึ่งเรียกว่า "mobile phase" จะเคลื่อนที่และสัมพัทธ์ผ่านอีกเฟสหนึ่งซึ่งอยู่กับที่จะเรียกว่า "stationary phase" พร้อมกับจะนำพาารับเอาสารผสมเคลื่อนที่แยกออกจากกันไปด้วย

สัมประสิทธิ์การแยกส่วน (Partition coefficients, K) ของสาร (substance) ในเฟสดังกล่าวทั้งสองเฟส สามารถแทนได้ด้วยสมการ

$$K = C_s / C_m$$

เมื่อ C_s = ความเข้มข้นของสารใน stationary phase

C_m = ความเข้มข้นของสารใน mobile phase

โครมาโตกราฟีสามารถจำแนกได้ 2 ชนิด คือ

1. Adsorption Chromatography เป็นโครมาโตกราฟีที่มี stationary phase เป็นของแข็งและมี mobile phase เป็นของเหลวหรือก๊าซ ความสามารถในการแยกสารโดยโครมาโตกราฟีชนิดนี้ขึ้นกับกำลังการดูดซับของ stationary phase และขึ้นกับพื้นที่ผิวสัมผัสของ stationary phase ด้วย stationary phase ที่นิยมใช้ในทางอินทรีย์เคมี คือ ซิลิกาเจล (silica gel) และอะลูมินา (alumina) ตัวอย่างของโครมาโตกราฟีชนิดนี้ ได้แก่ โครมาโตกราฟีผิวบาง (Thinlayer Chromatography TLC) ซึ่งจะกล่าวถึงรายละเอียดต่อไปในการทดลองนี้

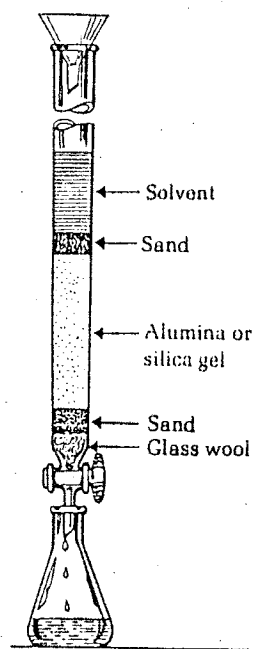
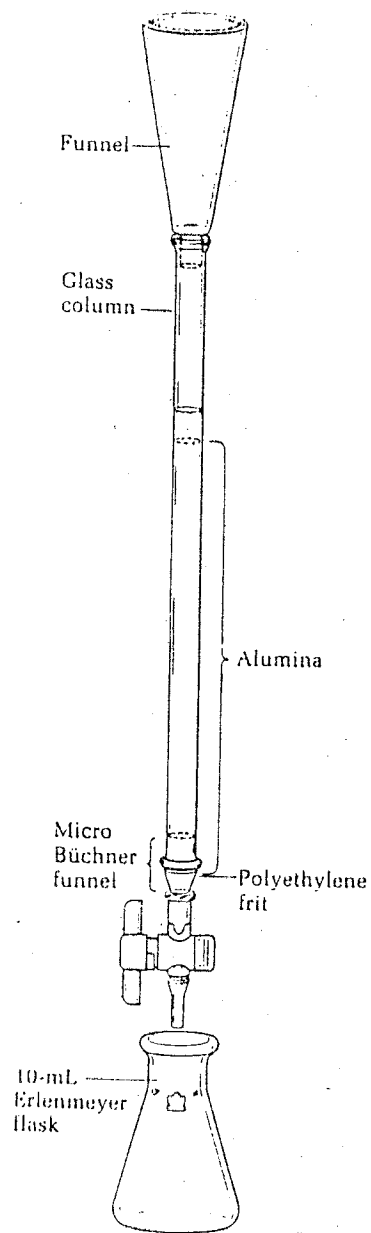
2. **Partition Chromatography** เป็นโครมาโตกราฟีที่มี stationary phase เป็นของเหลวที่แทรกตัวอยู่ในของแข็งที่มีรูพรุนเรียกว่า "supporter" เช่น เซลลูโลส ส่วน mobile phase จะเป็นของเหลวหรือก๊าซก็ได้ ความสามารถในการแยกสารขึ้นอยู่กับความสามารถในการละลายของสารในแต่ละเฟส ถ้าละลายใน mobile phase ได้ดีก็จะเคลื่อนที่ได้เร็วและถ้าละลายใน stationary phase ได้ดีก็จะเคลื่อนที่ได้ช้า ตัวอย่าง ของโครมาโตกราฟีชนิดนี้ได้แก่ โครมาโตกราฟีกระดาษและโครมาโตกราฟีก๊าซ (Gas Chromatography, GC)

โครมาโตกราฟีคอลัมน์ (Column Chromatography)

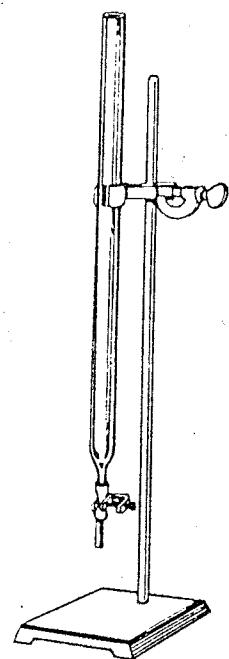
โครมาโตกราฟีคอลัมน์เป็นวิธีการแยกสารผสมที่เป็นทั้งของแข็งและของเหลวทำสารให้บริสุทธิ์ที่มีประโยชน์มากที่สุดวิธีหนึ่งใช้แยกสารปริมาณมากกว่า 10 กรัมขึ้นไป จัดเป็น Adsorption Chromatography โดย stationary phase เป็นสารที่เป็นของแข็งอาจเป็นอะลูมินา (alumina) หรือ ซิลิกา เจล (silica gel) ซึ่งจะถูกรวบรวมอยู่ในคอลัมน์ขนาดต่างๆ กันตามปริมาณของสารผสมที่จะแยกและจะมีกำลังในการยึดสารที่มีขั้ว (polar) ได้มากกว่าสารที่ไม่มีขั้ว (non polar) ส่วน mobile phase จะใช้ตัวทำละลายที่มีขั้วต่าง ๆ กัน ตัวทำละลายที่มีขั้วต่ำจะพาเอาสารที่มีขั้วต่ำออกมาก่อน เมื่อเพิ่มตัวทำละลายที่มีขั้วต่ำเป็นตัวทำละลายที่มีขั้วสูงขึ้นก็จะพาสารที่มีขั้วสูงขึ้นตามออกมา ตามลำดับจากสารที่มีขั้วน้อยไปหาขั้วมาก การเปลี่ยนแปลงความ polar ของตัวทำละลายที่ใช้ควรทำด้วยความระมัดระวัง ควรเพิ่มความ polar ช้า ๆ โดยค่อย ๆ เพิ่มปริมาณตัวทำละลายใหม่ จนกระทั่งถึงตัวทำละลายที่มีระดับความ polar ที่ต้องการ ลำดับความ polar ของตัวทำละลายจากมีขั้วน้อยไปหาขั้วมาก แสดงไว้ในตารางที่ 7.1

Solutes	Elution Order for	Elutropic Series for Solvents	
Alkanes (first)		<i>n</i> -Pentane (first)	
Alkenes		Petroleum ether	
Dienes		Cyclohexane	
Aromatic hydrocarbons		Ligroin	
Ethers		Carbon disulfide	
Esters		Ethyl ether	
Ketones		Dichloromethane	
Aldehydes		Tetrahydrofuran	
Amines		Dioxane	
Alcohols		Ethyl acetate	
Phenols		2-Propanol	
Acids (last)		Ethanol	
		Methanol	
		Acetic acid (last)	

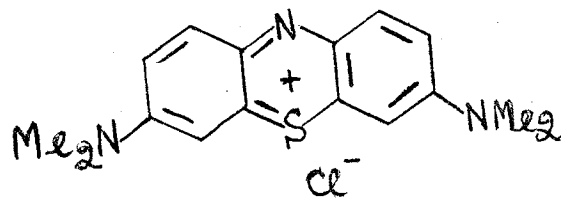
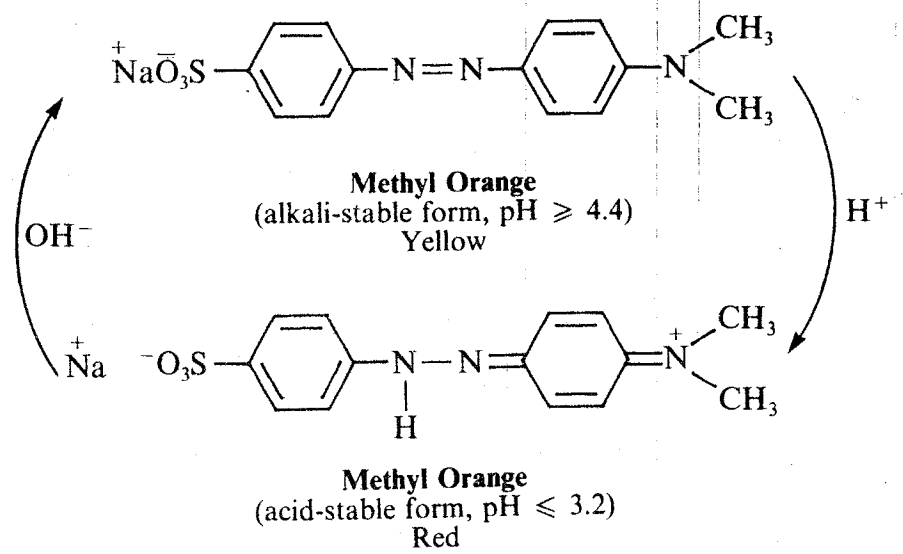
Petroleum ether: mostly isomeric pentanes. Ligroin: mostly isomeric hexanes.



Macroscale chromatographic column.



Chromatographic tube on ring stand.



Methylene blue

การทดลอง (Experiments)

วิธีการโดยทั่วไป ของการแยกสารด้วยวิธีโครมาโตกราฟีคอลัมน์ ปริมาณของ stationary phase ที่เป็นอะลูมินา หรือ ซิลิกา เจล ควรใช้น้ำหนักเป็นอย่างน้อย 30 เท่า ของสารผสมที่จะนำมาแยก ให้บริสุทธิ์ และขนาดของคอลัมน์ที่จะนำมาใช้บรรจุควรมีความสูงอย่างน้อย 10 เท่า ของเส้นผ่าศูนย์กลางของคอลัมน์นั้น โดยคิดค่าความหนาแน่นของซิลิกา เจล เท่ากับ 0.4 กรัม/mL และความหนาแน่นของอะลูมินาเท่ากับ 0.9 กรัม/mL ดังนั้นขนาดของคอลัมน์ที่จะนำมาใช้ในการทดลองก็สามารถที่จะคำนวณได้

การบรรจุอะลูมินาหรือซิลิกา เจล ลงในคอลัมน์ทำได้ดังนี้ ให้ตั้งคอลัมน์แก้วขนาด 1.8 x 30 ซม ในแนวตั้งดังแสดงในรูปที่ 7.1 เติม 95% เอทานอล (Ethanol) ลงไปในคอลัมน์ให้สูงประมาณ 1/3 ของคอลัมน์ อุดคอด้้านล่างด้วยสำลีโดยใช้แท่งแก้วยาว ๆ คั่นลงไป พยายามอย่าให้มีฟองอากาศติดที่สำลี จากนั้นค่อยๆ เติมทรายลงไปให้ระดับของทรายสูงประมาณ 0.5 ซม. ล้างทรายที่ติดอยู่ข้างคอลัมน์ด้วยเอทานอล เสร็จแล้วค่อยๆ เติมอะลูมินา 10 กรัม ลงในคอลัมน์โดยใช้กรวยในขณะที่เติมควรเคาะข้างคอลัมน์เบาๆ เพื่อให้ผงอะลูมินาอัดตัวอย่างสม่ำเสมอ เมื่อเติมอะลูมินาหมดแล้วให้เติมทรายลงไปสูง 1 ซม. เสร็จแล้วไขก๊อกเพื่อระบายตัวทำละลายที่อยู่เหนืออะลูมินา จนระดับของตัวทำละลายสูงประมาณ 1 มม. เหนือระดับผิวอะลูมินา จากนั้นจึงเติมของผสมระหว่าง methylene blue (0.3 มิลลิกรัม) และ methyl orange (0.3 มิลลิกรัม) ในรูปของสารละลายใน 95% ethanol 20 หยด ลงไปในคอลัมน์ ล้างภาชนะที่ใส่ของผสมนี้อีกครั้งด้วย 95% ethanol 1 mL แล้วใช้หลอดหยดเติมใส่ลงไปในคอลัมน์ไขก๊อกให้สารละลายซึมลงไปในอะลูมินาช้าๆ จนถึงระดับผิวของอะลูมินาพอดี (ระวังอย่าไขให้ระดับของตัวทำละลายต่ำกว่าผิวของอะลูมินา) ปิดก๊อกแล้วค่อยๆ เติม ethanol 1 - 2 mL เพื่อใช้ล้างสารละลายที่ยังเหลือติดอยู่ข้างแก้ว โดยใช้หลอดหยดเปิดก๊อกให้สารละลายหรือตัวทำละลายนี้ซึมผ่านอะลูมินาจนถึงระดับผิวพอดี ปิดก๊อกเสร็จแล้วจึงเติมตัวทำละลาย ethanol เพิ่มลงไปเรื่อยๆ พร้อมกับเปิดก๊อกให้ตัวทำละลายไหลออกมาในอัตรา 1 - 2 หยดต่อวินาที (ให้มีตัวทำละลายอยู่เหนืออะลูมินาเสมอ) ใช้ erlenmeyer flask รองรับสารตัวแรกที่แยกออกมาจนหมด ปิดก๊อก จากนั้นให้เติมตัวทำละลายคือ 10% HCl ลงไปในคอลัมน์แทน ethanol เพื่อชะนำเอาสารตัวที่สองผ่านออกมา โดยเปิดก๊อกให้ตัวทำละลาย คือ 10% HCl ซึมผ่านอะลูมินา ใช้ขวดรูปชมพู่อีกใบหนึ่งรองรับ

เมื่อสารทั้งสองตัวออกจากคอลัมน์หมดแล้ว นำสารที่แยกได้ (ในรูปของสารละลาย) ส่งเทอะลูมินาออกจากคอลัมน์โดยคว่ำลงพร้อมเขย่าเทลงในถังขยะที่เตรียมไว้ให้

ปฏิบัติการที่ 9

โครมาโตกราฟีผิวบาง (Thin - Layer Chromatography TLC)

วัตถุประสงค์ เพื่อเรียนรู้เข้าใจหลักการทั่วไปของโครมาโตกราฟีผิวบางและใช้เทคนิคโครมาโตกราฟีผิวบางตรวจสอบความบริสุทธิ์ของสาร และบ่งชี้จำนวนสารในสารผสมได้

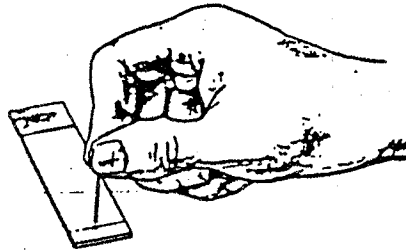
โครมาโตกราฟีผิวบาง (TLC) เป็นวิธีการเบื้องต้นที่มีประโยชน์และสำคัญมากสำหรับวิเคราะห์เชิงคุณภาพของสารอินทรีย์เคมีในปริมาณน้อยๆ เพื่อพิจารณาบ่งชี้จำนวนสารในของผสมและวินิจฉัย (identify) องค์ประกอบนั้นๆ โดยเปรียบเทียบกับสารมาตรฐานที่รู้สูตรโครงสร้างแล้ว TLC จัดเป็นรูปหนึ่งของ solid - liquid adsorption chromatography เป็นการแยกสารโดยอาศัยการแบ่งปันสารระหว่างตัวดูดซับที่เป็นของแข็ง (solid adsorbent) ซึ่งจัดเป็นเฟสที่อยู่กับที่ (stationary phase) กับตัวทำละลาย (developing solvent) ซึ่งจัดเป็นเฟสที่เคลื่อนที่ได้ (mobile phase) จะเคลื่อนที่ผ่านตัวดูดซับไปได้ในกรณีของ TLC นี้ ตัวดูดซับที่นิยมใช้กันโดยทั่ว ๆ ไปจะเป็นสารพวกซิลิกา เจล (silica gel) หรืออะลูมินา (alumina) เคลือบเป็นชั้นบาง ๆ หนา 0.25 mm บนแผ่นแก้ว แผ่นอะลูมิเนียมหรือแผ่นพลาสติกเรียบ การแยกสารเกิดขึ้นได้โดยที่สารแต่ละสารจะถูกดูดซับ (adsorb) ไว้บนผิวของตัวดูดซับได้แตกต่างกันขึ้นอยู่กับค่าการมีขั้ว (polar) หรือไม่มีขั้วของสาร และจะกระจายในตัวทำละลายที่กำลังเคลื่อนที่ได้แตกต่างกันด้วย

ประโยชน์ของ TLC

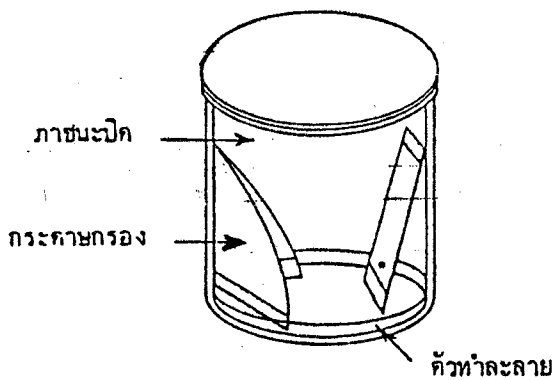
1. ใช้ตรวจสอบความบริสุทธิ์ของสารที่ได้จากการกลั่น การตกผลึก การสกัด หรือจากโครมาโตกราฟีคอลัมน์
2. ตรวจสอบจำนวนสารในสารผสมโดยดูจำนวนจุดการแยกตัวของสารผสมบนแผ่น TLC
3. บ่งชี้สารที่สงสัยเทียบกับสารมาตรฐานที่รู้สูตรโครงสร้างแล้ว โดยใช้หลักที่ว่าสารที่เคลื่อนที่อยู่ในตำแหน่งเดียวกันบน TLC คือ มีค่าอัตราเร็วในการเคลื่อนที่ R_f เท่ากันภายใต้สภาวะเดียวกันควรจะเป็นสารเดียวกัน
4. หาตัวทำละลายที่เหมาะสมสำหรับการแยกสารเพื่อนำไปใช้ในโครมาโตกราฟีคอลัมน์
5. ติดตามสารที่แยกจากโครมาโตกราฟีคอลัมน์ โดยเทียบค่า R_f ของแต่ละ fraction รวบรวม fraction ที่ให้จุดของสารบน TLC ในระดับเดียวกันหรือที่มี R_f เท่ากันไว้ด้วยกัน
6. ใช้ติดตามการดำเนินไปของปฏิกิริยาทางเคมีว่าปฏิกิริยานั้นเกิดขึ้นหรือไม่ มีผลิตภัณฑ์เกิดขึ้นกี่ชนิด ปฏิกิริยาสิ้นสุดแล้วหรือยัง เป็นต้น

วิธีการแยกสารด้วย TLC

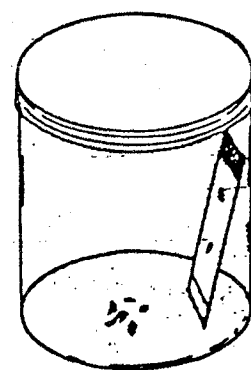
ใช้หลอดครูเล็ก (Capillary tube) จุ่มสารละลาย (ที่ได้ทำให้มีความเข้มข้นปานกลางด้วยตัวทำละลายแล้ว) ที่จะวิเคราะห์จุดลงเหนือปลายด้านล่างของแผ่น TLC ประมาณ 1 cm รอให้จุดของสารแห้ง วางแผ่น TLC ในแนวตั้งลงในขวดปากกว้างซึ่งจะทำหน้าที่เป็น developing chamber ภายในขวดปากกว้างจะมีกระดาษกรองตัดขนาดพอเหมาะใส่ไว้ (เพื่อเป็นตัวพาตัวทำละลายซึมขึ้นไปและระเหยออกจากแผ่นกระดาษกรองทำให้ภายในขวดอึดตัวเต็มไปด้วยไอของตัวทำละลาย) และมีตัวทำละลายที่เหมาะสมทำหน้าที่เป็น developing solvent บรรจุอยู่ระดับของตัวทำละลายอยู่สูงประมาณ 0.7 cm (ระดับของตัวทำละลายไม่ควรอยู่สูงเกินกว่าจุดของสารบน TLC คือ 1 cm เพราะถ้าสูงกว่าจุดของสารบน TLC ตัวทำละลายจะละลายพาเอาจุดของสารออกไปอยู่ในตัวทำละลาย) เสร็จแล้วปิดฝาขวดปากกว้าง (ดังแสดงในรูปที่ 8.1)



การจุดสารบนแผ่น TLC



การ develop โครมาโทแกรม



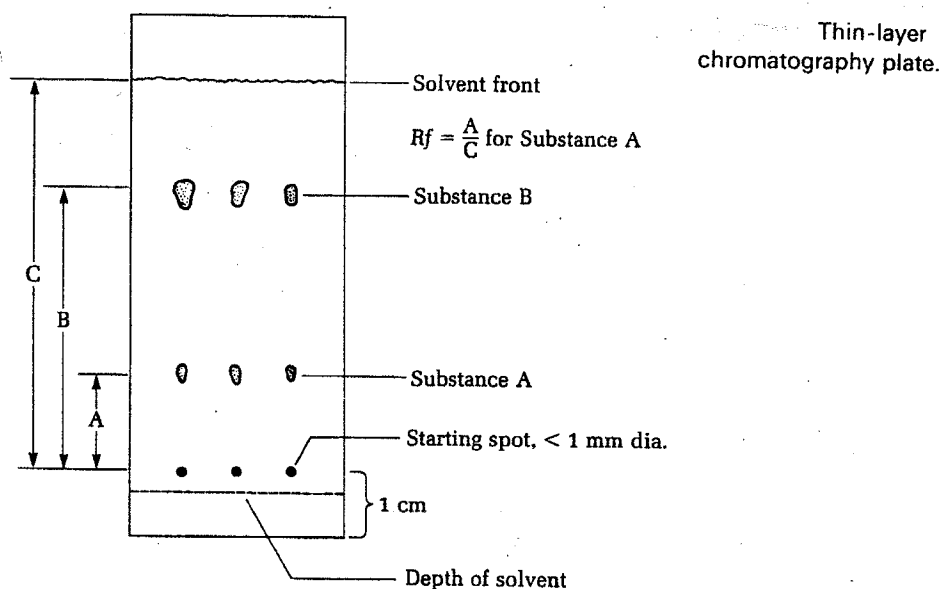
การอบโครมาโทแกรม
ด้วยไอของไอโอดีน

รูปที่ 8.1

ตัวทำละลายจะเคลื่อนที่ผ่านตัวดูดซับและพาดของสารให้เคลื่อนที่ไปด้วย เมื่อตัวทำละลายเคลื่อนที่ขึ้นไปถึงระดับที่ห่างจากปลายด้านบนของแผ่น TLC ประมาณ 0.5 cm ให้เปิดฝาขวดและยกแผ่น TLC ออกจากขวด ทำเครื่องหมายระดับนั้นไว้ด้วยดินสอเป็น solvent front ถ้าสารที่จะวิเคราะห์เป็นสารที่มีสีก็จะเห็นจุดที่สารแยกตัวออกจากกันได้บนแผ่น TLC แต่ถ้าเป็นสารที่ไม่มีสีก็ต้องทำการแยกสารบนแผ่น TLC ที่เคลือบด้วยตัวดูดซับซึ่งผสมสารสะท้อนแสง UV ที่ความยาวคลื่นที่กำหนดไว้ นำ TLC นั้นไปส่องใต้แสง UV ที่ความยาวคลื่นนั้น ถ้าสารนั้นดูดกลืนแสง UV บริเวณที่มีสารอยู่จะเห็นเป็นเงาทึบแสง ให้ใช้ดินสอทำเครื่องหมายไว้เท่าขนาดที่มองเห็นโดยทั่วๆ ไป สารเคมีอินทรีย์ที่มี double bond อยู่ในโมเลกุลมักจะสามารดูดกลืนแสง UV และสามารถมองเห็นได้ภายใต้แสง UV แต่ถ้ามองไม่เห็นสารภายใต้แสง UV ให้นำ TLC นั้นไปจุ่มหรืออบด้วยไอของไอโอดีนในขวดปากกว้างที่ใส่ไอโอดีนอยู่ บริเวณที่มีสารจะปรากฏเป็นวงสีน้ำตาล เพราะสารจะเกิดการรวมกับไอโอดีนเกิดเป็นสารเชิงซ้อน ใช้ดินสอทำเครื่องหมายไว้ก่อนที่วงสีน้ำตาลจะเลือนหายไปเนื่องจากสารเชิงซ้อนจะสลายไปเมื่อไอโอดีนระเหยไปสารต่างๆ จะเคลื่อนที่บนแผ่น TLC ด้วยความเร็วที่มีสัมพันธ์กับการเคลื่อนที่ของตัวทำละลาย อัตราเร็วในการเคลื่อนที่ (flow rate, R_f) ของสารจะมีค่า

$$R_f = \frac{\text{ระยะทางที่สารเคลื่อนที่}}{\text{ระยะทางที่ตัวทำละลายเคลื่อนที่}}$$

ตัวอย่าง



ระยะทางที่สารเคลื่อนที่วัดจากจุดศูนย์กลางของจุดของสารตอนเริ่มต้นถึงจุดศูนย์กลางของจุดของสารที่เคลื่อนที่ไป = A ซม. และ B ซม. ระยะทางที่ตัวทำละลายเคลื่อนที่วัดจากจุดเริ่มต้นของสารตอนเริ่มต้นถึงระดับของ solvent front = C ซม.

$$R_f \text{ ของสารที่ 1 (A)} = \frac{A}{C}$$

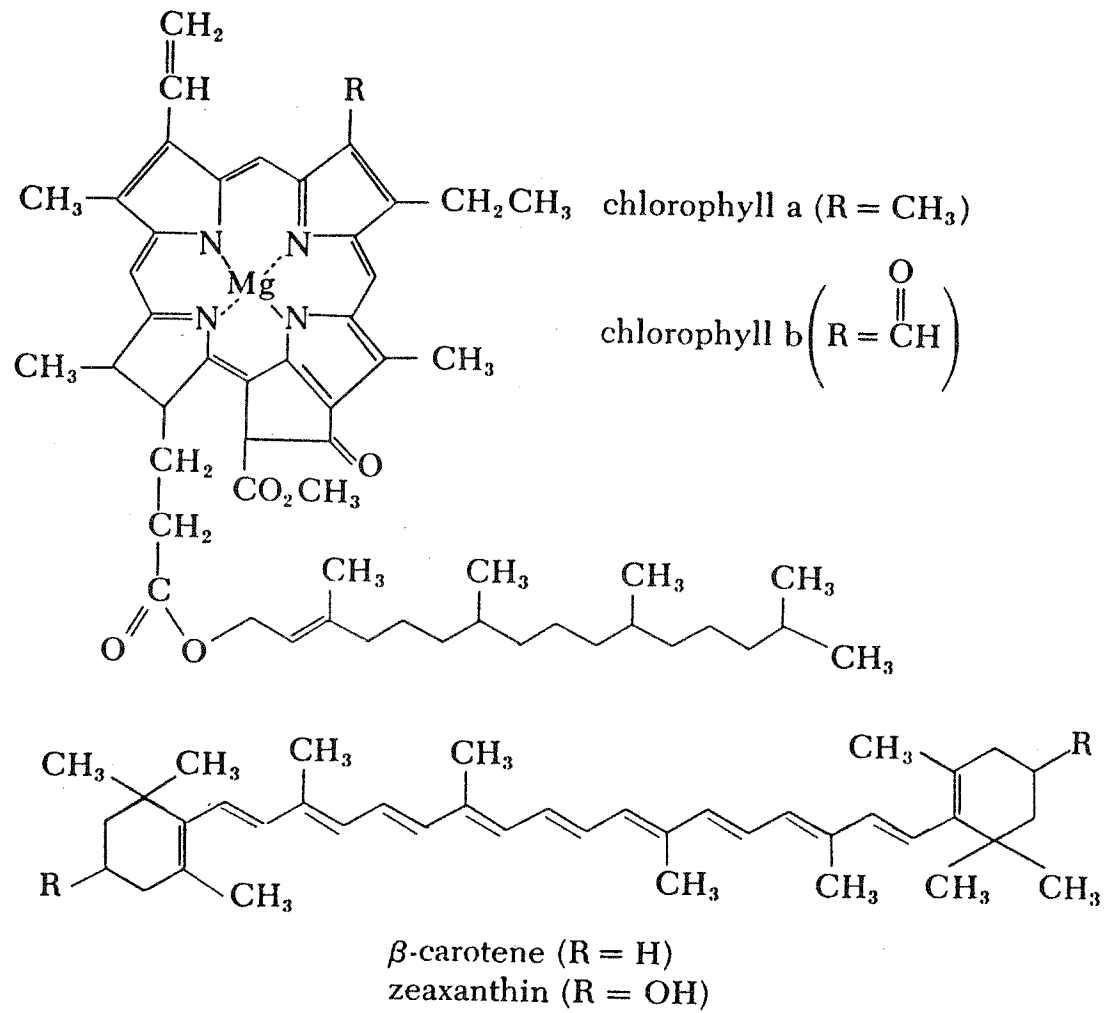
$$R_f \text{ ของสารที่ 2 (B)} = \frac{B}{C}$$

ค่า R_f เป็นค่าเฉพาะของสารแต่ละสาร และนำไปใช้ในการวินิจฉัยสารได้ ส่วนใหญ่โดยทั่วไปสารที่มี R_f เท่ากัน ภายใต้สภาวะเดียวกันมักเป็นสารเดียวกันแต่ไม่แน่นอนเสมอไป

การทดลอง (Experiments)

ให้ใบไม้ที่เก็บมา 2 กรัม ด้วย mortar กับ ethanol 10 mL เสร็จแล้วเท ethanol ออกซึ่ง ethanol จะทำหน้าที่เอาน้ำ (dehydrate) ออกจากเซลล์ของใบไม้ ทำการบดใบไม้ให้ละเอียดใหม่อีก 3 ครั้ง ด้วย methylene chloride ครั้งละ 1 mL เสร็จแล้วคูดอกด้วยหลอดหยดนำไปใส่ลงในหลอดทดลอง สารที่มีสีในใบไม้ คือคลอโรฟิลล์ (chlorophyll) a และ b จะถูกสกัดออกมาใน methylene chloride เติมสารดูดความชื้น anhydrous Na_2SO_4 ลงไปเล็กน้อยพอประมาณ พร้อมกับเขย่าตั้งทิ้งไว้สักครู่ ใช้หลอดรูเล็กจุ่มสารละลายของ methylene chloride จุดเหนือปลายด้านล่างของแผ่น TLC ประมาณ 1 ซม. และห่างจากด้านข้างแผ่น TLC 8 มม. รอให้จุดของสารแห้งให้จุดซ้ำอีกที่จุดเดิม 2-3 ครั้ง จนเห็นจุดชัดเจนเข็มพอสมควรแล้วจึงวางแผ่น TLC ในแนวตั้งลงในขวดปากกว้างซึ่งมีกระดาษกรองตัดขนาดพอเหมาะใส่ไว้และมีตัวทำละลายที่เหมาะสม คือ hexane : acetone ในอัตราส่วน 70 : 30 ให้ทำการจุดสารลงในแผ่น TLC ซ้ำอีก 2 แผ่น นำไปทดลองในตัวทำละลายคู่ใหม่ คือ cyclohexane กับ toluene อัตราส่วน 1:1 และ hexane กับ ethanol อัตราส่วน 2:1 เมื่อตัวทำละลายเคลื่อนที่ขึ้นไปถึงระดับที่ห่างจากปลายด้านบนของแผ่น TLC ประมาณ 0.5 ซม. ให้ยกแผ่น TLC ออกจากขวดภาครีเครื่องหมายระดับนั้นไว้ด้วยคินสอ ถ้าสารมีสีจะเห็นจุดที่สารแยกตัวบนแผ่น TLC เสร็จแล้วนำไปส่องใต้แสง UV ถ้ามีสารที่เห็นภายใต้แสง UV ให้ใช้คินสอทำเครื่องหมายไว้พร้อมเขียนคำว่า UV ที่ข้างจุดของสารกำกับไว้ หากค่า R_f ของสารทุกจุด โดยเรียงลำดับของจุดของสารจากบนลงล่างเป็น A,B,C, ส่ง TLC พร้อมเขียนชื่อให้อาจารย์ผู้คุมแลบ

Plant Pigments



ปฏิบัติการที่ 10

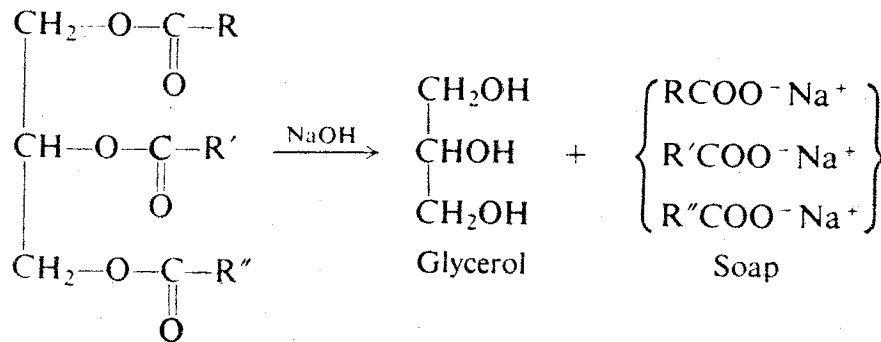
ไขมัน น้ำมัน สบู่ น้ำมันระกำ แอสไพรินและยาหม่อง

- วัตถุประสงค์
1. เพื่อศึกษาสมบัติของไขมันและน้ำมัน
 2. เพื่อแสดงประโยชน์ของวิชาเคมีอินทรีย์ในการเตรียมสบู่และยารักษาโรค

ไขมัน น้ำมัน สบู่

ไขมันสัตว์และน้ำมันพืชตามธรรมชาติเป็นสารประกอบพวกไตรกลีเซอไรด์ (triglyceride) ซึ่งเป็นไตรเอสเทอร์ของกลีเซอรอล (glycerol) กับกรดไขมัน (fatty acid) ที่มีอะตอมคาร์บอนตั้งแต่ 12-18 อะตอม ต่อกันเป็นโซ่ยาว ไตรกลีเซอไรด์ที่มีองค์ประกอบเป็นกรดไขมันที่อิ่มตัวจะเป็นของแข็งที่อุณหภูมิห้อง เรียกว่า ไขมัน ถ้าเป็นกรดไขมันที่ไม่อิ่มตัว ไตรกลีเซอไรด์นั้นจะมีจุดหลอมเหลวต่ำลง ถ้าคราบน้ำมันไม่อิ่มตัวมีมากจนเป็นของเหลวที่อุณหภูมิห้อง เรียกว่า น้ำมัน

เมื่อนำไขมันหรือน้ำมันพืชซึ่งเป็นสารประกอบพวกไตรกลีเซอไรด์มาทำปฏิกิริยาการไฮโดรไลซิสด้วยเบสแก่ เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) หรือโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) จะได้กลีเซอรอล และเกลือโซเดียมหรือเกลือโพแทสเซียมของกรดไขมันหรือสบู่ตัวเอง ปฏิกิริยานี้ เรียก ซาปอนิฟิเคชัน (saponification) ซึ่งเป็นวิธีการที่ใช้เตรียมสบู่ในอุตสาหกรรม



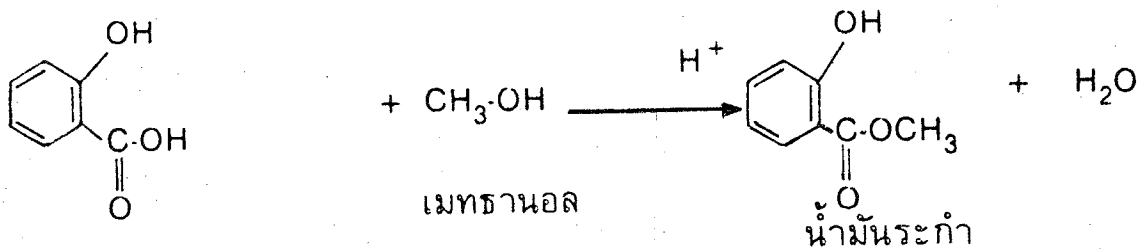
A glyceride
(A fat)

$\text{R}=\text{R}'=\text{R}'' = \text{C}_{15}\text{H}_{31} = \text{sodium palmitate}$

$\text{R}=\text{R}'=\text{R}'' = \text{C}_{17}\text{H}_{35} = \text{sodium stearate}$

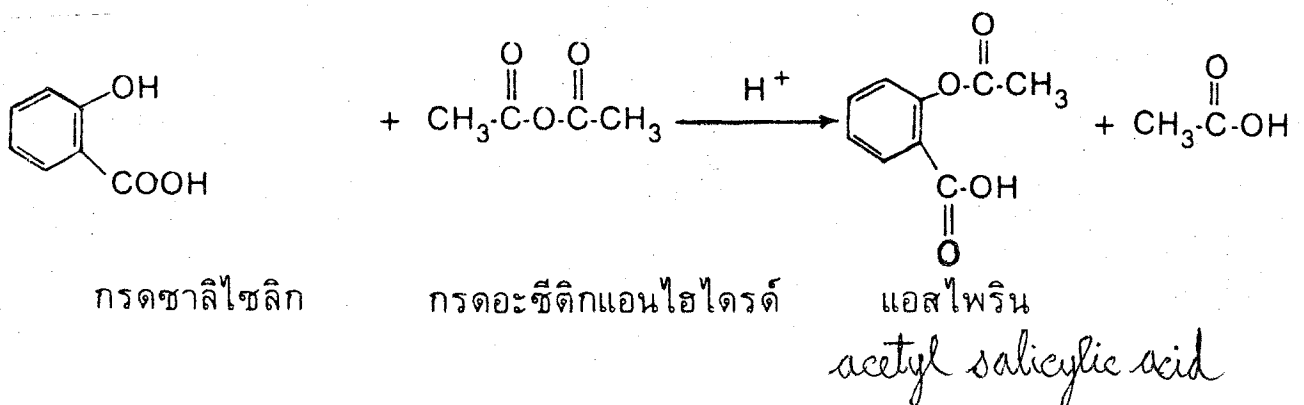
น้ำมันระกำ แอสไพรินและยาหม่อง

น้ำมันระกำและแอสไพรินในทางเคมีอินทรีย์เป็นเอสเทอร์ของกรดซาลิไซลิก (salicylic acid) กรดซาลิไซลิกเป็นสารประกอบอะโรมาติกที่มีหมู่ฟังก์ชันนัลสองหมู่ คือ หมู่ไฮดรอกซิลและหมู่คาร์บอกซิลิก ต่ออยู่กับวงเบนซีนในตำแหน่ง 1,3 หรือ ortho ซึ่งกันและกัน การเกิดเอสเทอร์จากกรดซาลิไซลิก สามารถเกิดได้สองแบบ เนื่องจากหมู่ฟังก์ชันนัลสองหมู่นั้น กล่าวคือ กรดซาลิไซลิกสามารถทำปฏิกิริยาแอลกอฮอล์ได้โดยหมู่คาร์บอกซิลิกเข้าทำปฏิกิริยา เช่น ปฏิกิริยาระหว่างกรดซาลิไซลิกกับเมทานอล (methyl salicylate) หรือน้ำมันระกำเป็นผลผลิตดังสมการ



น้ำมันระกำใช้เป็นยาทาภายนอกร่างกายบรรเทาอาการเจ็บปวดกล้ามเนื้อ

นอกจากนั้นกรดซาลิไซลิกยังสามารถทำปฏิกิริยากับกรดคาร์บอกซิลิกอื่น ๆ หรือกับแอนไฮไดรด์ (acid anhydride) ได้โดยมีกรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยหมู่ไฮดรอกซิลจะเข้าทำปฏิกิริยา เช่น ปฏิกิริยาระหว่างกรดซาลิไซลิกกับ อะซีติกแอนไฮไดรด์ โดยมีกรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จะได้ผลผลิต คือ อะเซทิล ซาลิไซลิกแอซิด (~~acid~~ salicylic acid) ซึ่งก็คือ แอสไพริน (aspirin) นั่นเอง ดังสมการ

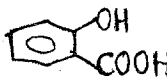
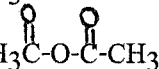
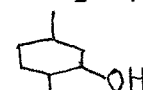
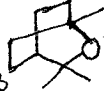
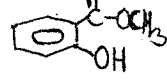


แอสไพริน เป็นยาสามัญประจำบ้านที่ใช้แก้ปวดและลดไข้ แอสไพรินเป็นส่วนประกอบของยา เอ.พี.ซี ซึ่งใช้เป็นยาแก้ปวดลดไข้เช่นเดียวกัน

ยาหม่องเป็นยาสามัญประจำบ้าน ใช้ทาภายนอกร่างกายบรรเทาอาการเจ็บปวดกล้ามเนื้อ ยาหม่องเป็นของผสมของสารหลายชนิด โดยมีน้ำมันระกำเป็นสารสำคัญที่ออกฤทธิ์ช่วยบรรเทาอาการเจ็บปวดกล้ามเนื้อ มีเมนทอล (menthol) ช่วยทำให้รู้สึกเย็นและบรรเทาอาการระคายเคือง และยังมียูคาลิปตัส (eucalyptus หรือ cineole) ช่วยให้มีกลิ่นหอม ช่วยบรรเทาอาการวิงเวียนศีรษะ และวาสลิินเป็นตัวเชื่อม ทำให้สารต่างๆ เหล่านี้ซึมผ่านผิวหนังได้ดี

- อุปกรณ์ :**
1. หลอดทดลอง ขนาด 1.5 x 15 cm
 2. บีกเกอร์ ขนาด 50 cm³ , 100 cm³ และ 250 cm³
 3. แท่งแก้วคน
 4. ตะเกียงนูนเส้น , สามขา , ตะแกรงลวด

สารเคมี

- | | |
|---|---|
| 1. 2%Br ₂ /CCl ₄ | สารละลาย 2% โบรมีนในคาร์บอนเตตระคลอไรด์ |
| 2. H ₃ C-CH ₂ -OH | เอทานอล |
| 3. SM NaOH | สารละลาย 5 M โซเดียมไฮดรอกไซด์ |
| 4. สารละลายอิ่มตัว NaCl โซเดียมคลอไรด์ | |
| 5.  | กรดซาลิไซลิก (salicylic acid) |
| 6. H ₃ C-OH | เมทานอล (methanol) |
| 7.  | อะซิติกแอนไฮไดรด์ (acetic anhydride) |
| 8. conc. H ₂ SO ₄ | กรดซัลฟิวริกเข้มข้น |
| 9.  | เมนทอล (menthol) |
| 10.  | ยูคาลิปตัส (eucalyptus หรือ cineole) |
| 11.  | เมทิลซาลิไซเลต (methyl salicylate) (น้ำมันระกำ) |
| 12. 2% FeCl ₃ | สารละลาย 2% เฟอริกคลอไรด์ |
| 13. | น้ำมันตัวอย่าง (น้ำมันหมู , น้ำมันมะกอก) |
| 14. | ขี้ผึ้งขาว |
| 15. | วาสลิิน |
| 16. | ไขมัน |
| 17. | น้ำแข็ง |

การทดลอง

1. ทดสอบความไม่อิ่มตัว (พันธะคู่) ในโมเลกุลของน้ำมัน

- 1.1 นำหลอดทดลองมาสองหลอด หยคน้ำมันหมู และน้ำมันมะกอกอย่างละ 1 หยด ลงในหลอดที่ 1 และหลอดที่ 2 ตามลำดับ
- 1.2 เติม CCl_4 ลงไปหลอดละ 1 cm^3 เขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน บันทึกสีของสารละลายที่ได้
- 1.3 หยดสารละลาย 2% Br_2/CCl_4 ทีละหยดลงไปหลอดทั้งสอง พร้อมเขย่า หยดจนกระทั่งสีน้ำตาลแดงของโบรมีนปรากฏในหลอดทั้งสอง บันทึกจำนวนหยดของสารละลาย Br_2/CCl_4 ที่ใช้ในแต่ละหยด

2. การเตรียมสบู่

- 2.1 เติมเอทานอล 3 cm^3 ลงในบีกเกอร์ขนาด 50 cm^3
- 2.2 เติมน้ำมันพืช 5 cm^3 ลงในบีกเกอร์ข้างต้น คนให้น้ำมันพืชและเอทานอลรวมเป็นเนื้อเดียวกันด้วยแท่งแก้วคน
- 2.3 เติมสารละลาย NaOH เข้มข้น 10 M จำนวน 5 cm^3 ลงไป นำไปอุ่นในบีกเกอร์ที่มีน้ำร้อนอุณหภูมิประมาณ 70°C พร้อมทั้งคนของผสมในบีกเกอร์ด้วยแท่งแก้วคนตลอดเวลา จนกระทั่งของผสมเริ่มเหนียวทิ้งไว้ให้เย็น
- 2.4 เติมเอทานอล 3 cm^3 และเติมน้ำเกลือ NaCl อิ่มตัว จำนวน 20 cm^3 ลงไปในของผสมที่ได้ พร้อมทั้งคน ใช้แท่งแก้วทำให้สบู่แตกออกเป็นชิ้นเล็ก ๆ เพื่อกำจัด NaOH ที่เหลือ และกลีเซอรอลออกจากเนื้อสบู่ นำของผสมที่ได้ไปกรองด้วยกระดาษกรองในกรวยกรองแล้วตามให้แห้ง บันทึกผล

3. การเตรียมน้ำมันระกำ

- 3.1 เติมเมทานอล 3 cm^3 และกรดซัลฟิวริก 0.5 กรัม ลงในหลอดทดลอง เขย่าให้รวมกัน
- 3.2 หยดกรดซัลฟิวริกเข้มข้นทีละหยด อย่างระมัดระวัง 5 หยด ลงในของผสมข้างต้น
- 3.3 นำไปอุ่นในบีกเกอร์ที่มีน้ำร้อนอุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 10 นาที คมกลิ่นของสารที่ระเหยออกมา
- 3.4 เทของผสมลงในน้ำร้อน 5 cm^3 ที่บรรจุอยู่ในบีกเกอร์ขนาด 50 cm^3 สังเกตว่าสารละลายแยกชั้นหรือไม่ คมกลิ่นสารที่ได้ บันทึกผล

4. การเตรียมแอสไพริน

- 4.1 เติมอะซิติลแอนไฮไดรด์ 1.5 cm^3 กรดซาลิไซลิก 1 กรัม และกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 2 หยด ลงในหลอดทดลอง อย่างระมัดระวัง เขย่าให้รวมกัน
- 4.2 นำหลอดทดลองข้างต้น ไปอุ่นในบีกเกอร์ที่มีน้ำร้อนอุณหภูมิประมาณ 80°C นาน 10 นาที ทิ้งไว้ให้เย็น สังเกตว่ามีผลึกตก
- 4.3 ล้างผลึกด้วยน้ำเย็นจัด 10 cm^3 2 ครั้ง
- 4.4 นำผลึกที่ได้ไปทดสอบด้วยสารละลาย 2% FeCl_3 1-2 หยด สังเกตสีที่เกิดขึ้น (สารประกอบพวกฟีนอล (Phenol) จะทำปฏิกิริยากับสารละลาย FeCl_3 ให้สารประกอบเชิงซ้อนที่มีสีแดง หรือสีม่วงหรือสีน้ำเงิน) บันทึกผล

5. การเตรียมยาหม่อง

- 5.1 ชั่ง จี๊ซิงขาว 1 กรัม , วาสลิน 1 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 cm^3
- 5.2 นำไปอุ่นในบีกเกอร์ที่มีน้ำเดือดคนด้วยแท่งแก้วจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกันยกลง
- 5.3 ชั่งเมนทอล 0.8 กรัม ใส่ในหลอดทดลอง นำไปอุ่นในบีกเกอร์ที่มีน้ำเดือดคนด้วยแท่งแก้วจนเมนทอลละลายหมด ยกลงแล้วเติมน้ำมันระกำ 1 cm^3 ยูคาลิปตัส 1 cm^3 คนให้เข้ากัน
- 5.4 เทสารละลายในข้อ 5.3 ลงในสารละลาย ข้อ 5.2 คนให้เป็นเนื้อเดียวกันแล้วเทลงในภาชนะที่เตรียมไว้ (ขวดเล็ก ๆ ปากกว้างสำหรับใส่ยาหม่องนำไปใช้ได้) ทิ้งไว้ให้เย็น
- 5.5 คมกลิ่นของผสมที่ท่านเตรียมได้ บันทึกผล

หนังสืออ้างอิง

1. Kenneth L. Williamson "Macroscale and Microscale Organic Experiments" 3rd Ed., Houghton Mifflin Company 1999
2. Erich Heftman "Chromatography" 3rd edition
3. R.M. Robert "Modern Experimental Organic Chemistry" 4th Edition, Philadelphia, PA. Saunders College, 1985
4. Pavia, et.al "Introduction to Organic Laboratory Technique" 3rd edition CBS. College Publishing USA 1982
5. A.R. Tatchell et.al "Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry" 5th ed, John Wiley and Sons 1989
6. O.R. Rodig, C.E. Bell, A.K. Clark, "Organic Chemistry Laboratory" Standard and Microscale Experiments Saunders College Publishing, U.S.A., 1990
7. L.F. Fieser, K.L. Williamson "Organic Experiments" 7th Edition, D.C. Heath and Company. U.S.A. 1992