

## บทที่ 4

### ผลและข้อมูลที่ได้จากการรวบรวม

ในงานวิจัยนี้ได้รวบรวมข้อมูลขั้นตอนการปฏิบัติงานจากมาตรฐาน The American Chemical Society (ACS) European pharmacopoeia (Ph.Eur) United States Pharmacopeia (USP) British Pharmacopoeia (BP) และ Japanese Pharmacopoeia (JP) ซึ่งขั้นตอนการตรวจสอบคุณภาพผลิตภัณฑ์ที่ได้รวบรวม และจัดทำเอกสารมีดังนี้

#### 4.1 ขั้นตอนการตรวจสอบคุณภาพผลิตภัณฑ์ของกรดบอริก (Boric acid; $H_3BO_3$ )

##### 4.1.1 ร้อยละความบริสุทธิ์ (% Assay)

ชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 2.5 กรัม ละลายด้วยกลีเซอรอลที่มีค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 9 (Glycerol pH 9) ปริมาตร 125 มิลลิลิตร นำไปไทเทรตกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 นอร์มอล จนได้ค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 9 นำปริมาตรที่ไทเทรตได้ไปคำนวณหาร้อยละความบริสุทธิ์

##### 4.1.2 ลักษณะทางกายภาพของสารละลาย (Appearance of solution)

สารละลาย ก. ควรใส และไม่มีสี

##### 4.1.3 ของแข็งที่ไม่ละลายในเมทานอล (Insoluble in methanol)

ชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 20 กรัม เติมเมทานอล (Methanol) ปริมาตร 200 มิลลิลิตร รีฟลักซ์จนกรดละลาย จากนั้นรีฟลักซ์ต่อเป็นเวลา 30 นาที กรองผ่านถ้วยกรองแก้ว ล้างด้วยเมทานอลร้อน อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส

##### 4.1.4 การละลายในเอทานอลเข้มข้นร้อยละ 96 (Solubility in ethanol 96%)

ชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 1 กรัม ละลายในเอทานอลเข้มข้นร้อยละ 96 (96% Ethanol) ที่ต้มให้เดือดแล้ว

##### 4.1.5 ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส (pH 20°C, 3.3%)

ละลายสารตัวอย่างปริมาณ 3.3 กรัม ในน้ำต้มเดือดปริมาตร 80 มิลลิลิตร ทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นปรับปริมาตรด้วยน้ำต้มจนได้ปริมาตรครบ 1000 มิลลิลิตร จากนั้นวัดค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายด้วยเครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง

#### 4.1.6 ความชื้นที่หายไปเมื่ออบแห้ง (Loss on drying)

นำขวดตัวอย่างไปไว้ในเดซิเคเตอร์ที่มีซิลิกาเจล (Silica gel) เป็นเวลา 30 นาที และนำไปชั่งน้ำหนักที่แน่นอน ชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 1-2 กรัม ใส่ในขวดตัวอย่าง นำเข้าเดซิเคเตอร์ที่มีซิลิกาเจล เป็นเวลา 5 ชั่วโมง และชั่งน้ำหนักที่แน่นอน

#### 4.1.7 สารที่ไม่ระเหยในเมทานอล (Nonvolatile with Methanol)

ชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 2.0 กรัม ในถ้วยแพลตตินัม (Platinum; Pt) เติมเมทานอล ปริมาตร 25 มิลลิลิตร และเติมกรดไฮโดรคลอริกปริมาตร 0.5 มิลลิลิตร ระเหยให้แห้ง เติมเมทานอล ปริมาตร 15 มิลลิลิตร และเติมกรดไฮโดรคลอริกปริมาตร 0.3 มิลลิลิตร ระเหยให้แห้งอีกรอบ จากนั้นเติมกรดซัลฟูริกปริมาตร 0.10 มิลลิลิตร นำไปเผาที่อุณหภูมิ  $600 \pm 25$  องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที

#### 4.1.8 คลอไรด์ (Chloride; Cl)

เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยละลายสารตัวอย่างปริมาณ 1.0 กรัม ในน้ำอุ่นปริมาตร 20 มิลลิลิตร สำหรับสารละลายมาตรฐาน นำสารละลายมาตรฐานคลอไรด์ปริมาตร 1 มิลลิลิตร มาเจือจางด้วยน้ำจนได้ปริมาตรครบ 20 มิลลิลิตร จากนั้นเติมกรดไนตริกเข้มข้นร้อยละ 70 (70% Nitric acid) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร และเติมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต (Silver nitrate reagent solution) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ลงในสารละลายตัวอย่าง และสารละลายมาตรฐาน ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5 นาที (ห้ามโดนแสง) เปรียบเทียบความขุ่นที่เกิดขึ้น โดยสารละลายตัวอย่าง ต้องขุ่นน้อยกว่าสารละลายมาตรฐาน

#### 4.1.9 ฟอสเฟต (Phosphate; PO<sub>4</sub>)

เติมกรดไนตริกปริมาตร 0.5 มิลลิลิตร ลงในสารละลายตัวอย่าง ก. ปริมาตร 20 มิลลิลิตร นำไประเหยให้แห้ง ละลายตะกอนด้วยกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.5 นอร์มอล ปริมาตร 25 มิลลิลิตร สำหรับสารละลายมาตรฐาน ให้นำสารละลายมาตรฐานฟอสเฟตเข้มข้น 0.01 มิลลิกรัม ต่อ มิลลิลิตร ปริมาตร 2 มิลลิลิตร มาเติม กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นร้อยละ 37 ปริมาตร 10 มิลลิลิตร นำสารละลายไประเหยให้แห้ง ละลายตะกอนด้วย กรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.5 นอร์มอล ปริมาตร 25 มิลลิลิตร จากนั้นเติมสารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดต ปริมาตร 1 มิลลิลิตร และเติม 4-เมทิลอะมิโนฟีนอลซัลเฟต ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ตั้งสารละลายทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องนาน 2 ชั่วโมง สังเกตสีน้ำเงินที่เกิดขึ้น โดยสีน้ำเงินของสารละลายตัวอย่างควรจะเข้มข้นน้อยกว่าในสารละลายมาตรฐาน

#### 4.1.10 ซัลเฟต (Sulfate; SO<sub>4</sub>)

เตรียมสารละลายตัวอย่างโดยนำ สารละลายตัวอย่าง ก. มา 5.0 มิลลิลิตร เตรียมสารละลายมาตรฐาน โดยปิเปตสารละลายซัลเฟตเข้มข้น 0.01 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตร 5 มิลลิลิตร มาเติมกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง (1+19) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ลงในสารละลายตัวอย่าง

และสารละลายมาตรฐาน กรองผ่านกระดาษกรองที่ล้างแล้ว จากนั้นล้างด้วยน้ำปริมาตร 2 มิลลิลิตร จำนวน 2 ครั้ง เจือจางสารละลายจนได้ปริมาตรครบ 10 มิลลิลิตร เติมแบเรียมคลอไรด์เข้มข้นร้อยละ 12 ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นเปรียบเทียบความขุ่นที่เกิดขึ้น โดยสารละลายตัวอย่างควรขุ่นน้อยกว่าสารละลายมาตรฐาน

#### 4.1.11 ลักษณะทางกายภาพ (Appearance)

มีสีขาว หรือเกือบจะขาว มีลักษณะเป็นผลึก ไม่มีสี เป็นแผ่นมันวาว เมื่อสัมผัส หรือเป็นผลึกสีขาว หรือเกือบจะขาว

### 4.2 ขั้นตอนการตรวจสอบคุณภาพผลิตภัณฑ์ของแคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต (Calcium chloride dihydrate; $\text{CaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )

#### 4.2.1 ร้อยละความบริสุทธิ์ (% Assay)

ชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 2.5 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นร้อยละ 10 ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ถ่ายสารละลายลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร และเจือจางด้วยน้ำ จากนั้นปิเปตสารละลายดังกล่าวมา 50.0 มิลลิลิตร ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 400 มิลลิลิตร เติมน้ำปริมาตร 75 มิลลิลิตร ในขณะที่คนไปด้วยเติมกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ปริมาตร 20 มิลลิลิตร จากบิวเรตขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายให้ได้เกิน 12 ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ร้อยละ 10 เติมไฮดรอกซิลแนฟทอลบลู (Hydroxyl naphthol blue indicator) ปริมาณ 300 มิลลิกรัม ผสมสารให้เข้ากัน นำไปไทเทรตกับกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกเข้มข้น 0.1 โมลาร์ จนสารละลายเปลี่ยนเป็นสีฟ้า

#### 4.2.2 ลักษณะทางกายภาพของสารละลาย (Appearance of solution)

สารละลาย ก. ควรใส และไม่มีสี

#### 4.2.3 ความเป็นกรด-ด่างของสารละลายเข้มข้นร้อยละ 5 ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส (pH a 5% solution at 25.0 °C)

ชั่งน้ำหนักสารตัวอย่างปริมาณ 5.0 กรัม (ทราบน้ำหนักแน่นอน) ละลายด้วยน้ำต้ม ปริมาตร 100 มิลลิลิตร และนำไปวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง โดยใช้เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter)

#### 4.2.4 ความเป็นกรด หรือด่าง (Acidity or alkalinity)

นำสารละลาย ก. ปริมาตร 10 มิลลิลิตร (ที่เตรียมก่อนใช้) เติมฟีนอล์ฟทาลีน (Phenolphthalein) ปริมาตร 0.1 มิลลิลิตร หากสารละลายมีสีแดงต้องเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น

0.01 โมลาร์ ไม่เกิน 0.2 มิลลิลิตร เพื่อเปลี่ยนให้สารละลายไม่มีสี ถ้าสารละลายไม่มีสีต้องเติม โซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.01 โมลาร์ ไม่เกิน 0.2 มิลลิลิตร เพื่อเปลี่ยนให้สารละลายเป็นสีแดง

#### 4.2.5 ของแข็งที่ไม่ละลายน้ำ (Insoluble matter)

ชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 20 กรัม ละลายในน้ำปริมาตร 200 มิลลิลิตร ใส่ในบีกเกอร์ ขนาด 250 มิลลิลิตร ต้มจนเดือดโดยปิดบีกเกอร์ จากนั้นให้ความร้อนต่อบนเครื่องให้ความร้อนที่ อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กรองสารละลายขณะร้อน ผ่านถ้วยกรอง แก้ว ล้างถ้วยกรองแก้ว และบีกเกอร์ด้วยน้ำร้อน จากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส และทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์ (Desiccator) ชั่งน้ำหนักที่แน่นอน และคำนวณ

#### 4.2.6 สารออกซิไดส์ (Oxidizing substance as $\text{NO}_3$ )

เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 0.20 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ แช่บีกเกอร์ในอ่างน้ำแข็ง เตรียมสารละลายมาตรฐาน โดยนำไนเตรตไอออน (Nitrate ion) ปริมาตร 0.6 มิลลิลิตร มาเติม โซเดียมคาร์บอเนต (Sodium carbonate) ปริมาณ 0.01 กรัม และนำไประเหย จนแห้ง แช่บีกเกอร์ในอ่างน้ำแข็ง นำสารละลายตัวอย่าง และสารละลายมาตรฐาน มาเติมกรดซัลฟูริก ที่แช่ในอ่างน้ำแข็งปริมาณ 22 มิลลิลิตร และตั้งทิ้งไว้ให้สารละลายอุ่นขึ้นจนเท่าอุณหภูมิห้อง หมุนวน บีกเกอร์เป็นระยะ เพื่อให้สารละลายเข้ากันดี จากนั้นเติมสารละลายไดฟีนิลเอมีน (diphenylamine) ปริมาตร 3 มิลลิลิตร และให้ความร้อนบนเครื่องให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 90 นาที สังเกตสี โดยสารละลายตัวอย่างไม่ควรมีสีเข้มกว่าสารละลายมาตรฐาน

#### 4.2.7 ซัลเฟต (Sulfate; $\text{SO}_4$ )

เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 1.0 กรัม ละลายน้ำปริมาตร 20 มิลลิลิตร เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นร้อยละ 10 ปริมาตร 1.0 มิลลิลิตร กรองสารละลาย และ ล้างกระดาษกรองด้วยน้ำปริมาตร 3 มิลลิลิตร จำนวน 2 ครั้ง เตรียมสารละลายควบคุม โดยนำซัลเฟต ไอออน (Sulfate ion) ปริมาณ 0.10 มิลลิกรัม ละลายในน้ำปริมาตร 25 มิลลิลิตร และเติม กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นร้อยละ 10 เจือจางสารละลายตัวอย่าง และสารละลายควบคุม ด้วยน้ำจนได้ ปริมาตรครบ 35 มิลลิลิตร จากนั้นเติมแบเรียมคลอไรด์เข้มข้นร้อยละ 12 ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นเปรียบเทียบความขุ่นที่เกิดขึ้น โดยสารละลาย ตัวอย่างควรขุ่นน้อยกว่าสารละลายควบคุม

#### 4.2.8 ไฮโปคลอไรต์ (Hypochlorite)

ละลายสารตัวอย่างปริมาณ 0.5 กรัม ในน้ำปริมาตร 5 มิลลิลิตร จากนั้นเติม กรดไฮโดรคลอริกเจือจาง 2-3 หยด และ Zinc iodide-starch 2-3 หยด สารละลายไม่ควรมีสีน้ำเงิน เกิดขึ้นทันที

#### 4.2.9 แอมโมเนียม (Ammonium; $\text{NH}_4$ )

เตรียมสารละลายตัวอย่าง ก. โดยละลายสารตัวอย่างปริมาณ 50 กรัม ในน้ำปริมาตร 200 มิลลิลิตร กรองหากลมตะกอน และเจือจางด้วยน้ำจนได้ปริมาตรครบ 250 มิลลิลิตร ในขวดปรับปริมาตร (1 มิลลิลิตร เท่ากับ 0.2 กรัม) เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยเจือจางสารละลายตัวอย่าง ก. ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ด้วยน้ำจนได้ปริมาตรครบ 80 มิลลิลิตร เตรียมสารละลายมาตรฐาน โดยนำแอมโมเนียมไอออน (Ammonium ion) ปริมาณ 0.015 มิลลิกรัม มาเจือจางด้วยน้ำจนได้ปริมาตรครบ 80 มิลลิลิตร นำละลายสารตัวอย่าง และสารละลายมาตรฐาน มาเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 10 ปริมาตร 20 มิลลิลิตร ปิดจุก และผสมให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง กรองสารละลายตัวอย่าง และสารละลายมาตรฐาน ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ผ่านถ้วยกรองแก้วที่ล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 10 จากนั้นเติมน้ำยาเนสเลอร์ ปริมาตร 2 มิลลิลิตร เปรียบเทียบสีของสารละลาย โดยละลายสารตัวอย่างไม่ควรมีสีเข้มกว่าละลายมาตรฐาน

#### 4.2.10 แมกนีเซียม และโลหะแอลคาไล (Magnesium and alkali metals)

นำ สารละลาย ก. ปริมาตร 20 มิลลิลิตร ผสมกับน้ำปริมาตร 80 มิลลิลิตร จากนั้นเติมแอมโมเนียมคลอไรด์ (Ammonium chloride) ปริมาตร 2 กรัม และแอมโมเนียเจือจาง (Dilute ammonia) ปริมาตร 2 มิลลิลิตร นำสารละลายไปให้ความร้อนจนเดือด และเติมลงไปในสารละลายแอมโมเนียมออกซาเลต (Ammonium oxalate) ที่ต้มจนเดือด ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 4 ชั่วโมง นำสารละลายมาเจือจางด้วยน้ำจนได้ปริมาตรครบ 200 มิลลิลิตร กรองสารละลาย จากนั้นนำสารละลายที่กรองแล้วมา 100 มิลลิลิตรเติมกรดซัลฟูริกเข้มข้นร้อยละ 96 ปริมาตร 0.5 มิลลิลิตร นำไประเหยจนแห้งโดยใช้อ่างน้ำร้อน (Water-bath) จากนั้นนำไปเผาให้มีน้ำหนักคงที่ ที่อุณหภูมิ  $600 \pm 50$  องศาเซลเซียส น้ำหนักของสารที่เหลืออยู่ (Residue) ไม่ควรมากกว่า 5 มิลลิกรัม

#### 4.2.11 เหล็ก อลูมิเนียม และฟอสเฟต (Iron, Aluminium and Phosphate)

นำสารละลายตัวอย่างเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร มาเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3 นอร์มอล 2 หยด และเติมฟีนอล์ฟทาลีน 1 หยด จากนั้นเติมแอมโมเนียมคลอไรด์แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Ammonium chloride-Ammonium hydroxide) ที่ละลายจนสารละลายมีสีชมพูอ่อน และเติมเกินลงไปอีก 2 หยด นำสารละลายไปให้ความร้อนจนเดือด สารละลายไม่ควรขุ่น หรือเกิดตะกอน

#### 4.2.12 ลักษณะทางกายภาพ (Appearance)

มีสีขาว หรือเกือบจะขาว มีลักษณะเป็นผลึก และดูดความชื้น

#### 4.2.13 การละลาย (Solubility)

สามารถละลายได้ดีในน้ำ และละลายได้ในเอทานอลเข้มข้นร้อยละ 96

#### 4.3 ขั้นตอนการตรวจสอบคุณภาพผลิตภัณฑ์ของกรดซิตริกโมโนไฮเดรต (Citric acid monohydrate; $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ )

##### 4.3.1 ร้อยละความบริสุทธิ์ (% Assay)

ซึ่งสารตัวอย่างปริมาณ 2.7 กรัม ละลายด้วยน้ำปริมาตร 40 มิลลิลิตร และเติมฟีนอล์ฟทาลีนปริมาตร 0.15 มิลลิลิตร จากนั้นไทเทรตกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 นอร์มอลจนสารละลายเปลี่ยนเป็นสีชมพู และยังเป็นสีชมพูเมื่อตั้งทิ้งไว้ 5 นาที

##### 4.3.2 ของแข็งที่ไม่ละลายน้ำ (Insoluble matter)

ละลายสารตัวอย่างปริมาณ 20 กรัม ในน้ำปริมาตร 150 มิลลิลิตร ต้มให้เดือดโดยปิดปีกเกอร์ จากนั้นให้ความร้อนบนเครื่องให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กรองสารละลายขณะร้อน ผ่านถ้วยกรองแก้ว ล้างถ้วยกรองแก้ว และปีกเกอร์ด้วยน้ำร้อน จากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส และทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์ ซึ่งน้ำหนักที่แน่นอน และคำนวณ

##### 4.3.3 สารที่คงเหลือหลังจากเผา (Residue after ignition)

เผา (Ignite) สารตัวอย่างปริมาณ 5.0 กรัม จากนั้นเติมกรดซัลฟูริกปริมาตร 2 มิลลิลิตรนำไป เผาจนไม่มีควัน และเผาที่อุณหภูมิ  $600 \pm 25$  องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที และนำเข้าเดซิเคเตอร์เพื่อให้สารเย็นลง ซึ่งน้ำหนักที่แน่นอน และคำนวณหาร้อยละของปริมาณสารที่คงเหลือ (% Residue)

##### 4.3.4 สารที่สลายเป็นคาร์บอนได้ง่าย (Readily carbonisable substances)

นำสารตัวอย่างปริมาณ 1.0 กรัม ใส่ในหลอดทดลองที่สะอาด จากนั้นเติมกรดซัลฟูริกเข้มข้นร้อยละ 96 ปริมาตร 10 มิลลิลิตร นำสารละลายไปทำให้ร้อนในอ่างน้ำร้อนที่อุณหภูมิ  $90 \pm 1$  องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที จากนั้นทำให้เย็นลงอย่างรวดเร็ว สารละลายไม่ควรมีสีเข้มกว่าสารละลายผสมระหว่างสารละลายปฐมภูมิสีแดง (Red primary) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร และสารละลายปฐมภูมิตเหลือง (Yellow primary) ปริมาตร 9 มิลลิลิตร

##### 4.3.5 คลอไรด์ (Chloride; Cl)

เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยซึ่งสารตัวอย่างปริมาณ 1.0 กรัม ละลาย และเจือจางด้วยน้ำจนได้ปริมาตรครบ 20 มิลลิลิตร เตรียมสารละลายมาตรฐาน โดยนำคลอไรด์ไอออน ปริมาตร 1 มิลลิลิตร มาเจือจางด้วยน้ำจนได้ปริมาตรครบ 20 มิลลิลิตร นำสารละลายตัวอย่าง และสารละลายมาตรฐาน มาเติมกรดไนตริกเข้มข้นร้อยละ 70 ปริมาตร 1 มิลลิลิตร และเติมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5 นาที (ห้ามโดนแสง) เปรียบเทียบความขุ่นที่เกิดขึ้น โดยสารละลายตัวอย่างควรขุ่นน้อยกว่าสารละลายมาตรฐาน

#### 4.3.6 ออกซาเลต (Oxalate; $C_2O_4^{2-}$ )

ละลายสารตัวอย่างปริมาณ 5 กรัม ในน้ำปริมาตร 25 มิลลิลิตร และเติมแคลเซียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 10 (10% Calcium Hydroxide) ปริมาตร 2 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 4 ชั่วโมง สารละลายไม่ควรขุ่น หรือมีตะกอน

#### 4.3.7 ฟอสเฟต (Phosphate; $PO_4$ )

เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยผสมสารตัวอย่างปริมาณ 2.0 กรัม กับแมกนีเซียมไนเตรต (Magnesium nitrate) ปริมาณ 0.5 กรัม ในถ้วยพลาสติกนํ้า นำไปเผา ละลายตะกอนที่เหลือด้วยน้ำปริมาตร 5 มิลลิลิตร และเติมกรดไนตริกปริมาตร 5 มิลลิลิตร จากนั้นนำไประเหยจนแห้ง ละลายตะกอนด้วย กรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.5 นอร์มอล ปริมาตร 25 มิลลิลิตร เตรียมสารละลายมาตรฐาน โดยนำสารละลายฟอสเฟตเข้มข้น 0.01 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร มา 2 มิลลิลิตร เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.5 นอร์มอล ปริมาตร 25 มิลลิลิตร นำสารละลายทั้งสอง มาเติมสารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดต ปริมาตร 1 มิลลิลิตร และเติมสารละลาย 4-เมทิลอะมิโนพีนอลซัลเฟต ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ตั้งสารละลายทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 ชั่วโมง สังเกตสีน้ำเงินที่เกิดขึ้น โดยสีน้ำเงินของสารละลายตัวอย่างไม่ควรเข้มกว่าสารละลายมาตรฐาน

#### 4.3.8 ซัลเฟต (Sulfate; $SO_4$ ) ACS

เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 3.0 กรัม เติมแอมโมเนียมเมตาแวนาเดต (Ammonium metavanadate) ปริมาณ 0.2 - 0.5 กรัม และเติมกรดไนตริกปริมาตร 10 มิลลิลิตร นำไปให้ความร้อนโดยปิดบีกเกอร์บนเครื่องให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส จนปฏิกิริยาลิ้นสุดเปิดบีกเกอร์ และระเหยจนแห้ง เติมกรดไนตริกปริมาตร 10 มิลลิลิตร และนำไปให้ความร้อนซ้ำอีกครั้ง จนปฏิกิริยายุติ เปิดบีกเกอร์ และระเหยจนแห้ง เติมกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง (1+1) นำไประเหยจนแห้ง และละลายตะกอนด้วยน้ำปริมาตร 4 มิลลิลิตร และเติมกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง (1+19) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร กรองหากมีตะกอน โดยล้างด้วยน้ำ ปริมาตร 2 มิลลิลิตร จำนวน 2 ครั้ง เจือจางด้วยน้ำจนได้ปริมาตรครบ 10 มิลลิลิตร เตรียมสารละลายมาตรฐาน โดยนำซัลเฟตไอออน มา 0.06 มิลลิกรัม เติมกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง (1+19) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร จากนั้นเจือจางด้วยน้ำจนได้ปริมาตรครบ 10 มิลลิลิตร เติมแบเรียมคลอไรด์เข้มข้นร้อยละ 12 ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ลงในสารละลายตัวอย่าง และสารละลายมาตรฐาน ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นเปรียบเทียบความขุ่นที่เกิดขึ้น โดยสารละลายตัวอย่างควรขุ่นน้อยกว่าสารละลายมาตรฐาน

#### 4.3.9 ซัลเฟต (Sulfate; $SO_4$ ) USP

เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยละลายสารตัวอย่างปริมาณ 2.0 กรัม ด้วยน้ำปริมาตร 30 มิลลิลิตร เตรียมสารละลายควบคุม โดยละลายโพแทสเซียมซัลเฟต (Potassium sulfate)

ปริมาณ 0.181 กรัม ในน้ำ และเจือจางด้วยน้ำจนได้ปริมาตรครบ 500 มิลลิลิตร ปิเปตสารละลายดังกล่าวมา 5 มิลลิลิตร และเจือจางด้วยน้ำจนได้ปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร วิเคราะห์หาปริมาณซัลเฟต โดยละลายโพแทสเซียมซัลเฟต ปริมาณ 0.181 กรัม ในเอทานอลเจือจาง (3 ใน 10) และเจือจางด้วยเอทานอลเจือจาง (3 ใน 10) จนได้ปริมาตรครบ 500 มิลลิลิตร ปิเปตมา 5 มิลลิลิตร และเจือจางด้วยเอทานอลเจือจาง (3 ใน 10) จนได้ปริมาตร ครบ 100 มิลลิลิตร จากนั้นปิเปตมา 4.5 มิลลิลิตร และเติมแบเรียมคลอไรด์ไดไฮเดรต (Barium chloride dihydrate) (1 ใน 4) ปริมาตร 3 มิลลิลิตร เขย่า และตั้งทิ้งไว้ 1 นาที ปิเปตมา 2.5 มิลลิลิตร (2 ชุด) เติมสารละลายตัวอย่าง และสารละลายควบคุมปริมาตร 15 มิลลิลิตร (แยกชุด) เติมกรดอะซิติก (Acetic acid) ปริมาตร 0.5 มิลลิลิตร และตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นเปรียบเทียบความขุ่นที่เกิดขึ้นกับสารละลายควบคุม โดยสารละลายตัวอย่างควรขุ่นน้อยกว่าสารละลายควบคุม

#### 4.3.10 ลักษณะทางกายภาพ (Appearance)

มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว เป็นผลึกใส หรือเม็ดกลมไม่มีสี และเป็นเกล็ด

#### 4.3.11 การละลาย (Solubility)

สามารถละลายได้ดีในน้ำ และละลายได้ในเอทานอลเข้มข้นร้อยละ 96

#### 4.3.12 ลักษณะทางกายภาพของสารละลาย (Appearance of solution)

ละลายตัวอย่างปริมาณ 2.0 กรัม ในน้ำ และเจือจางด้วยน้ำจนได้ปริมาตรครบ 10 มิลลิลิตร สารละลายควรใส ไม่มีสี

#### 4.3.13 กรดออกซาลิก (Oxalic acid)

เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยละลายสารตัวอย่างปริมาณ 0.80 กรัม ในน้ำปริมาตร 4 มิลลิลิตร เตรียมสารละลายมาตรฐาน โดยใช้กรดออกซาลิก เข้มข้น 0.1 กรัมต่อลิตร ปริมาตร 4 มิลลิลิตร หาปริมาณกรดออกซาลิก โดยนำสารละลายตัวอย่าง และสารละลายมาตรฐาน มาเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นร้อยละ 37 ปริมาตร 3 มิลลิลิตร และซิงค์ (Zinc) ปริมาณ 1 กรัม นำสารละลายไปต้มเป็นเวลา 1 นาที และตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 นาที นำสารละลายใส่ด้านบนใส่ลงไปในห้องทดลองที่มีสารละลายฟีนิลดราซีนไฮโดรคลอไรด์เข้มข้น 10 กรัมต่อลิตร (Phenylhydrazine hydrochloride) ปริมาตร 0.25 มิลลิลิตร และนำไปให้ความร้อนจนเดือด ทำให้สารละลายเย็นลงอย่างรวดเร็ว เทสารละลายใส่กระบอกตวง จากนั้นเติม กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นร้อยละ 37 ปริมาตรเท่ากับสารละลายลงไป เติมสารละลายเฟอร์ริกไซยาไนด์เข้มข้น 50 กรัมต่อลิตร (Potassium ferricyanide) ปริมาตร 0.25 มิลลิลิตร เขย่าสารละลายให้เข้ากัน และตั้งทิ้งไว้ อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที สารละลายตัวอย่างไม่ควรมีสีชมพูเข้มกว่าสารละลายมาตรฐาน



#### 4.4 ขั้นตอนการตรวจสอบคุณภาพผลิตภัณฑ์ของแมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต

(Magnesium chloride hexahydrate;  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ )

##### 4.4.1 ร้อยละความบริสุทธิ์ (% Assay)

ชั่งน้ำหนักตัวอย่างปริมาณ 0.8 กรัม (ทราบน้ำหนักแน่นอน) ลงในบีกเกอร์ 250 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำปริมาตร 50 มิลลิลิตร จากนั้นเติมแอมโมเนียคลอไรด์เพื่อความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 10 (pH 10 Ammoniacal buffer) ปริมาตร 5 มิลลิลิตร และอีริโอโครมแบล็คที (Eriochrome black T) ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ผสมกันให้เข้ากัน นำไปไทเทรตกับกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกเข้มข้น 0.1 โมลาร์ (0.1 M EDTA) จนสารละลายเปลี่ยนเป็นสีฟ้า ที่ไม่มีสีแดง

##### 4.4.2 ความเป็นกรด-ด่างของสารละลายเข้มข้นร้อยละ 5 ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส (pH of 5% water 25°C)

ละลายสารตัวอย่างปริมาณ 50 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ในน้ำปราศจากคาร์บอนไดออกไซด์ วัดค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายด้วยเครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter)

##### 4.4.3 ของแข็งที่ไม่ละลายน้ำ (Insoluble matter)

ชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 20 กรัม ละลายน้ำปริมาตร 200 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร ต้มจนเดือดโดยปิดบีกเกอร์ จากนั้นให้ความร้อนต่อบนเครื่องให้ความร้อน (Hot plate) ที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำมากรองขณะร้อน ผ่านถ้วยกรองแก้ว (Filtering crucible) (ความละเอียด 10-15 ไมครอน) ล้างถ้วยกรองแก้ว และบีกเกอร์ด้วยน้ำร้อน จากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส และทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์ (Desiccator) ชั่งน้ำหนักที่แน่นอน และนำน้ำหนักที่ชั่งได้ไปคำนวณ

##### 4.4.4 แอมโมเนียม (Ammonium; $NH_4$ )

เตรียมสารละลายมาตรฐาน โดยปิเปตสารละลายแอมโมเนียม (Ammonium) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร เติมน้ำปริมาตร 44 มิลลิลิตร เติมนโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 10 (10% Sodium hydroxide) ปริมาตร 5 มิลลิลิตร (ปริมาตรรวม 50 มิลลิลิตร) เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 1 กรัม ละลายน้ำปริมาตร 90 มิลลิลิตร เติมนโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 10 ที่ฟุ้งตมปริมาตร 10 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้จนตกตะกอน แบ่งสารละลายใสมา 50 มิลลิลิตร เติมน้ำยาเนสเลอร์ (Nessler reagent) ปริมาตร 2 มิลลิลิตร ลงในสารละลายมาตรฐาน และสารละลายตัวอย่าง เปรียบเทียบสีของสารละลาย โดยสีของสารละลายตัวอย่างไม่ควรเข้มกว่าสารละลายมาตรฐาน

#### 4.4.5 ไนเตรต (Nitrate; NO<sub>3</sub>)

เตรียมสารละลายตัวอย่าง ก. โดยชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 1.0 กรัม เติมน้ำปริมาตร 3 มิลลิลิตรเตรียมสารละลายควบคุม ข. โดยชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 1.0 กรัม เติมน้ำปริมาตร 2 มิลลิลิตร และเติมไนเตรตไอออน (Nitrate ion) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร นำสารละลายตัวอย่าง ก. และ สารละลายควบคุม ข. ไปให้ความร้อนในอ่างน้ำร้อน (Water bath) จากนั้นนำมาปรับปริมาตรด้วยบรูซีนซัลเฟต (Brucine sulfate) จนได้ปริมาตรครบ 50 มิลลิลิตร เตรียมสารละลายเปล่า ค. โดยใช้บรูซีนซัลเฟต 50 มิลลิลิตร นำสารทั้งสามไปให้ความร้อนในอ่างน้ำร้อน (ที่ต้มจนเดือดแล้ว) เป็นเวลา 15 นาที หมุนปิกเกอร์เป็นระยะ ๆ ทำให้เย็นลงในอ่างน้ำแข็ง (Ice bath) จนเท่าอุณหภูมิห้อง นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 410 นาโนเมตร โดยใช้สารละลายเปล่า ค. เป็นแบลนค์ (Blank) หาค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายตัวอย่าง ก. และสารละลายควบคุม ข. จากนั้นคำนวณหาร้อยละปริมาณของไนเตรต

#### 4.4.6 ฟอสเฟต (Phosphate; PO<sub>4</sub>)

เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 4.0 กรัม เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.5 นอร์มอล (0.5 N Sulfuric acid) ปริมาตร 25 มิลลิลิตร เตรียมสารละลายมาตรฐาน โดยนำฟอสเฟตไอออน (Phosphate ion) ปริมาณ 0.02 มิลลิกรัม มาเติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.5 นอร์มอล ปริมาตร 23 มิลลิลิตร (ปริมาตรรวม 25 มิลลิลิตร) นำสารละลายทั้งสอง มาเติมแอมโมเนียมโมลิบเดต (Ammonium molybdate) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร และเติม 4-เมทิลอะมิโนฟีนอลซัลเฟต (4-(methylamino)phenol sulfate) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นเปรียบเทียบสีที่เกิดขึ้น โดยสีของสารละลายตัวอย่างไม่ควรเข้มกว่าสารละลายมาตรฐาน

#### 4.4.7 ซัลเฟต (Sulfate; SO<sub>4</sub>)

เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 2.5 กรัม ละลายน้ำให้น้อยที่สุดเตรียมสารละลายมาตรฐาน โดยนำซัลเฟตไอออน (Sulfate ion) ปริมาณ 0.05 มิลลิกรัม มาเติมกรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid) เจือจาง (1+19) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ลงในสารละลายตัวอย่าง และสารละลายมาตรฐาน กรองผ่านกระดาษกรองที่ล้างแล้ว จากนั้นล้างด้วยน้ำปริมาตร 2 มิลลิลิตร จำนวน 2 ครั้ง เจือจางสารละลายจนได้ปริมาตรครบ 10 มิลลิลิตร เติมแบเรียมคลอไรด์เข้มข้นร้อยละ 12 (12% Barium chloride) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นเปรียบเทียบความขุ่นที่เกิดขึ้น โดยสารละลายตัวอย่างควรขุ่นน้อยกว่าสารละลายมาตรฐาน

#### 4.4.8 ลักษณะทางกายภาพ (Appearance)

มีลักษณะเป็นผลึกใส ไม่มีสี ดูดความชื้น

#### 4.4.9 การละลาย (Solubility)

สามารถละลายได้ดีในน้ำ และละลายได้ในเอทานอลเข้มข้นร้อยละ 96 (96% Ethanol)

#### 4.4.10 ลักษณะทางกายภาพของสารละลาย (Appearance of solution)

สารละลาย ก. ควาร์ใส และไม่มีสี

#### 4.4.11 ความเป็นกรด หรือต่าง (Acidity or alkalinity)

นำสารละลาย ก. มา 5 มิลลิลิตร เติมสารละลายฟีนอลเรด (Phenol red solution) ปริมาตร 0.05 มิลลิลิตร จากนั้นใช้ กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.01 โมลาร์ หรือ โซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.01 โมลาร์ ปริมาตรไม่เกิน 0.3 มิลลิลิตร เพื่อเปลี่ยนสีของอินดิเคเตอร์ (Indicator) ในสารละลาย

#### 4.4.12 โบรไมด์ (Bromide; Br)

เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยเจือจางสารละลาย ก. ปริมาตร 2.0 มิลลิลิตร ด้วยน้ำจนได้ปริมาตรครบ 10 มิลลิลิตร บีเปตมา 1 มิลลิลิตร เติมน้ำปริมาตร 4 มิลลิลิตร เติมสารละลายฟีนอลเรด ปริมาตร 2.0 มิลลิลิตร เติมสารละลายคลอรามิน (chloramine solution) ปริมาตร 1.0 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากันทันที ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 นาที จากนั้นเติม โซเดียมไฮดรอกไซด์ไทโอซัลเฟตเข้มข้น 0.1 โมลาร์ (0.1 M Sodium hydroxide thiosulfate) 0.30 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน และเจือจางด้วยน้ำจนมีปริมาตรครบ 10 มิลลิลิตร วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 590 นาโนเมตร สำหรับสารละลายมาตรฐาน เตรียมเช่นเดียวกันกับสารละลายตัวอย่าง โดยใช้ 5.0 มิลลิลิตร ของ 3 มิลลิกรัมต่อลิตร โพแทสเซียมโบรไมด์ (Potassium bromide)

#### 4.5 ขั้นตอนการตรวจสอบคุณภาพผลิตภัณฑ์ของโพแทสเซียมคลอไรด์ (Potassium Chloride; KCl)

##### 4.5.1 ร้อยละความบริสุทธิ์ (% Assay)

ชั่งน้ำหนักสารตัวอย่างปริมาณ 0.3 กรัม (ทราบน้ำหนักแน่นอน) ลงในขวดรูปชมพู่ละลายด้วยน้ำปริมาตร 50 มิลลิลิตร และเติมไดคลอโรฟลูออเรสซีน (Dichlorofluorescein) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปไทเทรตกับซิลเวอร์ไนเตรตเข้มข้น 0.1 นอร์มอล

##### 4.5.2 ความเป็นกรด-ต่าง ของสารละลายที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส (pH of a 5% Solution at 25.0 °C)

ชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 5 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากคาร์บอนไดออกไซด์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร และวัดความเป็นกรด-ต่าง ด้วยเครื่องวัดความเป็นกรด-ต่าง

#### 4.5.3 ของแข็งที่ไม่ละลายน้ำ (Insoluble matter)

ชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 20 กรัม ละลายน้ำปริมาตร 150 มิลลิลิตร ต้มจนเดือดโดยปิด ปีกเกอร์ จากนั้นให้ความร้อนต่อบนเครื่องให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กรองสารละลายขณะร้อน ผ่านถ้วยกรองแก้ว ล้างถ้วยกรองแก้ว และปีกเกอร์ด้วย น้ำร้อน จากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส และทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนัก ที่แน่นอน และคำนวณ

#### 4.5.4 โบรไมด์ (Bromide; Br)

เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 0.10 กรัม ละลายด้วยน้ำ ปริมาตร 5.0 มิลลิลิตร เตรียมสารละลายควบคุม โดยนำสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมโบรไมด์ มา 5 มิลลิลิตร นำสารละลายตัวอย่าง และสารละลายควบคุม มาเติมฟีนอลเรดความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 4.7 (pH 4.7 phenol red) ปริมาตร 2 มิลลิลิตร และคลอรามินที (Chloramine-T reagent) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร และคนทันที จากนั้นเมื่อครบ 2 นาที เติมโซเดียมไทโอซัลเฟตเข้มข้น 0.1 นอร์มอล (0.1 N Sodium thiosulfate) ปริมาตร 0.15 มิลลิลิตร คนสารละลายให้เข้ากัน และเจือจางด้วยน้ำจนได้ปริมาตรครบ 10 มิลลิลิตร วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายทั้งสองที่ ความยาวคลื่น 590 นาโนเมตร สารละลายตัวอย่างไม่ควรมีการดูดกลืนแสงมากกว่าสารละลาย ควบคุม

#### 4.5.5 คลอเรตและไนเตรต (Chlorate and Nitrate)

เตรียมสารละลายตัวอย่าง ก. โดยชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 0.50 กรัม เติมน้ำปริมาตร 3 มิลลิลิตร และให้ความร้อนในอ่างน้ำร้อนจนละลาย เจือจางด้วยสารละลายบรูซอินซัลเฟตจนได้ ปริมาตรครบ 50 มิลลิลิตร เตรียมสารละลายควบคุม ข. โดยชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 0.50 กรัม เติมน้ำ ปริมาตร 1.5 มิลลิลิตร และไนเตรตไอออน (Nitrate ion) ปริมาตร 1.5 มิลลิลิตร ให้ความร้อนในอ่าง น้ำร้อนจนละลาย เจือจางด้วยบรูซอินซัลเฟต จนได้ปริมาตรครบ 50 มิลลิลิตร สารละลายเปล่า ค. ใช้บรูซอินซัลเฟต ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ให้ความร้อนสารละลายทั้งสามในอ่างน้ำร้อน (ที่ต้มจนเดือดไว้ แล้ว) เป็นเวลา 10 นาที ทำให้เย็นลงเท่าอุณหภูมิห้องอย่างรวดเร็ว โดยแช่ในอ่างน้ำแข็ง ตั้งแลมด้าแมกซ์เท่ากับ 410 นาโนเมตร โดยใช้สารละลายเปล่า ค. เป็นแบลนด์ เพื่อวัดค่าการดูดกลืน แสงของสารละลายตัวอย่าง ก. และใช้สารละลายตัวอย่าง ก เป็นแบลนด์ เพื่อวัดค่าการดูดกลืนแสง ของสารละลายควบคุม ข. โดยค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายตัวอย่าง ก. ไม่ควรมากกว่า สารละลายควบคุม ข.

#### 4.5.6 ไอโอดิด (Iodide) USP

นำสารตัวอย่างมา 5 กรัม มาเติมสารละลายผสมระหว่างโซเดียมไนไตรต์ (Sodium nitrite) ปริมาณ 0.15 กรัม กรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.5 โมลาร์ ปริมาตร 2 มิลลิลิตร น้ำแบ่งปราศจาก

ไอโอดีน (Iodide-free starch) ปริมาตร 25 มิลลิลิตร และน้ำปริมาตร 25 มิลลิลิตร ที่เตรียมก่อนใช้ โดยหยดสารละลายดังกล่าวลงไปทีละหยด ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 5 นาที โดยป้องกันการโดนแสง สารตัวอย่างไม่ควรมีสีน้ำเงิน

#### 4.5.7 ไอโอดีน (Iodide; I) ACS

เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 11 กรัม ละลายด้วยน้ำปริมาตร 50 มิลลิลิตร เตรียมสารละลายควบคุม โดยชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 1 กรัม เติมไอโอดีนไอออน ปริมาตร 0.2 มิลลิลิตร และโบรมไนด์ไอออน (Bromide ion) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำ ปริมาตร 50 มิลลิลิตร นำสารละลายตัวอย่าง และสารละลายควบคุมใส่ในกรวยแยก (2 กรวยแยก) เติมกรดไฮโดรคลอริก ปริมาตร 2 มิลลิลิตร และเพอร์ริกคลอไรด์ ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ที่ อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นเติมคลอโรฟอร์ม (Chloroform) ปริมาตร 10 มิลลิลิตร และ เขย่าเป็นเวลา 1 นาที ตั้งทิ้งให้สารละลายแยกชั้นเก็บชั้นคลอโรฟอร์ม เปรียบเทียบสีม่วงของชั้น คลอโรฟอร์ม โดยชั้นคลอโรฟอร์มของสารละลายตัวอย่างไม่ควรเข้มกว่าสารละลายควบคุม

#### 4.5.8 ซัลเฟต (Sulfate; $\text{SO}_4$ )

เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยละลายสารตัวอย่างปริมาณ 25.0 กรัม ในน้ำปริมาตร 200 มิลลิลิตร เติมกรดไฮโดรคลอริก ปริมาตร 2 มิลลิลิตร นำไปให้ความร้อนจนเดือด จากนั้นเติม แบเรียมคลอไรด์เข้มข้นร้อยละ 12 ปริมาตร 10 มิลลิลิตร และให้ความร้อนบนเครื่องให้ความร้อนที่ อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 8 ชั่วโมง หากมีตะกอน เกิดขึ้น ให้กรอง ล้าง และเผา ทำการเตรียมแบลนด์ โดยการเติมสารเคมี และขั้นตอนเหมือนกัน แต่ไม่ เติมสารตัวอย่างเพื่อให้สามารถระบุน้ำหนักของแบเรียมซัลเฟตที่เกิดขึ้นได้อย่างถูกต้อง

#### 4.5.9 ฟอสเฟต (Phosphate; $\text{PO}_4$ )

เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 4.0 กรัม ละลายด้วย กรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.5 นอร์มอล ปริมาตร 25 มิลลิลิตร เตรียมสารละลายมาตรฐาน โดยนำสารละลาย มาตรฐานฟอสเฟต ปริมาตร 0.02 มิลลิลิตร ละลายด้วยกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.5 นอร์มอล ปริมาตร 25 มิลลิลิตร นำสารละลายทั้งสองมาเติมแอมโมเนียมโมลิบเดต ปริมาตร 1 มิลลิลิตร และเติม 4-เมทิลอะมิโนไพโรลซัลเฟต ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ตั้งสารละลายทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 ชั่วโมง สังเกตสีน้ำเงินที่เกิดขึ้น โดยสีน้ำเงินในสารละลายตัวอย่างไม่ควรเข้มกว่าสารละลาย มาตรฐาน

#### 4.5.10 ลักษณะทางกายภาพของสารละลาย (Appearance of solution)

สารละลาย ก ควรใส และไม่มีสี

#### 4.5.11 ความเป็นกรด-ด่าง (Acidity or alkalinity)

นำสารละลาย ก. มา 50 มิลลิลิตร มาเติมสารละลายโบรโมไทมอลบลู (Bromothymol blue) ปริมาตร 0.1 มิลลิลิตร จากนั้นใช้กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.01 โมลาร์ หรือโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.01 โมลาร์ ปริมาตรไม่เกิน 0.5 มิลลิลิตร เพื่อเปลี่ยนสีของอินดิเคเตอร์ในสารละลาย

#### 4.5.12 ความชื้นที่หายไปเมื่ออบแห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส (Loss on drying at 105 °C )

นำสารตัวอย่างปริมาณ 1.000 กรัม ใส่ขวดชั่งสาร (ขวดชั่งสารอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส 3 ชั่วโมงแล้ว) จากนั้นนำเข้าเตาอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

#### 4.5.13 แคลเซียม แมกนีเซียม และโลหะแอลคาไลน์เอิร์ท (Ca, Mg and alkaline-earth metals as Ca)

เติมไฮดรอกซีเอมีนไฮโดรคลอไรด์ (Hydroxylamine hydrochloride) ปริมาณ 0.1 กรัม ลงในน้ำปริมาตร 200 มิลลิลิตร จากนั้นเติมสารละลายบัฟเฟอร์แอมโมเนียมคลอไรด์ความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 10.0 (pH 10 Ammonium chloride buffer) ปริมาตร 10 มิลลิลิตร สารละลายซิงค์ซัลเฟตเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ปริมาตร 1 มิลลิลิตร และเติมมอร์แดนท์แบล็ค 11 (Mordant black 11) ปริมาณ 0.15 กรัม จากนั้นนำสารละลายไปให้ความร้อนจนมีอุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส และนำไปไทเทรตกับสารละลายโซเดียมเอดิเตตเข้มข้น 0.01 โมลาร์ (0.01 M Sodium edetate) จนสารละลายเปลี่ยนสีจากสีม่วงเป็นสีน้ำเงิน จากนั้นเติมสารละลายที่ละลายตัวอย่างปริมาณ 10.0 กรัม ในน้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร หากสารละลายเปลี่ยนเป็นสีม่วงให้นำไปไทเทรตกับสารละลายโซเดียมเอดิเตตเข้มข้น 0.01 โมลาร์ จนสารละลายมีสีน้ำเงิน ปริมาตรของสารละลายโซเดียมเอดิเตตเข้มข้น 0.01 โมลาร์ ที่ใช้ไทเทรตกับสารละลายที่เติมตัวอย่างแล้วไม่ควรเกิน 5.0 มิลลิลิตร

#### 4.5.14 แคลเซียม และแมกนีเซียม (Ca and Mg)

นำสารละลายตัวอย่างเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร มา 20 มิลลิลิตร เติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 6 นอร์มอล ปริมาตร 2 มิลลิลิตร เติมแอมโมเนียมออกซาลेट ปริมาตร 2 มิลลิลิตร และเติมไดเบสิกโซเดียมฟอสเฟต (Dibasic sodium phosphate) ปริมาตร 2 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5 นาที สารละลายตัวอย่างไม่ควรขุ่น

#### 4.5.15 ลักษณะทางกายภาพ (Appearance)

สารมีสีขาว หรือเกือบจะขาว มีลักษณะเป็นผงผลึก หรือผลึกไม่มีสี

#### 4.5.16 การละลาย (Solubility)

ละลายได้ในน้ำ เกือบไม่ละลายในเอทานอลปราศจากน้ำ

#### 4.6 ขั้นตอนการตรวจสอบคุณภาพผลิตภัณฑ์ของโซเดียมคาร์บอเนตปราศจากน้ำ (Sodium carbonate Anhydrous; Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)

##### 4.6.1 ร้อยละความบริสุทธิ์ (% Assay dried basis)

ชั่งน้ำหนักสารตัวอย่างจากการทดสอบ Loss on heating at 285 °C ปริมาณ 2 กรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่พร้อมจุกขนาด 125 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำปริมาตร 50 มิลลิลิตร และเติมเมทิลออเรนจ์อินดิเคเตอร์ (Methyl orange indicator) ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปไทเทรตกับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 นอร์มอล

##### 4.6.2 ของแข็งที่ไม่ละลายน้ำ (Insoluble matter)

ละลายสารตัวอย่างปริมาณ 10 กรัม ในน้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ต้มให้เดือดโดยปิดปีกเกอร์ จากนั้นให้ความร้อนต่อบนเครื่องให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส กรองขณะร้อน ผ่านถ้วยกรองแก้ว ล้างถ้วยกรองแก้ว และปีกเกอร์ด้วยน้ำร้อน จากนั้นนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส และทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักที่แน่นอน และคำนวณ

##### 4.6.3 สารประกอบซัลเฟอร์ (Sulfur compounds as SO<sub>4</sub>)

เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 2.0 กรัม ละลายด้วยน้ำปริมาตร 20 มิลลิลิตร นำไประเหยให้เหลือ 5 มิลลิลิตร เติมสารละลายโบรมีน (Bromine water) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร และระเหยจนแห้ง ทำให้เย็นจากนั้นละลายตะกอนด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นร้อยละ 10 ปริมาตร 10 มิลลิลิตร นำไประเหยจนแห้งทำให้เย็น และละลายตะกอนด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นร้อยละ 10 ปริมาตร 5 มิลลิลิตร นำไประเหยจนแห้ง ทำให้เย็น ละลายตะกอนด้วยน้ำปริมาตร 10 มิลลิลิตร นำไประเหยจนแห้ง ทำให้เย็น จากนั้นละลายตะกอนด้วยน้ำปริมาตร 10 มิลลิลิตร ปรับความเป็นกรด-ด่างของสารละลายให้ได้ประมาณ 2 ด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นร้อยละ 10 หรือแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เจือจาง (1+3) กรองผ่านกระดาษกรองที่ล้างแล้ว และล้างด้วยน้ำปริมาตร 2 มิลลิลิตร จำนวน 2 ครั้ง จากนั้นเจือจางด้วยน้ำจนครบปริมาตร 20 มิลลิลิตร เตรียมสารละลายมาตรฐาน โดยนำซัลเฟตไอออน ปริมาตร 6 มิลลิลิตร มาเติม กรดไฮโดรคลอริกเจือจาง (1+19) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำจนครบปริมาตร 20 มิลลิลิตร นำสารละลายตัวอย่าง และสารละลายมาตรฐาน มาเติมแบเรียมคลอไรด์เข้มข้นร้อยละ 12 ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิเป็นเวลา 30 นาที เปรียบเทียบความขุ่นที่เกิดขึ้น โดยสารละลายตัวอย่างควรขุ่นน้อยกว่าสารละลายมาตรฐาน

##### 4.6.4 คลอไรด์ (Chloride; Cl)

เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 1.0 กรัม และเติมกรดไนตริกเข้มข้นร้อยละ 70 ปริมาตร 2 มิลลิลิตร จากนั้นเจือจางด้วยน้ำจนได้ปริมาตรครบ 20 มิลลิลิตร เตรียมสารละลายมาตรฐาน โดยนำคลอไรด์ไอออน ปริมาตร 1 มิลลิลิตร มาเจือจางด้วยน้ำจนได้

ปริมาตรครบ 20 มิลลิลิตร นำสารละลายตัวอย่าง และสารละลายมาตรฐาน มาเติมกรดไนตริกเข้มข้น ร้อยละ 70 ปริมาตร 1 มิลลิลิตรและเติมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ที่ อุณหภูมิเป็นเวลา 5 นาที (ห้ามโดนแสง)เปรียบเทียบความขุ่นที่เกิดขึ้น โดยสารละลายตัวอย่างควร ขุ่นน้อยกว่าสารละลายมาตรฐาน

#### 4.6.5 ฟอสเฟต (Phosphate; $\text{PO}_4$ )

เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยชั่งสารตัวอย่างปริมาณ 1.0 กรัม ละลายน้ำปริมาตร 50 มิลลิลิตร ในถ้วยแพลตตินัม นำไปให้ความร้อนบนเครื่องให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ทำให้เย็นจากนั้นปรับความเป็นกรด-ด่างให้ได้เท่ากับ 4 ด้วย กรดซัลฟูริกเจือจาง (1+19) และเจือจางด้วยน้ำจนได้ปริมาตรครบ 75 มิลลิลิตร เติมแอมโมเนียมโม ลิบเดต ปริมาณ 0.5 กรัม จากนั้นปรับความเป็นกรด-ด่างให้ได้เท่ากับ 1.8 (ใช้เครื่องวัดความเป็น กรด-ด่าง) ด้วยกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง (1+9) ให้ความร้อนจนเดือด ทำให้เย็น และเติมกรดไฮโดร คลอริก ปริมาตร 10 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำจนได้ปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร เตรียมสารละลาย มาตรฐาน โดยนำฟอสเฟตปริมาณ 0.01 มิลลิกรัม และซิลิกาไอออน (Silica ion) ปริมาณ 0.05 มิลลิกรัม มาเจือจางด้วยน้ำจนได้ปริมาตรครบ 75 มิลลิลิตร นำสารละลายตัวอย่าง และสารละลาย มาตรฐาน อย่างละ 75 มิลลิลิตร ใส่ในกรวยแยก (2 กรวยแยก) เติมอีเทอร์ (Ether) ปริมาตร 35 มิลลิลิตร เขย่า และตั้งทิ้งไว้จนแยกชั้น ปล่อยให้สารละลายชั้นล่าง (ชั้นที่มีน้ำ และเก็บไว้ทดสอบ Silica) ล้างชั้นอีเทอร์ด้วยกรดซัลฟูริกเจือจาง (1+9) ปริมาตร 10 มิลลิลิตร จำนวน 2 ครั้ง และทิ้งสารละลายชั้นล่าง เติมสแตนนัสคลอไรด์เข้มข้นร้อยละ 2 (2% Stannous chloride reagent) ที่เตรียมใหม่ปริมาตร 0.2 มิลลิลิตร ถ้าสารละลายขุ่น ให้เติมกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง (1+9) เล็กน้อย และเขย่า สารละลายชั้นอีเทอร์ของสารละลายตัวอย่างไม่ควรมีสีน้ำเงินเข้มกว่า สารละลายมาตรฐาน

#### 4.6.6 ซิลิกา (Silica; $\text{SiO}_2$ )

นำสารละลายจากการทดสอบฟอสเฟต ทั้งสารละลายตัวอย่าง และสารละลาย มาตรฐาน มาเติมกรดไฮโดรคลอริก ปริมาตร 10 มิลลิลิตร และใส่ลงในกรวยแยก (2 กรวยแยก) เติม บิวทิลแอลกอฮอล์ (Butyl alcohol) ปริมาตร 40 มิลลิลิตร เขย่า และตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น จากนั้น ปล่อยให้สารละลายชั้นล่าง (ชั้นที่มีน้ำ) และล้างชั้นบิวทิลแอลกอฮอล์ ด้วยกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง (1+99) ปริมาตร 20 มิลลิลิตร จำนวน 3 ครั้ง ทิ้งสารละลายชั้นล่าง จากนั้นเจือจางชั้นบิวทิลแอลกอฮอล์ ของทั้งสองด้วยบิวทิลแอลกอฮอล์ จนครบปริมาตร 50 มิลลิลิตร นำสารละลายดังกล่าวมาอย่าง ละ 10 มิลลิลิตร และเจือจางด้วยบิวทิลแอลกอฮอล์ จนได้ปริมาตรครบ 50 มิลลิลิตร เติมสแตนนัส คลอไรด์เข้มข้นร้อยละ 2 ที่เตรียมใหม่ ปริมาตร 0.5 มิลลิลิตร ถ้าสารละลายขุ่นให้ล้างด้วย



กรดไฮโดรคลอริกเจือจาง (1+99) ปริมาตร 10 มิลลิลิตร สารละลายตัวอย่างไม่ควรมีสีน้ำเงินเข้มกว่าสารมาตรฐาน

#### 4.6.7 ลักษณะทางกายภาพ (Appearance)

สารมีสีขาว หรือเกือบขาว มีลักษณะเป็นเม็ดเล็ก ๆ และดูความชื้น

#### 4.6.8 การละลาย (Solubility)

ละลายในน้ำ เกือบไม่ละลายใน เอทานอล 96%

#### 4.6.9 ลักษณะทางกายภาพของสารละลาย (Appearance of solution)

ละลายสารตัวอย่าง ปริมาณ 2 กรัม ในน้ำปริมาตร 10 มิลลิลิตร สารละลายควรใส และไม่มีสี

#### 4.6.10 ไฮดรอกไซด์ และไบคาร์บอเนต (Alkali hydroxides and bicarbonates)

ละลายสารตัวอย่างปริมาณ 0.4 กรัม ในน้ำปริมาตร 20 มิลลิลิตร เติมสารละลายแบเรียมคลอไรด์ ปริมาตร 20 มิลลิลิตร และกรอง จากนั้นนำสารละลายที่กรองแล้วมา 10 มิลลิลิตร เติมฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ ปริมาตร 0.1 มิลลิลิตร สารละลายไม่ควรเปลี่ยนเป็นสีแดง นำสารละลายส่วนที่เหลือจากการกรองไปต้มให้เดือดเป็นเวลา 2 นาที สารละลายควรใส

#### 4.6.11 การสูญเสียเมื่อให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 285 องศาเซลเซียส (Loss on heating at 285 °C)

บดสารตัวอย่าง และชั่งปริมาณ 10 กรัม ใส่ในขวดชั่งสาร (Low-form weighing bottle) ให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 270 - 300 องศาเซลเซียส จนสารมีน้ำหนักคงที่ และนำสารไปทดสอบ ความบริสุทธิ์ (Assay)

หมายเหตุ: ดูวิธีเตรียมสารในภาคผนวก ก