

## บทที่ 2

### เทคนิคการปฏิบัติการทั่วไป

#### 2.1 การหาค่าจุดหลอมเหลว (Melting Point)

จุดหลอมเหลวของสารหมายถึงอุณหภูมิที่ของแข็งและของเหลวอยู่ร่วมกันในภาวะสมดุล โดยอุณหภูมิไม่เปลี่ยนแปลง จุดหลอมเหลวเป็นค่าคงที่ทางกายภาพที่สามารถนำไปใช้ในการพิสูจน์เอกลักษณ์ (identification) และในการหาลักษณะพิเศษ (characterization) ของสารประกอบอินทรีย์ เพราะสารประกอบแต่ละชนิดจะมีจุดหลอมเหลวเป็นค่าเฉพาะตัว

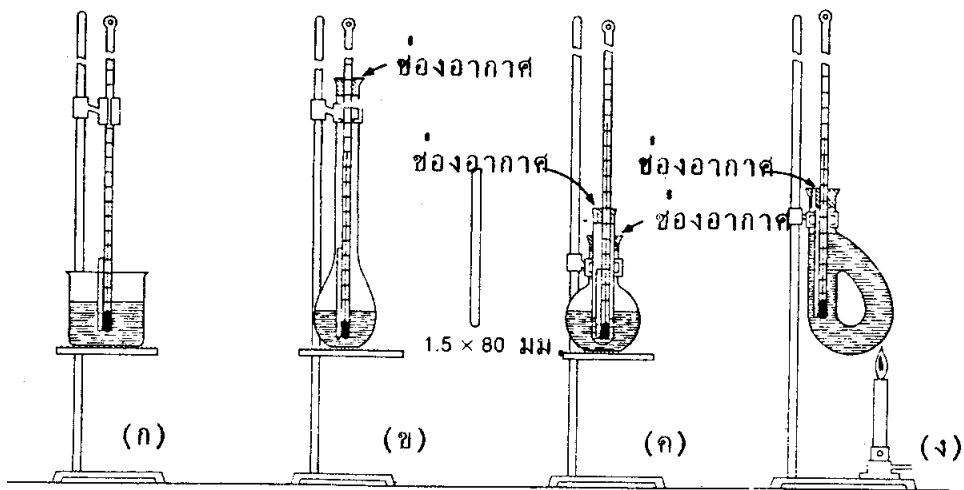
โดยทั่วไปสารบริสุทธิ์จะมีจุดหลอมเหลวที่แน่นอน และมีช่วงการหลอมเหลว (melting point range) แคบ กล่าวคือช่วงอุณหภูมิตั้งแต่สารเริ่มหลอมเหลวจนสารหลอมเหลวหมด จะมีค่าไม่เกิน  $1^{\circ}\text{C}$  ส่วนสารที่มีสารเจือปน (impurity) มักจะมีจุดหลอมเหลวน้อยกว่าจุดหลอมเหลวของสารบริสุทธิ์และมีช่วงการหลอมเหลวกว้าง ยกเว้นในกรณีที่สารผสมของสารกับสารเจือปน มีอัตราส่วนเท่ากับ eutectic composition ที่เรียกกันว่าสารผสม eutectic (eutectic mixture) จะหลอมเหลวที่อุณหภูมิต่ำกว่า หรือมีช่วงการหลอมเหลวแคบเช่นเดียวกับสารบริสุทธิ์ แต่จุดหลอมเหลวของสารผสมประเภทนี้จะมีค่าเปลี่ยนไปเมื่อนำสารผสมนี้มาทำการตกผลึกแบบลำดับส่วน (fractional crystallization) ดังนั้นช่วงการหลอมเหลวของสารประกอบใด ๆ โดยปกติจะเป็นเครื่องชี้ให้เห็นว่าสารประกอบนั้นมีความบริสุทธิ์มากน้อยเพียงใด

#### วิธีหาจุดหลอมเหลวแบบหลอดคะปิลลารี (capillary tube)

สารที่จะนำมาหาจุดหลอมเหลวต้องแห้งและควรบดให้ละเอียด การบรรจุสารลงในหลอดคะปิลลารี ซึ่งเป็นหลอดแก้วขนาดเล็กที่มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 1-2 มม. และมีปลายข้างหนึ่งปิด ทำได้โดยกดปลายหลอดข้างเปิดลงบนสารที่ต้องการหาจุดหลอมเหลว สารจะเข้าไปอยู่ในหลอดคะปิลลารี ปลายหลอดขึ้น เคาะหลอดทางปลายปิดกับโต๊ะ เพื่อให้สารตกลงสู่กันหลอด ปล่อยให้หลอดคะปิลลารีตกลงในหลอดแก้วสูงประมาณ 2 ฟุตที่วางตั้งตรงบนโต๊ะ วิธีนี้จะช่วยให้สารอัดกันแน่น และหลอด

คะปิลลารีไม้แตก บรรจุสารในหลอดให้สูงประมาณ 3-5 มม. แล้วนำไปหาจุดหลอมเหลว เครื่องมือหาจุดหลอมเหลวที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ อาจแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภทใหญ่ ๆ ดังนี้

1. เครื่องมือหาจุดหลอมเหลวที่ใช้ของเหลวเป็นตัวให้ความร้อนแก่สาร เครื่องมือประเภทนี้ จะมีรูปร่างต่าง ๆ กันดังแสดงในรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 เครื่องมือหาจุดหลอมเหลวชนิดต่าง ๆ (ก) Simple beaker (ข) Kjeldahl flask (ค) Double liquid bath (ง) Thiele apparatus

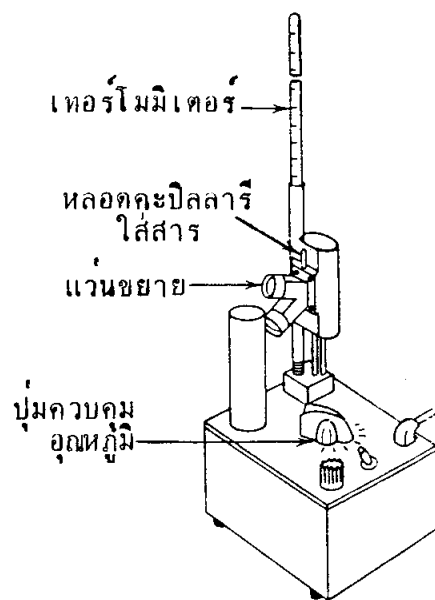
ของเหลวที่บรรจุในภาชนะสำหรับหาจุดหลอมเหลวต้องเป็นสารที่มีจุดเดือดสูงและเสถียร ของเหลวที่นิยมใช้กันเสมอ เช่น กลีเซอรอล (glycerol) น้ำมันพาราฟิน (paraffin oil) น้ำมันซิลิโคน (silicone oil) เป็นต้น

ในการหาจุดหลอมเหลวของสารโดยใช้เครื่องมือประเภทนี้ ให้นำหลอดคะปิลลารีที่บรรจุสารที่ต้องการหาจุดหลอมเหลวมาผูกติดกับเทอร์โมมิเตอร์ โดยให้ก้นหลอดอยู่ระดับเดียวกับกระเปาะของเทอร์โมมิเตอร์ และอยู่สูงจากก้นภาชนะที่ใช้หาจุดหลอมเหลวพอประมาณ ให้ความร้อนแก่ภาชนะอย่างช้า ๆ และสม่ำเสมอ จนอุณหภูมิต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของสารที่จะหาประมาณ 15°C จึงลดความร้อนลงจนกระทั่งอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิประมาณ 2°C ต่อนาที ถ้าไม่ทราบจุดหลอมเหลวของสาร ควรบรรจุสารในหลอดสองหลอด หลอดแรกใช้หาจุดหลอมเหลวโดยประมาณ

อย่างรวดเร็วก่อน แล้วปล่อยให้ของเหลวในภาชนะที่ใช้หาจุดหลอมเหลวเย็นลงต่ำกว่าจุดหลอมเหลวครั้งแรกประมาณ 30°ซ แล้วจึงหาจุดหลอมเหลวของสารในหลอดที่สองโดยละเอียด

เครื่องมือหาจุดหลอมเหลวที่ใช้ของเหลวเป็นตัวให้ความร้อนแก่สารเหมาะสำหรับสารที่มีจุดหลอมเหลวไม่เกิน 300°ซ เพราะที่อุณหภูมิสูงมาก ๆ ของเหลวที่ใช้มักจะเกิดการสลายตัวและให้ควันทoxicเกิดขึ้น

2. เครื่องมือหาจุดหลอมเหลวที่ใช้ไฟฟ้าเพื่อทำให้ท่อนโลหะที่มีช่องใส่หลอดตะกั่วสารร้อนขึ้น ตัวอย่างเช่น เครื่องวัดจุดหลอมเหลวแบบ Mel-Temp ดังในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 เครื่องวัดจุดหลอมเหลวแบบ Mel-Temp

ในการหาจุดหลอมเหลวของสารโดยใช้เครื่อง Mel-Temp ให้ใส่หลอดตะกั่วสารที่บรรจุสารลงในช่องใส่สาร แล้วสังเกตการหลอมเหลวของสารผ่านแว่นขยาย แม้เครื่องมือชนิดนี้จะมีราคาแพงกว่า แต่พบว่าสะดวกปลอดภัย และประหยัดเวลาในการใช้หาจุดหลอมเหลวได้มากกว่าเครื่องมือประเภทแรก นอกจากนี้ยังสามารถใช้กับสารที่มีจุดหลอมเหลวสูงถึง 400°ซ

### การหาจุดหลอมเหลวผสม (Mixed Melting Point Determination)

การหาจุดหลอมเหลวผสมเป็นวิธีที่ใช้ในการพิสูจน์ว่าสาร 2 ตัวที่มีจุดหลอมเหลวเท่ากันหรือใกล้เคียงกันเป็นสารชนิดเดียวกันหรือไม่ วิธีการนี้ได้มาจากความจริงที่ว่า โดยทั่วไปสารผสมของสารต่างชนิดกันจะมีจุดหลอมเหลวที่มีค่าลดลง

ในทางปฏิบัติการหาจุดหลอมเหลวผสมสามารถทำได้โดยนำสารผสมที่ได้จากการผสมสารที่สงสัยทั้งสองในปริมาณเท่ากันมาหาจุดหลอมเหลวตามวิธีที่กล่าวข้างต้น ถ้าจุดหลอมเหลวของสารผสมต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของสารทั้งสองเมื่อบริสุทธิ์ แสดงว่าสารทั้งสองนั้นเป็นสารคนละชนิดกัน แต่ถ้าจุดหลอมเหลวของสารผสมมีค่าเท่ากับจุดหลอมเหลวของสารทั้งสองเมื่อบริสุทธิ์ แสดงว่าสารที่สงสัยทั้งสองควรเป็นสารชนิดเดียวกัน อย่างไรก็ตามควรเปรียบเทียบค่าคงที่ทางกายภาพอื่น ๆ ของสารทั้งสองนั้นประกอบด้วย

### แฟกเตอร์ที่มีผลต่อช่วงการหลอมเหลวของสาร

โดยปกติสารที่มีช่วงการหลอมเหลวกว้างมักมีสาเหตุมาจาก

1. มีสารอื่นเจือปนอยู่
2. สารที่นำมาหาจุดหลอมเหลวมีขนาดของผลึกใหญ่
3. ใส่สารในหลอดตะกั่วสารีมากไป
4. อัตราการให้ความร้อนแก่สารไม่เหมาะสม
5. มีการเปลี่ยนแปลงบางอย่างเกิดขึ้นกับสารระหว่างทำการหาจุดหลอมเหลว เช่น สารบางชนิดจะสลายตัว ซึ่งสังเกตได้จากสีของสารที่เปลี่ยนเป็นสีคล้ำจนกระทั่งถึงสีดำ สารบางชนิดจะเกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีขณะหลอมเหลวเกิดเป็นสารใหม่ที่มีจุดหลอมเหลวที่แตกต่างไปจากจุดหลอมเหลวของสารตัวเดิม ดังนั้นจึงควรบันทึกการเปลี่ยนแปลงใด ๆ ที่เกิดขึ้นขณะหาจุดหลอมเหลวของสารเสมอ

## 2.2 การหาค่าจุดเดือด (Boiling Point)

จุดเดือดของของเหลวคืออุณหภูมิที่ความดันไอของของเหลวมีค่าเท่ากับความดันบรรยากาศ ดังนั้นเมื่อความดันบรรยากาศเปลี่ยนไป จะทำให้จุดเดือดของสารเปลี่ยนไปด้วย สารประกอบอินทรีย์แต่ละชนิดจะมีจุดเดือดต่างกันขึ้นอยู่กับแฟกเตอร์ดังต่อไปนี้

1. น้ำหนักโมเลกุล เช่น สารประกอบที่อยู่ในอนุกรมโฮมอโลกัส (homologous series) เดียวกันจะมีจุดเดือดสูงขึ้น เมื่อน้ำหนักโมเลกุลเพิ่มขึ้น

2. โครงสร้างของสาร ตัวอย่างเช่น แอลกอฮอล์ที่เป็นโซ่ตรง (straight chain) จะมีจุดเดือดสูงกว่าแอลกอฮอล์ที่เป็นโซ่แขนง (branch chain) เมื่อเปรียบเทียบระหว่างแอลกอฮอล์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากัน

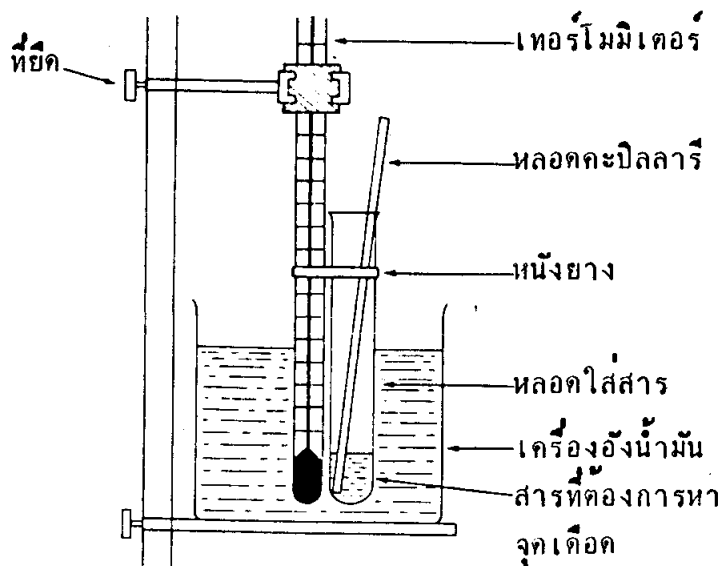
3. แรงดึงดูดระหว่างโมเลกุล เช่น เอทานอล ( $C_2H_5OH$ ) ซึ่งเป็นสารประกอบที่สามารถสร้างพันธะไฮโดรเจน (hydrogen bond) ระหว่างโมเลกุล จะเดือดที่อุณหภูมิ  $78.8^{\circ}C$  สูงกว่าเมทิลเอเทอร์ ( $CH_3OCH_3$ ) ซึ่งเดือดที่  $-23.7^{\circ}C$  และไม่มีพันธะไฮโดรเจนระหว่างโมเลกุล ทั้ง ๆ ที่สารประกอบทั้งสองมีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากัน

สารบริสุทธิ์จะมีจุดเดือดเป็นค่าคงที่ หรือมีช่วงการเดือดไม่เกิน  $5^{\circ}C$  ยกเว้นสารผสม azeotropic ซึ่งเป็นสารผสมที่มีจุดเดือดคงที่ ตัวอย่างเช่น สารผสมของ 95.6% เอทานอลกับ 4.4% น้ำจะเดือดที่  $78.2^{\circ}C$  สารผสมของ 77.5% กรดฟอร์มิกกับ 22.5% น้ำจะเดือดที่  $107.1^{\circ}C$  เป็นต้น สำหรับสารที่มีสารเจือปนอาจมีจุดเดือดสูงหรือต่ำกว่าจุดเดือดของสารบริสุทธิ์ขึ้นอยู่กับชนิดและปริมาณของสารเจือปนที่มีอยู่

#### การหาจุดเดือดโดยวิธีไมโคร (Micro Method)

การหาจุดเดือดโดยวิธีไมโครเหมาะสำหรับสารที่มีปริมาณน้อย ๆ ถ้ามีปริมาณสารมาก มักนิยมหาจุดเดือดโดยการกลั่นซึ่งจะกล่าวถึงต่อไป

ในการหาจุดเดือดโดยวิธีไมโคร ให้ใส่สารที่ต้องการหาจุดเดือดลงในหลอดทดลองขนาดเล็ก ประมาณ 0.25 - 0.5 มล. ใส่หลอดคะปิลลารีลงในหลอดทดลองโดยให้ปลายเปิดอยู่ใต้ระดับสาร แล้วนำหลอดทดลองไปผูกติดกับเทอร์โมมิเตอร์โดยให้ปลายหลอดทดลองอยู่ระดับเดียวกับกระเปาะของเทอร์โมมิเตอร์ จุ่มลงในเครื่องอ่างน้ำมัน (oil bath) ดังในรูปที่ 2.3 ให้ความร้อนแก่เครื่องอ่างอย่างช้า ๆ และสม่ำเสมอ บันทึกอุณหภูมิขณะที่ฟองอากาศเริ่มปุดออกมาจากหลอดคะปิลลารีอย่างรวดเร็วและมีลักษณะเป็นสายขณะที่ยังคงให้ความร้อนแก่เครื่องอ่างอยู่ หลังจากนั้นให้เอาไฟออกเพื่อให้เครื่องอ่างเย็นตัวลง แล้วบันทึกอุณหภูมิขณะที่สารเริ่มเข้าไปในหลอดคะปิลลารี อุณหภูมิที่บันทึกทั้งสองครั้งนี้คือจุดเดือดของสาร ดังนั้นจึงไม่ควรต่างกันมากกว่า  $1^{\circ}C$



รูปที่ 2.3 เครื่องมือหาจุดเดือดโดยวิธีไมโคร

## 2.3 การกลั่น (Distillation)

ปฏิกิริยาเคมีส่วนใหญ่จะให้ผลผลิตมากกว่า 1 ตัว ดังนั้นการแยกผลผลิตที่ต้องการและการทำผลผลิตให้บริสุทธิ์จึงเป็นขั้นตอนที่สำคัญมากสำหรับนักเคมี สำหรับวิธีการแยกและการทำสารประกอบอินทรีย์ที่เป็นของเหลวให้บริสุทธิ์ซึ่งนิยมใช้กันมากคือการกลั่น

การกลั่นเป็นวิธีการแยกสารผสมออกจากกันโดยอาศัยความแตกต่างของจุดเดือด การกลั่นประกอบด้วยให้ความร้อนจนของเหลวกลายเป็นไอ (vaporize) แล้วควบแน่น (condense) ไอกลับเป็นของเหลวในภาชนะอีกใบหนึ่ง ของเหลวที่ได้จากการกลั่นเรียกว่า distillate การกลั่นที่สำคัญ ๆ มี 4 ประเภทคือ การกลั่นแบบธรรมดา การกลั่นแบบลำดับส่วน การกลั่นแบบลดความดัน และการกลั่นแบบใช้ไอน้ำ

### 2.3.1 การกลั่นแบบธรรมดา (Simple Distillation)

การกลั่นแบบธรรมดา เป็นวิธีที่ใช้ในการแยกของเหลวที่ระเหยง่าย (volatile liquid) ออกจากของเหลวที่ระเหยยาก (nonvolatile liquid) โดยที่ของเหลวทั้งสองจะต้องมีจุดเดือดต่างกันไม่น้อยกว่า  $80^{\circ}\text{C}$

การกลั่นเกิดขึ้นจากความจริงที่ว่า ที่อุณหภูมิหนึ่ง ๆ โมเลกุลของของเหลวจะมีพลังงานจลน์ (kinetic energy) เพียงพอที่จะทำให้โมเลกุลของของเหลวบางส่วนเคลื่อนหลุดออกจากผิวของของเหลว ไปอยู่ในสถานะที่เป็นไอ ไอที่เกิดขึ้นจะก่อให้เกิดความดันขึ้นเรียกว่า ความดันไอ (vapor pressure) โอกาสที่ของเหลวจะกลายเป็นไอมักมีมากขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิ เพราะโมเลกุลของของเหลวมีพลังงานจลน์มากขึ้น อาจกล่าวในอีกแง่หนึ่งได้ว่าการเพิ่มอุณหภูมิจะมีผลทำให้ความดันไอของของเหลวเพิ่มขึ้น ดังนั้นเมื่อให้ความร้อนแก่ของเหลว ความดันไอของของเหลวจะเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ จนกระทั่งเมื่อความดันไอของของเหลวมีค่าเท่ากับความดันบรรยากาศ (หรือความดันภายนอก) ของเหลวจะเดือด เรียกอุณหภูมิ ณ. จุดซึ่งของเหลวเดือดว่า จุดเดือด

สารละลายอุดมคติ (ideal solution) หมายถึง สารละลายที่มีการกระทำ (interaction) ระหว่างโมเลกุลชนิดเดียวกันเหมือนกันกับการกระทำระหว่างโมเลกุลต่างชนิดกัน สารละลายอุดมคติเท่านั้นที่ประพฤติตามกฎของราอูลต์ (Raoult's law) ที่ว่าความดันไอย่อย (partial vapor pressure) ของสารในสารละลายที่อุณหภูมิหนึ่งจะมีค่าเท่ากับความดันไอของสารบริสุทธิ์คูณ mole fraction ของสารนั้นในสารละลาย ดังนั้นถ้าสารละลายของสาร A และ B เป็นสารละลายอุดมคติ ความดันไอย่อยของสาร A จะมีค่าเป็น

$$P_A = P_A^0 N_A \quad \dots\dots\dots(1)$$

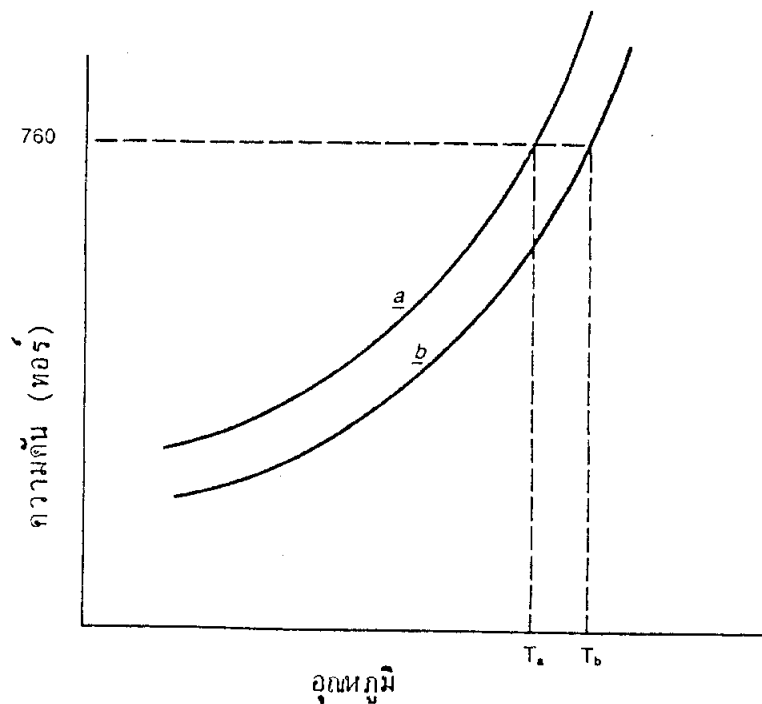
เมื่อ  $P_A$  = ความดันไอย่อยของสาร A ในสารละลาย  
 $P_A^0$  = ความดันไอของสารบริสุทธิ์ A ที่อุณหภูมิเดียวกัน  
 $N_A$  = mole fraction ของสาร A ในสารละลาย  
 ในทำนองเดียวกัน ความดันไอย่อยของสาร B จะมีค่าเป็น

$$P_B = P_B^0 N_B \quad \dots\dots\dots(2)$$

ตามกฎของดอลตัน (Dalton's law) ที่ว่า ความดันไอรวมของสารละลายจะมีค่าเท่ากับผลรวมของความดันไอย่อยของสารในสารละลาย ดังนั้นความดันไอรวม ( $P_T$ ) ของสารละลายของสาร A และ B จะมีค่าเป็น

$$P_T = P_A + P_B = P_A^0 N_A + P_B^0 N_B \quad \dots\dots\dots(3)$$

ถ้าสาร B เป็นสารที่ไม่สามารถระเหย ความดันไอย่อยของสาร B จะมีค่าเป็นศูนย์ ( $P_B = 0$ ) จากสมการที่ 3 ความดันไอรวมของสารละลายจะมีค่าเท่ากับ ความดันไอย่อยของสาร A เท่านั้น แต่ความเข้มข้นของสาร A ในสารละลายจะลดลงเมื่อมีสาร B อยู่ด้วย กล่าวคือ  $N_A < 1$  ดังนั้นความดันไอรวมของสารละลายจึงมีค่าน้อยกว่าความดันไอของสารบริสุทธิ์ A จึงกล่าวได้ว่าความดันไอของของเหลวที่มีสารเจือปนที่ไม่สามารถระเหยหรือระเหยยากจะมีค่าต่ำกว่าความดันไอของสารบริสุทธิ์ที่อุณหภูมิเดียวกัน ดังนั้นของเหลวที่มีสารเจือปนชนิดนี้จะเดือดที่อุณหภูมิสูงกว่าจุดเดือดของสารบริสุทธิ์ ดังแสดงในรูปที่ 2.4



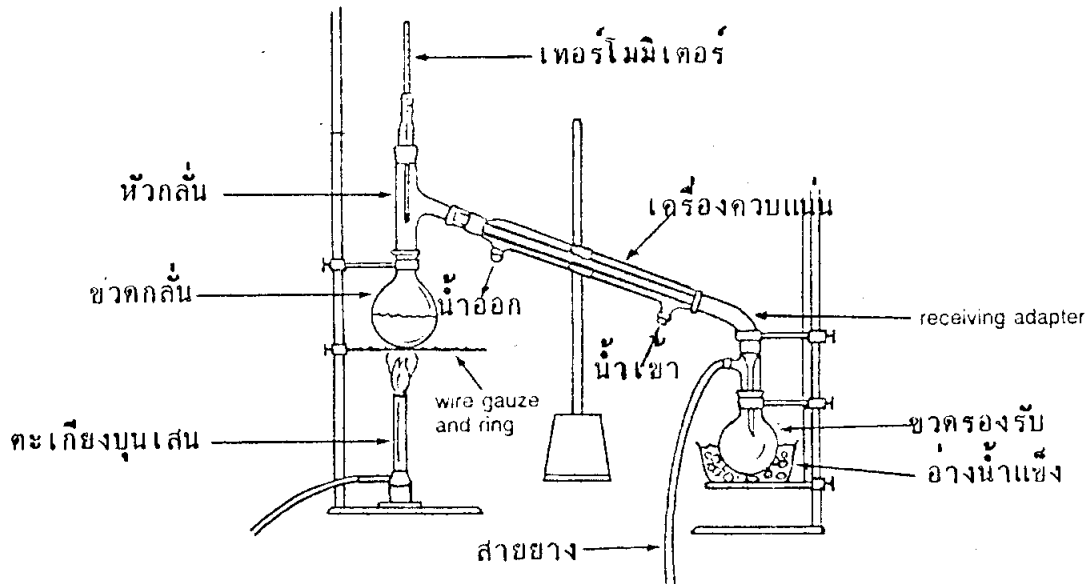
รูปที่ 2.4 แผนภาพความสัมพันธ์ระหว่างความดันไอกับอุณหภูมิของสารบริสุทธิ์ (เส้นโค้ง a) และสารที่มีสารเจือปนที่ระเหยยาก (เส้นโค้ง b)

จากรูปที่ 2.4  $T_a$  และ  $T_b$  เป็นจุดเดือดของสารบริสุทธิ์ และจุดเดือดของสารที่มีสารเจือปนที่ระเหยยากตามลำดับ จะเห็นได้ว่าสารเจือปนมีผลทำให้ความดันไอและจุดเดือดของสารเปลี่ยนไป



## เครื่องมือที่ใช้ในการกลั่นแบบธรรมดา

เครื่องมือที่ใช้ในการกลั่นแบบธรรมดา ดังแสดงในรูปที่ 2.5 ประกอบขึ้นด้วยส่วนต่าง ๆ ดังนี้



รูปที่ 2.5 เครื่องกลั่นแบบธรรมดา

1. ขวดกลั่น (distilling flask) เป็นขวดก้นกลม (round-bottomed flask) ที่ใช้ใส่สาร โดยปกติ ปริมาณสารที่จะกลั่นต้องไม่มากกว่าสองในสาม และไม่น้อยกว่าครึ่งหนึ่งของปริมาตรขวดกลั่น
2. หัวกลั่น (distilling adapter หรือ distilling head) เป็นตัวต่อขวดกลั่น เครื่องควบแน่น (condenser) และเทอร์โมมิเตอร์เข้าด้วยกัน การเสียบเทอร์โมมิเตอร์ที่หัวกลั่น ควรให้กระเปาะของเทอร์โมมิเตอร์อยู่ในระดับต่ำกว่า side arm ของหัวกลั่น เพราะเป็นตำแหน่งที่เทอร์โมมิเตอร์จะสัมผัสกับไอของของเหลวได้ดีที่สุด
3. เครื่องควบแน่น เป็นที่ที่ไอควบแน่นกลับเป็นของเหลวใหม่ ทิศทางการไหลของน้ำในเครื่องควบแน่นควรจะตรงกันข้ามกับทิศทางของไอ กล่าวคือน้ำควรไหลเข้าเครื่องควบแน่นทางปลายด้านล่างและไหลออกทางปลายด้านบนเสมอ

4. receiving adapter เป็นทางผ่านของของเหลวที่ได้จากเครื่องควบแน่นลงสู่ขวดรองรับ ปลายเปิดเล็ก ๆ ที่ side arm ของ receiving adapter ใช้ระบายความดันที่เกิดขึ้นเมื่อให้ความร้อนแก่ของเหลว

5. ขวดรองรับ (receiver) ใช้สำหรับเก็บของเหลวที่กลั่นได้ ในการกลั่นสารประกอบอินทรีย์ ควรใช้ขวดรองรับที่มีข้อต่อเป็น ground glass joint และควรแช่ขวดรองรับในน้ำแข็งเพื่อป้องกันการระเหยของ distillate

6. แหล่งความร้อน (heat source) ที่ใช้มีหลายชนิดด้วยกัน เช่น เครื่องอังไอน้ำ เหมาะสำหรับการกลั่นสารที่มีจุดเดือดต่ำกว่า 90°C ส่วนสารที่มีจุดเดือดสูงกว่า 90°C ควรทำการกลั่นโดยใช้ตะเกียงบุนเสน (Bunsen burner) เครื่องอังน้ำมัน หรือ heating mantle ถ้าใช้ตะเกียงบุนเสนเป็นตัวให้ความร้อนแก่สาร ควรวางขวดกลั่นหรือเครื่องอังน้ำมันที่มีขวดกลั่นจุ่มอยู่บน wire gauze เพื่อป้องกันการร้อนยวดยิ่ง (superheating) ของของเหลวขณะกลั่น ซึ่งจะมีผลทำให้ไอของของเหลวพุ่งขึ้นจากของเหลวอย่างรุนแรงที่เรียกว่า bumping อย่างไรก็ตามการเติม boiling chip เพียง 2-3 ชิ้นอาจช่วยป้องกันการร้อนยวดยิ่ง และ bumping ได้

boiling chip คือ สิ่งที่มีรูพรุนเล็ก ๆ เช่น เศษกระเบื้อง เมื่อให้ความร้อนแก่ของเหลว อากาศในรูพรุนจะทำให้เกิดฟองอากาศขึ้น ซึ่งจะทำให้ของเหลวเดือดอย่างสม่ำเสมอ เมื่ออุณหภูมิของของเหลวลดต่ำกว่าจุดเดือดของมัน ของเหลวจะเข้าไปอุดตามรูทำให้ boiling chip หดประสิทธิภาพไป ถ้าจะกลั่นของเหลวต่อจะต้องเติม boiling chip ลงไปอีก การใส่ boiling chip ควรใส่ก่อนที่จะให้ความร้อนแก่ของเหลวหรือใส่เมื่อของเหลวมีอุณหภูมิต่ำกว่าจุดเดือดมาก ๆ อย่าใส่ลงไปของเหลวที่กำลังเดือด เพราะจะทำให้ของเหลวเดือดรุนแรงยิ่งขึ้น

### วิธีกลั่นแบบธรรมดา

ใส่ของเหลวที่ต้องการกลั่นลงในขวดกลั่นพร้อมเศษกระเบื้อง 2-3 ชิ้น จัดตั้งเครื่องกลั่นดังในรูปที่ 2.5 ถ้าเครื่องมือที่ใช้ในการกลั่นมีข้อต่อเป็น ground glass joint ควรทากรีส (grease) บาง ๆ รอบข้อต่อทั้งหมดเพื่อให้ข้อต่อสวมกันแน่น เป็นการป้องกันการรั่วไหลของไอของของเหลวขณะกลั่น เปิดน้ำเข้าเครื่องควบแน่น หลังจากนั้นให้ความร้อนแก่ของเหลวจนกระทั่งของเหลวเริ่มเดือด จึงลดความร้อนลงจนกระทั่งอัตราที่ของเหลวกลั่นออกมาประมาณ 1-2 หยดต่อวินาที หยดให้ความร้อนแก่ขวดกลั่นเมื่อมีปริมาณของเหลวเหลืออยู่ในขวดกลั่นน้อยมาก การกลั่นจนขวดกลั่นแห้ง

อาจทำให้ขวดกลั่นแตกได้

### 2.3.2 การกลั่นแบบลำดับส่วน (Fractional Distillation)

การกลั่นแบบลำดับส่วนเป็นวิธีที่ใช้แยกของเหลวที่มีจุดเดือดต่างกันไม่มากนัก เครื่องมือที่ใช้ในการกลั่นแบบลำดับส่วนแตกต่างจากการกลั่นแบบธรรมดาเล็กน้อย คือมี fractionating column เพิ่มขึ้นมา

จากกฎของราอูลต์และกฎของดอลตัน ที่อุณหภูมิหนึ่ง ๆ สารละลายอุดมคติของสาร A และ C ซึ่งสารทั้งสองเป็นสารที่สามารถระเหย ความดันไอรวม ( $P_T$ ) ของสารละลาย จะมีค่าเป็น

$$P_T = P_A + P_C = P_A^\circ N_A + P_C^\circ N_C \quad \dots\dots\dots(4)$$

เมื่อ  $P_A, P_C$  = ความดันไอย่อยของสาร A และ C ในสารละลายตามลำดับ ที่อุณหภูมิหนึ่ง ๆ

$P_A^\circ, P_C^\circ$  = ความดันไอของสารบริสุทธิ์ A และ C ตามลำดับ ที่อุณหภูมิเดียวกัน

$N_A, N_C$  = mole fraction ของสาร A และ C ในสารละลายตามลำดับ

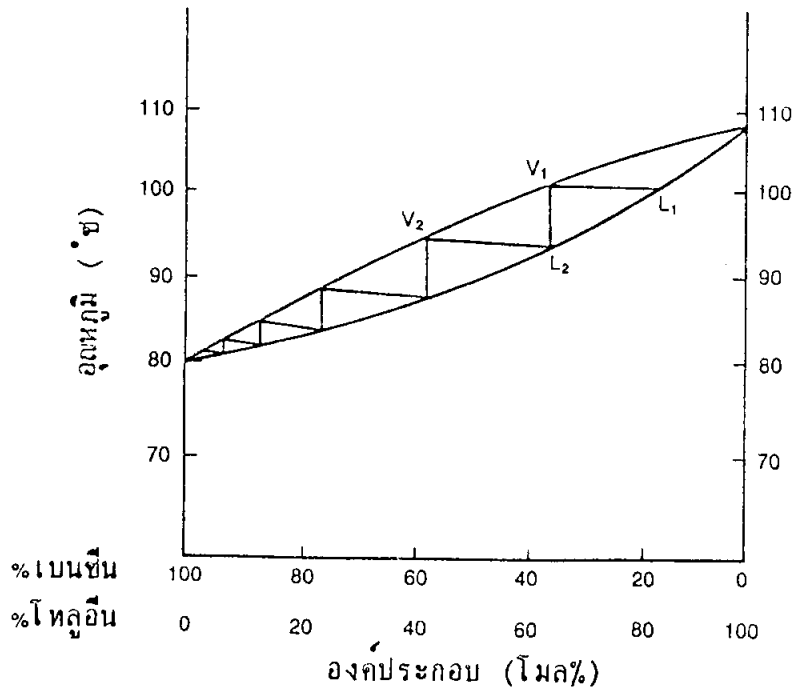
ส่วน mole fraction ( $N_A'$ ) ของสาร A ในสถานะที่เป็นไอจะมีค่าเป็น

$$N_A' = \frac{P_A}{P_T} = \frac{P_A}{P_A + P_C} = \frac{P_A^\circ N_A}{P_A^\circ N_A + P_C^\circ N_C} \quad \dots\dots\dots(5)$$

ในทำนองเดียวกัน mole fraction ( $N_C'$ ) ของสาร C ในสถานะที่เป็นไอ จะมีค่าเป็น

$$N_C' = \frac{P_C}{P_T} = \frac{P_C}{P_A + P_C} = \frac{P_C^\circ N_C}{P_A^\circ N_A + P_C^\circ N_C} \quad \dots\dots\dots(6)$$

จากสมการที่ 4 จุดเดือดของสารละลายซึ่งขึ้นกับความดันไอรวม ( $P_T$ ) จะมีค่าแปรไปตามองค์ประกอบ (composition) ของสารในสารละลาย (หรือ mole fraction ของสารในสารละลาย) และจากสมการที่ 5 และ 6 จะเห็นได้ว่าองค์ประกอบของสารในสถานะที่เป็นไอจะมีค่าแปรไปตามองค์ประกอบของสารในสารละลายเช่นเดียวกัน



รูปที่ 2.6 แผนภาพความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและองค์ประกอบของสารผสมของเบนซีนกับโทลูอีน

จากรูปที่ 2.6 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างจุดเดือดและองค์ประกอบของสารผสมของเบนซีน (จุดเดือด 80°C) กับโทลูอีน (จุดเดือด 110°C) ในสถานะที่เป็นของเหลวและไอ เส้นโค้งล่างแสดงจุดเดือดของสารผสมที่องค์ประกอบต่าง ๆ กัน ส่วนเส้นโค้งบนแสดงองค์ประกอบของไอที่อยู่ในสมดุลกับของเหลวที่กำลังเดือด จะเห็นได้ว่าจุดเดือดของสารผสมจะมีค่าอยู่ระหว่างจุดเดือดของเบนซีนและโทลูอีนที่บริสุทธิ์ และที่ภาวะสมดุลองค์ประกอบของไอของสารผสมจะมีปริมาณของสารที่ระเหยได้ง่ายกว่าอยู่มากกว่าปริมาณของสารนี้ในสารละลาย

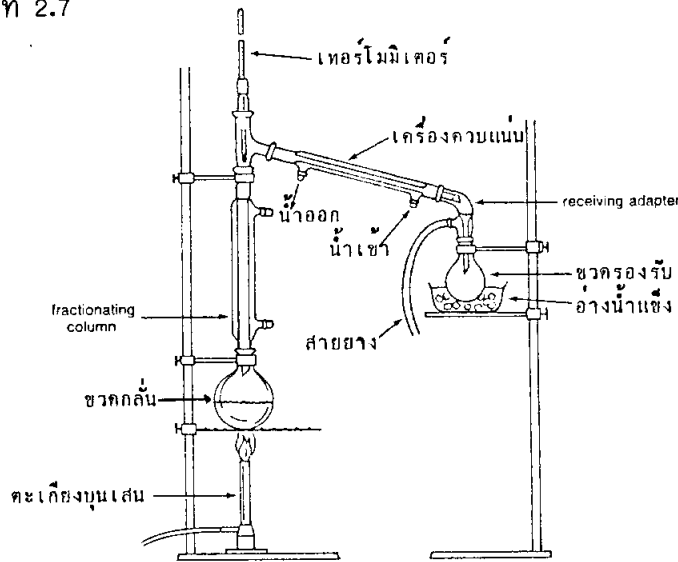
ตัวอย่างเช่น ในการกลั่นสารผสมซึ่งประกอบด้วยเบนซีน 20 โมล% (mole %) และโทลูอีน 80 โมล% ที่อุณหภูมิ 102°C (จุด L<sub>1</sub> ในรูปที่ 2.6) องค์ประกอบของไอซึ่งอยู่ในสมดุลกับของเหลวที่เดือดจะประกอบด้วยเบนซีน 38 โมล% และโทลูอีน 62 โมล% (จุด V<sub>1</sub>) แสดงให้เห็นว่าที่อุณหภูมิหนึ่ง ๆ ไอของสารผสมจะมีองค์ประกอบที่เป็นเบนซีนมากกว่าในสารผสมตั้งต้น ส่วน

สารผสมที่เหลือหลังจากการกลั่นที่อุณหภูมิเดียวกันจะมีปริมาณของโทลูอีนมากกว่าในสารผสมก่อนที่จะนำมากลั่น เพราะเบนซีนระเหยได้ง่ายกว่าโทลูอีน

ไอของสารผสมที่จุด  $V_1$  เมื่อควบแน่นจะกลายเป็นของเหลวที่มีองค์ประกอบเท่าเดิม (จุด  $L_2$ ) ถ้านำของเหลวที่จุด  $L_2$  มากลั่นใหม่ที่อุณหภูมิ  $94^\circ\text{C}$  องค์ประกอบของไอซึ่งอยู่ในสมดุลกับของเหลวที่จุด  $L_2$  จะประกอบด้วยเบนซีน 59 โมล% และโทลูอีน 41 โมล% (จุด  $V_2$ ) จะเห็นได้ว่าไอที่จุด  $V_2$  จะมีองค์ประกอบของเบนซีนมากกว่าไอที่จุด  $V_1$  ดังนั้นถ้าทำให้สารผสมกลายเป็นไอแล้วควบแน่นไอกลับเป็นของเหลวสลับกันในลักษณะดังกล่าวข้างต้นนี้หลาย ๆ ครั้ง จะทำให้ไอมีองค์ประกอบของเบนซีนเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ จนในที่สุดไอจะมีองค์ประกอบเป็นเบนซีนล้วน ๆ เมื่อทำให้ไอควบแน่นจะได้เบนซีนบริสุทธิ์ ส่วนของเหลวที่เหลือจากการกลั่นในขั้นสุดท้ายจะประกอบด้วยโทลูอีนเท่านั้น ทำให้สามารถแยกเบนซีนและโทลูอีนที่บริสุทธิ์ออกจากสารผสมได้ กระบวนการนี้ในทางปฏิบัติสามารถทำได้โดยการกลั่นแบบลำดับส่วน ซึ่งเป็นการกลั่นที่มีการระเหยเป็นไอและการควบแน่นเป็นของเหลวเกิดวนเวียนกันตลอดเวลา (หรืออาจกล่าวได้ว่าเป็นการกลั่นที่มีการกลั่นแบบธรรมชาติเกิดขึ้นหลาย ๆ ครั้ง) ใน fractionating column

### Fractionating Column

เครื่องกลั่นแบบลำดับส่วนจะมี fractionating column แทรกอยู่ระหว่างขวดกลั่นและหัวกลั่น ดังแสดงในรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 เครื่องกลั่นแบบลำดับส่วน

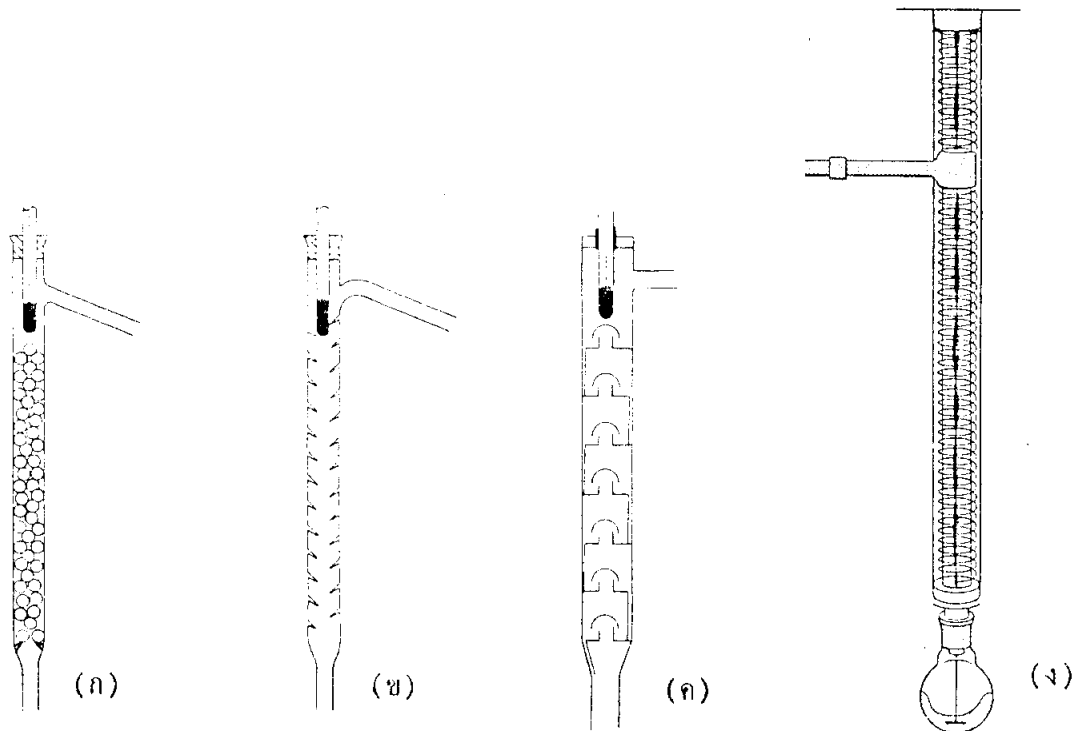
fractionating column ที่ใช้มีหลายแบบ (รูปที่ 2.8) เช่น

1. Simple packed column เป็นคอลัมน์ที่ภายในบรรจุวัสดุที่ไม่ทำปฏิกิริยากับของเหลวที่กลั่น และมีพื้นที่ผิวมาก เช่น ลูกปัดแก้ว หลอดแก้วสั้น ๆ เป็นต้น

2. Vigreux column มีผนังภายในเป็นแบบซี่เลื่อย

3. Bubble plate column มีที่สำหรับกักของเหลวเป็นช่วง ๆ อย่างสม่ำเสมอตลอดความยาวของคอลัมน์

4. Spinning band column มีแถบโลหะหรือแถบ Teflon ที่สามารถหมุนด้วยความเร็วสูง โดยมอเตอร์อยู่ภายในคอลัมน์ เพื่อให้ของเหลวและไอในคอลัมน์สัมผัสกันได้ดีขึ้น คอลัมน์ชนิดนี้มีประสิทธิภาพในการแยกของเหลวสูงมาก กล่าวคือสามารถใช้แยกของเหลวที่มีจุดเดือดต่างกัน น้อยกว่า  $2^{\circ}\text{C}$  ได้



รูปที่ 2.8 Fractionating column แบบต่าง ๆ (ก) Simple packed column (ข) Vigreux column (ค) Bubble plate column (ง) Spinning band column

นอกจากนี้ยังสามารถใช้เครื่องควบแน่นแบบ Liebig ทำหน้าที่เป็น fractionating column ได้ (ดังในรูปที่ 2.7) เพราะอากาศซึ่งอยู่ในช่องว่างระหว่างแก้วชั้นในและแก้วชั้นนอกจะทำหน้าที่เป็นฉนวนป้องกันการถ่ายเทความร้อนจากภายในออกสู่ภายนอก fractionating column ชนิดนี้เหมาะสำหรับใช้แยกของเหลวที่มีจุดเดือดต่างกันมากกว่า 50°C ถ้าต้องการใช้เครื่องควบแน่นแบบ Liebig เพื่อแยกของเหลวที่มีจุดเดือดต่างกันน้อยกว่า 50°C ควรบรรจุลูกบิดแก้วหรือหลอดแก้วสั้น ๆ ในเครื่องควบแน่น เพื่อเพิ่มพื้นที่ผิว ซึ่งพบว่ามิผลทำให้ประสิทธิภาพในการแยกของเหลวเพิ่มขึ้นประมาณสองเท่า

อย่างไรก็ตาม fractionating column ที่มีรูปร่างต่าง ๆ กันเหล่านี้จะมีลักษณะอย่างหนึ่งเหมือนกันคือมีพื้นที่ผิวมาก เพื่อให้การถ่ายเทความร้อนระหว่างไอที่ระเหยขึ้นไปตามคอลัมน์กับของเหลวที่ควบแน่นตกลงสู่ขวดกลั่นเกิดซ้ำ ๆ กัน

#### กระบวนการกลั่นที่เกิดขึ้นภายใน fractionating column

เมื่อสารผสมในขวดกลั่นได้รับความร้อนจะกลายเป็นไอลอยขึ้นไปใน fractionating column โดยที่ไอของสารผสมจะมีปริมาณของสารที่ระเหยง่ายมากกว่าสารที่ระเหยยาก เมื่อไอของสารผสมไปกระทบผนังของคอลัมน์ที่ยืนยันว่าจะเกิดการถ่ายเทความร้อนระหว่างไอของสารผสมบางส่วนกับผนังของคอลัมน์ ทำให้ไอของสารผสมควบแน่นเป็นของเหลวตกลงสู่ขวดกลั่น ระหว่างที่ของเหลวซึ่งเกิดจากการควบแน่นเคลื่อนที่ลงสู่ขวดกลั่นจะกระทบกับไอร้อนของสารผสมซึ่งลอยขึ้นจากขวดกลั่นอยู่ตลอดเวลา ทำให้เกิดการถ่ายเทความร้อนซึ่งกันและกันภายใน fractionating column ไอของสารผสมซึ่งสูญเสียความร้อนจะควบแน่นเป็นของเหลวเคลื่อนที่ลงสู่ส่วนล่างของคอลัมน์ ขณะที่ของเหลวซึ่งเกิดจากการควบแน่น เมื่อได้รับความร้อนจะกลายเป็นไอลอยขึ้นไปตามคอลัมน์ ไอที่เกิดขึ้นนี้จะมีปริมาณของสารที่ระเหยง่ายเพิ่มมากขึ้น การแลกเปลี่ยนความร้อนระหว่างของเหลวที่ควบแน่นซึ่งตกลงสู่ส่วนล่างของคอลัมน์กับไอของของเหลวที่ร้อนกว่าซึ่งลอยขึ้นไปยังส่วนบนของคอลัมน์จะเกิดวนเวียนกันอยู่เช่นนี้ตลอดความยาวของคอลัมน์ ไอที่ลอยขึ้นสู่ส่วนบนของคอลัมน์จะมีองค์ประกอบของสารที่ระเหยง่ายเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ ในที่สุดจะแยกลอยขึ้นไปถึงยอดคอลัมน์ออกทางเครื่องควบแน่น ส่วนของเหลวที่ควบแน่นอยู่ในคอลัมน์ประกอบด้วยสารที่ระเหยยากเป็นส่วนใหญ่ จะตกลงมาเป็น residue อยู่ในขวดกลั่น จะเห็นได้ว่ากระบวนการกลั่นที่เกิดขึ้นภายใน fractionating column เปรียบเหมือนเกิดการกลั่นแบบธรรมดาหลาย ๆ ครั้ง เรียก

การกลั่นแบบธรรมดา 1 ครั้ง ใน fractionating column ว่า 1 theoretical plate ดังนั้น fractionating column ที่มีประสิทธิภาพในการแยกของเหลวได้เท่ากับการกลั่นแบบธรรมดา 10 ครั้ง เรียกว่ามี 10 theoretical plate โดยทั่วไปคอลัมน์ที่มี 4 theoretical plate จะใช้แยกของเหลวที่มีจุดเดือดต่างกันมากกว่า 40°C แต่ถ้าต้องการแยกของเหลวที่มีจุดเดือดต่างกันเพียง 2°C จะต้องใช้คอลัมน์ที่มีถึง 100 theoretical plate จะเห็นได้ว่าการเพิ่มจำนวน theoretical plate จะทำให้ประสิทธิภาพของคอลัมน์เพิ่มขึ้นด้วย ดังนั้นจึงนิยมใช้คอลัมน์ยาวในการกลั่นแบบลำดับส่วนมากกว่าคอลัมน์สั้น เพราะมีจำนวน theoretical plate มากกว่า อย่างไรก็ตามสามารถเพิ่มจำนวน theoretical plate เป็น 2 เท่า โดยการบรรจุลูกปัดแก้วหรือหลอดแก้วสั้น ๆ ในคอลัมน์

ประสิทธิภาพของคอลัมน์ยังสามารถวัดได้จาก height equivalent to a theoretical plate (HETP) ซึ่งหมายถึงความยาวของคอลัมน์ที่ทำให้เกิด 1 theoretical plate ดังนั้นค่า HETP ของคอลัมน์ชนิดใด ๆ สามารถคำนวณได้จากความยาวของคอลัมน์หารด้วยจำนวนของ theoretical plate ตัวอย่างเช่น Vigreux column ยาว 40 ซม. มี 4 theoretical plate จะมี HETP เท่ากับ 10 ซม. โดยปกติคอลัมน์ที่มีค่า HETP น้อยจะมีประสิทธิภาพสูงกว่าคอลัมน์ที่มีค่า HETP มาก

ประสิทธิภาพในการกลั่นแบบลำดับส่วนนอกจากจะขึ้นกับจำนวน theoretical plate และค่า HETP ของ fractionating column ดังกล่าวข้างต้น ยังขึ้นกับ hold-up volume คือ ปริมาณของเหลวที่ใช้เพื่อรักษาสมดุลระหว่างการกลายเป็นไอและการควบแน่นภายในคอลัมน์ คอลัมน์ที่มีประสิทธิภาพสูงควรมี hold-up volume น้อย นอกจากนี้ประสิทธิภาพของการกลั่นแบบลำดับส่วนจะเพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มอัตราการรีฟลักซ์ (reflux ratio) คือ อัตราส่วนของไอของของเหลวที่ควบแน่นกลับลงไปคอลัมน์ต่อไอของของเหลวที่เคลื่อนผ่านเครื่องควบแน่นออกไป

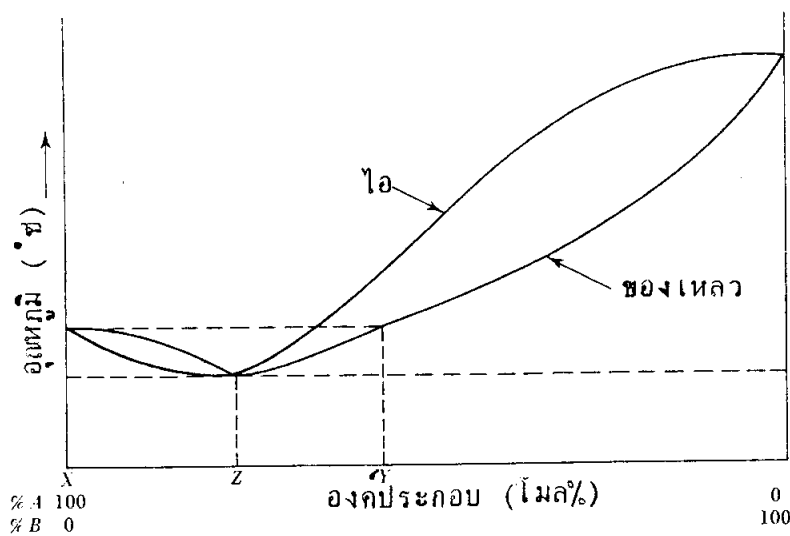
#### การกลั่นแบบลำดับส่วนของ nonideal solution

สารละลายซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความดันไอกับองค์ประกอบ (หรือ mole fraction) ไม่เป็นไปตามกฎของราอูลต์ เรียกว่า nonideal solution สารละลายประเภทนี้จะเกิดการเบี่ยงเบนจากกฎของราอูลต์ได้ 2 ทางคือ การเบี่ยงเบนในทางบวก (positive deviation) และการเบี่ยงเบนในทางลบ (negative deviation)

สารละลายที่เกิดการเบี่ยงเบนในทางบวกจะมีความดันไอสูงกว่าที่คาดหมายไว้ ทั้งนี้เนื่องมาจากแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลของสารต่างชนิดในสารละลายมีค่าน้อยกว่าแรงดึงดูดระหว่าง



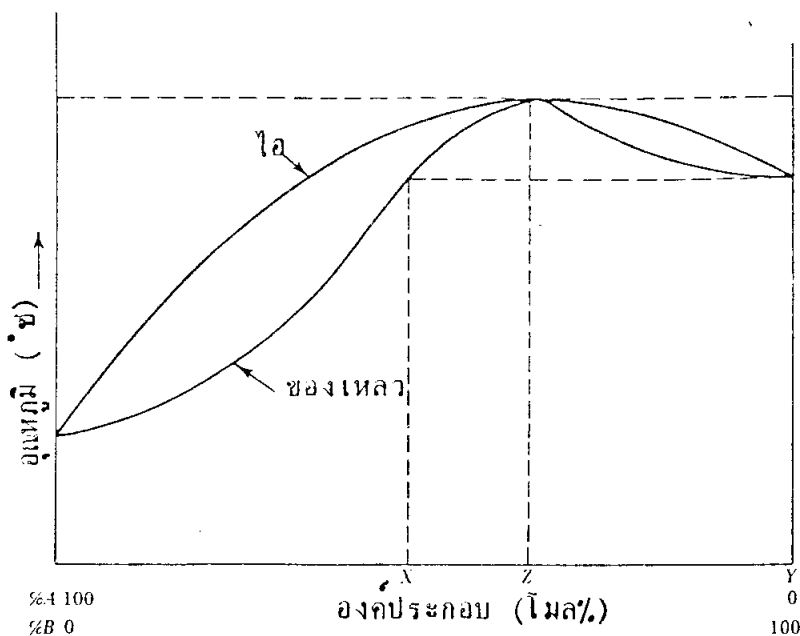
โมเลกุลของสารชนิดเดียวกันในสารบริสุทธิ์ทั้งสอง ดังนั้นในช่วงขององค์ประกอบหนึ่ง สารผสมของสาร 2 ชนิดจะระเหยเป็นไอได้ง่ายกว่าสารทั้งสองเมื่อบริสุทธิ์ อาจกล่าวได้อีกอย่างหนึ่งว่า ความดันไอรวมของสาร 2 ชนิดจะมากกว่าความดันไอของสารบริสุทธิ์ที่ระเหยได้ง่าย จากรูปที่ 2.9 สารผสมที่มีองค์ประกอบระหว่างจุด X และ Y จะเดือดที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดเดือดของสารบริสุทธิ์ทั้งสอง เรียกสารผสมในช่วงนี้ว่า minimum-boiling mixture ส่วนสารผสมที่มีองค์ประกอบอยู่ที่จุด Z จะมีจุดเดือดคงที่เพราะความดันไอที่อยู่ในสมดุลกับของเหลวมีองค์ประกอบเหมือนกัน ดังนั้นจึงเรียกสารผสมที่มีจุดเดือดคงที่นี้ว่า minimum boiling azeotropic mixture สารผสม azeotropic นี้จะไม่สามารถแยกเป็นสารบริสุทธิ์โดยการกลั่นแบบลำดับส่วน ตัวอย่างของ minimum-boiling-azeotropic mixture ได้แก่ สารผสมของ 95.6% เอทานอลกับ 4.4% น้ำ (จุดเดือด 78.2°C) สารผสมของ 93% คลอโรฟอร์ม กับ 7% เอทานอล (จุดเดือด 59.4°C) สารผสมของ 61% เบนซีนกับ 39% เมทานอล (จุดเดือด 48.3°C) เป็นต้น



รูปที่ 2.9 Minimum-boiling azeotrope

ส่วนสารละลายที่เกิดการเบี่ยงเบนในทางลบจะมีความดันไอต่ำกว่าที่คาดหมายไว้ ทั้งนี้เนื่องจากแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลของสารต่างชนิดในสารละลายมีค่ามากกว่าแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลของสารชนิดเดียวกันในสารบริสุทธิ์ทั้งสอง ดังนั้นในช่วงขององค์ประกอบหนึ่ง สารผสมของสาร 2 ชนิดจะระเหยเป็นไอได้ยากกว่าสารทั้งสองเมื่อบริสุทธิ์ อาจกล่าวได้อีกอย่างหนึ่งว่า

ความดันไอรวมของสาร 2 ชนิดจะน้อยกว่าความดันไอของสารบริสุทธิ์ที่ระเหยได้ยาก จากรูปที่ 2.10 สารผสมที่มีองค์ประกอบอยู่ระหว่างจุด X และ Y จะเดือดที่อุณหภูมิสูงกว่าจุดเดือดของสารบริสุทธิ์ทั้งสอง เรียกสารผสมในช่วงนี้ว่า maximum-boiling mixture ส่วนสารผสมที่มีองค์ประกอบที่จุด Z จะมีจุดเดือดคงที่จึงเรียกว่า maximum-boiling azeotropic mixture ในทำนองเดียวกันสารผสม azeotropic ชนิดนี้จะไม่สามารถแยกเป็นสารบริสุทธิ์โดยการกลั่นแบบลำดับส่วน ตัวอย่างของ maximum-boiling azeotropic mixture ได้แก่ สารผสมของ 77.5% กรดฟอร์มิกกับ 22.5% น้ำ (จุดเดือด 107.1°C) สารผสมของ 80% คลอโรฟอร์ม และ 20% อะซีโตน (จุดเดือด 64.7°C) เป็นต้น



รูปที่ 2.10 Maximum-boiling azeotrope

จากความรู้เรื่องการกลั่นสารผสม azeotropic สามารถนำมาประยุกต์ใช้ประโยชน์ในทางปฏิบัติได้ เช่นเมื่อต้องการขจัดน้ำออกจากผลผลิตที่ได้จากปฏิกิริยา สามารถทำโดยนำผลผลิตมากลั่นแบบ azeotropic (azeotropic distillation) กับโทลูอีน (สารผสม azeotropic ของ 80% โทลูอีน และ 20% น้ำจะเดือดที่ 85°C) หรือนำผลผลิตมากลั่นแบบ azeotropic กับเฮกเซน (จุดเดือดของสารผสม azeotropic ของ 94% เฮกเซนกับ 6% น้ำ = 62°C) เป็นต้น

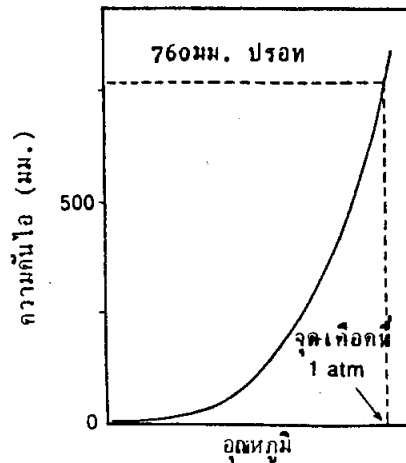
### วิธีการันแบบลำดับส่วน

ใส่ของเหลวที่ต้องการกลั่นและเศษกระเบื้อง 2-3 ชิ้นลงในขวดกลั่น โดยปริมาตรของของเหลวต้องไม่น้อยกว่า  $\frac{1}{3}$  และไม่มากกว่า  $\frac{1}{2}$  ของปริมาตรขวดกลั่น จัดตั้งเครื่องกลั่นดังในรูปที่ 2.7 ควรทากรีสบาง ๆ ที่ข้อต่อของเครื่องแก้วที่เป็น ground glass joint ทั้งหมด ใช้สำลีหรือจุกยางปิดปลายเปิดทั้งสองที่อยู่ด้านนอกของเครื่องควบแน่นแบบ Liebig เพื่อให้อากาศที่ขังอยู่ภายในช่องว่างระหว่างแก้วชั้นในและแก้วชั้นนอก ทำหน้าที่เป็นฉนวนป้องกันการสูญเสียความร้อนออกสู่ภายนอก ถ้าต้องการบรรจุลูกบิดแก้วหรือหลอดแก้วสั้น ๆ ในเครื่องควบแน่นแบบ Liebig ให้ใช้สำลีอุดที่ปลายล่างของเครื่องควบแน่น แล้วบรรจุวัสดุเหล่านั้นลงไป (ไม่ควรบรรจุให้แน่นหรือหลวมเกินไป) จากนั้นเปิดน้ำเข้าเครื่องควบแน่นแบบ West ซึ่งมีเส้นผ่าศูนย์กลางของแก้วชั้นในสั้นกว่าเครื่องควบแน่นแบบ Liebig ให้ความร้อนแก่ขวดกลั่นอย่างช้า ๆ และสม่ำเสมอ โดยอัตราของของเหลวที่กลั่นออกมาในขวดรองรับเป็น 1 หยด ต่อ 1-2 วินาที เมื่อของเหลวที่มีจุดเดือดต่ำถูกกลั่นออกมาในขวดรองรับแล้ว อาจจำเป็นต้องเพิ่มความร้อนแก่ขวดกลั่น อุณหภูมิของของเหลวจะเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ จนถึงจุดเดือดของสารตัวต่อไป หยุดให้ความร้อนแก่ขวดกลั่นเมื่อมีปริมาณของเหลวเหลืออยู่ในขวดกลั่นน้อยมาก

### 2.3.3 การกลั่นแบบลดความดัน (Distillation under Reduced Pressure หรือ Vacuum Distillation)

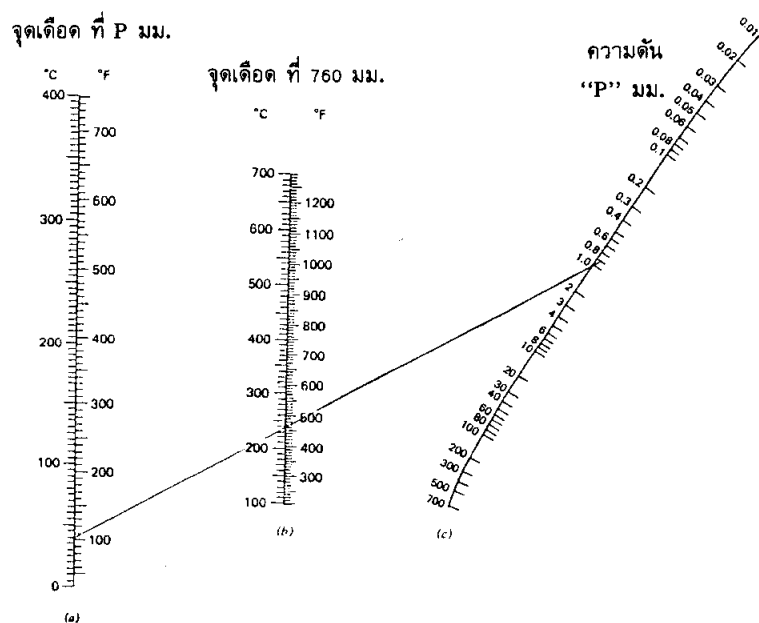
สารประกอบอินทรีย์เป็นจำนวนมากมีจุดเดือดสูงกว่า  $200^{\circ}\text{C}$  ทำให้การกลั่นสารเหล่านี้ที่ความดันบรรยากาศกระทำได้ยาก เนื่องจากสารมีโอกาสสลายตัวก่อนที่จะเดือด สารบางชนิดอาจถูกออกซิไดส์โดยอากาศหรือเกิดการจัดตัวใหม่ภายในโมเลกุล (molecular rearrangement) ที่อุณหภูมิสูง ๆ ดังนั้นถ้าต้องการทำสารเหล่านี้ให้บริสุทธิ์โดยการกลั่น ควรลดความดันลงให้ต่ำกว่าความดันบรรยากาศ ทั้งนี้เนื่องจากความดันไอของสารประกอบที่เป็นของเหลวแปรผันโดยตรงกับอุณหภูมิ (ดูรูปที่ 2.11) และความดันในเครื่องกลั่น เป็นที่ทราบกันว่าของเหลวจะเดือดที่อุณหภูมิจึงความดันไอของของเหลวมีค่าเท่ากับความดันภายนอก ดังนั้นถ้าลดความดันในเครื่องกลั่นลงเท่าไร จุดเดือดของของเหลวก็จะต่ำลงเท่านั้น สำหรับสารประกอบอินทรีย์ทั่ว ๆ ไป การลดความดันจาก 760 มม.ปรอท ลงเหลือ 25 มม.ปรอท จะลดจุดเดือดของสารลงได้ประมาณ  $100-125^{\circ}\text{C}$  แต่ถ้าลดความดันลงต่ำกว่า 25 มม.ปรอท จะพบว่าในแต่ละครั้งที่ความดันลดลง

ครึ่งหนึ่ง จะลดจุดเดือดของสารลงครึ่งละ  $10^{\circ}\text{C}$  เช่น ที่ 24 มม.ปรอทสารจะกลั่นออกมาที่  $120^{\circ}\text{C}$   
 ถ้าลดความดันเหลือ 12 มม.ปรอท สารตัวเดียวกันนี้จะกลั่นออกมาที่  $110^{\circ}\text{C}$



รูปที่ 2.11 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความดันไอกับอุณหภูมิ

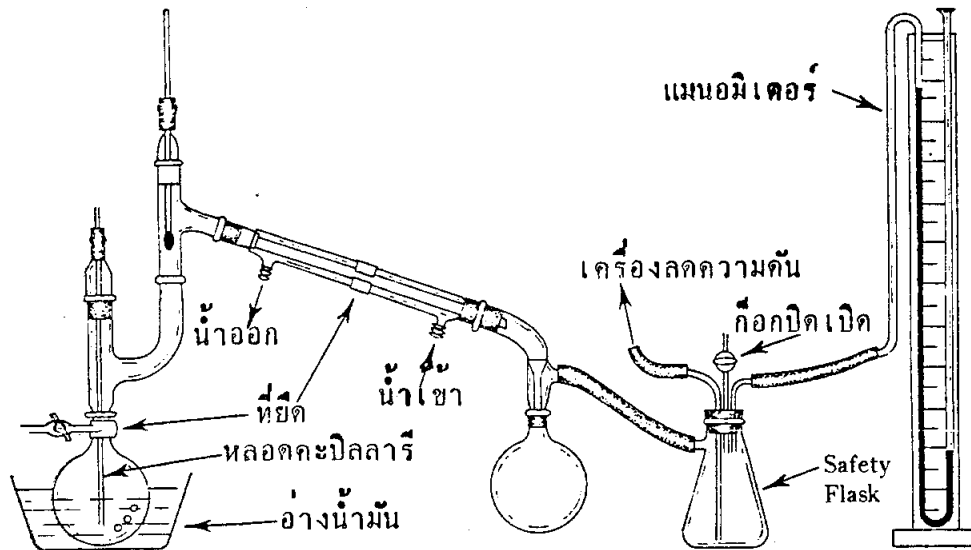
นอกจากนี้ยังสามารถประมาณค่าจุดเดือดของสารประกอบที่ไม่มีขั้ว (nonpolar compound) ที่ความดันต่ำได้จาก nomogram ดังแสดงในรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 Nomogram แสดงความสัมพันธ์ระหว่างจุดเดือดกับความดัน

จากรูปที่ 2.12 ถ้าต้องการกลั่นสารแบบลดความดัน โดยที่ทราบความดันที่จะใช้แล้ว ให้ลากเส้นจากจุดเดือดปกติที่ 760 มม.ปรอทบนสเกล B ไปยังความดันที่ต้องการใช้บนสเกล C เส้นที่ลากต่อไปตัดบนสเกล A จะบอกจุดเดือดของสารที่ความดันที่ต้องการ เช่น สารชนิดหนึ่ง มีจุดเดือดปกติ 240°ซ ต้องการกลั่นสารนี้ที่ความดัน 1 มม.ปรอท พบว่าสารนี้จะเดือดที่ 40°ซ

### เครื่องมือที่ใช้ในการกลั่นแบบลดความดัน



รูปที่ 2.13 เครื่องกลั่นแบบลดความดัน

เครื่องกลั่นแบบลดความดัน (รูปที่ 2.13) ต่างจากเครื่องกลั่นแบบธรรมดา คือมีส่วนประกอบเพิ่มขึ้นดังนี้

1. เครื่องลดความดันที่ใช้กันสามัญ 2 ชนิดคือ water aspirator จะลดความดันลงถึง 15-20 มม.ปรอท และ oil pump ซึ่งสามารถลดความดันลงต่ำกว่า 1 มม.ปรอท

2. แมนอมิเตอร์ (manometer) ใช้วัดความดันภายในเครื่องกลั่นขณะกลั่นสาร เนื่องจากค่าความดันที่วัดขึ้นกับอัตราการกลั่น จึงควรให้ของเหลวกลั่นออกมาอย่างช้า ๆ และสม่ำเสมอ โดยควบคุมอุณหภูมิของเครื่องอังไม่ให้สูงกว่าอุณหภูมิที่อ่านได้จากเทอร์โมมิเตอร์ที่เสียบตรงหัวกลั่นเกิน 25°ซ

3. Safty flask เป็นตัวต่อเครื่องกลั่น เครื่องลดความดันและแมนอมิเตอร์เข้าด้วยกัน ในกรณีที่ใช้ water aspirator safty flask จะช่วยป้องกันไม่ให้น้ำจาก water aspirator ไหลเข้าสู่เครื่องกลั่น ซึ่งมักจะเกิดขึ้นเมื่อความดันของน้ำลดลงมาก ๆ นอกจากนี้ก็ก๊อกปิดเปิด (stopcock) ซึ่งอยู่เหนือ safty flask จะใช้ปรับความดันในเครื่องกลั่น

4. Claisen adapter ซึ่งต่ออยู่ระหว่างขวดกลั่นกับหัวกลั่น ใช้ป้องกันไม่ให้เกิดของเหลวที่พุ่งขึ้นจากขวดกลั่นเนื่องมาจากการเกิด bumping ไหลผ่านไปยังเครื่องควบแน่นและขวดรองรับ

5. หลอดคะปิลลารีที่มีปลายข้างหนึ่งจุ่มอยู่ในของเหลว ใช้เป็นตัวทำให้เกิดฟองอากาศขึ้นอย่างสม่ำเสมอที่ก้นขวดกลั่นเพื่อป้องกันการเกิด bumping ซึ่งมักจะเกิดขึ้นเมื่อทำการกลั่นแบบลดความดัน ถ้าของเหลวที่ต้องการกลั่นเป็นสารซึ่งถูกออกซิไดส์ได้ง่ายโดยอากาศ ควรผ่านแก๊สเฉื่อย (inert gas) เช่น แก๊สไนโตรเจนเข้าไปในหลอดคะปิลลารีแทนอากาศ

อย่างไรก็ตามอาจใช้แท่งแม่เหล็กเล็ก ๆ หุ้มด้วยแก้ว หรือ Teflon ที่เรียกกันว่า magnetic stirring bar คู่กับ magnetic stirrer ทำหน้าที่แทนหลอดคะปิลลารีก็ได้ โดยใส่ magnetic stirring bar ในขวดกลั่น แล้วใช้ magnetic stirrer เป็นตัวเหนี่ยวนำให้ magnetic stirring bar หมุนอีกทีหนึ่ง สิ่งที่ต้องระวังก็คือ ในการกลั่นแบบลดความดันจะไม่ใช้ boiling chip เพื่อป้องกันการเกิด bumping

#### วิธีกลั่นแบบลดความดัน

ใส่ของเหลวที่ต้องการกลั่นลงในขวดกลั่น โดยปริมาณของของเหลวจะต้องไม่เกินครึ่งหนึ่งของปริมาตรขวดกลั่น หากวิธีที่ข้อต่อของเครื่องแก้วทุกชิ้น แล้วจัดตั้งเครื่องกลั่นดังในรูปที่ 2.13 โดยปลายข้างหนึ่งของหลอดคะปิลลารีต้องอยู่ใต้ระดับของเหลว สิ่งสำคัญคือต้องระวังไม่ให้มีรอยร้าวเกิดขึ้นในระบบกลั่น สำหรับเครื่องแก้วที่ใช้ควรมีผนังหนาและต้องไม่มีรอยร้าว นอกจากนี้ไม่ควรใช้ขวดกันแบนเป็นขวดกลั่นหรือขวดรองรับในการกลั่นแบบลดความดัน

เมื่อจัดตั้งเครื่องกลั่นเรียบร้อยแล้ว ให้เปิดน้ำเข้าเครื่องควบแน่น เปิดเครื่องลดความดันขณะที่ก๊อกปิดเปิดเหนือ safty flask อยู่ในตำแหน่งเปิด รอสักครู่หนึ่งจึงปิดก๊อกปิดเปิด ให้ความร้อนแก่ของเหลวอย่างช้า ๆ และสม่ำเสมอเมื่อความดันในเครื่องกลั่นที่ลดลงมีค่าคงที่และของเหลวในขวดกลั่นอยู่ในลักษณะสงบนิ่ง ควรใช้เครื่องอังน้ำมันเป็นตัวให้ความร้อนแก่ของเหลว เมื่อการกลั่นเกิดสมบูรณ์ หยุดให้ความร้อน แล้วปล่อยให้ขวดกลั่นเย็น หลังจากนั้นจึงเปิดก๊อกปิดเปิดเหนือ safty flask เพื่อปรับความดันในเครื่องกลั่นให้มีค่าเท่าความดันภายนอก ปิดเครื่องลดความดัน

### 2.3.4 การกลั่นแบบใช้ไอน้ำ (Steam Distillation)

การกลั่นแบบใช้ไอน้ำเป็นวิธีการแยกและการทำให้สารประกอบอินทรีย์บริสุทธิ์อีกวิธีหนึ่ง กระบวนการกลั่นแบบใช้ไอน้ำประกอบด้วยทำให้สารระเหยกลายเป็นไอโดยการผ่านไอน้ำร้อน เข้าไปยังสารผสมของสารที่ต้องการกลั่นกับน้ำ ซึ่งจะทำให้สารอินทรีย์ในสารผสมที่มีความดันไอ สูงกว่า 5 มม.ปรอทที่อุณหภูมิ 100°C กลั่นออกมาพร้อมกับไอน้ำ โดยปกติการกลั่นแบบใช้ไอน้ำ จะเกิดที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดเดือดของน้ำ และจุดเดือดของสารประกอบอินทรีย์ส่วนใหญ่ ดังนั้นจึง เป็นอีกวิธีหนึ่งที่ใช้ในการทำให้สารที่มีจุดเดือดสูง หรือสารที่สลายตัวที่จุดเดือดบริสุทธิ์ นอกจากนี้ การกลั่นแบบใช้ไอน้ำยังใช้ในการแยกสารประกอบอินทรีย์ที่ต้องการออกจากสารดังต่อไปนี้

1. สารที่มีลักษณะเป็นน้ำมัน (tarry substance) และไม่ระเหย ซึ่งมักเกิดเป็นผลพลอยได้ (by-product) ในปฏิกิริยาเคมีส่วนใหญ่
2. สารผสมของน้ำที่มีเกลืออินทรีย์ละลายอยู่
3. สารประกอบอินทรีย์ที่ไม่สามารถระเหยโดยไอน้ำ เช่น การแยก o-nitrophenol ออกจาก p-nitrophenol
4. ผลพลอยได้ที่ระเหยได้ง่ายโดยไอน้ำ

โดยทั่ว ๆ ไปอาจกล่าวได้ว่าการกลั่นแบบใช้ไอน้ำมีประโยชน์ในการแยกสารที่ระเหยง่าย และไม่ละลายน้ำออกจากสารที่กลายเป็นไอได้ยาก

ที่อุณหภูมิหนึ่ง ๆ ความดันไอลอยของสารที่ระเหยง่าย (P) ในสารผสมที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกัน (heterogeneous mixture) มีค่าเท่ากับความดันไอของสารนั้นเมื่อบริสุทธิ์ (P<sup>o</sup>) ที่อุณหภูมิเดียวกัน และมีค่าไม่ขึ้นกับ mole fraction ของสารนั้นในสารผสม ดังนี้

$$P_i = P_i^o \quad \dots\dots\dots(7)$$

กล่าวคือ สารแต่ละชนิดในสารผสมจะระเหยกลายเป็นไอโดยไม่ขึ้นแก่กัน ซึ่งตรงกันข้ามกับสารผสมที่เป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneous mixture) เพราะความดันไอลอยของสารในสารผสมประเภทหลังนี้ขึ้นกับ mole fraction ของสารนั้นในสารผสมตามกฎของราอูลต์ ดังได้กล่าวมาแล้วในเรื่องการกลั่นแบบลำดับส่วน

สำหรับความดันไอรวม (P<sub>T</sub>) ของสารผสมที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกันจะมีค่าเท่ากับผลบวกของ

ความดันไอลอยของสารในสารผสมตามกฎของดอลตัน หรือมีค่าเท่ากับผลบวกของความดันไอของสารเหล่านั้นเมื่อบริสุทธิ์ที่อุณหภูมิเดียวกันนั่นเอง

$$P_T = P_a + P_b + \dots P_i = P_a^\circ + P_b^\circ + \dots P_i^\circ \quad \dots\dots\dots(8)$$

จากสมการที่ 8 จะเห็นได้ว่าความดันไอรวมของสารผสมที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกันจะมีค่ามากกว่าความดันไอของสารใด ๆ ในสารผสมนั้นเสมอ ดังนั้นจุดเดือดของสารผสมที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกันจะต้องต่ำกว่าจุดเดือดของสารใด ๆ ในสารผสม อาจกล่าวได้ในอีกแง่หนึ่งว่าจุดเดือดของสารผสมจะต้องต่ำกว่าจุดเดือดต่ำสุดของสารในสารผสม ตัวอย่างเช่น สารผสมของน้ำ (จุดเดือด 100°C) กับโบรมเบนซีน (bromobenzene, จุดเดือด 156°C) ซึ่งสารทั้งสองไม่รวมเป็นเนื้อเดียวกัน สารผสมนี้จะเดือดที่ 95°C แสดงให้เห็นว่าจุดเดือดของสารผสมต่ำกว่าจุดเดือดของน้ำซึ่งเป็นสารที่มีจุดเดือดต่ำสุดในสารผสมเป็นตามทฤษฎีข้างต้น

องค์ประกอบของของเหลวที่กลั่นออกมาโดยการกลั่นแบบใช้ไอน้ำจะขึ้นอยู่กับน้ำหนักโมเลกุลของสารที่นำมากลั่นกับความดันไอของสารนั้นเมื่อบริสุทธิ์ที่อุณหภูมิเดียวกันกับอุณหภูมิที่สารผสมกลั่นออกมา เช่น สารผสมที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกันของสาร A และ B ถ้าไอของสาร A และ B ประพฤติตัวเหมือนแก๊สอุดมคติ (ideal gas) จากกฎของแก๊สอุดมคติ (ideal gas law) จะได้ว่า

$$P_a^\circ V_A = (g_A/M_A)(RT) \quad \dots\dots\dots(9)$$

ในทำนองเดียวกัน  $P_b^\circ V_B = (g_B/M_B)(RT) \quad \dots\dots\dots(10)$

- เมื่อ  $P^\circ$  = ความดันไอของสารบริสุทธิ์
- $V$  = ปริมาตรที่ไออยู่
- $g$  = น้ำหนักเป็นกรัมของสารในสภาพเป็นไอ
- $M$  = น้ำหนักโมเลกุลของสาร
- $R$  = ค่าคงที่ของแก๊ส (universal gas constant)
- $T$  = อุณหภูมิเป็นองศาสัมบูรณ์ (°K)

หารสมการที่ 9 ด้วยสมการที่ 10 จะได้

$$\frac{P_a^\circ V_A}{P_b^\circ V_B} = \frac{(g_A/M_A)(RT)}{(g_B/M_B)(RT)} \quad \dots\dots\dots(11)$$



จากสมการที่ 11 ค่า (RT) ที่อยู่บนและล่างตัวหามีค่าเท่ากัน และ  $V_A = V_B$  เพราะปริมาตรที่ไอของสาร A และ B อยู่มีค่าเท่ากัน ดังนั้น

$$\frac{g_A}{g_B} = \frac{P_A^{\circ}M_A}{P_B^{\circ}M_B} \dots\dots\dots(12)$$

หรือ  $\frac{\text{น้ำหนักของสาร A (กรัม)}}{\text{น้ำหนักของสาร B (กรัม)}} =$

$$\frac{\text{ความดันไอของสารบริสุทธิ์ A}}{\text{ความดันไอของสารบริสุทธิ์ B}} \times \frac{\text{น้ำหนักโมเลกุลของสาร A}}{\text{น้ำหนักโมเลกุลของสาร B}}$$

ตัวอย่างเช่น ที่อุณหภูมิ 95°C โบรมเบนซีนและน้ำมีความดันไอเป็น 120 และ 640 มม.ปรอทตามลำดับ องค์ประกอบของของเหลวที่กลั่นได้จากสารผสมของน้ำกับโบรมเบนซีนโดยการกลั่นแบบใช้ไอน้ำ สามารถคำนวณจากสมการที่ 12 ดังนี้

$$\frac{\text{น้ำหนักของโบรมเบนซีน}}{\text{น้ำหนักของน้ำ}} = \frac{(120)(157)}{(640)(18)} = \frac{1.64}{1}$$

จากการคำนวณ จะเห็นว่าของเหลวที่กลั่นออกมาจะมีปริมาณของโบรมเบนซีนมากกว่าน้ำ ทั้ง ๆ ที่โบรมเบนซีนมีความดันไอต่ำกว่าน้ำที่อุณหภูมิ 95°C

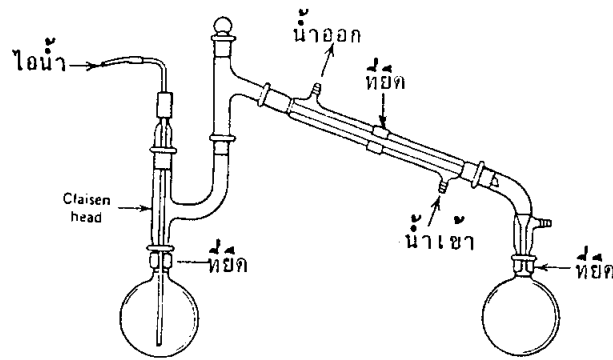
สารประกอบอินทรีย์โดยทั่ว ๆ ไปจะมีน้ำหนักโมเลกุลมากกว่าน้ำมาก ดังนั้นแม้ว่าสารจะมีความดันไอเพียง 5 มม.ปรอทที่อุณหภูมิ 100°C ก็ยังสามารถกลั่นสารออกมาได้โดยใช้ไอน้ำ นอกจากนี้สารประกอบอินทรีย์ที่เป็นของแข็งบางชนิดสามารถทำให้บริสุทธิ์โดยการกลั่นแบบใช้ไอน้ำ

### เครื่องมือที่ใช้ในการกลั่นแบบใช้ไอน้ำ

การกลั่นแบบใช้ไอน้ำในห้องปฏิบัติการมี 2 วิธีดังนี้

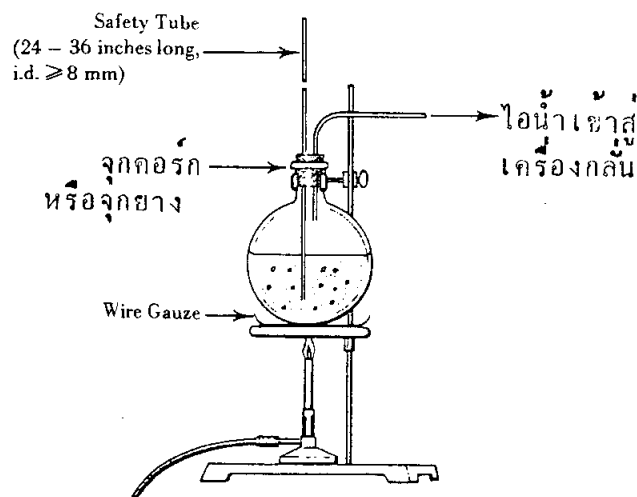
1. การกลั่นซึ่งไอน้ำเกิดขึ้นภายนอกขวดกลั่น เป็นวิธีที่ใช้สำหรับการกลั่นสารที่มีปริมาณมาก ๆ เครื่องมือที่ใช้ในวิธีนี้ดังในรูปที่ 2.14 คล้ายคลึงกับเครื่องกลั่นแบบธรรมดา โดยมีส่วนประกอบเพิ่มขึ้นคือ Claisen adapter ซึ่งต่ออยู่ระหว่างขวดกลั่นกับหัวกลั่น ใช้ป้องกันไม่ให้สารผสม

ที่พุ่งขึ้นจากขวดกลั่นไหลผ่านไปยังเครื่องควบแน่นและขวดรองรับ และหลอดแก้วขนาดเล็กที่เสียบที่ Claisen adapter ใช้เป็นท่อนำไอน้ำเข้าสู่ขวดกลั่น ดังนั้นจึงควรจัดให้ปลายข้างหนึ่งของหลอดแก้วอยู่ใต้ระดับของสารผสมเสมอ

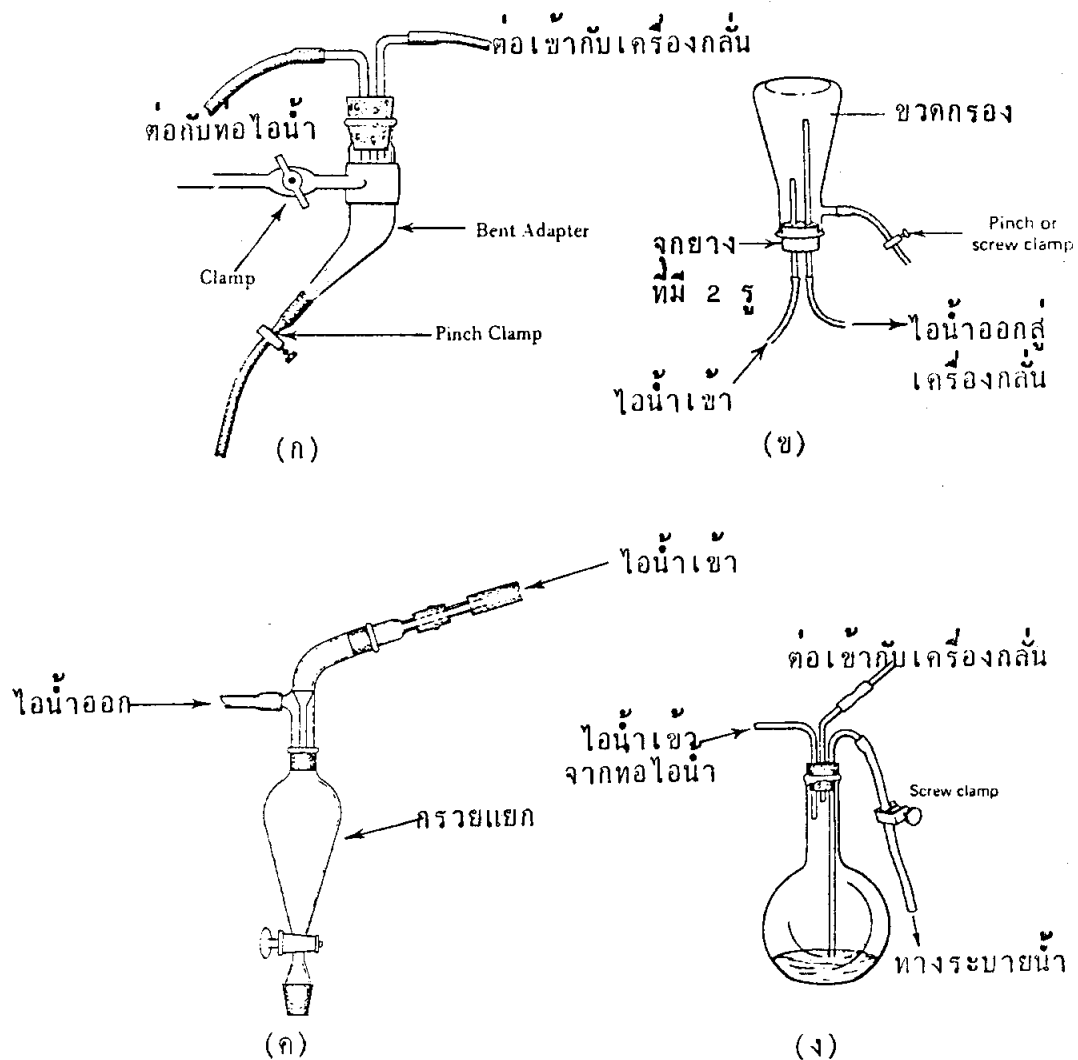


รูปที่ 2.14 เครื่องกลั่นแบบใช้ไอน้ำ

ไอน้ำที่ใช้ในการกลั่นวิธีนี้อาจได้จากเครื่องกำเนิดไอน้ำ (steam generator) อย่างง่าย ดังแสดงในรูปที่ 2.15 หรือจากท่อไอน้ำที่มีอยู่ในห้องปฏิบัติการบางแห่ง ในกรณีที่ใช้ไอน้ำที่ได้จากท่อไอน้ำโดยตรงควรผ่านไอน้ำเข้าสู่ขวดดัก (trap) ก่อนที่จะผ่านไอน้ำเข้าไปในขวดกลั่น เพราะขวดดักจะกักสิ่งเจือปนต่าง ๆ เช่น สนิม กริส เป็นต้น ที่อาจปะปนมากับไอน้ำรวมทั้งไอน้ำที่ควบแน่นเป็นของเหลวไม่ให้ผ่านเข้าสู่ขวดกลั่น ขวดดักที่ใช้มีลักษณะต่าง ๆ กันดังในรูปที่ 2.16



รูปที่ 2.15 เครื่องกำเนิดไอน้ำที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ



รูป 2.16 ขวดดักไอน้ำแบบต่างๆ

จากรูปที่ 2.16 จะเห็นได้ว่าขวดดักทุกชนิดจะประกอบด้วยท่อไอน้ำเข้า ท่อไอน้ำออก และท่อที่มีสกรูปิดเปิดเพื่อระบายน้ำในขวดดักออกสู่ภายนอก

ในการกลั่นซึ่งไอน้ำเกิดขึ้นภายนอกขวดกลั่น ควรให้ความร้อนแก่ขวดกลั่นโดยใช้ตะเกียงบุนเสนด้วย เพื่อลดการควบแน่นของไอน้ำที่อาจเกิดขึ้นภายในขวดกลั่น

2. การกลั่นซึ่งไอน้ำเกิดขึ้นภายในขวดกลั่น สามารถทำได้โดยใส่น้ำและสารที่ต้องการกลั่นลงในขวดกลั่น โดยปริมาณของน้ำที่ใช้ควรเป็น 2 เท่าของปริมาตรสาร และปริมาณของสารผสมนี้ไม่ควรเกินครึ่งหนึ่งของปริมาตรขวดกลั่น จัดตั้งเครื่องกลั่นดังในรูปที่ 2.15 แต่เปลี่ยนท่อนำไอน้ำเข้าที่เสียบที่ปลายข้างหนึ่งของ Claisen adapter เป็นจุก (stopper) แทน ถ้าขนาดของขวดกลั่นไม่ใหญ่พอที่จะบรรจุสารผสมได้หมดภายในครั้งเดียว ควรใช้กรวยแยก (separatory funnel) ใส่น้ำที่เหลือ แล้วต่อกรวยแยกเข้ากับขวดกลั่นตรง Claisen adapter เพื่อใช้เติมสารผสมที่เหลือลงในขวดกลั่น ความร้อนที่ให้แก่ขวดกลั่นโดยตรงโดยใช้ตะเกียงเบนเสน จะทำให้เกิดไอน้ำขึ้นภายในขวดกลั่น วิธีนี้เหมาะสำหรับการกลั่นสารที่มีปริมาณน้อย หรือการกลั่นที่ต้องการปริมาณไอน้ำน้อย ๆ

### วิธีการกลั่นแบบใช้ไอน้ำ

ใส่น้ำที่ต้องการกลั่นลงในขวดกลั่นพร้อมเศษกระเบื้อง 2-3 ชิ้น ทากรีสตามข้อต่อที่เป็น ground glass joint ของเครื่องแก้วทุกชิ้นเพียงบาง ๆ จัดตั้งเครื่องมือดังในรูปที่ 2.15 ถ้าใช้เครื่องกำเนิดไอน้ำควรให้ระยะทางจากเครื่องกำเนิดไอน้ำถึงขวดกลั่นสั้นที่สุด เปิดน้ำเข้าเครื่องควบแน่นให้ความร้อนแก่ขวดกลั่นอย่างสม่ำเสมอ ถ้าทำการกลั่นตามวิธีที่ 1 ให้ผ่านไอน้ำร้อนเข้าสู่ขวดกลั่นอย่างรวดเร็วและสม่ำเสมอพร้อมกับให้ความร้อนแก่ขวดกลั่น

ถ้าสารที่กลั่นออกมาเกิดการแข็งตัวเมื่อผ่านเครื่องควบแน่น ให้ปิดน้ำที่เข้าสู่เครื่องควบแน่นเสีย เพื่อให้ไอน้ำร้อนที่ผ่านเข้าไปในเครื่องควบแน่น ทำให้สารหลอมเหลวไหลลงสู่ขวดรองรับ หลังจากทีสารทั้งหมดหลอมเหลวจึงเปิดน้ำเข้าเครื่องควบแน่นอีกครั้ง หยุดทำการกลั่นเมื่อตรวจพบว่าของเหลวที่กลั่นออกมามีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน ถ้าทำการกลั่นตามวิธีที่ 1 ให้ปลดท่อนำไอน้ำเข้าสู่ขวดกลั่นออกก่อนที่จะหยุดให้ความร้อนแก่ขวดกลั่น เพื่อป้องกันสารผสมในขวดกลั่นไหลเข้าสู่ขวดดัก หรือเครื่องกำเนิดไอน้ำ

## 2.4 การตกผลึกใหม่ (Recrystallization)

ผลผลิตที่ได้จากปฏิกิริยาเคมีส่วนใหญ่จะอยู่ในสภาพที่ไม่บริสุทธิ์ เนื่องจากมีสารอื่น ๆ เจือปนอยู่ ถ้าผลผลิตเป็นของแข็งมักจะทำให้บริสุทธิ์โดยการตกผลึกใหม่ โดยทั่วไปการตกผลึกใหม่ประกอบด้วย การละลายสารที่ไม่บริสุทธิ์ในตัวทำละลายที่เหมาะสมเมื่อร้อน แล้วปล่อยให้ผลึกเกิดขึ้นเมื่อสารละลายเย็น ส่วนสารเจือปนจะยังคงละลายอยู่ในตัวทำละลาย

หลักในการทำให้ของแข็งบริสุทธิ์โดยการตกผลึกใหม่ อาศัยความแตกต่างในการละลายของสารในตัวทำละลายต่างชนิดกันและที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน ในทางปฏิบัติการตกผลึกใหม่ประกอบด้วยขั้นตอนสำคัญ ๆ ดังนี้

### ขั้นที่ 1 การเลือกตัวทำละลาย

ตัวทำละลายที่ใช้ในการตกผลึกใหม่ควรมีสสมบัติดังนี้

1. สามารถละลายสารที่ต้องการตกผลึกได้ดีที่อุณหภูมิสูงและไม่ละลายเลย หรือละลายได้น้อยที่อุณหภูมิต่ำหรือที่ต่ำกว่าอุณหภูมิต่ำ
2. ควรละลายสารเจือปนได้ดีเมื่อเย็น หรือไม่ละลายเลยเมื่อร้อน
3. ต้องไม่ทำปฏิกิริยากับสารที่ต้องการตกผลึก
4. สามารถระเหยออกจากผลึกของสารได้ง่าย กล่าวคือ ควรเลือกใช้ตัวทำละลายที่มีจุดเดือดต่ำ
5. ตัวทำละลายควรมีจุดเดือดต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของสารที่ต้องการตกผลึก

ตัวทำละลายที่นิยมใช้ในการตกผลึกได้แก่ น้ำ เมทานอล เอทานอล อะซีโตน เมทิลีนคลอไรด์ ไดเอทิลอีเทอร์ คลอโรฟอร์ม เบนซีน คาร์บอนเตตระคลอไรด์ เฮกเซน และปิโตรเลียมอีเทอร์

นอกจากนี้ในการเลือกตัวทำละลายที่ใช้ในการตกผลึก ควรคำนึงถึงหลักของการละลายที่ว่า สารจะละลายในตัวทำละลายที่มีสมบัติคล้ายกัน (like dissolve like) เช่น สารที่มีขั้วจะละลายได้ดีในตัวทำละลายที่มีขั้ว (polar solvent) และละลายได้น้อยหรือไม่ละลายในตัวทำละลายที่ไม่มีขั้ว (nonpolar solvent)

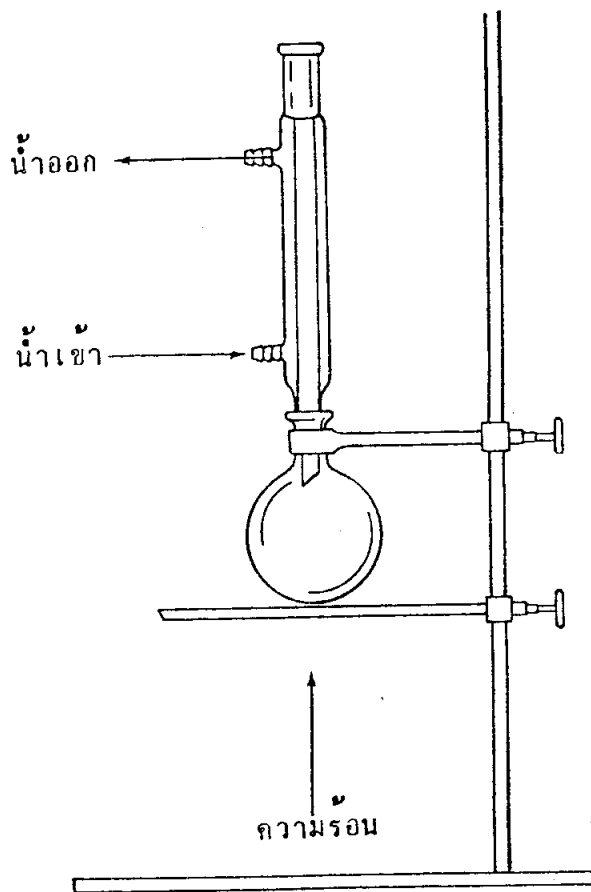
ในบางครั้งตัวทำละลายชนิดเดียวไม่สามารถทำให้สารตกผลึกได้ จึงต้องใช้ตัวทำละลายผสม (mixed solvent) ในการตกผลึกสาร ปกติตัวทำละลายผสมจะประกอบขึ้นด้วยตัวทำละลาย 2 ชนิดที่สามารถรวมเป็นเนื้อเดียวกัน โดยที่ตัวทำละลายชนิดหนึ่งสามารถละลายสารที่ต้องการตกผลึกได้ดี และตัวทำละลายอีกชนิดหนึ่งละลายสารได้น้อยมากหรือไม่ละลายเลย ตัวอย่างตัวทำละลายผสมที่ใช้ในการตกผลึก ได้แก่ แอลกอฮอล์กับน้ำ กรดแอสติกกลั่น (glacial acetic acid) กับน้ำ ไดเอทิลอีเทอร์กับเพนเทน เบนซีนกับเอทิลแอซีเตต อะซีโตนกับปิโตรเลียมอีเทอร์ เป็นต้น

## ขั้นที่ 2 การละลายของแข็งที่ต้องการทำให้บริสุทธิ์ในตัวทำละลายที่จุดเดือดหรือใกล้จุดเดือดของตัวทำละลาย

ตัวทำละลายที่ใช้ในการตกผลึกสารอาจได้จากหนังสืออ้างอิงทั่ว ๆ ไป หรือจากการทดสอบการละลายของสาร ซึ่งสามารถทำได้ง่าย ๆ โดยใส่สารที่ต้องการตกผลึกประมาณ 100 มก. ลงในหลอดทดลองขนาดเล็ก หยดตัวทำละลายที่ละลายลงไปพร้อมเขย่าจนครบ 1 มล. ให้ความร้อนจนสารละลายเดือด ถ้าสารละลายได้ง่ายในตัวทำละลาย 1 มล. ขณะเย็นหรืออุ่น แสดงว่าเป็นตัวทำละลายที่ไม่เหมาะสม ถ้าสารสามารถละลายได้เพียงบางส่วน ให้เติมตัวทำละลายลงไปอีกครั้งละ 0.5 มล. พร้อมกับให้ความร้อนจนสารละลายเดือดทุกครั้ง เมื่อเติมตัวทำละลายจนครบ 3 มล. ถ้าสารยังคงไม่ละลายในตัวทำละลายขณะร้อนแสดงว่าตัวทำละลายที่ใช้ไม่เหมาะสม ควรทดสอบหาตัวทำละลายใหม่ แต่ถ้าสารละลายได้หมดในตัวทำละลายที่ร้อน สารจะตกผลึกออกมาเมื่อสารละลายเย็น ถ้าไม่มีผลึกเกิดขึ้นหลังจากการใช้แห้งขวดที่ผนังด้านในของหลอด หรือหลังจากการแช่สารละลายในน้ำแข็งปนเกลือ แสดงว่าตัวทำละลายนั้นไม่เหมาะสมสำหรับการตกผลึก ให้ทดลองซ้ำจนกว่าจะได้ตัวทำละลายที่เหมาะสม ถ้าไม่สามารถหาตัวทำละลายชนิดเดียวที่ใช้ในการตกผลึก จะต้องตกผลึกสารนั้นในตัวทำละลายผสม

เนื่องจากตัวทำละลายอินทรีย์ส่วนใหญ่สามารถติดไฟได้ง่าย และ/หรือมีพิษต่อร่างกาย เมื่อสูดเอาไอของมันเข้าไป ดังนั้นการเตรียมสารละลายสำหรับตกผลึกควรทำในตู้ควัน วิธีเตรียมให้ใส่สารที่ต้องการตกผลึก เศษกระเบื้อง 2-3 ชิ้น และตัวทำละลายจำนวนเล็กน้อยลงในขวดคอแคบ (Erlenmeyer หรือ conical flask) ให้ความร้อนแก่สารละลายโดยใช้เครื่องอังไอน้ำหรือ hot plate ขณะที่สารละลายเดือดให้เติมตัวทำละลายปริมาณน้อย ๆ ลงในสารละลายจนกระทั่งสารละลายใส ยกเว้นในกรณีที่สารละลายมีสารเจือปนที่ไม่ละลายอยู่ด้วย โดยปกติจะเติมตัวทำละลายให้มีปริมาณมากกว่าปริมาณที่ใช้ทำให้สารละลายอิ่มตัวประมาณ 2-5% เพื่อป้องกันการตกผลึกของสารขณะกรองสารละลายที่ร้อน แต่ถ้าเติมตัวทำละลายมากเกินไปจะทำให้สารตกผลึกออกมาน้อยหรือไม่ตกผลึกเลย เนื่องจากสารละลายไม่อิ่มตัว

สำหรับการตกผลึกสารที่มีปริมาณมาก ๆ หรือการตกผลึกในตัวทำละลายที่มีจุดเดือดต่ำ ควรเตรียมสารละลายโดยการรีฟลักซ์ เครื่องมือที่ใช้ในการรีฟลักซ์ประกอบด้วยขวดก้นกลมสำหรับใส่สารและเครื่องควบแน่นตั้งแสดงในรูปที่ 2.17 สำหรับการเติมตัวทำละลายขณะที่สารละลายเดือดให้เติมผ่านทางปลายบนของเครื่องควบแน่น



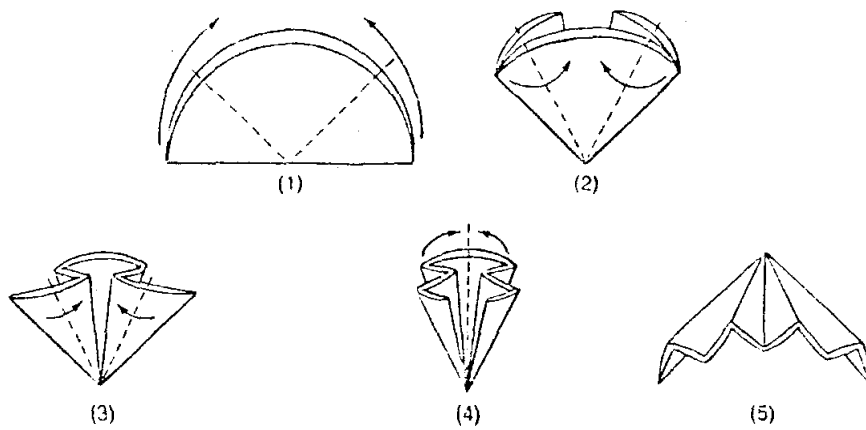
รูปที่ 2.17 เครื่องรีฟลักซ์

การตกผลึกที่ใช้ตัวทำละลายผสม ให้ละลายสารที่ต้องการตกผลึกในตัวทำละลายซึ่งสารสามารถละลายได้ดีที่จุดเดือดของตัวทำละลายนั้น แล้วเติมตัวทำละลายอีกชนิดหนึ่งลงในสารละลายที่เดือดจนกระทั่งสารละลายขุ่น จะเห็นได้ว่าความสามารถในการละลายของสารในตัวทำละลายชนิดแรกจะลดลงเมื่อเติมตัวทำละลายชนิดที่สองซึ่งสารละลายได้น้อยลงไป ถ้าตัวทำละลายชนิดที่สองมีจุดเดือดต่ำกว่าจุดเดือดของตัวทำละลายชนิดแรก ควรเติมตัวทำละลายชนิดที่สองเมื่ออุณหภูมิของสารละลายต่ำกว่าจุดเดือดของตัวทำละลายชนิดที่สอง หลังจากนั้นจึงหยุดตัวทำละลายชนิดแรกลงในสารละลายที่หยุดจนกระทั่งสารละลายใสอีกครั้ง เพื่อป้องกันการตกผลึกขณะกรองสารละลาย ควรเติมตัวทำละลายชนิดที่สองหลังจากกรองสารละลายแล้ว

ถ้าสารละลายที่เตรียมได้มีสารเจือปนที่มีสี ให้เติมสารดูดสี เช่น ผงถ่าน จำนวนเล็กน้อย (ประมาณ 1-2% ของน้ำหนักของสารที่ต้องการตกผลึก) ลงในสารละลายที่ร้อน ไม่ควรเติมผงถ่านลงในสารละลายที่เดือดเพราะจะทำให้เกิด bumping หลังการเติมผงถ่านควรให้ความร้อนจนสารละลายเดือดประมาณ 2-3 นาที ผงถ่านจะดูดสารเจือปนที่มีสีไว้ที่ผิวทำให้สามารถแยกสารเจือปนเหล่านี้ออกจากสารละลายได้เมื่อกรอง นอกจากนี้ผงถ่านยังสามารถจับสารที่มีลักษณะเป็นผงละเอียดหรือสารที่เป็นยางเหนียว ๆ ในสารละลายได้ ถ้าใส่ผงถ่านลงในสารละลายมากเกินไป สารที่ต้องการตกผลึกบางส่วนจะถูกดูดติดกับผงถ่าน ทำให้สารที่ได้หลังการตกผลึกลดลง สิ่งที่ต้องสังเกตคือ การฟอกสีของสารดูดสีในน้ำและตัวทำละลายอินทรีย์ส่วนใหญ่จะเกิดได้ดีกว่าในตัวทำละลายที่เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอน

### ขั้นที่ 3 การกรองสารละลายขณะร้อน

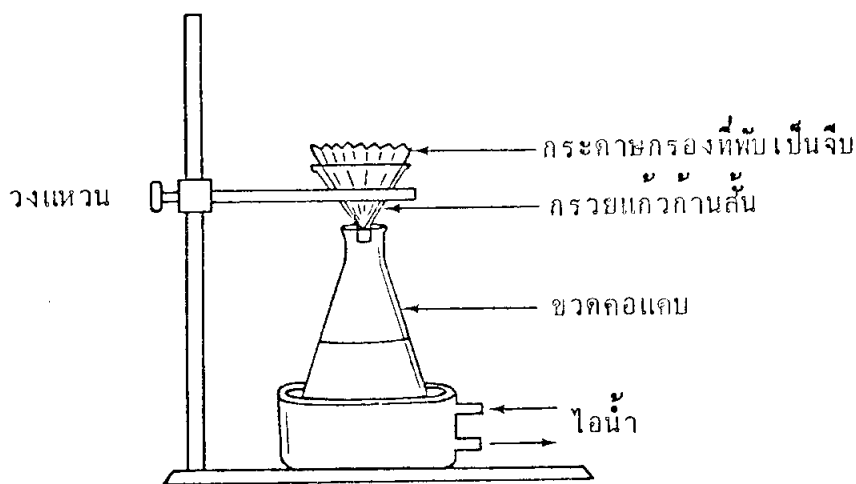
สารที่ไม่ละลายรวมทั้งผงถ่านที่มีอยู่ในสารละลายซึ่งเตรียมขึ้นในขั้นที่ 2 สามารถกำจัดออกได้โดยการกรองโดยอาศัยความโน้มถ่วง (gravity filtration) การกรองสารละลายที่ร้อนควรทำอย่างรวดเร็วเพื่อป้องกันการตกผลึกของสารบนกระดาษกรองหรือในก้านกรวย ดังนั้นเครื่องมือที่ใช้ในการกรองจึงประกอบขึ้นด้วยกรวยแก้วก้านสั้นหรือกรวยแก้วแบบไม่มีก้าน ขวดคอแคบ (เพื่อลดการระเหยของตัวทำละลาย) และกระดาษกรองที่พับเป็นจีบ (เพื่อเพิ่มที่ผิวในการกรอง ซึ่งจะช่วยให้สามารถกรองได้เร็วขึ้น)



รูปที่ 2.18 แสดงวิธีพับกระดาษกรอง

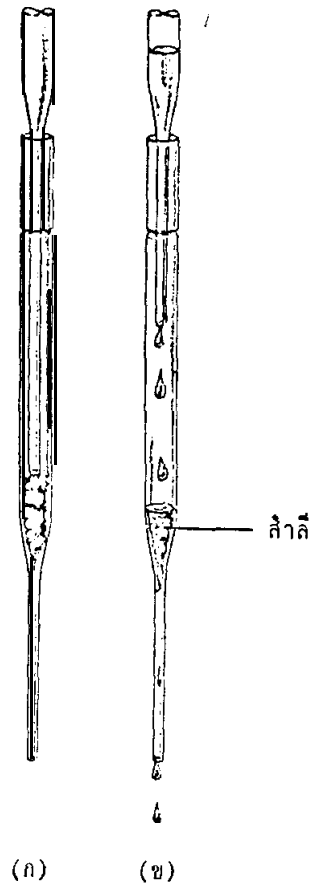


ถ้าสารตกผลึกบนกรวยขณะกรอง ให้เติมตัวทำละลายที่ใช้ในการตกผลึกประมาณ 2-3 มล. ลงในขวดคอแคบที่ใช้รองรับสารละลายที่กรอง แล้วให้ความร้อนจนตัวทำละลายเดือด (ดูรูปที่ 2.19) ไอของตัวทำละลายจะทำให้กรวยแก้วร้อนขึ้น ซึ่งจะป้องกันการตกผลึกบนกรวยได้ นอกจากนี้ อาจใช้วิธีอุ่นกรวยแก้วและขวดรองรับบนเครื่องอังไอน้ำก่อนกรองและระหว่างกรองสารละลาย ก็ได้



รูปที่ 2.19 การกรองสารละลายโดยอาศัยความโน้มถ่วง

ถ้ามีปริมาณสารที่ไม่ละลายอยู่น้อยมากในสารละลายหรือถ้ามีสารละลายเพียง 2-3 มล. ควรกรองสารละลายผ่าน disposable pipette ที่มีปลายข้างหนึ่งอุดด้วยสำลีก้อนเล็ก ๆ ปลายปิเปตต์ข้างที่อุดสำลีควรมีความยาวไม่เกิน 2 ซม. ใช้ปิเปตต์อีกอันหนึ่งเป็นตัวถ่ายสารละลายในขณะกรอง ดังแสดงในรูปที่ 2.20



รูปที่ 2.20 การกรองโดยใช้ปิเปตต์ (ก) การดูดลำลีในปิเปตต์ (ข) ขณะกรองสารละลาย

หลังการกรองสารละลาย สารที่ไม่ละลายและผงถ่านจะค้างอยู่บนกระดาษกรอง ส่วนสารที่ต้องการตกผลึก และสารเจือปนที่ละลายในตัวทำละลายจะกรองผ่านลงสู่ขวดรองรับ เรียกสารละลายในขวดรองรับนี้ว่า filtrate ถ้าผงถ่านที่ใช้มีลักษณะเป็นผงละเอียดมาก ๆ อาจมีผงถ่านบางส่วนถูกกรองผ่านลงไป ในขวดรองรับพร้อมกับสาร ในกรณีเช่นนี้ให้เติมสารช่วยในการกรอง (filter-aid) เช่น Celite จำนวนเล็กน้อยลงในขวดรองรับ ต้มสารละลายจนเดือด แล้วกรองสารละลายนี้อีกครั้งโดยใช้กระดาษกรองแผ่นใหม่ Celite จะจับผงถ่านเอาไว้ทำให้แยกผงถ่านออกจากสารละลายได้

#### ขั้นที่ 4 การตกผลึก

วิธีตกผลึกที่ดีคือ ปล่อยให้สารละลายอิ่มตัวที่ได้จากขั้นที่ 3 เย็นตัวลงอย่างช้า ๆ จนมีอนุภาคนิวเคลียสเกิดขึ้นแล้วแช่สารละลายในน้ำแข็งปนเกลือเพื่อให้สารตกผลึกออกมาอย่างสมบูรณ์ การตกผลึกในลักษณะนี้จะให้ผลึกขนาดปานกลาง สำหรับการตกผลึกโดยการปล่อยให้สารละลายเย็นตัวลงอย่างรวดเร็ว หรือโดยการคนสารละลายอย่างแรงจะให้ผลึกที่มีขนาดเล็ก ทำให้มีพื้นที่ผิวในการดูดสารเจือปนมากขึ้น ส่วนการเกิดผลึกขนาดใหญ่มักห่อหุ้มเอาตัวทำละลายและสารเจือปนไว้ในผลึก ทำให้ผลึกไม่บริสุทธิ์และแห้งยาก

ถ้าไม่มีผลึกเกิดขึ้นจากสารละลายอิ่มตัวเยวดยิ่ง (super-saturated solution) ขณะเย็น ควรใช้วิธีเหนี่ยวนำให้สารตกผลึก ซึ่งสามารถทำได้ 5 วิธีดังนี้

1. การล่อผลึก (seeding) ทำโดยใส่ผลึกเล็ก ๆ ของสารที่ต้องการตกผลึกลงในสารละลายเพียง 2-3 ผลึก ผลึกที่ใส่ลงไปจะเร่งให้มีการตกผลึกเร็วขึ้น

2. ใช้แท่งแก้วขูดที่ผนังด้านในของขวดได้ระดับสารละลาย เพื่อให้อนุภาคแก้วที่หลุดออกมาทำหน้าที่เป็นนิวเคลียสเหนี่ยวนำให้สารตกผลึก หรือเพื่อให้ผนังขวดหยาบขึ้น ทำให้การเรียงตัวของผลึกที่ผนังขวดเกิดได้เร็วขึ้น

3. แช่สารละลายในที่เย็นจัด เช่น น้ำแข็งปนเกลือ น้ำแข็งปนแคลเซียมคลอไรด์ ( $\text{CaCl}_2$ ) หรือน้ำแข็งแห้งกับอะซิโตน เนื่องจากอัตราการตกผลึกของสารเป็นปฏิภาคกลับกับอุณหภูมิ อย่างไรก็ตามการตกผลึกอาจไม่เกิดขึ้นเลย เมื่อลดอุณหภูมิของสารละลายลงต่ำมาก ๆ ในกรณีเช่นนี้อาจแก้ไขโดยปล่อยให้อุณหภูมิเพิ่มขึ้นอย่างช้า ๆ

4. โดยการเติมก้อนน้ำแข็งแห้ง 2-3 ก้อนลงในสารละลาย จะช่วยให้สารตกผลึกได้เร็วขึ้น

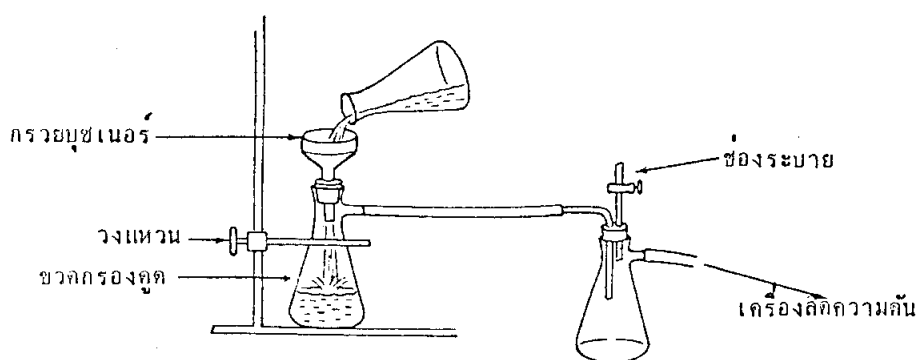
5. เก็บสารละลายไว้ในตู้เย็นเป็นเวลานาน ๆ

ในบางครั้ง สารจะแยกตัวออกจากสารละลายในสภาพที่เป็นน้ำมัน ซึ่งมักจะมีสาเหตุมาจากอนุภาคนิวเคลียสที่ทำให้สารละลายอิ่มตัวสูงกว่าจุดหลอมเหลวของสารที่ต้องการตกผลึก หรือปริมาณสารเจือปนในสารละลายมีผลทำให้จุดหลอมเหลวของสารที่ต้องการตกผลึกลดต่ำลง ถ้ามีน้ำมันเกิดขึ้นอาจแก้ไขได้โดยการเติมตัวทำละลายลงในสารละลายให้มากขึ้น ต้มจนกระทั่งสารละลายใสแล้วปล่อยให้สารละลายเย็นตัวลงอย่างช้า ๆ ในทันทีที่มีหยดน้ำมันเกิดขึ้นอีก ให้ใช้แท่งแก้ว

คนสารละลายอย่างแรงจนกระทั่งหยดน้ำมันหายไป จึงหยุดคนเพื่อให้ผลึกเกิดขึ้นอย่างช้า ๆ นอกจากนี้อาจใช้การล่อผลึก หรือใช้แท่งแก้วจุดที่ผนังขวดตามที่กล่าวข้างต้นก็ได้

### ขั้นที่ 5 การกรองผลึกออกจากสารละลาย

ผลึกที่เกิดขึ้นในสารละลายสามารถแยกออกโดยการกรองด้วยวิธีลดความดัน (vacuum filtration หรือ suction filtration) เครื่องมือสำหรับการกรองแบบนี้ประกอบด้วย กระจกกรอง กรวยบุชเนอร์ (Buchner funnel) หรือกรวยเฮิร์ช (Hirsch funnel) สำหรับกรองผลึกที่มีปริมาณน้อย ขวดกรองดูด (suction flask) ขวดตักและเครื่องลดความดันหรือเครื่องกรองดูด (ดูรูปที่ 2.21)



รูปที่ 2.21 การกรองผลึกด้วยวิธีลดความดัน

ก่อนที่จะกรองผลึก ให้เปิดเครื่องลดความดัน แล้วเทตัวทำละลายที่ใช้ในการตกผลึกจำนวนเล็กน้อยลงบนกระจกกรองในกรวยบุชเนอร์ เพื่อให้กระจกกรองติดแน่นกับกรวย เป็นการป้องกันไม่ให้ผลึกลอดผ่านกระจกกรองลงสู่ขวดกรองดูด เทสารละลายที่มีผลึกอยู่ลงบนกรวย โดยใช้แท่งแก้วหรือช้อนตักสาร (spatula) ช่วย สำหรับการถ่ายผลึกที่ติดอยู่ในขวดลงบนกรวยให้ใช้สารละลายในขวดกรองดูด ซึ่งเรียกกันว่า mother liquor ช่วยล้างเอาผลึกออกจากขวด เมื่อ mother liquor ทั้งหมดผ่านลงสู่ขวดกรองดูด เปิดสกรูที่อยู่เหนือขวดตัก ล้างผลึกบนกรวยด้วยตัวทำละลายที่ใช้ในการตกผลึกเพื่อขจัด mother liquor และสารเจือปนที่ติดอยู่กับผลึก ตัวทำละลายที่ใช้ควรจะเย็น และควรใช้ในปริมาณน้อย ปิดสกรูเหนือขวดตักเพื่อดูตัวทำละลายที่ใช้ล้างผลึกลงสู่ขวดกรองดูด ใช้ช้อนตักสารกดผลึกบนกรวยเพื่อให้ผลึกแห้งเร็วขึ้น

สิ่งที่ควรสังเกตคือ เมื่อต้องการลดความดันในขวดกรองดูด ให้เปิดเครื่องลดความดันขณะที่ สกรูเหนือขวดดักอยู่ในตำแหน่งเปิดเสมอ ปิดสกรูขณะทำการกรองสาร เมื่อกรองสารเสร็จหรือ ต้องการหยุดกรอง ควรเปิดสกรูเหนือขวดดักก่อนที่จะปิดเครื่องลดความดัน จะเห็นได้ว่าขั้นตอนการ ปิดเปิดเครื่องลดความดันเมื่อทำการกรองด้วยวิธีลดความดัน จะเหมือนกันกับการปิดเปิดเครื่อง ลดความดันในการกลับแบบลดความดันที่ได้กล่าวไว้ตอนต้นของบทนี้

### ขั้นที่ 6 การทำผลึกให้แห้ง

ในการทำผลึกให้แห้งควรจะต้องคำนึงถึงปริมาณของผลึกที่ต้องการทำให้แห้ง ความ เสถียรของผลึกต่ออากาศและความร้อน ตลอดจนชนิดของตัวทำละลายที่ใช้ วิธีการทำผลึกให้ แห้งมีหลายวิธี ดังนี้

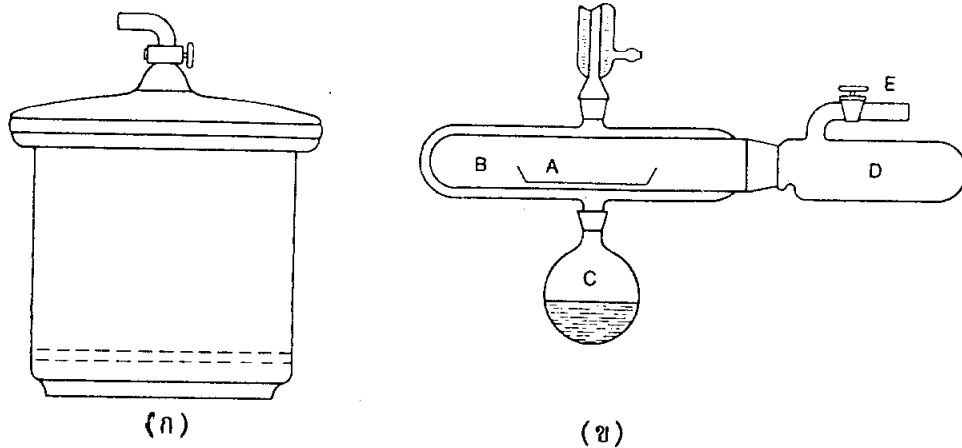
1. ทิ้งผลึกให้แห้งเองในอากาศ วิธีนี้เหมาะสำหรับสารที่เสถียรต่ออากาศ และตัวทำละลาย ที่ใช้ในการตกผลึกมีจุดเดือดต่ำ
2. อบผลึกในตู้อบ โดยตั้งอุณหภูมิของตู้อบให้ต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของสารอย่างน้อย 20°C วิธีนี้ควรใช้กับสารที่มีจุดหลอมเหลวสูงและเสถียรต่อความร้อน และตัวทำละลายที่ใช้มี จุดเดือดสูง
3. วางผลึกในเดซิคเคเตอร์ (desiccator) ซึ่งมีสารที่ใช้ดูดไอน้ำของตัวทำละลายบรรจุอยู่ (รูปที่ 2.22 (ก))

ตารางที่ 2.1 สารที่ใช้ดูดไอน้ำของตัวทำละลาย

ชนิดของไอ	สารที่ใช้ดูดไอน้ำ
น้ำ	CaCl <sub>2</sub> , conc. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , ซิลิกาเจล (silica gel)
เมทานอล และเอทานอล	CaCl <sub>2</sub> , ซิลิกาเจล
อีเทอร์, คลอโรฟอร์ม คาร์บอนเตตระคลอไรด์, เบนซีน, โทลูอีน, ปีโตรเลียม	ไขพาราฟิน (paraffin wax)

วิธีนี้เหมาะสำหรับสารที่มีจุดหลอมเหลวต่ำ เพราะเป็นการทำให้สารแห้งที่อุณหภูมิห้อง ถ้าต้องการให้ผลึกแห้งเร็วขึ้นอาจทำได้โดยการต่อเดซิคเคเตอร์เข้ากับเครื่องลดความดัน เพื่อลด

ความดันในเดซิคเคเตอร์ โดยปกติความดันในเดซิคเคเตอร์ไม่ควรต่ำกว่า 20 มม.ปรอท เดซิคเคเตอร์ที่ต่อเข้ากับเครื่องลดความดันเรียกกันว่าเดซิคเคเตอร์แบบสุญญากาศ (vacuum desiccator)



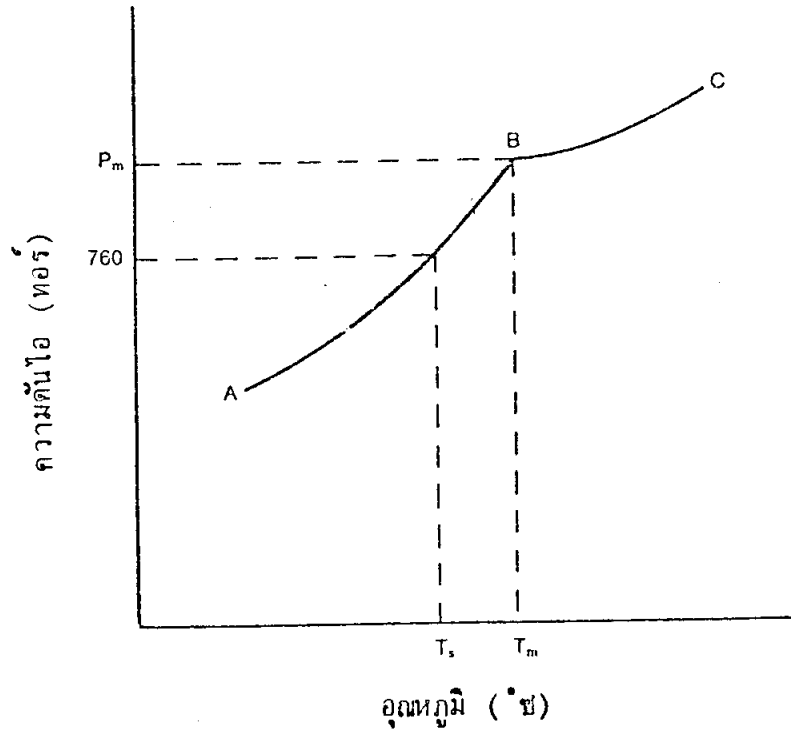
รูปที่ 2.22 เครื่องทำให้ผลึกแห้ง (ก) เดซิคเคเตอร์ (ข) drying pistol

4. ใช้ drying pistol ซึ่งเป็นเครื่องมือสำหรับทำให้ผลึกแห้งที่อุณหภูมิสูงภายใต้ความดันต่ำ วิธีนี้ใช้เมื่อตัวทำละลายมีจุดเดือดสูงและไม่สามารถขจัดออกโดยวิธีอื่น ๆ ที่กล่าวมาแล้วข้างต้น drying pistol (ดูรูปที่ 2.22 (ข)) ประกอบขึ้นด้วยภาชนะ A ใช้ใส่สาร drying chamber B ซึ่งต่อเข้ากับเครื่องควบแน่น ขวดใส่ตัวทำละลาย C และ desiccant chamber D ที่มีสารที่ใช้ดูดไอน้ำของตัวทำละลายบรรจุอยู่ โดยทั่วไปนิยมใช้ฟอสฟอริกออกไซด์ (phosphoric oxide) เพื่อดูดไอน้ำโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เพื่อดูดไอน้ำของกรด และไซพาราฟินเพื่อดูดไอน้ำของตัวทำละลายอินทรีย์ E เป็นตัวต่อเครื่องมือเข้ากับเครื่องลดความดัน การทำงานของ drying pistol เกิดเมื่อให้ความร้อนแก่ตัวทำละลายในขวด C ไอน้ำของตัวทำละลายจะผ่าน drying chamber B ไปยังเครื่องควบแน่นซึ่งไอน้ำจะควบแน่นเป็นของเหลวตกลงสู่ขวด C (คือเกิดการรีฟลักซ์ขึ้นนั่นเอง) ความร้อนจากไอน้ำของตัวทำละลายจะทำให้ drying chamber B และสารในภาชนะ A ร้อนขึ้น

## 2.5 การระเหิด (Sublimation)

การทำให้สารประกอบอินทรีย์ที่เป็นของแข็งบริสุทธิ์อีกวิธีหนึ่งคือ การระเหิด กระบวนการของการระเหิดประกอบด้วยการเปลี่ยนของแข็งไปเป็นไอที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของของแข็ง

และการเปลี่ยนไอที่เกิดขึ้นกลับเป็นของแข็งเมื่อไอสัมผัสกับความเย็น กระบวนการนี้จะไม่เกิดผ่านสถานะของเหลวเลย

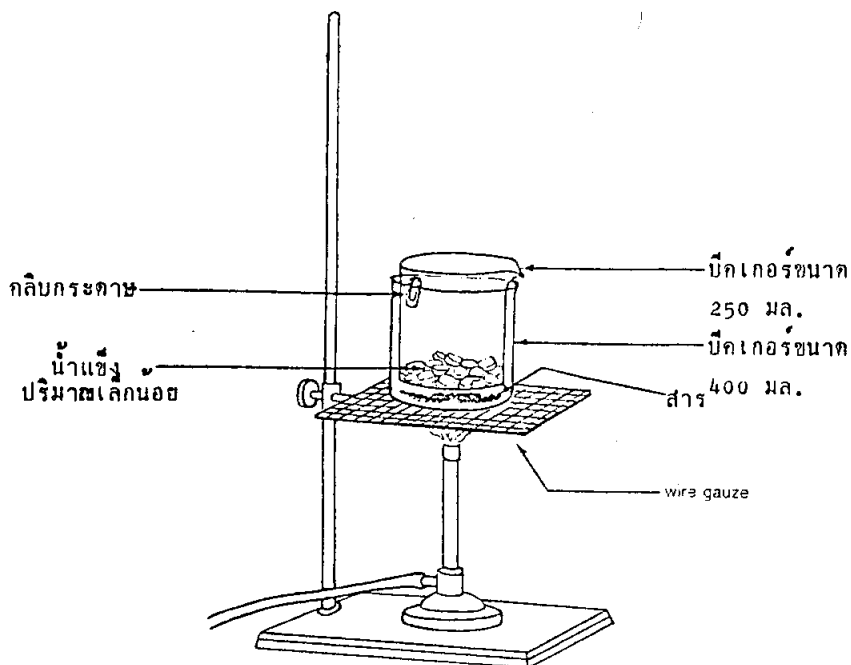


รูปที่ 2.23 แผนภาพความสัมพันธ์ระหว่างความดันไอกับอุณหภูมิของของแข็งที่สามารถระเหิดได้ง่าย

จากรูปที่ 2.23 เส้นโค้ง AB เป็นความดันไอของของแข็งที่อุณหภูมิต่าง ๆ เส้นโค้ง BC เป็นความดันไอของสารในสถานะของเหลว ที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดหลอมเหลว  $T_m$  ของของแข็งของแข็งจะมีความดันไอเท่ากับความดันบรรยากาศ (760 มม.ปรอท) ดังนั้นการให้ความร้อนแก่ของแข็งภายใต้ความดันบรรยากาศ ของแข็งจะเปลี่ยนสถานะไปเป็นไอโดยตรงเมื่อความดันไอของของแข็งมีค่าเท่ากับ 760 มม.ปรอท จึงกล่าวได้ว่าสารใด ๆ ก็ตามจะสามารถระเหิดได้ถ้าลดความดันภายนอกให้มีค่าต่ำกว่าความดันไอของสารนั้นที่จุดหลอมเหลว อย่างไรก็ตามการระเหิดจะเกิดได้ดีกับสารที่มีความดันไอสูงที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของสารนั้น และมีสารแข็งปนที่มีความดันไอดำที่อุณหภูมิต่ำกว่าจุดหลอมเหลวซึ่งสารระเหิด

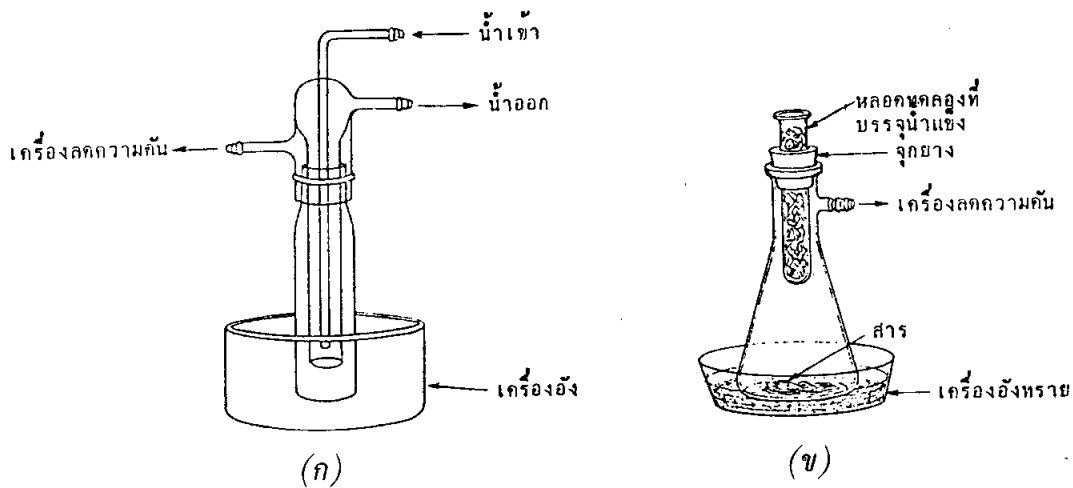
สารประกอบอินทรีย์เพียงส่วนน้อยเท่านั้นที่มีความดันไอสูงพอที่จะทำการระเหิดภายใต้ความดันบรรยากาศ ดังนั้นการระเหิดจึงมักทำภายใต้ภาวะลดความดันเพื่อให้ของแข็งเปลี่ยนเป็นไอได้เร็วขึ้น ตัวอย่างสารประกอบอินทรีย์ที่สามารถระเหิดได้ที่ความดันบรรยากาศ เช่น naphthalene, benzoic acid, salicylic acid,  $\alpha$ - และ  $\beta$ -naphthol, camphor, iodoform, hexachloroethane, phthalic anhydride และ acetanilide เป็นต้น

เครื่องมืออย่างง่าย ๆ ที่ใช้ในการระเหิดสารภายใต้ความดันบรรยากาศ ดังแสดงในรูปที่ 2.24 ส่วนเครื่องมือที่ใช้ในการระเหิดสารภายใต้ภาวะลดความดันดังแสดงในรูปที่ 2.25 (ก) และ (ข) เครื่องมือเหล่านี้จะมีหลักการในการทำงานเช่นเดียวกัน กล่าวคือเมื่อของแข็งในภาชนะชั้นนอกได้รับความร้อนจะเปลี่ยนสถานะไปเป็นไอ ไอที่เกิดขึ้นจะลอยขึ้นไปกระทบกับภาชนะชั้นในซึ่งเย็นกว่า ทำให้เปลี่ยนสถานะกลับไปเป็นของแข็งเกาะอยู่ที่ก้นภาชนะชั้นใน ของแข็งที่เกิดขึ้นจะบริสุทธิ์ เพราะสารเจือปนจะค้างอยู่ในภาชนะชั้นนอก ในกรณีที่ทำการระเหิดภายใต้ภาวะลดความดัน ภาชนะชั้นนอกจะต่อเข้ากับเครื่องลดความดัน เมื่อทำการทดลองควรเปิดเครื่องลดความดันก่อนที่จะให้ความร้อนแก่สาร



รูปที่ 2.24 เครื่องระเหิดสารภายใต้ความดันบรรยากาศ





รูปที่ 2.25 เครื่องระเหิดสารภายใต้ภาวะลดความดัน

## 2.6 การสกัด (Extraction)

การสกัด เป็นวิธีการอย่างหนึ่งในการแยกสารทั้งของแข็งและของเหลวออกจากสารเจือปนอื่น ๆ โดยใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสม โดยทั่วไปการสกัดจะใช้เพื่อแยกสารประกอบอินทรีย์ออกจากสารละลายในน้ำโดยใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ที่ไม่ละลายเป็นเนื้อเดียวกับน้ำ การสกัดในลักษณะนี้เป็นแบบ liquid-liquid extraction

การสกัดเอาสารประกอบจากตัวทำละลายชนิดหนึ่งเข้าไปอยู่ในตัวทำละลายอีกชนิดหนึ่งเป็นกระบวนการสมดุล ซึ่งขึ้นกับความสามารถในการละลายของสารประกอบในตัวทำละลายทั้ง 2 ชนิดนั้น อัตราส่วนความสามารถในการละลายของสารประกอบในตัวทำละลายทั้ง 2 ชนิดเรียกว่า สัมประสิทธิ์การแจกแจง (distribution coefficient,  $K_D$ ) ดังนั้น

$$K_D = \frac{C_1}{C_2}$$

เมื่อ  $C$  เป็นความเข้มข้นของสารในตัวทำละลายชนิดหนึ่ง มีหน่วยเป็น กรัม/มล.

$K_D$  เป็นค่าเฉพาะสำหรับสารประกอบตัวหนึ่งและคู่ตัวทำละลายคู่หนึ่งที่อุณหภูมิที่กำหนด

โดยทั่ว ๆ ไป การสกัดโดยใช้ตัวทำละลายจำนวนหนึ่ง ถ้าใช้ครั้งละน้อย ๆ หลาย ๆ ครั้ง จะดีกว่าใช้ตัวทำละลายอินทรีย์จำนวนนั้นเพียงครั้งเดียว ดังตัวอย่างต่อไปนี้ สารละลายในน้ำ ปริมาตร 100 มล. ประกอบด้วยสาร A หนัก 1 กรัม ความสามารถในการละลายน้ำและอีเทอร์ของสาร A เป็นดังนี้ ความสามารถในการละลายน้ำ 2 กรัม/100 มล. และความสามารถในการละลายอีเทอร์ 10 กรัม/100 มล. จากค่าจำกัดความของสัมประสิทธิ์การแจกแจง

$$K_D = \frac{C_{\text{อีเทอร์}}}{C_{\text{น้ำ}}} = \frac{10/100}{2/100} = 5$$

ก. ถ้าสารละลายในน้ำถูกสกัดด้วยอีเทอร์ 100 มล. เพียงครั้งเดียว จะคำนวณหาน้ำหนักของสาร A ที่แยกไปอยู่ในชั้นอีเทอร์ได้ โดยกำหนดให้น้ำหนักส่วนนี้มีค่าเป็น X กรัม ดังนั้น น้ำหนักของสาร A ที่เหลืออยู่ในชั้นน้ำ = (1 - X) กรัม

$$\frac{C_{\text{อีเทอร์}}}{C_{\text{น้ำ}}} = \frac{X/100}{(1 - X)/100} = 5$$

$$X = 0.833 \text{ กรัมในอีเทอร์}$$

$$1 - X = 0.167 \text{ กรัมในน้ำ}$$

ข. ถ้าสกัดสารละลายเดียวกันนี้ด้วยอีเทอร์ 4 ครั้ง ๆ ละ 25 มล. แทนการสกัดด้วยอีเทอร์ 100 มล. เพียงครั้งเดียว น้ำหนักของสาร A ทั้งหมดที่แยกไปอยู่ในชั้นอีเทอร์จากการสกัด 4 ครั้ง สามารถคำนวณได้ดังนี้

$$\text{สกัดครั้งที่ 1} \quad \frac{C_{\text{อีเทอร์}}}{C_{\text{น้ำ}}} = \frac{X_1/25}{(1 - X_1)/100} = 5$$

$$X_1 = 0.556 \text{ กรัมในอีเทอร์}$$

$$1 - X_1 = 0.444 \text{ กรัมในน้ำ}$$

$$\text{สกัดครั้งที่ 2} \quad \frac{C_{\text{อีเทอร์}}}{C_{\text{น้ำ}}} = \frac{X_2/25}{(0.444 - X_2)/100} = 5$$

$$X_2 = 0.247 \text{ กรัมในอีเทอร์}$$

$$(0.444 - X_2) = 0.197 \text{ กรัมในน้ำ}$$

$$\text{สกัดครั้งที่ 3} \quad \frac{C_{\text{อีเทอร์}}}{C_{\text{น้ำ}}} = \frac{X_3/25}{(0.197 - X_3)/100} = 5$$

$$X_3 = 0.109 \text{ กรัมในอีเทอร์}$$

$$(0.197 - X_3) = 0.088 \text{ กรัมในน้ำ}$$

$$\text{สกัดครั้งที่ 4} \quad \frac{C_{\text{อีเทอร์}}}{C_{\text{น้ำ}}} = \frac{X_4/25}{(0.088 - X_4)/100} = 5$$

$$X_4 = 0.049 \text{ กรัมในอีเทอร์}$$

$$(0.088 - X_4) = 0.039 \text{ กรัมในน้ำ}$$

รวมเป็นน้ำหนักของสาร A ที่อยู่ในอีเทอร์ 100 มล.

$$0.556 + 0.247 + 0.109 + 0.049 = 0.961 \text{ กรัม}$$

เปรียบเทียบกับสกัดด้วยอีเทอร์ 100 มล. เพียงครั้งเดียว แยกสาร A ได้ 0.833 กรัม จากการคำนวณข้างต้นนี้จะเห็นได้ว่าการสกัดโดยใช้ปริมาตรของตัวทำละลายจำนวนหนึ่งครั้งจะน้อย ๆ หลาย ๆ ครั้ง จะแยกสารได้ดีกว่าการสกัดด้วยตัวทำละลายจำนวนนั้นเพียงครั้งเดียว

ถ้าสัมประสิทธิ์การแจกแจงมีค่ามากการแยกสารที่ต้องการจะได้ผลดีเมื่อทำการสกัดเพียงน้อยครั้งเท่านั้น เช่น ค่า  $K_D \geq 2$  การสกัดเพียง 3-4 ครั้งจะสามารถแยกสารที่ต้องการออกมาได้เกือบหมด

### การเลือกตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัด

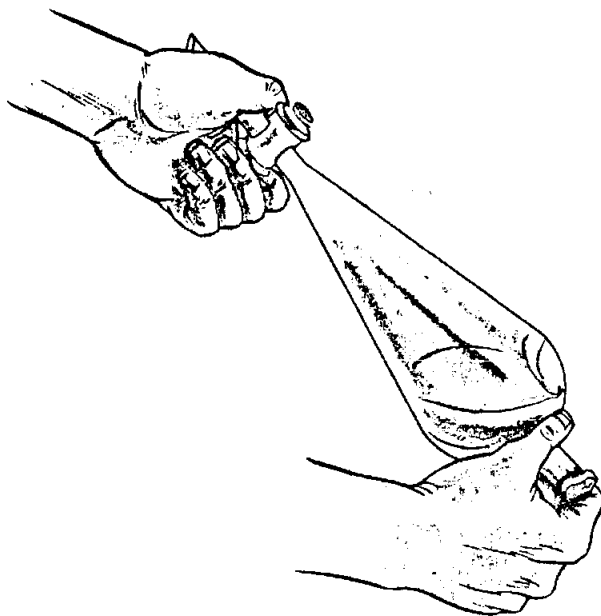
ตัวทำละลายที่เหมาะสมสำหรับการสกัดควรมีสมบัติดังนี้

1. ไม่ละลายเป็นเนื้อเดียวกับสารละลายที่ต้องการสกัด
2. ละลายสารที่ต้องการสกัดได้ดี และละลายสารที่ไม่ต้องการได้น้อยมาก ๆ หรือไม่ละลายเลย
3. ไม่ทำปฏิกิริยากับสารละลายที่ต้องการสกัด หรือถ้าทำปฏิกิริยาก็ต้องสามารถทำกลับไปได้เป็นสารเดิมได้ง่าย
4. มีจุดเดือดต่ำเพื่อจะระเหยออกจากสารที่ต้องการได้ง่ายหลังจากการสกัด

ตัวทำละลายที่ดีและนิยมใช้ในการสกัดสารได้แก่ ไดเอทิลอีเทอร์ บีโตรเลียมอีเทอร์ อะซีโตน โทลูอิน เป็นต้น

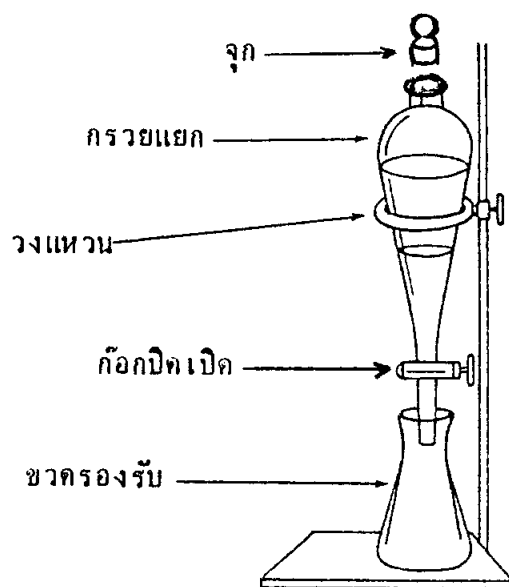
### วิธีสกัด

เครื่องมือที่ใช้ในการสกัดคือ กรวยแยก ก่อนการสกัดควรทากี๊สบาง ๆ ที่จุก และก๊อก ปิดเปิดเพื่อป้องกันการรั่วไหลของของเหลวในกรวยแยก และป้องกันไม่ให้จุกและก๊อกปิดเปิด ติดแน่นกับกรวยแยก ใส่สารละลายที่ต้องการสกัดและตัวทำละลายลงในกรวยแยก โดยปริมาตร ของตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัดแต่ละครั้งควรประมาณ  $\frac{1}{3}$  ของปริมาตรของสารละลายที่ต้องการ สกัด และปริมาตรรวมของสารละลายและตัวทำละลายไม่ควรเกิน  $\frac{2}{3}$  ของปริมาตรกรวยแยก ใช้จุกปิดกรวยแยกให้แน่นแล้วเขย่าเบา ๆ ประมาณ 1-2 นาที เนื่องจากการเขย่ามักทำให้เกิด ความดันขึ้นในกรวยแยก จึงควรระบายความดันเป็นครั้งคราวโดยหงายปลายกรวยขึ้นพร้อมเปิด ก๊อกปิดเปิด (ดูรูปที่ 2.26)



รูปที่ 2.26 การใช้กรวยแยก

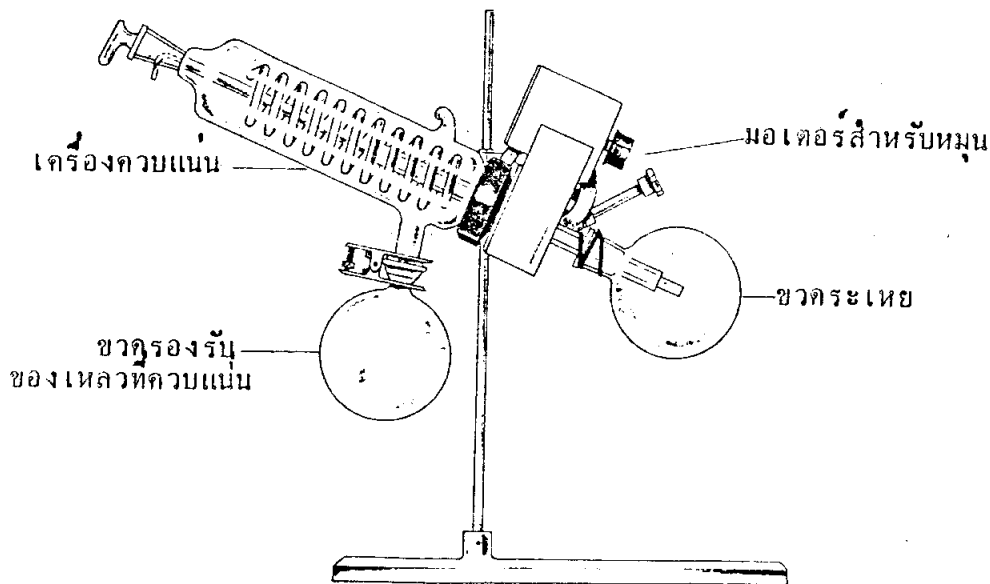
การระบายความดันในลักษณะนี้สำคัญมากสำหรับการสกัดด้วยตัวทำละลายที่ระเหยง่าย เช่น อีเทอร์ หรือการสกัดสารที่มีฤทธิ์เป็นกรดด้วยโซเดียมไบคาร์บอเนต เพราะจะมีแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เกิดขึ้นในกรวยแยก หลังจากการเขย่าให้วางกรวยแยกบนวงแหวนที่ยึดไว้กับฐานพร้อมเอาจุกออกตั้งในรูปที่ 2.27 ปล่อยให้สารละลายแยกชั้นออกจากกันอย่างสมบูรณ์ แล้วจึงไขเอาชั้นล่างออกผ่านทางก๊อกปิดเปิด ส่วนชั้นบนถ้ามีสารที่ต้องการอยู่ควรเทออกทางปากกรวยเพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการปนเปื้อน (contaminate) ของสารละลายทั้งสองชั้น



รูปที่ 2.27 เครื่องสกัด

ในการสกัดสารละลายในน้ำ ตัวทำละลายอินทรีย์ที่ใช้ อาจมีความหนาแน่นมากหรือน้อยกว่าน้ำ โดยปกติตัวทำละลายที่มีความหนาแน่นมากกว่าน้ำจะอยู่ชั้นล่างในกรวยแยกเสมอ ยกเว้นในกรณีที่ตัวละลาย (solute) เป็นสารที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงและมีความเข้มข้นมากอาจมีผลทำให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ (relative density) ของตัวทำละลายทั้งสองเปลี่ยนไปได้ การทดสอบง่าย ๆ เพื่อให้ทราบว่าชั้นไหนเป็นชั้นน้ำทำได้โดยการหยดน้ำลงในกรวยแยกพร้อมสังเกตดูว่าน้ำลงไปชั้นไหน ชั้นนั้นจะเป็นชั้นน้ำ

นำชั้นตัวทำละลายอินทรีย์ที่สกัดได้ในแต่ละครั้งมารวมเข้าด้วยกัน ทำให้แห้งโดยใช้สารดูดน้ำ (drying agent) ลงไป ทิ้งไว้สักพักหนึ่ง แล้วจึงกรองเอาสารดูดน้ำออก จากนั้นนำไประเหยเอาตัวทำละลายออก ซึ่งอาจทำได้หลายวิธีด้วยกัน เช่น การระเหยโดยวางขวดคอแคบที่มีของเหลวอยู่บนเครื่องอังไอน้ำในตู้ควั่น การกลั่นหรือการระเหยภายใต้ภาวะลดความดันโดยใช้ vacuum rotary evaporator ดังแสดงในรูปที่ 2.28



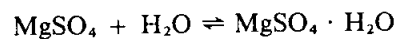
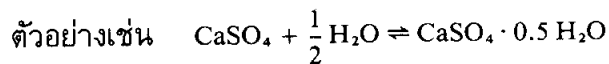
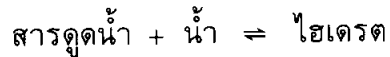
รูปที่ 2.28 Vacuum rotary evaporator

ในการระเหยโดยใช้ vacuum rotary evaporator ให้ใส่สารละลายที่ต้องการระเหยลงในขวดระเหย (evaporation flask) ที่หมุนได้ด้วยมอเตอร์ การหมุนขวดระเหยจะทำให้สารละลายกระจายออกเป็นฟิล์มบาง ๆ เป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวในการระเหย ไอของตัวทำละลายที่เกิดขึ้นในขวดระเหยจะผ่านไปยังเครื่องควบแน่น ซึ่งไอจะควบแน่นเป็นของเหลวไหลลงสู่ขวดรองรับ ขณะทำการระเหยอาจให้ความร้อนแก่สารละลายโดยจุ่มขวดระเหยในเครื่องอัง การระเหยวิธีนี้นิยมใช้กันมากในห้องปฏิบัติการ

สารที่ได้จากการระเหย จะต้องนำไปทำให้บริสุทธิ์ต่อไป

## สารดูดน้ำ

สารละลายอินทรีย์ที่ได้หลังจากการสกัดมักจะอิมิตัวด้วยน้ำจำนวนหนึ่ง จะมากหรือน้อย ขึ้นกับชนิดของสารละลายอินทรีย์ จึงจำเป็นต้องขจัดน้ำทุกครั้งก่อนที่จะทำขั้นต่อไป วิธีที่ง่ายที่สุดในการทำให้สารละลายอินทรีย์ปราศจากน้ำคือ การเติมสารบางอย่างที่สามารถดูดน้ำลงไป สารดูดน้ำที่ใช้มักจะเป็นเกลืออนินทรีย์ที่ปราศจากน้ำ (anhydrous inorganic salt) เพราะเกลือชนิดนี้สามารถรวมตัวกับน้ำเกิดเป็นไฮเดรต (hydrate) ที่เสถียร ปฏิกิริยาของสารดูดน้ำมีดังนี้



สารดูดน้ำที่ดีมีสมบัติดังนี้

1. ไม่ทำปฏิกิริยากับสารละลายอินทรีย์ที่ต้องการให้ดูดน้ำ รวมทั้งไม่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของสารประกอบอินทรีย์ เช่น การเกิดโพลีเมอร์ (polymerization) และ การออกซิไดส์เอง (autoxidation)
2. มีความจุ (capacity) ในการดูดน้ำสูง คือ มีปริมาณน้ำที่ถูกดูดต่อหน่วยน้ำหนักของสารดูดน้ำสูง
3. มีความเข้มข้น (intensity) ในการดูดน้ำสูง คือ ดูดน้ำได้หมด หรือเกือบหมด
4. อัตราเร็วของการดูดน้ำสูง
5. หลังจากการดูดน้ำแล้วยังคงอยู่ในสภาพของแข็งเพื่อให้แยกออกจากสารละลายได้ง่าย โดยการกรองหรือการริน (decantation)
6. ราคาถูก

ตารางที่ 2.2 สารดูดน้ำ

Drying agent	Acid-base Properties	Hydrated Products	Efficiency <sup>a</sup>	Speed	Capacity <sup>b</sup>	Removal Method	Organic compounds dried by the drying agent
CaCl <sub>2</sub>	neutral	CaCl <sub>2</sub> · H <sub>2</sub> O CaCl <sub>2</sub> · 2H <sub>2</sub> O CaCl <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O	medium	slow	high	decanting	hydrocarbons and some ethers
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	neutral	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> · 7H <sub>2</sub> O Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> · 10H <sub>2</sub> O	low low	slow slow	high high	filtration	alcohols; organic acids; aldehydes; ketones.
MgSO <sub>4</sub>	neutral	MgSO <sub>4</sub> · H <sub>2</sub> O MgSO <sub>4</sub> · 7H <sub>2</sub> O	high	medium	medium	filtration	alcohols; organic acid; halides; aldehydes; ketones.
CaSO <sub>4</sub>	neutral	CaSO <sub>4</sub> · ½H <sub>2</sub> O	high	very fast	low	decanting	alcohols; organic acid; halides; aldehydes; ketones
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	basic	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> · 1½H <sub>2</sub> O K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> · 2H <sub>2</sub> O	medium	medium	medium	filtration	alcohols; esters; ketones; amines; nitriles.
Molecular Sieve <sup>c</sup>	neutral	water strongly adsorbed	high	'high	high	decanting	most organic compounds

<sup>a</sup> efficiency refers to the amount of water with the hydrated desiccant in equilibrium.

<sup>b</sup> capacity refers to the amount of water removed by a given weight of drying agent.

<sup>c</sup> Molecular Sieve is the trade name for aluminosilicates which are crystals containing pores of uniform size.



นอกจากนี้ในการใช้สารดูดน้ำจะต้องคำนึงถึงความเหมาะสมด้วย เช่น ไม่ควรเอาสารดูดน้ำที่มีสมบัติเป็นเบสไปดูดน้ำจากสารละลายที่มีสมบัติเป็นกรด ปริมาณสารดูดน้ำที่ใช้ไม่ควรจะมากหรือน้อยเกินไป โดยทั่วไปจะใช้ประมาณ 5% โดยน้ำหนักของน้ำหนักสารละลายทั้งหมดที่จะทำให้ปราศจากน้ำ ในทางปฏิบัติอาจใส่สารดูดน้ำลงในสารละลายที่ละน้อยจนกระทั่งสารดูดน้ำในสารละลายมีลักษณะเป็นผง เพราะถ้ามีน้ำอยู่ในสารละลาย สารดูดน้ำจะรวมกันเป็นก้อนและมีลักษณะเยิ้ม ๆ หลังการใส่สารดูดน้ำ ควรทิ้งสารละลายไว้เป็นเวลาพอควร เมื่อประมาณว่าน้ำถูกกำจัดออกจากสารละลายมากที่สุด จึงแยกเอาสารดูดน้ำออกจากสารละลายโดยการกรองแบบธรรมดาโดยใช้กรวยแก้วนุด้วยสำลี

#### อิมัลชัน (Emulsion)

ปัญหาที่อาจเกิดขึ้นเมื่อทำการสกัดสาร คือ ตัวทำละลายอินทรีย์และน้ำเกิดผสมกันในลักษณะการแขวนลอยในรูปของหยดน้ำมันเล็ก ที่เรียกกันว่า อิมัลชัน การเกิดอิมัลชันจะทำให้ตัวทำละลายทั้งสองไม่สามารถแยกออกเป็นชั้นอย่างชัดเจน สาเหตุหนึ่งที่ทำให้เกิดอิมัลชัน คือ การเขย่าสารละลายในกรวยแยกอย่างแรง อย่างไรก็ตามอิมัลชันที่เกิดขึ้นอาจทำลายได้โดย

1. แกว่งกรวยแยกซึ่งถือในลักษณะตั้งตรงเป็นวงอย่างช้า ๆ
2. คนแรง ๆ ด้วยแท่งแก้ว
3. ใช้เครื่องหมุนเหวี่ยง (centrifuge)

4. ทำให้ชั้นน้ำอิมัลชันด้วยเกลือ การเติมเกลือจะช่วยลดการละลายของสารอินทรีย์ในชั้นน้ำ และยังช่วยลดการละลายของตัวทำละลายอินทรีย์ในชั้นน้ำด้วยวิธีการนี้เรียกว่า salting out

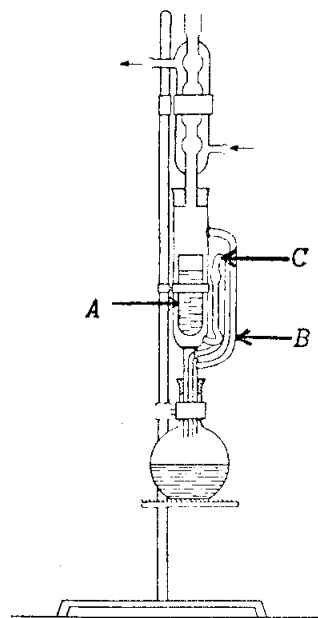
#### การสกัดอย่างต่อเนื่อง (Continuous Extraction)

การสกัดสารที่ละลายได้น้อยในตัวทำละลาย ปัญหาที่มักจะมีคือ ต้องใช้ตัวทำละลายจำนวนมาก ๆ หรือต้องทำการสกัดซ้ำ ๆ กันหลายครั้งจึงจะสามารถแยกเอาสารนั้นออกจากสารผสมได้ อย่างไรก็ตามอาจหลีกเลี่ยงปัญหาเหล่านี้ได้โดยใช้วิธีการสกัดอย่างต่อเนื่อง ซึ่งเป็นการสกัดที่ใช้ตัวทำละลายจำนวนน้อย และสารจะถูกสกัดออกจากสารผสมที่ละลายอย่างต่อเนื่องทั้งหมด

เครื่องมือที่ใช้ในการสกัดอย่างต่อเนื่องมี 2 ประเภทใหญ่ ๆ ดังนี้

1. Solid-liquid extractor ที่นิยมใช้คือ Soxhlet extractor (ดูรูปที่ 2.29) เป็นเครื่องมือที่ใช้ใน

การสกัดสารผสมที่เป็นของแข็ง เช่น ใช้ในการแยกผลิตภัณฑ์ธรรมชาติ (natural products) ออกจากต้นพืช ในการสกัดให้ใส่ของผสมใน thimble A ซึ่งทำจากเยื่อกระดาษ ใส่ตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัดในขวดก้นกลม ต้มตัวทำละลายจนเดือด ไอของตัวทำละลายจะผ่านขึ้นไปตามหลอด B ไปยังเครื่องควบแน่น ซึ่งไอจะควบแน่นเป็นของเหลวหยดลงใน thimble A ทำให้สารบางส่วนในสารผสมละลายในตัวทำละลาย เมื่อระดับของตัวทำละลายใน soxhlet เพิ่มขึ้นจนถึงระดับสูงสุดของแขนของ soxhlet C จะเกิดกาลักน้ำขึ้น ทำให้ตัวทำละลายทั้งหมดใน soxhlet ไหลกลับลงสู่ขวดก้นกลม สารที่สกัดได้จะถูกสะสมในขวดก้นกลม การสกัดจะเกิดซ้ำในลักษณะเช่นนี้โดยอัตโนมัติจนกระทั่งสมบูรณ์

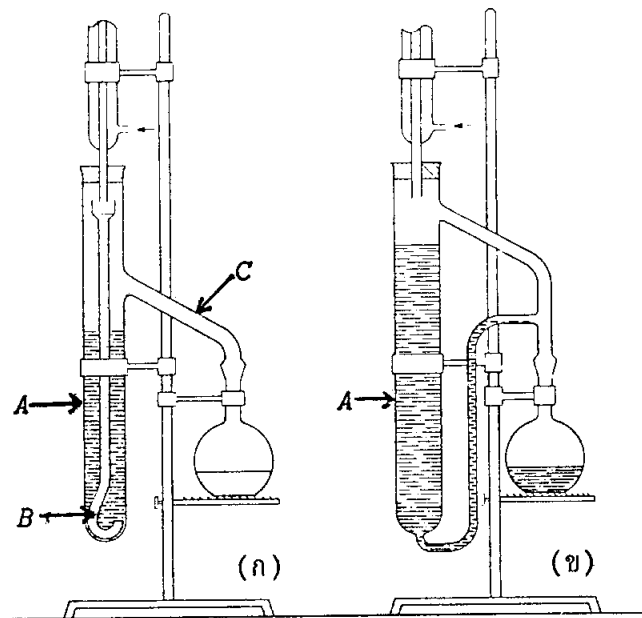


รูปที่ 2.29 Soxhlet extractor

2. Liquid-liquid extractor ใช้ในการสกัดสารละลายในน้ำ เครื่องสกัดประเภทนี้แบ่งย่อยออกเป็น

2.1 Light-solvent extractor (รูปที่ 2.30 ก) ใช้กับการสกัดซึ่งตัวทำละลายที่ใช้มีความหนาแน่นน้อยกว่าน้ำ ในการสกัดตัวทำละลายในขวดก้นกลมจะถูกต้มจนเดือด ไอของตัวทำละลายที่เกิดขึ้นจะเคลื่อนไปตามท่อ C ไปยังเครื่องควบแน่น ซึ่งไอจะควบแน่นเป็นของเหลวหยดลงสู่

หลอด B ที่มีปลายเปิดข้างหนึ่งจุ่มอยู่ในสารละลายที่ต้องการสกัดในหลอด A ตัวทำละลายจากหลอด B จะเคลื่อนผ่านสารละลายขึ้นไปอยู่ชั้นบนของสารละลายเพราะตัวทำละลายมีความหนาแน่นน้อยกว่า ขณะที่ตัวทำละลายเคลื่อนผ่านสารละลายนั้น บางส่วนของสารในสารละลายจะละลายในตัวทำละลาย เมื่อระดับของตัวทำละลายในหลอด A เพิ่มมากขึ้นก็จะไหลผ่านท่อ C ลงสู่ขวดก้นกลม เช่นเดียวกับการสกัดแบบแรกสารที่ต้องการจะถูกสะสมในขวดก้นกลม และการสกัดจะเกิดต่อเนื่องกันจนกระทั่งสมบูรณ์

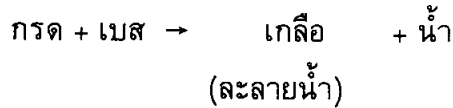


รูปที่ 2.30 เครื่องสกัดอย่างต่อเนื่อง (ก) Light-solvent extractor (ข) Heavy-solvent extractor

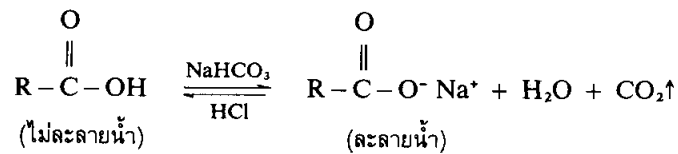
2.2 Heavy-solvent extractor (รูปที่ 2.30 (ข)) ใช้เมื่อตัวทำละลายที่ใช้สกัดมีความหนาแน่นมากกว่าน้ำ หลักการสกัดด้วยเครื่องมือชนิดนี้จะคล้ายคลึงกับ light-solvent extractor ที่กล่าวมาแล้วในข้อ 2.1 แต่เนื่องจากตัวทำละลายมีความหนาแน่นมากกว่าน้ำ ดังนั้นไอของตัวทำละลายที่ควบแน่นเป็นของเหลวจะเคลื่อนผ่านสารละลายในหลอด A ลงสู่ก้นหลอด ซึ่งมีท่อให้ตัวทำละลายไหลกลับเข้าสู่ขวดก้นกลม

### การสกัดสารโดยอาศัยปฏิกิริยาเคมี

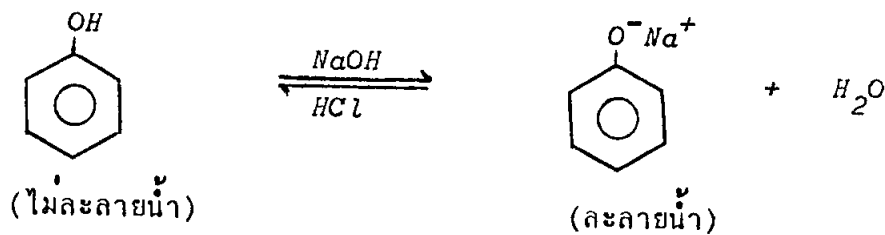
การสกัดยังสามารถใช้ในการแยกสารประกอบที่มีสมบัติเป็นกลาง เป็นกรด และเป็นเบสออกจากกันได้ โดยทำให้สารที่เป็นกรดหรือเบสเปลี่ยนเป็นเกลือ โดยการเติมเบสหรือกรดลงไป ซึ่งเกลือที่เกิดขึ้นจะละลายได้ดีในชั้นน้ำ แต่ไม่ละลายในชั้นสารอินทรีย์



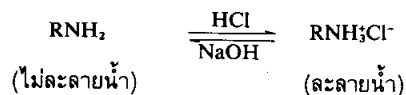
กรดอินทรีย์ส่วนใหญ่มักไม่ละลายน้ำหรือละลายน้ำได้น้อย แต่ละลายได้ดีในสารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนต ( $\text{NaHCO}_3$ ) ในน้ำ เนื่องจากเกิดเป็นเกลือของกรดขึ้น ถ้านำสารละลายของเกลือที่เกิดขึ้นนี้ไปทำให้เป็นกลางหรือเป็นกรดเล็กน้อย จะได้กรดอินทรีย์กลับคืนมา



ในกรณีของกรดอ่อน เช่น ฟีนอล ต้องสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในน้ำแทน สารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนต ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในการสกัดเป็นดังนี้

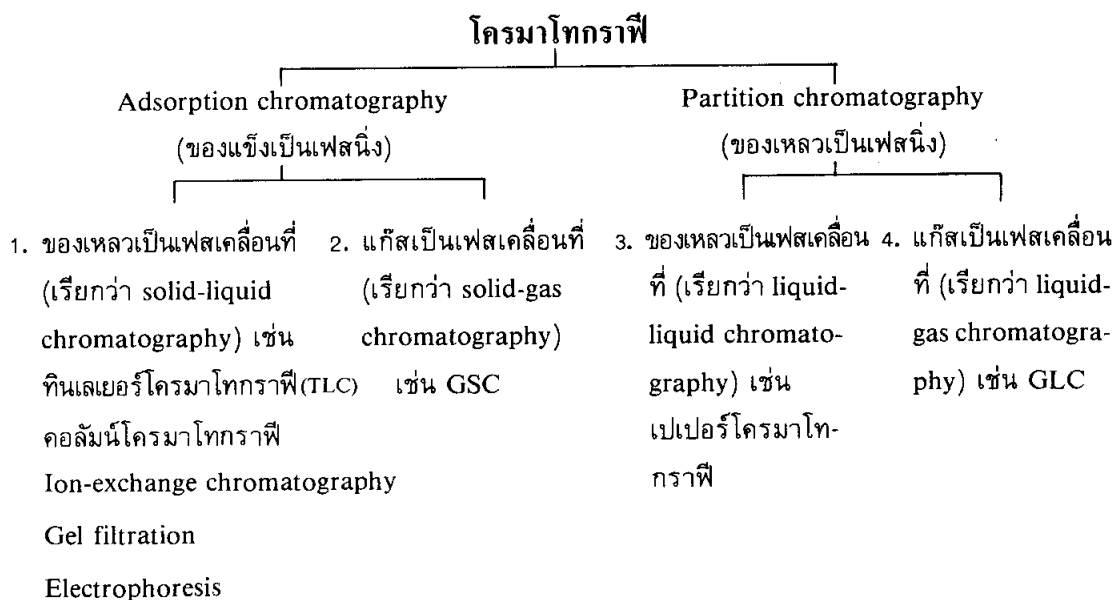


ส่วนสารละลายอินทรีย์ที่มีสมบัติเป็นเบสและไม่ละลายน้ำ จะละลายได้ดีในกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง เพราะเกิดเกลือของเบสขึ้น ถ้านำสารละลายของเกลือที่เกิดขึ้นนี้ไปทำให้เป็นกลางหรือเป็นเบสเล็กน้อย จะได้เบสอินทรีย์กลับคืนมา



## 2.7 โครมาโทกราฟี (Chromatography)

คำว่า “chromatography” ได้มาจากภาษากรีกคือ “chromatos” ซึ่งแปลว่า สี ความหมายเดิมของโครมาโทกราฟี หมายถึง การแยกสารผสมที่มีสีซึ่งได้มาจากพืชต่าง ๆ ในปัจจุบันนี้โครมาโทกราฟี หมายถึง การแยกสารผสมทุกชนิดทั้งที่มีสีและไม่มีสี เนื่องจากโครมาโทกราฟีเป็นวิธีที่มีประโยชน์มากในการแยกสารผสมเพื่อวิเคราะห์ทางคุณภาพวิเคราะห์ (qualitative analysis) และปริมาณวิเคราะห์ (quantitative analysis) รวมทั้งในการพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารอินทรีย์ต่าง ๆ ดังนั้นจึงนิยมใช้กันแพร่หลาย โครมาโทกราฟีแบ่งออกเป็นประเภทต่าง ๆ ดังแสดงในแผนผังต่อไปนี้



แม้ว่าโครมาโทกราฟีประเภทต่าง ๆ จะมีวิธีปฏิบัติและเครื่องมือบางอย่างแตกต่างกันออกไป แต่หลักการของโครมาโทกราฟีทุกประเภทจะเหมือนกัน คือ เป็นการแยกสารต่างชนิดกันออกจากกันโดยอาศัยความแตกต่างในการดูดซับ (adsorption) หรือ การกระจาย (partition) ของสารระหว่างเฟสหนึ่ง (stationary phase) ที่เป็นของแข็งหรือของเหลว กับเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) ที่เป็นของเหลวหรือแก๊ส แล้วทำให้เกิดการแยกสารออกมาเป็นแถบ (band) ๆ เรียกว่า โครมาโทแกรม (chromatogram)

กระบวนการของโครมาโทกราฟีเกิดขึ้นเนื่องจากสารที่ต้องการแยกมีการเคลื่อนที่ใน

อัตราที่แตกต่างกัน เนื่องจากแรง 2 ประเภทคือ

1. แรงผลักดัน (propelling forces) ซึ่งเกิดจากการไหลของเฟสเคลื่อนที่หรือเกิดจากความสามารถในการละลายของสารในเฟสเคลื่อนที่

2. แรงดึง (retarding forces) ซึ่งเกิดจากการดูดซับของสารบนเฟสหนึ่งด้วยแรงต่าง ๆ เช่น แรงพันธะไฮโดรเจน แรงวานเดอร์วาล dipole-dipole attraction เป็นต้น

ในขั้นนี้จะขอกล่าวถึงเฉพาะเรื่องของทินเลเยอร์โครมาโทกราฟี (thin layer chromatography, TLC) คอลัมน์โครมาโทกราฟี (column chromatography) และเปเปอร์โครมาโทกราฟี (paper chromatography)

### 2.7.1 ทินเลเยอร์โครมาโทกราฟีและคอลัมน์โครมาโทกราฟี

ทั้งทินเลเยอร์โครมาโทกราฟีและคอลัมน์โครมาโทกราฟีเป็น solid-liquid adsorption chromatography ซึ่งการแยกสารขึ้นกับความแตกต่างของการดูดซับของสารระหว่างเฟสหนึ่งหรือตัวดูดซับ (adsorbent) ที่เป็นของแข็ง กับเฟสเคลื่อนที่หรือตัวทำละลายที่เป็นของเหลว ในการแยกสารผสมให้ใส่สารละลายของสารผสมที่ต้องการแยกบนตัวดูดซับ ซึ่งโมเลกุลของสารต่างชนิดกันจะถูกดูดซับบนตัวดูดซับด้วยแรงดึงที่แตกต่างกัน เมื่อปล่อยให้ตัวทำละลายไหลผ่านตัวดูดซับ ตัวทำละลายจะพยายามพาสารบนตัวดูดซับไปกับมัน สารที่ถูกดูดซับได้ดีกว่าจะเคลื่อนที่ได้ช้ากว่า สารที่ถูกดูดซับน้อย จึงทำให้เกิดการแยกของสารขึ้น เฟสหนึ่งทำหน้าที่เสมือนที่มีการแลกเปลี่ยนโมเลกุล ในกรณีที่เฟสหนึ่งทำหน้าที่รับโมเลกุลของสารเข้ามาสัมผัสกับตัวมัน เรียกว่าเกิด adsorption และเมื่อเฟสหนึ่งทำหน้าที่ปล่อยให้โมเลกุลของสารเคลื่อนที่ไปกับเฟสเคลื่อนที่ เรียกว่าเกิด desorption

#### ตัวดูดซับ

การเลือกสารชนิดใดเป็นตัวดูดซับ จะต้องเลือกให้เหมาะกับการแยกสารแต่ละชนิด ตัวดูดซับที่ดีควรมีสมบัติดังต่อไปนี้

1. ไม่ละลายในตัวทำละลายที่ใช้เป็นเฟสเคลื่อนที่
2. ไม่ทำปฏิกิริยากับสารที่ต้องการแยกและตัวทำละลายที่ใช้ รวมทั้งไม่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งอาจมีผลทำให้สารเกิดการสลายตัว เกิดการจัดตัวใหม่ หรือเกิดไอโซเมอไรเซชัน (isomerization)

3. ควรมีขนาดสม่ำเสมอ ในทางทฤษฎีตัวดูดซับที่มีขนาดของอนุภาคเล็ก จะมีประสิทธิภาพในการแยกสารสูง แต่จะทำให้การไหลของตัวทำละลายผ่านตัวดูดซับช้า

ลำดับความสามารถในการดูดซับสารของตัวดูดซับจากมากไปหาน้อยมีดังนี้ อะลูมินา (alumina,  $Al_2O_3$ ) > charcoal > Florisil (fluorinated silicone polymer) > ซิลิกาเจล ( $SiO_2$ ) > แมกนีเซียมคาร์บอเนตหรือแคลเซียมคาร์บอเนต > น้ำตาลและแป้ง

จะเห็นได้ว่าความสามารถในการดูดซับจะเพิ่มขึ้นเมื่อโพลาริตี (polarity) ของตัวดูดซับเพิ่มขึ้น อะลูมินาและซิลิกาเจลเป็นตัวดูดซับที่นิยมใช้กันมากในการแยกสารประกอบอินทรีย์ เนื่องจากตัวดูดซับทั้งสองชนิดนี้เป็นสารที่มีโพลาริตีสูง จึงดูดซับสารที่มีโพลาริตีสูงได้ดี โดยปกติซิลิกาเจลที่ใช้จะมีสมบัติเป็นกรดจึงเหมาะสำหรับใช้แยกสารที่เป็นกรด ส่วนอะลูมินามี 3 ประเภทคือ อะลูมินาที่มีสมบัติเป็นกลาง (pH  $\approx$  7.5) เป็นกรด (pH  $\approx$  4) และเป็นเบส (pH  $\approx$  10) อะลูมินาที่เป็นกรดและเบสจะใช้แยกสารที่เป็นกรดและเบสได้ดีตามลำดับ ส่วนสารที่เกิดปฏิกิริยาเคมีได้ง่ายภายใต้ภาวะที่เป็นกรดหรือเบส ควรเลือกใช้อะลูมินาที่เป็นกลางในการแยกสารเหล่านี้ พบว่าประสิทธิภาพในการแยกสารของซิลิกาเจลและอะลูมินาจะลดลงเมื่อตัวดูดซับทั้งสองดูดน้ำเข้าไป เรียกว่าถูก deactivate มักจะพบเมื่อเก็บตัวดูดซับไว้นาน ๆ ซึ่งจะทำให้ตัวดูดซับสัมผัสกับความชื้น อย่างไรก็ตามสามารถทำให้ประสิทธิภาพของตัวดูดซับเหมือนเดิมได้ โดยนำไปอบที่อุณหภูมิ  $110^\circ C$  ประมาณ 1 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในเดซิเคเตอร์ แล้วจึงนำไปใช้แยกสารต่อไป วิธีการที่ทำให้ตัวดูดซับมีประสิทธิภาพเหมือนเดิมเรียกว่าการ activate

ในกินเลเยอร์โครมาโทกราฟี ตัวดูดซับจะถูกเคลือบเป็นฟิล์มบาง ๆ บนแผ่นแก้วหรือแผ่นพลาสติก โดยมีแคลเซียมซัลเฟตหรือโพลิเมอร์อินทรีย์ (organic polymer) เป็นตัวยึดตัวดูดซับให้ติดแน่นกับแผ่นแก้วหรือแผ่นพลาสติก เรียกสิ่งนี้ที่เตรียมขึ้นนี้ว่าแผ่น TLC ส่วนในคอลัมน์โครมาโทกราฟี ตัวดูดซับจะบรรจุอยู่ในคอลัมน์

### ตัวทำละลาย

ตัวทำละลายที่เหมาะสมสำหรับใช้แยกสาร ควรมีสมบัติดังนี้

1. ไม่ละลายตัวดูดซับ แต่ละลายสารที่ต้องการแยก
2. ไม่ทำปฏิกิริยากับสารที่ต้องการแยก

3. ควรมีจุดเดือดต่ำ เพื่อที่จะสามารถกำจัดออกได้ง่ายภายหลังการแยกสมบูรณ

นอกจากนี้ควรเลือกตัวทำละลายที่มีโพลาริตีต่ำกว่าโพลาริตีของสารที่ต้องการแยก ถ้าตัวทำละลายมีโพลาริตีสูงกว่าสารที่ต้องการแยก ตัวทำละลายจะถูกดูดซับบนเฟสนิ่งได้ดีกว่าสาร ทำให้สารเกือบทั้งหมดละลายอยู่ในเฟสเคลื่อนที่ ดังนั้นการแยกสารจะเกิดไม่ดีนัก นอกจากนี้ การเพิ่มโพลาริตีของตัวทำละลาย จะทำให้สารถูกปล่อยออกจากเฟสนิ่งได้เร็วขึ้น ตารางที่ 2.3 แสดงลำดับโพลาริตีของตัวทำละลายที่นิยมใช้จากต่ำไปหาสูง หรือลำดับอำนาจการชะ (eluting power) ของตัวทำละลายจากน้อยไปมาก

ตารางที่ 2.3 ตัวทำละลายที่ใช้ในทินเลเยอร์และคอลัมน์โครมาโทกราฟี

ตัวทำละลาย	โพลาริตี
เฮกเซน	<div style="text-align: center;">                     ต่ำ                      ↓                      สูง                 </div>
ปิโตรเลียมอีเทอร์	
ไซโคลเฮกเซน	
คาร์บอนเตตระคลอไรด์	
โทลูอิน	
เบนซีน	
เมทิลีนคลอไรด์	
คลอโรฟอร์ม	
ไดเอทิลอีเทอร์	
เอทิลแอซีเตต	
อะซีโตน	
โพรพานอล	
เอทานอล	
เมทานอล	



### ความสามารถในการถูกดูดซับของสารอินทรีย์

ความสามารถในการถูกดูดซับของสารอินทรีย์โดยเฟสหนึ่ง ขึ้นกับชนิดและจำนวนหมู่ฟังก์ชันัลที่มีขั้วในโมเลกุล โดยทั่วไปลำดับความสามารถในการถูกดูดซับของสารอินทรีย์เรียงจากน้อยไปมากดังในตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 ลำดับโพลาริตีของสารประกอบอินทรีย์เรียงจากต่ำไปสูง

โพลาริตี	สารประกอบ	หมู่ฟังก์ชันัล
ต่ำ	ไฮโดรคาร์บอนชนิดอิ่มตัว	
	ไฮโดรคาร์บอนชนิดไม่อิ่มตัว	$>C=C<$
	conjugated diene และ	$>C=C-C=C<$
	สารประกอบอะโรเมติก	
	อีเทอร์	-OR
	เฮไลด์	-F, -Cl, -Br, -I
	เอสเทอร์	-COOR
	คีโตน	$>C=O$
	อัลดีไฮด์	-CHO
	อะมีน	-NH <sub>2</sub>
	แอลกอฮอล์	-OH
สูง	กรดคาร์บอกซิลิก	-COOH

ลำดับนี้อาจเปลี่ยนได้ ทั้งนี้ขึ้นกับชนิดของเฟสหนึ่งและเฟสเคลื่อนที่

สำหรับเทคนิคของทินเลเยอร์โครมาโทกราฟี และคอลัมน์โครมาโทกราฟีจะกล่าวอย่างละเอียดในบทที่ 10 หัวข้อที่ 10.1 และ 10.2 ตามลำดับ

## 2.7.2 เปเปอร์โครมาโทกราฟี

เปเปอร์โครมาโทกราฟีเป็น liquid-liquid chromatography โดยมีกระดาษทำหน้าที่เป็นตัวยัดเฟสหนึ่งซึ่งโดยปกติจะได้แก่ น้ำ กระดาษกรองที่ใช้เป็นสารพวกเซลลูโลส ซึ่งก็คือสารประกอบโพลีไฮดรอกซี (polyhydroxy) ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง จึงสามารถดูดไอน้ำในบรรยากาศไว้ได้ประมาณ 5-20% ขึ้นกับว่ามีไอน้ำในอากาศมากน้อยเพียงใด ส่วนเฟสเคลื่อนที่โดยทั่ว ๆ ไปนิยมใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ที่มีน้ำประกอบอยู่

วิธีการของเปเปอร์โครมาโทกราฟีเป็นแบบ partition chromatography เนื่องจากการแยกสารขึ้นกับความแตกต่างในการกระจายของสารแต่ละชนิดในเฟสหนึ่งและเฟสเคลื่อนที่ซึ่งเป็นของเหลวต่างชนิดที่ไม่ผสมกัน สำหรับเทคนิคการทำเปเปอร์โครมาโทกราฟีจะกล่าวถึงในบทที่ 10 หัวข้อที่ 10.3

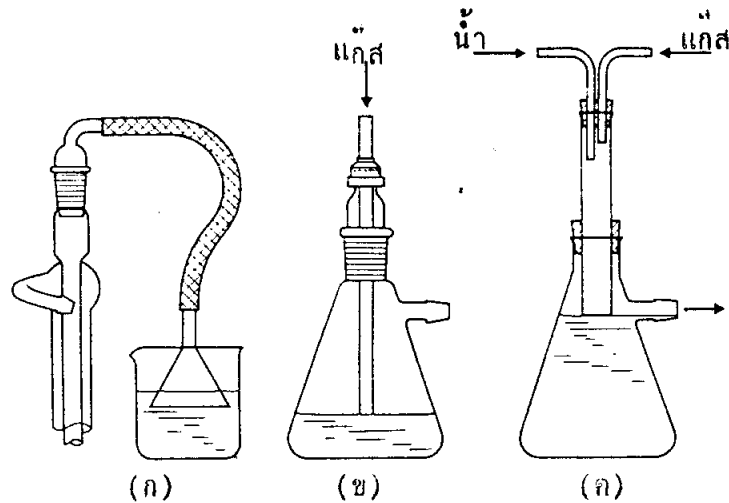
## 2.8 เทคนิคอื่น ๆ

### 2.8.1 การรีฟลักซ์

การรีฟลักซ์ เป็นกระบวนการที่ทำให้ของเหลวระเหยกลายเป็นไอ แล้วควบแน่นไอลงกลับเป็นของเหลวตกลงมาในภาชนะใบเดิม ดังนั้นของเหลวจะไม่สูญหายไป นอกจากนี้อุณหภูมิของของเหลวจะคงที่ โดยปกติกระบวนการนี้จะใช้ในการเตรียมสารต่าง ๆ เครื่องมือสำหรับการรีฟลักซ์แบบง่ายประกอบด้วยขวดก้นกลมและเครื่องควบแน่น (ดูรูปที่ 2.17) ในการรีฟลักซ์จะต้องใส่เศษกระเบื้องลงไปพร้อมของเหลวก่อนที่จะให้ความร้อนแก่ของเหลว

### 2.8.2 การดักแก๊สที่เกิดขึ้นในปฏิกิริยา

ในปฏิกิริยาเคมีบางปฏิกิริยาจะมีแก๊สที่มีอันตรายเกิดขึ้น เช่น แก๊ส HCl แก๊ส SO<sub>2</sub> เป็นต้น เนื่องจากแก๊สเหล่านี้สามารถละลายน้ำได้ จึงมักทำการดัก (trap) แก๊สที่เกิดขึ้นโดยการผ่านแก๊สลงไปใต้น้ำ สำหรับเครื่องมือที่ใช้ในการดักแก๊สจะมีลักษณะต่าง ๆ กันดังแสดงในรูปที่ 2.31



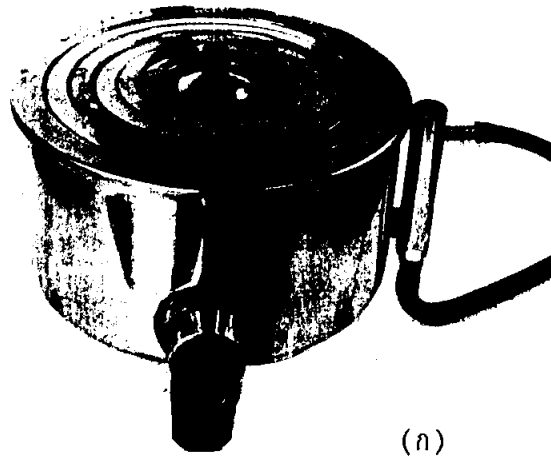
รูปที่ 2.31 เครื่องดักแก๊สชนิดต่าง ๆ

เครื่องดักแก๊สดังในรูปที่ 2.31 (ก) - (ข) จะใช้เมื่อมีแก๊สเกิดขึ้นไม่มากนัก ถ้ามีแก๊สเกิดขึ้นในปริมาณมากและเกิดอย่างรวดเร็วควรเลือกใช้เครื่องดักแก๊ส ดังในรูปที่ 2.31 (ค)

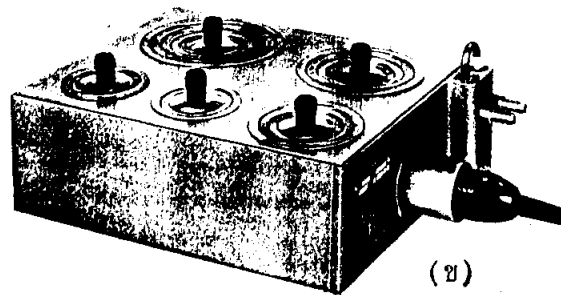
### 2.8.3 การให้ความร้อนแก่ reaction mixture

เครื่องมือที่ให้ความร้อนแก่ reaction mixture ที่ใช้ในห้องปฏิบัติการมีหลายชนิดด้วยกัน จะขอกล่าวเฉพาะที่นักศึกษาจะใช้ในการทำปฏิบัติการเท่านั้น

2.8.3.1 เครื่องอังไอน้ำ โดยทั่วไปจะใช้สำหรับอุณหภูมิที่ต่ำกว่า 100°C เครื่องอังไอน้ำที่ง่ายที่สุด ทำโดยใช้ภาชนะบรรจุน้ำ และใช้ตะเกียงเบนเสนเป็นตัวให้ความร้อนแก่ น้ำ เครื่องอังไอน้ำชนิดนี้เหมาะสำหรับให้ความร้อนแก่ของเหลวที่มีจุดเดือดต่ำและไม่ติดไฟ สำหรับของเหลวที่ติดไฟได้ง่ายควรใช้เครื่องอังไอน้ำที่ใช้ไฟฟ้าเป็นตัวให้ความร้อนแก่ น้ำ ดังในรูปที่ 2.32



(ก)



(ข)

รูปที่ 2.32 เครื่องอังน้ำมันที่ใช้ไฟฟ้า

2.8.3.2 เครื่องอังน้ำมัน โดยทั่วไปจะใช้สำหรับอุณหภูมิที่สูงกว่า  $100^{\circ}\text{C}$  ขึ้นไป เครื่องอังน้ำมันประกอบขึ้นด้วยภาชนะสำหรับใส่ของเหลวที่มีจุดเดือดสูงและเสถียร และใช้ตะเกียง บุนเสนหรือ hot plate เป็นตัวให้ความร้อนแก่ของเหลวอีกต่อหนึ่ง

ของเหลวที่นิยมใช้ในเครื่องอ้งน้ำมันมีดังนี้

ของเหลว	อุณหภูมิสูงสุดที่ให้ความร้อน
กลีเซอรอล	140 - 150°ซ
น้ำมันซิลิโคน	230°ซ
น้ำมันพาราฟิน	250°ซ

ในการใช้เครื่องอ้งน้ำมันไม่ควรให้ความร้อนเกินอุณหภูมิสูงสุดที่ของเหลวชนิดนั้น ๆ จะให้ความร้อนได้ เพราะที่อุณหภูมิสูงมาก ๆ ของเหลวอาจสลายตัว หรือทำให้มีควันพิษเกิดขึ้น

2.8.3.3 hot plate ไม่เหมาะสำหรับใช้ให้ความร้อนแก่ของเหลวที่มีจุดเดือดต่ำ และติดไฟได้ง่าย เช่น อีเทอร์