

คู่มือปฏิบัติการ

เคมีอินทรีย์

01403222

พิมพ์ครั้งที่ 2

2560

คณะผู้เรียบเรียง

กมลทิพย์	ชัตติยะวงศ์
นางพางา	จรัสโสภณ
นวลจันทร์	มัจฉกริยา
ฐิตียา	แซ่ป้ง
ปิติ	ตรีสุก
วันเพ็ญ	เหล่าศรีไพบุลย์
วิไลลักษณ์	ขวัญยืน
วีรมลล์	ไวลีชิต
สุนันท์	ทิพย์ทิพากร
ศศิวิดี	บุญญะอุทธยาน
อาทร	ลอยสรวงสิน

โครงการจัดตั้งภาควิชาเคมี

คณะศิลปศาสตร์และวิทยาศาสตร์

มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน

คำนำ

ปฏิบัติการเคมีอินทรีย์เล่มนี้เรียบเรียงขึ้นโดยคณาจารย์ โครงการจัดตั้งภาควิชาเคมี คณะศิลปศาสตร์และวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน เพื่อให้นิสิตที่เรียนรายวิชาเคมีอินทรีย์ใช้เป็นคู่มือในการเรียนปฏิบัติการเคมีอินทรีย์

คณะผู้เขียนได้เรียบเรียงทบทวนเนื้อหาเพื่อความถูกต้องและชัดเจน เพื่อให้นิสิตได้รับความรู้และประโยชน์อันจะนำไปสู่ผลสัมฤทธิ์ในการเรียน แต่อาจจะยังมีข้อบกพร่องและผิดพลาด หากท่านพบกรุณาส่งคำแนะนำมายังคณะผู้เขียน เพื่อจะได้ปรับปรุงแก้ไขต่อไป คณะผู้เขียนขอขอบพระคุณเป็นอย่างยิ่ง

กมลทิพย์	ชัตติยะวงศ์
นางพงา	จรัสโสภณ
นวลจันทร์	มัจฉริยกุล
ฐิตียา	แซ่ป้ง
ปิติ	ตรีสุกอล
วันเพ็ญ	เหล่าศรีไพบุลย์
วิไลลักษณ์	ขวัญยืน
วีรมลล์	ไวลิจิต
สุนันท์	ทิพย์ทิพากร
ศศิวิดี	บุญญะอุทธยาน
อาทร	ลอยสรวงสิน

มกราคม 2560

สารบัญ

			หน้า
บทที่ 1	ข้อควรปฏิบัติและความความปลอดภัย ในการทำปฏิกิริยาเคมี	อาทร ลอยสรวงสิน	1
บทที่ 2	การแยกและการทำสารอินทรีย์ให้บริสุทธิ์	วันเพ็ญ เหล่าศรีไพบุลย์	17
บทที่ 3	การหาจุดหลอมเหลวและจุดเดือด	สุนันท์ ทิพย์ทิพากร	31
บทที่ 4	การวิเคราะห์คุณภาพของสารอินทรีย์	นวลจันทร์ มัจฉริยกุล	41
บทที่ 5	สารประกอบไฮโดรคาร์บอน	วิไลลักษณ์ ขวัญเย็น	48
บทที่ 6	แอลคิลแฮไลด์	ฐิตียา แซ่ปึง	59
บทที่ 7	แอลกอฮอล์	นงพงา จรัสโสภณ	70
บทที่ 8	สารประกอบฟีนอล	นงพงา จรัสโสภณ	80
บทที่ 9	แอลดีไฮด์และคีโตน	ปิติ ตรีสุกุล	91
บทที่ 10	กรดคาร์บอกซิลิกและอนุพันธ์	วีรมลล์ ไวลิจิต	102
บทที่ 11	เอมีน	ศศิวิดี บุญญะอุทธยาน	111
บทที่ 12	ลิพิด	ศศิวิดี บุญญะอุทธยาน	121
บทที่ 13	กรดอะมิโนและโปรตีน	กมลทิพย์ ชัตติยะวงศ์	131
บทที่ 14	คาร์โบไฮเดรต	กมลทิพย์ ชัตติยะวงศ์	141
เอกสารอ้างอิง			152

บทที่ 1

ข้อควรปฏิบัติและความปลอดภัยในการทำปฏิบัติการเคมี

อาทร ลอยสรวงสิน

วัตถุประสงค์

1. เพื่อให้รู้จักเอกสารข้อมูลความปลอดภัยเคมีภัณฑ์ และสามารถสืบค้นข้อมูลที่เกี่ยวข้องได้
2. เพื่อให้รู้จักความหมายของสัญลักษณ์ซึ่งบ่งอันตรายของสารเคมีตามรหัส IMO และ NFPA
3. เพื่อให้ทราบถึงวิธีการใช้อุปกรณ์และเครื่องมือพื้นฐานในห้องปฏิบัติการ
4. เพื่อให้ทราบถึงข้อควรปฏิบัติและเทคนิคพื้นฐานสำหรับปฏิบัติการเคมี
5. เพื่อให้ทราบถึงวิธีปฏิบัติตนเมื่อเกิดอุบัติเหตุ
6. เพื่อให้ทราบถึงขั้นตอนการปฐมพยาบาลเบื้องต้น

คำอธิบาย

ความรู้เกี่ยวกับสารเคมีและอุปกรณ์การทดลองต่าง ๆ รวมถึงการเทคนิควิธีการใช้เครื่องมือที่ถูกต้อง มีความจำเป็นอย่างยิ่งต่อการใช้ห้องปฏิบัติการเคมี ซึ่งจะช่วยให้ได้ผลการทดลองที่ถูกต้องและช่วยลดความเสี่ยงต่อการเกิดอันตรายหรืออุบัติเหตุในการทดลอง

ดังนั้น ผู้ทำปฏิบัติการจะต้องมีความรู้และสามารถจำแนกประเภทอันตรายจากสารเคมีและประเภทของอุปกรณ์การทดลอง วิธีการใช้และเทคนิคในการใช้เครื่องมือ และอุปกรณ์วิทยาศาสตร์ต่างๆ รวมถึงปฏิบัติตามระเบียบข้อกำหนดและเทคนิคปฏิบัติที่ถูกต้องอย่างเคร่งครัด ในกรณีที่เกิดอุบัติเหตุจะต้องทราบวิธีการปฏิบัติตนอย่างถูกต้องเพื่อป้องกันหรือบรรเทาความเสียหายที่เกิดอาจขึ้นต่อร่างกายและทรัพย์สิน รวมถึงต้องมีความรู้และสามารถปฐมพยาบาลเบื้องต้นได้อย่างถูกต้อง

ข้อมูลความปลอดภัยของสารเคมี

แหล่งข้อมูลเกี่ยวกับสารเคมีที่สำคัญ คือ เอกสารข้อมูลความปลอดภัยเคมีภัณฑ์ (Material Safety Data Sheets หรือ MSDS) ซึ่งสืบค้นได้จากเว็บไซต์ของศูนย์ข้อมูลวัตถุอันตรายและเคมีภัณฑ์ กรมควบคุมมลพิษ <http://msds.pcd.go.th> โดย MSDS จะแสดงข้อมูลเบื้องต้นของสารเคมี วิธีการจัดการกับสารเคมีรวมถึงอันตรายที่มีต่อสิ่งมีชีวิตและสิ่งแวดล้อม เพื่อให้ผู้ปฏิบัติงานสามารถทำงานกับสารเคมีนั้นได้อย่างถูกวิธีและปลอดภัย รวมทั้งสามารถรับมือกับเหตุฉุกเฉินซึ่งอาจเกิดจากสารเคมีนั้น โดย MSDS นั้น ได้จำแนกข้อมูลออกเป็น 16 หัวข้อ คือ

- 1) การชั่งเคมีภัณฑ์
- 2) ชื่อผู้ผลิต/จำหน่าย
- 3) การใช้ประโยชน์
- 4) ค่ามาตรฐานและความเป็นพิษ
- 5) คุณสมบัติทางกายภาพและเคมี
- 6) อันตรายต่อสุขภาพอนามัย
- 7) ความคงตัวและการเกิดปฏิกิริยา
- 8) การเกิดอัคคีภัยและการระเบิด
- 9) การเก็บรักษา/สถานที่เก็บ/เคลื่อนย้าย/ขนส่ง

- 10) การกำจัดกรณีรั่วไหล
- 11) อุปกรณ์ป้องกันอันตรายส่วนบุคคล
- 12) การปฐมพยาบาล
- 13) ผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม
- 14) การเก็บตัวอย่างและวิเคราะห์
- 15) การปฏิบัติกรณีฉุกเฉิน
- 16) เอกสารอ้างอิง

ข้อมูลเบื้องต้นเกี่ยวกับอันตรายของสารเคมีอาจดูได้จากรหัสซึ่งบ่งถึงอันตราย ซึ่งเป็นรหัสภาพจึงง่ายต่อการสังเกตและทำความเข้าใจ โดยทั่วไปจะแสดงที่ภาชนะบรรจุ ดังนั้นผู้ปฏิบัติการควรเข้าใจความหมายของรหัสซึ่งบ่งถึงอันตรายของเคมีภัณฑ์ 2 ประเภท คือ รหัส IMO ซึ่งอยู่ในหัวข้อการชี้บ่งเคมีภัณฑ์ และรหัส NFPA ซึ่งอยู่ในหัวข้อการเกิดอัคคีภัยและการระเบิด

1. รหัส International Maritime Organization (IMO) ซึ่งเป็นสัญลักษณ์รูปภาพที่ใช้ชี้บ่งลักษณะอันตรายของเคมีภัณฑ์เบื้องต้นออกเป็น 9 ประเภทหลัก ดังตัวอย่างในรูปที่ 1.1



รูปที่ 1.1 ตัวอย่างรหัส IMO

2. รหัส National Fire Protection Association (NFPA) เป็นสัญลักษณ์ที่มีดัชนีชี้บ่งอันตรายของสารเคมีที่ประกอบด้วยสี่เหลี่ยม 4 ชิ้น แต่ละชิ้นจะมีการกำหนดสีแตกต่างกัน คือ สีน้ำเงิน สีแดง สีเหลือง และสีขาว เพื่อบอกถึงอันตรายในแต่ละด้าน โดย สีน้ำเงิน สีแดง และสีเหลือง ซึ่งหมายถึง สุขภาพ ความไวไฟ และความไวในปฏิกิริยา ตามลำดับนั้น จะมีการกำหนดระดับอันตรายจากเป็นตัวเลข 0-4 บนสี่เหลี่ยมแต่ละสี ขณะที่สีขาวจะกำหนดเป็นสัญลักษณ์แสดงข้อมูลพิเศษ เช่น W หมายถึง สารที่ถูกล้างไม่ได้ ดังตัวอย่างรูปที่ 1.2



รูปที่ 1.2 ตัวอย่างรหัส NFPA

สำหรับความหมายของตัวเลขระดับอันตรายในแต่ละด้านและสัญลักษณ์แสดงข้อมูลพิเศษอยู่ได้สรุปอยู่ในตารางที่ 1.1 และตารางที่ 1.2

ตารางที่ 1.1 ระดับความเป็นอันตรายของเคมีภัณฑ์ในแต่ละด้านตามรหัส NFPA

ตัวเลข	สุขภาพ	ความไวไฟ	ความไวในปฏิกิริยา
0	ไม่ก่ออันตรายในภาวะปกติ	ไม่ติดไฟ	มีความเสถียรในสภาวะปกติ
1	ก่ออันตรายเพียงเล็กน้อย	จุดวาบไฟสูงกว่า 93.3°C	มีความเสถียรในสภาวะปกติ เกิดปฏิกิริยาเมื่อได้รับความร้อน แต่ไม่อันตรายมาก
2	ก่ออันตรายเมื่อสัมผัสนาน	จุดวาบไฟสูงกว่า 37.8°C แต่ต่ำกว่า 93.3°C	เกิดอันตรายเมื่อทำปฏิกิริยากับน้ำ
3	ก่ออันตรายร้ายแรง	จุดวาบไฟต่ำกว่า 37.8°C	อาจเกิดระเบิด เมื่อสัมผัสเพิ่อนหรือได้รับความร้อน
4	ก่ออันตรายถึงชีวิต	จุดวาบไฟต่ำกว่า 22.8°C	สามารถเกิดระเบิดอย่างรุนแรงได้ที่อุณหภูมิห้อง

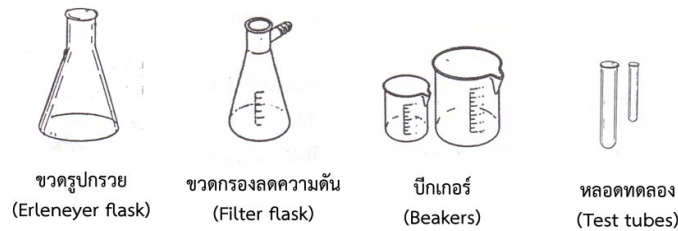
ตารางที่ 1.2 สัญลักษณ์ชี้บ่งอันตรายเฉพาะบนส่เหลี่ยมสีขาว ตามรหัส NFPA

สัญลักษณ์	ALK	ACID	COR	OX		W
ความหมาย	มีฤทธิ์เป็นเบส	มีฤทธิ์เป็นกรด	สารกัดกร่อน	สารออกซิไดซ์	สารกัมมันตรังสี	ทำปฏิกิริยากับน้ำ

อุปกรณ์เครื่องแก้ว

เครื่องแก้ว ซึ่งจัดเป็นอุปกรณ์พื้นฐานในการทดลองเคมี อาจแบ่งออกได้เป็น 3 ประเภท คือ

- 1) เครื่องแก้วที่ใช้เป็นภาชนะบรรจุ เครื่องแก้วประเภทนี้จะมีขีดบอกปริมาตรคร่าวๆ จึงไม่เหมาะที่จะนำไปใช้วัดปริมาตร ใช้เป็นภาชนะบรรจุในการเตรียมสารละลาย หรือผสมสารละลาย ได้แก่ ปีกเกอร์ ขวดรูปชมพู่ และหลอดทดลอง รูปที่ 1.3



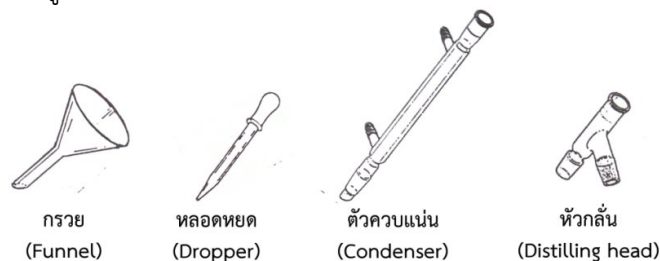
รูปที่ 1.3 เครื่องแก้วที่ใช้เป็นภาชนะบรรจุบางชนิด

- 2) เครื่องแก้วที่ใช้วัดหรือปรับปริมาตร เครื่องแก้วประเภทนี้มีขีดบอกปริมาตรซึ่งได้ทำการวัดเทียบกับปริมาตรมาตรฐานแล้ว ได้แก่ กระบอกตวง ขวดเชิงปริมาตร บิวเรตต์ และปิเปตต์ ซึ่งแต่ละชนิดมีความถูกต้องแม่นยำแตกต่างกัน การเลือกใช้งานขึ้นกับวัตถุประสงค์ของการทดลอง (รูปที่ 1.4)



รูปที่ 1.4 เครื่องแก้วที่ใช้วัดปริมาตร

- 3) เครื่องแก้วที่ใช้ส่งผ่าน หรือถ่ายสารเคมี ได้แก่ หลอดหยด กรวย คอลัมน์ควบแน่นการกลั่น ข้อต่อเครื่องแก้ว (รูปที่ 1.5)



รูปที่ 1.5 เครื่องแก้วที่ใช้ในการส่งผ่านหรือถ่ายสารเคมีบางชนิด

การเลือกใช้เครื่องแก้วให้ถูกต้องตามลักษณะการใช้งาน โดยเฉพาะการเลือกใช้งานของเครื่องแก้วสำหรับตวงหรือปรับปริมาตร ถือเป็นปัจจัยสำคัญหนึ่งที่จะส่งเสริมทำให้การทดลองประสบผลสำเร็จ นอกจากเครื่องแก้วแล้ว ยังมีอุปกรณ์การทดลองอื่นๆ ที่ไม่ได้ทำจากเครื่องแก้ว อุปกรณ์เหล่านี้ มีการใช้งานหลากหลายหน้าที่ เช่น ให้ความร้อน ใช้เหวี่ยงสารเพื่อให้เกิดตะกอน เป็นอุปกรณ์ที่ต้องทนความร้อนสูงกว่าเครื่องแก้ว หรือทำหน้าที่ช่วยในการพยุงชุดอุปกรณ์เครื่องแก้ว เป็นต้น (รูปที่ 1.6) อุปกรณ์เหล่านี้ส่วนใหญ่มักไม่ได้สัมผัสสารเคมีโดยตรง



รูปที่ 1.6 อุปกรณ์การทดลองอื่นๆ ที่ไม่ใช่เครื่องแก้ว

ข้อควรปฏิบัติในการใช้ห้องปฏิบัติการ

ข้อปฏิบัติทั่วไป

- 1) เข้าห้องปฏิบัติตรงตามเวลา
- 2) ไม่พาผู้ที่ไม่ได้ทำปฏิบัติการเข้ามาภายในห้องปฏิบัติการก่อนได้รับอนุญาต
- 3) ห้ามสูบบุหรี่โดยเด็ดขาด ทั้งในห้องปฏิบัติการและบริเวณอาคารโดยรอบ
- 4) ไม่นำอาหารหรือเครื่องดื่มมาในห้องปฏิบัติการ
- 5) ไม่ส่งเสียงดัง คุยเล่น วิ่ง หรือหยอกล้อกันในห้องปฏิบัติการ
- 6) ทราบวิธีใช้และตำแหน่งที่ตั้งของ อุปกรณ์ดับเพลิง อุปกรณ์ล้างตา ฝักบัวล้างตัว ตลอดจนตู้ยา เพื่อสามารถนำมาใช้ได้ทันท่วงทีที่เกิดอุบัติเหตุ
- 7) ไม่ควรทำการปฏิบัติการตามลำพังในห้องปฏิบัติการ เพื่อป้องกันกรณีเกิดอุบัติเหตุหรือเหตุฉุกเฉินอื่น ๆ การใช้ห้องปฏิบัติการนอกเวลาจะต้องได้รับอนุญาตเป็นลายลักษณ์อักษรก่อนเสมอ
- 8) เมื่อเสร็จปฏิบัติการ ต้องทำความสะอาดเครื่องแก้ว และอุปกรณ์ต่าง ๆ โดยล้างอุปกรณ์ต่าง ๆ ให้สะอาด ในบริเวณที่กำหนด
- 9) เปิกอุปกรณ์และเครื่องแก้วก่อนเริ่มทำปฏิบัติการ และตรวจสอบความเรียบร้อยทันที
- 10) ตรวจสอบความเรียบร้อยของอุปกรณ์และเครื่องแก้ว และคืนอุปกรณ์ที่ใช้ทันทีที่เสร็จปฏิบัติการ
- 11) ทำความสะอาดบริเวณโต๊ะปฏิบัติการ อ่างน้ำ และห้องปฏิบัติการให้เรียบร้อย
- 12) เมื่อจะออกจากห้องปฏิบัติการ ให้ล้างมือให้สะอาดทุกครั้ง

การแต่งกาย

- 1) สวมชุดนิสที่ถูกระเบียบ
- 2) สวมเสื้อคลุมปฏิบัติการ เพื่อช่วยป้องกันอันตรายจากสารเคมีกรด
- 3) สวมแว่นตานิรภัย (safety goggles) และควรงดใช้เลนส์สัมผัส (contact lenses)
- 4) ใส่รองเท้าปิดปลายเท้าและส้นเท้า เพื่อช่วยป้องกันอันตรายจากสารเคมีหก หรือแก้วแตก

- 5) หากไผ่ผมยาว ควรรวบผมให้เรียบร้อย จะช่วยป้องกันอุบัติเหตุผมลูกไหม้จากการทดลองที่มีเปลวไฟ

การใช้สารเคมี

- 1) ก่อนใช้สารเคมีอ่านฉลากที่ติดกับขวดให้ถูกต้องทุกครั้ง ไม่เคลื่อนย้ายสารเคมีหากต้องใช้สารนั้นร่วมกับผู้อื่น
- 2) กรณีที่สารเป็นของเหลว ให้ใช้หลอดหยดดูดสารหรือรินใส่ภาชนะแบ่ง กรณีที่สารเป็นของแข็ง ให้ใช้ช้อน/พายตักสาร โดยห้ามใช้หลอดหยด ช้อนหรือพายตักสาร ส่วนตัวเพื่อป้องกันการปนเปื้อนของสารเคมีในภาชนะ
- 3) ถ้ามีหลอดหยดหรือช้อนตักสารประจำขวดสาร ไม่ควรสับเปลี่ยนหลอดหยดหรือช้อนตักสาร
- 4) ใช้สารเคมีตามปริมาณที่กำหนดไว้เท่านั้น มิฉะนั้นอาจทำให้ผลการทดลองคลาดเคลื่อนและทำให้สิ้นเปลืองสาร
- 5) หากมีสารเคมีเหลือจากการใช้ ห้ามเทสารที่เหลือนั้นกลับลงในขวดเดิมเพื่อป้องกันการปนเปื้อน
- 6) เมื่อใช้สารเคมีเสร็จแล้วปิดฝาให้เรียบร้อยทันที
- 7) หากทำสารเคมีหกจะต้องทำความสะอาดทันที
- 8) ไม่ทำการทดลองนอกเหนือจากที่กำหนดไว้ในคู่มือปฏิบัติการโดยไม่ได้รับการอนุญาต เพราะมีโอกาสเกิดอุบัติเหตุ โดยเฉพาะหากผู้ปฏิบัติกรยังเป็นผู้ไม่มีทักษะในการทำปฏิบัติการเคมี
- 9) การทดลองที่ใช้สารเคมีที่มี กลิ่น ไอหรือควันที่เป็นพิษหรือเกิดปฏิกิริยาให้แก๊สที่เป็นพิษจะต้องทำในตู้ดูดควัน
- 10) หลีกเลี่ยงการสัมผัส สูดดม หรือ ชิม สารเคมี หากจำเป็นต้องดมกลิ่นสารเคมี ให้ถือหลอดสารเคมีนั้นไว้ห่างๆ แล้วใช้มือโบกกลิ่นของสารนั้นให้เข้าจมูกเพียงเล็กน้อย



รูปที่ 1.7 วิธีการดมสารเคมีที่ถูกต้อง

การทิ้งขยะและสารเคมี

การทิ้งสารเคมีที่เหลือจากปฏิกิริยา จะต้องทิ้งในภาชนะที่กำหนดไว้โดยแยกตามประเภทของสารเพื่อนำไปบำบัดหรือกำจัดได้อย่างถูกต้อง

- 1) สารละลาย ทิ้งในถังทิ้งสารเคมี (โดยโครงการจัดตั้งภาควิชาเคมี แยกออกเป็น 5 ประเภท)
- 2) ของแข็ง ทิ้งในภาชนะที่กำหนดไว้เช่น ปิกเกอร์
- 3) ขยะอื่น ๆ ให้ทิ้งในถังขยะตามชนิดของขยะ

เทคนิคปฏิบัติในการใช้อุปกรณ์พื้นฐานในห้องปฏิบัติการ

การใช้เครื่องแก้ว

1. การให้ความร้อนแก่เครื่องแก้ว

- ก่อนใช้เครื่องแก้วทุกครั้งควรตรวจสอบรอยแตกร้าว เพราะอาจทำให้เครื่องแก้วแตกได้ในขณะที่ได้รับความร้อน อย่าให้ความร้อนแก่เครื่องแก้วและอุปกรณ์ในระบบปิด เช่น ให้ความร้อนแก่ของเหลวในหลอดแก้วที่ปิดสนิท สารภายในระบบจะเกิดการขยายตัวและมีแรงดันไอสูงขึ้นจนทำให้เครื่องแก้วระเบิดได้

- ไม่ควรกลั่นของเหลวในขวดกลั่นจนแห้งเพราะสารที่เหลืออยู่อาจเกิดระเบิดได้ ไม่ควรกลั่นของเหลวในขวดกลั่นจนแห้งเพราะสารที่เหลืออยู่อาจเกิดการระเบิดได้ การให้ความร้อนขวดกลั่นซึ่งไม่มีของเหลวจะทำให้ขวดกลั่นร้อนจัด อาจหลอมเหลวหรือแตกได้

2. การประกอบหรือติดตั้งเครื่องแก้ว

- เมื่อสวมหลอดหรือสายยางกับเครื่องแก้ว หรือใส่หลอดนำแก๊สในจุกยาง ควรใช้ผ้าจับหลอดแก้ว

- ควรหล่อลื่นหลอดยางหรือจุกยางด้วยน้ำเพื่อลดแรงเสียดทาน อย่างไรก็ตาม ในหลายการทดลอง จะใช้กลีเซอริน (glycerin) เป็นสารหล่อลื่น หากมีแรงเสียดทานสูง หรือหากการทดลองไม่ต้องการให้น้ำเข้าเจือปน

การใช้ตะเกียงแก๊ส

- 1) ไม่จุดตะเกียงใกล้บริเวณที่มีการใช้ตัวทำละลายไวไฟ
- 2) หากต้องการให้ความร้อนกับสารไวไฟ ให้หลีกเลี่ยงการใช้ตะเกียงให้ความร้อนโดยตรงกับภาชนะที่มีสารไวไฟ ควรให้ความร้อนโดยผ่านให้ความร้อน เช่น น้ำ หรือโดยใช้แผ่นความร้อน (hot plate) แทนตะเกียง นอกจากนี้ควรมีแผ่นใยหิน (asbestos) หรือกระจกนาฬิกาอยู่ใกล้มือ
- 3) เมื่อทำการทดลองเสร็จ ทำความสะอาดอุปกรณ์ที่ใช้ และเก็บให้เรียบร้อย ทำความสะอาดโต๊ะเครื่องใช้ไฟฟ้าให้ปิดสวิตช์ ดึงปลั๊กไฟฟ้าออก ปิดก๊อกน้ำและแก๊ส

การต้มของเหลวในหลอดทดลอง

- 1) ไม่บรรจุของเหลวปริมาณเกินครึ่งหลอด จะช่วยลดความเสี่ยงจากของเหลวกระฉอกออกนอกหลอดทดลอง หากของเหลวนั้นเดือด
- 2) ไม่จับหลอดทดลองด้วยนิ้วมือเปล่า ควรใช้ที่จับหลอดทดลอง เพราะหลอดทดลองอาจร้อนจนมือทนไม่ได้
- 3) การให้ความร้อนแก่หลอดทดลองด้วยการให้เปลวไฟโดยตรง ควรใช้เปลวไฟต่ำๆ และเอียงหลอดทดลองเล็กน้อย ให้ส่วนของหลอดทดลองที่มีของเหลวถูกเปลวไฟที่ละน้อย พร้อมกับแกว่งหลอดทดลองไปมาในเปลวไฟ เพื่อให้ของเหลวได้รับความร้อนอย่างทั่วถึง อีกทั้งเป็นการเขย่าของเหลวภายในหลอดทดลองพร้อมกันด้วย
- 4) ขณะต้มของเหลว ไม่ดูของเหลวผ่านทางด้านปากหลอด และไม่หันปากหลอดทดลองไปทางเข้าตนเอง (รูปที่ 1.8)



รูปที่ 1.8 การดึงสารเคมีในหลอดทดลอง

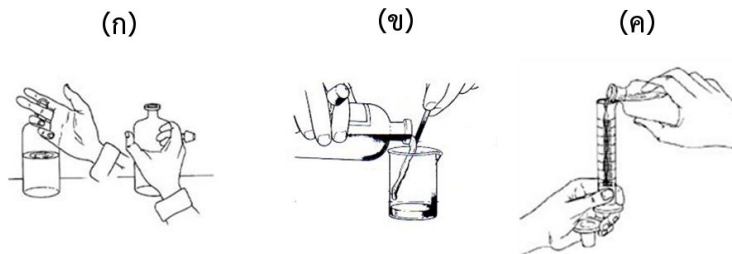
การตัก และการเทสารเคมี

1) สารเคมีในสถานะของแข็ง มักบรรจุอยู่ในขวดปากกว้าง เมื่อตักใช้แล้วต้องปิดฝาขวดให้แน่น เพื่อป้องกันความชื้นและฝุ่นละอองเข้าไปในขวด การตักสารเคมีที่เป็นของแข็งปฏิบัติได้ 2 วิธี คือ ด้วยการเทกะปริมาณสารที่ต้องการจากออกจากขวดโดยตรง หรือด้วยการถ่ายสารจากขวดสู่ฝาขวดหรือใช้อุปกรณ์ตักสารนั้นเฉพาะ (เช่น พาย หรือช้อนตักสาร) แล้วจึงค่อยเทกะปริมาณสารที่ต้องการจากฝาขวดหรืออุปกรณ์นั้นอีกที หากมีสารเหลือที่ฝาขวดหรือเหลือที่อุปกรณ์ตักสารก็สามารถเทคืนขวดสารได้ (รูปที่ 1.9)



รูปที่ 1.9 การเทสารเคมีที่เป็นของแข็ง

2) สารเคมีในสถานะของเหลว มักบรรจุอยู่ในขวดปากแคบ สำหรับวิธีถ่ายสารที่เป็นของเหลวที่จะกล่าวถึงต่อไปนี้เป็นกรณีของเหลวบรรจุอยู่ในขวดที่มีฝาจุก ให้ปฏิบัติดังนี้ หลังจากดึงจุกออกจากขวดใช้นิ้วคีบจุกไว้อย่าวางจุกบนโต๊ะ ใช้มือข้างที่คีบฝาจุก จับขวดโดยให้ฝ่ามือคร่อมด้านที่มีฉลาก เพื่อที่จะสามารถเทของเหลวออกทางด้านตรงข้ามฉลาก เทของเหลวลงภาชนะที่ต้องการ หากภาชนะที่รองรับมีลักษณะตันและปากกว้าง ควรใช้แท่งแก้วช่วย โดยรดของเหลวไหลไปตามแท่งแก้ว แต่หากภาชนะที่รองรับมีลักษณะลึกและปากแคบ (แต่กว้างกว่าขวดสารพอสมควร) ก็สามารถเทสารสู่ภาชนะได้โดยตรง (รูปที่ 1.10)



รูปที่ 1.10 การทดสอบเคมีที่เป็นของเหลว: การเปิดและคืบฝาลูก (ก) และการเทของเหลว (ข และ ค)

การผสมสารละลาย

เมื่อทดสอบสารละลายรวมกัน เพื่อให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวอย่างสม่ำเสมอ หรือเพื่อให้สารละลายนั้นทำปฏิกิริยากันอย่างทั่วถึง ควรปฏิบัติดังต่อไปนี้

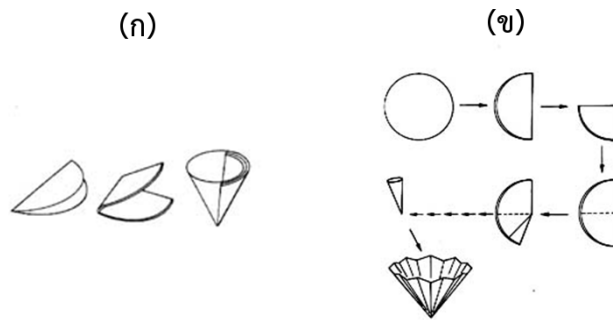
- 1) การผสมสารละลายในบีกเกอร์ ให้ใช้แท่งแก้วคน ควรคนจนถึงก้นของบีกเกอร์ โดยที่แท่งแก้วไม่กระทบหรือชูดกับผิวด้านในของบีกเกอร์ และควรคนให้สารละลายหมุนวนไปทางเดียวกัน
- 2) การผสมสารละลายในขวดรูปกรวย การใช้แท่งแก้วช่วยคนทำได้ไม่สะดวก จึงควรใช้วิธีหมุนขวด คือใช้มือจับขวดรูปกรวย แล้วหมุนข้อมือที่จับขวดนั้น เพื่อให้สารละลายในขวดไหลวนไปทางเดียวกัน
- 3) การผสมสารละลายในหลอดทดลอง ให้คนด้วยแท่งแก้วหรือสลัดหลอดอย่างเบาๆ การผสมสารละลายที่เกิดความร้อนสูง เช่น กรดซัลฟิวริกเข้มข้นกับน้ำ ต้องระวังให้มาก คือ ต้องเทกรดลงในน้ำ เพื่อให้กรดเจือจางและกระจายความร้อนลงน้ำ (หากเทน้ำลงในกรด ความร้อนที่เกิดขึ้นจะทำให้ น้ำเดือดก่อนที่จะแพร่กระจายในกรด และกระเด็นออกมาพร้อมกับกรด)

การแยกตะกอนออกจากสารละลาย

- 1) การริน (Decantation) สำหรับของเหลวที่มีตะกอนปะปน การริน คือ การเทของเหลวใสแยกออกจากตะกอน หลังจากทิ้งตะกอนนอนก้นภาชนะ โดยพยายามไม่ให้ตะกอนไหลตามสารละลายออกไป การรินสารละลายจากภาชนะปากกว้าง เช่น บีกเกอร์ ให้ค่อยๆ เทสารละลายใสไหลจากปากบีกเกอร์รดไปตามแท่งแก้ว
- 2) การกรอง (Filtration) จะใช้กระดาษกรอง
- 3) การเหวี่ยงสาร ทำโดยใส่สารลงในเครื่องเหวี่ยง (centrifuge)
- 4) การระเหย จะแยกสารโดยการระเหยตัวทำละลายที่ระเหยง่ายโดยใช้ความร้อน เหลือสารที่เป็นของแข็งหรือสารที่ระเหยยากอยู่ในภาชนะ

การกรองสารละลาย

เป็นวิธีหนึ่งในการแยกของแข็งออกจากของเหลว โดยเฉพาะหากของแข็งนั้นแขวนลอยอยู่ ไม่ตกตะกอน อุปกรณ์ที่ใช้ในการกรองสำหรับการทดลองพื้นฐาน ได้แก่ กรวย และกระดาษกรอง กรวยมีหลายขนาด ตอนบนของปลายก้านจะตีปลีเล็กน้อย จึงช่วยพยุงของเหลวในก้านกรวยให้เต็มอยู่ตลอดเวลา กระดาษกรอง มีหลายชนิดและหลายขนาด นอกจากนี้ความละเอียดของเนื้อกระดาษก็ต่างกันไปด้วย การเลือกใช้ให้พิจารณาจากปริมาณและขนาดของตะกอน การเลือกขนาดกระดาษกรอง เมื่อใช้กรองปริมาณของตะกอนควรมียู่ระหว่าง $1/2 - 1/3$ ของขอบกระดาษกรองในกรวย การเลือกเนื้อกระดาษกรอง ต้องพิจารณาขนาดของตะกอนที่จะกรอง กระดาษกรองต้องสามารถกั้นตะกอนเอาไว้ทั้งหมดและใช้ระยะเวลาในการกรองไม่นานจนเกินไป เช่น ตะกอนไฮดรอกไซด์ หรือออกไซด์ของโลหะเป็นตะกอนขนาดใหญ่ ต้องใช้กระดาษกรองเนื้อหยาบซึ่งมีรูซึมใหญ่ ขณะที่ตะกอนแบเรียมซัลเฟต (BaSO_4) มีลักษณะละเอียดมากและไม่เป็นกลุ่มก้อน ต้องกรองด้วยกระดาษกรองเนื้อละเอียดซึ่งมีรูซึมเล็ก ประสิทธิภาพการกรอง ขึ้นอยู่กับหลายปัจจัย หนึ่งในนั้น คือ เทคนิคการพับกระดาษกรอง ซึ่งมีด้วยกัน 2 แบบ คือ การพับกระดาษกรองให้เป็นกรวยธรรมดาและกรวยจีบ (รูปที่ 1.11)



รูปที่ 1.11 การพ่นกระดาดกรองแบบกรวยธรรมดา (ก) และแบบกรวยจีบ (ข)

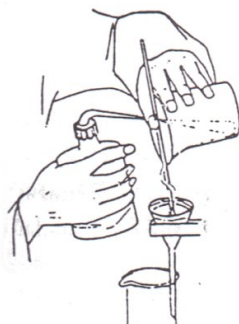
ก) การพ่นกระดาดกรองแบบกรวยธรรมดา คือ วิธีการพ่นกระดาดกรองเป็นครึ่งวงกลม แล้วพ่นอีกครั้งหนึ่งให้เหลือเพียงหนึ่งในสี่ของวงกลม แต่การพ่นครั้งนี้ให้ขอบของกระดาดทำมุมกันทาง 5° ดังนั้น ส่วนของกระดาดที่พ่นครั้งนี้จะไม่เท่ากัน ให้ฉีกมุมกระดาดของส่วนที่เล็กกว่าออกไปส่วนหนึ่ง เมื่อคลี่กระดาดของส่วนที่ใหญ่กว่า จะได้กรวยกระดาดที่มีมุมกางเกินกว่า 60° เล็กน้อย (กรวยกรองมีมุม 60°) กระดาดกรองจึงแนบสนิทกับกรวยกรองเฉพาะตอนบนของกระดาดกรองเท่านั้น ไม่แนบสนิทตลอดทั้งกรวย เป็นผลให้ของเหลวไหลผ่านกระดาดกรองอย่างรวดเร็ว สู่ผิวกรวยไหลลงต่อไปสู่ก้นกรวย

ข) การพ่นกระดาดกรองแบบกรวยจีบ นำกระดาดกรองมาพับเหมือนพับพัด เริ่มจากพับครึ่ง $1/2$ และพับต่อไปเรื่อยๆ เป็น $1/4$ $1/8$ และ $1/16$ ตามลำดับ หลังจากพับแล้วควรวางกระดาดกรองลงในกรวยก่อน จึงค่อยคลี่กระดาดออก การกรองผ่านกระดาดกรองพับแบบกรวยจีบจะเร็วกว่าแบบกรวยธรรมดา เพราะว่ากรวยจีบมี พื้นที่ผิวสัมผัสกับของเหลวได้มากกว่ากรวยธรรมดา

วิธีการกรองสาร

- 1) วางกรวยบนที่รองรับ และนำภาชนะมารองรับสิ่งกรองที่ไหลผ่านกระดาดกรอง หากภาชนะรองรับมีลักษณะกว้าง เช่น ปีกเกอร์ ควรจัดให้ก้นกรวยแตะข้างภาชนะ เพื่อป้องกันสิ่งกรองกระเด็น
- 2) วางกระดาดกรองที่พับเป็นกรวยแล้วซ้อนลงในกรวย ขอบของกระดาดควรต่ำกว่าขอบของกรวย 0.5 cm ฉีดตัวทำละลายที่ใช้ล้างตะกอน เพื่อช่วยให้กระดาดกรองแนบสนิทกับผิวกรวย
- 3) รอให้ตะกอนนอนก้น แล้วจึงรินสารละลายไหลลงในกระดาดกรอง โดยให้ไหลไปตามแฉกแหว่ระว่างอย่าให้ปลายของแฉกแหว่แตะกระดาดกรอง สารละลายที่รินลงไป ควรมีระดับต่ำกว่าขอบกรวยกระดาดกรองประมาณ 0.5-1 cm พยายามให้ตะกอนไหลลงกระดาดกรองน้อยที่สุด เพราะตะกอนจะไปอุดรูซึมของกระดาดกรอง ทำให้การกรองช้า
- 4) หากต้องการตะกอนจากการกรอง ต้องล้างและถ่ายตะกอน(รูปที่ 1.12) ซึ่งมีปฏิบัติดังต่อไปนี้
- 5) หลังจากเหลือสารละลายเหลือติดอยู่กับตะกอนเพียงเล็กน้อย ล้างตะกอนเพื่อกำจัดสารเจือปน ซึ่งอาจจะติดอยู่กับตะกอน โดยของเหลวที่นำมาล้างตะกอนต้องไม่ละลายตะกอน แต่สามารถละลายสารเจือปนที่เกาะอยู่กับตะกอน

- 6) ให้อยู่ๆ รินน้ำล้างตะกอนออก โดยปฏิบัติเช่นเดียวกับวิธีการกรองข้างต้น จากนั้นจึงถ่ายตะกอน โดยใช้ของเหลวสำหรับล้างตะกอน ฉีดไล่ตะกอนให้ลงบนกระดาษกรอง โดยให้ไหลผ่านแท่งแก้ว



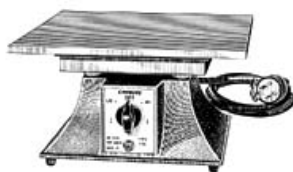
รูปที่ 1.12 การกรองและการถ่ายตะกอน

การระเหยสารละลาย

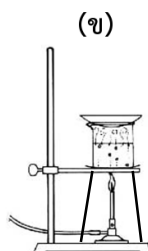
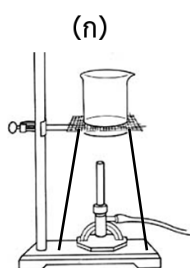
การระเหยสารละลายเป็นเทคนิคในการแยกองค์ประกอบที่ระเหยได้ง่ายออกจากสารละลาย ทำให้ปริมาตรสารละลายลดลง ทำให้ความเข้มข้นของสารละลายเพิ่มขึ้น หรือทำให้เหลือแต่องค์ประกอบที่ระเหยยาก

1) การระเหยสารละลายนิยมใช้ภาชนะปากกว้าง เช่น ปีกเกอร์ หรือชามระเหย ข้อควรระวังในการระเหย คือ หากเป็นของเหลวไวไฟ เช่น พวกสารประกอบไฮโดรคาร์บอน ต้องไม่ระเหยโดยใช้ความร้อนจากเปลวไฟโดยตรง ควรมีแผ่นโลหะนำความร้อนกั้นเปลวไฟ หรือใช้เครื่องไฟฟ้า เช่น แผ่นความร้อนไฟฟ้า (electric hot plate)

2) สำหรับของเหลวที่ระเหยโดยใช้เปลวไฟตรงได้ ต้องใช้เปลวไฟอ่อนๆ เพื่อป้องกันของเหลวเดือดและกระเด็นออกมานอกภาชนะ นอกจากนี้ ถ้าเป็นสารที่สลายได้ง่าย เมื่อถูกความร้อน มักจะระเหยของเหลวผ่านสื่อให้ความร้อน เช่น การระเหยโดยใช้ไอน้ำ (water bath) (รูปที่ 1.14)



รูปที่ 1.13 แผ่นความร้อนไฟฟ้า



รูปที่ 1.14 การให้ความร้อนโดยใช้เปลวไฟโดยตรง (ก) และโดยผ่านสื่อให้ความร้อน (ข)

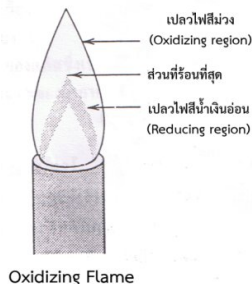
การใช้ตะเกียงบุนเซิน

ตะเกียงบุนเซิน (Bunsen burner) มีส่วนประกอบดังรูปที่ 1.15 ข้อปฏิบัติในการใช้ตะเกียงบุนเซิน มีดังนี้



รูปที่ 1.15 ส่วนประกอบของตะเกียงบุนเซิน

- 1) สวมปลายสายยางข้างหนึ่งเข้ากับช่องทางเข้าแก๊สเชื้อเพลิง ส่วนปลายอีกข้างหนึ่งต่อกับก๊อกแก๊ส
- 2) ปิดช่องปรับปริมาณอากาศที่ฐานของตะเกียงให้สนิท
- 3) เปิดก๊อกแก๊สให้แก๊สเชื้อเพลิงเข้าในตะเกียง
- 4) จุดไฟโดยใช้ที่จุดไฟ (lighter) จ่อที่ปลายท่อของตัวตะเกียง จะได้เปลวไฟใหญ่สีเหลือง (luminous flame หรือ reducing flame) เปลวไฟนี้ ยังไม่เหมาะต่อการใช้งาน เพราะความร้อนต่ำ และมีเขม่า
- 5) ค่อยๆ เปิดช่องปรับปริมาณอากาศที่ฐานของตะเกียงทีละน้อยๆ จนกระทั่งเปลวไฟสีเหลืองเปลี่ยนเป็นไม่มีสี (non- luminous flame หรือ oxidizing flame) ซึ่งจะมองเห็นเป็นสีน้ำเงินอ่อนๆ เปลวไฟจะแบ่งออกเป็น 2 บริเวณ คือ reducing region บริเวณชั้นในมีสีน้ำเงินอ่อน ซึ่งจะมีการเผาไหม้ของแก๊สเชื้อเพลิงยังไม่สมบูรณ์เต็มที่ เป็นบริเวณที่มีความร้อนน้อย และ oxidizing region เป็นบริเวณชั้นนอกมีสีม่วง ซึ่งมีการเผาไหม้ของแก๊สเชื้อเพลิงสมบูรณ์ เป็นบริเวณที่มีความร้อนมาก รอยต่อของทั้ง 2 บริเวณ คือส่วนที่มีความร้อนสูงสุดของเปลวไฟ (รูปที่ 1.16)



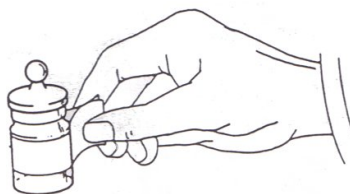
รูปที่ 1.16 โครงสร้างเปลวไฟที่พร้อมใช้งาน

ข้อควรระวัง ในบางครั้ง หากปล่อยแก๊สเชื้อเพลิงเข้าตะเกียงมากเกินไป เปลวไฟที่เกิดขึ้นจะเด่นและดับ แต่ถ้าแก๊สเข้าตะเกียงน้อยเกินไป เปลวไฟจะลุกที่บริเวณฐานตะเกียงและช่องปรับปริมาณอากาศ เรียก เปลวไฟสะท้อนกลับ (struck back flame) ต้องปิดก๊อกแก๊สให้เปลวไฟดับทันที หากปล่อยให้เกิดเปลวไฟสะท้อนกลับเป็นเวลานาน จะทำให้เกิดความเสียหายคือ เกิดแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ ตัวตะเกียงจะร้อนจัด โลหะตรงช่องทางเข้าของแก๊สภายในตัวตะเกียงจะหลอมเหลว และเชื่อมปิดทางเข้าไปในตัวตะเกียงของแก๊สเชื้อเพลิง สายยางที่เชื่อมโยงตะเกียงกับก๊อกแก๊สจะละลาย

การใช้เครื่องชั่ง

การใช้เครื่องชั่งเพื่อหาน้ำหนักของสาร เป็นสิ่งที่พบเสมอในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ (quantitative analysis) ผู้ทำปฏิบัติการจึงควรเข้าใจวิธีการใช้เครื่องชั่งชนิดต่างๆ ให้ถูกต้อง ข้อควรระวังในการใช้เครื่องชั่งโดยทั่วไปมีดังต่อไปนี้

- 1) เครื่องชั่งต้องตั้งอยู่บนที่แน่นหนามั่นคง ไม่มีการสั่นสะเทือน ไม่ควรตั้งริมหน้าต่าง ไม่ถูกแสงแดดส่องโดยตรง และไม่อยู่ใกล้แหล่งความร้อน
- 2) ฐานของเครื่องชั่งต้องปรับให้อยู่ในแนวระดับ โดยให้สังเกตจากฟองอากาศบริเวณฐานของเครื่องชั่ง
- 3) เมื่อทำการชั่ง ต้องวางวัตถุที่จะชั่งบนจุดกึ่งกลางจานชั่ง หากเป็นเครื่องชั่ง
- 4) ไม่วางวัตถุหรือสารที่จะชั่งสัมผัสบนจานของเครื่องชั่งโดยตรง ต้องใส่วัตถุหรือสารนั้นลงในขวดชั่ง (weighing bottle) หรือวัสดุสำหรับรองรับชั่งก่อนเสมอ
- 5) ไม่ชั่งวัตถุที่ยังร้อนอยู่ เพราะจะทำให้เกิดการกระแสน้ำไอน้ำได้ น้ำหนักน้อยกว่าค่าจริง วัตถุที่นำมาชั่งจึงต้องมีอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิของห้องเครื่องชั่ง
- 6) ไม่ใช้นิ้วมือจับวัตถุที่จะชั่ง เพราะน้ำหนักจะเปลี่ยนแปลงเนื่องจากเหงื่อที่ติดอยู่ที่นิ้วมือ ควรใช้กระดาษพับเป็นแผ่นเล็กๆ ครอบขวดชั่ง
- 7) ไม่ชั่งวัตถุที่หนักเกินน้ำหนักสูงสุดที่เครื่องชั่งสามารถทำได้ โดยปกติเครื่องชั่งในห้องทดลองจะชั่งได้ตั้งแต่ 100 – 200 g ซึ่งผู้ผลิตจะระบุน้ำหนักไว้



รูปที่ 1.17 การใช้กระดาษครอบขวดชั่ง

การใช้สมุดบันทึกผลการทดลอง

สมุดบันทึกทดลองเป็นสิ่งสำคัญ เพราะผู้ทำปฏิบัติการต้องนำมาใช้ ตั้งแต่การเตรียมตัวก่อนการทดลอง จนกระทั่งหลังการทดลองนั้นเสร็จสิ้น

- 1) ก่อนทำการทดลอง หลังจากที่ได้ศึกษาบททดลองทั้งทฤษฎีที่เกี่ยวข้องและวิธีการทดลองแล้ว เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการทดลองผิดพลาดและช่วยให้การทดลองเสร็จทันภายในเวลา ผู้ปฏิบัติการต้องวางแผนในการทำงานไว้เป็นขั้นตอน รวมถึงการออกแบบตารางบันทึกผลการทดลอง การสรุปแผนในการทำงานด้วย แผนภาพ เป็นวิธีหนึ่งที่ช่วยเตือนผู้ปฏิบัติการ สามารถ

ระลึกถึงขั้นตอนในแผนได้อย่างรวดเร็ว นอกจากนี้ ควรระบุเหตุผลที่ทำการทดลอง รวมถึงประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 2) ในขณะที่ทำการทดลอง บันทึกข้อสังเกตลงตารางที่ได้ออกแบบไว้ การบันทึกควรกระชับ กระชับ และเป็นจริงตามการทดลอง
- 3) เมื่อเสร็จสิ้นการทดลอง สรุปผล ว่าเป็นไปตาม หรือสอดคล้องกับทฤษฎีหรือไม่ อภิปรายถึง ปัญหาที่พบในขณะทดลองซึ่งอาจนำไปสู่ความเคลื่อนไหว ตลอดจนข้อคิดเห็นในการปรับปรุงการทดลอง

การทำความสะอาดและการกำจัดสารเคมี

ขยะ สารเคมีที่เหลือ หรือสารเคมีที่เกิดขึ้นจากการทดลอง ต้องถูกกำจัดสารเคมีอย่างถูกต้อง โดย อาจพอจะสรุปได้ดังต่อไปนี้

- 1) สารเคมีที่ไม่ควรทิ้งลงท่อระบายน้ำ ได้แก่ สารที่ทำปฏิกิริยากับน้ำอย่างรุนแรง เช่น เศษโลหะ โซเดียม ของเหลวติดไฟที่ไม่ละลาย เช่น ตัวทำละลายอินทรีย์ต่างๆ สารพิษ เช่น กลีโกลีไซนาไนด์ สารอันตรายพวกโลหะหนัก เช่น แคดเมียม (Cd) โครเมียม (Cr) ตะกั่ว (Pb)ปรอท (Hg) เป็นต้น
- 2) สารเคมีที่จะทิ้งลงท่อระบายน้ำ ให้บำบัดให้อยู่ในสภาพที่เป็นอันตรายลดลง ได้แก่ การทำให้เป็นกลาง ทำการทำให้เจือจาง เมื่อเททิ้งลงท่อระบายน้ำให้ชะตามด้วยน้ำจำนวนมาก
- 3) ตัวทำละลายที่ใช้แล้ว ควรเก็บรวบรวมไว้ในตู้ควันของห้องปฏิบัติการ ปิดฉลากให้ชัดเจน ไม่วางตัวทำละลายอินทรีย์ที่มีและไม่มีแอลกอฮอล์ไว้ด้วยกัน เมื่อมีปริมาณมากเพียงพอ ควรนำไปกลั่นเพื่อนำกลับไปใช้ใหม่ หรือส่งให้บริษัทกำจัดต่อไป
- 4) ของแข็งต่างๆ ที่ไม่ต้องการ เช่น ก้านไม้ขีดไฟ กระดาษกรองที่ไม่ใช้ กระดาษกาสำหรับปิดหลอดทดลอง เศษแก้ว เป็นต้น ไม่ทิ้งลงในอ่างน้ำหรือรางน้ำให้ไหลลงในถังขยะ
- 5) เมื่อทำการทดลองเสร็จแล้ว ให้ทำความสะอาดโต๊ะปฏิบัติการทุกครั้ง

การทำความสะอาดเครื่องแก้ว

เมื่อใช้เครื่องแก้วเสร็จแล้วควรทำความสะอาดทันที ถ้าปล่อยทิ้งไว้จนสารละลายแห้งติดผิวแก้ว จะล้างทำความสะอาดยาก

- 1) ล้างอุปกรณ์ที่ใช้ทำการทดลองให้สะอาดทุกครั้งด้วยผงซักฟอก แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นเป็นครั้งสุดท้าย การสังเกตว่าเครื่องแก้วนั้นล้างสะอาดหรือไม่ ทำได้โดยดูตามผิวแก้ว ถ้าผิวแก้วเปียกน้ำอย่างสม่ำเสมอ แสดงว่าแก้วสะอาด หากมีไขมันติดอยู่ ผิวแก้วจะเปียกน้ำไม่สม่ำเสมอ มีหยดน้ำเกาะอยู่ตรงบริเวณที่มีไขมัน
- 2) หากจำเป็นต้องใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ล้างสารอินทรีย์ออก แล้วจึงล้างด้วยผงซักฟอกและน้ำ ในการใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ควรใช้แต่น้อยเพียงพอสำหรับทำความสะอาดเท่านั้น สารอินทรีย์ที่มักใช้ในการทำความสะอาด คือ แอซิโตน (CH_3COCH_3)
- 3) ถ้าเครื่องแก้วเปื้อนซีฟี่งหล่อลื่นให้เช็ดออกแล้วล้างด้วยเมทิลีนคลอไรด์ (CH_2Cl_2) ปริมาณเล็กน้อย เมื่อซีฟี่งหมดแล้ว ล้างด้วยผงซักฟอกและน้ำต่อไป
- 4) เครื่องแก้วที่ใช้ในปฏิกิริยาที่เกี่ยวข้องกับเบสแก่ เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) และ โซเดียมแอลคอกไซด์ (NaOR) ต้องทำความสะอาดทันที เพราะถ้าปล่อยทิ้งไว้สารเหล่านี้จะทำให้แก้วเป็นริ้วรอย เนื่องจากผงฝุ่นและสารเคมีต่างๆ จับแน่นกับรอยตามผิวแก้ว การเกิดริ้วรอย

จะทำให้อายุการใช้งานของเครื่องแก้วสั้นลง นอกจากนี้ ถ้าสารละลายเบสแก่เปลี่ยนตามข้อต่อของเครื่องแก้ว จะทำให้ข้อต่อซึ่งเป็นแก้วเนื้อละเอียด (Ground glass) รวมเป็นเนื้อเดียวกัน แยกออกยาก

- 5) การทำให้เครื่องแก้วแห้ง วิธีที่ง่ายที่สุดคือการคว่ำทิ้งไว้ค้างคืน หรืออบในเตาอบ หากต้องการทำให้แห้งอย่างรวดเร็วขึ้น ให้เทน้ำออกจากเครื่องแก้วให้หมด แล้วตามด้วยการกลั้วด้วยอะซิโตนปริมาณเล็กน้อย

การปฐมพยาบาล

จากหัวข้อที่ผ่านมา หากได้สังเกต ข้อปฏิบัติเพื่อความปลอดภัยได้กล่าวถึงการทราบตำแหน่งและวิธีใช้ของอุปกรณ์ดับเพลิง อุปกรณ์ล้างตา ผักบัวล้างตัว และตู้ยา ทั้งนี้เพราะ ถึงแม้ว่าจะได้ศึกษาถึงอันตรายของสารเคมี รวมถึงการปฏิบัติตนตามข้อปฏิบัติเพื่อความปลอดภัยแล้ว แต่ก็ยังมีโอกาสที่จะเกิดอุบัติเหตุ หรือได้รับอันตราย โดยเฉพาะผู้ที่ยังขาดทักษะและความชำนาญในการทำปฏิบัติการ ดังนั้น จึงมีความจำเป็นที่จะต้องรู้หลักในการปฐมพยาบาลเมื่อได้รับอันตรายจากสิ่งเหล่านั้น

- 1) หากสารเคมีเข้าตา ให้รีบล้างตาโดยเปิดน้ำผ่านสายยางให้น้ำพุ่งตรงที่หน้าและล้างตาได้ ควรล้างตาประมาณ 15 นาที ทั้งนี้ให้ระวังอย่าเปิดน้ำให้แรงเกินไป เพราะจะเป็นอันตรายต่อตาได้เช่นกัน
- 2) หากบริเวณผิวหนังสัมผัสกับสารเคมีเข้าไป ให้รีบล้างตามลงไปมากๆ และนำส่งสถานพยาบาลที่ใกล้ที่สุด แจ้งรายละเอียดของสารเคมีนั้นต่อแพทย์
- 3) บาดแผล แผลเล็กน้อยจากการถูกมีดหรือแก้วบาด ล้างให้สะอาดด้วยน้ำเย็น กดห้ามเลือด ปิดบาดแผลด้วยผ้าพันแผล
- 4) รอยไหม้เล็กน้อยจากเปลวไฟ หรือการจับของร้อน ให้แช่บริเวณรอยไหม้ในน้ำเย็นหรือน้ำที่มีน้ำแข็งประมาณ 5 นาที
- 5) รอยไหม้จากเบส ล้างด้วยน้ำมากๆ แล้วจึงล้างด้วยสารละลายกรดเจือจาง เช่น กรดอะซิติกเข้มข้นร้อยละ 2 หรือสารละลายกรดบอริกเข้มข้นร้อยละ 1
- 6) รอยไหม้จากกรด ล้างด้วยน้ำมากๆ แล้วจึงล้างด้วยสารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนตเข้มข้นร้อยละ 2
- 7) รอยไหม้จากน้ำโบรมีน ล้างด้วยสบู่และน้ำ แล้วใช้สำลีชุบสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตเข้มข้นร้อยละ 10 แล้วปิดแผลทิ้งไว้ 2-3 ชั่วโมง จากนั้นจึงล้างบริเวณที่เกิดรอยไหม้ด้วยน้ำอีก 10-15 นาที

การระงับอัคคีภัย

บ่อยครั้ง อุบัติเหตุในปฏิบัติการเคมีได้ก่อให้เกิดอัคคีภัยตามมา ดังนั้น หากเกิดอัคคีภัยขึ้น ควรมีสติออกให้ห่างจากบริเวณนั้น พยายามหาสาเหตุของเพลิงที่เกิดจากอะไร ควรดับให้ถูกวิธี โดยปกติ อาคารปฏิบัติการเคมีจะมีถังน้ำยาดับเพลิง ซึ่งปัจจุบันนิยมประเภท Aqueous Biological Film Forming Catalyst หรือ ABFFC เพราะมีประสิทธิภาพสูง สามารถดับเพลิงได้ทุกประเภท ตัวน้ำยาไม่ทำลายชั้นโอโซน เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ไม่เป็นอันตรายต่อระบบการหายใจและการสัมผัส สามารถใช้ดับเพลิงได้ทั้งในอาคารและในที่โล่ง อย่างไรก็ตาม ก็ควรทราบถึงหลักการดับเพลิงขนาดเล็ก ดังต่อไปนี้ซึ่งอาจจะพอสรุปได้ดังนี้

- 1) ถ้าเกิดเพลิงไหม้ขึ้นที่โต๊ะให้ปิดแก๊ส ย้ายภาชนะที่บรรจุของติดไฟได้ออกห่างจากกองเพลิง

- 2) ถ้าหากเปลวเพลิงเกิดในปิกเกอร์หรือขวดรูปกรวย ให้ใช้กระจกนาฬิกาหรือแผ่นใยหินปิดปากภาชนะ
- 3) ถ้าเสื้อผ้าติดเปลวเพลิง รีบใช้ผ้าตบ หรือกลิ้งไปกับพื้น หรือเดินไปที่ก๊อกน้ำที่ใกล้ที่สุดใช้น้ำดับอย่าวิ่ง
- 4) หากมีอุปกรณ์ไฟฟ้าทำงานอยู่ในบริเวณที่ลุกไหม้ อย่าใช้น้ำดับเพลิง กรณีนี้ควรใช้น้ำยาดับเพลิงเท่านั้น นอกจากนี้ ถ้าเป็นไปได้ให้ตัดไฟฟ้าโดยการสับสะพานไฟ เพื่อป้องกันอันตรายเนื่องจากการถูกไฟฟ้าดูด
- 5) หากเพลิงลุกไหม้เนื่องจากของเหลวที่ไวไฟ ให้ใช้ผ้าชุบน้ำคลุม อย่าใช้น้ำดับไฟ เพราะน้ำจะทำให้ของเหลวนั้นและเปลวไฟแผ่เป็นบริเวณกว้างออกไปอีก

บทที่ 2

การแยกและการทำสารอินทรีย์ให้บริสุทธิ์

วันเพ็ญ เหล่าศรีไพบุลย์

วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาวิธีการแยกและการทำสารอินทรีย์ให้บริสุทธิ์

คำอธิบาย

การสกัด (Extraction)

การสกัดเป็นวิธีการที่สำคัญวิธีหนึ่งที่น่าสนใจในแยกสารอินทรีย์จากสารผสมหรือแยกผลิตภัณฑ์ธรรมชาติด้วยตัวทำละลายที่เป็นของเหลว เช่น น้ำ ตัวทำละลายอินทรีย์ (เมทานอล เอทานอล เอทิลอะซิเตต คลอโรฟอร์ม ฯลฯ) สารละลายกรด สารละลายเบส เป็นต้น การสกัดมีหลายวิธีด้วยกัน การจะเลือกใช้วิธีใดนั้นขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายๆ อย่าง เช่น ธรรมชาติของสาร สภาพขั้วของสาร และคุณสมบัติทางกายภาพ เป็นต้น การสกัดแบ่งออกเป็นประเภทใหญ่ๆ ได้ 2 ประเภท คือ

1. Solid-liquid extraction
2. Liquid-liquid extraction

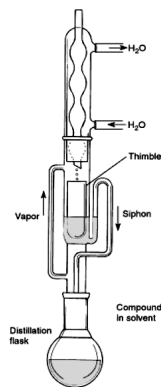
การสกัดอาศัยสมบัติความสามารถในการละลายของสาร (Solubility) ในตัวทำละลายที่แตกต่างกัน โดยสารที่จะละลายในตัวทำละลายได้ดีก็ควรมีสมบัติที่เหมือนตัวทำละลายนั่นๆ ตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัดมีหลายประเภท การจะเลือกตัวทำละลายชนิดใดขึ้นอยู่กับคุณสมบัติของสารที่จะนำมาสกัด

คุณสมบัติของตัวทำละลายที่ดี

1. สามารถละลายสารอินทรีย์ที่ต้องการสกัดได้ดีที่อุณหภูมิห้อง
2. ควรมีจุดเดือดต่ำ เพื่อที่จะได้กำจัดออกได้ง่าย
3. ต้องไม่ทำปฏิกิริยากับตัวถูกละลายหรือตัวทำละลายอื่นๆ
4. ไม่ควรเป็นสารที่ไวไฟสูง หรือเป็นสารพิษ
5. ควรเป็นสารที่มีราคาถูก และหาได้ง่าย
6. ในกรณีที่ทำการสกัดแบบ Liquid-liquid extraction ตัวทำละลายใหม่ที่เราเลือกใช้ควรเป็นสารที่ไม่รวมเป็นเนื้อเดียวกับน้ำ เช่น เฮกเซน ไดคลอโรมีเทน ไดเอทิลอีเทอร์ เป็นต้น

การสกัดแบบ Solid-Liquid extraction

Solid-Liquid extraction เป็นการแยกสารผสมที่เป็นของแข็งออกจากกัน ด้วยตัวทำละลายที่เป็นของเหลว เช่น การสกัดสารออกฤทธิ์จากใบไม้ด้วยตัวทำละลายเอทานอล ซึ่งอาจทำที่อุณหภูมิห้อง หรือที่อุณหภูมิสูงโดยใช้ความร้อน เช่น การสกัดแบบ Soxhlet extraction ด้วยอุปกรณ์ดังรูปที่ 2.1 หรือการกลั่นแบบไหลกลับ (Reflux)



รูปที่ 2.1 อุปกรณ์การสกัดแบบ Soxhlet extraction

การสกัดแบบ Liquid-liquid extraction

การสกัดแบบ Liquid-liquid extraction เป็นการแยกสารผสมที่เป็นของเหลวออกจากกันด้วย ตัวทำละลายที่เป็นของเหลว โดยแยกสารจากตัวทำละลายชนิดหนึ่งไปยังตัวทำละลายอีกชนิดหนึ่งที่ละลายสารนั้นได้ดีกว่า โดยที่ตัวทำละลายทั้งสองชนิดนั้นต้องไม่ละลายเป็นเนื้อเดียวกัน (Immiscible) โดยทั่วไปตัวทำละลายชนิดหนึ่งจะเป็นน้ำ และตัวทำละลายอีกชนิดหนึ่งจะเป็นตัวทำละลายอินทรีย์ (Organic solvents) เช่น ไดคลอโรมีเทน (Dichloromethane, CH_2Cl_2) เฮกเซน (Hexane, C_6H_{14}) คลอโรฟอร์ม (Chloroform, CHCl_3) เป็นต้น ซึ่งตัวทำละลายเหล่านี้จะไม่รวมตัวกับน้ำ ทำให้สารละลายแยกเป็นสองชั้น

ประสิทธิภาพของการสกัดแบบนี้ขึ้นอยู่กับความสามารถในการละลายของสารอินทรีย์ที่ถูกสกัดในตัวทำละลายแต่ละชนิดที่ไม่เท่ากัน ซึ่งทำให้สารกระจายตัวในตัวทำละลายแต่ละชนิดได้ไม่เท่ากัน ซึ่งสามารถวัดออกมาเป็นค่าสัมประสิทธิ์การกระจายตัว (Distribution coefficient, K_D) ดังสมการ

$$K_D = \frac{\text{การละลายในชั้นตัวทำละลายอินทรีย์ (g/100 mL)}}{\text{การละลายในชั้นน้ำ (g/100 mL)}}$$

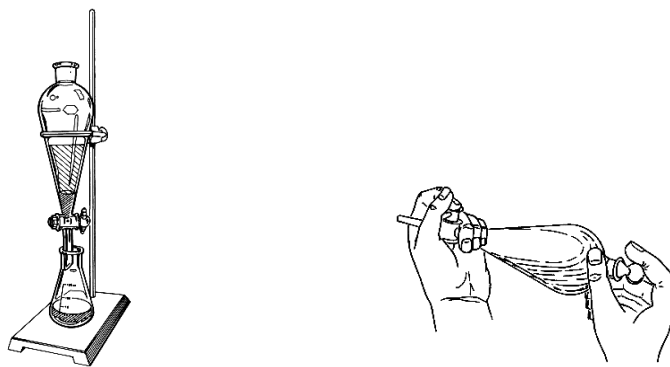
ถ้า K_D มีค่ามาก แสดงว่าการสกัดนั้นมีประสิทธิภาพมาก

$K_D = 1$ แสดงว่าสารกระจายตัวในทั้งสองเฟสเท่าๆ กัน

$K_D < 1$ แสดงว่าสารละลายในน้ำได้ดีกว่าในตัวทำละลายอินทรีย์

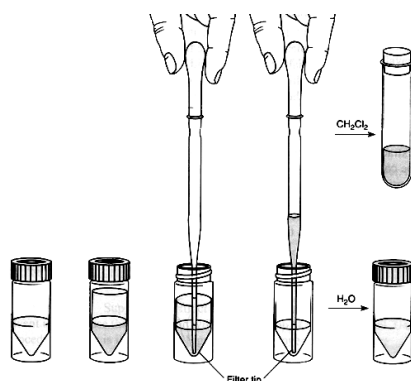
ในกรณีที่ K_D มีค่าน้อยกว่าหนึ่ง แสดงว่าตัวทำละลายอินทรีย์ที่เลือกใช้อาจจะไม่เหมาะสม อาจจะต้องเลือกตัวทำละลายอื่นๆ ที่มีความเหมาะสมมากกว่า

อุปกรณ์ที่ใช้ในการสกัดแบบ Liquid-liquid extraction คือ กรวยแยก (Separatory funnel) ดังแสดงในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 อุปกรณ์การสกัดแบบ Liquid-liquid extraction

ถ้าการสกัดนั้นอยู่ในระดับไมโคร (Microscale) อุปกรณ์ที่ใช้ในการสกัดคือ Conical vial ดังแสดงในรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 การสกัดในระดับไมโคร (Microscale)

การตกผลึกใหม่ (Recrystallization)

การตกผลึกใหม่เป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้ในการทำของแข็งให้บริสุทธิ์ด้วยตัวทำละลาย โดยนำของแข็งที่ต้องการทำให้บริสุทธิ์มาละลายในตัวทำละลาย โดยตัวทำละลายที่เหมาะสมต้องละลายของแข็งได้ดีขณะร้อน และละลายได้น้อยหรือไม่ละลายเลยที่อุณหภูมิห้อง ถ้ามีสิ่งเจือปนที่ไม่ละลายขณะร้อน ให้กรองสารละลายขณะร้อน หลังจากนั้นปล่อยให้สารละลายให้ค่อยๆ ลดอุณหภูมิลง สารก็จะตกผลึกออกมา

การเลือกตัวทำละลายในการตกผลึกใหม่ (Solvents for Recrystallization)

การตกผลึกใหม่จะประสบความสำเร็จมากน้อยแค่ไหนขึ้นอยู่กับตัวทำละลายที่ใช้ ตัวทำละลายที่ดีควรมีลักษณะดังนี้

- สามารถละลายสารที่ต้องการตกผลึกได้ดีที่อุณหภูมิที่เป็นจุดเดือดของตัวทำละลายนั้นๆ
- ละลายสารที่ต้องการตกผลึกได้น้อยหรือไม่ละลายเลยที่อุณหภูมิห้อง
- สามารถละลายสารที่ต้องการตกผลึกได้ดี แต่ไม่ละลายสิ่งเจือปนอื่นๆ (Impurities)

- ตัวทำละลายที่ดีควรมีจุดเดือดต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของสารที่ต้องการตกผลึก ดังนั้นสารจึงจะละลายได้ดี ไม่ใช่แค่ของแข็งเกิดการหลอมเหลวเท่านั้น

- ตัวทำละลายที่ดีควรมีจุดเดือดต่ำ เพื่อจะได้กำจัดออกได้ง่าย
- ตัวทำละลายที่ดีต้องไม่ทำปฏิกิริยากับสารที่ต้องการตกผลึก
- ไม่มีกลิ่น ไม่มีพิษ เป็นสารที่หาง่าย ราคาไม่แพง

การเลือกตัวทำละลายที่เหมาะสมในการตกผลึกนั้นอาศัยหลักการ “Like dissolves like” นั่นคือ สารที่มีขั้วจะละลายในตัวทำละลายที่มีขั้ว ในทำนองเดียวกันสารที่ไม่มีขั้วจะละลายได้ดีในตัวทำละลายที่ไม่มีขั้ว ดังนั้นการเลือกตัวทำละลายในการตกผลึกจึงพิจารณาจากคุณสมบัติในเรื่องขั้วของสาร อย่างไรก็ตามถ้าสารละลายในตัวทำละลายได้ดีเกินไปก็จะละลายได้ที่อุณหภูมิห้องทำให้ไม่เกิดการตกผลึก ด้วยเหตุนี้ขั้วของสารที่จะตกผลึกและขั้วของตัวทำละลายที่เลือกใช้อาจต้องมีความแตกต่างกันบ้าง

ตารางที่ 2.1 แสดงตัวอย่างตัวทำละลายที่นิยมใช้ในการตกผลึก

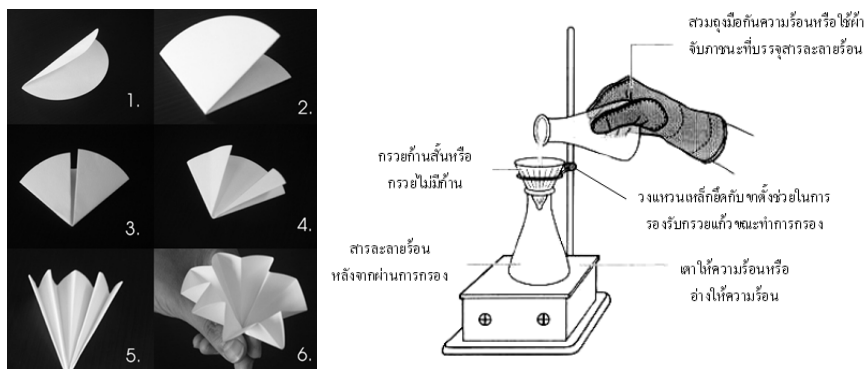
ขั้วของสาร	ประเภทสารอินทรีย์	ตัวอย่างตัวทำละลาย
	แอลกอฮอล์ คีโตน เอสเทอร์ สารประกอบแฮโลเจน อีเทอร์ สารประกอบแอโรมาติก แอลเคน	เมทานอล เอทานอล 2-โพรพานอล อะซีโตน บิวทาโนน เอทิลอะซิเตต 1,2-ไดคลอโรอีเทน ไดเอทิลอีเทอร์ เตตระไฮโดรฟิวแรน โทลูอิน เฮกเซน ปิโตรเลียมอีเทอร์

ตัวทำละลายที่เลือกใช้ในการตกผลึกมี 2 แบบ คือ

- แบบตัวทำละลายเดี่ยว (Single solvent) ประกอบด้วยตัวทำละลายเพียงชนิดเดียว
- แบบตัวทำละลายคู่ (Solvent pair) ประกอบด้วยตัวทำละลาย 2 ชนิด ที่ละลาย

ซึ่งกันและกัน (Miscible) แต่มีขั้วที่แตกต่างกัน โดยที่สารจะละลายได้ดีในตัวทำละลายชนิดหนึ่ง แต่ไม่ละลายในตัวทำละลายอีกชนิดหนึ่ง ตัวทำละลายแบบคู่ที่นิยมใช้คือ เอทานอล-น้ำ

การตกผลึกด้วยตัวทำละลายเดี่ยว ให้ละลายของแข็งที่ต้องการตกผลึกด้วยตัวทำละลายที่ร้อนในปริมาณน้อยๆ จนกระทั่งของแข็งละลาย ต้มให้เดือด ถ้าสารละลายมีสีให้เติมผงถ่านเล็กน้อยขณะต้มเพื่อกำจัดสี กรองขณะร้อน (ดังรูปที่ 2.4) เพื่อกำจัดสิ่งเจือปนที่ไม่ละลาย หลังจากนั้นตั้งทิ้งไว้ให้สารละลายเย็นลงจนถึงอุณหภูมิห้อง ซึ่งจะทำให้ผลึกตกออกมา อัตราเร็วในการเกิดผลึกมีผลต่อรูปร่าง ความสมบูรณ์ และความบริสุทธิ์ของผลึก ถ้าผลึกตกเร็วเกินไป ลักษณะผลึกที่เกิดขึ้นจะมีขนาดเล็กมากๆ และจะดูดซับ (adsorb) สิ่งเจือปนติดมาด้วย แต่ถ้าผลึกมีขนาดใหญ่เกินไป สารละลายหรือสิ่งเจือปนอาจปนมาในแลตทิซผลึก (crystal lattice) ขณะตกผลึกได้



รูปที่ 2.4 การพับกระดาษกรองและการกรองขณะร้อน

เมื่อสารละลายเย็นลงจนถึงอุณหภูมิห้อง ให้นำภาชนะไปแช่น้ำแข็งหรือน้ำที่เย็น เพื่อช่วยให้เกิดผลึกอย่างสมบูรณ์ กรองผลึกที่ได้โดยการกรองสุญญากาศ (Vacuum filtration หรือ Buchner filtration) ดังรูปที่ 2.5 ล้างผลึกหลายครั้งด้วยตัวทำละลายที่เย็น เพื่อกำจัดสิ่งเจือปนที่ติดมาที่ผิวของผลึก หลังจากนั้นผึ่งผลึกให้แห้งที่อุณหภูมิ หรือนำเข้าตู้ดูดความชื้น (Desiccator)

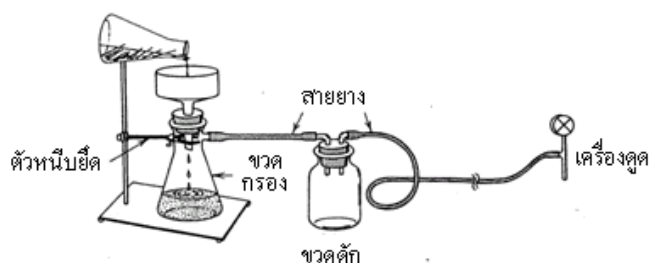
ถ้าหากไม่มีผลึกเกิดขึ้นให้แก้ไขโดยการขีดผนังด้านในภาชนะ เพื่อช่วยให้เกิดผลึก วิธีการนี้เรียกว่า **Scratching** หรือโดยการเติมผลึกของสารนั้นลงไปเล็กน้อย เพื่อล่อให้เกิดการตกผลึก วิธีการนี้เรียกว่า **Seeding**

การตกผลึกด้วยตัวทำละลายคู่ ให้ละลายของแข็งด้วยตัวทำละลายที่ละลายสารได้ดีกว่าขณะร้อนจนสารละลายใส ถ้ามีสิ่งเจือปนที่ไม่ละลายให้กรองขณะร้อน หลังจากนั้นให้ค่อยๆ เติมตัวทำละลายอีกชนิดหนึ่งขณะร้อนลงในสารละลายที่กรองได้จนสารละลายขุ่น เติมตัวทำละลายชนิดแรกอีกครั้งขณะร้อนจนสารละลายกลับมาใสอีกครั้ง ตั้งสารละลายไว้ให้อุณหภูมิลดลงจนถึงอุณหภูมิห้องเพื่อให้เกิดผลึก

การกรองสุญญากาศ (Vacuum filtration)

การกรองสุญญากาศเป็นเทคนิคที่ใช้ในการเก็บผลึกจากตัวทำละลายหลังจากที่ทำการตกผลึก (Recrystallization) หรือตกตะกอน (Precipitation) ซึ่งอุปกรณ์หลักๆ (ดังรูปที่ 2.5) ประกอบด้วย

- กรวย Buchner (Buchner funnel)
- ขวดกรอง (Suction flask)
- ขวดดัก (Trap bottle)
- เครื่องปั๊ม (pump)



รูปที่ 2.5 การกรองสุญญากาศ

โครมาโทกราฟี (Chromatography)

โครมาโทกราฟีเป็นเทคนิคหนึ่งที่สำคัญในทางเคมีอินทรีย์ เป็นวิธีที่ใช้ในการแยกสารผสมออกจากกัน โดยอาศัยหลักการการละลาย (Solubility) หรือการดูดซับ (Adsorption) ของสารในสองวัฏภาค (Phase) ที่ไม่รวมเป็นเนื้อเดียวกันได้ไม่เท่ากัน วัฏภาคคงที่หรือเฟสคงที่ (Stationary phase) มักเป็นสารที่อยู่ในสถานะของแข็งหรือของเหลว ส่วนวัฏภาคเคลื่อนที่ (Mobile phase) จะเป็นของเหลวหรือแก๊ส โครมาโทกราฟีแบ่งออกเป็นหลายชนิด ได้แก่

- คอลัมน์โครมาโทกราฟี (Column Chromatography)
- โครมาโทกราฟีแบบแผ่นบาง (Thin Layer Chromatography, TLC)
- โครมาโทกราฟีแบบกระดาษ (Paper Chromatography, PC)
- แก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography, GC)
- โครมาโทกราฟีแบบสมรรถนะของเหลวสูง (High Performance Liquid

Chromatography, HPLC)

ในที่นี้จะกล่าวถึงเฉพาะโครมาโทกราฟีแบบแผ่นบางเท่านั้น

โครมาโทกราฟีแบบแผ่นบาง (Thin Layer Chromatography, TLC)

โครมาโทกราฟีแบบแผ่นบางหรือ TLC เป็นเทคนิคหนึ่งที่สำคัญที่ใช้ในการแยก (Separation) หรือการวิเคราะห์คุณูปสารตัวอย่าง (Qualitative analysis) เทคนิคนี้จะคล้ายกับเทคนิคคอลัมน์โครมาโทกราฟี ซึ่งสามารถทำการทดลองได้ทั้งในระดับ Macroscale หรือ Microscale

โครมาโทกราฟีแบบแผ่นบางเป็นลักษณะหนึ่งของการแยกสารแบบ Solid-liquid partition โดยวัฏภาคคงที่เป็นของแข็ง เช่น ซิลิกาเจล อลูมินา เป็นต้น เคลือบอยู่บนตัวพอง (Supporter) ที่ทำจากอลูมิเนียม หรือกระดาษ และวัฏภาคเคลื่อนที่เป็นตัวทำละลาย ซึ่งอาจจะเป็นตัวทำละลายชนิดเดียว เช่น ไดคลอโรมีเทน เมทานอล เป็นต้น หรืออาจจะเป็นตัวทำละลายผสมก็ได้ เมื่อต้องการแยกสารก็จะจุด (Spot) สารตัวอย่างบนแผ่น TLC สารผสมจะเกิดการแยกโดยวัฏภาคคงที่ที่เป็นซิลิกาหรืออลูมินาจะเป็นสารที่มีขั้ว ดังนั้นสารที่มีขั้วเหมือนกับวัฏภาคคงที่จะถูกดูดซับไว้ ส่วนสารที่มีขั้วแตกต่างจากวัฏภาคคงที่ก็จะถูกตัวทำละลายพาเคลื่อนที่ออกมาก่อน ทำให้เกิดการแยกชั้น ดังนั้นสารที่เคลื่อนที่ได้เร็วกว่าจะเป็นสารที่มีขั้วน้อยกว่า ถ้าสารตัวอย่างเป็นสารที่มีสี เราจะสามารถเห็นการเคลื่อนที่ของสารได้ แต่ถ้าสารนั้นเป็นสารไม่มีสี เมื่อทำการ Develop เสร็จแล้วจะต้องนำมาทำการ Visualization จึงจะเห็นตำแหน่งของสารได้

วิธีการ Visualization

1. โดยการส่องภายใต้แสงยูวี (UV lamp) ที่ความยาวคลื่น 254 หรือ 369 nm ขึ้นอยู่กับ

ประเภทของสารตัวอย่าง

2. โดยการอบด้วยไอของไอโอดีน
3. โดยการใช้รีเอเจนต์เฉพาะ

ประโยชน์ของโครมาโทกราฟีแบบแผ่นบาง

1. ใช้วิเคราะห์หาองค์ประกอบของสารในสารผสม
2. ใช้ในการวินิจฉัยสาร
3. ใช้บอกความก้าวหน้าในการเกิดปฏิกิริยา
4. ใช้ตรวจสอบความบริสุทธิ์ของสาร

5. ใช้วิเคราะห์เบื้องต้นเพื่อหาตัวทำละลาย หรือสภาวะ (Conditions) ที่เหมาะสมในการแยกสารโดยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟี

6. ใช้วิเคราะห์สารที่แยกได้จากการทำคอลัมน์โครมาโทกราฟี

ขั้นตอนการทำโครมาโทกราฟีแบบแผ่นบาง

1. การจุด (Spot) ตัวอย่างบนแผ่น TLC

แผ่น TLC ส่วนใหญ่ที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ จะเป็นแผ่นที่เคลือบด้วยอลูมินาบนตัวพุง คือ อลูมิเนียม และมีการฉาบด้วยแสงฟลูออเรสเซนต์ ดังนั้นจึงสามารถใช้กับแสงยูวีได้ ขนาดประมาณ 10 x 5.5 cm (เวลาจับแผ่น TLC ให้จับทางด้านข้าง ห้ามจับหรือแตะบริเวณที่เคลือบสารไว้ เพราะจะทำให้เป็นรอย การแยกของสารจะไม่ดี) ห่างจากปลายด้านใดด้านหนึ่งของแผ่น TLC ประมาณ 0.8-1.0 cm ชีดด้วยดินสอเบาๆ เพื่อเป็นตำแหน่งเริ่มต้น และปลายอีกด้านหนึ่งให้ทำในลักษณะเดียวกัน เพื่อเป็นตำแหน่งสุดท้ายที่ตัวทำละลายเคลื่อนที่มาถึง เรียกว่า solvent front

นำหลอดรูเล็ก (Capillary tube) จุ่มสารตัวอย่างที่เตรียมไว้และจุดลงบนแผ่นที่ TLC ตรงตำแหน่งจุดเริ่มต้นที่ขีดไว้ โดยห่างจากขอบด้านข้างประมาณ 0.6 cm ถ้ามีสารตัวอย่างมากกว่า 1 สาร ตำแหน่งสารที่ 2 ควรห่างจากตำแหน่งสารที่ 1 พอประมาณ (ไม่ควรใกล้กับสารที่ 1 เนื่องจากสารอาจจะเคลื่อนที่ไปซ้อนกันได้) จุดสารไม่ควรใหญ่หรือเจือจางเกินไป เพราะอาจทำให้สารเกิดการแยกไม่ดี หรือไม่ชัดเจน

2. เตรียม TLC chamber

ภาชนะ (TLC chamber) ที่ใช้ในการใส่ตัวทำละลายสำหรับใช้ในการทำ TLC เป็นบีกเกอร์มีฝาปิด หรือเป็นขวดรีเอเจนต์ปากกว้างที่มีฝาปิดก็ได้ เตรียมตัวทำละลายและเทใส่ในภาชนะดังกล่าว ตัดกระดาษกรองเป็นแผ่นเล็กๆ ใส่ไว้ด้านข้างในภาชนะดังกล่าว ปิดฝา ตั้งไว้ประมาณ 3-5 นาที เพื่อให้ด้านในภาชนะอิ่มตัวด้วยตัวทำละลาย

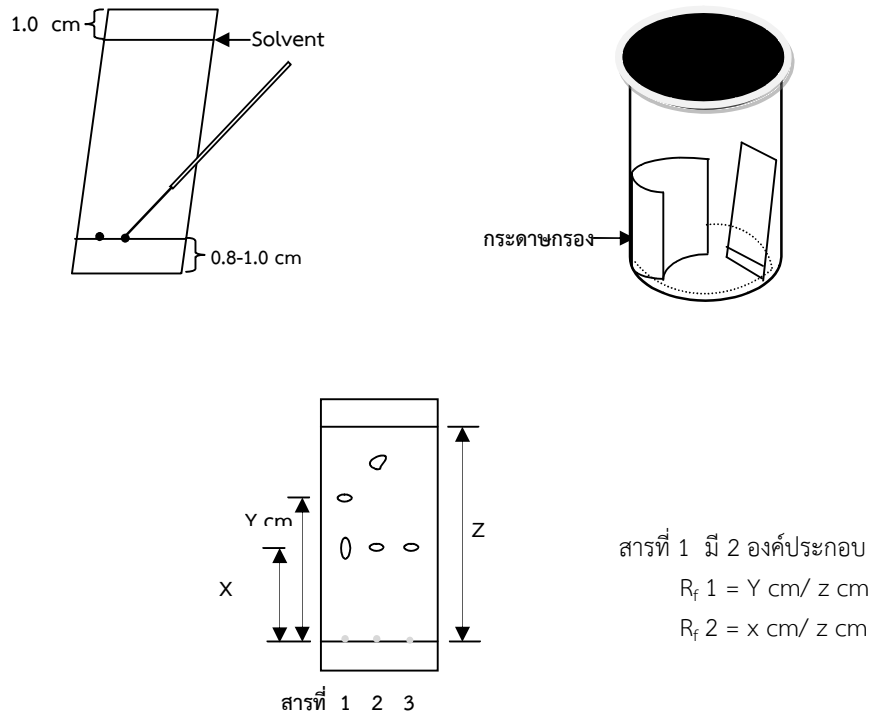
3. การ develop แผ่น TLC

นำแผ่น TLC ที่เตรียมไว้ในข้อ 1 ใส่ลงใน TLC chamber ปิดฝา ปล่อยให้ตัวทำละลายพาสารเคลื่อนที่ จะเกิดการแยกขึ้น (อย่าขยับขวด/ภาชนะ เพราะตัวทำละลายจะแกว่งไปมา การเคลื่อนที่ของสารจะไม่เป็นแนวตรง) เมื่อสารเคลื่อนที่มาถึงตำแหน่ง solvent front ให้นำแผ่น TLC ออกจาก chamber ปล่อยให้แห้ง ถ้าสารตัวอย่างมีสี จะเห็นตำแหน่งการเคลื่อนที่ของสาร แต่ถ้าสารตัวอย่างไม่มีสี ต้องนำแผ่น TLC ดังกล่าว ไปทำการ visualize ด้วยวิธีที่กล่าวมาข้างต้น ทำเครื่องหมายตรงตำแหน่งที่เห็น นำมาคำนวณหาค่า R_f (Rate of flow)

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

ค่า R_f เป็นค่าเฉพาะของแต่ละสาร นำมาใช้ในการวินิจฉัยสารได้

ในการนิสารตัวอย่างไม่มีสี เมื่อปล่อยให้แผ่น TLC ให้แห้งแล้ว ต้องนำไปส่องใต้แสง UV หรืออบด้วยไอของไอโอดีน หรือจุ่มใน Developing reagent เช่น Anisaldehyde- H_2SO_4 reagent, potassium permanganate solution และทำให้แห้งด้วยลมร้อน (Hot gun) สังเกตลักษณะโครมาโทแกรมที่ได้ คำนวณหาค่า R_f ของสาร



รูปที่ 2.6 การทำโครมาโทกราฟีแบบแผ่นบาง

อุปกรณ์

1. เครื่องแก้วพื้นฐาน
2. กรวยแยก (Separatory funnel)
3. แผ่น TLC เคลือบด้วยซิลิกาหรืออลูมินา
4. หลอดรูเล็ก (Capillary)
5. ขวดแก้วพร้อมฝาปิด
6. ชุดกรองสุญญากาศ (กรวยกรอง ขวดกรอง กระดาศกรอง เครื่องดูดอากาศ สายยาง)

สารเคมี

- | | |
|----------------------|---------------------------------------|
| 1. เมทานอล | 2. แนฟทาลีน |
| 3. คลอโรฟอร์ม | 4. 6 M NaOH |
| 5. พารา-ไนโตรอะนิลีน | 6. anhydrous Na_2SO_4 |
| 7. ไดคลอโรมีเทน | 8. 6 M HCl |

การทดลอง

1. การสกัดสารจากขมิ้นชัน

ซึ่งขมิ้นชันที่บดละเอียดหนัก 2 g ใส่ในขวดแก้วที่มีฝาปิดขนาด 50 mL เติมเมทานอลปริมาตร 10 mL ใช้แท่งแก้วคนให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 10 นาที กรองแยกกากออกด้วยชุด

กรองสุญญากาศ เก็บสารละลายที่กรองได้ (Filtrate) ใส่ในขวด vial เพื่อนำไปวิเคราะห์ในขั้นตอนต่อไป ส่วนกาก แยกใส่ภาชนะที่เตรียมไว้ให้

2. การวิเคราะห์สารสกัดจากขมิ้นชันโดยวิธีโครมาโทกราฟีแบบแผ่นบาง (Thin Layer Chromatography, TLC)

ตวงสารละลายผสม 8% เมทานอลในคลอโรฟอร์ม 8.0 mL ใส่ในขวดแก้วปากกว้างที่แห้งและสะอาด ตัดกระดาษกรองขนาดพอเหมาะใส่ในขวดแก้ว ปิดฝาขวดแก้ว ทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที เพื่อช่วยให้ภาชนะปิดอึดตัวไปด้วยไอของสารละลาย ใช้หลอดดูดเล็กจุ่มสารสกัดจากขมิ้นชัน (จากข้อ 1) จุด (spot) บนแผ่น TLC ที่เคลือบด้วยอลูมินา (alumina) ซึ่งเตรียมไว้แล้ว ให้จุดนี้อยู่ตรงกลาง และอยู่สูงกว่าขอบล่างประมาณ 1 cm ปล่อยให้แห้ง และจุดซ้ำตำแหน่งเดิมอีก 2 ครั้ง ปล่อยให้แห้ง วางแผ่น TLC ลงในขวดแก้วที่เตรียมไว้ ปิดฝาขวดแก้ว เมื่อตัวทำละลายเคลื่อนที่ขึ้นมาอีก 1 cm จะถึงขอบบนของแผ่น TLC ยกแผ่น TLC ออกจากขวดแก้วและทำเครื่องหมายแสดงระดับ solvent front ไว้ ปล่อยให้แผ่น TLC แห้ง สังเกตและบันทึกผลลักษณะโครมาโทแกรมที่ได้ว่ามีตำแหน่งของสารกี่ตำแหน่ง คำนวณหาค่า R_f ของสารทุกตำแหน่ง พร้อมวาดรูปโครมาโทแกรมลงในใบรายงาน

3. การวินิจฉัยยาแก้ปวดโดยวิธีโครมาโทกราฟีแบบแผ่นบาง

นำยาแก้ปวด 1 เม็ด บดให้ละเอียดในโถงบดสาร เติมตัวทำละลายเมทานอล 10 mL คนให้มียาละลายมากที่สุด กรองแยกกาก เทสารละลายที่กรองได้ใส่ใน vial ที่แห้งและสะอาด ใช้หลอดดูดเล็กจุ่มสารละลายยาแก้ปวดจุดบนแผ่น TLC ที่เคลือบด้วยอลูมินา ให้จุดนี้สูงกว่าขอบล่างประมาณ 1 cm และห่างจากขอบด้านซ้ายประมาณ 0.8 cm

ใช้หลอดดูดเล็กอีกอันหนึ่งจุ่มสารละลายพาราเซตามอลในเมทานอลจุดบนแผ่น TLC โดยให้ห่างจากจุดแรกประมาณ 1 cm ปล่อยให้แห้ง วางแผ่น TLC ลงในขวดแก้วที่มีสารละลายผสม 8% เมทานอลในคลอโรฟอร์มบรรจุอยู่ ปิดฝาขวดแก้ว เมื่อตัวทำละลายเคลื่อนที่ขึ้นมาอีก 1 cm จะถึงขอบบนของแผ่น TLC ยกแผ่น TLC ออกจากขวดแก้วและทำเครื่องหมายแสดงระดับ solvent front ไว้ ปล่อยให้แผ่น TLC แห้ง นำแผ่น TLC ไปส่องใต้แสงยูวี (UV) ที่ความยาวคลื่น 254 nm หรืออบด้วยไอของไอโอดีน สังเกตและบันทึกผลลักษณะโครมาโทแกรมที่ได้ คำนวณหาค่า R_f ของสารทุกตำแหน่ง และวินิจฉัยสารละลายยาแก้ปวดว่ามีสารพาราเซตามอลเป็นองค์ประกอบหรือไม่ พร้อมวาดรูปโครมาโทแกรมลงในใบรายงาน

4. การสกัดสารผสมโดยวิธี Liquid-liquid extraction

รับตัวอย่างของแข็งผสมระหว่างพารา-ไนโตรอะนิลีนและแนฟทาลีน หนัก 0.75 g ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 100.0 mL เติมไดคลอโรมีเทน 30.0 mL คนของแข็งให้ละลายให้หมด เทสารละลายลงในกรวยแยก (Separatory funnel) ขนาด 250 mL เติม 6 M HCl ปริมาตร 10.0 mL ปิดจุก เขย่าให้เข้ากัน (อย่าลืมเปิดก๊อกของกรวยแยกเป็นระยะ เพื่อไล่ความดันออก) เขย่า 2-3 ครั้ง หลังจากนั้นตั้งสารละลายให้เกิดการแยกชั้น ปิดจุก ไชสารละลายชั้นล่าง (ชั้นตัวทำละลายอินทรีย์) ลงในขวดรูปกรวยขนาด 125 mL ที่แห้ง เก็บสารละลายชั้นบนซึ่งเป็นชั้นน้ำ (มีสีเหลือง) ซึ่งมีเกลือพารา-ไนโตรอะนิลีนียมคลอไรด์ละลายอยู่ ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 mL ที่สะอาด นำสารละลายชั้นล่างเทใส่ในกรวยแยกสกัดด้วย 6 M HCl ปริมาตร 10 mL ซ้ำอีกครั้ง เก็บสารละลายชั้นล่างในขวดรูปกรวย (ใบเดิม) ส่วนสารละลายชั้นบนเทใส่ในบีกเกอร์รวมกับครั้งแรก

นำสารละลายชั้นบนที่อยู่ในบีกเกอร์แช่ในอ่างน้ำแข็ง ค่อยๆ หยด 6 M NaOH จนกระทั่งเกิดตะกอนสีเหลืองมากที่สุด แช่บีกเกอร์ในอ่างน้ำแข็งต่ออีก 5 นาที เพื่อให้เกิดตะกอนอย่างสมบูรณ์ กรองตะกอนด้วยชุดกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นที่เย็น 10 mL นำตะกอนที่ได้ไปทำให้บริสุทธิ์โดยการตกผลึกใหม่ โดยละลายตะกอนที่ได้ด้วยน้ำร้อน 10 mL ต้มให้เดือดบนแผ่นให้ความร้อนไฟฟ้า (hot plate) กรองขณะร้อน (เตรียมชุดกรองขณะร้อนตามรูปที่ 2.4) บนเครื่องอังน้ำ (water bath) **ระวัง!** ถ้าชุดกรองไม่ร้อน สารที่ต้องการจะไม่ไหลผ่านออกมา แต่จะตกผลึกบนกระดาษกรองแทน ปล่อยให้สิ่งกรองให้เย็นลงที่อุณหภูมิห้อง แช่ขวดในอ่างน้ำแข็งเพื่อให้เกิดการตกผลึกอย่างสมบูรณ์ กรองผลึกที่ได้ด้วยชุดกรองสุญญากาศ ล้างผลึกที่ได้ด้วยน้ำเย็น 10 mL ปล่อยให้แห้ง สังเกตและบันทึกลักษณะผลึกที่ได้

ส่วนสารละลายชั้นล่างในขวดรูปกรวยเติม anhydrous Na_2SO_4 (anh. Na_2SO_4) เล็กน้อยเพื่อดูน้ำ เขย่าและตั้งทิ้งไว้ (เมื่อ Na_2SO_4 ดูดน้ำจะจับกันเป็นก้อน) เมื่อสารละลายใสให้กรองธรรมดาหรือรีนเฉพาะสารละลายใสในขามระเหย นำไปตั้งบนเครื่องอังน้ำ (Water bath) เพื่อระเหยตัวทำละลาย (ไดคลอโรมีเทน) ออกจนเกือบแห้ง ปล่อยให้เย็น สังเกตและบันทึกลักษณะสารที่ได้ นำสารทั้งสองส่วนส่งอาจารย์ผู้ควบคุมปฏิบัติการ และเทใส่ภาชนะที่เตรียมไว้ให้

วันที่ /..... /.....	ชื่ออาจารย์ผู้สอน:	
รายชื่อผู้ทำการทดลอง	1.ชื่อ-สกุล:	รหัสนิสิต:
	2.ชื่อ-สกุล:	รหัสนิสิต:
	3.ชื่อ-สกุล:	รหัสนิสิต:

รายงานการทดลองบทที่ 2

การแยกและการทำสารอินทรีย์ให้บริสุทธิ์

ผลการทดลอง

1. การสกัดสารจากขมิ้นชัน

สีของสารละลายที่ได้จากการสกัดผงขมิ้นชันด้วยตัวทำละลายเมทานอล

2. การวิเคราะห์สารสกัดจากขมิ้นชันโดยวิธีโครมาโทกราฟีแบบแผ่นบาง

ให้ติดแผ่นโครมาโทแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์สารสกัดจากขมิ้นชันในช่องที่ ① และแสดง
ระยะทางที่สารและตัวทำละลายเคลื่อนที่ในช่องที่ ②

①	②
พื้นที่สำหรับ ติดแผ่น โครมาโทแกรม	

จากการวิเคราะห์สารสกัดจากขมิ้นชันพบสารที่ตำแหน่ง

.....

สูตรการหาค่า R_f คือ

$R_f =$

ค่า R_f ของสารที่ได้จากการวิเคราะห์สารสกัดจากขมิ้นชัน
(ให้แสดงการคำนวณ)

สารที่ 1 มีค่า $R_f =$

สารที่ 2 มีค่า $R_f =$

สารที่ 3 มีค่า $R_f =$

3. การวินิจฉัยยาแก้ปวดโดยวิธีโครมาโทกราฟีแบบแผ่นบาง

ให้ติดแผ่นโครมาโทแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ยาแก้ปวดในช่องที่ ① และแสดงระยะทางที่สารและตัวทำละลายเคลื่อนที่ในช่องที่ ②

①	②
พื้นที่สำหรับติดแผ่นโครมาโทแกรม	

จากการวิเคราะห์ยาแก้ปวดพบสารกี่ตำแหน่ง

.....

ค่า R_f ของสารที่ได้จากการวิเคราะห์ยาแก้ปวด
(ให้แสดงการคำนวณ)

สารที่ 1 มีค่า R_f =

สารที่ 2 มีค่า R_f =

สารที่ 3 มีค่า R_f =

จากการวิเคราะห์สารละลายพาราเซตามอลพบสารกี่ตำแหน่ง.....

มีค่า R_f =

มีค่า R_f =

ในยาแก้ปวดมีสารพาราเซตามอลเป็นองค์ประกอบหรือไม่

เพราะเหตุใด

.....

4. การสกัดสารผสมโดยวิธี Liquid-liquid extraction

ของแข็งผสมระหว่างพารา-ไนโตรอะนิลีนและแนฟทาลีน



ตัวทำละลายที่ใช้ในการละลายของผสมคือ



สารละลายพารา-ไนโตรอะนิลีนและแนฟทาลีน



สารละลายที่ใช้ในการสกัดคือ

สารละลายชั้นบน

สารละลายชั้นล่าง

ตัวทำละลายคือ	ตัวทำละลายคือ
สารที่อยู่ในตัวทำละลายคือ	สารที่อยู่ในตัวทำละลายคือ
สารละลายชั้นบนเดิม	สารละลายชั้นล่างเดิม
เกิดตะกอนของ	เพื่อ
มีลักษณะเป็นของแข็งสี	และนำไปกำจัดตัวทำละลายออกโดยวิธี
นำไปทำให้บริสุทธิ์โดยวิธี	สารที่ได้มีลักษณะ
โดยนำของแข็งละลายในตัวทำละลายคือ	
.....	
สารบริสุทธิ์ที่ได้มีลักษณะ	

คำถามท้ายบท

1. ในชีวิตประจำวันของนิสิตเกี่ยวข้องกับการสกัดแบบ Solid-liquid extraction อย่างไร จงยกตัวอย่าง
2. เพราะเหตุใดในการสกัดสารจากขมิ้นชัน จึงต้องมีการบดสารให้ละเอียดก่อน
3. นิสิตคิดว่าการสกัดสารจากขมิ้นชัน สามารถใช้ตัวทำละลายอื่นแทนเมทานอลได้หรือไม่ จงยก ตัวอย่าง
4. พารา-ไนโตรอะนิลีนมีสมบัติเป็นกรด เบส หรือเป็นกลาง
5. เพราะเหตุใดในการตกผลึกใหม่ พารา-ไนโตรอะนิลีน จึงต้องใช้น้ำร้อน ใช้น้ำเย็นได้หรือไม่
6. การระเหยตัวทำละลายไดคลอโรมีเทนออก สามารถระเหยโดยตั้งบนตะเกียงบุนเซน หรือบนแผ่นให้ความร้อนโดยตรงได้หรือไม่ เพราะเหตุใด

บทที่ 3

การหาจุดหลอมเหลวและจุดเดือด

สุนันท์ ทิพย์ทิพาการ

วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาวิธีการในการหาจุดหลอมเหลวและจุดเดือดของสารประกอบอินทรีย์โดยวิธีเคมีไมโคร

คำอธิบาย

จุดหลอมเหลวและจุดเดือตนับเป็นสมบัติทางกายภาพของสารที่มีประโยชน์มากในการตรวจสอบความบริสุทธิ์ของสาร และระบุชนิดของสาร ซึ่งสมบัตินี้สามารถตรวจสอบได้อย่างรวดเร็ว ไม่ยุ่งยาก ซับซ้อนและสามารถทำได้ก่อนการวิเคราะห์เพื่อบ่งชี้ชนิดของสารด้วยวิธีทางเคมีอย่างอื่น ในบทนี้จะกล่าวอธิบายถึงความหมายของจุดหลอมเหลว จุดเดือด รวมถึงปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติทางกายภาพทั้งสองชนิดของสาร นอกจากนี้ยังกล่าวถึงวิธีการหาจุดหลอมเหลวและจุดเดือดของสารประกอบอินทรีย์ที่มีสารตัวอย่างในปริมาณไม่มากนักโดยวิธีเคมีไมโคร (Semi-micro Analysis) ซึ่งต้องการใช้สารตัวอย่างเพียง 0.01 ถึง 0.10 g (สำหรับของแข็ง) หรือ 0.1 ถึง 5.0 mL (สำหรับของเหลว)

จุดหลอมเหลว

จุดหลอมเหลว (Melting point, m.p.) คืออุณหภูมิที่สารเปลี่ยนสถานะจากของแข็งเป็นของเหลว ซึ่งอุณหภูมิดังกล่าวเป็นอุณหภูมิเดียวกับที่สารดังกล่าวมีการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวเป็นของแข็งที่เรียกว่า จุดเยือกแข็ง (Freezing point, f.p.) สารประกอบอินทรีย์โดยส่วนใหญ่จะมีค่าจุดหลอมเหลวต่ำกว่า 300°C ทั้งนี้เนื่องจากปัจจัยที่มีผลต่อจุดหลอมเหลว คือ แรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลซึ่งได้แก่ แรงแวนเดอร์วาลส์ พันธะไฮโดรเจน แรงดึงดูดระหว่างขั้ว มีค่าไม่มากนัก สำหรับปัจจัยอื่นที่มีผลต่อจุดหลอมเหลวของสาร ได้แก่ ขนาดของโมเลกุล สารอินทรีย์ที่มีขนาดโมเลกุลที่ใหญ่จะมีจุดหลอมเหลวที่สูงกว่า

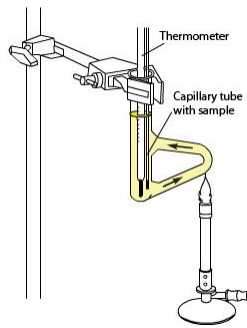
โดยทั่วไปการรายงานค่าจุดหลอมเหลวมักจะแสดงค่าเป็นช่วง โดยพิจารณาจากอุณหภูมิที่ของเหลวเริ่มปรากฏให้เห็นเป็นหยดแรกจนถึงที่กลายเป็นของเหลวทั้งหมด เราเรียกช่วงอุณหภูมิดังกล่าวว่า ช่วงจุดหลอมเหลว (Melting point range หรือ m.p. range) ที่อุณหภูมิช่วงจุดหลอมเหลวนั้นจะมีทั้งวัฏภาคของแข็งและของเหลวอยู่ด้วยกันในสภาวะสมดุล ในบางครั้งที่ค่าจุดหลอมเหลวในตารางแสดงสมบัติทางกายภาพของสารเป็นค่าตัวเลขเพียงค่าเดียวไม่ได้เป็นช่วง ซึ่งจะหมายถึงเฉพาะค่าขอบเขตบนสุดของช่วงจุดหลอมเหลวในขณะที่สารนั้นกลายเป็นของเหลวทั้งหมด

การวัดค่าจุดหลอมเหลวของสารนั้นมีประโยชน์ในการให้ข้อมูลเบื้องต้นเพื่อให้ทราบถึงความบริสุทธิ์ของสารประกอบดังกล่าว นั่นคือ สำหรับสารที่มีความบริสุทธิ์มากจะมีค่าช่วงจุดหลอมเหลว (m.p. range) ที่แคบคือประมาณ 0.5 ถึง 1.0°C เท่านั้น หากตัวอย่างที่ใช้หาจุดหลอมเหลวดังกล่าวเป็นสารประกอบที่มีสิ่งเจือปนอื่นติดมาด้วยค่าช่วงจุดหลอมเหลวก็จะกว้างขึ้น และมีค่าต่ำกว่าสารประกอบที่ไม่มีสิ่งเจือปน

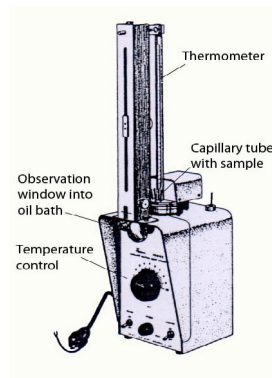
ประโยชน์อีกประการหนึ่งของการหาจุดหลอมเหลวคือ การตรวจสอบเพื่อระบุชนิดของสาร ซึ่งทำได้โดยการนำสารตัวอย่างมาผสมด้วยอัตราส่วนที่เท่ากันกับสารที่ทราบจุดหลอมเหลวแล้ว (เป็นสารที่

คาดว่าจะเป็ชนิดเดียวกันกับสารตัวอย่าง) นำมาบดรวมให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกันและหาจุดหลอมเหลวผสม (Mixed m.p.) ถ้าค่าจุดหลอมเหลวผสมที่ได้เท่ากับสารที่เราทราบจุดหลอมเหลวแสดงว่าเป็นสารชนิดเดียวกัน หากเป็นคนละชนิดกันค่าจุดหลอมเหลวผสมที่ได้จะต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของสารที่ทราบจุดหลอมเหลวแล้ว

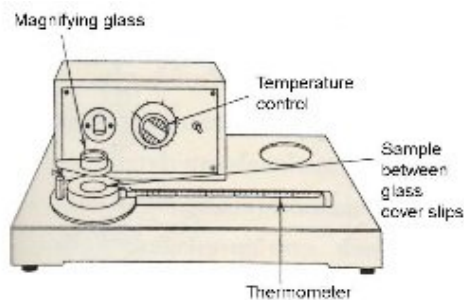
สำหรับเครื่องมือที่ใช้ในการหาจุดหลอมเหลวของสารมีมากมายหลายชนิดซึ่งแต่ละชนิดจะมีช่วงอุณหภูมิในการวิเคราะห์ไม่เท่ากัน ดังแสดงในรูปต่อไปนี้



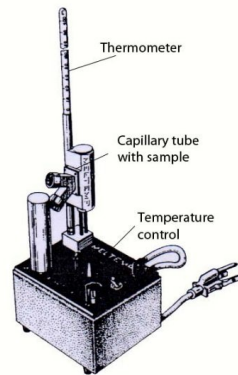
รูปที่ 3.1 Thiele tube มีช่วงการใช้งานอยู่ระหว่าง 25 ถึง 180°C



รูปที่ 3.2 Thomas-Hoover apparatus มีช่วงการใช้งานอยู่ระหว่าง 25 ถึง 300°C

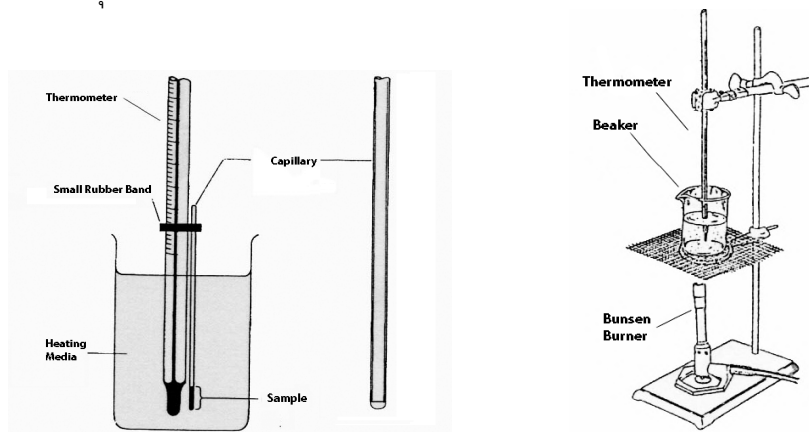


รูปที่ 3.3 Fisher-Johns apparatus มีช่วงการใช้งานอยู่ระหว่าง 25 ถึง 300°C

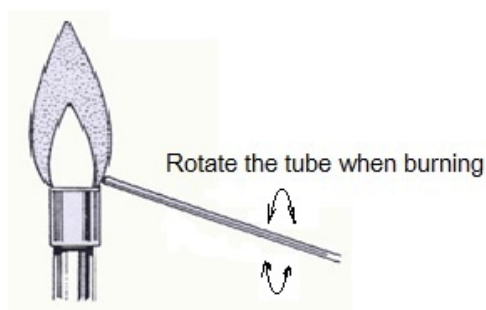


รูปที่ 3.4 Mel-Temp มีช่วงการใช้งานอยู่ระหว่าง 25 ถึง 400°C

การจุดหลอมเหลวในบัทนี้จะดัดแปลงมาจากหลอด Thiele โดยใช้ปิ๊กเกอร์ขนาด 100 mL ที่บรรจุของเหลวที่เป็นสื่อให้ความร้อนแก่ระบบ และใช้แท่งแก้วคน (Stirring rod) กวนให้ความร้อนถ่ายเทในระบบอย่างทั่วถึง โดยอุปกรณ์แสดงดังรูปที่ 2.5 ซึ่งประกอบด้วยหลอดแคปิลลารี (ซึ่งมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 mm ยาวประมาณ 6-7 cm) เทอร์มิเตอร์ ยางสำหรับรัดหลอดแคปิลลารีให้ติดกับเทอร์มิเตอร์ ชูตตะเกียง สามขา ตะแกรงลวด ขาตั้ง และที่ยึด



รูปที่ 3.5 การจัดเตรียมอุปกรณ์สำหรับหาค่าจุดหลอมเหลว



รูปที่ 3.6 การหลอมหลอดแคปิลลารี

วิธีการหาจุดหลอมเหลวของสารตัวอย่าง สามารถทำได้ โดยปฏิบัติตามขั้นตอนดังนี้

1. หลอมหลอมแคปิลลารีเพื่อให้ปลายด้านใดด้านหนึ่งปิดสนิท (ดังรูปที่ 3.6)
2. นำสารตัวอย่างที่มีลักษณะแห้งและเป็นผงละเอียดลงบนกระจกนาฬิกา
3. บรรจุสารตัวอย่างดังกล่าวลงในหลอดแคปิลลารี โดยให้ความสูงประมาณ 0.5 ถึง 1.0 cm (ไม่ควรให้ความสูงมากกว่านี้) ควรเตรียมไว้อย่างน้อยสองชุด
4. ใช้ยางรัดหลอดแคปิลลารีให้ติดกับเทอร์โมมิเตอร์และจัดอุปกรณ์ให้อยู่ในรูปที่ 3.5
5. ทำการหาจุดหลอมเหลวอย่างคร่าว ๆ ด้วยการให้ความร้อนอย่างรวดเร็ว ค่าที่อ่านได้จะสูงกว่าความเป็นจริงประมาณ 10°C
6. ปลอ่ยให้ของเหลวที่เป็นสื่อให้ความร้อนเย็นตัวลงและนำแคปิลลารีอีกหลอดที่บรรจุตัวอย่างมาทำการหาจุดหลอมเหลวอีกครั้งโดยเมื่อค่าอุณหภูมิที่วัดได้ต่ำกว่าค่าที่วัดจากครั้งที่หนึ่งประมาณ $10\text{--}15^{\circ}\text{C}$ ให้ปรับลดระดับของเปลวไฟให้ต่ำลงเพื่อลดอัตราการให้ความร้อนเป็นประมาณ $1\text{--}2^{\circ}\text{C}$ ต่อนาที
7. อ่านค่าที่สารเริ่มหลอมจนกระทั่งหลอมหมด (เมื่อหลอมเหลวหมดสารที่ได้จะมีลักษณะโปร่งแสง) ให้รายงานเป็นช่วงจุดหลอมเหลว

วิธีการหาจุดหลอมเหลวผสม (mixed m.p.) สามารถทำได้ โดยปฏิบัติตามขั้นตอนดังนี้

1. นำสารตัวอย่างที่ได้จากการวิเคราะห์ข้างต้น แบ่งมาผสมกับสารที่ทราบสูตรโครงสร้างแล้ว (เป็นสารที่คาดว่าจะป็นชนิดเดียวกันกับสารตัวอย่าง) โดยผสมในอัตราส่วนที่เท่ากัน และบดรวมให้เป็นเนื้อเดียวบนกระจกนาฬิกา
2. บรรจุสารผสมดังกล่าวลงในหลอดแคปิลลารี และทำการวิเคราะห์หาจุดหลอมเหลวด้วยวิธีเดียวกันกับวิธีข้างต้น หากค่าจุดหลอมเหลวผสมที่ได้มีค่าน้อยกว่าสารที่ทราบสูตรโครงสร้างแล้ว แสดงว่าเป็นสารคนละชนิดกัน

สิ่งที่ควรระวัง

1. สารตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์ควรมีลักษณะเป็นผงละเอียดและแห้ง
2. อย่าให้ยางรัดจุ่มอยู่ในของเหลวเพื่อป้องกันไม่ให้ยางขาดเมื่อของเหลวได้รับความร้อน
3. ปีกเกอร์ที่ใช้ต้องแห้งและสะอาด
4. หากหลอดแคปิลลารีมีความหนาเกินไป ค่าจุดหลอมเหลวที่อ่านได้จะมากกว่าความเป็นจริง
5. ไม่ควรบรรจุสารตัวอย่างในหลอดแคปิลลารีมากเกินไป เพื่อไม่ให้ค่าจุดหลอมเหลวกว้างเกินไป
6. การให้ความร้อนที่เร็วเกินไป จะทำให้ค่าที่อ่านได้สูงกว่าความเป็นจริง
7. ของเหลวที่เป็นสื่อให้ความร้อนควรมีค่าจุดเดือดที่สูง ไม่ดูดความชื้น โดยทั่วไปจะใช้น้ำมันซิลิโคนหรือน้ำมันพาราฟิน อย่างใดอย่างหนึ่ง

จุดเดือด

จุดเดือด (Boiling point, b.p.) คืออุณหภูมิที่ความดันไอของของเหลวเท่ากับความดันที่อยู่เหนือของเหลวนั้น ดังนั้นความดันของอากาศที่อยู่เหนือของเหลวจึงมีผลต่อค่าความสูงต่ำของจุดเดือด

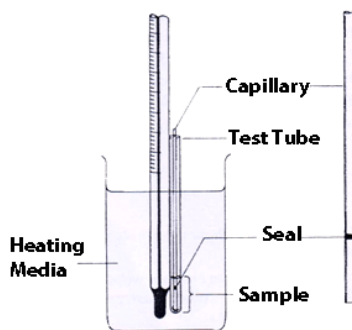
ของของเหลว และหากพิจารณาอุณหภูมิที่ความดันไอของของเหลวเท่ากับความดัน 1 บรรยากาศ หรือ 760 มิลลิเมตรปรอท จะเรียกอุณหภูมิดังกล่าวว่า “จุดเดือดปกติ” จุดเดือดเป็นอุณหภูมิที่มีการเปลี่ยนแปลงสถานะของของเหลวกลายเป็นแก๊ส ทั้งนี้อุณหภูมิดังกล่าวเป็นอุณหภูมิเดียวกันกับที่สารเปลี่ยนสถานะจากแก๊สเป็นของเหลว ซึ่งเรียกว่า จุดควบแน่น (Condensation point, c.p.) ค่าของจุดเดือดนอกจากถูกกำหนดด้วยความดันที่อยู่เหนือของเหลวแล้ว ยังขึ้นอยู่กับแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลของสารอีกด้วย สารที่มีแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลมากจะมีค่าจุดเดือดที่สูงกว่า

ประโยชน์ของการหาจุดเดือดของสารเช่นเดียวกับการหาจุดหลอมเหลว คือสามารถนำไปใช้ในการวิเคราะห์หาความบริสุทธิ์ของสารตัวอย่างได้ แต่อย่างไรก็ตามการหาจุดเดื่อนั้นมีข้อจำกัดมากกว่าการหาจุดหลอมเหลว ตรงที่สารบางชนิดสามารถที่จะรวมกับสารปนเปื้อนชนิดอื่นเพื่อให้เกิดเป็นของผสมที่มีค่าจุดเดือดที่ไม่เปลี่ยนแปลงได้ ที่เรียกว่า ของผสมจุดเดือดคงที่ ซึ่งทำให้การวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของสารด้วยวิธีการหาจุดเดือดได้ผลคลาดเคลื่อนออกไป

วิธีการหาจุดเดือดของสารตัวอย่าง

สามารถทำได้หลายวิธี ขึ้นอยู่กับปริมาณของสารตัวอย่างหากมีในปริมาณที่น้อยกว่า 5 mL สามารถทำได้โดยวิธีเซมิไมโคร (Semi-micro Analysis) ซึ่งสามารถปฏิบัติได้ตามขั้นตอนดังนี้

1. เตรียมอุปกรณ์สำหรับการหาจุดเดือดซึ่งมีลักษณะใกล้เคียงกับการหาจุดหลอมเหลว แต่ลักษณะของหลอดแคปิลลารีจะแตกต่างออกไป คือมีลักษณะเป็นการเชื่อมต่อระหว่างหลอดสองหลอดเข้าหากันดังแสดงในรูปที่ 3.7 นอกจากนี้การทดสอบหาจุดเดือดยังต้องใช้หลอดทดลองขนาดเล็กเพื่อบรรจุสารตัวอย่าง
2. ใส่ของเหลวในหลอดทดลองขนาดเล็กให้มีระดับของเหลวสูงประมาณ 1 cm (ให้สูงกว่ารอยต่อของหลอดแคปิลลารี) หลังจากนั้นนำหลอดแคปิลลารีใส่เข้าไปโดยให้ส่วนที่เป็นรอยเชื่อมต่ออยู่ด้านล่าง ดังภาพที่ 3.7
3. ให้ความร้อนกับบีกเกอร์ จนกระทั่งมีฟองอากาศออกมาจากด้านล่างหลอดแคปิลลารีเป็นสาย จึงหยุดให้ความร้อน แต่ให้กวนของเหลวในบีกเกอร์ต่อไป
4. รอจนกระทั่งไม่มีฟองอากาศออกมาจากหลอดแคปิลลารี จะเริ่มมีของเหลวไหลจากภายนอกหลอดเข้าไปข้างในหลอดให้อ่านค่าอุณหภูมิขณะนั้นทันที
5. ใช้คีมจับหลอดแคปิลลารีมาสลับเพื่อให้ของเหลวที่ค้างอยู่ในหลอดออกไปจนหมด
6. ทำการทดลองเพื่อหาค่าจุดเดือดซ้ำโดยค่าทั้งสองครั้งไม่ควรต่างกันเกิน 2.0°C



รูปที่ 3.7 การจัดอุปกรณ์และลักษณะของหลอดแคปิลลารีที่ใช้สำหรับการหาจุดเดือด

สิ่งที่ควรระวัง

1. อย่าให้ยางรัดจุ่มอยู่ในของเหลวเพื่อป้องกันไม่ให้ยางขาดเมื่อของเหลวได้รับความร้อน
2. ให้ตรวจสอบว่ามีรอยร้าวที่อยู่บริเวณข้อต่อของหลอดแคปิลลารีหรือไม่ หากมีรอยร้าวให้ทำการเปลี่ยนหลอดแคปิลลารีใหม่สังเกตได้จากมีฟองอากาศออกมาจากที่ตรงบริเวณข้อต่อของหลอดแคปิลลารีขณะทำการให้ความร้อน
3. หลอดหยดที่ใช้ดูดสารตัวอย่างที่จะใช้ทดสอบต้องแห้ง
4. อย่าให้มีหยดน้ำหรือของเหลวใดๆ ปนเปื้อนกับของเหลวที่เป็นสื่อให้ความร้อน (น้ำมันพาราฟิน/น้ำมันซิลิโคน)

อุปกรณ์

1. ชุดตะเกียง (Bunsen burner)
2. สามขา (Tripod)
3. ตะแกรงลวด (wire gauze)
4. ขาตั้ง (Clamp)
5. ที่ยึดขาตั้ง (Clamp Holder)
6. กระจกนาฬิกา (Watch Glass)
7. เทอร์โมมิเตอร์เสียบกับจุกคออร์กที่ผาด้านข้าง
8. ปีกเกอร์ขนาด 100 mL (100-mL Beaker)
9. หลอดทดลองขนาดเล็ก (Small Test Tube)
10. ยางรัด (Small Rubber Band)
11. แท่งแก้วคน (Stirring Rod)
12. หลอดหยดสำหรับหยดสารตัวอย่างที่เป็นของเหลว (Dropper)
13. หลอดแคปิลลารีสำหรับหาจุดหลอมเหลว (Capillary tubes for m.p. Analysis)
14. หลอดแคปิลลารีสำหรับหาจุดเดือด (Capillary tubes for b.p. Analysis)

สารเคมี

1. น้ำมันพาราฟิน (Paraffin Oil)
2. สารประกอบอินทรีย์ตัวอย่างที่เป็นของแข็งสำหรับการหาจุดหลอมเหลว (Unknown Sample for m.p. Analysis)
3. สารประกอบอินทรีย์ตัวอย่างที่เป็นของเหลวสำหรับการหาจุดเดือด (Unknown Sample for b.p. Analysis)

การทดลอง

1. การหาจุดหลอมเหลว

- 1.1 นิสิตรับตัวอย่างสารประกอบอินทรีย์ที่เป็นของแข็ง (บรรจุในซอง) จากอาจารย์ผู้ดูแล นำสารดังกล่าวมาบดและบรรจุในหลอดแคปิลลารีทำตามวิธีการที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้น

- 1.2 ทำการทดลองซ้ำเพื่อหาค่าเฉลี่ยหากได้ค่าต่างกันเกิน 2.0°C ให้ทำการทดลองเพิ่มเพื่อเลือกค่าอุณหภูมิที่ใกล้เคียงกันมาเฉลี่ย
- 1.3 นำสารตัวอย่างมาผสมกับสารที่รู้จุดหลอมเหลวแน่นอนในตารางที่ 3.1 เพื่อหาค่าจุดหลอมเหลวผสม (Mixed m.p.)

ตารางที่ 3.1 ค่าจุดหลอมเหลวของสารประกอบอินทรีย์บางชนิด

สารประกอบอินทรีย์	จุดหลอมเหลว ($^{\circ}\text{C}$)
Benzophenone	48
Benzhydrol	60
Vanillin	80
Phenanthrene	100
Acetanilide	114
Benzoic acid	122
Urea	132
Anthranilic acid	146
Adipid acid	153
Camphor	178
<i>p</i> -Anisic acid	184

2. การหาจุดเดือด

- 2.1 นิสิตรับตัวอย่างจากอาจารย์ผู้ดูแล ใช้หลอดหยดดูดสารตัวอย่างใส่ในหลอดทดลองขนาดเล็ก
- 2.2 นำไปทดสอบหาจุดเดือดตามวิธีที่กล่าวแล้วข้างต้น
- 2.3 ทำการทดลองซ้ำเพื่อหาค่าเฉลี่ยหากได้ค่าต่างกันเกิน 2.0°C ให้ทำการทดลองเพิ่มเพื่อเลือกค่าอุณหภูมิที่ใกล้เคียงกันมาเฉลี่ย
- 2.4 เปรียบเทียบกับค่าจุดเดือดของสารประกอบอินทรีย์บางประเภทในตารางที่ 3.2 และวิเคราะห์ว่าสารตัวอย่างดังกล่าวน่าจะเป็นสารชนิดใด

ตารางที่ 3.2 ค่าจุดเดือดของสารประกอบอินทรีย์บางชนิด ที่ความดัน 760 มิลลิเมตรปรอท

สารประกอบอินทรีย์	จุดเดือด (°C)
Chloroform	61.0
Hexane	69.0
Ethyl acetate	77.1
Benzene	80.0
2-Propanol	82.4
n-propyl alcohol	97.0
Toluene	110.6
<i>p</i> -Xylene	138.3
<i>m</i> -Xylene	139.0
<i>o</i> -Xylene	144.0

วันที่ /..... /.....	ชื่ออาจารย์ผู้สอน:	
รายชื่อผู้ทำการทดลอง	1.ชื่อ-สกุล:	รหัสனிสีต:
	2.ชื่อ-สกุล:	รหัสனிสีต:
	3.ชื่อ-สกุล:	รหัสனிสีต:

รายงานการทดลองบทที่ 3 การหาจุดหลอมเหลวและจุดเดือด

ผลการทดลอง

การหาจุดหลอมเหลว

หมายเลขสารตัวอย่างของแข็งที่ได้รับ คือ

ช่วงอุณหภูมิที่สารหลอมเหลวหมด ครั้งที่ 1 คือ

ครั้งที่ 2 คือ

ช่วงจุดหลอมเหลวเฉลี่ย

เมื่อเทียบกับตารางแสดงจุดหลอมเหลว คาดว่าน่าจะเป็นสารชนิดใด.....

นำสารดังกล่าวมาหาค่าจุดหลอมเหลวผสม (Mixed m.p.) มีค่าเท่ากับ

สรุปว่าสารตัวอย่างที่ได้รับ คือ

เพราะ

.....

การหาจุดเดือด

หมายเลขสารตัวอย่างของเหลวที่ได้รับคือ

อุณหภูมิที่สารเดือด ครั้งที่ 1 คือ

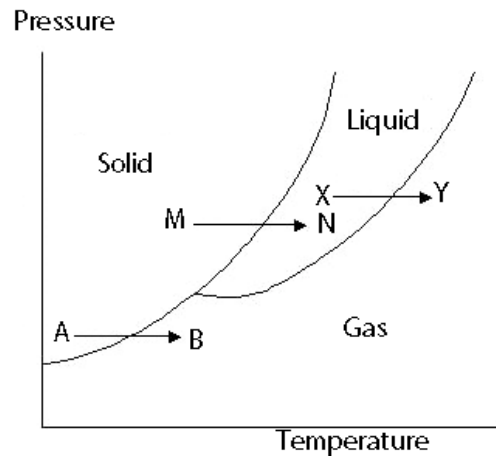
ครั้งที่ 2 คือ

จุดเดือดเฉลี่ย

เมื่อเทียบกับตารางแสดงจุดเดือด คาดว่าน่าจะเป็นสารชนิดใด.....

คำถามท้ายบท

1. เพราะเหตุใดจึงไม่ควรให้มีหยดน้ำในหลอด Thiele ขณะทำการทดลอง ถ้าหากเกิดมีหยดน้ำเกิดขึ้นขณะทดลองจะมีผลอย่างไร
2. ให้นิสิตอธิบายสาเหตุที่น้ำ (H_2O) มีจุดเดือด (b.p.= 100°C , 760 torr) สูงกว่า Ethanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) (b.p. = 78°C , 760 torr)
3. จากกราฟแผนผังวัฏภาคดังต่อไปนี้



ให้บอกชื่อเรียกของอุณหภูมิต่อไปนี้

- ก) จากจุด A ไป B เรียกว่า
 - ข) จากจุด M ไป N เรียกว่า
 - ค) จากจุด X ไป Y เรียกว่า
4. เหตุใดจึงไม่ควรมีหยดน้ำหรือของเหลวใด ๆ ปนเปื้อนกับน้ำมันพาราฟิน
 5. ความดันบรรยากาศเหนือของเหลวมีผลต่อจุดเดือดอย่างไร
 6. เหตุใดจึงไม่มีการหาค่าจุดเดือดผสม Mixed b.p.

บทที่ 4

การวิเคราะห์คุณภาพของสารอินทรีย์

นวลจันทร์ มัจฉริยกุล

วัตถุประสงค์

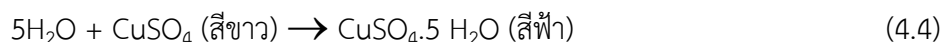
เพื่อศึกษาวิธีการวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารอินทรีย์

คำอธิบาย

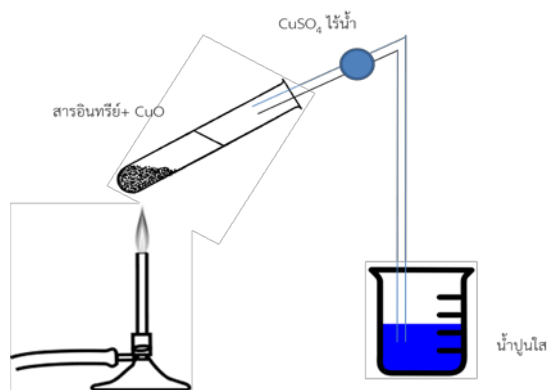
สารอินทรีย์ประกอบด้วยธาตุคาร์บอน (C) และ ไฮโดรเจน (H) เป็นธาตุหลัก อาจมีธาตุอื่นได้แก่ ออกซิเจน (O) แฮโลเจน (X) ไนโตรเจน (N) ซัลเฟอร์ (S) ฟอสฟอรัส (P) และอาจมีธาตุที่เป็นโลหะด้วยการวิเคราะห์หาธาตุต่าง ๆ ในสารอินทรีย์ทำได้ทั้งคุณภาพวิเคราะห์และปริมาณวิเคราะห์

การวิเคราะห์หาธาตุคาร์บอนและไฮโดรเจน

การวิเคราะห์หาคาร์บอนและไฮโดรเจนโดยการเผาสารอินทรีย์กับคอปเปอร์ออกไซด์ (CuO) คาร์บอนจะถูกออกซิไดซ์เป็นคาร์บอนไดออกไซด์ ดังสมการที่ (4.1) ทดสอบโดยการผ่านลงในน้ำปูนใส จะเกิดตะกอนแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO₃) ทำให้สารละลายขุ่น ดังสมการที่ (4.3) และไฮโดรเจนจะถูกออกซิไดซ์เปลี่ยนเป็นน้ำ ดังสมการที่ (4.2) ทดสอบโดยคอปเปอร์ซัลเฟตไร้้ำ (CuSO₄) ดังสมการที่ (4.4) CuSO₄ จะเปลี่ยนเป็นสีฟ้าของ CuSO₄·5 H₂O



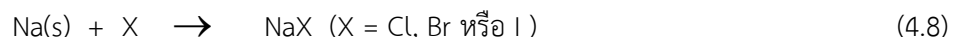
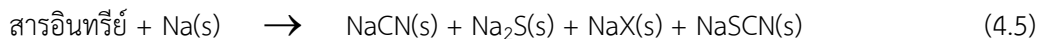
การเผาสารอินทรีย์กับคอปเปอร์ออกไซด์ทำในหลอดแก้วที่มีท่อแก้วแบบมีกะเปาะ บรรจุคอปเปอร์ซัลเฟตไร้้ำ (anhydrous CuSO₄) และปลายท่ออีกด้านหนึ่งจุ่มในสารละลายแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Ca(OH)₂) หรือน้ำปูนใส ดังรูปที่ 4.1 ส่วนการวิเคราะห์หาออกซิเจนใช้ปริมาณวิเคราะห์และคำนวณโดยหักปริมาณธาตุอื่นในสารอินทรีย์นั้นออก



รูปที่ 4.1 การเผาสารอินทรีย์กับคอปเปอร์ออกไซด์

การวิเคราะห์หาธาตุไนโตรเจน ซัลเฟอร์ แฮโลเจนและฟอสฟอรัส

การวิเคราะห์หาธาตุไนโตรเจน ซัลเฟอร์ แฮโลเจนและฟอสฟอรัส ในสารอินทรีย์ต้องเปลี่ยนพันธะโคเวเลนต์ในโมเลกุลสารอินทรีย์ เป็นพันธะไอออนิก โดยการหลอมสารอินทรีย์กับโลหะโซเดียม เรียกว่าวิธี Sodium fusion test (Lassaigne test) ทำให้ธาตุองค์ประกอบของสารอินทรีย์ (C, N, S, X) เปลี่ยนเป็นเกลือของโลหะโซเดียมซึ่งละลายน้ำได้ ดังสมการ

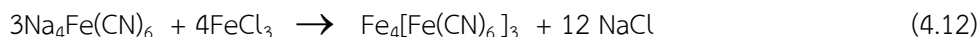
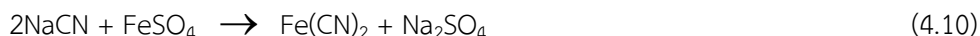


เมื่อนำเกลือที่ได้จาก sodium fusion test มาละลายน้ำ เรียกสารละลายนี้ว่า Test solution จะมีไอออน คือ โซยาไนต์ (CN^-) ซัลไฟด์ (S^{2-}) และแฮไลด์ (X^-) อยู่ในสารละลาย ซึ่งนำไปวิเคราะห์ต่อไป

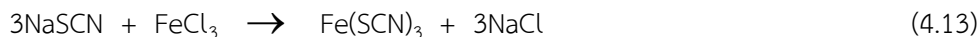
การทำ Sodium fusion ไม่สามารถใช้กับสารอินทรีย์ทุกชนิดเนื่องจากเกิดปฏิกิริยารุนแรง อาจเกิดการระเบิดได้ ได้แก่ Nitroalkanes, azides, diazo esters, polyhalogen compounds (เช่น CHCl_3 , CCl_4) และ diazonium salts

การทดสอบไนโตรเจนในรูปโซยาไนต์ไอออน (CN^-)

เมื่อนำ Test solution มาทำปฏิกิริยากับสารละลายเฟอร์รัสซัลเฟต และเฟอร์ริกคลอไรด์ ต้ม 2-3 นาที และทำให้เป็นกรดด้วยกรดซัลฟิวริกหรือกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง ถ้ามีโซยาไนต์ไอออนจะเกิดตะกอนสีน้ำเงิน (Prussian blue) ของเฟอร์ริกโซยาไนต์ $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$ ดังสมการ แสดงว่ามีธาตุไนโตรเจน



หากในสารอินทรีย์มีไนโตรเจนและซัลเฟอร์ จะเกิด NaSCN ใน test solution และทำปฏิกิริยากับ FeCl_3 เกิดเฟอร์ริกไทโอโซยาเนต มีสีแดงเข้ม ดังสมการ



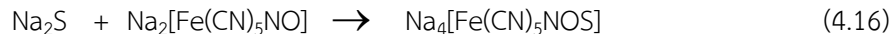
การทดสอบซัลเฟอร์ในรูปซัลไฟด์ไอออน (S^{2-})

การทดสอบซัลเฟอร์ในรูปซัลไฟด์ไอออน (S^{2-}) สามารถทำได้ 2 วิธี

1. นำ Test solution มาทำให้เป็นกรดด้วยกรดแอซติก และทำปฏิกิริยากับเลด (II) แอซีเตต หากเกิดตะกอนสีดำของเลดซัลไฟด์แสดงว่ามีธาตุซัลเฟอร์



2. นำ Test solution มาทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไนโตรพรัสไซด์ สารละลายเปลี่ยนเป็นสีม่วงแสดงว่ามี ซัลเฟอร์ ดังสมการ



การทดสอบฟอสฟอรัสในรูปฟอสเฟตไอออน

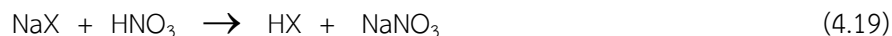
นำ Test solution ทำให้เป็นกรดด้วยกรดไนตริก และทำปฏิกิริยากับแอมโมเนียมโมลิบเดต จะเกิดตะกอนสีเหลืองของแอมโมเนียม ฟอสโฟโมลิบเดต $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$



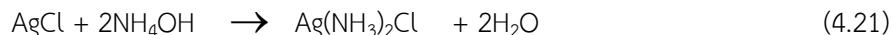
หรือพิจารณาตัวอย่างกับ โซเดียมเปอร์ออกไซด์ (ตัวออกซิไดซ์) เพื่อเปลี่ยน P เป็นฟอสเฟต (PO_4^{3-}) ละลายน้ำ และเติมกรดไนตริกเข้มข้นต้มจนเดือดและเติม $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ เกิดตะกอนสีเหลืองของแอมโมเนียม ฟอสโฟโมลิบเดต $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$

การทดสอบแฮไลเจนในรูปแฮไลด์ไอออน

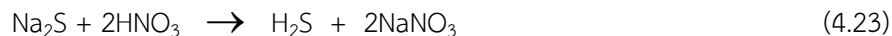
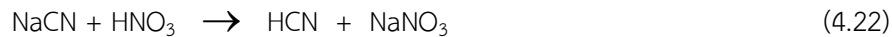
นำ Test solution ทำปฏิกิริยากับสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตในสภาวะที่เป็นกรด ถ้ามีแฮไลด์ อยู่จะเกิดตะกอนซิลเวอร์แฮไลด์



โดยสีของตะกอนจะแตกต่างกันดังนี้ AgCl ตะกอนสีขาว AgBr ตะกอนสีเหลืองอ่อน AgI ตะกอนสีเหลือง และสมบัติการละลายของตะกอนแฮไลด์ในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์จะแตกต่างกันโดยตะกอน AgCl จะละลายได้ดี ดังสมการ ส่วน AgBr ละลายได้เล็กน้อย และ AgI ไม่ละลาย



หากใน Test solution มีไซยาไนด์ไอออน หรือซัลไฟด์ไอออน เมื่อเติมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต จะเกิดตะกอน Ag_2S ตะกอนสีดำ และ AgCN ตะกอนสีขาว ทำให้ไม่สามารถหาแฮไลด์ได้ จึงต้องกำจัดออกก่อนโดยการทำให้เป็นกรดด้วยกรดไนตริกเจือจาง และต้มเพื่อไล่ไฮโดรเจนไซยาไนด์หรือไฮโดรเจนซัลไฟด์ออกก่อน แล้วจึงเติมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต



การทดสอบแอลูมิเนียมอาจใช้วิธี Beilstein's test โดยใช้ลวดทองแดงเผาจนเปลวไฟไม่มีสีเขียวแล้วแตะปลายลวดกับสารอินทรีย์และเผาหากมีแอลูมิเนียม (คลอรีน โบรมีนหรือไอโอดีน) เกิดสารประกอบ คอปเปอร์เฮไลด์ ซึ่งระเหยได้และเกิดเปลวไฟสีเขียว วิธีนี้ไม่สามารถทดสอบหาฟลูออรีนได้เนื่องจากคอปเปอร์ฟลูออไรด์ไม่ระเหย



อุปกรณ์

- | | |
|----------------------|------------------|
| 1. หลอดทดลองขนาดเล็ก | 2. ตะเกียงเบนซิน |
| 3. ลวดกันความร้อน | 4. ชามระเหย |
| 5. แวนตานิรภัย | 6. กรวยกรอง |
| 7. กระจกครอบ | 8. หลอดทดลอง |
| 9. ที่จับหลอดทดลอง | 10. หลอดหยด |
| 11. กระบอกตวง | 12. กระจกปริซึม |

สารเคมี

1. โลหะโซเดียม (Na)
2. สารละลายเฟอร์รัสซัลเฟต 5 % (FeSO_4)
3. สารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์ 5 % (FeCl_3)
4. สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (conc. HCl)
5. สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง (dil. HCl)
6. สารละลายซิลเวอร์ไนเตรต 5 % (AgNO_3)
7. สารละลายกรดไนตริกเจือจาง (dil. HNO_3)
8. สารละลายกรดไนตริกเข้มข้น (conc. HNO_3)
9. สารละลายโซเดียมไนโตรปริสไซด์ (Sodium nitroprusside)
10. สารละลายเลดอะซิเตต 5 % (Lead (II) acetate, $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$)
11. สารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดต 5 % ($(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$)
12. สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH)

ข้อควรระวัง

1. ห้ามสัมผัสโลหะด้วยมือเปล่า ต้องใช้ปากคีบ
2. ห้ามทิ้งโลหะโซเดียมในอ่างน้ำ เพราะโลหะโซเดียมว่องไวในการเกิดปฏิกิริยากับน้ำทำให้เกิดเปลวไฟ
3. การกำจัดโลหะโซเดียมที่เหลือให้เติมเอทานอล จนละลายหมด

การทดลอง

1. Sodium fusion test (Lassaigne test)

ตัดโลหะโซเดียมประมาณ 30 mg ด้วยสपाตุลาโลหะและขับให้แห้งด้วยกระดาษกรอง ใส่ในหลอดทดลองขนาด 10 x 75 mm และเตรียมสารตัวอย่าง ไว้บนสपाตุลาโลหะ (หากเป็นของแข็ง 20 mg หรือหากเป็นของเหลว 2 หยด) ให้ความร้อนหลอดทดลองด้วยตะเกียง (ทำในตู้ดูดควัน) จนสารโลหะโซเดียมหลอมและมีควันลอยในหลอดสูง 1.5 - 2.0 cm ย้ายตะเกียงออกและเติมสารตัวอย่างที่เตรียมไว้ ถ้ามีเปลวไฟวาบในหลอดแสดงว่าการหลอมสมบูรณ์แล้ว ถ้าไม่มีเปลวไฟ ให้ความร้อนด้วยตะเกียงต่อเพื่อให้เกิดเปลวไฟ ดับตะเกียง ทิ้งให้หลอดเย็น เติมน้ำกลั่นที่ละลายให้ทำปฏิกิริยากับโลหะโซเดียมที่เหลือเติมจนครบ 10 หยด ใช้แท่งแก้วเคาะให้หลอดแตกวางหลอดที่ยังร้อนในชามระเหยที่มีน้ำกลั่น 10-15 mL หลอดจะแตกออก นำไปต้มจนเดือด และกรอง นำสารละลายใสไม่มีสีที่กรองได้ (Test solution) มาทดสอบหาธาตุไนโตรเจน ซัลเฟอร์และแฮโลเจน

หมายเหตุ

1. หากสารละลายที่กรองได้มีสีเหลืองแสดงว่าการเกิดปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์ควรทำการทดลองใหม่
2. ในการทดลองนี้ใช้ Test solution ที่เตรียมไว้ให้แล้วทดสอบหาธาตุต่างๆ

2. การทดสอบหาไนโตรเจนในรูปไซยาไนด์ (Cyanide test)

นำสารละลายจากข้อ 1 (Test solution) มา 1 mL ใส่ในหลอดทดลอง เติมน้ำกลั่น 5% FeSO_4 ที่เตรียมใหม่ 2-3 หยด นำไปต้มจนเดือด 1-2 นาที ทำให้เย็นโดยแช่ในน้ำแข็ง และเติมกรด HCl เข้มข้น (หรือ 6 M H_2SO_4) ที่ละลายจนเป็นกรด เติมน้ำกลั่น 5% FeCl_3 จะเกิดตะกอนของ Prussian blue (สีเขียวแกมน้ำเงิน) แสดงว่ามีธาตุไนโตรเจน หากเห็นตะกอนไม่ชัดให้กรองด้วยกระดาษกรองและสังเกตตะกอนที่เหลือบนกระดาษกรอง

3. การทดสอบหาซัลเฟอร์ในรูปซัลไฟด์ไอออน (S^{2-})

3.1 นำสารละลายจากข้อ 1 มา 1 mL ใส่ในหลอดทดลอง เติมน้ำกลั่น Sodium nitroprusside ที่เตรียมใหม่ 2-3 หยด หากมีซัลไฟด์จะเกิดสารละลายสีม่วง

3.2 นำสารละลายจากข้อ 1 มา 1 mL ทำให้เป็นกรดโดยเติมน้ำกลั่น HCl จากนั้นเติมน้ำกลั่น 5% $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$ 2-3 หยด สังเกตการเกิดตะกอนสีดำของเลดซัลไฟด์ (PbS)

4. การทดสอบฟอสฟอรัสในรูปฟอสเฟตไอออน

นำสารละลายจากข้อ 1 มา 2 mL เติมน้ำกลั่น HNO_3 จนเป็นกรด (≈ 1 หยด) เพื่อเปลี่ยนฟอสฟอรัสเป็นฟอสเฟต (PO_4^{3-}) และเติมน้ำกลั่น $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 10 หยด จะเกิดตะกอนสีเหลืองของแอมโมเนียม ฟอสโฟโมลิบเดต $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$

5. การทดสอบหาแฮโลเจนในรูปแฮไลด์ไอออน (X^-)

นำสารละลายจากข้อ 1 มา 2 mL ทำให้เป็นกรดโดยการเติมน้ำกลั่น HNO_3 จุ่มหลอดทดลองในน้ำเดือด 2 นาที เพื่อไล่ HCN หรือ H_2S หยดสารละลาย 5% AgNO_3 2-3 หยด เขย่า หากมีแฮไลด์จะเกิดตะกอนสีขาวหรือสีเหลือง ทิ้งให้ตะกอนนอนก้นแล้วรินสารละลายทิ้ง เติมน้ำกลั่น NH_4OH ลงบนตะกอน และคน สังเกตการละลายของตะกอน

วันที่ /..... /.....	ชื่ออาจารย์ผู้สอน:	
รายชื่อผู้ทำการทดลอง	1.ชื่อ-สกุล:	รหัสนิสิต:
	2.ชื่อ-สกุล:	รหัสนิสิต:
	3.ชื่อ-สกุล:	รหัสนิสิต:

รายงานการทดลองบทที่ 4
การวิเคราะห์คุณภาพของสารอินทรีย์

ผลการทดลอง

ธาตุ	อนุมูลไอออนที่วิเคราะห์	รีเอเจนต์ที่ใช้	ผลการทดลอง	สรุปผล (พบ/ไม่พบธาตุ)
N	CN^-			
S	S^{2-}			
P	PO_4^{3-}			
X (Cl, Br, I)	X^- (Cl^- , Br^- , I^-)			

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

คำถามท้ายบท

1. ในการวิเคราะห์หาธาตุบางชนิดในสารอินทรีย์ เพราะอะไรจึงต้องทำ Sodium fusion
2. หากต้องการวิเคราะห์สารอินทรีย์ต่อไปนี้ ต้องวิเคราะห์หาธาตุชนิดใดบ้าง และเมื่อทำ Sodium fusion เกิดเกลือชนิดใดบ้าง
 - 1) Penicillin
 - 2) Sulfanilamide
 - 3) Tetramethylammonium chloride
3. สารอินทรีย์ที่มีแอมโมเนียมมากกว่า 1 ชนิด เมื่อทดสอบด้วย AgNO_3 นิสิตคิดว่าจะเกิดผลอย่างไร มีวิธีการทดสอบอื่นที่ใช้ระบุชนิดของแอมโมเนียมได้หรือไม่

บทที่ 5

สารประกอบไฮโดรคาร์บอน

วิไลลักษณ์ ขวัญยืน

วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาปฏิกิริยาที่บอกความแตกต่างของสารประกอบอะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอน
2. เพื่อศึกษาปฏิกิริยาของสารประกอบอะโรมาติกไฮโดรคาร์บอน

คำอธิบาย

สารประกอบไฮโดรคาร์บอน (Hydrocarbon) คือสารอินทรีย์ที่ประกอบไปด้วยธาตุคาร์บอนและไฮโดรเจน แบ่งออกเป็น 2 ประเภทใหญ่ ๆ ตามลักษณะโครงสร้าง ได้แก่

1. สารประกอบอะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอน (Aliphatic hydrocarbon) ซึ่งอาจมีโครงสร้างแบบโซ่เปิด หรือแบบเป็นวงแหวน โดยสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่มีโครงสร้างแบบโซ่เปิด ได้แก่ แอลเคน แอลคีน และแอลไน์ ส่วนสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่มีโครงสร้างเป็นวงแหวน ได้แก่ ไซโคลแอลเคน และไซโคลแอลคีน

1.1 แอลเคน (Alkane) มีสูตรทั่วไปคือ C_nH_{2n+2} เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัว ในโมเลกุลมีพันธะเดี่ยวทั้งหมด จึงเฉื่อยต่อการเกิดปฏิกิริยา แอลเคนมักเกิดปฏิกิริยาการแทนที่ (Substitution reaction) ด้วยแฮโลเจน เมื่อมีแสงหรือความร้อนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

1.2 แอลคีน (Alkene) มีสูตรทั่วไปคือ C_nH_{2n} เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัว ในโมเลกุลประกอบด้วยพันธะคู่ 1 พันธะ จึงทำให้แอลคีนมีความว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยามากกว่าแอลเคน สารประกอบแอลคีนมักเกิดปฏิกิริยาการเติม (Addition reaction) กับรีเอเจนต์หลายชนิดได้ดี เช่น สารละลายโบรมีน สารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต และกรดซัลฟิวริก เป็นต้น

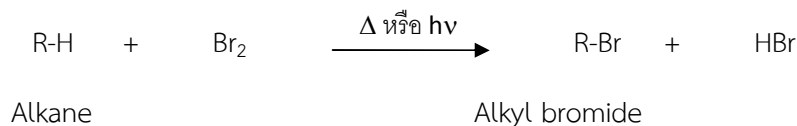
1.3 แอลไน์ (Alkyne) มีสูตรทั่วไปคือ C_nH_{2n-2} เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัว ในโมเลกุลของแอลไน์ประกอบด้วยพันธะสาม 1 พันธะ แอลไน์มีความว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยามากกว่าแอลเคน และเกิดปฏิกิริยาการเติมด้วยสารอิเล็กโตรไฟล์ (Electrophilic addition) ได้เหมือนกับแอลคีน

1.4 ไซโคลแอลเคน (Cycloalkane) มีสูตรทั่วไปคือ C_nH_{2n} เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่เป็นวง ภายในโมเลกุลเป็นพันธะเดี่ยวทั้งหมด การเกิดปฏิกิริยาจึงเฉื่อยคล้ายกับแอลเคน

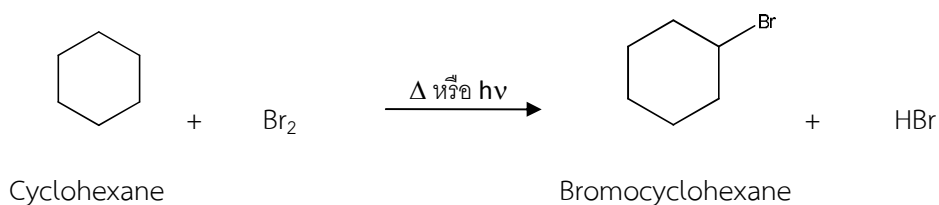
2. สารประกอบอะโรมาติกไฮโดรคาร์บอน (Aromatic hydrocarbon) คือสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่มีโครงสร้างเป็นวงแหวนที่แบนราบ ประกอบด้วยพันธะคู่ที่อยู่คอนจูเกต (conjugate) กัน โดยมีอิเล็กตรอนไพ (π -electron) เท่ากับ $4n + 2$ อิเล็กตรอน เมื่อ $n = 0, 1, 2, \dots$ และไพอิเล็กตรอนนี้สามารถเคลื่อนย้ายได้ทั่ววง ทำให้โมเลกุลของสารประกอบอะโรมาติกไฮโดรคาร์บอนมีความเสถียรมากกว่าสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัว การเกิดปฏิกิริยาจึงแตกต่างจากอะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัว โดยสารประกอบอะโรมาติกไฮโดรคาร์บอนมักเกิดปฏิกิริยาการแทนที่ด้วยอิเล็กโตรไฟล์ (Electrophilic aromatic substitution)

3. ปฏิกิริยาที่บอกความแตกต่างของสารประกอบอะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอนชนิดต่าง ๆ

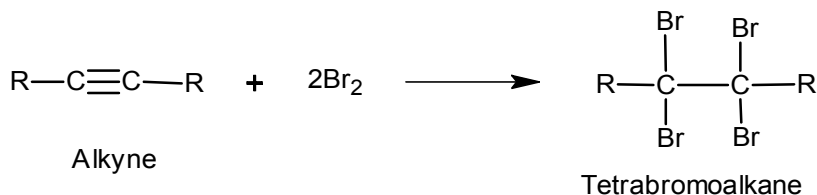
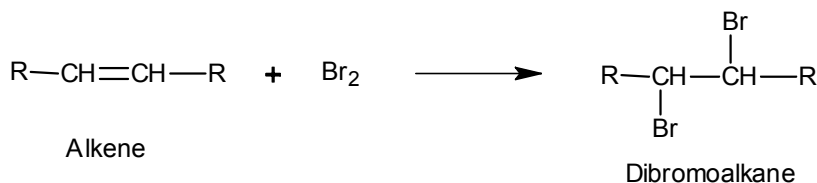
3.1 ปฏิกิริยากับสารละลายโบรมีน (Bromination) แอลเคนจะทำปฏิกิริยากับสารละลายโบรมีนเมื่อมีแสงหรือความร้อนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งสังเกตได้โดยสีของโบรมีนจะจางลง และเกิดแก๊สไฮโดรเจนโบรไมด์ (HBr)



ไซโคลแอลเคนเกิดปฏิกิริยากับโบรมีนคล้ายกับแอลเคน ดังนี้

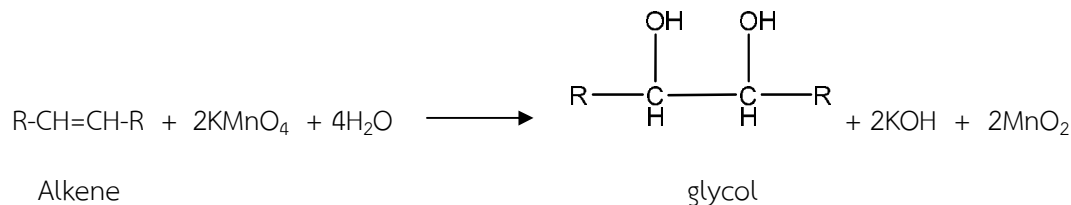


ส่วนแอลคีนและแอลไคน์เกิดปฏิกิริยากับโบรมีนได้ที่อุณหภูมิห้องโดยไม่ต้องมีแสงหรือความร้อนเป็นตัวเร่ง ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกิริยาการเติม ซึ่งสังเกตการเกิดปฏิกิริยาได้โดยสีของโบรมีนจะจางหายไป แต่ไม่มีแก๊สไฮโดรเจนโบรไมด์เกิดขึ้น

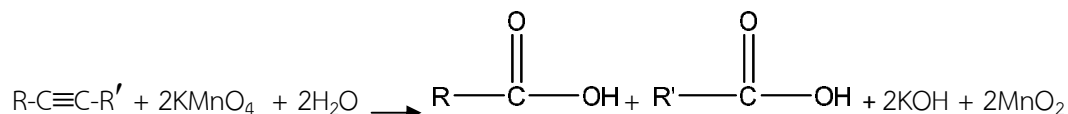


3.2 ปฏิกิริยากับโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตในน้ำ (Baeyer test) เป็นปฏิกิริยาที่ใช้ทดสอบความไม่อิ่มตัวของสารประกอบไฮโดรคาร์บอน โดยแอลเคนซึ่งเป็นสารไฮโดรคาร์บอนอิ่มตัวจะไม่ทำปฏิกิริยากับโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (KMnO₄) ในขณะที่แอลคีนจะทำปฏิกิริยากับ

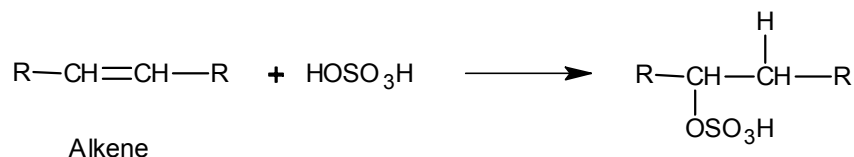
โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตได้ดี เกิดผลิตภัณฑ์เป็นไกลคอล (glycol) สังเกตได้โดยสีม่วงแดงของโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตจะจางหายไป และเกิดตะกอนแดงของแมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2)



ส่วนแอลไคโนจะทำปฏิกิริยากับโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตได้กรดคาร์บอกซิลิก ดังนี้

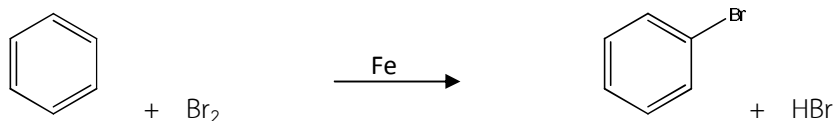


3.3 ปฏิกิริยากับกรดซัลฟิวริกเข้มข้น ปฏิกิริยานี้ใช้บอกความแตกต่างระหว่างแอลเคนกับแอลคีนได้ โดยแอลเคนจะไม่ทำปฏิกิริยากับกรดซัลฟิวริกเข้มข้นที่เย็น แต่แอลคีนจะทำปฏิกิริยากับกรดซัลฟิวริก โดยเกิดปฏิกิริยาการเติมอิเล็กโตรไฟล์ตรงพันธะคู่ของแอลคีน

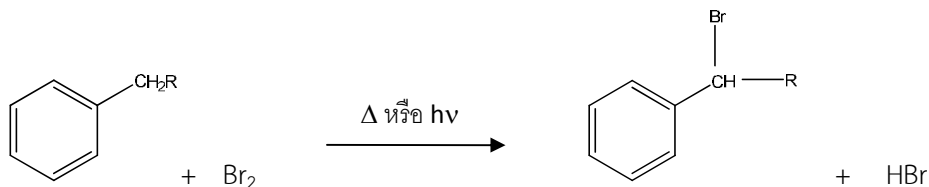


4. ปฏิกิริยาของสารประกอบอะโรมาติกไฮโดรคาร์บอน มักเกิดปฏิกิริยาการแทนที่บนวงแหวนอะโรมาติกด้วยอิเล็กโตรไฟล์ เช่น

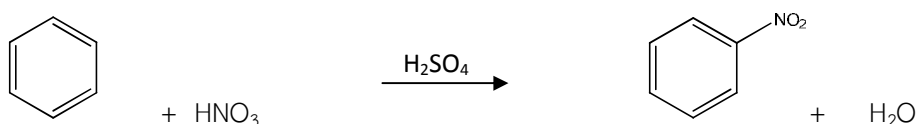
4.1 ปฏิกิริยาโบรมิเนชัน (Bromination) สารประกอบอะโรมาติกไฮโดรคาร์บอน เกิดปฏิกิริยากับโบรมีนได้เมื่อมีผลหลักเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา สังเกตการเกิดปฏิกิริยาได้โดยสีของโบรมีนจะจางลง และมีแก๊สไฮโดรเจนโบรไมด์เกิดขึ้น



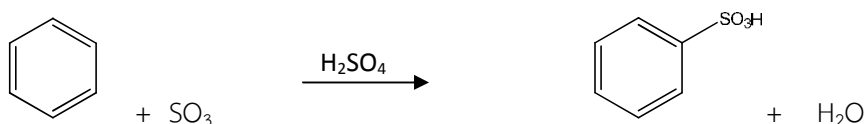
แอลคิลเบนซีนสามารถทำปฏิกิริยากับโบรมีน เมื่อมีความร้อนหรือแสงเป็นตัวเร่ง เกิดปฏิกิริยาการแทนที่ที่หมู่แอลคิล ซึ่งมีกลไกการเกิดเหมือนแอลเคน สังเกตการเกิดปฏิกิริยาจากการจางลงของสีโบรมีน และมีแก๊สไฮโดรเจนโบรไมด์เกิดขึ้น



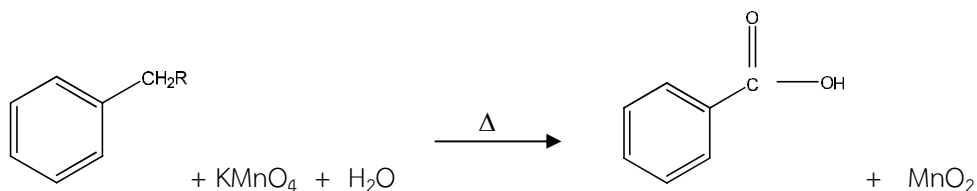
4.2 ปฏิกริยาไนเตรชัน (Nitration) สารประกอบแอโรมาติกไฮโดรคาร์บอนทำปฏิกิริยาไนเตรชันโดยใช้รีเอเจนต์คือ nitrating mixture (conc. HNO_3 + conc. H_2SO_4)



4.3 ปฏิกริยาซัลโฟเนชัน (Sulfonation) สารประกอบแอโรมาติกไฮโดรคาร์บอนทำปฏิกิริยากับ fuming sulfuric acid (H_2SO_4 + SO_3) หรือ conc. H_2SO_4 ได้



4.4 ปฏิกริยาออกซิเดชัน (Oxidation) เบนซีนไม่เกิดปฏิกิริยาการเติมเมื่อให้ทำปฏิกิริยากับตัวออกซิไดซ์โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ซึ่งเป็นสมบัติที่แตกต่างจากสารประกอบอะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัว (เช่น แอลคีน และแอลไคน์) แต่แอลคิลเบนซีนสามารถทำปฏิกิริยากับโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต โดยเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่หมู่แอลคิลบนวงแหวนแอโรมาติก ดังนี้



4.5 อัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยาแทนที่ด้วยอิเล็กโตรไฟล์ (Electrophilic substitution) บนวงแหวนแอโรมาติก การมีหมู่มาแทนที่บนวงแหวนเบนซีนจะมีผลต่อตำแหน่งและอัตราเร็วของปฏิกิริยาแทนที่ด้วยอิเล็กโตรไฟล์

- ถ้าหมู่แทนที่เดิมทำให้เกิดการแทนที่หมู่ต่อไปในตำแหน่งออร์โธกับพารา จะเรียกว่า “Ortho-Para-Directing Group”

- ถ้าหมู่แทนที่เดิมทำให้เกิดการแทนที่หมู่ต่อไปในตำแหน่งเมตา จะเรียกว่า “Meta-Directing Group”

และหมู่แทนที่เดิมยังมีผลต่ออัตราเร็วของการเข้าทำปฏิกิริยาของหมู่แทนที่ต่อไปเมื่อเทียบกับเบนซีน

- หมู่แทนที่ที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาเร็วกว่าเบนซีน เรียกว่า “activating group”

- หมู่แทนที่ที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาช้ากว่าเบนซีน เรียกว่า “deactivating group”

หมู่แทนที่บนวงแหวนเบนซีนที่มีผลต่อตำแหน่งและอัตราเร็วของการเกิดปฏิกิริยาแทนที่ด้วยอิเล็กโตรไฟล์ สรุปได้ดังนี้

หมู่ที่กำหนดให้อิเล็กโตรไฟล์เข้าที่ตำแหน่ง <i>o</i> - และ <i>p</i> -	หมู่ที่กำหนดให้อิเล็กโตรไฟล์เข้าที่ตำแหน่ง <i>m</i> -
ทำให้เกิดปฏิกิริยาเร็วกว่าเบนซีนมาก -NH ₂ , -OH	ทำให้เกิดปฏิกิริยาช้ากว่าเบนซีนปานกลาง -C≡N , -CO ₂ H , -CHO , -COR
ทำให้เกิดปฏิกิริยาเร็วกว่าเบนซีนปานกลาง -OCH ₃ , -NHCOCH ₃	
ทำให้เกิดปฏิกิริยาเร็วกว่าเบนซีนเล็กน้อย -CH ₃ , -C ₆ H ₅	ทำให้เกิดปฏิกิริยาช้ากว่าเบนซีนมาก -NO ₂ , -N ⁺ R ₃
ทำให้เกิดปฏิกิริยาช้ากว่าเบนซีนเล็กน้อย -X	

อุปกรณ์

เครื่องแก้วและอุปกรณ์พื้นฐาน

สารเคมี

- | | |
|---|-----------------------|
| 1. 0.5% KMnO_4 ในน้ำ | 7. Toluene |
| 2. 3% Br_2 ใน CH_2Cl_2 | 8. Anisole |
| 3. 0.5 M Br_2 ใน acetic acid | 9. 0.1 M Benzoic acid |
| 4. conc. H_2SO_4 | 10. Bromobenzene |
| 5. Cyclohexane | 11. Nitrobenzene |
| 6. Cyclohexene | |

ข้อควรระวัง

1. สารประกอบเบนซีนเป็นสารก่อมะเร็ง จึงไม่นำมาใช้ในการทดลอง
2. ปฏิกริยาโบรมิเนชันควรทำในตู้ควัน ***
3. ปฏิกริยากับกรดซัลฟูริกควรทำในตู้ควัน ***
4. ระวังอย่าให้โบรมีนโดนผิวหนัง หรือสูดไอของโบรมีนเข้าไป
5. cyclohexene มีจุดเดือด 83°C ห้ามกลืนกิน และห้ามสัมผัสกับผิวหนัง
6. เมื่อทำการทดลองเสร็จสิ้นควรกลั้วล้างอุปกรณ์ในตู้ควันก่อนนำไปล้างให้สะอาดที่อ่างน้ำ

การกำจัดสาร

1. สารละลาย dichloromethane ที่ใช้แล้วให้เก็บในภาชนะสำหรับของเหลวที่มีฮาโลเจนเป็นองค์ประกอบ
2. Manganese dioxide ที่ได้จากปฏิกริยา Baeyer test ให้เก็บในภาชนะสำหรับบรรจุสารที่มีโลหะหนัก

การทดลอง

1. ปฏิกริยาของสารประกอบอะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอน

1.1 ปฏิกริยาโบรมิเนชัน (ปฏิกริยากับ 3% Br_2 ใน CH_2Cl_2) (ทำในตู้ควัน)

หยด 3% Br_2 ใน CH_2Cl_2 ลงในหลอดทดลองที่แห้งและสะอาด จำนวน 2 หลอด หลอดละ 4 หยด จากนั้น หลอดที่ 1 หยด cyclohexane จำนวน 2 หยด และหลอดที่ 2 หยด cyclohexene จำนวน 2 หยด เขย่าหลอดทดลองทั้งสอง นำหลอดที่ 1 ไปไว้ในที่โดนแสง สังเกตการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้น

1.2 ปฏิกริยากับโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตในน้ำ (Baeyer test)

หยด 0.5% KMnO_4 ลงในหลอดทดลองที่แห้งและสะอาด จำนวน 2 หลอด หลอดละ 4 หยด จากนั้น หลอดที่ 1 หยด cyclohexane จำนวน 1 หยด และหลอดที่ 2 หยด cyclohexene จำนวน 1 หยด เขย่าหลอดทดลองประมาณ 1 นาที แล้วสังเกตการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้น

1.3 ปฏิกริยากับกรดซัลฟิวริกเข้มข้น (ทำในตู้ควั่น)

นำหลอดทดลองที่แห้งและสะอาดมา 2 หลอด หลอดที่ 1 หยด cyclohexane จำนวน 1 หยด หลอดที่ 2 หยด cyclohexene จำนวน 1 หยด จากนั้นค่อย ๆ หยด conc. H_2SO_4 ลงไปในหลอดทดลอง หลอดละ 1 หยด เขย่าหลอดทดลองด้วยความระมัดระวัง สังเกตการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นได้แก่ สารผสมเกิดการรวมตัวเป็นเนื้อเดียวกันหรือไม่ มีความร้อนเกิดขึ้นหรือไม่

*** เมื่อทำการทดลองเสร็จ ให้เทสารละลายในหลอดทดลองลงในบีกเกอร์ที่น้ำบรรจุอยู่ 20 mL ก่อนทิ้ง

2. ปฏิกริยาของสารประกอบแอโรมาติกไฮโดรคาร์บอน

2.1 ปฏิกริยาโบรมิเนชัน (ปฏิกริยากับ 3% Br_2 ใน CH_2Cl_2) (ทำในตู้ควั่น)

หยดโหลอื่นลงไปในหลอดทดลองที่แห้งและสะอาดจำนวน 2 หลอด หลอดละ 10 หยด จากนั้นเติม 3% Br_2 ใน CH_2Cl_2 ลงไปหลอดละ 2 หยด หลอดทดลองหลอดที่ 1 ให้เติมผงตะไบเหล็กขนาดเท่าหัวไม้ขีด แล้วปิดจุกหลอดทดลองทั้งสองหลอด นำไปตั้งไว้ในที่สว่างนาน 10–20 นาที สังเกตการเปลี่ยนแปลงสีของน้ำโบรมีนในหลอดทดลองทั้งสอง

2.2 อัตราเร็วของปฏิกริยาโบรมิเนชันของอนุพันธ์เบนซีน (ทำในตู้ควั่น)

นำหลอดทดลองมา 4 หลอด จากนั้นเติมสารอนุพันธ์ของเบนซีน อย่างละ 10 หยด ดังนี้ หลอดที่ 1 เติม Anisole หลอดที่ 2 เติม 0.1 M Benzoic acid หลอดที่ 3 เติม Bromobenzene และหลอดที่ 4 เติม Toluene

แช่หลอดทดลองทั้ง 4 หลอด ในบีกเกอร์บรรจุน้ำป่นน้ำแข็งประมาณ 10 นาที เพื่อให้สารในหลอดทดลองเย็น จากนั้นเติม 0.5M Br_2 ใน acetic acid ลงในหลอดทดลองทั้ง 4 หลอดๆ ละ 2 หยด พร้อมกับปิดจุกหลอดทดลองทุกหลอด เขย่าให้สารเข้ากัน แล้วนำหลอดทดลองทั้ง 4 หลอดไปแช่ในบีกเกอร์น้ำป่นน้ำแข็งอีกครั้งประมาณ 5 นาที สังเกตการเปลี่ยนแปลงสีของโบรมีน จากนั้นหากหลอดทดลองใดที่ยังมีสีของโบรมีนอยู่ให้นำไปแช่ในบีกเกอร์ที่บรรจุน้ำที่อุณหภูมิห้องอีก 5 นาที สังเกตการเปลี่ยนสีของโบรมีนอีกครั้ง และหากยังมีหลอดทดลองใดที่ยังปรากฏสีของโบรมีนอยู่ให้นำไปแช่ในบีกเกอร์ที่บรรจุน้ำอุ่นอุณหภูมิ 70°C ประมาณ 1 ชั่วโมงหรือจนกว่าสีของโบรมีนจะจางหายไปหมด บันทึกเวลาในการฟอกสีของโบรมีนในแต่ละหลอด***

2.3 ปฏิกริยาออกซิเดชัน

หยดโหลอื่นจำนวน 5 หยด ลงไปในหลอดทดลองที่แห้งและสะอาด เติมสารละลาย 0.5% KMnO_4 ลงไป 2 หยด เขย่าหลอดทดลอง แล้วสังเกตว่ามีการฟอกสีของ 0.5% KMnO_4 หรือไม่ ถ้าสีม่วงยังคงอยู่ให้นำหลอดทดลองไปอุ่นในเครื่องอ่างน้ำที่อุณหภูมิ 70°C พร้อมทั้งเขย่าเป็นครั้งคราว สังเกตการเปลี่ยนแปลงว่าสีม่วงจางหายไปหรือไม่ หรือมีตะกอนเกิดขึ้นหรือไม่

วันที่ /..... /.....	ชื่ออาจารย์ผู้สอน:	
รายชื่อผู้ทำการทดลอง	1. ชื่อ-สกุล:	รหัสนิสิต:
	2. ชื่อ-สกุล:	รหัสนิสิต:
	3. ชื่อ-สกุล:	รหัสนิสิต:

รายงานการทดลองบทที่ 5 สารประกอบไฮโดรคาร์บอน

ผลการทดลอง

1. ปฏิกริยาของสารประกอบอะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอน

ผลการทดลองที่สังเกตได้เมื่อนำ cyclohexane และ cyclohexene มาทำปฏิกริยากับรีเอเจนต์ต่างๆ

การทดลองที่/รีเอเจนต์	ผลการทดลอง	
	cyclohexane	cyclohexene
1.1 ปฏิกริยากับ 3% Br ₂ ใน CH ₂ Cl ₂		
1.2 ปฏิกริยากับ 0.5% KMnO ₄ (Baeyer test)		
1.3 ปฏิกริยากับ conc. H ₂ SO ₄		

2. ปฏิกิริยาของสารประกอบแอโรมาติกไฮโดรคาร์บอน

2.1 ปฏิกิริยาโบรมิเนชัน (ปฏิกิริยากับ 3% Br₂ ใน CH₂Cl₂)

โทลูอิน	ผลการทดลอง
1. มีผงตะไบเหล็ก	
2. ไม่มีผงตะไบเหล็ก	

2.2 อัตราเร็วของปฏิกิริยาโบรมิเนชันของอนุพันธ์เบนซีน

อนุพันธ์เบนซีน	เวลาที่ใช้ในการฟอกสีโบรมีน (นาที)	สูตรสารที่เกิดขึ้น
1. Anisole		
2. Benzoic acid		
3. Bromobenzene		
4. Toluene		

จากผลการทดลองข้างต้น ลำดับความว่องไวของอนุพันธ์เบนซีนที่ฟอกสีของโบรมีนให้จางลงในห้องปฏิบัติการ เรียงลำดับจากเร็วไปช้า ดังนี้

.....

2.3 ปฏิริยาออกซิเดชัน

เมื่อนำโหลอื่นมาทำปฏิกิริยากับสารละลาย 0.5% KMnO_4 แล้วอุ่น ผลการทดลอง ดังนี้

การทดลอง	ผลการทดลอง
สีของสารละลาย หลังอุ่น	
การเกิดตะกอน / สีตะกอน	

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

.....

.....

.....

.....

คำถามท้ายบท

1. จงบอกรีเอเจนต์ 2 ชนิดที่ใช้บอกความแตกต่างของไซโคลเฮกเซน และไซโคลเฮกซีน พร้อมทั้งเขียนสมการเคมีประกอบ
2. จงเขียนสมการเคมีแสดงปฏิกิริยาโบรมิเนชันของโทลูอินเมื่อมีผงเหล็กเป็นตัวเร่ง
3. จงเขียนสมการเคมีแสดงปฏิกิริยาโบรมิเนชันของโทลูอินเมื่อไม่มีผงเหล็ก แต่มีแสงเป็นตัวเร่ง
4. จงเขียนกลไกการเกิดปฏิกิริยาโบรมิเนชันของโทลูอิน
5. จงเขียนสมการเคมีแสดงปฏิกิริยาออกซิเดชันของโทลูอินด้วยสารละลาย KMnO_4

บทที่ 6 แอลคิลแฮไลด์

ฐิตียา แซ่ป้ง

วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาสมบัติและปฏิกิริยาเคมีของสารประกอบแอลคิลแฮไลด์

คำอธิบาย

แอลคิลแฮไลด์เป็นสารอินทรีย์ที่มีอะตอมของแฮโลเจนเป็นองค์ประกอบโดยอะตอมของแฮโลเจนสร้างพันธะกับคาร์บอนของหมู่แอลคิล สูตรโครงสร้างทั่วไปคือ RX โดยที่ X เป็นได้ทั้ง fluorine (F), chlorine (Cl), bromine (Br) หรือ iodine (I) ประเภทของแอลคิลแฮไลด์ถ้าพิจารณาตามจำนวนของแฮโลเจนที่ติดกับคาร์บอนสามารถแบ่งเป็น

- อนุพันธ์แอลคิลมอนอแฮไลด์ซึ่งมีแฮโลเจนเพียง 1 อะตอมติดกับคาร์บอน เช่น คลอโรมีเทน (CH_3Cl)
- อนุพันธ์แอลคิลไดแฮไลด์ เช่น ไดคลอโรมีเทน (CH_2Cl_2) 2,2-ไดโบรโมโพรเพน ($CH_3CBr_2CH_3$)
- อนุพันธ์แอลคิลไตรแฮไลด์ เช่น ไตรคลอโรมีเทนหรือคลอโรฟอร์ม ($CHCl_3$)
- อนุพันธ์แอลคิลพอลิแฮไลด์ เช่น คาร์บอนเตตระคลอไรด์ (CCl_4)

และแอลคิลมอนอแฮไลด์ยังแบ่งออกเป็น 3 ประเภทตามชนิดอะตอมของคาร์บอนที่ติดกับอะตอมของแฮโลเจน คือ

- แอลคิลแฮไลด์ชนิดปฐมภูมิ (Primary alkyl halides) $R-CH_2-X$
- แอลคิลแฮไลด์ชนิดทุติยภูมิ (Secondary alkyl halides)
$$\begin{array}{c} R \\ | \\ R-C-X \\ | \\ H \end{array}$$
- แอลคิลแฮไลด์ชนิดตติยภูมิ (Tertiary alkyl halides)
$$\begin{array}{c} R \\ | \\ R-C-X \\ | \\ R \end{array}$$

หมู่ R อาจเป็นหมู่เหมือนกันหรือต่างกันได้ แอลคิลแฮไลด์แต่ละประเภทแสดงสมบัติทางกายภาพและเคมีแตกต่างกัน

1. สมบัติทางกายภาพและเคมี

แอลคิลแฮไลด์ส่วนใหญ่ไม่ละลายน้ำ แต่จะละลายได้ดีในตัวทำละลายอินทรีย์เช่น แอลกอฮอล์ เพราะแอลคิลแฮไลด์เป็นสารอินทรีย์ที่มีสภาพขั้วเล็กน้อยแอลคิลแฮไลด์บางสารใช้เป็นตัวทำละลาย เช่น ไดคลอโรมีเทน เป็นต้น แอลคิลแฮไลด์มีความหนาแน่นมากกว่าน้ำ

เมื่อเปรียบเทียบกับจุดเดือดของแอลคิลแฮไลด์ กับแอลเคน แอลคีน หรือแอลไคน์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลใกล้เคียงกันพบว่าแอลคิลแฮไลด์จะมีจุดเดือดสูงกว่าเนื่องจากแอลคิลแฮไลด์มีสภาพขั้วสูงกว่า

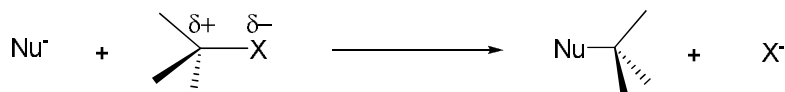
เมื่อเปรียบ เทียบจุดเดือดของแอลคิลแฮไลด์ที่หมู่แอลคิลมีจำนวนคาร์บอนมากขึ้นพบว่าจุดเดือดจะสูงขึ้น

2. ปฏิกิริยาของแอลคิลแฮไลด์

แอลคิลแฮไลด์เป็นสารอินทรีย์ที่มีความสำคัญมากในการเป็นสารตั้งต้นสำหรับสังเคราะห์สารหมู่ฟังก์ชันอื่น ปฏิกิริยาทางเคมีที่สำคัญของแอลคิลแฮไลด์ได้แก่ปฏิกิริยาแทนที่ (Substitution reactions) และ ปฏิกิริยาขจัดออก (Elimination reactions) ปฏิกิริยาทั้งสองแบบเมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาหมู่แฮไลด์จะถูกกำจัดออกไปจึงเรียกหมู่แฮไลด์ว่า หมู่จากไป (leaving group)

2.1 ปฏิกิริยาการแทนที่ด้วยนิวคลีโอไฟล์ (Nucleophilic Substitution)

แอลคิลแฮไลด์ส่วนใหญ่เกิดปฏิกิริยาการแทนที่เนื่องจากพันธะระหว่างคาร์บอนและแฮไลด์มีสภาพขั้วสูงและคาร์บอนมีความเป็นขั้วบวก อะตอมคาร์บอนจึงทำหน้าที่เป็นอิเล็กโตรไฟล์ (Electrophilic center) ในขณะที่สารที่ทำปฏิกิริยาคือ นิวคลีโอไฟล์จึงสามารถเข้ามาสร้างพันธะกับคาร์บอนด้วยการแทนที่หมู่แฮไลด์เดิม ซึ่งจะถูกกำจัดออกไป



ปฏิกิริยาการแทนที่ด้วยนิวคลีโอไฟล์ของแอลคิลแฮไลด์เกิดผ่านกลไกการเกิดปฏิกิริยา 2 แบบ คือ

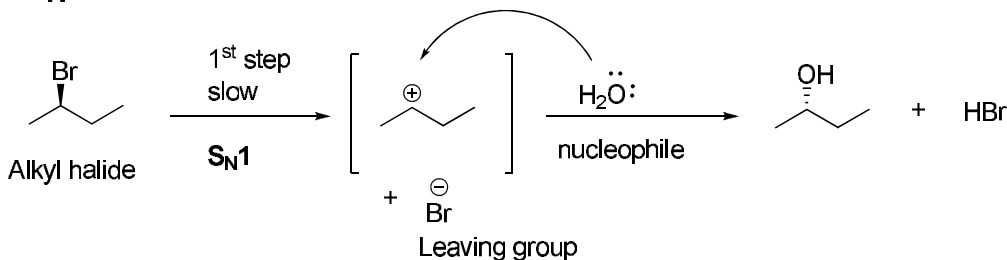
2.1.1 ปฏิกิริยา S_N1 (Unimolecular Nucleophilic Substitution)

กลไกของปฏิกิริยา S_N1 เกิดขึ้น 2 ขั้นตอนโดยผ่านคาร์โบแคตไอออนดังนี้

ขั้นที่ 1 พันธะระหว่าง C - X ของแอลคิลแฮไลด์แตกออก ได้คาร์โบแคตไอออนและ X⁻ ซึ่งเป็นไอออนที่หลุดออกไปขั้นตอนนี้เกิดช้าและเป็นขั้นกำหนดอัตราเร็วของปฏิกิริยา

ขั้นที่ 2 นิวคลีโอไฟล์เข้าทำปฏิกิริยากับคาร์โบแคตไอออน ขั้นตอนนี้เกิดขึ้นเร็ว

S_N1 Reaction



อัตราเร็วปฏิกิริยาขึ้นกับความเข้มข้นของแอลคิลแฮไลด์ (RX) เพียงชนิดเดียว จึงเป็นปฏิกิริยาอันดับหนึ่ง

$$\text{Rate} = k[\text{RX}]$$

อัตราเร็วของปฏิกิริยาไม่ขึ้นกับความเข้มข้นของนิวคลีโอไฟล์ ดังนั้นการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของนิวคลีโอไฟล์ จึงไม่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา

แอลคิลแฮไลด์ที่เกิดปฏิกิริยาแล้วให้คาร์โบแคตไอออน (R^+) ที่เสถียรที่สุดจะเกิดปฏิกิริยาการแทนที่ด้วยนิวคลีโอไฟล์ได้เร็วที่สุด ลำดับความว่องไวของปฏิกิริยา S_N1 จะขึ้นอยู่กับเสถียรภาพของคาร์โบแคตไอออนดังนี้

คาร์โบแคตไอออนชนิดตติยภูมิ > ชนิดทุติยภูมิ > ชนิดปฐมภูมิ > เมทิลแฮไลด์ (CH_3X)

ลำดับของ leaving group ที่ดีได้แก่ $I^- > Br^- > Cl^- \gg F^-$

2.1.2 ปฏิกิริยา S_N2 (Bimolecular Nucleophilic Substitution)

กลไกการเกิดปฏิกิริยา S_N2 เกิดขึ้นขั้นตอนเดียวโดยนิวคลีโอไฟล์เข้าทำปฏิกิริยาในขณะที่ Leaving group หลุดออกพันธะเกิดขึ้นใหม่พร้อมๆ กับการแตกหักของพันธะเดิม

S_N2 Reaction



ปฏิกิริยาการแทนที่แบบ S_N2 นี้ นิวคลีโอไฟล์เข้าทำปฏิกิริยาทางด้านตรงข้ามกับ leaving group อัตราเร็วของปฏิกิริยาขึ้นอยู่กับความเข้มข้นทั้งของแอลคิลแฮไลด์ ($R-X$) และนิวคลีโอไฟล์ ปฏิกิริยานี้จึงเป็นปฏิกิริยาอันดับสอง

$$\text{Rate} = k[RX][Nu]$$

ลำดับความเร็วของแอลคิลแฮไลด์ในปฏิกิริยา S_N2 เรียงลำดับคือ

เมทิลแฮไลด์ (CH_3X) > แอลคิลแฮไลด์ชนิดปฐมภูมิ > ชนิดทุติยภูมิ > ชนิดตติยภูมิ

ลำดับของ leaving group ที่ดีได้แก่

$I^- > Br^- > Cl^- \gg F^-$

แอลคิลแฮไลด์ชนิดตติยภูมิจะเกิดช้าที่สุดเนื่องจากมีหมู่แทนที่ (R) จำนวนมากและหมู่แทนที่เหล่านี้จะบดบังด้านตรงข้ามกับทิศทางที่แฮไลด์หลุดออกทำให้นิวคลีโอไฟล์เข้าทำปฏิกิริยาด้านนี้ได้ยาก

2.2 ปฏิกิริยาการขจัดออก (Elimination)

ในโมเลกุลแอลคิลแฮไลด์ คาร์บอนที่มีฮาตอเจนเกาะอยู่จะกำหนดให้เป็นแอลฟา-คาร์บอน (α -carbon) และคาร์บอนตัวถัดไปจะเป็นบีตา-คาร์บอน (β -carbon) แอลคิลแฮไลด์ที่จะเกิดปฏิกิริยาการขจัดออกต้องเป็นแอลคิลแฮไลด์ที่มีไฮโดรเจนเกาะกับบีตา-คาร์บอนอย่างน้อยหนึ่งอะตอม การขจัดออกนี้แฮไลด์ที่จับอยู่บนแอลฟา-คาร์บอนจะหลุดออกไปพร้อมกับบีตา-ไฮโดรเจนและ

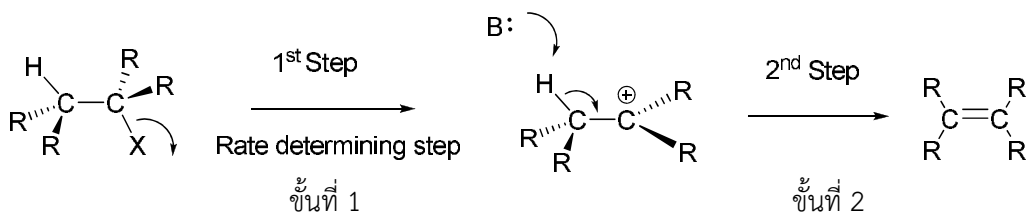
ทำปฏิกิริยากับเบสที่มีความแรงมากกว่าการเป็นนิวคลีโอไฟล์ ปฏิกิริยาการขจัดออกมีกลไกการเกิดปฏิกิริยาได้ 2 แบบคือ

2.2.1 ปฏิกิริยาการขจัดออกแบบ E1 (Unimolecular Elimination Reaction)

กลไกของปฏิกิริยา E1 เกิดขึ้น 2 ขั้นตอนโดยผ่านคาร์โบแคตไอออนดังนี้

ขั้นที่ 1 แอลคีนหลุดออกจากแอลคิลแฮไลด์เกิดคาร์โบแคตไอออนขั้นตอนนี้เป็นขั้นกำหนดอัตราการเกิดปฏิกิริยา (Rate determining step) (เป็นขั้นที่เกิดช้าที่สุด)

ขั้นที่ 2 เบสดึงโปรตอนไฮโดรเจนจากบีตา-คาร์บอนของคาร์โบแคตไอออนได้ผลิตภัณฑ์เป็นแอลคีน

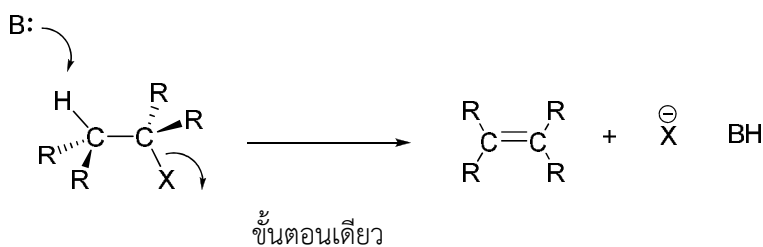


ในกรณีที่ได้ผลิตภัณฑ์หลายชนิดนั้นผลิตภัณฑ์หลักจะเป็นไปตามกฎของเซย์เซฟ (Saytzeff rule) โดยแอลคีนที่มีหมู่แทนที่มากกว่าจะเป็นผลิตภัณฑ์หลัก ลำดับความว่องไวของปฏิกิริยาการขจัดออกแบบ E1 เช่นเดียวกับในปฏิกิริยา $\text{S}_{\text{N}}1$ คือ

คาร์โบแคตไอออนชนิดตติยภูมิ > ชนิดทุติยภูมิ > ชนิดปฐมภูมิ > เมทิลแฮไลด์ (CH_3X)

2.2.2 ปฏิกิริยาการขจัดออกแบบ E2 (Bimolecular Elimination Reaction)

กลไกการเกิดปฏิกิริยา E2 เกิดขึ้นขั้นตอนเดียวโดยเบสเข้าทำปฏิกิริยากับบีตา-ไฮโดรเจนในขณะที่แฮไลด์ (Leaving group) หลุดออกพันธะเกิดขึ้นใหม่พร้อมๆกับการแตกหักของพันธะเดิม



เมื่อใดก็ตามที่มีปฏิกิริยาการแทนที่ด้วยนิวคลีโอไฟล์เกิดขึ้นก็มักจะมีปฏิกิริยาการขจัดออกเกิดขึ้นด้วยเช่นกัน โดยปฏิกิริยาการแทนที่แบบ $\text{S}_{\text{N}}1$ จะแข่งขันกับปฏิกิริยาการขจัดออกแบบ E1 และปฏิกิริยาการแทนที่แบบ $\text{S}_{\text{N}}2$ จะแข่งขันกับปฏิกิริยาการขจัดออกแบบ E2 การจะเกิดปฏิกิริยาแบบใดนั้นขึ้นอยู่กับปัจจัยต่างๆ เช่นโครงสร้างของแอลคิลแฮไลด์ชนิดของนิวคลีโอไฟล์ สภาวะของปฏิกิริยาและตัวทำละลาย เป็นต้นโดยทั่วไปสรุปได้ว่า

- แอลคิลแฮไลด์ชนิดปฐมภูมิ (1°RX) เช่น $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Br}$ มีแนวโน้มที่จะเกิด $\text{S}_{\text{N}}2$ (เพราะ carbocation ion เกิดขึ้นยาก) และอาจเกิด E2 ถ้าใช้ Bulky Strong Base (เบสแก่ที่มีหมู่เกะกะ)

- แอลคิลแฮไลด์ชนิดทุติยภูมิ (2° RX) เช่น $\text{CH}_3\text{CH}(\text{Br})\text{CH}_3$ มีแนวโน้มที่จะเกิด $\text{S}_\text{N}2$ และ E2 มากกว่า $\text{S}_\text{N}1$ และ E1 ปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้หลายทาง ขึ้นกับความเข้มข้น อุณหภูมิ และชนิดของ nucleophile เป็นต้น

- แอลคิลแฮไลด์ชนิดตติยภูมิ (3° RX) เช่น $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CBr}(\text{CH}_3)_2$ ถ้าใช้เบสแก่ และอุณหภูมิสูงมีแนวโน้มที่จะเกิด E1 และ E2 แต่ถ้าใช้เบสอ่อนมีแนวโน้มจะเกิด $\text{S}_\text{N}1$ และจะไม่เกิด $\text{S}_\text{N}2$ เนื่องจาก steric hindrance

อุปกรณ์

1. เครื่องแก้วและอุปกรณ์พื้นฐาน
2. กระดาษลิตมัส
3. เครื่องอ่างน้ำ

สารเคมี

1. Ethyl bromide
2. *n*-Butyl bromide
3. *s*-Butyl bromide
4. *t*-Butyl bromide
5. *n*-Butyl bromide
6. *t*-Butyl chloride
7. Dichloromethane
8. 0.1 M *t*-Butyl bromide ในเอทานอล
9. 0.4 M *t*-Butyl bromide ในเอทานอล
10. 1 M *n*-Butyl bromide ในแอซีโตน
11. 2 M *n*-Butyl bromide ในแอซีโตน
12. 1% AgNO_3 ในเอทานอล
13. 2% AgNO_3 ในเอทานอล
14. 15% NaI ในแอซีโตน
15. 7.5% NaI ในแอซีโตน
16. สารละลาย KOH ในเอทานอล
17. 6 M HNO_3
18. สารละลาย 5% AgNO_3
19. น้ำมันพืช
20. น้ำมันหมู

ข้อควรระวัง

1. แอลคิลแฮไลด์ทุกชนิดมีอันตราย ทั้งการได้รับทางปาก หายใจ และสัมผัสผิวหนังควรทำการทดลองในตู้ดูดควัน และปิดจุกหลอดทดลองทุกครั้ง

- ซิลเวอร์ไนเตรต (AgNO_3) เป็นพิษ ถ้าถูกผิวหนังทำให้ผิวหนังเป็นสีดำได้
- แอสिटอนเป็นสารไวไฟ อย่าใช้หรือวางใกล้เตาไฟฟ้าที่ร้อน และแอสिटอนเป็นสารระคายเคืองจึงควรหลีกเลี่ยงการสัมผัสโดยตรง

การทดลอง

1. สมบัติการละลาย

ทดสอบการละลายของแอลคิลแฮไลด์ในน้ำกลั่น เอทานอลและ ไดเอทิลอีเทอร์

หลอดที่ 1 เติม น้ำกลั่น 1 mL และ Ethyl bromide 3 หยด

หลอดที่ 2 เติม เอทานอล 1 mL และ Ethyl bromide 3 หยด

หลอดที่ 3 เติม ไดเอทิลอีเทอร์ 1 mL และ Ethyl bromide 3 หยด

เขย่าและสังเกตการละลายของสาร ถ้าไม่ละลายให้สังเกตด้วยว่าสารหรือตัวทำละลายหนักกว่ากัน

2. การเป็นตัวทำละลาย

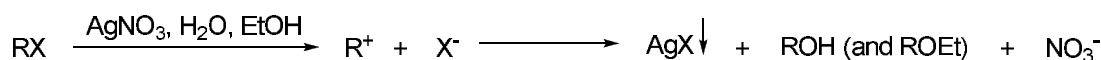
แอลคิลแฮไลด์บางชนิดสามารถใช้เป็นตัวทำละลายได้

หลอดที่ 1 เติม Dichloromethane 1 mL และ น้ำมันพืช 3 หยด

หลอดที่ 2 เติม Dichloromethane 1 mL และ น้ำมันหมู 3 หยด

เขย่าและสังเกตการณ์ละลายของสาร

3. ปฏิกิริยาการแทนที่แบบ $\text{S}_\text{N}1$ โดยใช้ปฏิกิริยา



3.1 ชนิดของแอลคิลแฮไลด์ต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาแทนที่ (โดยทำการทดลองที่ละหลอด)

หลอดที่ 1 เติม *n*-Butyl bromide 2 หยดและ 1% AgNO_3 ในเอทานอล 1 mL

หลอดที่ 2 เติม *s*-Butyl bromide 2 หยดและ 1% AgNO_3 ในเอทานอล 1 mL

หลอดที่ 3 เติม *t*-Butyl bromide 2 หยดและ 1% AgNO_3 ในเอทานอล 1 mL

ปิดจุก เขย่า สังเกตและจับเวลาการเกิดตะกอนที่อุณหภูมิห้อง ถ้าภายใน 5 นาทียังไม่เกิดตะกอนให้นำไปอุ่นในเครื่องอังไอน้ำที่ 50°C ประมาณ 5-10 นาที จับเวลาต่อเพื่อใช้เปรียบเทียบ ทั้งนี้บางปฏิกิริยาอาจไม่เกิดตะกอน

3.2 ผลของหมู่จากไป (Leaving group)

ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 3.1 แต่เปลี่ยนสารแอลคิลแฮไลด์เป็นดังนี้

หลอดที่ 1 เติม *t*-Butyl bromide 2 หยดและ 1% AgNO_3 ในเอทานอล 1 mL

หลอดที่ 2 เติม *t*-Butyl chloride 2 หยดและ 1% AgNO_3 ในเอทานอล 1 mL

ปิดจุก เขย่า สังเกตและจับเวลาการเกิดตะกอนตามข้อ 3.1

3.3 ผลของความเข้มข้นของสารที่เข้าทำปฏิกิริยา

3.3.1 ผลของความเข้มข้นของแอลคิลแฮไลด์

หลอดที่ 1 เติม 0.1 M *t*-Butyl bromide ในเอทานอล 2 หยดและ 1% AgNO_3 ในเอทานอล 1 mL

หลอดที่ 2 เติม 0.4 M *t*-Butyl bromide ในเอทานอล 2 หยดและ 1% AgNO_3 ใน

เอทานอล 1 mL ปิดจุกทั้ง 2 หลอด เขย่า สังเกตและจับเวลาการเกิดตะกอนตามข้อ 3.1

3.3.2 ผลของความเข้มข้นของนิวคลีโอไฟล์

หลอดที่ 1 เติม 0.1 M *t*-Butyl bromide 2 หยดและ 1% AgNO₃ ในเอทานอล 1 mL

หลอดที่ 2 เติม 0.1 M *t*-Butyl bromide 2 หยดและ 2% AgNO₃ ในเอทานอล 1 mL

ปิดจุก เขย่า สังเกตและจับเวลาการเกิดตะกอนตามข้อ 3.1

4. ปฏิกิริยาการแทนที่แบบ S_N2 โดยใช้ปฏิกิริยา



4.1 ชนิดของแอลคิลแฮไลด์ต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาแบบ S_N2 (โดยทำการทดลองทีละหลอด)

หลอดที่ 1 เติม *n*-Butyl bromide 4 หยดและ 15% NaI ในเอซีโตน 1 mL

หลอดที่ 2 เติม *s*-Butyl bromide 4 หยดและ 15% NaI ในเอซีโตน 1 mL

หลอดที่ 3 เติม *t*-Butyl bromide 4 หยดและ 15% NaI ในเอซีโตน 1 mL

ปิดจุก เขย่าให้ทั่ว สังเกตและจับเวลาการเกิดตะกอนที่ก้นหรือข้างหลอดทดลอง

4.2 ผลของหมู่จากไป

หลอดที่ 1 เติม *t*-Butyl bromide 4 หยดและ 15% NaI ในเอซีโตน 1 mL

หลอดที่ 2 เติม *t*-Butyl chloride 4 หยดและ 15% NaI ในเอซีโตน 1 mL

ปิดจุก เขย่าให้ทั่ว สังเกตและจับเวลาการเกิดตะกอนที่ก้นหรือข้างหลอดทดลอง

4.3 ผลของความเข้มข้นของสารที่เข้าทำปฏิกิริยา

4.3.1 ผลของความเข้มข้นของแอลคิลแฮไลด์

หลอดที่ 1 เติม 1 M *n*-Butyl bromide ในเอซีโตน 10 หยดและ 15% NaI ในเอซีโตน 1 mL

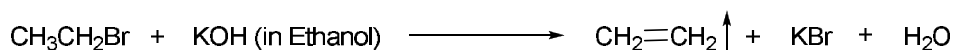
หลอดที่ 2 เติม 2 M *n*-Butyl bromide ในเอซีโตน 10 หยดและ 15% NaI ในเอซีโตน 1 mL ปิดจุกทั้ง 2 หลอด เขย่าให้ทั่ว สังเกตและจับเวลาการเกิดตะกอนที่ก้นหรือข้างหลอดทดลอง

4.3.2 ผลของความเข้มข้นของนิวคลีโอไฟล์

หลอดที่ 3 เติม 1 M *n*-Butyl bromide ในเอซีโตน 10 หยดและ 15% NaI ในเอซีโตน 1 mL

หลอดที่ 4 เติม 1 M *n*-Butyl bromide ในเอซีโตน 10 หยดและ 7.5% NaI ในเอซีโตน 1 mL ปิดจุกทั้ง 2 หลอด เขย่าให้ทั่ว สังเกตและจับเวลาการเกิดตะกอนที่ก้นหรือข้างหลอดทดลอง

5. ปฏิกิริยาการขจัดออกโดยทำปฏิกิริยากับเบส



เติมสารละลาย KOH ในเอทานอล 1 mL ลงในหลอดทดลอง แล้วเติม Ethyl bromide 3 หยด ปิดจุก เขย่า นำไปอุ่นที่เครื่องอังไอน้ำปรับอุณหภูมิที่ 40-50 °C นาน 5 นาที นำมาทดสอบแก๊สที่เกิดขึ้น โดยจุดไฟที่ปากหลอดทันทีที่เปิดจุก ปล่อยให้หลอดทดลองเย็นลง แล้วจึงเติม 6 M HNO₃ ลงในสารละลายทีละหยดจนเป็นกลาง (ทดสอบด้วยกระดาษลิตมัส) ถ้ามีตะกอนเกิดขึ้นให้เติมน้ำกลั่นลงไปจนตะกอนละลายหมด แล้วจึงนำมาเติมสารละลาย 5% AgNO₃ 3-5 หยด สังเกตผลที่เกิดขึ้น

วันที่ /..... /.....	ชื่ออาจารย์ผู้สอน:	
รายชื่อผู้ทำการทดลอง	1.ชื่อ-สกุล:	รหัสனிสีต:
	2.ชื่อ-สกุล:	รหัสனிสีต:
	3.ชื่อ-สกุล:	รหัสனிสีต:

รายงานการทดลองบทที่ 6 แอลคิลแฮไลด์

ผลการทดลอง

1. สมบัติการละลาย

ตัวทำละลาย	ผลการทดลอง
น้ำกลั่น	
เอทานอล	
ไดเอทิลอีเทอร์	

2. การเป็นตัวทำละลาย

สารทดสอบ	ผลการทดลอง
น้ำมันพืช	
น้ำมันหมู	

3. ปฏิกิริยาการแทนที่แบบ S_N1

ปฏิกิริยา S _N 1	สารตัวอย่าง	ผลการทดลอง
3.1 ผลของชนิดแอลคิลแฮไลด์	<i>n</i> -Butyl bromide	
	<i>s</i> -Butyl bromide	
	<i>t</i> -Butyl bromide	
3.2 ผลของหมู่จากไป	<i>t</i> -Butyl bromide	
	<i>t</i> -Butyl chloride	
3.3 ผลของความเข้มข้นของสารที่เข้าทำปฏิกิริยา		
3.3.1 แอลคิลแฮไลด์	0.1 M <i>t</i> -Butyl bromide	
	0.2 M <i>t</i> -Butyl bromide	
3.3.2) นิวคลีโอไฟล์	1% AgNO ₃ ในเอทานอล	
	2% AgNO ₃ ในเอทานอล	

จงเขียนสมการเคมีของแอลคิลแฮไลด์ที่ทำปฏิกิริยากับ AgNO_3 ในเอทานอลได้เร็วที่สุด

.....

จงเรียงลำดับประเภทของแอลคิลแฮไลด์ที่มีอัตราการเกิดปฏิกิริยา $\text{S}_\text{N}1$ จากเร็วไปช้า

.....

จงเขียนกฎอัตราของปฏิกิริยา $\text{S}_\text{N}1$

.....

4. ปฏิกิริยาการแทนที่แบบ $\text{S}_\text{N}2$

ปฏิกิริยา $\text{S}_\text{N}2$	สารตัวอย่าง	ผลการทดลอง
4.1 ผลของชนิดแอลคิลแฮไลด์	<i>n</i> -Butyl bromide	
	<i>s</i> -Butyl bromide	
	<i>t</i> -Butyl bromide	
4.2 ผลของหมู่จากไป	<i>t</i> -Butyl bromide	
	<i>t</i> -Butyl chloride	
4.3 ผลของความเข้มข้นของสารที่เข้าทำปฏิกิริยา		
4.3.1 แอลคิลแฮไลด์	1 M <i>t</i> -Butyl bromide	
	2 M <i>t</i> -Butyl bromide	
4.3.2) นิวคลีโอไฟล์	15% NaI	
	7.5% NaI	

จงเขียนสมการเคมีของแอลคิลแฮไลด์ที่ทำปฏิกิริยากับ NaI ในแอซีโตนได้เร็วที่สุด

.....

จงเรียงลำดับประเภทของแอลคิลแฮไลด์ที่มีอัตราการเกิดปฏิกิริยา $\text{S}_\text{N}2$ จากเร็วไปช้า

.....

จงเขียนกฎอัตราของปฏิกิริยา $\text{S}_\text{N}2$

.....

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

คำถามท้ายบท

1. จงเขียนกลไก S_N1 ของปฏิกิริยาการเตรียม *t*-Butyl alcohol จาก *t*-Butyl chloride
2. จงเขียนกลไก S_N2 ของปฏิกิริยาการเตรียม *n*-Butyl alcohol จาก *n*-Butyl bromide
3. จงลำดับอัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยากับ $AgNO_3$ ใน ethanol ของ
n-butyl bromide, *s*-butyl bromide, *t*-butyl bromide
4. จงเรียงลำดับสารที่เกิดปฏิกิริยา S_N1 จากเร็วไปช้า
 - 4.1 *t*-Butyl iodide, *t*-Butyl chloride, *t*-Butyl bromide
 - 4.2 *n*-Butyl bromide, *s*-Butyl bromide, *t*-Butyl bromide
5. จงเรียงลำดับสารที่เกิดปฏิกิริยา S_N2 จากเร็วไปช้า
 - 5.1 Methyl chloride, *n*-Propyl chloride, *n*-Pentyl chloride
 - 5.2 *n*-Butyl bromide, *s*-Butyl bromide, *t*-Butyl bromide
6. จงเขียนกลไกของปฏิกิริยา 2-Bromopropane กับ KOH ให้ผลิตภัณฑ์คือ Propene

บทที่ 7

แอลกอฮอล์

นางพางา จรัสโสภณ

วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาสมบัติและปฏิกิริยาของสารประกอบแอลกอฮอล์

คำอธิบาย

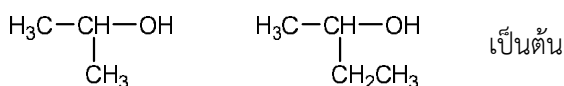
1. ความหมาย

สารประกอบแอลกอฮอล์ คือสารประกอบที่มีหมู่ไฮดรอกซิล (Hydroxyl group, -OH) อยู่ในโมเลกุล โดยแบ่งชนิดตามจำนวนหมู่ไฮดรอกซิลได้ดังนี้

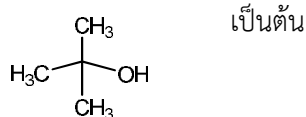
1.1 Monohydric alcohol เป็นแอลกอฮอล์ที่มีหมู่ไฮดรอกซิล 1 หมู่ มีสูตรทั่วไปเป็น ROH (R คือหมู่แอลคิล) โดยสามารถแบ่งตามประเภทของหมู่แอลคิลเป็น

1.1.1 แอลกอฮอล์ชนิดปฐมภูมิ (Primary alcohol) คือแอลกอฮอล์ที่มีหมู่ไฮดรอกซิลเกาะอยู่กับอะตอมของคาร์บอนชนิดปฐมภูมิ มีสูตรทั่วไป $R-CH_2-OH$ เช่น CH_3CH_2OH , $CH_3CH_2CH_2OH$ เป็นต้น

1.1.2 แอลกอฮอล์ชนิดทุติยภูมิ (Secondary alcohol) คือแอลกอฮอล์ที่มีหมู่ไฮดรอกซิลเกาะกับอะตอมของคาร์บอนซึ่งเป็นชนิดทุติยภูมิมีสูตรทั่วไป R_2CHOH เช่น



1.1.3 แอลกอฮอล์ชนิดตติยภูมิ (Tertiary alcohol) คือ แอลกอฮอล์ที่มีหมู่ไฮดรอกซิลเกาะกับอะตอมของคาร์บอนซึ่งเป็นชนิดตติยภูมิมีสูตรทั่วไป R_3C-OH เช่น



1.2 Dihydric Alcohol เป็นแอลกอฮอล์ที่มีหมู่ไฮดรอกซิล 2 หมู่ เช่น กลีคอล (glycol)

1.3 Trihydric Alcohol เป็นแอลกอฮอล์ที่มีหมู่ไฮดรอกซิล 3 หมู่ เช่น กลีเซอรอล (glycerol) หรือกลีเซอริน (glycerine)

1.4 Polyhydric Alcohol เป็นแอลกอฮอล์ที่มีหมู่ไฮดรอกซิลมากกว่า 3 หมู่ เช่น โมเลกุลของน้ำตาลกลูโคส ฟรักโทส เป็นต้น

2. สมบัติทางกายภาพ

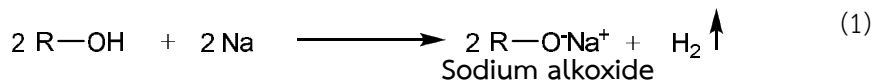
ความสามารถในการละลาย

แอลกอฮอล์จะมีคุณสมบัติในการละลายน้ำได้ดี เนื่องจากแอลกอฮอล์มีกลุ่มไฮดรอกซิลซึ่งสามารถสร้างพันธะไฮโดรเจนกับโมเลกุลของน้ำ แอลกอฮอล์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลน้อยที่มีจำนวนคาร์บอนตั้งแต่ 1-4 อะตอมจะละลายน้ำได้ดีกว่าแอลกอฮอล์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลเพิ่มขึ้น แอลกอฮอล์ที่มีจำนวนคาร์บอนเท่ากันแต่มีโครงสร้างเป็นโซ่กิ่งจะละลายได้ดีกว่าแอลกอฮอล์ที่มีโครงสร้างเป็นโซ่ตรง

3. สมบัติทางเคมี

3.1 ความเป็นกรดของแอลกอฮอล์

โดยทั่วไปแอลกอฮอล์จะมีคุณสมบัติเป็นกรด แต่เมื่อนำไปทำปฏิกิริยากับเบสที่แรงมาก แอลกอฮอล์จะแสดงคุณสมบัติเป็นกรด โดยจะแตกตัวให้โปรตอน (H^+) เช่น แอลกอฮอล์ทำปฏิกิริยากับโลหะโซเดียม ได้สารโซเดียมแอลคอกไซด์ ($RCO^- Na^+$) และแก๊สไฮโดรเจนเป็นสารผลิตภัณฑ์ดังสมการที่ (1)



ความว่องไวในการทำปฏิกิริยาระหว่างแอลกอฮอล์กับโลหะโซเดียมขึ้นอยู่กับชนิดของแอลกอฮอล์ เรียงลำดับได้ดังนี้:

เมทิลแอลกอฮอล์ > แอลกอฮอล์ชนิดปฐมภูมิ > แอลกอฮอล์ชนิดทุติยภูมิ > แอลกอฮอล์ชนิดตติยภูมิ

3.2 ความเป็นเบสของแอลกอฮอล์

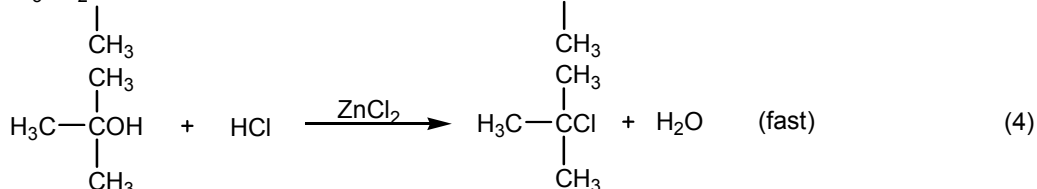
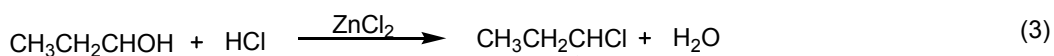
แอลกอฮอล์แสดงคุณสมบัติเป็นเบส และสามารถทำปฏิกิริยากับกรดแฮไลด์ ได้สารผลิตภัณฑ์เป็นแอลคิลแฮไลด์ โดยการเกิดปฏิกิริยาเป็นปฏิกิริยาการแทนที่หมู่ไฮดรอกซิลด้วยหมู่แฮไลด์ ซึ่งกลไกการเกิดปฏิกิริยาเกิดได้ 2 แบบ คือ แบบ S_N1 และ S_N2 ขึ้นอยู่กับประเภทของแอลกอฮอล์

การทดสอบลูคัส (Lucas Test) เป็นวิธีการบอกความแตกต่างของประเภทของแอลกอฮอล์ โดยใช้ลิควิดสรีเอเจนต์ (Lucas Reagent) ซึ่งประกอบด้วย กรดเกลือเข้มข้น และสารละลายซิงค์คลอไรด์ที่ปราศจากน้ำทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์ ได้สารผลิตภัณฑ์เป็นสารแอลคิลแฮไลด์ที่ไม่ละลายในตัวทำละลาย ทำให้สารละลายขุ่น โดยกลไกการเกิดปฏิกิริยาจะเกิดผ่านคาร์โบเนียมไอออนซึ่งเป็นสารตัวกลาง ทั้งนี้เนื่องจากความสามารถในการทำปฏิกิริยาของแอลกอฮอล์แต่ละชนิดไม่เท่ากัน ทำให้ความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาแตกต่างกัน

ความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยา:

แอลกอฮอล์ชนิดตติยภูมิ > แอลกอฮอล์ชนิดทุติยภูมิ > แอลกอฮอล์ชนิดปฐมภูมิ

การเกิดปฏิกิริยาของแอลกอฮอล์กับ Lucas Reagent แสดงในสมการที่ (2)-(4)



3.3 ปฏิกิริยาออกซิเดชัน

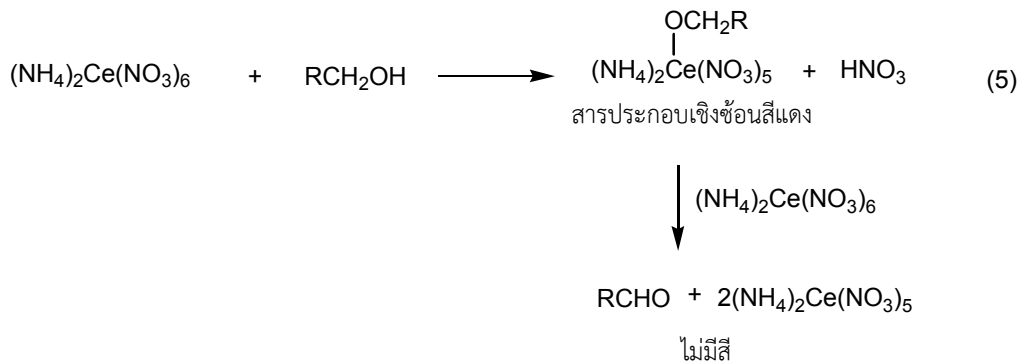
ความว่องไวในการถูกออกซิไดซ์:

แอลกอฮอล์ชนิดปฐมภูมิ > แอลกอฮอล์ชนิดทุติยภูมิ > แอลกอฮอล์ชนิดตติยภูมิ

ปฏิกิริยาออกซิเดชันของแอลกอฮอล์มีดังนี้

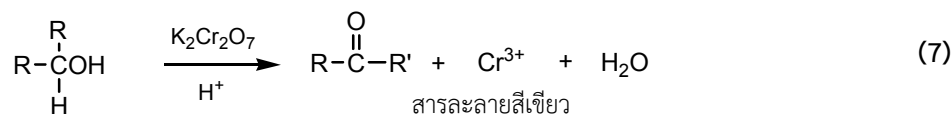
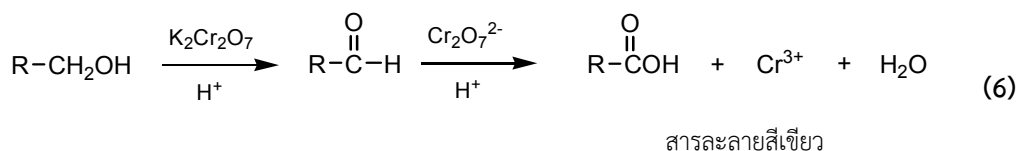
3.3.1 Ceric ammonium Nitrate ((NH₄)₂Ce(NO₃)₆)

แอลกอฮอล์ทุกชนิดที่มีจำนวนคาร์บอนไม่เกิน 10 อะตอม ทำปฏิกิริยากับ Ceric ammonium Nitrate ((NH₄)₂Ce(NO₃)₆) จะสารมัธยันตร์เป็นสารประกอบเชิงซ้อนสีแดง สีของสารประกอบเชิงซ้อนของสารมัธยันตร์ขึ้นอยู่กับชนิดของแอลกอฮอล์ ตัวอย่างเช่น ในกรณีเมทานอลเป็นแอลกอฮอล์ที่มีขนาดโมเลกุลเล็กที่สุด ให้สารละลายสีแดงเข้ม เมื่อขนาดของโมเลกุลแอลกอฮอล์ใหญ่ขึ้น ความเข้มของสีจะลดลง และบางกรณีได้สีแดงแกมน้ำตาล เมื่อสารประกอบเชิงซ้อนสีแดงถูกออกซิไดซ์ต่อจะได้สารผลิตภัณฑ์ที่ไม่มีสีดังสมการที่ (5)



3.3.2 Chromic acid (H₂CrO₄)

เป็นปฏิกิริยาที่แอลกอฮอล์ถูกออกซิไดซ์ด้วยกรดโครมิกที่มีกรดซัลฟิวริกเข้มข้นเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยเกิดการเกิดปฏิกิริยาจะขึ้นอยู่กับชนิดของแอลกอฮอล์ แอลกอฮอล์ชนิดปฐมภูมิและทุติยภูมิเมื่อทำปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยกรดโครมิกจะให้สารผลิตภัณฑ์เป็นกรดคาร์บอกซิลิกและคีโตนตามลำดับ ดังแสดงในสมการที่ (6) และ (7) ในขณะที่แอลกอฮอล์ชนิดตติยภูมิไม่เกิดปฏิกิริยา การเกิดปฏิกิริยาจะสังเกตได้จากการเปลี่ยนแปลงสีของสารละลายจากสีส้มของกรดโครมิก เป็นสารละลายสีเขียวหรือสีน้ำเงินแกมเขียวของ Cr³⁺



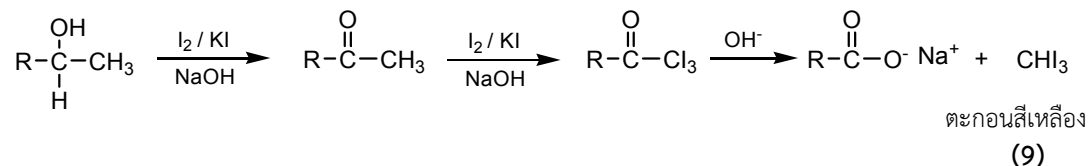
3.3.3 Potassium permanganate (KMnO₄)

โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตเป็นสารออกซิไดซิงเอเจนต์ที่นิยมใช้ทดสอบปฏิกิริยาออกซิเดชัน เนื่องจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะสังเกตได้จากสีของโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตที่เปลี่ยนแปลงจากสารละลายสีม่วงเกิดเป็นตะกอนสีน้ำตาลแดงของ MnO₂ ปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยเปอร์แมงกาเนตสามารถทำปฏิกิริยาในสภาวะที่เป็นกรด กลาง หรือเบส โดยอัตราเร็วของการ

เกิดปฏิกิริยาจะขึ้นอยู่กับ pH ของสารละลาย โดยในสารละลายที่เป็นกรดหรือเบสปฏิกิริยาจะเกิดได้ทันทีที่อุณหภูมิห้อง แต่จะไม่เกิดปฏิกิริยาในสภาวะที่เป็นกลาง

3.4 การทดสอบไอโอดิฟอร์ม (Iodoform Test)

ปฏิกิริยาไอโอดิฟอร์มจะเกิดปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์ชนิดปฐมภูมิและทุติยภูมิที่มีโครงสร้างเป็น RCH(OH)CH_3 เมื่อ R เป็นไฮโดรเจน หมู่แอลคิล หรือหมู่แอริล ทำปฏิกิริยากับไอโอดีนในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (I_2/NaOH) ได้ตะกอนสีเหลืองของ Iodoform (CHI_3) ดังสมการที่ (9)



อุปกรณ์

อุปกรณ์สามัญทั่วไปที่ใช้ในห้องปฏิบัติการเคมีอินทรีย์

สารเคมี

1. เมทิลแอลกอฮอล์ (Methyl alcohol)
2. เอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl alcohol)
3. ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ (Isopropyl alcohol)
4. นอร์มอลบิวทิลแอลกอฮอล์ (n-Butyl alcohol)
5. เซกันดารีบิวทิลแอลกอฮอล์ (s-Butyl alcohol)
6. เทอเทียรีบิวทิลแอลกอฮอล์ (t-Butyl alcohol)
7. โลหะโซเดียม (Na metal)
8. กรดซัลฟิวริกเข้มข้น (Conc. H_2SO_4)
9. สารละลายซีริกแอมโมเนียมไนเตรท (Ceric ammonium nitrate)
10. ลูคัส รีเอเจนต์ (Lucas Reagent: anhydrous ZnCl_2 + Conc. HCl)
11. กรดโครมิก (Chromic acid)
12. สารละลายไอโอดีนในโพแทสเซียมไอโอไดด์ (I_2/KI solution)
13. สารละลาย 10% โซเดียมไฮดรอกไซด์
14. สารละลาย 3% โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต
15. สารละลาย 10% กรดซัลฟิวริก

ข้อควรระวัง

1. โลหะโซเดียมเกิดปฏิกิริยารุนแรงกับน้ำ ห้ามสัมผัสกับมือหรือผิวหนัง ในกรณีที่มีโลหะโซเดียมเหลือจากการทดลอง ให้เติมเอทิลแอลกอฮอล์ลงไปทำลาย ตั้งหลอดทิ้งไว้จนโลหะโซเดียมถูกทำลายหมด
2. สารละลายกรดโครมิกเป็นตัวออกซิไดซ์ที่แรง ไม่ควรสัมผัสมือหรือผิวหนัง

การจัดการกากของเสีย

ให้นิสิตเทสารในหลอดทดลองแต่ละปฏิกิริยาลงในภาชนะที่เตรียมไว้ในห้องปฏิบัติการ โดยเทสารประกอบที่มีเฮโลเจนลงในภาชนะสำหรับ Halogenated organic waste ส่วนสารในหลอดอื่นให้เทลงในภาชนะสำหรับ Organic waste

การทดลอง

1. ความสามารถในการละลาย

สารทดสอบ: เอทิลแอลกอฮอล์ นอร์มอลบิวทิลแอลกอฮอล์ เซกนดารีบิวทิลแอลกอฮอล์ และ เทอเทียรีบิวทิลแอลกอฮอล์

เตรียมหลอดทดลอง 4 หลอด เติมน้ำกลั่นหลอดละ 10 หยดลงในหลอดทดลองทุกหลอด แล้วหยดสารตัวอย่างแอลกอฮอล์แต่ละชนิดลงในหลอดทดลองแต่ละหลอด หลอดละ 5 หยด เขย่า และสังเกตการละลาย บันทึกผลการทดลอง

2. ปฏิกิริยากับโลหะโซเดียม

สารทดสอบ: เอทิลแอลกอฮอล์ นอร์มอลบิวทิลแอลกอฮอล์ เซกนดารีบิวทิลแอลกอฮอล์ และ เทอเทียรีบิวทิลแอลกอฮอล์

เตรียมหลอดทดลอง **ที่แห้งสนิท** 4 หลอด เติมสารตัวอย่างแอลกอฮอล์หลอดละ 10 หยดลงในหลอดทดลองแต่ละหลอด ใส่โลหะโซเดียมที่ซับน้ำมันออกหมดแล้ว หลอดละ 1 ชิ้นเล็ก (ขนาดเล็กเท่ากับเมล็ดถั่วเขียว) สังเกตฟองแก๊สที่เกิดขึ้น และจับเวลาเปรียบเทียบความเร็วในการเกิดปฏิกิริยา และทำการทดสอบสารละลายด้วยกระดาษลิตมัส

เมื่อปฏิกิริยาลิ้นสุดแล้วยังมีโลหะโซเดียมเหลืออยู่ ให้เติมเอทานอลลงไปเพื่อไปทำลายโลหะโซเดียมที่เหลือก่อนเทสารละลายทิ้งในบีกเกอร์ที่เตรียมให้

3. ปฏิกิริยากับ Lucas Reagent

สารทดสอบ: นอร์มอลบิวทิลแอลกอฮอล์ เซกนดารีบิวทิลแอลกอฮอล์ และ เทอเทียรีบิวทิลแอลกอฮอล์

เตรียมหลอดทดลอง จำนวน 3 หลอด เติมสารตัวอย่างแอลกอฮอล์ในแต่ละหลอด หลอดละ 5 หยด เติมสารละลายลูคัส หลอดละ 1 mL เขย่า ตั้งหลอดทิ้งไว้ 10 นาที สังเกตการเปลี่ยนแปลง (สังเกตลักษณะของสารละลายในแต่ละหลอดว่าขุ่นเร็วหรือช้า) นำหลอดที่ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงไปต้มในอ่างน้ำเดือด สังเกตการเปลี่ยนแปลง บันทึกผลการทดลอง

4. ปฏิกิริยาออกซิเดชัน

4.1 Ceric ammonium Nitrate ($(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$)

สารทดสอบ: เอทิลแอลกอฮอล์ นอร์มอลบิวทิลแอลกอฮอล์ เซกนดารีบิวทิลแอลกอฮอล์ และ เทอเทียรีบิวทิลแอลกอฮอล์

เตรียมหลอดทดลอง จำนวน 4 หลอด เติมสารละลาย Ceric ammonium nitrate หลอดละ 3 หยด เติมน้ำกลั่น 5 หยด เขย่า เติมสารตัวอย่าง เอทานอล นอร์มอลบิวทิลแอลกอฮอล์ เซกนดารีบิวทิลแอลกอฮอล์ และ เทอเทียรีบิวทิลแอลกอฮอล์ อย่างละ 1 หยดลงในหลอดที่ 1 2 3 และ 4 ตามลำดับ เขย่า สังเกตสี บันทึกผลการทดลอง

หมายเหตุ - แอลกอฮอล์ที่มีขนาดคาร์บอนเกินกว่า 10 คาร์บอน และมีกลุ่มกีดขวาง อาจจะมีการเปลี่ยนแปลงสีเนื่องจากเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อน

- Ceric ammonium nitrate เป็นตัวออกซิไดซ์ที่แรง ถ้าสัมผัสถูกผิวหนังหรือเสื้อผ้า ให้รีบล้างออกด้วยน้ำเปล่าในพื้นที่ที่ระบุไว้ในห้องปฏิบัติการ

4.2 Chromic acid (H_2CrO_4)

สารทดสอบ: นอร์มอลบิวทิลแอลกอฮอล์ เซกนดารีบิวทิลแอลกอฮอล์ และ เทอเทียรีบิวทิลแอลกอฮอล์

เตรียมหลอดทดลอง 3 หลอด เติมสารละลายกรดโครมิก 3 หยด ลงในหลอดทดลองทั้ง 3 หลอด เติมสารตัวอย่างแอลกอฮอล์ นอร์มอลบิวทิลแอลกอฮอล์ เซกนดารีบิวทิลแอลกอฮอล์ และ เทอเทียรีบิวทิลแอลกอฮอล์ 1 หยด ลงในหลอดที่ 1, 2 และ 3 ตามลำดับ เขย่า ตั้งทิ้งไว้ 2 นาที สังเกตการเปลี่ยนแปลงสีของสารละลาย และบันทึกผลการทดลอง

4.3 ปฏิกริยากับสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (KMnO_4)

เตรียมหลอดทดลอง จำนวน 3 หลอด เติมน้ำกลั่นหลอดละ 10 หยด และหยดเมทานอลลงไป 3 หยด เขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน

หลอดที่ 1 เติมสารละลาย 10 % H_2SO_4 1 หยด

หลอดที่ 2 เติมสารละลาย 10 % NaOH 1 หยด

หลอดที่ 3 ไม่ต้องเติมสารละลายกรดหรือเบส

เติมสารละลาย 0.3% KMnO_4 ทั้ง 3 หลอด หลอดละ 1 หยด เขย่า ตั้งทิ้งไว้ 2 นาที สังเกตการเปลี่ยนแปลง ถ้าไม่มีการเปลี่ยนแปลงให้นำหลอดทดลองไปอุ่นในเครื่องอ่างน้ำประมาณ 5 นาที เปรียบเทียบอัตราเร็วของปฏิกิริยาออกซิเดชัน โดยจับเวลา บันทึกผลการทดลอง

5. การทดสอบไอโอดิฟอร์ม (Iodoform Test)

สารทดสอบ: เมทิลแอลกอฮอล์ เอทิลแอลกอฮอล์ ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ นอร์มอลบิวทิลแอลกอฮอล์ เซกนดารีบิวทิลแอลกอฮอล์ และ เทอเทียรีบิวทิลแอลกอฮอล์

เตรียมหลอดทดลอง (ขนาดยาว) จำนวน 6 หลอด เติมสารละลายไอโอดีนในโพแทสเซม-ไอโอไดด์ 5 หยด ลงในหลอดทดลองทั้ง 6 หลอด หยดสารตัวอย่างแอลกอฮอล์ ได้แก่ เมทิลแอลกอฮอล์ เอทิลแอลกอฮอล์ ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ นอร์มอลบิวทิลแอลกอฮอล์ เซกนดารีบิวทิลแอลกอฮอล์ และ เทอเทียรีบิวทิลแอลกอฮอล์ หลอดละ 2 หยด ในหลอดที่ 1-6 ตามลำดับ เติมสารละลายเบส 10% NaOH ทั้ง 6 หลอด หลอดละ 1 หยด พร้อมทั้งเขย่าแรงๆ เติมสารละลายเบสจนกระทั่งสีของไอโอดีนจางหายไป สังเกตการเปลี่ยนแปลง และบันทึกผลการทดลอง

วันที่ /..... /.....	ชื่ออาจารย์ผู้สอน:	
รายชื่อผู้ทำการทดลอง	1.ชื่อ-สกุล:	รหัสนิสิต:
	2.ชื่อ-สกุล:	รหัสนิสิต:
	3.ชื่อ-สกุล:	รหัสนิสิต:

รายงานการทดลองบทที่ 7 แอลกอฮอล์

ผลการทดลอง

1. ความสามารถในการละลาย

สารทดสอบ	ผลการทดลอง
เอทิลแอลกอฮอล์	
นอร์มอลบิวทิลแอลกอฮอล์	
เซกันดารีบิวทิลแอลกอฮอล์	
เทอเทียรีบิวทิลแอลกอฮอล์	

ลำดับความสามารถในการละลาย จากน้อยไปมาก

.....

2. ปฏิกริยากับโลหะโซเดียม

สารที่ใช้ทดสอบ	ผลการทดลอง	ผลการทดสอบ ด้วยกระดาษลิตมัส	เรียงลำดับอัตราเร็วในการ เกิดปฏิกิริยา
เอทิลแอลกอฮอล์			
นอร์มอลบิวทิลแอลกอฮอล์			
เซกันดารีบิวทิลแอลกอฮอล์			
เทอเทียรีบิวทิลแอลกอฮอล์			

สมการเคมีแสดงปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น

.....

เมื่อทำการทดสอบด้วยกระดาษลิตมัสสารละลายมีฤทธิ์เป็น

3. ปฏิกริยากับ Lucas Reagent

สารที่ใช้ทดสอบ	ผลการทดลอง	เรียงลำดับอัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยา
นอร์มอลบิวทิลแอลกอฮอล์		
เซกนดารีบิวทิลแอลกอฮอล์		
เทอเทียรีบิวทิลแอลกอฮอล์		

สมการเคมีแสดงปฏิกิริยาของเทอเทียรีบิวทิลแอลกอฮอล์กับสารละลายลูคัส (Lucas Reagent) ที่เกิดขึ้น

.....

4. ปฏิกริยาออกซิเดชัน

การทดลองที่ 4.1 และ 4.2 และ 5

สารที่ใช้ทดสอบ	ผลการทดลอง		
	4.1 Ceric ammonium nitrate	4.2 Chromic acid	5. Iodoform test
เมทิลแอลกอฮอล์	—	—	
เอทิลแอลกอฮอล์		—	
ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์	—	—	
นอร์มอลบิวทิลแอลกอฮอล์			
เซกนดารีบิวทิลแอลกอฮอล์			
เทอเทียรีบิวทิลแอลกอฮอล์			

ในการทดลอง Iodoform test สารที่ตกตะกอนสีเหลือง คือ

การทดลองที่ 4.3 ปฏิกิริยาของเมทิลแอลกอฮอล์กับ 0.3 % KMnO_4

สภาวะของปฏิกิริยา	ผลการทดลองเมื่อเติม 0.3% KMnO_4	
	อุณหภูมิห้อง	เมื่อให้ความร้อน
หลอดที่ 1 : เติม 10 % H_2SO_4		
หลอดที่ 2 : เติม 10 % NaOH		
หลอดที่ 3 : ไม่เติมกรดและเบส		

ปฏิกิริยาเกิดได้ **เร็วที่สุด** ในสภาวะที่เป็น และเกิด **ช้าที่สุด** ในสภาวะที่เป็น

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

.....

.....

.....

.....

.....

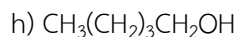
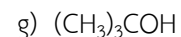
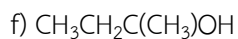
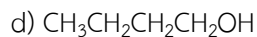
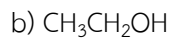
.....

.....

.....

คำถามท้ายบท

กำหนดสูตรโมเลกุลของแอลกอฮอล์ต่อไปนี้ จงตอบคำถามข้อ 1-5



1. จงเรียงลำดับการละลายน้ำของแอลกอฮอล์ a c d e และ g โดยเรียงลำดับจากมากไปหาน้อย
2. จงเลือกวิธีการทดสอบความเป็นกรดของสาร d e และ g และทำการเปรียบเทียบความเป็นกรดของแอลกอฮอล์ทั้งสาม
3. แอลกอฮอล์ในข้อใดที่ทำปฏิกิริยากับกรดโครมิก
4. ปฏิกิริยา iodoform test จะเกิดปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์ในข้อใด
5. จงเขียนสมการการเกิดปฏิกิริยาของแอลกอฮอล์ g ทำปฏิกิริยากับ Lucas reagent และเปรียบเทียบอัตราเร็วในการเข้าทำปฏิกิริยาระหว่างแอลกอฮอล์ d f และ g กับ Lucas reagent

บทที่ 8

สารประกอบฟีนอล

นางพางา จรัสโสภณ

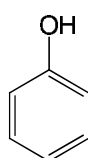
วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาสมบัติและปฏิกิริยาของสารประกอบฟีนอล

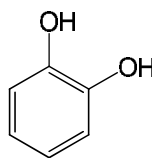
คำอธิบาย

1. ความหมาย

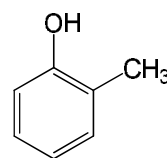
สารประกอบฟีนอล คือ สารประกอบที่มีหมู่ไฮดรอกซิล (Hydroxyl group, -OH) ต่อกับวงเบนซีน หรือหมู่แอริล มีสูตรทั่วไปคือ ArOH สารในกลุ่มฟีนอลพบได้ทั่วไปในธรรมชาติ เช่น ในถ่านหินหรือไม้ และในปัจจุบันมีการนำไปใช้ประโยชน์ในด้านอุตสาหกรรมการผสมสี และใช้เป็นยาฆ่าเชื้อโรค และแบคทีเรีย สารประกอบฟีนอลมีหลายประเภท สารสำคัญที่พบโดยทั่วไปดังตัวอย่าง



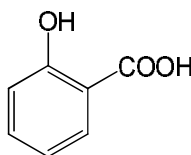
Phenol



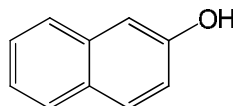
Catechol



Resorcinol



Salicylic acid



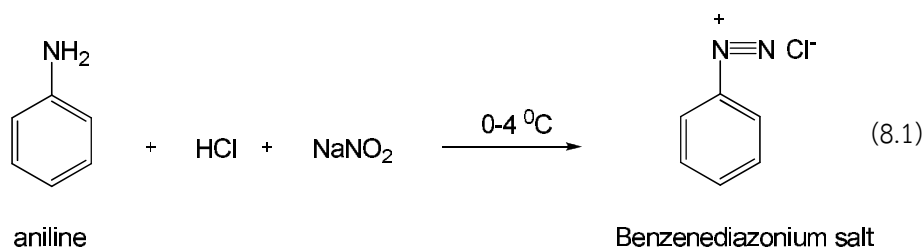
β -naphthol

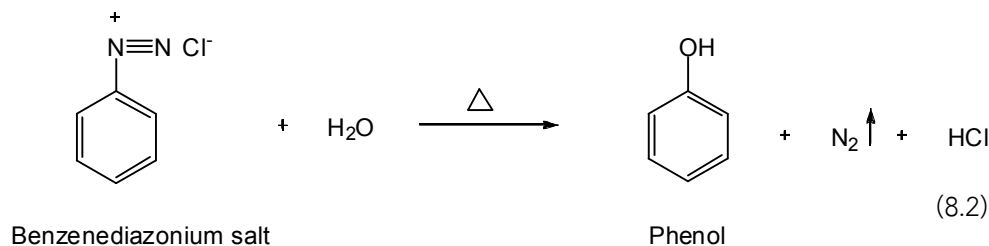
2. สมบัติทางกายภาพ

ฟีนอลเป็นของแข็ง มีจุดหลอมเหลวต่ำ สามารถทำให้บริสุทธิ์ได้โดยการกลั่นด้วยไอน้ำ สารประกอบฟีนอลที่บริสุทธิ์จะไม่มีสี ยกเว้นในกรณีที่ถูกออกซิไดซ์โดยออกซิเจนในอากาศจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสี

2.1 การเตรียมฟีนอล

ฟีนอลสามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาระหว่างอะนิลีนทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น และสารละลายโซเดียมไนไตรต์ที่อุณหภูมิต่ำ จะได้สารเบนซีนไดอะโซเนียมคลอไรด์ เป็นสารมัธยันตร์ เมื่อนำมาอุ่นให้ความร้อนสารเบนซีนไดอะโซเนียมคลอไรด์จะทำปฏิกิริยากับน้ำได้ผลิตภัณฑ์เป็นฟีนอล และแก๊สไนโตรเจน ดังสมการที่ 8.1 และ 8.2





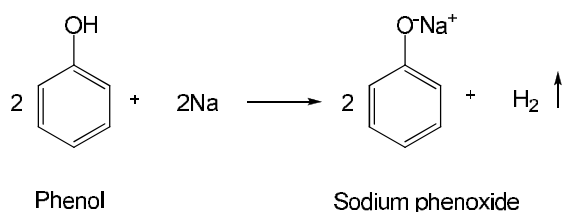
2.2 ความสามารถในการละลาย

ฟีนอลสามารถละลายน้ำได้บางส่วนที่อุณหภูมิห้อง และสามารถละลายได้ดีขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น และสามารถละลายได้ในสารละลายเบสแก่

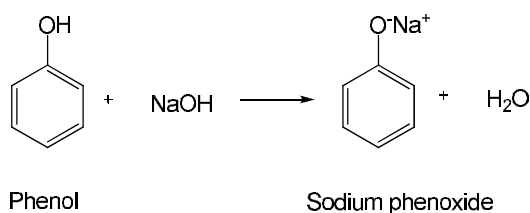
3. สมบัติทางเคมี

3.1 ความเป็นกรดของฟีนอล

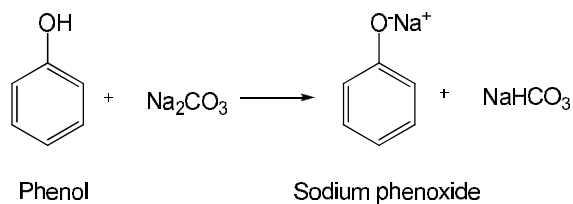
สารประกอบฟีนอลเป็นกรดอ่อน สามารถแตกตัวให้โปรตรอน และ phenoxide ion โดยมีค่าคงที่ของการแตกตัว (K_a) เท่ากับ 1×10^{-10} เมื่อเปรียบความเป็นกรดกับกรดคาร์บอกซิลิก พบว่าสารประกอบฟีนอลเป็นกรดที่อ่อนกว่ากรดคาร์บอกซิลิก จากคุณสมบัติความเป็นกรดอ่อนเมื่อนำสารประกอบฟีนอลไปทำปฏิกิริยากับโลหะโซเดียมจะได้ผลิตภัณฑ์เป็นโซเดียมฟีนอกไซด์ และแก๊สไฮโดรเจน ดังสมการที่ 8.3 และสามารถทำปฏิกิริยากับเบสแก่ (สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และโซเดียมคาร์บอเนต) ดังสมการที่ 8.4 และ 8.5 โดยผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาจะไม่เกิดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งแตกต่างจากการทำปฏิกิริยาของโซเดียมคาร์บอเนตกับกรดคาร์บอกซิลิกที่เกิดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เป็นผลิตภัณฑ์ เนื่องจากสารประกอบฟีนอลเป็นกรดอ่อนจึงไม่ทำปฏิกิริยากับเบสอ่อน เช่น สารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนต เป็นต้น



(8.3)



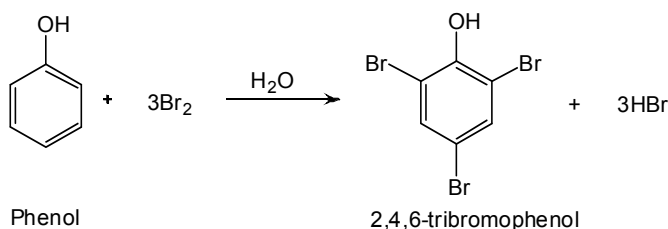
(8.4)



(8.5)

3.2 ปฏิกริยากับน้ำโบรมีน

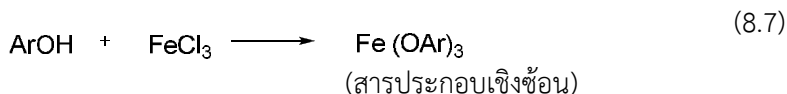
สารประกอบฟีนอลมีหมู่ไฮดรอกซิลที่เป็นหมู่เกาะที่มีอิทธิพลกับวงเบนซีน โดยจัดอยู่ในกลุ่มที่ให้อิเล็กตรอนกับวงเบนซีน (Electron-donating group) ทำให้การเกิดปฏิกิริยาการแทนที่ด้วยอิเล็กโตรไฟล์ (Electrophilic Substitution) บนวงเบนซีนเกิดได้เร็วขึ้น เมื่อฟีนอลทำปฏิกิริยากับน้ำโบรมีน ($\text{Br}_2/\text{H}_2\text{O}$) จะเกิดการแทนที่ไฮโดรเจนในวงเบนซีนที่ตำแหน่งออร์โทและพารา ให้ผลิตภัณฑ์เป็นตะกอนขาวของ 2,4,6-Tribromophenol ดังสมการที่ 8.6



(8.6)

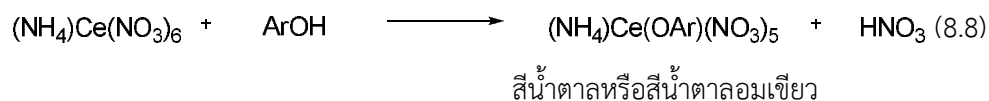
3.3 ปฏิกริยากับเฟอร์ริกคลอไรด์

สารประกอบฟีนอลเมื่อทำปฏิกิริยากับสารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์จะได้สารประกอบเชิงซ้อนที่มีสีต่างๆ เกิดขึ้นดังสมการที่ 8.7 โดยสีที่เกิดขึ้นจะขึ้นกับโครงสร้างของฟีนอลและขึ้นอยู่กับตัวทำละลาย ความเข้มข้น และเวลาในการสังเกตสี เช่น ฟีนอล รีซอร์ซินอล ออโรครีซอล เมตาครีซอล ให้สารสีม่วง แคทีคอลให้สารสีเขียว และเบต้าแนฟтолไม่ทำให้เกิดสี



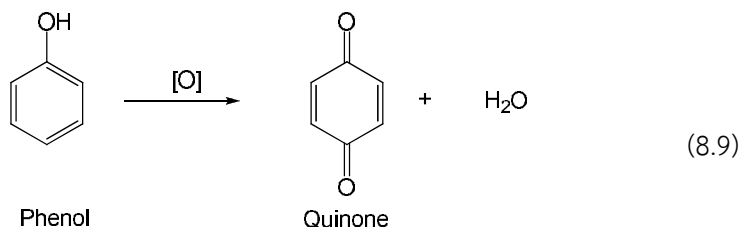
3.4 ปฏิกริยากับ Ceric ammonium nitrate

สารประกอบฟีนอลที่มีจำนวนคาร์บอนน้อยกว่า 10 อะตอม เมื่อทำปฏิกิริยากับ Ceric ammonium nitrate ให้สารประกอบเชิงซ้อนที่มีสีน้ำตาลหรือน้ำตาลอมเขียว ซึ่งปฏิกิริยานี้ใช้ทดสอบความแตกต่างระหว่างแอลกอฮอล์กับฟีนอล โดยแอลกอฮอล์จะให้สารประกอบเชิงซ้อนสีแดง ขณะที่ฟีนอลจะให้สารประกอบเชิงซ้อนที่มีสีน้ำตาลหรือน้ำตาลอมเขียว ดังสมการที่ 8.8



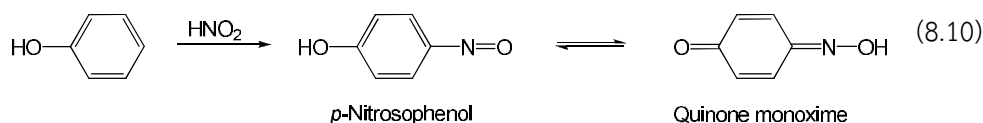
3.5 ปฏิกิริยาออกซิเดชัน

เนื่องจากหมู่ไฮดรอกซิลของฟีนอลเป็นหมู่ให้อิเล็กตรอน จึงทำให้ในวงเบนซีนของฟีนอลมีความหนาแน่นของอิเล็กตรอนสูง ฟีนอลจึงถูกออกซิไดส์ได้ง่าย เช่น ฟีนอลสามารถถูกออกซิไดส์ด้วยออกซิเจนในอากาศ ได้ควิโนนเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีสีชมพู หรือม่วง ดังสมการ 8.9

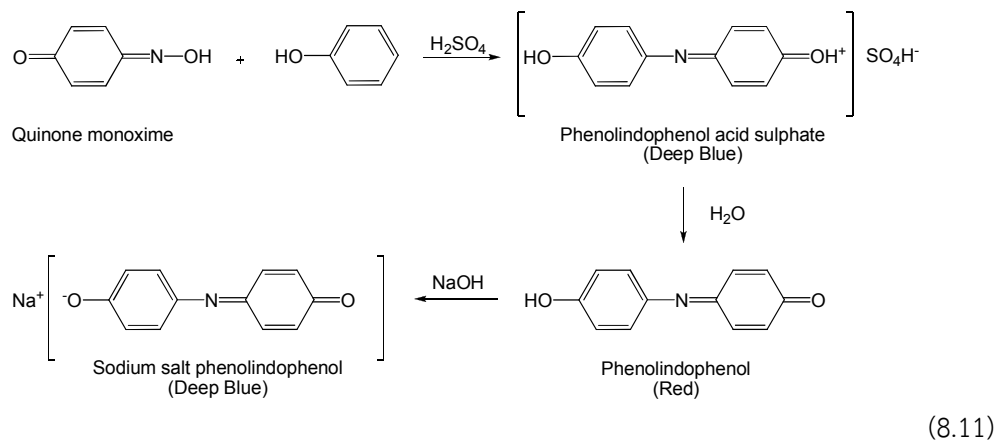


3.6 ปฏิกิริยากับกรดไนตริก (HNO₂)

สารประกอบฟีนอลเมื่อทำปฏิกิริยากับกรดไนตริกจะได้ผลิตภัณฑ์ คือ ไนโตรโซฟีนอล (Nitrosophenol) ที่สามารถเกิดปฏิกิริยาทอโทเมอไรเซชัน (Tautomerization) ได้เป็นสารควิโนน-มอนอกซิม (Quinone Monoxime) เรียกปฏิกิริยานี้ว่า ปฏิกิริยาไนโตรเซชัน ดังสมการที่ 8.10



เมื่อนำสารควิโนน-มอนอกซิมมาเติมสารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้น จะเกิดปฏิกิริยารวมตัว (Condensation) ระหว่างควิโนน-มอนอกซิมกับฟีนอล ได้ผลิตภัณฑ์เป็น Phenolindophenol acid sulphate ที่มีสีน้ำเงินเข้ม และเมื่อเจือจางด้วยการเติมน้ำจะได้สาร Phenolindophenol ที่มีสีแดง และเมื่อเติมเบสด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์จนมากเกินไปจะเห็นสีน้ำเงินเข้มของ Sodium salt of Phenolindophenol เรียกปฏิกิริยานี้ว่า ปฏิกิริยาไลเบอร์แมนไนโตรโซ (Liebermann nitroso reaction) ดังสมการที่ 8.11



อุปกรณ์

เครื่องแก้วและอุปกรณ์พื้นฐาน

สารเคมี

1. ฟีนอล
2. กรดซาลิไซลิก
3. แอลฟา-แนฟทอล
4. บีต้า-แนฟทอล
5. เอทิลแอลกอฮอล์
6. เมตาคลีซอล
7. รีซอร์ซินอล
8. แคทีคอล
9. ไดเอทิลอีเทอร์
10. สารละลายคองโกเรด
11. สารละลาย 5% โซเดียมไฮดรอกไซด์
12. สารละลาย 5% โซเดียมไบคาร์บอเนต
13. สารละลายเฟอริกคลอไรด์
14. สารละลาย Ceric ammonium nitrate
15. น้ำโบรมีน
16. สารละลาย 1% โพแทสเซียมไดโครเมต
17. กรดไนตริก
18. กรดซัลฟิวริกเข้มข้น
19. สารละลาย 20% โซเดียมไฮดรอกไซด์
20. สารละลายโซเดียมไนไตรท์

ข้อควรระวัง

1. ฟีนอลเป็นสารกัดกร่อนผิวหนัง ห้ามสัมผัสหรือถูกผิวหนังโดยเด็ดขาด ถ้าสัมผัสโดนให้รีบล้างออกด้วยสบู่และน้ำทันที ในกรณีที่ยังมีกลิ่นฟีนอลติดอยู่ให้ใช้สำลีชุบเอทิลแอลกอฮอล์เช็ดออกให้หมด
2. โลหะโซเดียมเกิดปฏิกิริยารุนแรงกับน้ำ ห้ามสัมผัสกับมือหรือผิวหนัง ในกรณีที่มีโลหะโซเดียมเหลือจากการทดลอง ให้เติมเอทิลแอลกอฮอล์ลงไปทำลาย ตั้งหลอดทิ้งไว้จนโลหะโซเดียมถูกทำลายหมด
3. สารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้นเป็นอันตราย ไม่ควรสัมผัสมือหรือผิวหนัง

การจัดการกากของเสีย

ให้นิสิตเทสารในหลอดทดสอบแต่ละปฏิกิริยาลงในภาชนะที่เตรียมไว้ในห้องปฏิบัติการ โดยเทสารประกอบที่มีแฮโลเจนลงในภาชนะสำหรับ Halogenated organic waste ส่วนสารละลายที่มีตะกอนให้กรองตะกอนก่อนเทลงในภาชนะที่กำหนดไว้

การทดลอง

1. ความสามารถในการละลาย

เตรียมหลอดทดลอง 3 หลอด หลอดที่ 1 เติมน้ำกลั่น 10 หยด หลอดที่ 2 เติมนีโอทอร์ 10 หยด หลอดที่ 3 เติมนีโอทอร์แอลกอฮอล์ 10 หยด

เติมฟีนอลลงในหลอดทดลองแต่ละหลอด หลอดละ 3 หยด (ในกรณีที่เป็นของแข็งให้เติมเท่ากับเม็ดถั่วเขียว) เขย่า และสังเกตการละลาย เปรียบเทียบการละลายทั้ง 3 หลอด บันทึกผลการทดลอง

2. ทดสอบความเป็นกรดของสารประกอบฟีนอล

2.1 หยดสารละลายฟีนอล 1 หยด ลงบนกระดาษลิตมัสสีน้ำเงิน และสีแดง สังเกต บันทึกผลการทดลอง

2.2 เตรียมหลอดทดลอง 2 หลอด เติมน้ำกลั่น 2 หลอด ละ 10 หยด

หลอดที่ 1 เติมน้ำกลั่น 1 หยด

หลอดที่ 2 เติมน้ำกลั่น 6M กรดแอซิดิก 1 หยด

เขย่า สังเกตสีของสารละลาย บันทึกผลการทดลอง

2.3 เตรียมหลอดทดลอง 3 หลอด นำฟีนอลเหลวเติมลงในหลอดทดลองทั้ง 3 หลอด ละ 1 หยด นำหลอดที่ 1 เติมน้ำกลั่น 5% โซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 หยด หลอดที่ 2 เติมน้ำกลั่น 5% โซเดียมคาร์บอเนต 10 หยด และหลอดที่ 3 เติมน้ำกลั่น 5% โซเดียมไบคาร์บอเนต 10 หยด เขย่า และสังเกตการเปลี่ยนแปลงเมื่อเทียบกับหลอดที่ 1 บันทึกผลการทดลอง

3. ปฏิกริยากับโลหะโซเดียม

หยดฟีนอลเหลว 2 หยด ลงในหลอดทดลองที่มีเบนซีนปราศจากน้ำ 1 mL เติมน้ำกลั่นเล็กน้อย เล็กๆ ลงในหลอดทดลอง นำไปอุ่นที่เครื่องอ่างน้ำร้อน โดยค่อยๆ ให้ความร้อน สังเกตการเปลี่ยนแปลง บันทึกผลการทดลอง

เมื่อปฏิกริยาสิ้นสุดแล้วยังมีโลหะโซเดียมเหลืออยู่ ให้เติมเอทานอล ลงไปเพื่อไปทำลายโลหะโซเดียมที่เหลือก่อนทดสอบสารละลายทั้ง

4. ปฏิกริยากับน้ำโบรมีน

สารทดสอบ: ฟีนอล รีซอร์ซินอล

เติมน้ำโบรมีนลงในหลอดทดลอง 2 หยด เติมน้ำโบรมีนลงไปทีละหยดพร้อมทั้งเขย่า จนกระทั่งมีตะกอนขาวเกิดขึ้น

ทำการทดลองซ้ำโดยเปลี่ยนสารละลายฟีนอลเป็นสารละลายรีซอร์ซินอล

5. ปฏิกริยากับเฟอร์ริกคลอไรด์

สารทดสอบ: ฟีนอล รีซอร์ซินอล กรดซาลิไซลิก แอลฟา-แนฟทอล และบีต้า-แนฟทอล

เตรียมหลอดทดลอง 5 หลอด เติมน้ำกลั่น ฟีนอล รีซอร์ซินอล กรดซาลิไซลิก แอลฟา-แนฟทอล และบีต้า-แนฟทอล ในหลอดที่ 1, 2, 3, 4 และ 5 ตามลำดับ ตัวอย่างละ 0.1 g (เท่ากับเม็ดถั่วเขียว) นำหลอดทดลองทั้ง 5 หลอดไปเติมน้ำกลั่นเฟอร์ริกคลอไรด์ 2-3 หยด สังเกตการเปลี่ยนแปลงและ บันทึกผลการทดลอง สำหรับหลอดที่ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงสี ให้นำไปอุ่นในเครื่องอ่างน้ำ

6. ปฏิกริยากับสารละลาย Ceric ammonium Nitrate ((NH₄)₂Ce(NO₃)₆)

สารตัวอย่าง: ฟีนอล รีซอร์ซินอล กรดซาลิไซลิก แอลฟา-แนฟทอล และบีต้า-แนฟทอล

เตรียมหลอดทดลอง 5 หลอด เติมสารละลาย Ceric ammonium nitrate หลอดละ 5 หยด เติมน้ำกลั่น 10 หยด เขย่า เติมสารตัวอย่างฟีนอล รีซอร์ซินอล กรดซาลิไซลิก แอลฟา-แนฟтол และ บีต้า-แนฟтол อย่างละ 1 หยดลงในหลอดที่ 1, 2, 3, 4 และ 5 ตามลำดับ เขย่า สังเกตสี บันทึกผลการทดลอง

หมายเหตุ - กรณีที่สารประกอบฟีนอลละลายน้ำได้น้อย ให้นำสารใส่ลงในหลอดทดลองประมาณ 0.1 g เติมน้ำ 1 mL ใช้แท่งแก้วคนจนกระทั่งสารทดสอบละลาย ถ้าไม่ละลายให้ตั้งทิ้งไว้จนตกตะกอนแล้วจึงใช้หลอดหยดดูดสารละลายส่วนที่ใสมาทดสอบ

7. ปฏิกริยากับกรดไนตริก

เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1 mL ลงในหลอดทดลองที่แห้ง เติมฟีนอลเหลว 5 หยด นำไปเติมสารละลายโซเดียมไนไตรท์ 2-3 หยด สังเกตสี เทสารละลายนี้ลงไปในปีเกอร์ขนาด 50 mL ที่มีน้ำแข็งผสมน้ำ 10 mL สังเกตสีของสารละลาย บันทึกผลการทดลอง จากนั้นเติมสารละลาย 20% โซเดียมไฮดรอกไซด์จนสารละลายมีฤทธิ์เป็นเบส (ทดสอบด้วยกระดาษลิตมัส) สังเกตสี บันทึกผลการทดลอง

วันที่ /..... /.....	ชื่ออาจารย์ผู้สอน:
รายชื่อผู้ทำการทดลอง	1.ชื่อ-สกุล: รหัสนิสิต:
	2.ชื่อ-สกุล: รหัสนิสิต:
	3.ชื่อ-สกุล: รหัสนิสิต:

รายงานการทดลองบทที่ 8

สารประกอบฟีนอล

ผลการทดลอง

1. ความสามารถในการละลายของฟีนอล

ตัวทำละลาย	ผลการทดลอง
หลอดที่ 1 น้ำกลั่น	
หลอดที่ 2 ไดเอทิลอีเทอร์	
หลอดที่ 3 เอทิลแอลกอฮอล์	

ลำดับความสามารถในการละลาย

จาก

มากไปหาน้อย

.....

2. ทดสอบความเป็นกรดของสารฟีนอล

สารทดสอบ	ผลการทดลอง				
	2.1 ทดสอบด้วย กระดาษลิตมัส	2.2 ทดสอบด้วย สารละลายคองโกเรด	2.3 ทดสอบกับสารละลายเบส		
			5% NaOH	5% Na ₂ CO ₃	5% NaHCO ₃
ฟีนอล					
6 M CH ₃ COOH					

ฟีนอลควรมี pH เท่ากับ.....มีคุณสมบัติเป็น.....(กรด กลาง หรือ เบส)

3. ปฏิกริยากับโลหะโซเดียม

สมการเคมีแสดงปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น

.....

เมื่อเติมโลหะโซเดียมลงในฟีนอลเหลว นิสัทราบได้อย่างไรว่าปฏิกิริยาเกิดขึ้น.....

.....

4. ปฏิกริยากับน้ำโบรมีน

สารประกอบฟีนอล	ผลการทดลอง	
	สีของตะกอนที่เกิดขึ้น	สูตรโครงสร้างของตะกอน
ฟีนอล		
รีซอร์ซินอล		

5. ปฏิกริยากับเฟอร์ริกคลอไรด์

สารประกอบฟีนอล	ผลการทดลอง
ฟีนอล	
รีซอร์ซินอล	
กรดซาลิไซลิก	
แอลฟา-แนฟทอล	
บีต้า-แนฟทอล	

6. ปฏิกริยากับสารละลาย Ceric ammonium Nitrate

สารประกอบฟีนอล	ผลการทดลอง
ฟีนอล	
รีซอร์ซินอล	
กรดซาลิไซลิก	
แอลฟา-แนฟทอล	
บีต้า-แนฟทอล	

7. ปฏิกริยากับกรดไนตริก

สถานะของสารละลาย	ผลการทดลอง
เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น	
เติมน้ำ	
เติม 20% โซเดียมไฮดรอกไซด์	

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

คำถามท้ายบท

1. นิสิตสามารถทดสอบคุณสมบัติความเป็นกรดของฟีนอลด้วยวิธีการใด
2. จงระบุวิธีการทดสอบ นอร์มอลบิวทิลแอลกอฮอล์กับฟีนอล
3. ถ้านิสิตต้องการทราบว่าสารตัวอย่างเป็นฟีนอลหรือไม่ นิสิตจะมีวิธีการทดสอบได้อย่างไร
4. จงแสดงสมการเคมีของปฏิกิริยา Libermann nitroso reaction

บทที่ 9 แอลดีไฮด์และคีโตน

ปิติ ตริ์สุกุล

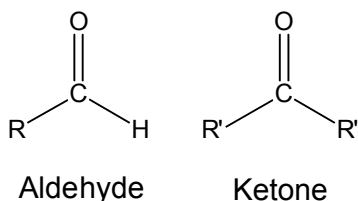
วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาการเตรียม ปฏิกิริยา และการทดสอบปฏิกิริยาของสารแอลดีไฮด์และคีโตน

คำอธิบาย

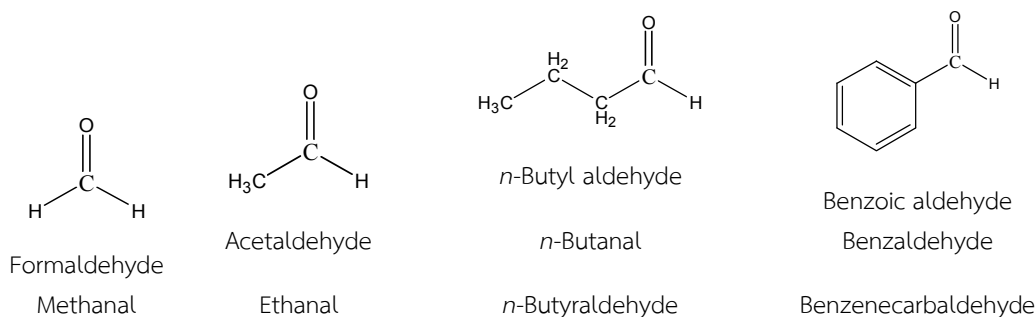
แอลดีไฮด์และคีโตนเป็นไฮโดรคาร์บอนกลุ่มที่มีหมู่คาร์บอนิลเป็นหมู่ฟังก์ชัน พบมากในผลิตภัณฑ์ธรรมชาติที่มีกลิ่นเฉพาะตัว เช่น Vanillin (วนิลา) Muscone (ชะมดเช็ด) Acetophenone (กลิ่นดอกส้ม)

แอลดีไฮด์มีสูตรทั่วไปเป็น $R-(C=O)-H$ โดยที่ R คือหมู่แอลคิล แอลลิล หรือไฮโดรเจน ในขณะที่คีโตนมีสูตรทั่วไปเป็น $R'-(C=O)-R''$ โดยที่ R', R'' คือหมู่แอลคิลหรือแอลลิล ปฏิกิริยาส่วนใหญ่ที่เกิดกับแอลดีไฮด์และคีโตนจะเกิดที่หมู่คาร์บอนิล

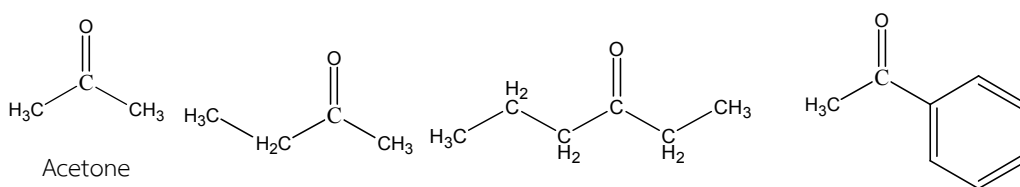


ตัวอย่างแอลดีไฮด์และคีโตนที่พบบ่อยๆ

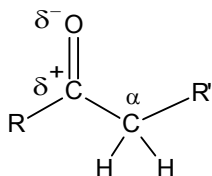
แอลดีไฮด์ (Aldehyde)



คีโตน (Ketone)



ทั้งแอลดีไฮด์และคีโตนเป็นโมเลกุลที่มีสภาพขั้วอ่อนๆ เนื่องจากมีหมู่คาร์บอนิล แอลดีไฮด์และคีโตนขนาดเล็กสามารถละลายในน้ำได้ จุดเดือดของแอลดีไฮด์และคีโตนมีค่าสูงกว่าสารแอลเคนแต่ต่ำกว่าสารแอลกอฮอล์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลใกล้เคียงกัน ซึ่งเป็นผลมาจากสภาพขั้วของโมเลกุล

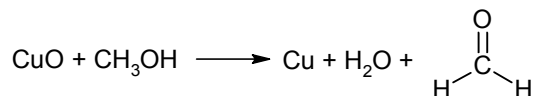


การที่อะตอมคาร์บอนของหมู่คาร์บอนิลมีสภาพขั้วบวก ทำให้สามารถรับคู่อิเล็กตรอนจากนิวคลีโอไฟล์ได้ สามารถเกิด **ปฏิกิริยาการเติมนิวคลีโอไฟล์ (Nucleophilic addition)** ที่อะตอมคาร์บอนของหมู่คาร์บอนิล แอลฟาไฮโดรเจน (อะตอมไฮโดรเจนที่ติดกับคาร์บอนที่ตำแหน่ง α) จะมีสภาพเป็นกรด สามารถเกิดปฏิกิริยากับเบสแก่ได้ แอลดีไฮด์ถูกออกซิไดส์ได้ง่ายเนื่องจากมีอะตอมไฮโดรเจนต่อกับหมู่คาร์บอนิล ในขณะที่คีโตนจะไม่ถูกออกซิไดส์ และยังทำให้แอลดีไฮด์มีความว่องไวต่อการเกิดกระบวนการเติมนิวคลีโอไฟล์สูงกว่าคีโตน

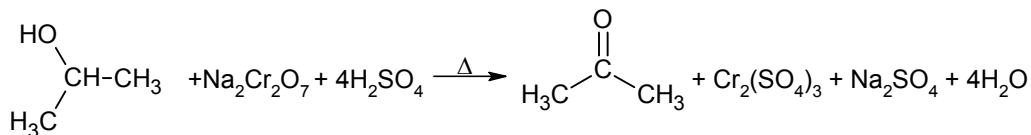
ปฏิกิริยาที่เกี่ยวข้องกับแอลดีไฮด์หรือคีโตน

1. การเตรียมอะลิฟาติกแอลดีไฮด์และคีโตน

1.1 การเตรียมฟอร์มัลดีไฮด์ (formaldehyde) จากเมทิลแอลกอฮอล์ เตรียมโดยปฏิกิริยาออกซิเดชันของเมทิลแอลกอฮอล์กับคิวปริกออกไซด์ ดังสมการ



1.2 การเตรียมแอซีโตน (acetone) จากไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ เตรียมโดยปฏิกิริยาออกซิเดชันของไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์กับสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมตในกรดซัลฟิวริกที่อุณหภูมิ 60°C ดังสมการ

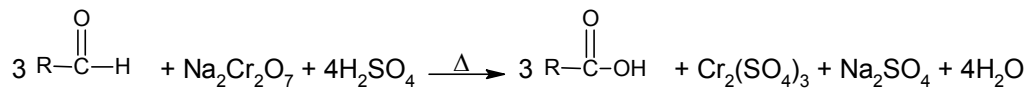


2. ปฏิกิริยาของแอลดีไฮด์และคีโตน

2.1 ปฏิกิริยาออกซิเดชัน

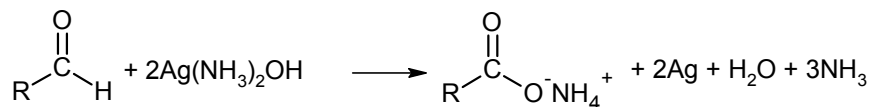
2.1.1 การทดสอบกับ Sodium dichromate ในกรดซัลฟิวริกเจือจาง

แอลดีไฮด์ส่วนใหญ่จะถูกออกซิไดส์ได้คาร์บอกซิลิก แอซิด ในเวลา 2-3 นาที โดยที่อะลิฟาติกแอลดีไฮด์จะเกิดปฏิกิริยาเร็วกว่าอะโรมาติกแอลดีไฮด์ ส่วนคีโตนไม่เกิดปฏิกิริยา



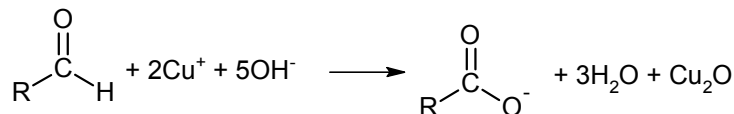
2.1.2 การทดสอบกับ Tollen's reagent

แอลดีไฮด์จะถูกออกซิไดซ์ได้เกลือคาร์บอกซิเลตและโลหะเงิน ซึ่งจะเกาะอยู่ที่ผนังด้านในของหลอดทดลอง หรือตกตะกอนเป็นเม็ดสีเทาดำหากหลอดทดลองไม่สะอาด ส่วนคีโตนไม่เกิดปฏิกิริยา



2.1.3 การทดสอบกับ Fehling's reagent

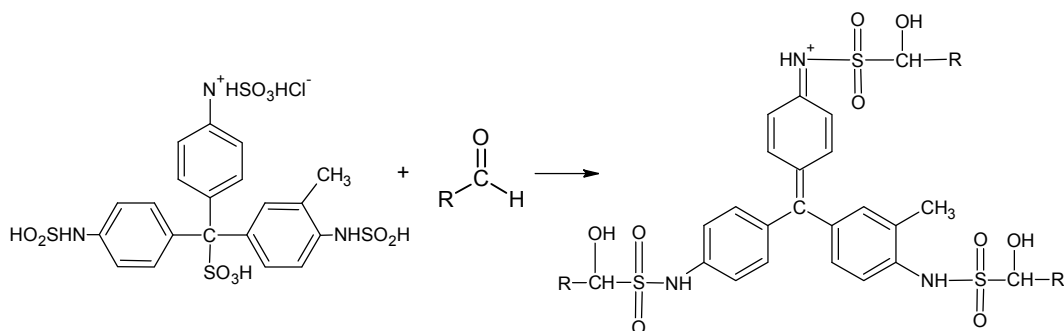
อะลิฟาติกแอลดีไฮด์จะถูกออกซิไดซ์โดยสารเชิงซ้อนคอปเปอร์ตาร์เตรต (Copper tartrate complex, Fehling's reagent) ซึ่งเป็นสารละลายสีน้ำเงิน ได้เกลือคาร์บอกซิเลตและคิวปรัสออกไซด์ (Cuprous oxide) ซึ่งเป็นตะกอนสีแดงอิฐหรือสีอื่นๆ เช่น เขียว เหลือง เป็นต้น



2.2 ปฏิกิริยากับ Schiff's reagent

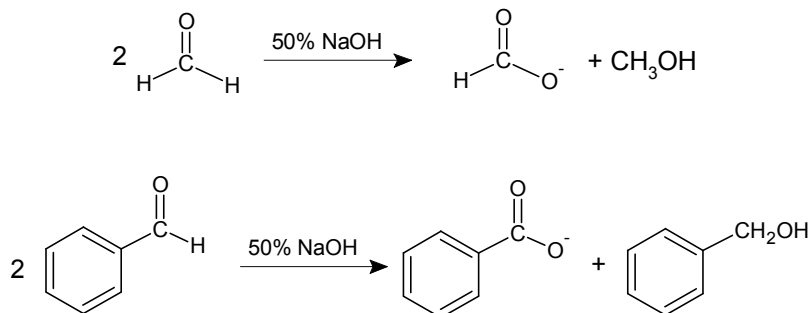
แอลดีไฮด์ทำปฏิกิริยากับ Schiff's reagent ให้สารสีม่วง อะลิฟาติกแอลดีไฮด์เกิดปฏิกิริยาได้เร็วกว่าอะโรมาติกแอลดีไฮด์ ส่วนคีโตนไม่เกิดปฏิกิริยา หากสารที่ต้องการทดสอบเป็นเบสจะทำให้รีเอเจนต์เปลี่ยนเป็นสีม่วงได้

Schiff's reagent ซึ่งเป็นสารละลายที่ไม่มีสีและไม่เสถียร สามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาระหว่าง ซัลเฟอร์ไดออกไซด์กับฟุคซิน (fuchsin) หรือ พาราโรซานิลินไฮโดรคลอไรด์ (p-rosaniline hydrochloride)



2.3 ปฏิกิริยาแคนนิซซาโร (Cannizzaro reaction)

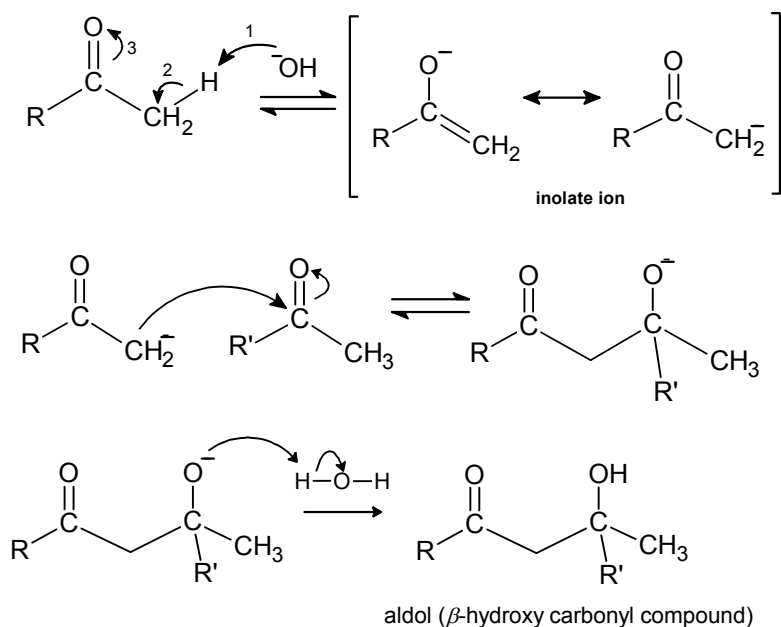
แอลดีไฮด์ที่ไม่มีแอลฟาไฮโดรเจนทำปฏิกิริยากับเบสแก่ ได้เกลือคาร์บอกซิเลตกับแอลกอฮอล์



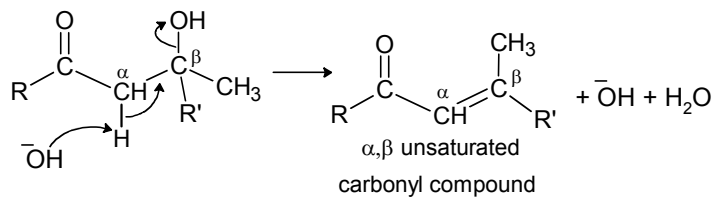
2.4 ปฏิกิริยาอัลดอลคอนเดนเซชัน (Aldol condensation)

แอลดีไฮด์หรือคีโตนที่มีแอลฟาไฮโดรเจนทำปฏิกิริยากับเบสแก่เพื่อเร่งที่อุณหภูมิห้อง เกิดไดเมอไรเซชันได้บีตาไฮดรอกซีคาร์บอนิล (บีตาไฮดรอกซีแอลดีไฮด์ หรือบีตาไฮดรอกซีคีโตน) การที่ได้เมอไรนี้มีทั้งหมู่ฟังก์ชันแอลกอฮอล์และหมู่ฟังก์ชันแอลดีไฮด์หรือคีโตนอยู่ร่วมกัน จึงเรียกว่า aldol (มาจากการเรียกชื่อ alde- ของแอลดีไฮด์ รวมกับ -ol ของแอลกอฮอล์)

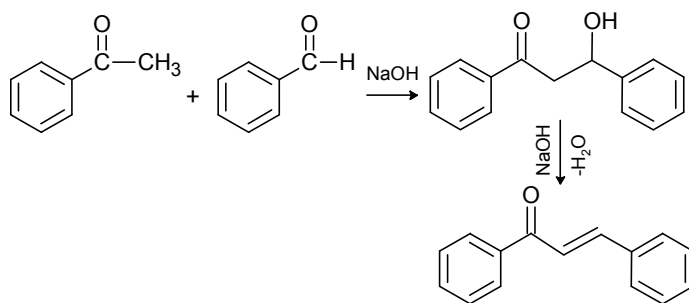
ขั้นแรก เบสทำปฏิกิริยากับแอลฟาไฮโดรเจนของแอลดีไฮด์หรือคีโตนตัวที่หนึ่ง เกิดเป็นอินอเลทไฮดรอกไซด์ซึ่งจะเข้าไปเติมที่ตำแหน่งอะตอมคาร์บอนของหมู่คาร์บอนิลของแอลดีไฮด์หรือคีโตนตัวอื่นในปฏิกิริยาการเติมนิวคลีโอไฟล์ เกิดเป็นบีตาไฮดรอกซีคาร์บอนิล



ถ้ามีเบสมากเกินไป ปฏิกิริยาไฮดรอกซีคาร์บอนิลที่ได้จะเกิดปฏิกิริยาการกำจัดน้ำ (dehydration) โดยเบสจะดึงแอลฟาไฮโดรเจนที่แอลฟา-คาร์บอน และหลุดหมู่ไฮดรอกซีจากเบต้า-คาร์บอน ได้สารประกอบคาร์บอนิลที่มีพันธะคู่ที่ตำแหน่ง α และ β ซึ่งมีความเสถียรมากขึ้นตามจำนวนพันธะคอนจูเกต มีลักษณะเป็นของเหลวข้น

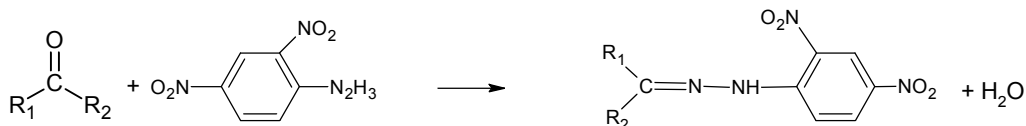


หากแอลดีไฮด์และคีโตนทำปฏิกิริยากันจะเรียก mixed aldol condensation ตัวอย่างปฏิกิริยาระหว่างอะซีโตนและเบนซัลดีไฮด์



2.5 ปฏิกิริยากับ 2,4-dinitrophenyl hydrazine

เป็นปฏิกิริยาการเติมนิวคลีโอไฟล์ที่หมู่คาร์บอนิล โดยแอลดีไฮด์และคีโตนจะทำปฏิกิริยากับ 2,4-ไดไนโตรเฟนิลไฮดราซีน ได้ 2,4-ไดไนโตรเฟนิลไฮดราโซนที่ไม่ละลายน้ำ ถ้าเป็นแอลดีไฮด์หรือคีโตนที่หมู่คาร์บอนิลไม่มีพันธะต่อเนื่องกับหมู่ฟังก์ชันอื่นจะเกิดปฏิกิริยาได้ตะกอนสีเหลือง ถ้าเป็นแอลดีไฮด์หรือคีโตนที่หมู่คาร์บอนิลมีพันธะต่อเนื่องกับหมู่ฟังก์ชันอื่นจะเกิดปฏิกิริยาได้ตะกอนส้ม



2.6

Iodoform

test

แอลดีไฮด์และคีโตนที่มีหมู่อะซิติล ($\text{CH}_3\text{CO}-$) จะทำปฏิกิริยากับไอโอดีนในโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์และโซเดียมไฮดรอกไซด์ ให้ไอโอดิฟอร์ม (CHI_3) เป็นตะกอนสีเหลือง

อุปกรณ์

เครื่องแก้วและอุปกรณ์พื้นฐาน

สารเคมี

- | | |
|--|-----------------------------------|
| 1. เมทานอล (Methanol) | 6. แอซีโตน (Acetone) |
| 2. 95% เอทานอล (Ethanol) | 7. นอร์มอลบิวทิลดีไฮด์ - |
| 3. ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ (Isopropyl alcohol) | (<i>n</i> -Butylaldehyde) |
| 4. ฟอรัลดีไฮด์ (Formaldehyde) | 8. บิวทาโนน (Butanone) |
| 5. อะเซทัลดีไฮด์ (Acetaldehyde) | 9. เบนซัลดีไฮด์ (Benzaldehyde) |
| 11. Schiff's reagent | 10. อะซีโตนฟีโนน (Acetophenone) |
| 12. Fehling's solution #1 $\text{CuSO}_4(\text{aq})$ | |
| 13. Fehling's solution #2 $\text{NaOOC-CH(OH)CH(OH)COOK:NaOH}$ | |
| 14. Chromic acid | |
| 15. Saturated Sodium bisulfite solution | |
| 16. Sodium bisulfite ใน Ethyl alcohol | |
| 17. 2,4-dinitrophenylhydrazine | |
| 18. Iodine ใน potassium iodide | |
| 19. 0.2 M $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ | 24. 6M HNO_3 |
| 20. 5.0 M H_2SO_4 | 25. 1 M HCl |
| 21. 5% AgNO_3 | 26. conc. H_2SO_4 |
| 22. 10% NaOH | 27. Copper wire |
| 23. 2% NH_4OH | |

การทดลอง

1. การเตรียมแอลดีไฮด์และคีโตน

1.1. การเตรียมฟอรัลดีไฮด์

เติมน้ำกลั่น 1 mL ในหลอดทดลองแล้วเติม Methyl alcohol ลงไป 10 หยด เฝ้าปายลวดทองแดงด้วยเปลวไฟจากตะเกียงเบนซีนจนลวดแดง จากนั้นจุ่มปลายลวดลงในสารละลายในหลอดทดลอง ทำซ้ำ 2-3 ครั้ง บันทึกกลิ่นของสารที่ได้

นำหลอดทดลองมาเติม Schiff's reagent 2-3 หยด เขย่าและสังเกตสีหรือตะกอนที่เกิดขึ้น บันทึกผล

1.2. การเตรียมแอซีโตน

เติมสารละลาย 0.2 M $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 1 mL ในหลอดทดลอง เติม conc. H_2SO_4 4 หยด เขย่า เติม *i*-propyl alcohol 4 หยด อุ่นหลอดในเครื่องอังไอน้ำ สังเกตการเปลี่ยนแปลงและบันทึกผล

2. ปฏิกริยาออกซิเดชัน

สารทดสอบ : Formaldehyde, Acetaldehyde, Benzaldehyde, Acetone

2.1. การทดสอบแอลดีไฮด์ โดย Sodium dichromate และกรดซัลฟิวริกเจือจาง

เติม 0.2 M $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ และ 5 M H_2SO_4 อย่างละ 1 mL ลงในหลอดทดลองรวม 4 หลอด หยดสารทดสอบ 3 หยด ลงไปในหลอดทดลอง หลอดละชนิด เขย่าประมาณ 3-4 นาที สังเกตการเปลี่ยนสีของสารละลายและบันทึกผล (หากสารทดสอบไม่ละลายน้ำ ให้เติมแอซีโตน ลงไป 3-4 mL)

2.2. การทดสอบแอลดีไฮด์ด้วย Tollen's reagent

ข้อควรระวัง Tollen's reagent เตรียมแล้วต้องใช้ทันที เพราะอาจเกิดตะกอน Silver azide (AgN_3) ที่สามารถระเบิดได้ และเมื่อทดลองเสร็จหากมีคราบกระจกเงิน ติดอยู่ข้างในหลอดให้ล้างด้วย 6M HNO_3

เตรียม Tollen's reagent โดยเติม 5% AgNO_3 2 mL ในหลอดทดลองที่สะอาด เติม 10% NaOH 1 หยด เขย่า จากนั้นเติม 2% NH_4OH ลงไปที่ละหยด โดยต้องใช้แท่งแก้วคนตลอดเวลาที่หยดสาร จนกระทั่งตะกอนของ Silver oxide ละลายหมดหรือจนกระทั่งสารละลายใส แบ่งสารละลายใสที่ได้ออกเป็น 4 ส่วนใส่หลอดทดลองที่สะอาด 4 หลอด

เติมสารทดสอบแต่ละชนิดใส่หลอดทดลอง 4 หลอดตามลำดับ หลอดละ 2 หยด เขย่าแล้วตั้งทิ้งไว้ 10 นาที สังเกตการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้น หากหลอดใดไม่มีการเปลี่ยนแปลงให้นำหลอดไปอุ่นในเครื่องอ่างน้ำ 5 นาที สังเกตการเปลี่ยนแปลง และบันทึกผล

2.3. การทดสอบอะลิฟาติกแอลดีไฮด์ด้วย Fehling's reagent

ผสมสารละลาย Fehling's solution #1 (CuSO_4) และ Fehling's solution #2 (Sodium potassium Tartrate ใน NaOH) อย่างละ 2 mL ลงในหลอดทดสอบรวม 4 หลอด เติมสารทดสอบอย่างละ 3 หยดลงในหลอดทดลองแต่ละหลอด ตามลำดับ เขย่า แล้วอุ่นในเครื่องอ่างน้ำ เป็นเวลา 5 นาที บันทึกผล

3. ปฏิกริยากับ Schiff's reagent

สารทดสอบ: Formaldehyde, Acetaldehyde, Benzaldehyde, Acetone

ข้อควรระวัง *p*-rosaniline hydrochloride เป็นสารก่อมะเร็งและสารก่อการกลายพันธุ์ ถ้าผิวหนังให้ล้างด้วยน้ำอุ่นปริมาณมากอย่างรวดเร็ว

เติมน้ำกลั่น 3 mL ลงในหลอดทดลองรวม 4 หลอด จากนั้นเติมสารทดสอบ 2 หยด ลงในหลอดทดลองหลอดละชนิด ตามลำดับ เติม Schiff's reagent 1 mL ลงในแต่ละหลอด เขย่า สังเกตการเปลี่ยนแปลงภายใน 3-4 นาที

4. ปฏิกริยากับเบสแก่

4.1. ปฏิกริยา Cannizzaro ของแอลดีไฮด์ที่ไม่มีแอลฟาไฮโดรเจน

เติม 50% NaOH 5 mL และ Benzaldehyde 3 หยด ใส่หลอดทดลอง นำไปอุ่นในเครื่องอ่างน้ำ เขย่าขณะอุ่นสาร จนได้สารละลายใส นำสารละลายมาเติม 1 M HCl จนเป็นกรด แล้วเติม 1M HCl เพิ่มอีก 3 mL สังเกตว่ามีตะกอนเกิดขึ้นหรือไม่ บันทึกผล

4.2. ปฏิกริยา Aldol condensation ระหว่างแอลดีไฮด์และคีโตน

เติม Benzaldehyde และ Acetophenone อย่างละ 10 หยด ลงในหลอดทดลองเดียวกัน สังเกตลักษณะของสารที่ได้ ค่อยๆ เติม 95% เอทานอล 2 mL ลงในหลอดทดลองโดยให้เขย่าหลอด

ขณะเติม จากนั้นเติม 50% NaOH 3 หยด เขย่าหลอด 1-2 นาที สังเกตสีของสารละลาย แล้วตั้งหลอดทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องประมาณ 15 นาที สังเกตสีของสารละลายอีกครั้ง

นำหลอดทดลองไปแช่ในอ่างน้ำแข็ง จะสังเกตเห็นผลึกสีขาวเหลือง หากไม่พบผลึกให้ใช้แท่งแก้วขูดด้านในหลอดตรงรอยต่อระหว่างของเหลวกับอากาศ สังเกตผลึกที่ได้ บันทึกผล

5. ปฏิกริยากับ 2,4-dinitrophenyl hydrazine

สารทดสอบ : Acetaldehyde, Butyraldehyde, Acetone, Benzaldehyde, Acetophenone

เติม 95% เอทานอล 2 mL ลงในหลอดทดลอง 5 หลอด เติมสารทดสอบอย่างละ 2 หยด ลงในหลอดทดลองแต่ละหลอด หลอดละชนิด ตามลำดับ เติม 2,4-dinitrophenylhydrazine ที่เตรียมใหม่ 3 mL ลงในแต่ละหลอด เขย่าสารละลายอย่างแรง สังเกตตะกอนที่เกิดขึ้นและบันทึกผล (อาจต้องตั้งทิ้งไว้ 15 นาที)

5. Iodoform test

สารทดสอบ : Acetaldehyde, Butyraldehyde, Acetone, Benzaldehyde, Acetophenone

เตรียมหลอดทดลอง (ขนาดยาว) จำนวน 5 หลอด เติมสารละลายไอโอดีนในโพแทสเซียม-ไอโอไดต์ 5 หยด ลงในหลอดทดลองทั้ง 5 หลอด หยดสารตัวอย่างแอลดีไฮด์ และคีโตน ได้แก่ Acetaldehyde, Butyraldehyde, Acetone, Benzaldehyde, Acetophenone หลอดละ 2 หยด ในหลอดที่ 1 – 5 ตามลำดับ เติมสารละลายเบส 10% NaOH ทั้ง 5 หลอด หลอดละ 1 หยด พร้อมทั้งเขย่าแรงๆ เติมสารละลายเบสจนกระทั่งสีของไอโอดีนจางหายไป สังเกตการเปลี่ยนแปลง และบันทึกผลการทดลอง

วันที่ /..... /.....	ชื่ออาจารย์ผู้สอน:	
รายชื่อผู้ทำการทดลอง	1.ชื่อ-สกุล:	รหัสสนិត:
	2.ชื่อ-สกุล:	รหัสสนិត:
	3.ชื่อ-สกุล:	รหัสสนិត:

รายงานการทดลองบทที่ 9 แอลดีไฮด์และคีโตน

ผลการทดลอง

1. การเตรียมสารประกอบแอลดีไฮด์และคีโตน

- 1.1 สมการเคมีของการเตรียมฟอร์มัลดีไฮด์
 การเปลี่ยนแปลงที่สังเกตได้
- 1.2 สมการเคมีของการเตรียมแอซีโตน
 การเปลี่ยนแปลงที่สังเกตได้

2. และ 3. ปฏิกริยาออกซิเดชัน และการทดสอบกับ Schiff's reagent

การทดลอง	ผลการทดลอง			
	Formaldehyde	Acetaldehyde	Benzaldehyde	Acetone
2. ปฏิกริยาออกซิเดชัน				
2.1 Sodium dichromate				
2.2 Tollen's reagent				
2.3 Fehling's reagent				
3. การทดสอบกับ Schiff's reagent				

4. ปฏิกริยากับเบสแก่

4.1 การเกิดปฏิกิริยา Cannizzaro reaction ของ Benzaldehyde

สมการเคมี :

การเปลี่ยนแปลงที่สังเกตได้ :

4.2 การเกิดปฏิกิริยา Aldol condensation ระหว่าง Benzaldehyde และ Acetaldehyde

สมการเคมี :

เมื่อเติม NaOH จะพบ

เมื่อตั้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง จะพบ

เมื่อแช่น้ำแข็ง จะพบ

5. ปฏิกริยากับอนุพันธ์แอมโมเนีย และ 6. การทดสอบ Iodoform test

Aldehyde / Ketone	ผลการทดลอง	
	2,4-Dinitrophenyl hydrazine	Iodoform test
Acetaldehyde		
<i>n</i> -Butyraldehyde		
Acetone		
Benzaldehyde		
Acetophenone		

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

.....

.....

.....

.....

คำถามท้ายบท

1. จงเขียนสูตรโครงสร้างของสารต่อไปนี้ โดยให้ระบุว่าเป็น แอลดีไฮด์หรือคีโตน และให้ระบุตำแหน่งของ แอลฟาไฮโดรเจน (ถ้ามี)
 - 1.1. Formaldehyde
 - 1.2. Acetaldehyde
 - 1.3. Acetone
 - 1.4. n-Butylaldehyde
 - 1.5. i-Butylaldehyde
 - 1.6. Butanone
 - 1.7. Benzaldehyde
 - 1.8. Acetophenone
 - 1.9. Propiophenone
 - 1.10. Propanone
2. จงบอกความแตกต่างระหว่างสารประกอบต่อไปนี้ และระบุว่าการทดลองใดที่ใช้แยกความแตกต่างระหว่างสารดังกล่าวได้
 - 2.1. Acetophenone และ Propiophenone
 - 2.2. Benzaldehyde และ Benzyl alcohol
 - 2.3. Acetophenone และ Benzaldehyde
3. สาร A และ B มีสูตรโมเลกุลเป็น $C_5H_{10}O$ เมื่อทำการทดสอบสารทั้งสองได้ผลการทดลองดังนี้
 - เมื่อทำปฏิกิริยากับ 2,4-dinitrophenyl-hydrazine reagent พบว่าทั้งสาร A และสาร B ให้ตะกอนสีเหลือง
 - เมื่อทดสอบกับ Tollen's reagent พบว่าทั้ง A และ B ไม่เกิด silver mirror
 - เมื่อทดสอบด้วย Iodoform Test พบว่า A ให้ตะกอนสีเหลือง ส่วน B ไม่เกิดตะกอน
 - 3.1. จงเขียนสูตรโครงสร้างของสาร $C_5H_{10}O$ ที่เป็นไปได้ทั้งหมด หากสารดังกล่าวเป็นแอลดีไฮด์หรือ คีโตน
 - 3.2. จงเขียนสูตรโครงสร้างและชื่อ IUPAC ของสาร A และ สาร B
4. จงเขียนปฏิกิริยาการเกิดสารต่อไปนี้
 - 4.1. 2,4-dinitrophenylhydrazone
 - 4.2. β -hydroxybutylaldehyde
 - 4.3. Iodoform

บทที่ 10

กรดคาร์บอกซิลิกและอนุพันธ์

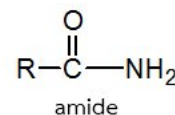
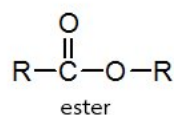
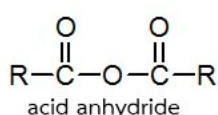
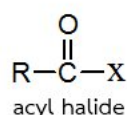
วิรมล วัลลิชิต

วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาสมบัติของสารประกอบกรดคาร์บอกซิลิก
2. เพื่อศึกษาปฏิกิริยาของสารประกอบกรดคาร์บอกซิลิกและอนุพันธ์

คำอธิบาย

กรดคาร์บอกซิลิก คือ สารประกอบอินทรีย์ที่มีหมู่ฟังก์ชันเป็นหมู่คาร์บอกซิล ($-\text{COOH}$) ส่วนอนุพันธ์ของกรดคาร์บอกซิลิก คือสารประกอบอินทรีย์ที่หมู่ $-\text{OH}$ ของกรดคาร์บอกซิลิกถูกแทนที่ด้วยหมู่อื่น เช่น $-\text{X}$, $-\text{OCOR}$, $-\text{OR}$ หรือ $-\text{NH}_2$ เป็นต้น ตัวอย่างเช่น



โดยที่หมู่ R อาจเป็นไฮโดรเจน หมู่แอลคิล หรือหมู่เอริลก็ได้ และ X คือ แฮโลเจน

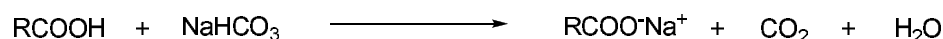
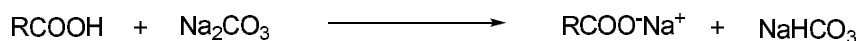
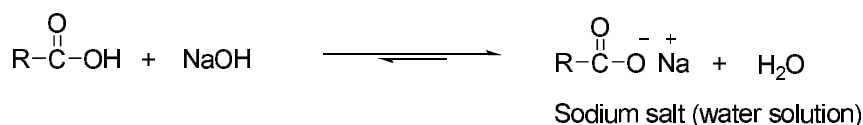
สมบัติของกรดคาร์บอกซิลิก

1. การละลาย

กรดคาร์บอกซิลิกโมเลกุลเล็กจะละลายน้ำได้ดี เนื่องจากสามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนกับน้ำได้ แต่เมื่อจำนวนคาร์บอนเพิ่มมากขึ้นจะละลายน้ำได้น้อยลง

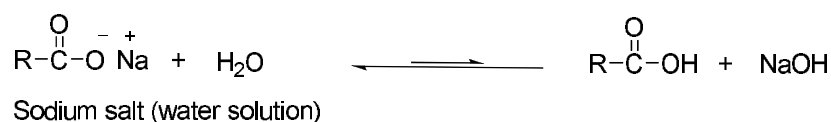
2. ความเป็นกรด

กรดคาร์บอกซิลิกมีสมบัติเป็นกรด เมื่อทำปฏิกิริยากับเบสจะได้เกลือของกรดคาร์บอกซิลิก

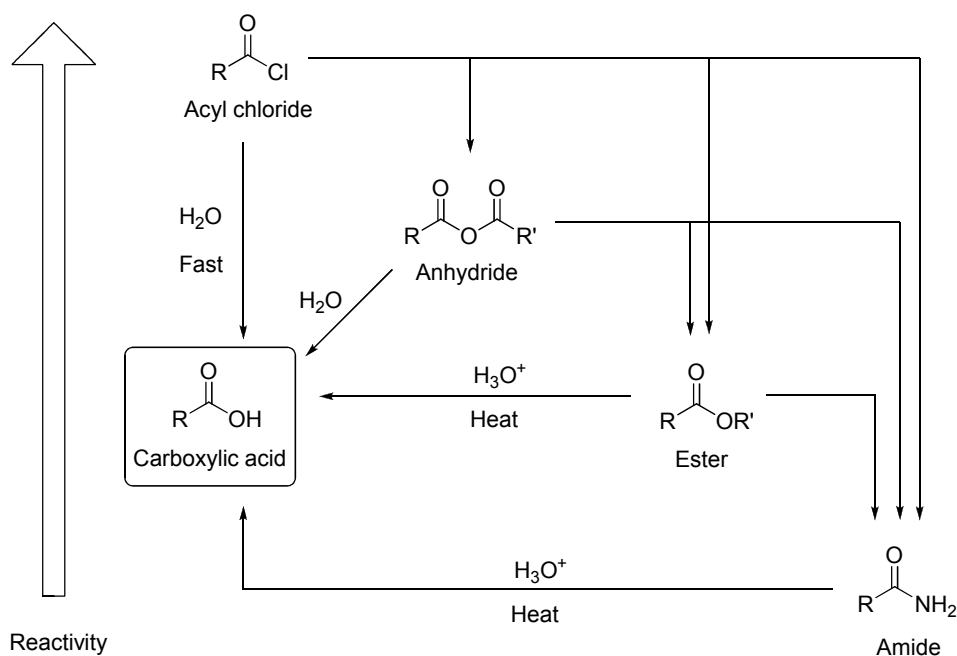


ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) ของเกลือของกรดคาร์บอกซิลิก และอนุพันธ์ต่าง ๆ

เกลือของกรดคาร์บอกซิลิกสามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้



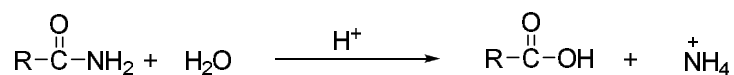
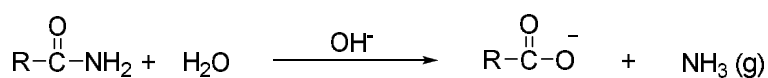
อนุพันธ์ต่างๆ ของกรดคาร์บอกซิลิกทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้กรดคาร์บอกซิลิก ดังแสดงในรูปที่ 10.1



รูปที่ 10.1 แสดงความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของกรดคาร์บอกซิลิกและอนุพันธ์

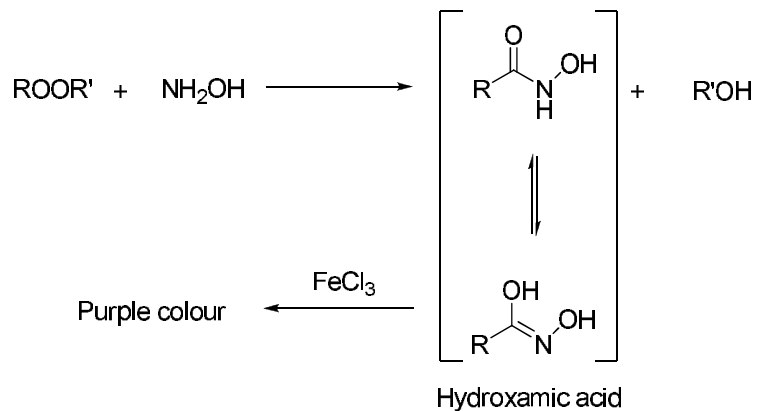
โดยอนุพันธ์แอสิดคลอไรด์ และแอสิดแอนไฮไดรด์ ทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิห้อง ส่วนอนุพันธ์เอสเทอร์ และอะไมด์ทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเมื่อมีกรดหรือเบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่มีกรด หรือเบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นดังสมการ



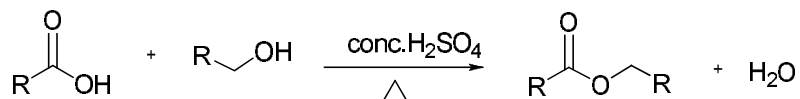
ปฏิกิริยาการทดสอบไฮดรอกซามาต (Hydroxamate)

ปฏิกิริยาการทดสอบไฮดรอกซามาต เป็นปฏิกิริยาระหว่างอนุพันธ์ของกรดคาร์บอกซิลิกกับไฮดรอกซิลามีน ได้เป็นกรดไฮดรอกซามิก ซึ่งทำปฏิกิริยากับเพอริกคลอไรด์ได้สารเชิงซ้อนเพอริกไฮดรอกซามาตที่มีสีม่วง หรือม่วงแดง ดังสมการ



ปฏิกิริยาการเตรียมเอสเทอร์ (Esterification)

เอสเทอร์เป็นอนุพันธ์ของกรดคาร์บอกซิลิก เตรียมได้จากกรดคาร์บอกซิลิกทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์ที่อุณหภูมิสูง โดยมีกรดซัลฟิวริกเข้มข้นเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เอสเทอร์เป็นสารที่มีกลิ่นหอมพบได้ในผลไม้หรือดอกไม้ต่างๆ โดยเอสเทอร์แต่ละชนิดมีกลิ่นที่แตกต่างกัน เช่น กลิ่นกล้วย (butyl ethanoate) กลิ่นสับปะรด (ethyl butanoate) กลิ่นแอปเปิ้ล (methyl butanoate) กลิ่นน้ำยาล้างเล็บ (ethyl ethanoate) เป็นต้น



อุปกรณ์

เครื่องแก้วและอุปกรณ์พื้นฐาน

สารเคมี

1. กรดแอสติก (acetic acid)
2. กรดเบนโซอิก (benzoic acid)
3. เอทิลอะซิเตต (ethyl acetate)
4. อะซิทามิด (acetamide)
5. โซเดียมอะซิเตต (sodium acetate)
6. สารละลาย 10% NaOH
7. สารละลาย 10% Na₂CO₃
8. สารละลาย 10% NaHCO₃
9. สารละลาย 10% H₂SO₄
10. สารละลาย 1M NH₂OH.HCl ในเอทานอล
11. สารละลาย 10% FeCl₃
12. สารละลาย 6 M HCl

13. สารละลาย 2 M KOH
14. สารละลายคองโกเรด (congo red)
15. กระดาษลิตมัสสีแดง (red litmus paper)

ข้อควรระวัง

1. กรดคาร์บอกซิลิกและอนุพันธ์มีฤทธิ์กัดกร่อน ให้ใส่แว่นตานิรภัยตลอดการทดลอง ควรใช้ที่จับหลอดทดลอง และทำการทดลองในตู้ควัน
2. ระวังไม่ให้กรด หรือเบสสัมผัสผิวหนังตา ผิวหนัง และเสื้อผ้า

การทดลอง

1. การละลาย

สารทดสอบ 1. กรดแอสซิติค 2. กรดเบนโซอิก

ตวงน้ำกลั่นปริมาตร 1 mL ใส่ในหลอดทดลองขนาดเล็ก เติมกรดที่ทดสอบลงไป 2 หยด หรือ 0.5 mg (เท่าเมล็ดถั่วเขียว) เขย่า สังเกตว่ากรดที่เติมลงไปรวมเป็นเนื้อเดียวกันกับน้ำหรือไม่ แล้วหยดสารละลายคองโกเรด 2 หยด สังเกตสี บันทึกผลการทดลอง (สีของสารละลาย)

หมายเหตุ : ช่วง pH ของคองโกเรดคือ 3-5 สีที่เปลี่ยนน้ำเงิน-แดง

2. ความเป็นกรด

สารทดสอบ 1. กรดแอสซิติค 2. กรดเบนโซอิก

ตวงสารละลาย 10% NaOH, 10% Na₂CO₃ และ 10% NaHCO₃ ปริมาตร 1 mL ใส่ในหลอดทดลองขนาดเล็ก สารละลายสองหลอด เติมกรดที่ต้องการทดลองลงไป 2 หยด หรือ 0.5 mg (เท่าเมล็ดถั่วเขียว) เขย่า สังเกตการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้น บันทึกผลการทดลอง

3. ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเกลือของกรดคาร์บอกซิลิก และอนุพันธ์เอสเทอร์

สารทดสอบ 1. โซเดียมอะซิเตต 2. เอทิลอะซิเตต

ตวงน้ำกลั่นปริมาตร 1 mL ใส่ในหลอดทดลองขนาดเล็ก 2 หลอด เติมสารที่ต้องการทดลอง 2 หยด หรือ 0.5 mg ลงไปในแต่ละหลอด เขย่าหลอดทดลอง หยดสารละลายคองโกเรด 2 หยด บันทึกสีของสารละลาย

4. ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของอะมิต

เติมอะซิทามิด 0.5 mg ลงไปในหลอดทดลองซึ่งบรรจุ 10% NaOH ปริมาตร 1 mL นำไปต้มให้เดือด และทดสอบแก๊สที่เกิดขึ้นโดยใช้กระดาษลิตมัสสีแดงที่เปียกชื้นอังที่ปากหลอดทดลอง บันทึกผล และเขียนปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ ทำการทดลองซ้ำอีกครั้งโดยเปลี่ยนจาก 10% NaOH เป็น 10% H₂SO₄

5. ปฏิกิริยาการทดสอบไฮดรอกซามาต

สารทดสอบ 1. เอทิลอะซิเตต 2. อะซิทามิด

เติมสารทดสอบ 2 หยด หรือ 0.5 mg ลงไปในหลอดทดลอง ซึ่งบรรจุสารละลาย 1 M NH₂OH.HCl ในเอทานอล 10 หยด เติม 2 M KOH ลงไปจนสารละลายเป็นเบส และเติมเพิ่มอีก 4 หยด นำไปต้มให้เดือด ปลอ่ยให้สารละลายเย็นลง แล้วจึงเติม 6 M HCl จนสารละลายเป็นกรด หยดสารละลาย 10% FeCl₃ ลงไป 2-3 หยด สังเกตการเปลี่ยนแปลงสีของสารละลาย บันทึกผลการทดลอง

6. ปฏิบัติการเตรียมเอสเทอร์

หยดกรดแอสติก 10 หยดลงในหลอดทดลองที่แห้ง เติมนอร์มอล-บิวทิลแอลกอฮอล์ 10 หยด และเติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น (conc. H_2SO_4) 2 หยด เขย่าให้เข้ากัน นำหลอดทดลองอุ่นในน้ำเดือดเป็นเวลา 5 นาที เทสารละลายลงในปิកเกอร์ขนาด 100 mL ที่บรรจุน้ำผสมน้ำแข็ง 25 mL บันทึกกลิ่นของสารละลาย และสิ่งที่สังเกตเห็น

วันที่ /..... /.....	ชื่ออาจารย์ผู้สอน:
รายชื่อผู้ทำการทดลอง	1.ชื่อ-สกุล: รหัสนิสิต:
	2.ชื่อ-สกุล: รหัสนิสิต:
	3.ชื่อ-สกุล: รหัสนิสิต:

รายงานการทดลองบทที่ 10
กรดคาร์บอกซิลิกและอนุพันธ์

ผลการทดลอง

1. การละลาย

กรดคาร์บอกซิลิก	ผลการทดลอง		
	การละลายน้ำ	สีสารละลายคองโกเรด	pH ของสารละลาย
กรดแอสซิติค			
กรดเบนโซอิก			

2. ความเป็นกรด

กรดคาร์บอกซิลิก	ผลการทดลอง		
	10% NaOH	10% Na ₂ CO ₃	10% NaHCO ₃
กรดแอสซิติค			
กรดเบนโซอิก			

3. ปฏิกริยาไฮโดรไลซิสของเกลือของกรดคาร์บอกซิลิก และอนุพันธ์เอสเทอร์

เกลือของกรดคาร์บอกซิลิก และอนุพันธ์เอสเทอร์	สีสารละลายคองโกเรด
โซเดียมอะซิเตด	
เอทิลอะซิเตด	

4. ปฏิกริยาไฮโดรไลซิสของอะมิด

อะซิทามิด	สีของกระดาษลิตมัส
10% NaOH	
10% H ₂ SO ₄	

สมการเคมีของปฏิกิริยา

ในกรด

.....

ในเบส

.....

5. ปฏิกริยาการทดสอบไฮดรอกซามेट

อนุพันธ์กรดคาร์บอกซิลิก	ผลการทดลอง
เอทิลอะซิเตด	
อะซิทามิด	

6. ปฏิบัติการเตรียมเอสเทอร์

สมการปฏิบัติการเตรียมเอสเทอร์

.....

ลักษณะและกลิ่นของสารเอสเทอร์

.....

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

.....

.....

.....

.....

.....

.....

คำถามท้ายบท

1. ปฏิกิริยา Dehydration กับ Hydrolysis มีข้อแตกต่างกันอย่างไร จงยกตัวอย่างปฏิกิริยาทั้งสอง
2. จงบอกวิธีการทดสอบเพื่อแยกความแตกต่างของสารคู่ต่อไปนี้
 กรดแอสติก กับ เอทานอล
 แอสติกแอนไฮไดรต์ กับ เอทิลอะซิเตด
 กรดแอสติก กับ อะซิทิลคลอไรด์
3. จงเขียนสมการการเตรียมกรดเบนโซอิก จากอนุพันธ์แอสิดคลอไรด์และอนุพันธ์เอสเทอร์ ตามลำดับ

บทที่ 11

เอมีน

ศศิวิทย์ บุญญะอุทรยาน

วัตถุประสงค์

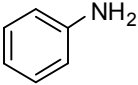
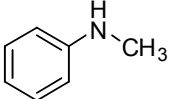
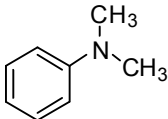
เพื่อศึกษาสมบัติทางกายภาพและปฏิกิริยาบางประการของสารประกอบเอมีน

คำอธิบาย

สารประกอบเอมีนเป็นอนุพันธ์ของแอมโมเนีย (NH_3) กล่าวคือมีการแทนที่ H อะตอมของแอมโมเนียด้วยหมู่แอลคิล หรือหมู่แอริล (Alkyl-, Aryl group) ถ้ามีการแทนที่ด้วยหมู่แอลคิล จะเรียกเอมีนชนิดนั้นว่า อะลิเฟติกเอมีน (Aliphatic amine) ในขณะที่ถ้าแทนที่ด้วยหมู่แอริล จะเรียกว่า แอโรมาติกเอมีน (Aromatic amine) หรืออะนิลีน (Aniline)

สารประกอบเอมีน แบ่งออกเป็น 3 ประเภท ตามจำนวนหมู่แทนที่ H อะตอม ได้แก่ เอมีนชนิดปฐมภูมิ (Primary amine) เอมีนชนิดทุติยภูมิ (Secondary amine) และเอมีนชนิดตติยภูมิ (Tertiary amine) ดังแสดงในตารางที่ 11.1

ตารางที่ 11.1 แสดงชนิดของเอมีนและตัวอย่าง

ชนิดของเอมีน	สูตรทั่วไป	ตัวอย่าง	
		Aliphatic amine	Aromatic amine
เอมีนปฐมภูมิ (Primary amine)	$\text{R}-\text{NH}_2$	CH_3-NH_2 Methylamine	 Aniline
เอมีนทุติยภูมิ (Secondary amine)	$\begin{matrix} \text{R}' \\ \\ \text{R}-\text{NH} \end{matrix}$	$\begin{matrix} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3-\text{NH} \end{matrix}$ Dimethylamine	 N-methylaniline
เอมีนตติยภูมิ (Tertiary amine)	$\begin{matrix} \text{R}' \\ \\ \text{R}-\text{N}-\text{R}'' \end{matrix}$	$\begin{matrix} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3-\text{N}-\text{CH}_3 \end{matrix}$ Trimethylamine	 N,N-dimethylaniline

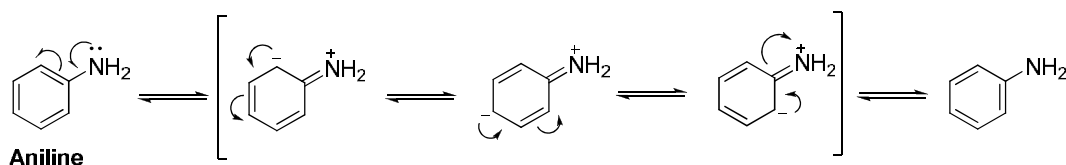
สมบัติและปฏิกิริยาของเอมีน

1.1 สมบัติการละลาย

โดยทั่วไปสารประกอบเอมีนสามารถละลายได้ในตัวทำละลายอินทรีย์ เช่น ไดคลอโรมีเทน อีเทอร์ สำหรับเอมีนมวลโมเลกุลต่ำๆ (C 1-4 อะตอม) สามารถละลายน้ำได้ เนื่องจากสามารถเกิดพันธะไฮโดรเจน (H-Bond) กับน้ำได้

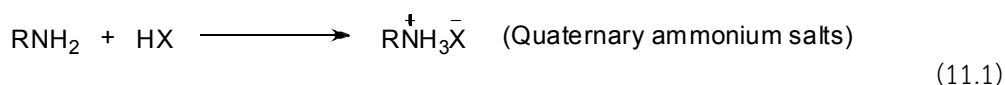
1.2 ความเป็นเบสของเอมีน

สารประกอบเอมีนมีสมบัติเป็นเบส เนื่องจากมีอิเล็กตรอนที่ไม่ได้สร้างพันธะเหลืออยู่ (Lone pair electron) จึงสามารถให้คู่อิเล็กตรอนได้ โดยทั่วไปแล้ว แอลคิลเอมีน จะมีความเป็นเบสสูงกว่า แอมโมเนีย (NH₃) เนื่องจากผลของ Inductive effect กล่าวคือหมู่แอลคิลที่มาแทนที่จะเพิ่มความหนาแน่นของอิเล็กตรอนได้ ในขณะที่แอมโรมาติกเอมีน หรืออะนิลีน จะมีความเป็นเบสต่ำกว่า เพราะอิเล็กตรอนที่ไม่ได้สร้างพันธะที่ N อะตอมสามารถเกิด Resonance เคลื่อนที่เข้าไปในวงแอมโรมาติกได้ ดังรูปที่ 11.1



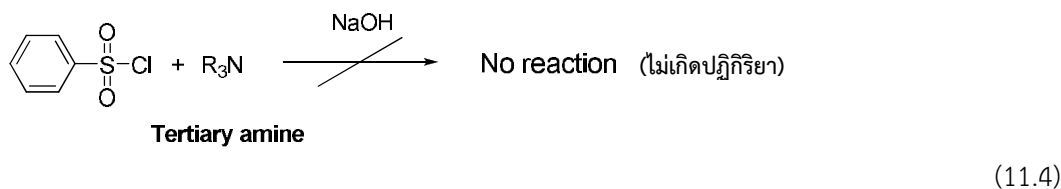
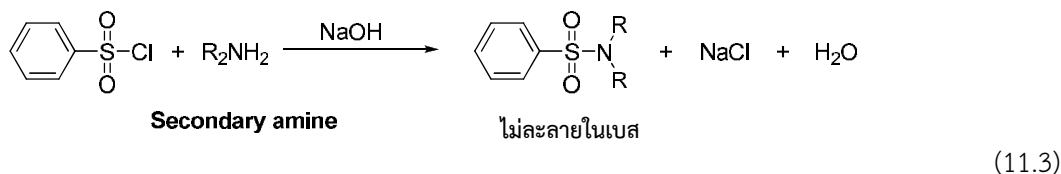
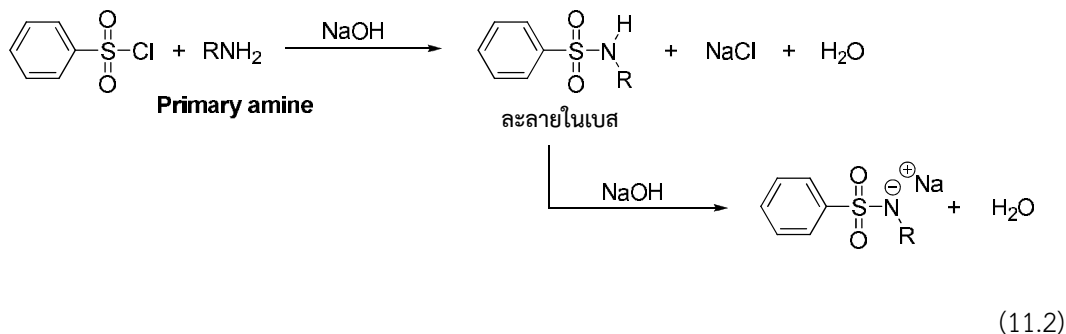
รูปที่ 11.1 การเกิด Resonance ของ Aniline

ด้วยความเป็นเบสของสารประกอบเอมีน จึงทำให้เอมีนสามารถทำปฏิกิริยากับกรด ได้ผลิตภัณฑ์เป็นเกลือที่ละลายน้ำได้ เรียกว่า **Quaternary ammonium salt** ซึ่งสามารถอาศัยสมบัติข้อนี้ในการแยกสารประกอบเอมีนออกจากสารประกอบอินทรีย์ชนิดอื่นๆ ที่ละลายอยู่ในตัวทำละลายอินทรีย์ได้ ดังสมการ 11.1



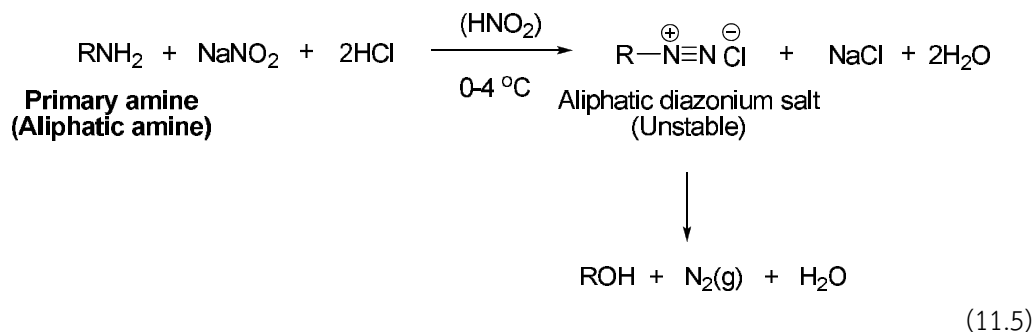
1.3 ปฏิกิริยากับ Benzene sulfonyl chloride หรือ Hinsberg's test

เอมีนชนิดปฐมภูมิ และ เอมีนชนิดทุติยภูมิ สามารถทำปฏิกิริยากับ Benzene sulfonyl chloride (C₆H₅SO₂Cl) ในสภาวะเบสได้ผลิตภัณฑ์เป็น Sulfonamides ซึ่งมีลักษณะเป็นของแข็ง โดย Sulfonamides ที่เกิดจากเอมีนปฐมภูมิ จะสามารถละลายได้ในสภาวะที่เป็นเบส (ตกตะกอนในกรด) เนื่องจาก H ที่เหลือสามารถทำปฏิกิริยากับเบส อยู่ในรูปของเกลือ (สมการ 11.2) ในขณะที่ Sulfonamides ที่เกิดจากเอมีนทุติยภูมิ จะไม่ละลายในสารละลายเบส (สมการ 11.3) สำหรับเอมีนชนิดตติยภูมิไม่ทำปฏิกิริยากับ Benzene sulfonyl chloride (สมการ 11.4) ด้วยเหตุนี้ปฏิกิริยานี้จึงสามารถใช้บอกความแตกต่างของชนิดเอมีนได้



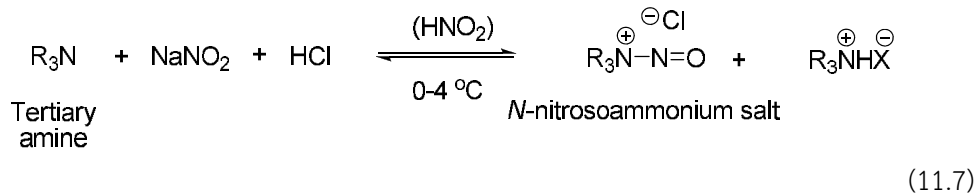
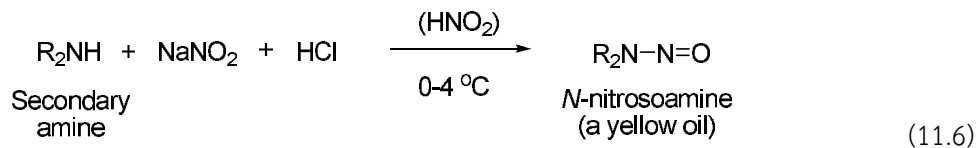
1.4 ปฏิกิริยากับกรดไนตริก

อะลิเฟติกเอมีน ชนิดปฐมภูมิ สามารถทำปฏิกิริยากับกรดไนตริก (HNO_2) ซึ่งเตรียมได้จาก NaNO_2 ผสมกับ HCl ที่อุณหภูมิต่ำ ได้ผลิตภัณฑ์เป็นเกลือไดอะโซเนียม (Diazonium salts) ซึ่งไม่เสถียร สามารถทำปฏิกิริยาต่อได้ผลิตภัณฑ์เป็น แอลกอฮอล์ (ROH) แก๊สไนโตรเจน (N_2) และน้ำ (H_2O) ดังสมการที่ 11.5

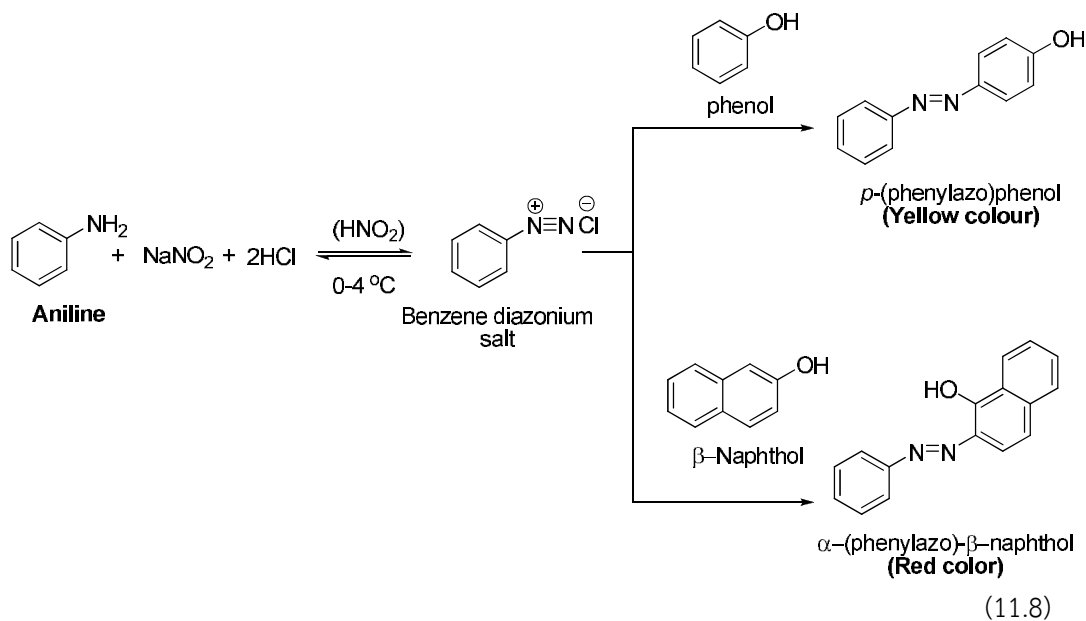


เอมีนชนิดทุติยภูมิ ทั้งอะลิเฟติกและแอโรมาติกเอมีนทำปฏิกิริยากับกรดไนตริกที่อุณหภูมิต่ำได้ผลิตภัณฑ์เป็น *N*-Nitrosoamine ซึ่งมีลักษณะเป็นของแข็งหรือของเหลวสีเหลืองที่ไม่ละลายน้ำ และเป็นสารก่อมะเร็ง (สมการ 11.6)

สำหรับเอมีนตติยภูมิไม่ทำปฏิกิริยากับกรดไนตริก แต่จะเปลี่ยนไปอยู่ในรูปของเกลือแทน (สมการ 11.7)



สำหรับปฏิกิริยาระหว่างแอมโรมาติกเอมีนชนิดปฐมภูมิกับกรดไนตริก ได้ผลิตภัณฑ์เป็นเกลือเบนซีนไดอะโซเนียม (Benzene diazonium salt) เรียกปฏิกิริยานี้ว่า **ปฏิกิริยาไดอะโซไทเซชัน** (Diazotization reaction) ซึ่งเกลือเบนซีนไดอะโซเนียมนี้ สามารถนำมาประยุกต์ใช้ในการสังเคราะห์สีย้อม โดยทำ**ปฏิกิริยาคัปปลิง** (Coupling reaction) กับสารประกอบฟีนอล หรืออนุพันธ์ของฟีนอล ได้ผลิตภัณฑ์เป็นสีย้อมประเภท Azo dye (สมการ 11.8)



อุปกรณ์

เครื่องแก้วและอุปกรณ์พื้นฐาน

สารเคมี

1. เอทิลเอมีน (Ethylamine)
2. ไดเอทิลเอมีน (Diethylamine)
3. ไตรเอทิลเอมีน (Triethylamine)
4. อะนิลีน (Aniline)
5. *N*-เมทิลอะนิลีน (*N*-Methylaniline)
6. *N,N*-ไดเมทิลอะนิลีน (*N,N*-Dimethylaniline)
7. ไดเอทิลอีเทอร์ (Diethyl ether or ether)
8. 6 M กรดไฮโดรคลอริก (6 M HCl)
9. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (conc. HCl)
10. ฟีนอล์ฟทาลีน (Phenolphthalein)
11. บรอมทีมอลบลู (Bromthymol blue)
12. เบนซีนซัลโฟนิลคลอไรด์ (Benzene sulfonyl chloride)
13. 2.5 M โซเดียมไฮดรอกไซด์ (2.5 M NaOH)
14. 10 % โซเดียมไนไตรต์ (10% NaNO₂)
15. สารละลายฟีนอลในเบส (Phenol)
16. สารละลายเบต้าแนฟทอล ในเบส (β -naphthol)

ข้อควรระวัง

1. สารประกอบเอมีนหลายชนิดเป็นพิษ และมีกลิ่นรุนแรง หลีกเลี่ยงการสัมผัสโดยตรง หรือ การหายใจเข้าไปโดยตรง ควรทำการทดลองในตู้ดูดควัน
2. ไดเอทิลอีเทอร์ (อีเทอร์) ติดไฟได้ง่าย ควรระวังอย่าทำการทดลองใกล้แหล่งไฟ

การทดลอง

1.1 สมบัติการละลาย

สารทดสอบ ได้แก่ 1. ไดเอทิลเอมีน 2. ไตรเอทิลเอมีน 3. อะนิลีน

1.1.1 หยดเอมีนที่ใช้ทดสอบอย่างละ 3 หยด ลงในหลอดทดลองที่บรรจุน้ำกลั่น 1 mL สังเกตการละลายน้ำและบันทึกผล (เก็บหลอดทดลองทั้ง 3 ไว้ทดลองในข้อ 1.2.1)

1.1.2 ทำการทดลองซ้ำ ในข้อ 1.1.1 แต่เปลี่ยนตัวทำละลายจากน้ำ เป็นไดเอทิลอีเทอร์ 1 mL สังเกตการละลายในไดเอทิลอีเทอร์ และบันทึกผล

1.1.3 หยดอะนิลีน 1 หยด ลงในหลอดทดลองที่มีน้ำกลั่น 1 mL (หลอดใหม่) เขย่า สังเกตผล ค่อยๆ หยด 6 M HCl ลงไปที่ละหยดพร้อมเขย่าหลอดทดลอง สังเกตการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้น บันทึกผล

1.2 ความเป็นเบสของเอมีน

1.2.1 แบ่งสารละลายเอมีนในน้ำ (1.1.1) ออกเป็น สองหลอด (เขย่าก่อนแบ่ง)

หลอดที่ 1 หยด ฟีนอล์ฟทาไลน์ 1 หยด

หลอดที่ 2 หยด บรอมทีมอลบลู 1 หยด

เขย่า สังเกตสีและการเปลี่ยนแปลง บันทึกผล

ช่วง pH ที่ฟีนอล์ฟทาไลน์เปลี่ยนสี จากไม่มีสีเป็นสีแดง คือ 8 – 10

ช่วง pH ที่บรอมทีมอลบลู เปลี่ยนสี จากสีเหลืองเป็นสีน้ำเงินคือ 6 – 8

1.3 ปฏิกริยากับ Benzene sulfonyl chloride (Hinsberg's test)

สารทดสอบ ได้แก่ 1. อะนิลีน 2. *N*-เมทิลอะนิลีน 3. *N,N*-ไดเมทิลอะนิลีน

1.3.1 หยดเอมีนที่ใช้ทดสอบลงในหลอดทดลองที่สะอาดและแห้ง หลอดละ 3 หยด ตามลำดับ เติมนิวซีนซัลโฟนิลคลอไรด์ลงไปหลอดละ 4 หยด ปิดจุก เขย่าอย่างแรง สังเกตการเปลี่ยนแปลง

1.3.2 เติม 2.5 M NaOH ลงไปในหลอดทดลองทั้งสามหลอดในข้อ 1.3.1 หลอดละ 2 mL เขย่าอย่างแรง สังเกตการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้น บันทึกผล

1.4 ปฏิกริยากับกรดไนตริก

สารทดสอบ ได้แก่ 1. เมทิลเอมีน 2. อะนิลีน

1.4.1 เติมนิวซีนลงในหลอดทดลอง หลอดละ 2 หยดตามลำดับ หลังจากนั้นเติมน้ำกลั่น 2 mL และ conc.HCl 8 หยด (ทำในตู้ดูดควัน) นำหลอดทดลองไปแช่ในอ่างน้ำแข็งจนเย็นจัด หลังจากนั้นเติมนิวซีน 10% NaNO_2 ที่เย็นลงไป 20 หยดพร้อมทั้งเขย่า สังเกตการเปลี่ยนแปลง บันทึกผล (เก็บหลอดที่ทดสอบกับอะนิลีน ไว้สำหรับตอนที่ 1.4.4)

1.4.2 เตรียมสารละลายฟีนอลในเบส โดยการรินสารละลายฟีนอล 2 mL ลงในหลอดทดลองที่แห้งและสะอาด หลังจากนั้นเติมนิวซีน 8 M NaOH 5 หยด เขย่า นำไปแช่ในอ่างน้ำแข็งจนเย็น

1.4.3 เตรียมสารละลายปีต้าแนฟทอล (β -naphthol) ในเบส โดยการรินสารละลาย ปีต้าแนฟทอล 2 mL ลงในหลอดทดลองที่แห้งและสะอาด หลังจากนั้นเติมนิวซีน 8 M NaOH 5 หยด เขย่านำไปแช่ในอ่างน้ำแข็งจนเย็น

1.4.4 นำหลอดที่ใช้อะนิลีนในการทดสอบ จากข้อ 1.4.1 มาแบ่งเป็น 2 หลอด หลอดที่หนึ่ง เทลงไปในหลอดสารละลายฟีนอลในเบส (ข้อ 1.4.2) หลอดที่สอง เทลงในหลอดสารละลายปีต้าแนฟทอลในเบส (ข้อ 1.4.3) เขย่า เติมน้ำกลั่น 3 mL สังเกตการเปลี่ยนแปลง บันทึกผล

วันที่ /..... /.....	ชื่ออาจารย์ผู้สอน:	
รายชื่อผู้ทำการทดลอง	1.ชื่อ-สกุล:	รหัสสถิติ:
	2.ชื่อ-สกุล:	รหัสสถิติ:
	3.ชื่อ-สกุล:	รหัสสถิติ:

รายงานการทดลองบทที่ 11

เอมีน

ผลการทดลอง

1.1 สมบัติการละลาย

เอมีน	สูตรโครงสร้าง	การละลาย	
		H ₂ O (การทดลอง 1.1.1)	Ether (การทดลอง 1.1.2)
ไดเอทิลเอมีน			
ไตรเอทิลเอมีน			
อะนิลีน			

1.1.3) เมื่อเติม 6 M HCl พบว่า.....

จงให้เหตุผลถึงการเปลี่ยนแปลงการละลายของอะนิลีนในน้ำ ภายหลังจากเติม 6 M HCl

(เขียนสมการเคมีประกอบ)

.....

.....

.....

1.2 ความเป็นเบสของเอมีน

เอมีน	สีของอินดิเคเตอร์		ช่วง pH
	ฟีนอล์ฟทาลีน	บรอมทีมอลบลู	
ไดเอทิลเอมีน			
ไตรเอทิลเอมีน			
อะนิลีน			

1.3 ปฏิกริยากับ Benzene sulfonyl chloride (Hinsberg's test)

เอมีน	สูตรโครงสร้าง	รีเอเจนต์	ผลการทดลอง
อะนิลีน		1. เบนซีนซัลโฟนิลคลอไรด์	
		2. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	
N-เมทิลอะนิลีน		1. เบนซีนซัลโฟนิลคลอไรด์	
		2. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	
N,N-ไดเมทิลอะนิลีน		1. เบนซีนซัลโฟนิลคลอไรด์	
		2. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	

1.4 ปฏิกริยากับกรดไนตริก

เอมีน	ผลการทดลอง		
	1.4.1. ปฏิกริยากับกรดไนตริก	1.4.4 ปฏิกริยาคัพปลิงกับสารประกอบฟีนอล	
		ฟีนอล	บีต้าแนฟทอล
เอทิลเอมีน		—	—
อะนิลีน			

จงเขียนสมการเคมีแสดงการเกิดปฏิกิริยาระหว่างเมทิลเอมีนกับสารละลาย NaNO_2 และกรด HCl

.....

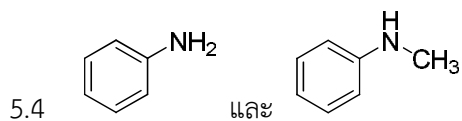
.....

.....

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

คำถามท้ายบท

1. จงอธิบายการเปลี่ยนแปลงการละลายของอะนิลีนในน้ำ ภายหลังจากเติม 6 M HCl
2. จงให้เหตุผลถึงการเปลี่ยนแปลงภายหลังจากการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ในหลอดที่ทดสอบกับอะนิลีน
3. จงเขียน สมการเคมี แสดงปฏิกิริยากับกรดไนตริกของเอมีนที่ใช้ทดสอบ
4. จงอธิบาย เพราะเหตุใด Sulfonamide ที่เกิดจากเอมีนทุติยภูมิ กับ เบนซีนซัลโฟนิลคลอไรด์ จึงไม่สามารถละลายได้ในสารละลายเบส
5. จงบอกรีเอเจนต์ที่เหมาะสม ที่ใช้ในการบอกความแตกต่างของเอมีนต่อไปนี้ พร้อมทำนายผลการทดลอง
 - 5.1 เมทิลเอมีน และ ไดเมทิลเอมีน
 - 5.2 เอทิลเอมีน และ ไตรเอทิลเอมีน
 - 5.3 เมทิลเอมีน และ อะนิลีน



บทที่ 12

ลิพิด

ศศิวิทย์ บุญญะอุทรยาน

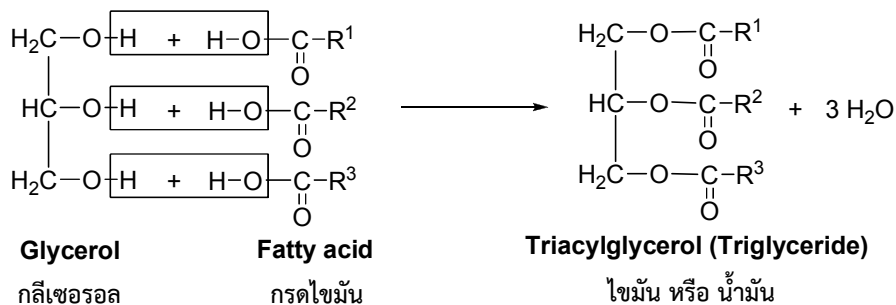
วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาสมบัติและปฏิกิริยาของลิพิดบางประการ

คำอธิบาย

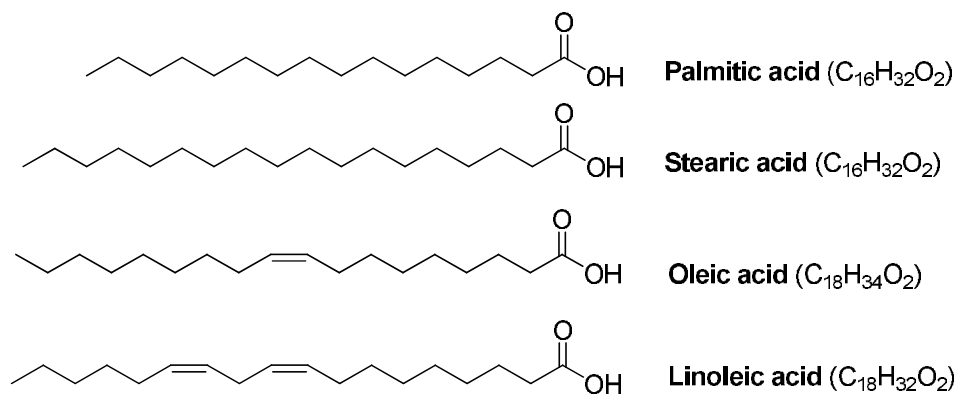
ลิพิดจัดเป็นสารชีวโมเลกุลประเภทหนึ่ง ที่มีความสำคัญ และพบมากในเนื้อเยื่อของพืชและสัตว์ โดยทั่วไป ลิพิดจะไม่ละลายน้ำ แต่จะละลายได้ดี ในตัวทำละลายอินทรีย์ที่มีขั้วต่ำ เช่น เฮกเซน หรือ ไดเอทิลอีเทอร์ ลิพิดแบ่งออกได้เป็น 3 กลุ่ม ตามลักษณะโครงสร้าง ดังนี้

1. ไตรเอซิลกลีเซอรอล (Triacylglycerol) หรือ ไตรกลีเซอไรด์ (Triglyceride) ได้แก่ ไขมัน หรือน้ำมัน ที่เป็นสารประกอบเอสเทอร์ ซึ่งเกิดจาก กรดไขมัน (Fatty acid) 3 โมเลกุล และกลีเซอรอล (Glycerol) 1 โมเลกุล โดยกรดไขมัน 3 โมเลกุลนั้น จะเป็นกรดไขมัน ที่เหมือนหรือต่างกันได้ ทั้งนี้ ความแตกต่างของไตรกลีเซอไรด์นั้น จะขึ้นอยู่กับชนิดของกรดไขมันที่เป็นองค์ประกอบ



รูปที่ 12.1 การเกิดไตรเอซิลกลีเซอรอล จาก กลีเซอรอล และกรดไขมัน

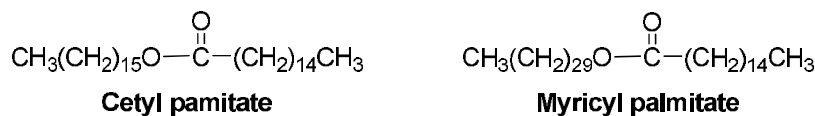
กรดไขมัน เป็นสารประกอบประเภทกรดคาร์บอกซิลิก มีสูตรทั่วไปคือ RCOOH โดยจะประกอบด้วยจำนวนคาร์บอน 12 – 34 อะตอม ทั้งนี้การพิจารณาความอิ่มตัว หรือไม่อิ่มตัวของกรดไขมัน จะพิจารณาจากหมู่ R ถ้า R เป็นหมู่แอลคิลที่อิ่มตัว จะเป็นกรดไขมันอิ่มตัว (Saturated fatty acid) เช่น กรดลอริก (Lauric acid), กรดปาล์มิติก (Palmitic acid), กรดสเตียริก (Stearic acid) ถ้าหมู่ R ไม่อิ่มตัวจะมีพันธะคู่อยู่ในโมเลกุล เรียกว่า กรดไขมันไม่อิ่มตัว (Unsaturated fatty acid) เช่น กรดโอเลอิก (Oleic acid), กรดลิโนเลอิก (Linoleic acid) เป็นต้น



รูปที่ 12.2 ตัวอย่างกรดไขมันอิ่มตัวและไม่อิ่มตัว

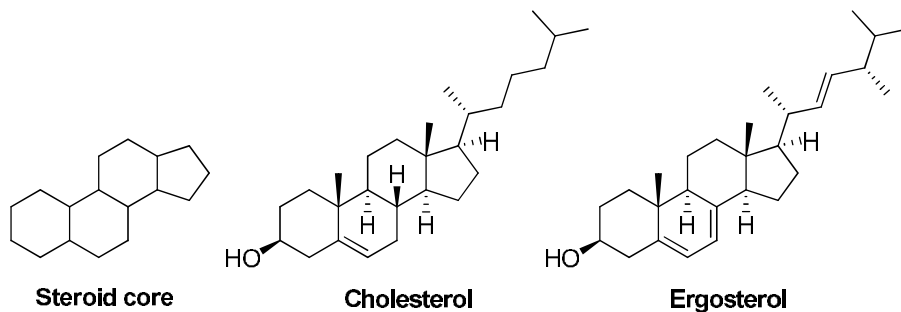
ในกรณีที่ ไตรเอซิลกลีเซอรอล ประกอบด้วยกรดไขมันที่มีความอิ่มตัวสูง จะมีลักษณะเป็นของแข็งที่อุณหภูมิห้อง เรียกว่า **ไขมัน** ถ้ากรดไขมันที่เป็นองค์ประกอบ มีความไม่อิ่มตัวสูง จะมีลักษณะเป็นของเหลว ที่อุณหภูมิห้องเรียกว่า **น้ำมัน**

2. ไข (Waxes) เป็นเอสเทอร์ที่เกิดจาก กรดไขมัน 1 โมเลกุล และ โมโนไฮดริกแอลกอฮอล์ 1 โมเลกุล มีสูตรทั่วไปคือ $RCOOR'$ โดย R และ R' จะเป็นหมู่แอลคิลที่มีจำนวนคาร์บอน 24 – 36 อะตอม เช่น เซทิลปาล์มิเตต (Cetyl palmitate) พบในไขปลาวาฬ ไมริซิลปาล์มิเตต (Myricyl palmitate) พบในขี้ผึ้ง นอกจากนี้สามารถพบไขได้ตามผิวของผลไม้ ใบไม้ ผิวหนังหรือขนสัตว์ รวมถึงมีการนำไปประยุกต์ใช้ในการทำเทียนไข เครื่องสำอาง



รูปที่ 12.3 ตัวอย่างไข (Waxes)

3. สเตอรอยด์ (Steroids) เป็นลิพิด ที่ประกอบด้วย โครงสร้างหลัก 17 คาร์บอนต่อกันเป็นวง ในลักษณะ วง 6 เหลี่ยม 3 วง และวง 5 เหลี่ยม 1 วง ต่อกัน โดยจะแตกต่างกันไป ขึ้นกับหมู่ฟังก์ชันอื่นๆ ที่เข้ามาเกาะแทนที่ ในโครงสร้างหลัก สเตอรอยด์ที่สำคัญที่พบในพืชและสัตว์เช่น คอเลสเตอรอล (Cholesterol), เทสโทสเตอโรน (Testosterone), เออโกสเตอรอล (Ergosterol) เป็นต้น



รูปที่ 12.4 ตัวอย่างสเตอรอยด์

สำหรับการทดลองนี้ จะมุ่งการศึกษาไปที่ สมบัติและปฏิกิริยาบางประการของลิพิด ประเภท ไตรเอซิลกลีเซอรอล (ไขมัน และ น้ำมัน)

สมบัติและปฏิกิริยาของไตรเอซิลกลีเซอรอล

1. สมบัติทางกายภาพ

การที่ไตรเอซิลกลีเซอรอล จะเป็นของแข็งหรือของเหลว ขึ้นอยู่กับกรดไขมันที่เป็นองค์ประกอบ ถ้าเกิดจากกรดไขมันอิ่มตัวเป็นหลัก ก็จะมีลักษณะเป็นของแข็งที่อุณหภูมิห้อง เรียกว่า ไขมัน มักพบในไขมันสัตว์ ในขณะที่ถ้าเกิดจากกรดไขมันไม่อิ่มตัว จะเป็นของเหลวที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งก็คือน้ำมัน ได้แก่ น้ำมันพืช

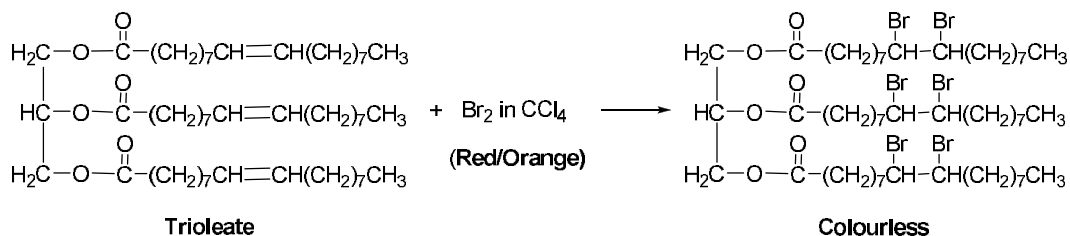
ไขมัน น้ำมัน และ กรดไขมันส่วนใหญ่ จะไม่ละลายน้ำ แต่ละลายได้ดี ในตัวทำละลายอินทรีย์ที่ไม่มีขั้ว เช่น เฮกเซน (Hexane), อีเทอร์ (Ether) เป็นต้น

สำหรับจุดเดือด ไขมันไม่อิ่มตัว จะมีจุดเดือดต่ำกว่าไขมันอิ่มตัว เมื่อเปรียบเทียบที่จำนวนคาร์บอนเท่ากัน

2. ปฏิกิริยาและการทดสอบ

2.1 การทดสอบความไม่อิ่มตัวของไขมัน น้ำมัน และกรดไขมัน

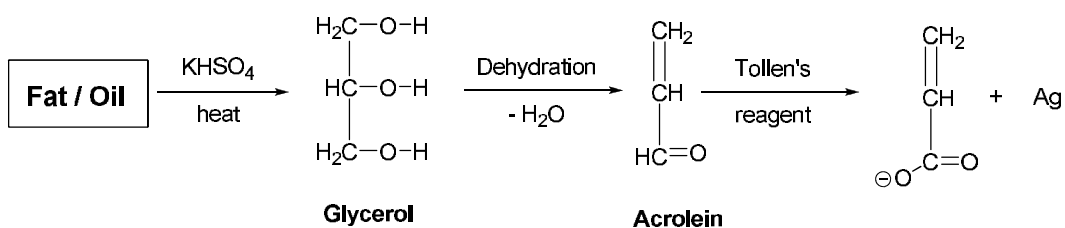
วิธีการที่ใช้ในการทดสอบความไม่อิ่มตัวของไขมัน น้ำมัน และกรดไขมัน คือปฏิกิริยาการเติมโบรมีน โดยใช้สารละลายโบรมีนในไดคลอโรมีเทน (Br_2 in CH_2Cl_2) หรือสารละลายโบรมีนในคาร์บอนเตตระคลอไรด์ (Br_2 in CCl_4) ซึ่งโบรมีนจะเข้าทำปฏิกิริยาที่ตำแหน่งพันธะคู่ที่ปรากฏในไขมันหรือกรดไขมันที่ไม่อิ่มตัว ทำให้เกิดการฟอกสีโบรมีนขึ้น คือจะมีการเปลี่ยนสีจากสีของโบรมีน (น้ำตาลแดง) เป็นไม่มีสี (รูปที่ 12.5)



รูปที่ 12.5 ปฏิกริยาแสดงการทดสอบความไม่อิ่มตัว ด้วยสารละลาย Br_2 ในไดคลอโรมีเทน

2.2 การทดสอบกลีเซอรอลในไขมัน และน้ำมัน (Acrolein test)

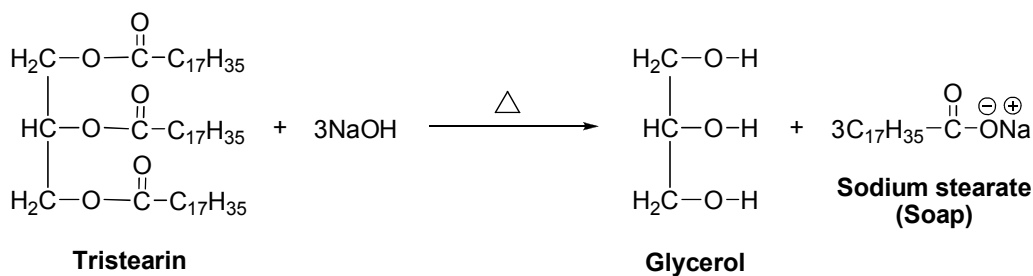
การทดสอบอะโครลีน (Acrolein test) เป็นวิธีการทดสอบ กลีเซอรอล โดยใช้ โพแทสเซียมไบซัลเฟต (KHSO_4) เป็นรีเอเจนต์ กล่าวคือ เมื่อนำไขมัน หรือน้ำมันมาเผากับ KHSO_4 ไขมันหรือน้ำมันจะเกิดการสลายตัว ให้กลีเซอรอล ซึ่งกลีเซอรอลจะเกิดการสูญเสีย น้ำ ให้ผลิตภัณฑ์เป็นอะโครลีน โดย อะโครลีน นี้ มีแอลดีไฮด์เป็นหมู่ฟังก์ชัน จึงสามารถตรวจสอบได้โดยใช้ Tollen's reagent ให้โลหะเงิน (Ag)



รูปที่ 12.6 การทดสอบกลีเซอรอลในไขมัน และน้ำมัน

2.3 ปฏิกริยา สะปอนนิฟิเคชัน (Saponification reaction) หรือปฏิกริยาการเตรียมสบู่

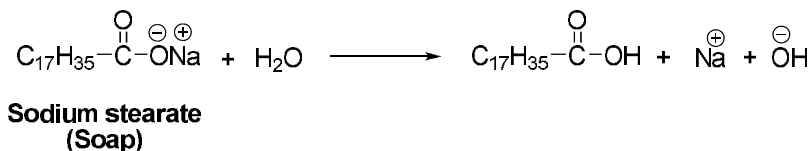
ไขมัน หรือน้ำมัน สามารถเกิดปฏิกริยา ไฮโดรไลซิส (Hydrolysis reaction) ในสภาวะที่เป็นเบส ได้ผลิตภัณฑ์เป็น กลีเซอรอล และ เกลือของกรดไขมัน (สบู่) ดังตัวอย่างแสดง



รูปที่ 12.7 ปฏิกริยาสะปอนนิฟิเคชัน (ปฏิกริยาการเตรียมสบู่)

2.3.1 สมบัติความเป็นเบสของสบู่

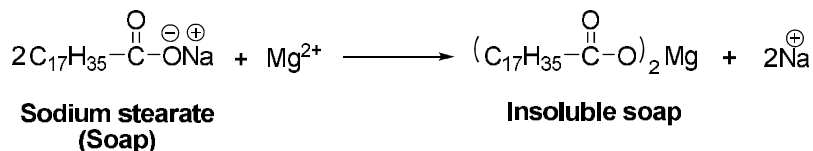
เกลือโซเดียมหรือเกลือโพแทสเซียมของกรดไขมัน มีคุณสมบัติเป็นสบู่ที่ละลายน้ำได้ ซึ่งสามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส กับน้ำ ให้สารละลายที่มีฤทธิ์เป็นเบส ดังสมการในรูปที่ 12.8



รูปที่ 12.8 ปฏิกิริยาระหว่างเกลือโซเดียมของกรดไขมันกับน้ำ

2.3.2 สมบัติการเป็นสบู่ที่ไม่ละลายน้ำ

เกลือโซเดียม หรือเกลือโพแทสเซียมของกรดไขมัน (สบู่) สามารถถูกแทนที่ด้วยแคลเซียมไอออน (Ca^{2+}) แมกนีเซียมไอออน (Mg^{2+}) หรือ คอปเปอร์ไอออน (Cu^{2+}) เกิดเป็นเกลือของกรดไขมันที่ไม่ละลายน้ำ เช่น ปฏิกิริยาระหว่าง เกลือโซเดียมสเตียเรต (Sodium stearate) ทำปฏิกิริยากับแมกนีเซียมไอออน ได้เกลือไม่ละลายน้ำ ดังแสดงในรูปที่ 12.9



รูปที่ 12.9 สบู่ที่ไม่ละลายน้ำ

ดังนั้นการที่ในน้ำกระด้างซึ่งพบว่ามี Ca^{2+} , Mg^{2+} ละลายอยู่ จะทำให้ความสามารถ ในการละลายของสบู่ลดลง

อุปกรณ์

เครื่องแก้วและอุปกรณ์พื้นฐาน

สารเคมี

1. น้ำมันพืช
2. น้ำมันมะพร้าว
3. น้ำมันหมู
4. กรดสเตียริก
5. เฮกเซน
6. เอทิลแอลกอฮอล์
7. สารละลายโบรมีนในไดคลอโรมีเทน (Br_2 in CH_2Cl_2)

8. โพแทสเซียมไบซัลเฟต (KHSO_4)
9. สารละลาย 5 M โซเดียมไฮดรอกไซด์ (5 M NaOH)
10. สารละลาย 5 % ซิลเวอร์ไนเตรต (5% AgNO_3)
11. สารละลาย 2 % แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (2% NH_4OH)
12. สารละลายน้ำเกลืออิ่มตัว (Saturated. NaCl)
13. ฟีนอล์ฟทาเลอิน (Phenolphthalein)
14. สารละลาย 1% แมกนีเซียมคลอไรด์ (1% MgCl_2)
15. สารละลาย 1% แคลเซียมคลอไรด์ (1% CaCl_2)
16. สารละลาย 1% คอปเปอร์ซัลเฟต (1% CuSO_4)

การทดลอง

1. สมบัติทางกายภาพ (สมบัติการละลาย)

สารทดสอบ

- | | |
|--------------|------------------|
| 1. น้ำมันพืช | 2. น้ำมันมะพร้าว |
| 3. น้ำมันหมู | 4. กรดสเตียริก |

1.1 หยดสารตัวอย่างที่ใช้ในการทดสอบ 3 หยด หรือขนาดเท่าหัวไม้ขีดไฟ (สำหรับสารทดสอบของแข็ง) ลงในหลอดทดลองตามลำดับ

1.2 เติมน้ำกลั่นลงในหลอดทดลอง หลอดละ 1.0 mL เขย่า สังเกตการละลาย

1.3 ทำการทดลองตามข้อ 1.1 และ 1.2 แต่เปลี่ยนตัวทำละลาย จากน้ำ เป็น เฮกเซน

2. ปฏิกริยาและการทดสอบ

2.1 การทดสอบความไม่อิ่มตัวของไขมัน และน้ำมัน

สารทดสอบ

- | | | |
|--------------|------------------|--------------|
| 1. น้ำมันพืช | 2. น้ำมันมะพร้าว | 3. น้ำมันหมู |
|--------------|------------------|--------------|

2.1.1 หยดสารที่ใช้ทดสอบลงในหลอดทดลองที่แห้งและสะอาด หลอดละ 3 หยด หรือขนาดเท่าหัวไม้ขีดไฟ (สำหรับสารทดสอบของแข็ง) ตามลำดับ

2.1.2 หยดสารละลาย Br_2 ใน CH_2Cl_2 หลอดละ 40 หยด (ทำในตู้ดูดควัน)

2.1.3 เปรียบเทียบความเข้มของสี โบรมีน ในแต่ละหลอด บันทึกผล

2.2 การทดสอบ Acrolein

สารทดสอบ

- | | |
|--------------|--------------|
| 1. น้ำมันพืช | 2. กลีเซอรอล |
|--------------|--------------|

2.2.1 ใส่ KHSO_4 ประมาณ 1 g ในหลอดทดลองที่สะอาดและแห้ง

2.2.2 ตวงสารที่ใช้ทดสอบ 1.0 mL ลงในหลอดทดลองตามลำดับ หลังจากนั้นนำไปเผาโดยใช้เปลวไฟอ่อน (ควรเผาในตู้ดูดควัน เนื่องจาก Acrolein ที่เกิดขึ้นมีกลิ่นฉุน)

2.2.3 ทดสอบไอที่เกิดขึ้น โดยใช้กระดาษชุบ Tollen's reagent อังที่ปากหลอด สังเกตการเปลี่ยนแปลงบนกระดาษกรอง บันทึกผล

2.3 ปฏิกริยาสะปอนนิฟิเคชัน

2.3.1 ละลายน้ำมันพืช 1.0 mL ด้วยเอทิลแอลกอฮอล์ 1.0 mL ในหลอดทดลอง

2.3.2 เติมสารละลาย 5 M NaOH 1.5 mL หลังจากนั้นนำไปอุ่นด้วยเครื่องอังน้ำ คนตลอดเวลาจนกระทั่งได้สารละลายหนืดและไม่แยกชั้น ทำให้เย็นลง

2.3.3 เติมสารละลายน้ำเกลืออิ่มตัว 5.0 mL พร้อมทั้งคน จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นสบู่ ที่มีลักษณะเป็นของแข็งสีขาวแยกออกมา

2.3.4 กรองสบู่ที่ได้ด้วยผ้าขาวบาง ล้างสบู่ด้วยน้ำกลั่นเย็นประมาณ 3.0 mL เก็บสบู่ที่ได้สำหรับการทดลองในขั้นต่อไป (คุณสมบัติของสบู่)

2.4 การทดสอบความเป็นเบสของสบู่

2.4.1 แบ่งสบู่ที่ได้จากขั้นที่ 2.3.4 มาประมาณเท่าหัวไม้ขีด ใส่ในหลอดทดลอง ละลายด้วยน้ำกลั่น 10 mL จะได้สารละลายสบู่ (ไม่จำเป็นต้องละลายหมด)

2.4.2 แบ่งสารละลายสบู่ที่ได้ จากข้อ 2.4.1 มา 20 หยด หลังจากนั้นหยดฟีนอล์ฟทาลีน 1 หยด เขย่า สังเกตสี บันทึกผล

2.5 การทดสอบสบู่ไม่ละลายน้ำ

แบ่งสารละลายสบู่ จากข้อ 2.4.1 เป็นสามหลอด หลอดละ 1 mL เติมสารละลาย 1% ของ CaCl_2 , MgCl_2 , และ CuSO_4 1 mL ลงไปในแต่ละหลอดตามลำดับ เขย่า สังเกตการเปลี่ยนแปลง และบันทึกผล

วันที่ /..... /.....	ชื่ออาจารย์ผู้สอน:	
รายชื่อผู้ทำการทดลอง	1.ชื่อ-สกุล:	รหัสனிสีต:
	2.ชื่อ-สกุล:	รหัสனிสีต:
	3.ชื่อ-สกุล:	รหัสனிสีต:

รายงานการทดลองบทที่ 12

ลิพิด

ผลการทดลอง

1. สมบัติทางกายภาพ (สมบัติการละลาย)

ลิพิด	การละลาย	
	น้ำ	เฮกเซน
น้ำมันพืช		
น้ำมันมะพร้าว		
น้ำมันหมู		
กรดสเตียริก		

2. ปฏิกริยาและการทดสอบ

2.1 การทดสอบความไม่อิ่มตัวของไขมัน และน้ำมัน

ลิพิด	การเปลี่ยนแปลงเมื่อหยดสารละลายโบรมีน 40 หยด
น้ำมันพืช	
น้ำมันมะพร้าว	
น้ำมันหมู	

จากการหยดสารละลายโบรมีน 40 หยด ลงในน้ำมันพืช น้ำมันมะพร้าว และน้ำมันหมู สามารถเรียงลำดับความเข้มสีของสารละลายโบรมีน ได้ดังนี้

.....

จงเรียงลำดับความอิ่มตัวของน้ำมันทั้ง 3 ชนิด

.....

2.2 การทดสอบ Acrolein

สารทดสอบ	ผลการทดสอบ ที่สังเกตได้จากกระดาษกรองชุบ Tollen's reagent	การเกิดปฏิกิริยา
กลีเซอรอล		
น้ำมันพืช		

2.3 ปฏิกิริยาสะปอนนิฟิเคชัน

ผลิตภัณฑ์ที่เป็นสบู่ คือ เกลือ

มีลักษณะทางกายภาพเป็น

2.4 การทดสอบความเป็นเบสของสบู่

เมื่อหยดฟีนอล์ฟทาไลน์ ลงในสารละลายสบู่ จะได้สี แสดงว่ามีฤทธิ์เป็น.....

2.5 การทดสอบสบู่ไม่ละลายน้ำ

สารที่เติมลงในสารละลายสบู่	สีของตะกอน	สูตรทั่วไปของสบู่ที่ไม่ละลายน้ำ (สูตรของตะกอนที่เกิด)
CaCl_2		
MgCl_2		
CuSO_4		

คำถามท้ายบท

1. หมู่ฟังก์ชันใดที่ปรากฏอยู่ใน ไตรเอซิลกลีเซอรอล กลีเซอรอล และกรดไขมัน ตามลำดับ
2. จงยกตัวอย่างตัวทำละลายที่เหมาะสมสำหรับการละลายลิพิด
3. จากการทดสอบความไม่อิ่มตัวของไขมัน และน้ำมัน สารใดอิ่มตัวและสารใดไม่อิ่มตัว
4. จุดประสงค์ของการใช้กระดาษซูป Tollen's reagent อันที่ปากหลอดในการทดสอบ Acrolein คืออะไร
5. จงเขียนปฏิกิริยาเคมีแสดงการเตรียมสบู่
6. เพราะเหตุใดการใช้สบู่ในน้ำกระด้าง จึงให้ความสามารถในการทำมาสะอาดของสบู่ลดลง
7. เพราะเหตุใดสบู่จึงสามารถล้างคราบไขมันได้

บทที่ 13

กรดอะมิโนและโปรตีน

กมลทิพย์ ชัตติยะวงศ์

วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาสมบัติ และปฏิกิริยาการทดสอบกรดอะมิโนและโปรตีน

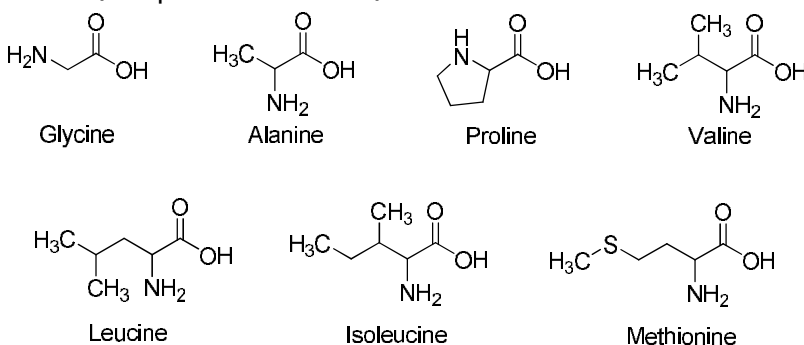
คำอธิบาย

โปรตีน

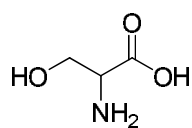
โปรตีน เรียกอีกอย่างว่าพอลิเพปไทด์ (Polypeptide) เป็นพอลิเมอร์ของกรดอะมิโน มาต่อกันด้วยพันธะเอไมด์ หรือพันธะเพปไทด์ (Peptide bond) ซึ่งเกิดจากการควบแน่นของหมู่คาร์บอกซิล (Carboxylic group, $-\text{COOH}$) ของกรดอะมิโนโมเลกุลหนึ่งมาต่อกับหมู่เอมิโน (Amino group, $-\text{NH}_2$) ของกรดอะมิโนอีกโมเลกุลหนึ่ง ประกอบด้วยกรดอะมิโนตั้งแต่ 100 โมเลกุลขึ้นไป มีน้ำหนักโมเลกุลตั้งแต่ 5000 ขึ้นไป ซึ่งโปรตีนอาจจะประกอบด้วยสายพอลิเพปไทด์หนึ่ง หรือมากกว่าหนึ่งสาย ซึ่งยึดด้วยพันธะอื่นนอกเหนือจากพันธะเพปไทด์ ส่วนสารที่ได้จากกรดอะมิโนสองโมเลกุลมาต่อกันด้วยพันธะเพปไทด์ เรียกว่า ไดเพปไทด์ (Dipeptide) สารที่ประกอบด้วยกรดอะมิโน 3 โมเลกุล เรียกว่า ไตรเพปไทด์ (Tripeptide)

กรดอะมิโน (Amino acid) เป็นหน่วยที่เล็กที่สุดของโปรตีน ประกอบด้วยส่วนที่เป็นหมู่เอมิโน และหมู่คาร์บอกซิล กรดอะมิโนที่เป็นองค์ประกอบในโปรตีนจะมีหมู่เอมิโนต่อกับแอลฟา-คาร์บอนของหมู่คาร์บอกซิล จึงเรียกรดแอลฟาอะมิโน (α -amino acid) กรดอะมิโนที่พบเป็นองค์ประกอบของโปรตีนในสิ่งมีชีวิตมี 20 ชนิด และกรดอะมิโนจำเป็น ซึ่งร่างกายสังเคราะห์ไม่ได้ มี 8 ชนิด คือ เมไทโอนีน (Methionine) ทรีโอนีน (Threonine) ไลซีน (Lysine) เวลีน (Valine) ลิวซีน (Leucine) ไอโซลิวซีน (Isoleucine) เฟนิลอะลานีน (Phenylalanine) และทริปโตเฟน (Tryptophan)

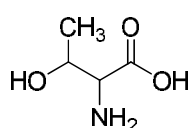
กรดอะมิโนที่ไม่มีขั้ว (Nonpolar amino acid)



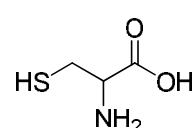
กรดอะมิโนที่มีขั้ว (Polar amino acid)



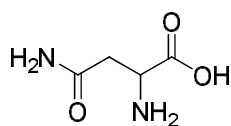
Serine



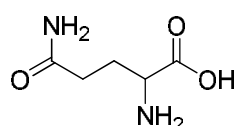
Threonine



Cysteine

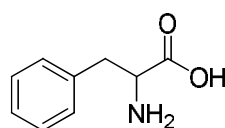


Asparagine

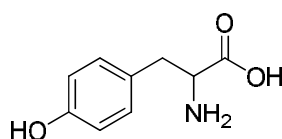


Glutamine

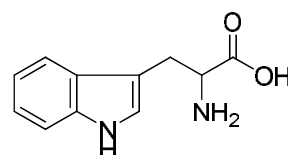
กรดอะมิโนแอโรมาติก (Aromatic amino acid)



Phenylalanine

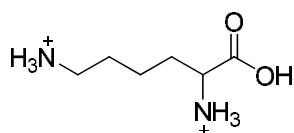


Tyrosine

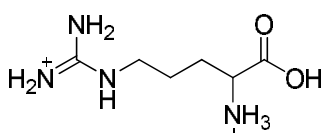


Tryptophan

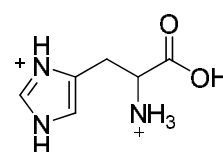
กรดอะมิโนที่มีประจุบวก (Positive charged amino acid)



Lysine

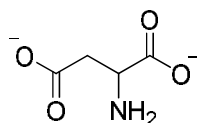


Arginine

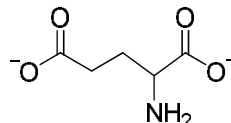


Histidine

กรดอะมิโนที่เป็นประจุลบ (Negative charged amino acid)



Aspartic acid

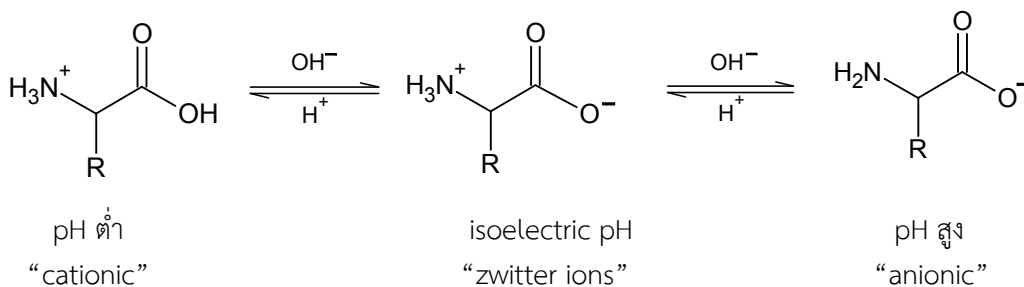


Glutamic acid

กรดอะมิโนเป็นสารที่มีสมบัติเป็นได้ทั้งกรดและเบส เรียกว่า แอมโฟเทอริก (Amphoteric) เนื่องจากมีหมู่ฟังก์ชันที่แสดงความเป็นเบส ($-\text{NH}_2$) และมีหมู่ฟังก์ชันที่แสดงความเป็นกรด ($-\text{COOH}$) ในโมเลกุลเดียวกัน ในธรรมชาติกรดอะมิโนจะอยู่ในรูปของไอออน โดยที่หมู่คาร์บอกซิลจะสูญเสียโปรตอน

จึงอยู่ในรูปคาร์บอกซิเลตไอออน (Carboxylate ion, $-\text{COO}^-$) และหมู่ะมิโนจะรับโปรตอน จึงอยู่ในรูปอะมิเนียมไอออน (Aminium ion, $-\text{NH}_3^+$) ซึ่งจะทำให้ในโมเลกุลมีทั้งประจุบวก และลบอยู่ในโมเลกุลเดียวกัน เรียกสารที่มีโครงสร้างลักษณะนี้ว่า ไดโพลาร์ไอออน (Dipolar ions) หรือสวิตเทอร์ไอออน (Zwitter ions)

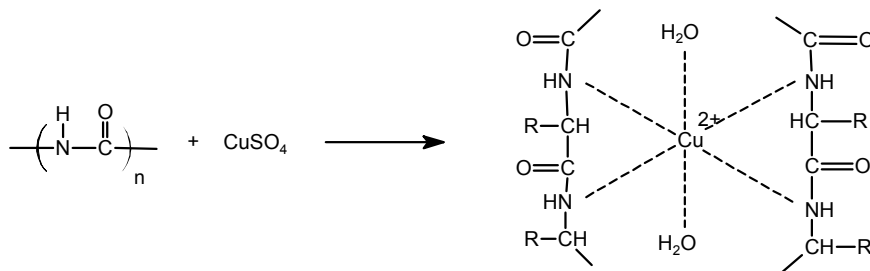
กรดอะมิโนในสารละลายจะอยู่ในภาวะสมดุลระหว่างไดโพลาร์ไอออน แคตไอออน หรือ แอนไอออน ขึ้นอยู่กับ pH ของสารละลายนั้นๆ pH ที่ทำให้กรดอะมิโนมีทั้งประจุบวกและลบอยู่ในโมเลกุลเดียวกัน เรียกว่า Isoelectric pH หรือ isoelectric point (pI) ซึ่งค่า pI ขึ้นอยู่กับชนิดของกรดอะมิโน เมื่อกรดอะมิโนหรือโปรตีนอยู่ในสารละลายที่มี pH เท่ากับ pI จะทำให้ค่ารวมของประจุเป็นศูนย์ ซึ่งกรดอะมิโนหรือโปรตีนจะมีการละลายน้อยที่สุดหรือเกิดการตกตะกอน



การตรวจสอบโปรตีนโดย Color reaction

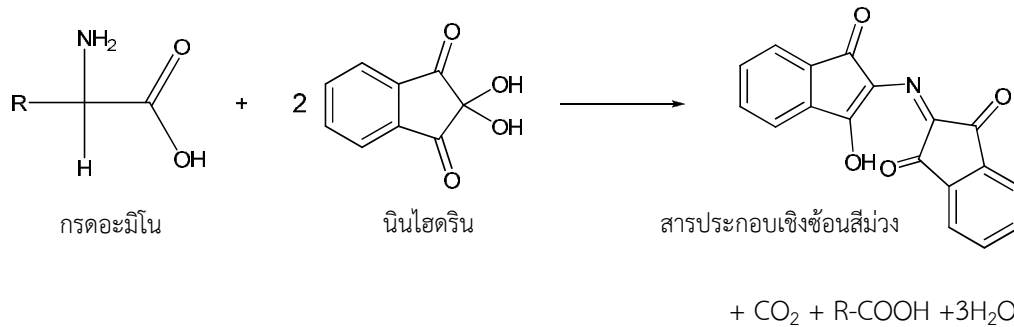
1. การทดสอบไบยูเรต (Biuret test)

เป็นวิธีตรวจสอบพันธะเพปไทด์ในโปรตีน ซึ่งเป็นวิธีทดสอบที่ใช้กันอย่างแพร่หลาย โดยเมื่อโปรตีนทำปฏิกิริยากับสารละลาย CuSO_4 ในสารละลายเบส NaOH หรือ KOH จะได้สารสีน้ำเงินม่วง ซึ่งเป็นสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง Cu^{2+} กับไนโตรเจนในสารที่มีพันธะเพปไทด์ตั้งแต่ 2 พันธะขึ้นไป



2. การทดสอบนินไฮดริน (Ninhydrin test)

เป็นวิธีตรวจสอบกรดอะมิโนหรือโปรตีนที่มีแอลฟา-อะมิโน โดยทำปฏิกิริยากับนินไฮดรินจะได้สารประกอบเชิงซ้อนสีน้ำเงินม่วง



3. การทดสอบ Millon (Millon test)

เป็นวิธีการตรวจสอบหมู่ฟีนอลิกในกรดอะมิโน เช่น ไทโรซีน เชนิลอะลานีน เป็นต้น รีเอเจนต์ประกอบด้วยไอออนของปรอท (Hg^+ , Hg^{2+}) ละลายในกรดไนตริกเข้มข้น (conc. HNO_3) จะได้ตะกอนหรือสารละลายสีแดง ถ้าได้ตะกอนสีเหลืองของ HgO แสดงว่าสารละลายเป็นเบสมากเกินไป

4. การทดสอบ Xanthoproteic (Xanthoproteic test)

เป็นวิธีการตรวจสอบแอมโรมาติกนิวเคลียสในกรดอะมิโน โดยที่กรดอะมิโนบางชนิดมีวงแอมโรมาติก ซึ่งจัดเป็นอนุพันธ์ของเบนซีนเป็นองค์ประกอบ เช่น ไทโรซีน เชนิลอะลานีน หรือทริปโตเฟน เป็นต้น สามารถตรวจสอบได้โดยปฏิกิริยาไนเตรชันที่วงแอมโรมาติก โดยนำกรดอะมิโนหรือโปรตีนที่มีกรดอะมิโนที่มีวงแอมโรมาติกนั้นมาทำปฏิกิริยากับกรดไนตริก จะเกิดผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบไนโตรที่มีสีเหลือง เมื่อเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ซึ่งเป็นเบส สารสีเหลืองจะเปลี่ยนเป็นเกลือที่มีสีส้ม

การแปลงสภาพของโปรตีน (Protein denaturation)

โปรตีนมีโครงสร้างสามมิติซึ่งเป็นผลให้โปรตีนแต่ละชนิดมีสมบัติต่างๆ กัน การแปลงสภาพของโปรตีนเป็นการทำให้โครงสร้างสามมิติของโปรตีนเปลี่ยนแปลงไป เช่น การทำให้เกลียวของโปรตีนคลายออก โครงสร้างของโปรตีนเปลี่ยนแปลงไป ทำให้สมบัติของโปรตีนเปลี่ยนแปลงไปด้วย เช่น สมบัติการละลายน้ำ ชีวกิจกรรม (Biological activity) เป็นต้น ปัจจัยที่มีผลต่อการแปลงสภาพโปรตีน มีดังนี้

1. กรด-เบส

โปรตีนแต่ละชนิดมีค่า pI แตกต่างกัน เมื่อปรับ pH ของสารละลายให้เท่ากับ pI ของโปรตีนนั้นๆ โปรตีนจะมีการละลายน้อยที่สุด แล้วตกตะกอนลงมา

2. ความร้อน

โดยทั่วไปการละลายของโปรตีนจะลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น เนื่องจากเกิดการเชื่อมต่อ (cross-linkage) ระหว่างสายโซ่โปรตีน

3. ตัวทำละลายอินทรีย์

ตัวทำละลายอินทรีย์ เช่น แอลกอฮอล์ มีผลทำให้โครงสร้างของโปรตีนเปลี่ยนแปลงไป และทำให้การละลายน้ำของโปรตีนลดลง

4. เกลือโลหะหนัก

โลหะหนัก เช่น สารประกอบของตะกั่ว แคดเมียม ปรอท เป็นต้น ทำให้โปรตีนตกตะกอน

5. แอนไอออน

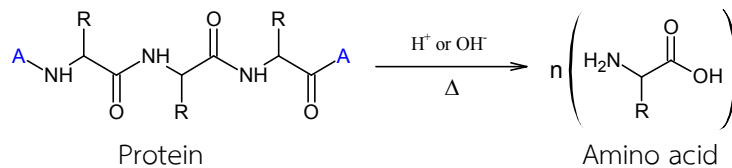
สารละลายโปรตีนควรมี pH ต่ำกว่า pI ของโปรตีน เพื่อให้โปรตีนอยู่ในรูปของแคตไอออน ซึ่งจะเกิดปฏิกิริยากับแอนไอออน ทำให้โปรตีนมีสภาพเป็นกลาง และตกตะกอนลงมา

6. แคตไอออน

สารละลายโปรตีนควรมี pH สูงกว่า pI ของโปรตีน เพื่อให้โปรตีนอยู่ในรูปของแอนไอออน ซึ่งจะเกิดปฏิกิริยากับแคตไอออน ทำให้โปรตีนมีสภาพเป็นกลาง และตกตะกอนลงมา

การย่อยโปรตีน

การย่อยโปรตีน หรือการทำให้โปรตีนมีสายสั้นลง สามารถทำได้โดยให้ความร้อนโปรตีนในสารละลายกรดแก่หรือเบสแก่ จะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรลิซิส (Hydrolysis) พันธะเพปไทด์ถูกทำลาย ซึ่งถ้าการย่อยสลายเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ จะได้กรดอะมิโนชนิดต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบของโปรตีนนั้นเป็นผลิตภัณฑ์ ซึ่งเมื่อนำโปรตีนที่ถูกย่อยมาทำการทดสอบพันธะเพปไทด์ โดย Biuret test ไม่ควรเกิดสารละลายสีม่วงแดงขึ้น เนื่องจากไม่มีพันธะเพปไทด์เหลืออยู่



อุปกรณ์

เครื่องแก้วและอุปกรณ์พื้นฐาน

สารเคมี

1. สารละลายไข่ขาว
2. เคซีนในน้ำ
3. 5% CuSO_4
4. สารละลายนินไฮดริน (Ninhydrin)
5. กรดซัลฟิวริกเข้มข้น (conc. H_2SO_4)
6. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (conc. HCl)
7. 6M HCl
8. 10% NaOH
9. 5% NH_4SCN
10. 5% $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
11. เอทิลแอลกอฮอล์

การทดลอง

1. การทดสอบการตรวจสอบโปรตีนโดย Color reaction

1.1 การทดสอบไบยูเรต (Biuret test)

ใส่สารละลายไข่ขาว 20 หยด ลงในหลอดทดลอง เติม 10% NaOH 2 mL เขย่าให้เข้ากัน แล้วเติม 0.5% CuSO_4 2 หยด เขย่าให้เข้ากัน สังเกตสีที่เกิดขึ้น บันทึกผล

ข้อควรระวัง ควรใช้ปริมาณ CuSO_4 ให้น้อยที่สุด เนื่องจากปริมาณ CuSO_4 ที่เหลือจากการรวมตัวกับโปรตีน จะไปทำปฏิกิริยากับ NaOH เกิดเป็นตะกอนสีน้ำเงินของ Cu(OH)_2

1.2 การทดสอบนินไฮดริน (Ninhydrin test)

ใส่สารละลายไข่ขาว 20 หยด ลงในหลอดทดลอง ค่อยๆ หยดสารละลายนินไฮดริน ลงไป 3 หยด แล้วนำไปต้มในเครื่องอังน้ำที่มีน้ำเดือดเป็นเวลา 5 นาที สังเกตการเปลี่ยนแปลง บันทึกผล

1.3 การทดสอบ Millon (Millon test)

ใส่สารละลายไข่ขาว 20 หยด ลงในหลอดทดลอง หยด Millon reagent ลงไป 3 หยด ค่อยๆ ต้มสารละลายในน้ำเดือดเป็นเวลา 5 นาที สังเกตการเปลี่ยนแปลง บันทึกผล

1.4 การทดสอบ Xanthoproteic (Xanthoproteic test)

ใส่สารละลายไข่ขาว 20 หยด ลงในหลอดทดลอง เติมกรดไนตริกเข้มข้นลงไป 5-10 หยด นำสารละลายอุ่นในเครื่องอังน้ำ เป็นเวลา 5 นาที สังเกตสีของสารละลายหรือตะกอนที่เกิดขึ้น บันทึกผล ทำสารละลายในหลอดให้เย็น ค่อยๆ เติม 10% NaOH จนสารละลายเป็นเบส สังเกตการเปลี่ยนแปลง บันทึกผล

2. การย่อยโปรตีน

การทดสอบพันธะเปปไทด์ โดยการทดสอบไบยูเรต

ใส่สารละลายเคซีนที่ถูกไฮโดรไลซ์ 20 หยด ลงในหลอดทดลอง ค่อยๆ เติม 10% NaOH จนสารละลายเป็นมีฤทธิ์เป็นเบส เขย่าให้เข้ากัน แล้วเติม 0.5% CuSO_4 2 หยด เขย่าให้เข้ากัน สังเกตสีที่เกิดขึ้น บันทึกผล

3. การตกตะกอนโปรตีน

3.1 โดยการปรับ pH ไปที่ isoelectric point ด้วยกรด-เบส

ใส่สารละลายเคซีน 2 mL ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 mL ค่อยๆ หยด 10% NaOH พร้อมคนตลอดเวลาจนกระทั่งเคซีนละลาย แล้วค่อยๆ หยด 6M HCl พร้อมคนตลอดเวลา จนสังเกตเห็นตะกอนที่เกิดขึ้น ซึ่ง pH นี้คือ pI ของเคซีน จากนั้นเติม 6M HCl ลงไปอีกตะกอนจะเริ่มละลาย

3.2 โดยใช้ความร้อน

ใส่สารละลายไข่ขาว 2 mL ลงในหลอดทดลอง นำไปต้มในเครื่องอังน้ำที่มีน้ำเดือดเป็นเวลา 5 นาที สังเกตการเปลี่ยนแปลง บันทึกผล

3.3 โดยใช้แอลกอฮอล์

ใส่สารละลายไข่ขาว 20 หยด ลงในหลอดทดลอง เติมเอทิลแอลกอฮอล์ 10 หยด สังเกตการเปลี่ยนแปลง บันทึกผล

3.4 โดยใช้เกลือโลหะหนัก

ใส่สารละลายไข่ขาว 20 หยด ลงในหลอดทดลอง เติม 5% $\text{Pb(NO}_3)_2$ 5 หยด เขย่าให้เข้ากัน สังเกตการเปลี่ยนแปลง บันทึกผล

3.5 โดยใช้แอนไอออน

นำหลอดทดลอง 3 หลอด ใส่สารต่อไปนี้

หลอดที่ 1 สารละลายไข่ขาว 20 หยด

หลอดที่ 2 สารละลายไข่ขาว 20 หยด และ 10% HCl 3 หยด

หลอดที่ 3 สารละลายไข่ขาว 20 หยด และ 10% NaOH 3 หยด

เติม 5% NH_4SCN 2 หยด ลงในทั้งสามหลอด เขย่าให้เข้ากัน และเปรียบเทียบปริมาณตะกอนที่เกิดขึ้น เพื่อดูว่าแอนไอออนสามารถตกตะกอนโปรตีนได้ดีในสารละลายสภาวะใด บันทึกผล

3.6 โดยใช้แคตไอออน

นำหลอดทดลอง 3 หลอด ใส่สารต่อไปนี้

หลอดที่ 1 สารละลายไข่ขาว 20 หยด

หลอดที่ 2 สารละลายไข่ขาว 20 หยด และ 10% HCl 3 หยด

หลอดที่ 3 สารละลายไข่ขาว 20 หยด และ 10% NaOH 3 หยด

เติม 10% CuSO_4 2 หยด ลงในทั้งสามหลอด เขย่าให้เข้ากัน และเปรียบเทียบปริมาณตะกอนที่เกิดขึ้น เพื่อดูว่าแคตไอออนสามารถตกตะกอนโปรตีนได้ดีในสารละลายสภาวะใด บันทึกผล

วันที่ /..... /.....	ชื่ออาจารย์ผู้สอน:	
รายชื่อผู้ทำการทดลอง	1.ชื่อ-สกุล:	รหัสนิสิต:
	2.ชื่อ-สกุล:	รหัสนิสิต:
	3.ชื่อ-สกุล:	รหัสนิสิต:

รายงานการทดลองบทที่ 13

กรดอะมิโนและโปรตีน

ผลการทดลอง

1. การทดสอบการตรวจสอบโปรตีนโดย color reaction

การทดสอบ	รีเอเจนต์ที่ใช้	ผลที่สังเกตเห็น	ใช้ทดสอบ (หมู่ฟังก์ชัน/พันธะ)
Biuret test			
Ninhydrin test			
Millon test			
Xantoproteic test			

2. การย่อยโปรตีน

ผลการทดสอบสารละลายเคซีนที่ถูกไฮโดรไลซ์ โดย Biuret test

พบว่า.....

เพราะ.....

.....

.....

3. การทำให้โปรตีนตกตะกอน

	วิธีการตกตะกอน	ผลการทดลอง
3.1	โดยการปรับ pH ไปที่ isoelectric point ด้วยกรด-เบส	
3.2	โดยการใช้ความร้อน	
3.3	โดยใช้แอลกอฮอล์	
3.4	โดยใช้เกลือโลหะหนัก 5% $Pb(NO_3)_2$	
3.5	โดยใช้แอนไอออน	
	หลอดที่ 1 สารละลายไข่ขาว	
	หลอดที่ 2 สารละลายไข่ขาว และ 10% HCl	
	หลอดที่ 3 สารละลายไข่ขาวและ 10% NaOH	
3.6	โดยใช้แคตไอออน	
	หลอดที่ 1 สารละลายไข่ขาว	
	หลอดที่ 2 สารละลายไข่ขาวและ 10% HCl	
	หลอดที่ 3 สารละลายไข่ขาวและ 10% NaOH	

จงอธิบายผลการทดลองข้อ 3.1 การตกตะกอนโปรตีน โดยการปรับ pH ไปที่ isoelectric point ด้วยกรด-เบส

เพราะ.....
.....
.....

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

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

คำถามท้ายบท

1. การทราบค่า Isoelectric point ของโปรตีนแต่ละชนิดมีประโยชน์อย่างไรบ้าง
2. เพราะเหตุใดเมื่อกรดไนตริกถูกมือจึงมีสีเหลือง
3. โปรตีนมีสมบัติเป็น Amphoteric หรือไม่ จงอธิบาย
4. เพราะเหตุใดแพทย์จึงให้คนไข้ที่ดื่มยาพิษจำพวกเกลือของปรอท (II) รับประทานไข่ขาวสำหรับแก้พิษ

บทที่ 14

คาร์โบไฮเดรต

กมลทิพย์ ชัตติยะวงศ์

วัตถุประสงค์

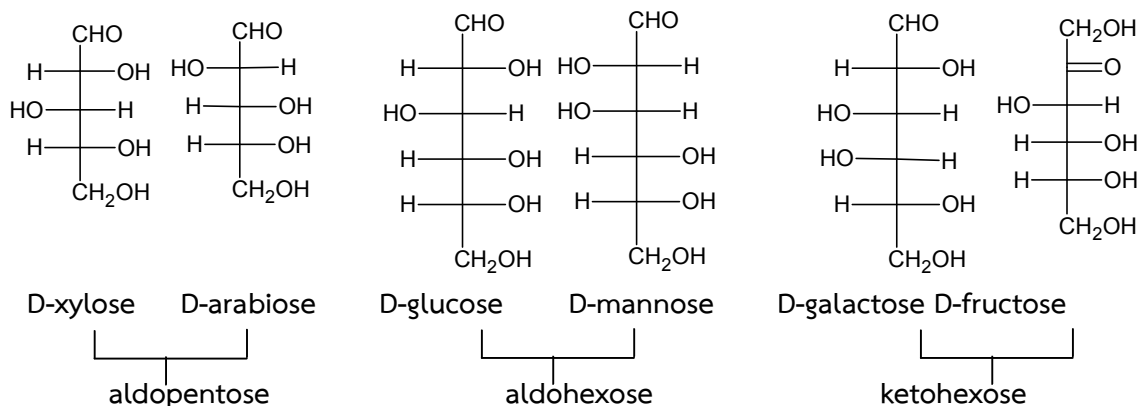
เพื่อศึกษาสมบัติ และปฏิกิริยาการทดสอบคาร์โบไฮเดรต

คำอธิบาย

คาร์โบไฮเดรต คือ สารประกอบพอลิไฮดรอกซีแอลดีไฮด์ (Polyhydroxy aldehyde) หรือพอลิไฮดรอกซีคีโตน (Polyhydroxy ketone) รวมทั้งเอมิอะซีทัล (Hemiacetal) เอมิคีทัล (Hemiketal) อะซีทัล (Acetal) และคีทัล (Ketal) โดยมีสูตรโมเลกุล $C_nH_{2n}O_n$ คาร์โบไฮเดรตเรียกอย่างง่ายว่า น้ำตาล หรือแซ็กคาไรด์ คาร์โบไฮเดรตสามารถแบ่งเป็นประเภทต่างๆ ดังนี้

1. น้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว (Monosaccharides)

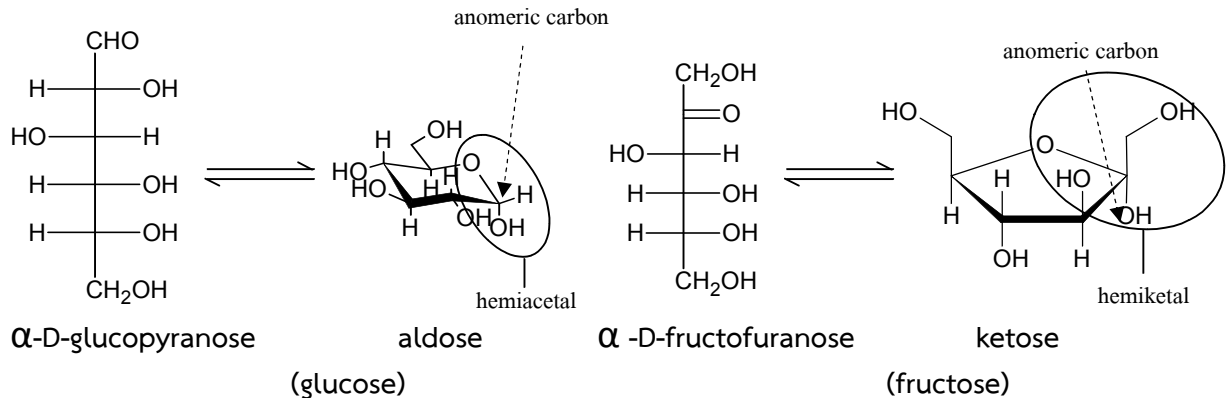
เป็นคาร์โบไฮเดรตหน่วยย่อยที่สุด ซึ่งไม่สามารถถูกไฮโดรไลซ์ (Hydrolyzed) ได้อีก น้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวที่มีหมู่แอลดีไฮด์เป็นองค์ประกอบ เรียกว่า แอลโดส (Aldose) ถ้ามีหมู่คีโตนเป็นองค์ประกอบ เรียกว่า คีโตส (Ketose) นอกจากนี้ยังสามารถเรียกชื่อตามจำนวนอะตอมของคาร์บอนในโมเลกุล โดยน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวที่มีคาร์บอน 3, 4, 5 และ 6 อะตอม เรียก ไตรโอส (Triose) เทโตรส (Tetrose) เพนโทส (Pentose) และเฮกโซส (Hexose) ตามลำดับ ตัวอย่างแสดงโดยสูตรโครงสร้างแบบ Fischer ดังรูปที่ 14.1



รูปที่ 14.1 ตัวอย่างน้ำตาลโดยแสดงแบบ Fischer

โครงสร้างของน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวสามารถอยู่ได้ทั้งแบบที่เป็นโซ่เปิด (Open chain) และวงปิด (Cyclic) ซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาของหมู่คาร์บอนิล และหมู่ไฮดรอกซิลภายในโมเลกุล เกิดเป็นวงเอมิอะซีทัล (Cyclic hemiacetal) หรือวงเอมิคีทัล (Cyclic hemiketal) ที่มีขนาดวง 5 หรือวง 6 เหลี่ยม เรียกว่า ฟิวรานอส (Furanose) หรือไพรานอส (Pyranose) ตามลำดับ ซึ่งคาร์บอนที่เกิดเอมิอะซีทัล (Hemiacetal) หรือเอมิคีทัล (Hemiketal) เรียก คาร์บอนแอนโอเมอร์ (Anomeric carbon) โดยหมู่ไฮ

ตรอกซิกที่ตำแหน่งนี้อาจอยู่ด้านล่างของวงเป็นรูปแอลฟา (α -form) หรือด้านบนของวงเป็นรูปเบต้า (β -form) ตัวอย่างสมดุลของกลูโคส และฟรักโทส แบบโซ่เปิดและวงปิด แสดงดังรูปที่ 14.2



รูปที่ 14.2 ตัวอย่างโครงสร้างน้ำตาลในรูปโซ่เปิดและวงปิด

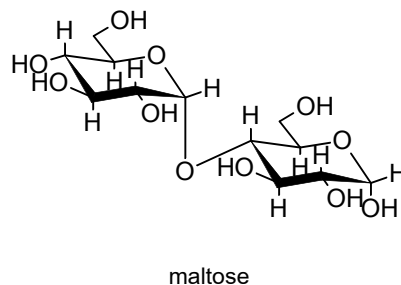
น้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวทุกชนิดมีสมบัติรีดิวส์ คือสามารถรีดิวส์ตัวออกซิไดซ์ ต่างๆ ได้ เช่น เบเนดิกซ์ (Benedict's reagent) หรือเฟลิงห์ (Fehling's reagent) เป็นต้น

2. โอลิโกแซคคาไรด์ (Oligosaccharides)

เป็นคาร์โบไฮเดรตที่ถูกไฮโดรไลซ์ ได้ผลิตภัณฑ์เป็นน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว ซึ่งสามารถแบ่งเป็นประเภทย่อยๆ ได้แก่

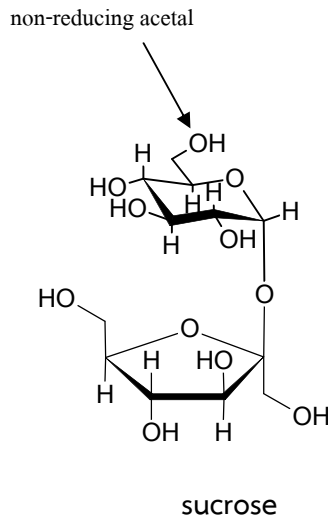
2.1 น้ำตาลโมเลกุลคู่ (Disaccharides) ซึ่งเมื่อถูกย่อยแล้วจะได้น้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวสองโมเลกุลแบ่งออกเป็น

2.1.1 น้ำตาลรีดิวส์ (Reducing disaccharides) ซึ่งเกิดจากน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวสองโมเลกุลเชื่อมต่อกันด้วยพันธะไกลโคซิดิก (glycosidic bond) ที่คาร์บอนแอนโนเมอร์ตัวที่หนึ่ง กับคาร์บอนที่ตำแหน่งอื่นของน้ำตาลโมเลกุลที่สอง ทำให้คาร์บอนแอนโนเมอร์ของน้ำตาลโมเลกุลที่สองยังเป็นเอมิอะซิทัลด หรือเอมิกิทัลด จึงมีสมบัติรีดิวส์ ตัวอย่างของน้ำตาลชนิดนี้เช่น แล็กโทส (lactose) มอลโทส (maltose)



รูปที่ 14.3 โครงสร้าง Maltose

2.1.2 น้ำตาลไม่รีดิวส์ (Non-reducing disaccharides) ซึ่งเกิดจากน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวสองโมเลกุลเชื่อมต่อกันด้วยพันธะไกลโคซิดิกที่คาร์บอนแอนโนเมอร์ตัวของน้ำตาลทั้งสองโมเลกุล ได้เป็น อะซิทัลด หรือคีทัลด จึงไม่มีสมบัติรีดิวส์ ตัวอย่างของน้ำตาลชนิดนี้เช่น ซูโครส (sucrose)



รูปที่ 14.4 โครงสร้าง Sucrose

3. พอลิแซ็กคาไรด์ (polysaccharides)

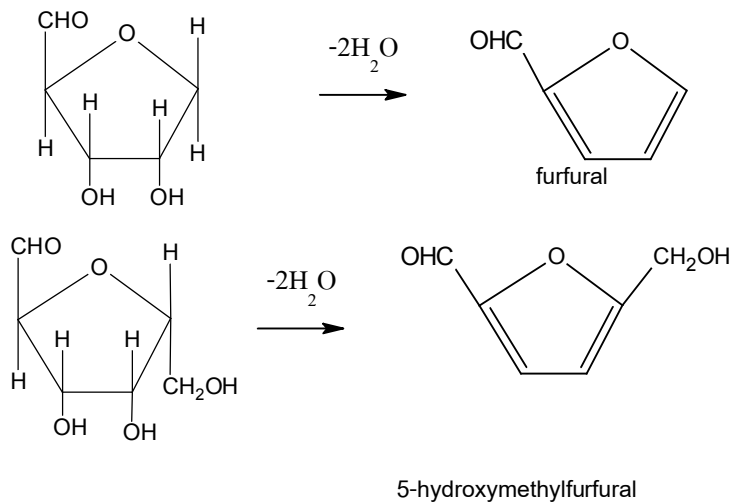
เป็นคาร์โบไฮเดรตที่เป็นสายพอลิเมอร์ของน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวต่อกัน 100-1000 หน่วย เมื่อไฮโดรไลซ์อย่างสมบูรณ์จะได้น้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวหลายโมเลกุลเช่น แป้ง เซลลูโลส ไกลโคเจน อินูลิน ซึ่งพอลิแซ็กคาไรด์จะไม่มีสมบัติรีดิวส์

ปฏิกิริยาของคาร์โบไฮเดรต

1. การทดสอบคาร์โบไฮเดรต

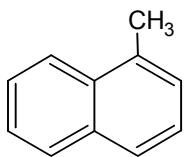
1.1 ปฏิกิริยาการเกิดเฟอฟูรัล หรืออนุพันธ์ของเฟอฟูรัล

น้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวจะเกิดปฏิกิริยาขจัดน้ำออก (Dehydration) ในกรดเข้มข้น โดยเพนโทสเกิดปฏิกิริยาขจัดน้ำออกได้เฟอฟูรัล (furfural) ส่วนน้ำตาลเฮกโซสได้ไฮดรอกซีเมทิลเฟอฟูรัล (Hydroxyl methyl furfural) สำหรับโอลิโกแซ็กคาไรด์ และพอลิแซ็กคาไรด์ จะถูกไฮโดรไลซ์เป็นน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวก่อน จึงจะเกิดปฏิกิริยาขจัดน้ำออก

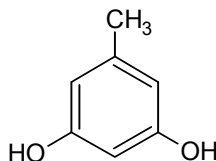


รูปที่ 14.5 ปฏิกิริยาการเกิดเฟอร์ฟิวรัล

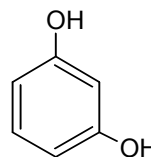
เฟอร์ฟิวรัล และไฮดรอกซีเมทิลเฟอร์ฟิวรัล เป็นสารไม่มีสี ละลายน้ำได้ ซึ่งสามารถทำปฏิกิริยากับสารฟีนอล เช่น แอลฟา-แนฟทอล (α -Naphthol) ออร์ซินอล (Orcinol) และรีซอร์ซินอล (Resorcinol) เป็นต้น เกิดสารประกอบที่มีสีขึ้น



α -Naphthol (Molisch test)



Orcinol (Bial test)



Resorcinol (Seliwanoff test)

รูปที่ 14.6 ตัวอย่างสารประกอบฟีนอล

1.1.1 Molisch test เป็นวิธีทดสอบทั่วไปของคาร์โบไฮเดรต

รีเอเจนต์ประกอบด้วยแอลฟา-แนฟทอลในแอลกอฮอล์และกรดซัลฟูริกเข้มข้น โดยเฟอร์ฟิวรัล และไฮดรอกซีเมทิลเฟอร์ฟิวรัล ซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาขจัดน้ำออกของคาร์โบไฮเดรตทุกชนิด จะทำปฏิกิริยาให้สารสีแดง หรือม่วง

1.1.2 Bial test เป็นวิธีทดสอบเพนโทส

รีเอเจนต์ประกอบด้วยออร์ซินอลในสารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์และกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น โดยเฟอร์ฟิวรัล ซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาขจัดน้ำออกของเพนโทส และคาร์โบไฮเดรตที่ถูกไฮโดรไลซ์ได้เพนโทส จะทำปฏิกิริยาให้สารสีน้ำเงิน หรือเขียวมะกอก

1.1.3 Seliwanoff test เป็นวิธีทดสอบคีโตเฮกโซส

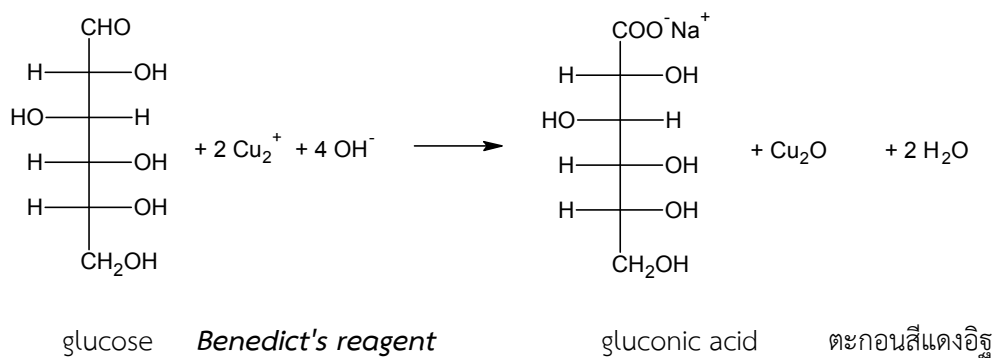
รีเอเจนต์ประกอบด้วยรีซอร์ซินอลในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น โดยคีโตเฮกโซสจะเกิดจากปฏิกิริยาขจัดน้ำออกได้ไฮดรอกซีเมทิลเฟอพิวรัลเร็วกว่าแอลโดเฮกโซส ซึ่งจะทำปฏิกิริยาให้สารสีแดงได้เร็วกว่า

1.2 ปฏิกิริยากับสารละลายไอโอดีน (Iodine test)

เป็นวิธีการตรวจสอบคาร์โบไฮเดรตที่เป็นพอลิแซ็กคาไรด์ โดยให้ทำปฏิกิริยากับสารละลายไอโอดีน ซึ่งจะเกิดสารประกอบเชิงซ้อนสีต่างๆ เช่น แป้งให้สีน้ำเงิน เซลลูโลสไม่มีสี โกลโคเจนให้สีน้ำตาลแดง เป็นต้น

2. การทดสอบสมบัติรีดิวส์ของคาร์โบไฮเดรต

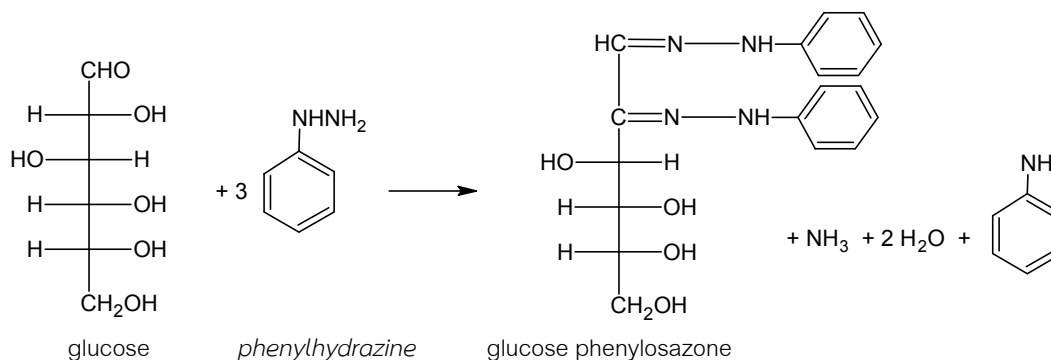
น้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว และโมเลกุลคู่ที่มีสมบัติรีดิวส์ จะรีดิวส์ Cu^{2+} ในสารละลายเบนดิคซ์ ซึ่งเป็นสารละลายสีน้ำเงินของสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์ (II) ซิเตรตที่ประกอบด้วยคอปเปอร์ซัลเฟต โซเดียมไบคาร์บอเนต และโซเดียมซิเตรต ได้ตะกอนสีแดงอิฐของคิวปรัสออกไซด์ (cuprous oxide, Cu_2O) ดังรูป 14.7



รูปที่ 14.7 ปฏิกิริยาการทดสอบกับ สารละลายเบนดิคซ์ (Benedict's reagent)

3. ปฏิกิริยาการเกิดโอซาโซน (Osazone)

น้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว และโมเลกุลคู่ที่มีสมบัติรีดิวส์จะทำปฏิกิริยากับฟีนิลไฮดราซีน (phenylhydrazine) เกิดโอซาโซน (osazone) ดังสมการในรูปที่ 14.8



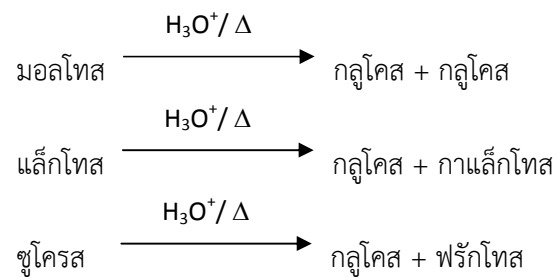
รูปที่ 14.8 ปฏิกิริยาการเกิดโอซาโซน (Osazone)

โอซาโซนที่เกิดจากการโบไฮเดรตแต่ละชนิดจะมีลักษณะเป็นผลึกสีเหลือง เวลาการเกิดผลึก รูปร่างผลึกและจุดหลอมเหลวเฉพาะตัว จึงใช้วิเคราะห์ชนิดของการโบไฮเดรตได้

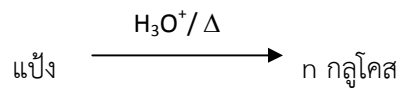
4. ปฏิกิริยาไฮโดรลิซิส (Hydrolysis)

โอลิโกแซคคาไรด์ และพอลิแซคคาไรด์จะถูกไฮโดรไลซ์ด้วยกรด หรือเอนไซม์ ให้น้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวที่เป็นองค์ประกอบย่อย

4.1 ปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสของน้ำตาลโมเลกุลคู่ เช่น



4.2 ปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสของพอลิแซคคาไรด์



อุปกรณ์

เครื่องแก้วและอุปกรณ์พื้นฐาน

สารเคมี

สารละลาย 1% ของคาร์โบไฮเดรตต่อไปนี้ ไซโลส กลูโคส ฟรักโทส มอลโทส ซูโครส และแป้ง
 สารละลาย Molisch
 สารละลาย Bial
 สารละลาย Seliwanoff
 สารละลาย Benedict
 สารละลาย Phenylhydrazine
 สารละลายไอโอดีนในโพแทสเซียมไอโอไดด์ (I_2/KI)
 กรดซัลฟิวริกเข้มข้น (conc. H_2SO_4)
 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (conc. HCl)
 6M HCl
 10% $NaOH$

การทดลอง

สารละลายคาร์โบไฮเดรตที่ใช้ทดสอบในข้อ 1-3 คือ ไซโลส กลูโคส ฟรักโทส มอลโทส ซูโครส และแป้ง

1. การทดสอบคาร์โบไฮเดรต

1.1 Molisch test

ใส่สารละลายคาร์โบไฮเดรตลงในหลอดทดลองหลอดละ 10 หยด หยดสารละลาย Molisch หลอดละ 1 หยด เขย่าให้เข้ากัน เอียงหลอดแล้วค่อยๆ รินกรดซัลฟิวริกเข้มข้นให้ไหลลงไปตามข้างหลอด หลอดละ 10 หยด สังเกตสีที่เกิดขึ้นตรงรอยต่อระหว่างชั้นของสารละลาย บันทึกผล

1.2 Bial test

ใส่สารละลายคาร์โบไฮเดรตลงในหลอดทดลองหลอดละ 10 หยด เติมสารละลาย Bial หลอดละ 15 หยด นำไปอุ่นในเครื่องอังน้ำที่มีน้ำเดือด สังเกตสีของสารละลายที่เกิดขึ้น บันทึกผล

1.3 Seliwanoff test

ใส่สารละลายคาร์โบไฮเดรตลงในหลอดทดลองหลอดละ 10 หยด เติมสารละลาย Seliwanoff หลอดละ 1 mL นำไปอุ่นในเครื่องอังน้ำที่มีน้ำเดือด สังเกตการเปลี่ยนสีของสารละลายที่เกิดขึ้นทุกๆ 1 นาที เป็นเวลา 5 นาที บันทึกผล

1.4 Iodine test

ใส่สารละลายคาร์โบไฮเดรตลงในหลอดทดลองหลอดละ 10 หยด หยดสารละลายไอโอดีนในโพแทสเซียมไอโอไดด์ หลอดละ 1 หยด เขย่าให้เข้ากัน สังเกตสีของสารละลายที่เกิดขึ้น บันทึกผล

2. การทดสอบสมบัติรีดิวซ์ของคาร์โบไฮเดรต

ใส่สารละลาย Benedict ลงในหลอดทดลอง 6 หลอดๆ ละ 1 mL เติมสารละลายคาร์โบไฮเดรตแต่ละชนิดลงไปหลอดละ 10 หยด เขย่าให้เข้ากัน นำไปอุ่นในเครื่องอังน้ำที่มีน้ำเดือด 5 นาที สังเกตการเปลี่ยนแปลง บันทึกผล

3. ปฏิกริยาการเกิดไอโซไซน

ใส่สารละลาย Phenylhydrazine ที่เตรียมใหม่ๆ ลงในหลอดทดลอง 6 หลอดๆ ละ 1 mL เติมสารละลายคาร์โบไฮเดรตแต่ละชนิดลงไปหลอดละ 10 หยด เขย่าให้เข้ากัน นำไปอุ่นในเครื่องอังน้ำที่มีน้ำเดือด จับเวลาทันที เขย่าสารละลายในหลอดทดลองเป็นครั้งคราว สังเกตผลึกที่เกิดขึ้น และบันทึกเวลาในการเกิดผลึก หลังจากต้ม 30 นาที นำหลอดที่ไม่เกิดผลึกมาแช่เย็น สังเกตการเปลี่ยนแปลงบันทึกผล

4. ปฏิกริยาไฮโดรลิซิส

4.1 ปฏิกริยาไฮโดรลิซิสของน้ำตาลโมเลกุลคู่

ใส่สารละลายซูโครสลงในหลอดทดลอง 20 หยด เติม 6 M HCl 10 หยด เขย่าให้เข้ากัน นำไปอุ่นในเครื่องอังน้ำที่มีน้ำเดือด 10 นาที ทิ้งให้สารละลายเย็น ทำให้เป็นกลางด้วย 10% NaOH นำไปทดสอบการเกิดน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว กับสารละลาย Benedict ตามวิธีในข้อ 2 บันทึกผล

4.2 ปฏิกริยาไฮโดรลิซิสของพอลิแซ็กคาไรด์

ใส่น้ำแป้งลงในหลอดทดลอง 2.5 mL เติม 6M กรดไฮโดรคลอริก (6 M HCl) 10 หยด เขย่าให้เข้ากัน นำไปอุ่นในเครื่องอังน้ำที่มีน้ำเดือด 10 นาที ทิ้งให้สารละลายเย็น ทำให้เป็นกลางด้วย 10% NaOH แบ่งสารละลายใส่ในหลอดทดลอง 2 หลอด หลอดที่ 1 ทดสอบกับสารละลาย Benedict ตามวิธีในข้อ 2 ส่วนหลอดที่ 2 ทดสอบกับไอโอดีน บันทึกผล

วันที่ /..... /.....	ชื่ออาจารย์ผู้สอน:	
รายชื่อผู้ทำการทดลอง	1.ชื่อ-สกุล:	รหัสนิสิต:
	2.ชื่อ-สกุล:	รหัสนิสิต:
	3.ชื่อ-สกุล:	รหัสนิสิต:

รายงานการทดลองบทที่ 14
คาร์โบไฮเดรต

ผลการทดลอง

1. ปฏิบัติการทดสอบคาร์โบไฮเดรต (ทำเครื่องหมาย + ถ้าเกิดปฏิกิริยา หรือ - ถ้าไม่เกิดปฏิกิริยาใน ตารางผลการทดลอง)

คาร์โบไฮเดรต		ผลการทดลอง			
		Molisch test	Bial test	Seliwanoff test	Iodine test
ไซโลส	ผลที่สังเกตเห็น				
	การเกิดปฏิกิริยา				
กลูโคส	ผลที่สังเกตเห็น				
	การเกิดปฏิกิริยา				
ฟรักโทส	ผลที่สังเกตเห็น				
	การเกิดปฏิกิริยา				
มอลโทส	ผลที่สังเกตเห็น				
	การเกิดปฏิกิริยา				
ซูโครส	ผลที่สังเกตเห็น				
	การเกิดปฏิกิริยา				
แป้ง	ผลที่สังเกตเห็น				
	การเกิดปฏิกิริยา				

2. ปฏิกริยากับสารละลายเบนดิคซ์ (ทำเครื่องหมาย + ถ้าเกิดปฏิกิริยา หรือ – ถ้าไม่เกิดปฏิกิริยา ในช่อง ตารางผลการทดลอง)

คาร์โบไฮเดรต	ผลการทดลอง	เกิดปฏิกิริยาหรือไม่
ไซโลส		
กลูโคส		
ฟรักโทส		
มอลโทส		
ซูโครส		
แป้ง		

น้ำตาลที่มีสมบัติรีดิวส์

ได้แก่

.....

3. ปฏิกริยาการเกิดไอชาโซน (ทำเครื่องหมาย + ถ้าเกิดปฏิกิริยาไอชาโซนหรือ – ถ้าไม่เกิดปฏิกิริยาไอชาโซนในตารางผลการทดลอง)

ไอชาโซน	ไซโลส	กลูโคส	ฟรักโทส	มอลโทส	ซูโครส	แป้ง
การเกิดไอชาโซน						
เวลาที่เกิดผลึก (นาที)						

4. ปฏิกริยาไฮโดรลิซิส

4.1 เมื่อไฮโดรไลซ์ซูโครสด้วยกรด HCl จะได้.....

ผลการทดสอบสารละลายที่ได้ด้วยสารละลายเบนดิคซ์.....

4.2 เมื่อไฮโดรไลซ์แป้งด้วยกรด HCl อย่างสมบูรณ์จะได้.....

ผลการทดสอบสารละลายที่ได้ด้วยสารละลายเบนดิคซ์.....

ผลการทดสอบสารละลายที่ได้ด้วยสารละลายไอโอดีน.....

คำถามท้ายบท

1. จงบอกชื่อ reagent ที่ให้ผลบวก (positive test) กับ
 - 1.1 น้ำตาลทุกชนิด
 - 1.2 น้ำตาลคีโตส
 - 1.3 น้ำตาลเพนโทส
2. นิสิตคิดว่าจากการทดลองในบทนี้ สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการตรวจหาโรคเบาหวานในเบื้องต้นได้หรือไม่ ถ้าได้ ให้บอกชื่อรีเอเจนต์ที่ใช้ และผลที่จะสังเกตเห็นได้
3. ถ้านำแล็กโทส (Lactose) มาไฮโดรไลซ์ด้วยกรด ควรจะได้อะไร และเมื่อทำปฏิกิริยากับสารละลายเบเนดิกซ์ ผลการทดลองควรเป็นอย่างไร
4. โอซาโซน (Osazone) คืออะไร มีลักษณะอย่างไร และโอซาโซนของกลูโคสและฟรักโทสควรมีลักษณะเหมือนกัน หรือต่างกัน เพราะเหตุใด

เอกสารอ้างอิง

1. คณาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์. 2552. **เคมีอินทรีย์ภาคปฏิบัติการ**. พิมพ์ครั้งที่ 2. โรงพิมพ์ โอ. เอส. พรินต์ติ้งเฮาส์. กรุงเทพมหานคร.
2. งามผ่อง คงคาทิพย์ จงกลณี แก้วศรีประกาย ชลธิชา นุ่มหอม ทิพย์มนต์ ภัทราคร นุจारी ประสิทธิ์พันธ์ ไพสิน ลี้มตระกูล ลักษณะ จรรยาชัยเลิศ วราภรณ์ พาราสุข และสุพรรณา เตชะสกุล. 2543. **ปฏิบัติการเคมีอินทรีย์**. พิมพ์ครั้งที่ 4. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัย เกษตรศาสตร์. โรงพิมพ์ โอ. เอส. พรินต์ติ้งเฮาส์. กรุงเทพมหานคร.
3. ทิพย์มนต์ ภัทราคร ธิติพันธ์ กาพย์เกิด พิทักษ์ เชื้อวงศ์ ไพสิน ลี้มตระกูล ลักษณะ จรรยาชัยเลิศ วราภรณ์ พาราสุข วันชัย ปลื้มภาณุภัทร. 2552. **เคมีอินทรีย์ภาคปฏิบัติการ**. พิมพ์ครั้งที่ 2 (ฉบับปรับปรุงใหม่). ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.
4. รุติยา แซ่ปิง. 2553. **เอกสารประกอบการสอน ปฏิบัติการเคมีอินทรีย์ 2**. พิมพ์ครั้งที่ 1. คณะศิลปศาสตร์และวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.
5. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร. **คู่มือปฏิบัติการเคมีอินทรีย์ (256121)**.
6. วิจิตร เอื้อประเสริฐ และคณะ. 2554. **คู่มือปฏิบัติการเคมีอินทรีย์**. พิมพ์ครั้งที่ 3. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
7. สุพรรณา เตชะสกุล. 2543. **ปฏิบัติการเคมีอินทรีย์**. พิมพ์ครั้งที่ 4. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.
8. เอกสารข้อมูลความปลอดภัยเคมีภัณฑ์ศูนย์ข้อมูลวัตถุอันตรายและเคมีภัณฑ์
<http://msds.pcd.go.th>
9. Allen M. Schoffstall, Babara A. Gaddis, Melvin L. Druehinger. 2004. **Microscale and Miniscale Organic Chemistry Laboratory Experiments** . 2nd ed. The Mac Graw Hill, New York.
10. Bettelheim, F., Landesberg, J. 2000. **Laboratory Experiments for General, Organic and Biochemistry**. 4th ed. Brooks Cole. New York.
11. Department of Chemistry, Villanova University. 2008. **Nucleophilic Substitution of Alkyl Halides**. Experimental Procedures & Notes for Experiments 17 A, B and C.
12. Durst, H. D. and Gokel, G. W. 1980. **Experimental Organic Chemistry**. McGraw-Hill, New York.
13. Engel, R. G., G. S. Kriz, G. M. Lampman and D. L. Pavia. 2011. **Introduction to Organic Laboratory Techniques: A Small Scale Approach**. 3rd ed, Nelson Education, Ltd., Canada.

14. Fessenden, R. J. 1983. **Techniques Experiments for Organic Chemistry.** PWS Publishers.
15. Fieser, L. F., Williamson, K. L. 1992. **Organic Experiments.** 7th ed. D.C. Health and Company. Massachusetts .
16. Lehman, J. W. 2004. **Microscale Operational Organic Chemistry: A Problem-Solving Approach to the Laboratory Course.** Pearson Education, Inc., USA.
17. Martin, S. F. and J. C. Gilbert. 2011. **Organic Chemistry Lab Experiment.** 5th ed. Brook/Cole Cengage Learning.
18. Matt. 2011. Nucleophilic Substitution of Alkyl Halides.
http://www.mendelset.com/articles/690/nucleophilic_substitution_alkyl_halides
7 กรกฎาคม 2557.
19. Mayo, D. W., Pike, R. M. and Trumper, P. K. 2000. **Microscale Organic Laboratory.** John Wiley & Sons, New York.
20. Pavia, D. L., Lampman, G. M., Kriz, G. S. and Engel, R. G. 2005. **Introduction to Organic Laboratory Techniques,** 2nd ed. Thomson Brook/Cole Publishers.
21. Schoffstall, A. M., B. A. Gaddis and M. L. Druehlinger. 2004. **Microscale and Miniscale Organic Chemistry Laboratory Experiments.** 2nd ed. McGraw-Hill, New York, USA.
22. Solomon, T. W. and C. B. Fryhle. 2008. **Organic Chemistry.** 9th ed. John Wiley & Sons, New York.
23. Wade, L.G. 2006. **Organic Chemistry.** 6th ed. Pearson prentice Hall. New Jersey.
24. Williamson, K. L. 2007. **Macroscale and Microscale Organic Experiments.** 5th ed. Houghton Mifflin, Boston, USA.