การประยุกต์การวิเคราะห์ตัวประกอบเพื่อการวิเคราะห์เชิงปริมาณของไซลีนผสม จากฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรา

นางสาวพรเพ็ญ เนียมจ้อย

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
หลักสูตรปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2544

ISBN 974-03-0478-8

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

APPLICATION OF FACTOR ANALYSIS FOR QUANTITATIVE ANALYSIS OF MIXED XYLENE FROM FOURIER TRANSFORM INFRARED SPECTRA

Miss Pornphen Neamjoy

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Petrochemistry and Polymer Science
Program of Petrochemistry and Polymer Science
Faculty of Science
Chulalongkorn University
Academic year 2001

ISBN 974-03-0478-8

Thesis Title	Application of Factor Analysis for Quantitative Analysis of Mixed Xylene from Fourier Transform Infrared Spectra
By	Miss Pornphen Neamjoy
Field of Study	Petrochemistry and Polymer Science
Thesis Advisor	Assistant Professor Sanong Ekgasit, Ph.D.

Accepted by Faculty of Science, Chulalongkorn University in Partial Fulfillment of the Requirement for the Master's Degree

..... Dean of Faculty of Science
(Associate Professor Wanchai Phothiphichitr, Ph.D.)

Thesis Committee

..... Chairman
(Associate Professor Supawan Tantayanon, Ph.D.)

..... Thesis Advisor
(Assistant Professor Sanong Ekgasit, Ph.D.)

..... Member
(Associate Professor Amorn Petsom, Ph.D.)

..... Member
(Assistant Professor Warinthorn Chavasiri, Ph.D.)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พรเพ็ญ เนียมจ้อย: การประยุกต์การวิเคราะห์ตัวประกอบเพื่อการวิเคราะห์เชิงปริมาณของไซลีนผสมจากฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรา (APPLICATION OF FACTOR ANALYSIS FOR QUANTITATIVE ANALYSIS OF MIXED XYLENE FROM FOURIER TRANSFORM INFRARED SPECTRA)

อาจารย์ที่ปรึกษา: ผศ. ดร. สนอง เอกสิทธิ์, 64 หน้า. ISBN 974-03-0478-8

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการวิเคราะห์เชิงปริมาณของไซลีนผสมเพื่อหาปริมาณหรือองค์ประกอบของไอโซเมอร์ของไซลีนคือ ออโท เมทา และพาราไซลีนด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีซึ่งเป็นเทคนิคที่ทำได้ง่าย ได้ผลรวดเร็วและมีความแม่นยำ แต่สเปกตรัมของไซลีนผสมมีลักษณะที่เกิดการเบี่ยงเบนจากกฎของเบียร์และแลมเบิร์ต ซึ่งทำให้การวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วยวิธีปกติทางสเปกโทรสโกปีทำได้ยากและอาจให้ผลการวิเคราะห์ที่คลาดเคลื่อนได้ จึงได้ประยุกต์เทคนิคทางคณิตศาสตร์คือการวิเคราะห์ตัวประกอบมาใช้แก้ปัญหานี้ ในงานวิจัยประกอบด้วยการศึกษาความสามารถของวิธีวิเคราะห์ตัวประกอบในการใช้งานกับอินฟราเรดสเปกตรัมที่จำลองขึ้นในภาวะต่างๆ และได้พัฒนาโปรแกรมคอมพิวเตอร์เพื่อการนำไปใช้งานจริงในการวิเคราะห์เชิงปริมาณของไซลีน โดยได้ทดสอบการทำงานของโปรแกรมกับอินฟราเรดสเปกตรัมของไซลีนที่เกิดจากการผสมของสามไอโซเมอร์ที่ทราบส่วนประกอบที่แน่นอน และท้ายที่สุดได้ทดสอบการใช้งานกับไซลีนผสมจริงที่ไม่ทราบส่วนประกอบและมีองค์ประกอบอื่นๆผสมอยู่ด้วย โดยได้เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ที่ได้จากโปรแกรมกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าเทคนิคนี้สามารถใช้งานได้ และมีความเป็นไปได้ที่จะพัฒนาต่อไปเพื่อการนำไปใช้งานในห้องปฏิบัติการทางเคมี และในโรงงานอุตสาหกรรมที่ต้องมีการทำการวิเคราะห์เชิงปริมาณของไซลีนผสมได้

หลักสูตร.....-..... ลายมือชื่อนิสิต.....พรเพ็ญ เนียมจ้อย.....

สาขาวิชา.....ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์..... ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....

ปีการศึกษา.....2544..... ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....-.....

4273406523: MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE
Key Word: FT-IR; Xylene Isomer; Quantitative Analysis; Factor Analysis
PORNPHEN NEAMJOY: APPLICATION OF FACTOR ANALYSIS FOR QUANTITATIVE ANALYSIS OF MIXED XYLENE FROM FOURIER TRANSFORM INFRARED SPECTRA.THESIS ADVISOR: SANONG EKGASIT, Ph.D. 64 pp. ISBN 974-03-0478-8

This research involves a quantitative analysis of mixed xylene that consists of three isomers: *o*-, *m*-, and *p*-xylene by Fourier transform infrared (FT-IR) spectroscopy. FT-IR spectroscopy is easy to operate, fast and accurate. But the infrared spectra of xylene showed the deviation from Beer-Lambert Law, which caused the conventional quantitative infrared analysis technique inapplicable and caused the error. The mathematical algorithm called factor analysis was applied to solve this problem. In this research the ability of factor analysis was studied with the simulated spectra that generated under various experimental conditions. The factor analysis program was developed for the calculation. The program was tested with the mixture of three isomers of xylene, which know the composition in order to proof the ability of program in the actual application. Finally, the program was used with the unknown mixed xylene. The comparison between the proportions of *o*-, *m*-, and *p*-xylene obtained by this technique was compared with that from gas chromatography (GC) technique. The result indicates the feasibility of factor analysis for quantitative analysis of mixed xylene from FT-IR spectra.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Program of ..... Student's signature.....

Field of study ...Petrochemistry and Polymer Science Advisor's signature.....

Academic year...2001..... Co-advisor's signature.....

CONTENTS

Pages

ABSTRACT IN THAI..... iv
ABSTRACT IN ENGLISH..... v
ACKNOWLEDGEMENT..... vi
LIST OF FIGURES..... xi
LIST OF TABLES..... xiii
LIST OF ABBREVIATIONS..... xiv
LIST OF SYMBOLS..... xiv

CHAPTER 1 INTRODUCTION..... 1

1.1 Overview of Xylene : Production and Use..... 1
1.2 Quantitative Analysis of Mixed Xylene by Gas Chromatography.. 2
1.3 Quantitative Analysis of Mixed Xylene by Infrared Spectroscopy. 2
1.3.1 Problem in Quantitative Infrared Analysis of Mixed Xylene..... 3
1.4 Application of Mathematical Algorithm for Solving the Problem in Quantitative Infrared Analysis of Mixed Xylene 5
1.5 The Objective of This Research 5
1.6 Scope of This Research..... 5

CHAPTER 2 THEORETICAL BACKGROUND..... 6

2.1 Basic Concept of Fourier Transform Infrared Spectroscopy..... 6
2.2 Attenuated Total Reflectance Spectroscopy..... 7
2.3 Multicomponent Analysis by Infrared Spectroscopy..... 8
2.4 Factor Analysis 9
2.5 Factor Analysis in Infrared Spectroscopy..... 9
2.5.1 Mathematical Considerations and Data Organization..... 9
2.5.1.1 Mixture Matrix..... 9

Pages

2.5.1.2 Concentration Matrix..... 9
2.5.1.3 Original Data Matrix..... 10
2.5.1.4 Matrix Multiplication..... 11
2.6 Principle Component Analysis in Factor Analysis..... 12
2.7 Evolving Factor Analysis..... 13
2.8 Simple Linear Regression..... 14
2.9 Applying Factor Analysis for Quantitative Analysis of Multicomponent Mixture by Infrared Spectroscopy..... 16
2.9.1 Number of Calibration Sample in the Mixture Matrix.... 16
2.10 Literature Review..... 17

CHAPTER 3 EXPERIMENT..... 19

3.1 Simulation Section..... 19
3.1.1 Program 19
3.1.2 Data Preparation 19
3.1.2.1 The Simulated Spectra of Pure component..... 19
3.1.2.2 The Mixture Spectra..... 19
3.1.3 Factor Analysis..... 20
3.1.4 Factor Analysis in Multicomponent Mixture..... 20
3.1.5 Effect of Random Error or Noise in Simulated Spectra.. 20
3.1.6 Effect of Peak Overlap in Simulated Spectra..... 21
3.1.7 Effect of Nonlinearity in Simulated Spectra..... 21
3.1.8 The Improvement of Prediction Quality in Factor Analysis..... 21
3.2 Experimental Section..... 22
3.2.1 Determination of *o*-, *m*-, and *p*-xylene in Ternary Xylene Mixture..... 22
3.2.1.1 Materials and Equipment..... 22
3.2.1.2 FT-IR Spectrometer Operating Conditions..... 22
3.2.1.3 Procedure..... 22

Pages

3.2.2 Determination of *o*-, *m*-, and *p*-xylene in Real Mixed Xylene..... 23
3.2.2.1 Materials and Equipment..... 23
3.2.2.2 FT-IR Spectrometer Operating Conditions..... 23
3.2.2.3 Procedure..... 24

CHAPTER 4 RESULT AND DISCUSSION..... 25

4.1 Simulation Section..... 25
4.1.1 Ability of Factor Analysis in Multicomponent Analysis 25
4.1.2 Effect of Random Error or Noise in Simulated Spectra 31
4.1.3 Effect of Peak Overlap in Simulated Spectra..... 34
4.1.4 Effect of Nonlinearity in Simulated Spectra..... 36
4.1.5 Improvement of Prediction Quality in Factor Analysis... 38
4.2 Experimental Section..... 40
4.2.1 Determination of *o*-, *m*-, and *p*-xylene in Ternary Xylene Mixture..... 40
4.2.2 Determination of *o*-, *m*-, and *p*-xylene in Real Mixed Xylene..... 46

CHAPTER 5 CONCLUSIONS..... 48

5.1 Ability of Factor Analysis in Quantitative Infrared Analysis of Mixed Xylene..... 48
5.2 Application of Factor Analysis in Real Measurement..... 48
5.3 Suggestion for Further Study..... 49

REFERENCES..... 50
APPENDICES..... 52

Pages

APPENDIX A..... 53
APPENDIX B..... 59
APPENDIX C..... 60
APPENDIX D..... 61
CIRRICULUM VITAE..... 64

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ACKNOWLEDGEMENT

I wish to express gratitude and appreciation to Assistant Professor Dr. Sanong Ekgasit, my thesis advisor for his valuable guidance, kindness and encouragement throughout the course for the thesis.

Gratefully thanks to Associate Professor Dr. Supawan Tantayanon, Associate Professor Dr. Amorn Petsom and Assistant Professor Dr. Warinthorn Chavasiri for their substantial advice as thesis committee.

I also would like to gratefully thank to my class members for their support in equipment and chemical used in this research. Many thanks to the Sanong's group members for their supports, especially to Mr. Arunchai Tangcharoenbumrungsuk and Miss Adchara Padermchok. Acknowledgement to computer and other academic facility supplies from The Austrian-Thai Center (ATC) for computer assisted chemical education and research and the generous supply of Bruker Analytical and Medical Instruments South East Asia for supporting BRUKER Vector 33 FT-IR Spectrometer to use entire this research.

Finally, I am also thanks to my dad, my mum, and my lovely elder sister for their support and encouragement. Without them this thesis could not have been success.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF FIGURES

Figures		Pages
1.1	Molecular structures of three isomer of xylene.....	1
1.2	Infrared spectra of three isomers of xylene and their mixture.....	4
2.1	Anattenuated total reflectance cell.....	7
2.2	Forward and backward eigenvalue plot.....	14
2.3	Key steps in factor analysis.....	15
4.1	Simulated spectra of five pure components.....	25
4.2	Simulated spectra of three-component system of components 1, 2, and 3 at twenty compositions.....	26
4.3	Simulated spectra of 0.5 : 0.1 : 0.4 mixture of components 1,2, and 3 with noise added.....	30
4.4	Simulated spectra of components 6, 7, and 8.....	33
4.5	Simulated spectra of the mixture of components 6, 7, and 8 at volume fraction 0.2 : 0.2 : 0.6	34
4.6	The Difference in the response between perfectly linear, 5%, and 20% nonlinearity added.....	36
4.7	Infrared spectra of *o*-, *m*-, and *p*- xylene	40
4.8	Twenty infrared spectra of ternary xylene mixture.....	41
4.9	Infrared spectrum of 1:1:1 *o*-, *m*-, and p- xylene mixture.....	43
4.10	Infrared spectrum of unknown mixed xylene.....	46

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF TABLES

Tables		Pages
4.1	Comparison between true value of volume fraction and results obtained by factor analysis of the three-component system.....	27
4.2	Comparison between true value of volume fraction and results obtained by factor analysis of the four-component systems.....	28
4.3	Comparison between true value of volume fraction and results obtained by factor analysis of the five-component system.....	29
4.4	PRESS and s^2 of factor analysis in multicomponent analysis.....	30
4.5	Relative error of the results from factor analysis when applied to simulated spectra of 0.5 : 0.1 : 0.4 mixture of component 1, 2, and 3 with noise added.....	32
4.6	Volume fraction of pure component obtained by factor analysis with spectral overlap.....	35
4.7	Results of perfectly linear and nonlinearity in infrared spectra.....	37
4.8	Comparison between true value and results obtained by factor analysis of three-component system using the different number of calibration sample.....	38
4.9	Results of five testing samples obtained from factor analysis program	42
4.10	Results of the real 1: 1: 1 mixture of three xylene isomers obtained by applying factor analysis to various spectral regions.....	44
4.11	Results of o-, m-, and p-xylene in mixed xylene obtained from infrared spectroscopy and GC.....	47

LIST OF ABBREVIATIONS

ATR	: Attenuated total reflectance
FTIR	: Fourier transform infrared
IR	: Infrared
GC	: Gas chromatography
PCA	: Principle component analysis
FA	: Factor analysis
EFA	: Evolving factor analysis
SLR	: Simple linear regression

LIST OF SYMBOLS

μ	: micro

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย