

## บทที่ 2

### วิธีการทดลอง

#### 2.1 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ทำการวิจัย

##### 2.1.1 อุปกรณ์

เครื่องกำเนิดคลื่นอัลตราโซนิค ( Ultrasonic Cleaner ) ยี่ห้อ Delta รุ่น D 200 ของบริษัท D.S.C. group ประเทศไทย.

เครื่องเก็บปริมาตรย่อย ( Fraction Collector ) LKB 2212 HeliRac LKB BROMMA ของบริษัท Pharmacia Fine Chemical AB ประเทศสวีเดน

เครื่องเขย่าผสม ( Vortex Mixer ) รุ่น Vortex-Genie No.2 ของบริษัท Scientific Industries , Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา

เครื่องทำให้ระเหยแห้งภายใต้สุญญากาศแบบหมุน ( Rotary Evaporator ) รุ่น RE 52 เครื่องดูดให้เป็นสุญญากาศ ( Vacuum Aspirator ) รุ่น BP-51 ของบริษัท Yamato ประเทศญี่ปุ่น

เครื่องปั่นเหวี่ยง ( Centrifuge ) รุ่น KR-20000T ของบริษัท Kubota ประเทศญี่ปุ่น

เครื่องวัดการดูดกลืนแสง ( Spectrophotometer ) รุ่น UV-3100 ของบริษัท Shimadzu ประเทศญี่ปุ่น

เครื่องวิเคราะห์หาจุดหลอมเหลว ( Melting Point Apparatus ) รุ่น Gallankamp O MFB 600 ของบริษัท Gallankamp.

เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี ( Atomic Absorption Spectroscopy ) รุ่น Spectr AA-300 ของบริษัท Varian ประเทศออสเตรเลีย

เครื่องไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ลิควิดโครมาโทกราฟี ( HPLC ) รุ่น LC-8A และเครื่องวิเคราะห์ผล UV - VIS Spectrophotometric Detector รุ่น SPD - 10 AV ของบริษัท Shimadzu Corporation ประเทศญี่ปุ่น

ตัวควบคุมปั๊ม ( Pump Controller ) ยี่ห้อ Masterflex รุ่น 7554-60 ของบริษัท Barnant Company ประเทศสหรัฐอเมริกา

ตู้อบแห้งสุญญากาศ ( Vacuum Drying Oven ) รุ่น DP-41 ของบริษัท Yamato ประเทศญี่ปุ่น

ปั๊ม ( Peristaltic Pump ) Pharmacia LKB:Pump P-1 ของบริษัท Pharmacia Fine Chemical AB ประเทศสวีเดน

มาตรวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง ( pH meter ) รุ่น HI 8424 ของบริษัท Hanna Instruments ประเทศอิตาลี

อ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ ( Waterbath ) รุ่น TE-8D ยี่ห้อ Tempette ของบริษัท Techne ประเทศอังกฤษ

### 2.1.2 สารเคมีที่ใช้ทำการวิจัย

สารเคมี	บริษัทผู้ผลิต	
กรดซัลฟิวริก	รวมเคมี	ประเทศไทย
กรดทาร์ตาริก	SIGMA	ประเทศสหรัฐอเมริกา
กรดฟอสฟอริก	CARLO ERBA	ประเทศอิตาลี
กรดมะนาวแอนไฮดรัส	SIGMA	ประเทศสหรัฐอเมริกา
กรดไอโซซิทริก	SIGMA	ประเทศสหรัฐอเมริกา
กรดไฮโดรคลอริก	MERCK	ประเทศเยอรมัน
กลีเซอรอล	MERCK	ประเทศเยอรมัน
แคลเซียมซัลเฟต	MERCK	ประเทศเยอรมัน
โซเดียมคลอไรด์	MERCK	ประเทศเยอรมัน
ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต	CARLO ERBA	ประเทศอิตาลี
แบเรียมคลอไรด์	MERCK	ประเทศเยอรมัน
เมทานอล	J.T. BAKER	ประเทศสหรัฐอเมริกา
แอลกอฮอล์	J.T. BAKER	ประเทศสหรัฐอเมริกา
แคทไอออนเรซิน :		
Dowex-monosphere , HCR-S	Unitech	ประเทศไทย
Ionac C-249	Unitech	ประเทศไทย

สารเคมี	บริษัทผู้ผลิต	
แอนไอออนเรซิน :		
Dowex-66	Unitech	ประเทศไทย
Idion 850 N และ Idion FF-1 P	Water Doctor	ประเทศไทย
ผงถ่าน CGC-100	อุตสาหกรรมแป้งตะวันออก	ประเทศไทย
ผงถ่าน KK	บริษัทเกร็ดเกียรติ	ประเทศไทย
ผงถ่าน S-51	Behn Meyer	ประเทศไทย
เม็ดถ่าน CGC-16	อุตสาหกรรมแป้งตะวันออก	ประเทศไทย
เม็ดถ่าน KK	บริษัทเกร็ดเกียรติ	ประเทศไทย

## 2.2 วิธีวิเคราะห์

### 2.2.1 ค่าความเป็นกรด-ด่าง

ใช้มาตรวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง ( pH meter ) ของสารโดยวิธีการที่ระบุไว้ใน Food Chemicals Codex ( Robinson , 1996 )

2.2.2 การวิเคราะห์ปริมาณกรดมะนาวและกรดไอโซซิทริกโดยใช้เครื่องไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ ลิกวิดโครมาโทกราฟี ( HPLC ) ( สมศักดิ์ , 2536 )

นำตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์มาเจือจางด้วยสารละลายตัวพาให้มีความเข้มข้นกรดมะนาวอยู่ระหว่าง 1-4 กรัมต่อลิตร ( ภาคผนวก ก 1.2 ) และกรดไอโซซิทริกเข้มข้น 0.2 – 0.8 กรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ( ภาคผนวก ก 1.3 ) จากนั้นเติมสารมาตรฐานเปรียบเทียบภายในปริมาตร 100 ไมโครลิตร ผสมให้เข้ากันแล้วกรองผ่านกระดาษเซลลูโลสอะซีเทตที่มีรูพรุน 0.45 ไมครอน นิดสารละลายตัวอย่าง 5 ไมโครลิตร เข้าเครื่อง HPLC โดยใช้สภาวะดังนี้

คอลัมน์ : Selectosil C-18 ขนาด ( I.D. ) 4.6 มิลลิลิตร ยาว 25 เซนติเมตร

สารละลายตัวพา : ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต  $((\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4)$  5 กรัมต่อลิตรในน้ำปราศจากไอออน ปรับค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 2.0 ด้วยกรดฟอสฟอริก ( ภาคผนวก ก 1.1 )

สารมาตรฐานเปรียบเทียบภายใน	: กรดทาร์ทาริกเข้มข้น 80 กรัมต่อลิตร ในน้ำ ปราศจากไอออน ( ภาคผนวก ก 1.4 )
อุณหภูมิที่ใช้	: 40 องศาเซลเซียส
อัตราการไหล	: 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที
เครื่องตรวจวัด	: คลื่นอัลตราไวโอเลตที่ ความยาวคลื่น 214 นาโน เมตร
ความไวของเครื่องตรวจวัด	: 0.04 AUFS ( absorption unit full scale )

จากสภาวะดังกล่าว เวลาที่อยู่ในคอลัมน์ ( retention time ) ของกรดมะนาวประมาณ 6.0 นาที กรดไอโซชิตริกประมาณ 4.3 นาที และสารละลายมาตรฐานเปรียบเทียบภายในประมาณ 3.7 นาที ( รูปที่ ข 8 ) คำนวณหาปริมาณกรดมะนาว และกรดไอโซชิตริกจากกราฟมาตรฐานของกรดมะนาวในช่วงความเข้มข้น 0.0-4.0 กรัมต่อลิตร และกราฟมาตรฐานของกรดไอโซชิตริกในช่วงความเข้มข้น 0.0-0.8 กรัมต่อลิตร ซึ่งกราฟมาตรฐานที่ใช้เป็นกราฟระหว่างความเข้มข้นของกรดมะนาวหรือกรดไอโซชิตริกกับอัตราส่วนของพื้นที่ใต้กราฟของกรดต่อสารละลายมาตรฐานเปรียบเทียบภายใน ( ภาคผนวก ข 1 และภาคผนวก ข 2 )

## 2.3 หากภาวะการละลายตะกอนแคลเซียมซิเตรต

2.3.1. หา pH ของกรดมะนาวและความเข้มข้นที่เหมาะสมของกรดซัลฟิวริกสำหรับละลายตะกอนแคลเซียมซิเตรต

ซึ่งตะกอนแคลเซียมซิเตรตตัวอย่างละ 100 กรัม ที่ผ่านการล้างน้ำปราศจากไอออนแล้ว ใสลงในกระบอกสำหรับใช้ปั่นเหวี่ยงขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำ 100 มิลลิลิตร ผสมกวนให้เข้ากัน จากนั้นนำไปละลายตะกอนด้วยกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้นร้อยละ 50, 60 และ 70 โดยให้ pH สุดท้ายของการละลายตะกอนแคลเซียมซิเตรตของแต่ละความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกเป็น 1.5, 1.7 และ 2.0 จากนั้นนำไปปั่นเหวี่ยงที่ความเร็วรอบ 6000 รอบต่อนาที นาน 20 นาที นำส่วนน้ำใสที่ได้พร้อมทั้งล้างตะกอนซ้ำอีกครั้งก่อนนำสารละลายกรดมะนาวไปวิเคราะห์หาปริมาณกรดมะนาวด้วยเครื่อง HPLC เทียบกับการละลายตะกอนแคลเซียมซิเตรตด้วย 4 นอร์มัล กรดไฮโดรคลอริกที่ภาวะเดียวกัน ทำการทดลอง 5 ซ้ำ ( หาค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน )

### 2.3.2 หาสมมูลมวลของการละลายตะกอนแคลเซียมซิทเรต

เลือกภาวะที่เหมาะสมในการละลายตะกอนแคลเซียมซิทเรตจากข้อ 2.3.1. มาหาสมมูลมวลที่ได้เทียบกับสมมูลมวลจากทฤษฎี โดยที่ช่วงตะกอนแคลเซียมซิทเรตเริ่มต้นกับซัลเฟตที่เกิดขึ้นในรูปน้ำหนักแห้ง หาความเข้มข้นและปริมาตรที่แน่นอนของกรดซัลฟิวริกที่ใช้และกรดมะนาวที่ได้

## 2.4 หากภาวะที่เหมาะสมในการลดสารปนเปื้อนในสารละลายกรดมะนาวด้วยเรซินแลกเปลี่ยนไอออน

### 2.4.1 หาอัตราการไหลของคอลัมน์

เตรียมเรซินชนิดแลกเปลี่ยนแอนไอออน Dowex-66 , Idion 850 N และ Idion FF-1 P สำหรับเรซินชนิดแลกเปลี่ยนแคทไอออน Dowex HCR-S , Dowex monosphere และ Ionac C-249 อย่างละ 10 มิลลิลิตร บรรจุในคอลัมน์แก้วขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.0 ซม. ยาว 15 ซม. (ภาคผนวก ก 3.1 และ 3.2) นำสารละลายกรดมะนาวที่ได้จากข้อ 2.3 มาทำให้มีความเข้มข้นเป็น 30 brix ด้วยเครื่องทำให้ระเหยแห้งภายใต้สุญญากาศแบบหมุนแล้วผ่านลงในคอลัมน์ โดยให้ space velocity ของการไหลเป็น 3 , 6 และ 9 ซม.<sup>-1</sup> เก็บตัวอย่างที่ได้เป็นส่วน ๆ ส่วนละ 5 มิลลิลิตร นำมาตรวจสอบปริมาณซัลเฟตที่ปนอยู่ในสารละลายกรดมะนาวหลังผ่านเรซินชนิดแลกเปลี่ยนแอนไอออน และหาปริมาณแคลเซียมในสารละลายกรดมะนาวหลังผ่านเรซินชนิดแลกเปลี่ยนแคทไอออน ทำการทดลอง 3 ชั่วโมง (หาค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน)

การคำนวณ ใช้หน่วย space velocity ( ซม.<sup>-1</sup> )

$$\text{space velocity ( ซม.<sup>-1</sup> )} = \frac{\text{อัตราการไหล ( มล. ซม.<sup>-1</sup> )}}{\text{ความจุเรซินในคอลัมน์ ( มล. )}}$$

### 2.4.2 หาอุณหภูมิที่เหมาะสม

เตรียมเรซินชนิดแลกเปลี่ยนแคทไอออนและแอนไอออนดังข้อ 2.4.1 เลือก space velocity ของการไหลที่เหมาะสมจากข้อ 2.4.1 มาผ่านลงในคอลัมน์ โดยแปรอุณหภูมิในคอลัมน์ที่ใช้ในการผ่านสารละลายกรดมะนาวเป็น อุณหภูมิห้อง , 40 , 60 และ 80 องศาเซลเซียส เก็บตัวอย่างที่ได้มาวิเคราะห์หาปริมาณซัลเฟตและแคลเซียมเช่นเดียวกับข้อ 2.4.1 ทำการทดลอง 3 ชั่วโมง (หาค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน)

### 2.4.3 หาค่าคงที่ selectivity coefficient

นำเรซินชนิดแลกเปลี่ยนแอนไอออนที่มีประสิทธิภาพมากที่สุดจากข้อ 2.4.2 มาหาค่า selectivity coefficient ของเรซินต่อกรดมะนาวและซัลเฟต ที่อุณหภูมิห้อง , 40 , 60 และ 80 องศาเซลเซียส โดยวิธีการไตเตรต ทำการทดลอง 3 ซ้ำ คำนวณตามวิธีที่ระบุใน Ion Exchange Training Manual ( หาค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ) ( Simon , 1991 ) ( ภาคผนวก ก 4.1 , 4.2 )

#### การคำนวณ

$$K_{OH}^{SO} = \frac{[SO (\text{meq} \cdot \text{wet wt.} (g^{-1}))] \times [OH (\text{meq} \cdot \text{ml}^{-1})]}{[OH (\text{meq} \cdot \text{wet wt.} (g^{-1}))] \times [SO (\text{meq} \cdot \text{ml}^{-1})]}$$

$$K_{OH}^{CA} = \frac{[CA (\text{meq} \cdot \text{wet wt.} (g^{-1}))] \times [OH (\text{meq} \cdot \text{ml}^{-1})]}{[OH (\text{meq} \cdot \text{wet wt.} (g^{-1}))] \times [CA (\text{meq} \cdot \text{ml}^{-1})]}$$

โดยที่ : CA = ซิเตรตไอออน , OH = ไฮดรอกไซด์ไอออน , SO = ซัลเฟตไอออน

### 2.5 การฟอกสีสารละลายกรดมะนาว

นำสารละลายกรดมะนาวที่ผ่านการลดไอออนปนเปื้อนด้วยเรซินชนิดแลกเปลี่ยนแอนไอออนและแคทไอออน มาทำการฟอกสีด้วยผงถ่านและถ่านเม็ดเพื่อให้ได้สารละลายกรดมะนาวจากสีเหลืองกลายเป็นสีใส ก่อนที่จะนำไปตกผลึกโดยใช้อัตราส่วนผงถ่านต่อปริมาณกรดมะนาว เป็น 0 , 2 , 4 , 6 และ 8 % ( w/w ) และเม็ดถ่านในอัตราส่วน 0 , 5 , 10 , 15 และ 20 % ( w/w ) เขย่าให้เข้ากัน นำไปบ่มไว้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ เป็นเวลา 2 นาทีสำหรับผงถ่าน และ 15 นาทีสำหรับเม็ดถ่าน จากนั้นกรองด้วยกระดาษ GF/C นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ 400 นาโนเมตร ซึ่งเป็นความยาวคลื่นที่สารสีเหลืองของสารละลายกรดมะนาวสามารถดูดกลืนแสงได้มากที่สุด โดยใช้น้ำกลั่นเป็นแบลนด์ทำการทดลอง 3 ซ้ำ ( หาค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน )

### 2.6 การตกผลึกกรดมะนาว

นำสารละลายกรดมะนาวที่ผ่านการลดไอออนปนเปื้อนมาทำให้เข้มข้นขึ้นโดยเครื่องทำให้ระเหยแห้งภายใต้สูญญากาศแบบหมุน โดยอุณหภูมิที่ใช้เป็น 50 และ 60 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบ 50 รอบต่อนาที จนกระทั่งสารละลายมีความเข้มข้นประมาณ 60 brix ก็จะเกิดผลึกกรด

มะนาวแอนไฮดริส ( บางกรณีก็จำเป็นใส่ผลึกกรดมะนาวแอนไฮดริสมาตรฐานเพื่อเหนี่ยวนำให้เกิดการตกผลึก ) จากนั้นนำไปปั่นแห้งให้แห้ง อบผลึกกรดมะนาวที่ได้ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ในตู้อบแห้งสุญญากาศ ชั่งน้ำหนักผลึกกรดมะนาว วิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของกรดมะนาวที่ได้ ทำการทดลอง 2 ซ้ำ ( หาค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน )

## 2.7 การวิเคราะห์สมบัติกรดมะนาว

### 2.7.1 หาจุดหลอมเหลว

นำผลึกกรดมะนาวแอนไฮดริสที่เตรียมได้และกรดมะนาวแอนไฮดริสมาตรฐาน มาวิเคราะห์หาจุดหลอมเหลวด้วยเครื่องวิเคราะห์จุดหลอมเหลว

### 2.7.2 วิเคราะห์ความบริสุทธิ์กรดมะนาวที่เตรียมได้

ซึ่งผลึกกรดมะนาวแอนไฮดริสที่เตรียมได้ในสภาพแห้งน้ำหนักแน่นอน ด้วยเครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง วิเคราะห์ปริมาณกรดมะนาวด้วย HPLC ตามวิธีในข้อ 2.2.2 เทียบกับกราฟมาตรฐาน ( ภาคผนวก ข 1 ) โดยมีกรดทาร์ทาริกเป็นสารเปรียบเทียบภายใน คำนวณความบริสุทธิ์กรดมะนาวที่เตรียมได้

### 2.7.3 วิเคราะห์ปริมาณซัลเฟต

เตรียมตัวอย่างกรดมะนาวเข้มข้น 10 กรัมต่อลิตร ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร ผสมสารละลาย condition reagent ( ภาคผนวก ก 2.1 ) มา 5 มิลลิลิตร ใส่ในตัวอย่างกรดมะนาว เติมน้ำเบรียมคลอไรด์ 1 ช้อนตักสาร กวนผสมด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก (magnetic stirrer) เป็นเวลา 1 นาที หลังจากนั้นทิ้งไว้ 4 นาทีก่อนนำไปวัดความขุ่นด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 420 นาโนเมตร วิเคราะห์ปริมาณซัลเฟตเทียบกับกราฟมาตรฐาน ( ภาคผนวก ข 3 ) ซึ่งกราฟมาตรฐานได้จากสารละลายโซเดียมซัลเฟตมาตรฐานเข้มข้น 5-25 มิลลิกรัมต่อลิตร ( ภาคผนวก ก 2.1 ) ( Sidney , 1984 )

### 2.7.4 วิเคราะห์ปริมาณเหล็ก แคลเซียม สารหนู และตะกั่ว

เตรียมตัวอย่างสารละลายกรดมะนาวเข้มข้น 10 ไมโครกรัมต่อลิตร วิเคราะห์หาปริมาณ เหล็ก แคลเซียม แบรียม และตะกั่ว ด้วยเครื่องมืออะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปคโตรสโคปีเทียบกับกราฟมาตรฐาน ( ภาคผนวก ข 4 - 7 ) ( Sidney , 1984 )

### 2.7.5 วิเคราะห์กากที่เหลือจากการเผา

ซึ่งสารตัวอย่างกรดมะนาวแอนไฮดริสที่เตรียมได้มา 2 กรัม ให้ทราบน้ำหนักแน่นอน

นอนถึง 4 ตำแหน่ง ใต้ครุฑิเบิลซึ่งเผาจนน้ำหนักคงที่แล้ว นำไปให้ความร้อนด้วยไฟอ่อนๆ จนตัว  
 อย่างใหม่เป็นสีดำ ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1 มิลลิลิตร นำไปประเหยด้วยไฟอ่อนๆ  
 จนหมดควันสีขาว นำไปเผาในเตาเผาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 800 °ซ จนหมดสีดำ ทิ้งไว้ให้เย็นในเดซิเค  
 เตอร์ ชั่งน้ำหนักแล้วคำนวณค่าที่เหลือจากการเผา ( มอก., 2535 )

#### 2.7.6 การวิเคราะห์หาออกซาเลต

ละลายตัวอย่าง 1 กรัม ด้วยน้ำกลั่นเล็กน้อย และเติมน้ำจมนมีปริมาตรเป็น 10 ลูก  
 บาทก์เซนติเมตร ทำสารละลายให้เป็นกลางด้วยสารละลาย 6 โมลาร์ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เติม  
 สารละลาย 3 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก 5 หยด ทำให้เย็นและเติมสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ 2  
 มิลลิลิตร ( ภาคผนวก ก 2.2 ) ทำแบบลงค์เปรียบเทียบ แล้วตรวจพินิจสารละลายที่ได้จากตัวอย่างจะ  
 ต้องไม่ขุ่นเทียบกับสารละลายที่ทำเหมือนกันแต่ใช้น้ำกลั่นแทนตัวอย่าง ( มอก., 2535 )

#### 2.7.7 การวิเคราะห์หาคลอไรด์

ละลายตัวอย่าง 5 กรัม ด้วยสารละลาย 2 โมลาร์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ 39  
 มิลลิลิตรแล้วเติมน้ำกลั่นจนมีปริมาตรเป็น 50 มิลลิลิตร หลังจากนั้นใช้ปิเปตดูดสารละลายมา  
 10 มิลลิลิตร ทำให้สารละลายเป็นกรดด้วยสารละลาย 2 โมลาร์ กรดไนตริก แล้วเติมน้ำกลั่นจนมี  
 ปริมาตรเป็น 15 มิลลิลิตร เติมสารละลาย 2 โมลาร์ กรดไนตริก 1 มิลลิลิตร และสารละลาย 0.1 โมล  
 ซิลเวอร์ไนเตรต 1 มิลลิลิตรลงไปทันที ตั้งทิ้งไว้ 2 นาที ในที่มืด

เตรียมสารละลายมาตรฐาน โดยใช้วิธีเดียวกับตัวอย่างทุกประการแต่ใช้สาร  
 ละลายมาตรฐานคลอไรด์ 10 มิลลิลิตร ( ภาคผนวก ก 2.3 ) และน้ำกลั่น 5 มิลลิลิตร แทนสารละลาย  
 ตัวอย่าง ตรวจพินิจเปรียบเทียบในแนวตั้งโดยมีฉากสีดำอยู่ด้านหลัง สารละลายที่ได้จากตัวอย่าง  
 ต้องไม่ขุ่นกว่าสารละลายมาตรฐาน จึงจะถือว่าตัวอย่างมีปริมาณคลอไรด์ไม่เกิน 50 มิลลิกรัมต่อ  
 กิโลกรัม ( มอก., 2535 )

#### 2.7.8 การวิเคราะห์หาแบเรียม

ใช้ปิเปตดูดสารละลายตัวอย่างจากข้อ 2.6.6 มา 5 มิลลิลิตร เติมสารละลาย 1 โมลาร์  
 กรดซัลฟิวริกลงไปจนสารละลายเป็นกรด โดยวัดด้วยกระดาษวัดความเป็นกรด - ด่าง ตั้งทิ้งไว้  
 ประมาณ 1 ชั่วโมง แล้วตรวจพินิจเปรียบเทียบ สารละลายที่ได้จากตัวอย่างต้องมีลักษณะเช่นเดียวกับ  
 สารละลายตามข้อ 2.6.6 ในปริมาตรเท่ากัน คือไม่ขุ่น ( มอก., 2535 )

#### 2.7.9 การวิเคราะห์หาปริมาณน้ำ

นำตัวอย่างกรดซัลฟิวริกแอนไฮดรัส 4 - 5 กรัม ไปไทเทรตหาปริมาณน้ำในผลึกโดยวิธี  
 ของคาร์ลฟิชเชอร์ ( Karl Fischer ) ( มอก., 2535 )