บทที่ 1
เทคนิคพื้นฐานในการทดลองทางเคมี

1. ข้อปฏิบัติในห้องปฏิบัติการ

1.1 การดำเนินการทั่วไป

อาจารย์และเจ้าหน้าที่ในห้องปฏิบัติการ ต้องรับทราบนโยบายด้านความปลอดภัยของคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี เพื่อเป็นการป้องกันอันตรายต่างๆ ที่อาจเกิดขึ้น และรวมทั้งให้ความรู้เกี่ยวกับความปลอดภัยในห้องปฏิบัติการให้แก่นักศึกษาที่เข้าทำการทดลองหรือวิจัย อาจารย์และเจ้าหน้าที่ในห้องปฏิบัติการต้องดำเนินการดังนี้

1) อ่านคู่มือความปลอดภัยของห้องปฏิบัติการก่อนเริ่มปฏิบัติงาน
2) ทราบตำแหน่งของอุปกรณ์ช่วยเหลือ และวิธีการปฏิบัติตนที่ถูกต้องเมื่อสัมผัสกับสารเคมี
3) ทราบวิธีการกำจัดของเสียที่เหมาะสม เพื่อป้องกันผลกระทบต่อสภาพแวดล้อม
4) ตรวจสอบว่าภาชนะบรรจุสารเคมีแต่ละตัว มีป้ายและฉลากที่ถูกต้อง และชัดเจน
5) ตรวจสอบการใช้เครื่องมือ ต้องเป็นไปตามลักษณะการใช้งานที่แท้จริงของเครื่องมือนั้นๆ
6) รายงานการเกิดอุบัติเหตุใดๆ ที่เกิดขึ้นภายในห้องปฏิบัติการแก่ผู้บังคับบัญชาโดยทันที

1.2 ข้อปฏิบัติในการทำงานในห้องปฏิบัติการ

1) ไม่ควรปฏิบัติงานในห้องปฏิบัติการโดยลำพัง โดยเฉพาะกรณีที่ต้องปฏิบัติงานที่เกี่ยวข้องกับสารอันตราย

2) สวมเสื้อคลุมปฏิบัติการที่พอดีตัว ติดกระดุมตลอดเวลารวมทั้งสวมใส่อุปกรณ์ป้องกันส่วนบุคคลตามความเหมาะสมทุกครั้งขณะทำการทดลอง

3) ห้ามมิให้นำอาหาร เครื่องดื่ม เข้ามาเก็บหรือรับประทานในห้องปฏิบัติการ
4) ห้ามนำเครื่องแก้ว หรือภาชนะที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ ไปใช้เพื่อการปรุงอาหาร
5) ห้ามนำเด็กและสัตว์เลี้ยงเข้ามาในห้องปฏิบัติการ
6) ขณะอยู่ในห้องปฏิบัติการ
   - ห้ามรบกวนผู้ที่กำลังปฏิบัติการวิจัยทดลอง
   - ห้ามใช้เครื่องมือผิดประเภท
   - ห้ามหยิบอุปกรณ์หรือเครื่องมือวิจัยของผู้อื่นก่อนได้รับอนุญาต
   - ห้ามวิ่งเล่นหยอกล้อกัน
   - ห้ามใช้อ่างน้ำในห้องปฏิบัติการล้างจานหรือแก้วน้ำ
   - ห้ามสูบบุหรี่
   - ห้ามทำกิจกรรมการแต่งใบหน้า
   - ต้องสวมรองเท้าที่ปิดหน้าเท้าและ/หรือส้นเท้าตลอดเวลา ห้ามสวมรองเท้าแตะ
   - รวบผมให้เรียบร้อยขณะทำปฏิบัติการ
7) นักศึกษาต้องลงชื่อเข้า-ออกห้องปฏิบัติการทุกครั้งที่เข้าใช้ห้องปฏิบัติการ
8) ปิดเครื่องปรับอากาศทุกครั้ง เมื่อเลิกใช้ห้องปฏิบัติการ
9) ต้องลงบันทึกการใช้งาน (log book) เมื่อมีการใช้เครื่องมือ

10) รักษาพื้นที่ทำวิจัยส่วนตนและส่วนรวมให้สะอาดเรียบร้อยและห้ามวางของเกะกะ
11) ล้างมือทุกครั้งก่อนออกจากห้องปฏิบัติการ
12) ห้ามปิดกั้นทางออก และทางเข้าถึงเครื่องมือรับเหตุฉุกเฉิน หรือแผงไฟ

1.3 การปฏิบัติงานที่เกี่ยวข้องกับสารเคมี

1.3.1 ข้อปฏิบัติทั่วไป

1) ห้ามใช้เปลวไฟในการให้ความร้อนแก่ของเหลวไวไฟ หรือในขบวนการกลั่น (distillation)

2) ให้ความระมัดระวังในการจุดไฟในห้องปฏิบัติการ ดับไฟทันทีเมื่อเลิกใช้งาน ไม่ควรปล่อยให้ไฟติดทิ้งไว้โดยไม่มีคนดู

3) ก่อนที่จะทำการจุดไฟ ควรย้ายวัสดุไวไฟออกจากบริเวณดังกล่าว นอกจากนี้ควรแน่ใจว่าได้ปิดภาชนะที่บรรจุของเหลวไวไฟอย่างดีแล้ว

4) ควรเก็บสารเคมีไวไฟในตู้สำหรับเก็บสารเคมีไวไฟโดยเฉพาะ

5) ใช้อุปกรณ์ไฟฟ้าที่ไม่ก่อให้เกิดประกายไฟ ในกรณีที่มีสารระเหยไวไฟ (Volatile flammable material)

6) ควรใช้ตู้ดูดควันในการถ่ายเท ผสม หรือ ให้ความร้อนสารเคมี

7) กรณีสามารถเลือกใช้สารเคมีได้ ควรเลือกใช้สารเคมี ที่มีความเป็นพิษน้อยที่สุด ในปริมาณน้อยที่สุดเท่าที่พึงกระทำได้

8) อ่านคู่มือ และเพิ่มความระมัดระวังเป็นพิเศษ เมื่อต้องปฏิบัติงานเกี่ยวข้องกับสารก่อมะเร็ง

9) กรณีเกิดกลิ่นผิดปกติในห้องปฏิบัติการควรแจ้งให้อาจารย์หรือเจ้าหน้าที่ทราบโดยทันที

1.3.2 ข้อพึงปฏิบัติเมื่อต้องปฏิบัติงานที่เกี่ยวข้องกับสารเคมี

1) ทราบอันตรายของสารเคมีที่ตนต้องใช้ในการปฏิบัติงาน ซึ่งสามารถทราบได้จากเอกสารข้อมูลความปลอดภัยเคมีภัณฑ์ (Material safety data sheets) หรือ MSDS

2) ทราบสถานที่และวิธีการเก็บรักษาสารเคมีที่เหมาะสม

3) ทราบวิธีการเคลื่อนย้ายสารเคมีภายในห้องปฏิบัติการ

4) ทราบวิธีการใช้เครื่องป้องกันตนเองที่เหมาะสมต่อสารเคมี

5) ทราบจุดเก็บ และวิธีใช้อุปกรณ์ต่างๆ ในกรณีสัมผัสสารเคมี

6) ทราบแนวทางการปฏิบัติในกรณีเกิดอุบัติเหตุ เช่น เส้นทางออกจากห้องปฏิบัติการ วิธีปฏิบัติตนเมื่อสัมผัสสารเคมีอันตราย รวมถึงแนวทางการจัดการของเสีย

1.3.3 สุขอนามัยบุคคล (Personal hygiene)

1) หากผิวหนังถูกสัมผัสโดยสารเคมี ต้องล้างออกโดยทันทีด้วยน้ำประปา หรือน้ำสะอาดอย่างน้อย 15 นาที

2) หลีกเลี่ยงการสูดดมไอระเหยของสารเคมี ห้ามทดสอบชนิดของสารเคมีโดยการดมกลิ่นโดยตรงอย่างเด็ดขาด

3) ห้ามใช้ปากดูดปิเปต ให้ใช้อุปกรณ์ประกอบ เช่น ลูกยาง

4) เมื่อเลิกปฏิบัติงานในห้องปฏิบัติการ ควรล้างมือด้วยสบู่ และน้ำสะอาด

5) ห้ามดื่ม กิน เคี้ยวหมากฝรั่ง สูบบุหรี่ หรือ แม้แต่ทาเครื่องสำอางในห้องปฏิบัติการ

6) ห้ามนำเครื่องดื่ม อาหาร บุหรี่ และเครื่องสำอางเข้ามาเก็บในบริเวณห้องปฏิบัติการ

7) ห้ามใช้เครื่องไมโครเวฟในห้องปฏิบัติการเพื่อเตรียมกาแฟ อาหาร รวมทั้งห้ามใช้ตู้เย็นในห้องปฏิบัติการเพื่อเก็บอาหาร เช่นกัน

8) ควรช่วยกันรักษาความสะอาดของพื้นที่ทำงาน ทำความสะอาดพื้นที่ทำงานทุกครั้งเมื่อเสร็จภารกิจในแต่ละวัน

9) ควรทิ้งขยะ และของเสียในภาชนะที่จัดเตรียมไว้

10) ควรแยกเครื่องแก้วแตก ในภาชนะรองรับที่แยกต่างหากจากของเสียอื่นๆ

11) ไม่ควรเก็บสารเคมีในบริเวณทางเดิน บันไดหรือวางบนพื้น ควรเก็บในพื้นที่ที่จัดไว้โดยเฉพาะ

12) ภาชนะบรรจุสารเคมีทุกขวด ควรมีป้ายฉลากที่ชัดเจน

13) ของเสียที่เป็นสารเคมีควรแยกเก็บ พร้อมติดป้ายฉลากระบุชนิดของสารเคมีให้ชัดเจน

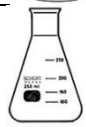
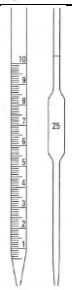
14) จัดให้มีการทำความสะอาดห้องปฏิบัติการเป็นประจำ กรณีที่มีการหกของสารเคมีต้องทำความสะอาดโดยทันที

2. เทคนิคพื้นฐานในการทดลองทางเคมี

2.1 เครื่องแก้วและอุปกรณ์พื้นฐานในการทดลอง

การทดลองทางเคมีในห้องปฏิบัติการจะมีต้องมีความรู้เกี่ยวกับขั้นตอนการทดลองในการทดลองนั้นๆ เป็นอย่างดีแล้ว ผู้ทดลองเองจะต้องรู้จักเทคนิคการใช้อุปกรณ์ เครื่องมือและวิธีการใช้เครื่องแก้วอย่างถูกวิธี เพื่อให้ได้ผลการทดลองที่ถูกต้อง ดังนั้นก่อนที่นักศึกษาจะเริ่มทำการทดลอง จะต้องรู้จักวิธีการใช้อุปกรณ์ เครื่องมือพื้นฐานที่มีอยู่ในห้องปฏิบัติการเคมี

ตารางที่ 1.1 เครื่องแก้วและอุปกรณ์พื้นฐานในการทดลอง

ชื่ออุปกรณ์	ภาพ	การใช้งาน
หลอดทดลอง (Test tube)		ใช้บรรจุสารละลายปริมาตรน้อย ๆ
บีกเกอร์ (Beaker)		ใช้บรรจุสารละลายหรือใช้ตวงของเหลวหรือสารละลายที่ไม่ต้องการความถูกต้อง
ขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer flask)		ใช้บรรจุสารละลายในการทำการไทเทรต
ขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask)		ใช้เป็นภาชนะเตรียมสารละลายที่ต้องการปริมาตรที่แน่นอน
กระบอกตวง (Cylinder)		ใช้ตวงของเหลวหรือสารละลายที่ต้องการความถูกต้อง
กรวยกรอง (Funnel)		ใช้สำหรับกรองตะกอนโดยมีกระดาษกรอง
ปิเปต (pipet)		ใช้ถ่ายเทสารละลายปริมาตรที่ต้องการความถูกต้องสูง

ชื่ออุปกรณ์	ภาพ	การใช้งาน
บิวเรต (buret)		ใช้การทำการไทเทรตหรือใช้ถ่ายเทสารละลายปริมาตรที่ต้องการความถูกต้องสูง
ถ้วยระเหย (evaporating disk)		ใช้ระเหยสารด้วยความร้อน
ที่จับบิวเรต (buret clamp)		ใช้จับบิวเรตในการทำการไทเทรต ใช้ร่วมกับขาตั้ง (stand)
หลอดหยด (dropper)		ใช้หยดสารประมาตรน้อยๆ
กระจกนาฬิกา		ใช้ปิดปากบีกเกอร์ ใช้รองรับวัสดุที่ร้อน และอื่นๆ

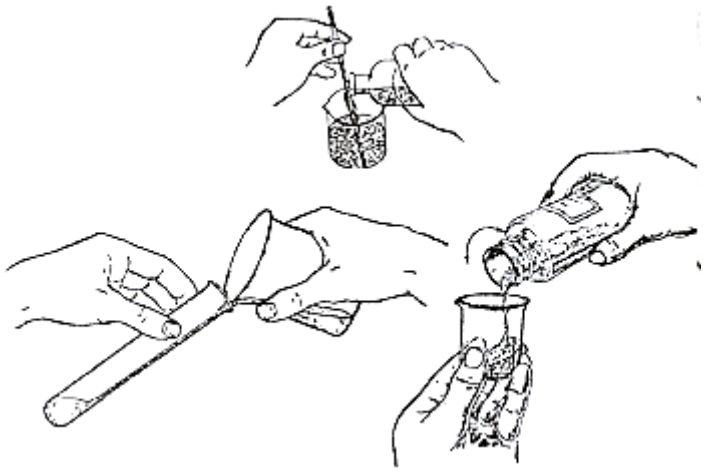
2.2 เทคนิคในการทำการทดลอง

การถ่ายเทสารละลาย

การถ่ายเทสารละลายหรือของเหลวเป็นการเคลื่อนย้ายสารละลายจากภาชนะหนึ่งไปอีกภาชนะหนึ่ง โดยใช้อุปกรณ์ เช่น บีกเกอร์ กระบอกตวง ปิเปต ดังนั้นเทคนิคการถ่ายเทสารละลายจึงอาจแตกต่างกันบ้าง รูปที่ 1.1 แสดงการรินสารละลายในภาชนะที่แตกตต่างกัน

รูปที่ 1.1(ก) การรินสารละลายในภาชนะที่ปากกว้าง การเทสารละลายต้องใช้แท่งแก้วเป็นตัวพาสารละลายเพื่อป้องกันการไหลตามผนังภาชนะ

รูปที่ 1.1(ข) การรินสารละลายในภาชนะที่ปแคบ การเทสารละลายสามารถทำได้โดยใช้ปากภาชนะทั้งเกยกัน

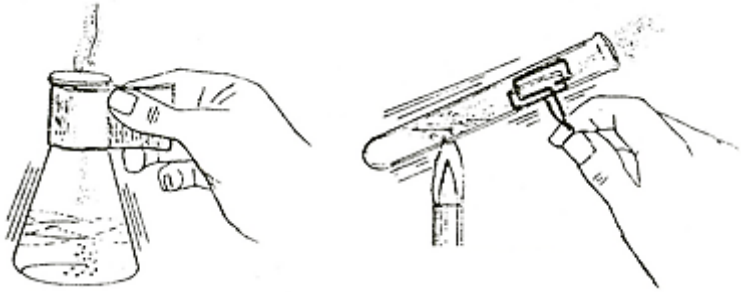


รูปที่ 1.1 การรินสารละลายและเทสารละลาย

การให้ความร้อนหรือการต้มสารละลาย

การให้ความร้อนของเหลวใดๆ ผู้ทดลองจะต้องทราบว่าของเหลวนั้นติดไฟง่ายหรือไม่เมื่อกลายเป็นไอ ดังนั้นการต้มหรือการให้ความร้อนแก่ของเหลวจึงควรระวังให้มากและควรปฏิบัติดังนี้

1. ปริมาตรของของเหลวไม่ควรเกินครึ่งหนึ่งของหลอดทดลอง
2. ถือหลอดทดลองด้วยที่จับหลอดทดลอง อย่าจับหลอดทดลองด้วยนิ้วมือโดยตรง (ถ้าไม่มีที่จับหลอดทดลองอาจใช้กระดาษแผ่นเล็กๆ ยาวๆ พันรอบปากหลอดทดลองหลายๆ รอบ แล้วใช้นิ้วหัวแม่มือกับนิ้วที่จับกระดาษก็ได้)
3. นำหลอดทดลองไปให้ความร้อนโดยตรงจากเปลวไฟควรใช้เปลวไฟอ่อนๆ และเอียง หลอดทดลองเล็กน้อยพยายามให้ส่วนที่เป็นของเหลวในหลอดทดลองถูกเปลวไฟทีละน้อย พร้อมแกว่งหลอดทดลองไปมาเมื่อของเหลวร้อนจะระเหยกลายเป็นไอ
4. ขณะให้ความร้อนหลอดทดลองจะต้องหันปากหลอดทดลองออกจากตัวเราและชี้ไปในทิศทางที่ไม่มีผู้อื่นหรือสิ่งของอยู่ใกล้ๆ ทั้งนี้เพราะเมื่อของเหลวเดือดอาจจะพุ่งออกมานอกหลอดทดลอง
5. อย่าก้มดูของเหลวในหลอดทดลองขณะกำลังให้ความร้อนเป็นอันขาดเพราะถ้าของเหลวพุ่งออกมาอาจเป็นอันตรายต่อใบหน้าและนัยน์ตาได้
6. ขณะให้ความร้อนแก่ของเหลวในหลอดทดลองต้องแกว่งหลอดทดลองไปด้วยเพื่อให้ ของเหลวในหลอดทดลองเคลื่อนไหวและได้รับความร้อนเท่าเทียมกันทุกส่วน
7. เมื่อของเหลวอยู่ในบีกเกอร์ ให้นำบีกเกอร์ตั้งบนตะแกงลวด ซึ่งวางอยู่บนสามขาหรือที่ยึดวงแหวนให้ความร้อนโดยใช้ตะเกียงแก๊ส

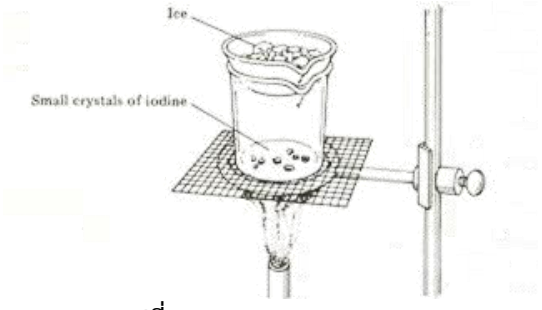


รูปที่ 1.2 การให้ความร้อนสารละลาย

การระเหยสารละลาย

การระเหยของเหลวหรือสารละลายก็เพื่อทำให้ตัวทำละลายระเหยออกไปในที่สุดตัวละลายก็จะตกผลึก จึงอาจกล่าวได้ว่าการระเหยเป็นการลดปริมาตรของของเหลวให้น้อยลงโดยการไล่สารที่ระเหยได้ง่ายกว่าออกไปจากสารละลาย เทคนิคการระเหยของเหลวหรือสารละลาย มีหลายวิธี ดังนี้

1. เทของเหลวหรือสารละลายลงบนกระจกนาฬิกาแล้วบางบนปากบีกเกอร์ที่บรรจุน้ำอยู่
2. ต้มน้ำให้เดือดความร้อนจากไอน้ำจะถ่ายเทไปทำให้ตัวทำละลายระเหยออกไปจากตัวละลาย



รูปที่ 1.3 การระเหยสารละลาย

การรินสารละลายใสออกจากตะกอน

การแยกสารละลายใส (supernatant) ออกจากตะกอน อาจทำโดยวิธีง่ายๆ โดยเอียงภาชนะที่เป็นหลอดหรือบีกเกอร์เล็กน้อย แล้วใช้หลอดหยดดูดออกมา โดยบีบกระเปาะยางไล่อากาศออกแล้วจุ่มลงในสารละลายให้ปลายหลอดต่ำกว่าระดับน้ำเล็กน้อยค่อยๆ ผ่อนกระเปาะยางของเหลวจะไหลเข้าไปในหลอดช้าๆ แล้วค่อยๆ ลดปลายหลอดให้ต่ำลงตามระดับของเหลวจนของเหลวหมด ต้องระวังอย่าให้ปลายหลอดหยดแตะกับตะกอนเพราะจะทำให้ตะกอนถูกดูดเข้าไปในหลอดหยดด้วย

การกรอง

การกรอง (filtration) เป็นการแยกของแข็งออกจากของเหลว ซึ่งเป็นวิธีการที่ใช้กันอย่างมากในการวิเคราะห์ทางเคมี

การกรองแบบธรรมดาหรือการกรองโดยแรงโน้มถ่วง เป็นการกรองแบบอาศัยหลักของแรงตึงผิวของสารละลาย โดยใช้กระดาษกรองและกรวยกรอง การเลือกเนื้อกระดาษกรองต้องเหมาะสมกับตะกอน กระดาษกรองที่ใช้ในงานวิเคราะห์มีหลายขนาดความละเอียด ขนาดความละเอียดนิยมกำหนดเป็นเบอร์ ผู้ผลิตอาจกำหนดเบอร์ที่แตกต่างกัน

กระดาษกรองยี่ห้อวอทแมน (Whatman) ที่นิยมใช้กันจะมีอยู่สองเกรด คือ เกรดมาตรฐาน (qualitative standard grade) ซึ่งวัสดุทำจากเซลลูโลสบริสุทธิ์ ไม่มีการปนเปื้อนของสารเคมีและโลหะหนัก และเกรดไม่มีเถ้า (ashless quantitative) ซึ่งเป็นวัสดุเซลลูโลสบริสุทธิ์ที่เผาในอากาศแล้วไม่เหลือเถ้าของกระดาษกรอง โดยแสดงลักษณะเฉพาะกระดาษกรองยี่ห้อวอทแมนแสดงดังตารางที่ 1.2

ตารางที่ 1.2 ลักษณะเฉพาะกระดาษกรองยี่ห้อวอทแมน

เกรด	เบอร์	ระดับการกรอง	อัตราเร็ว (โดยประมาณ) herzberg (s)	ลักษณะตะกอน
เกรดมาตรฐาน	1	ปานกลาง	150	ผลึกเล็ก
(qualitative	2	ปานกลาง	240	ผลึกเล็ก
standard	3	ปานกลาง	325	ผลึกเล็ก
filter)	4	เร็วมาก	37	ผลึกใหญ่ และเจลาติน
	5	ช้า	1420	ผลึกเล็ก
	6	ช้าถึงปานกลาง	715	ผลึกเล็ก
เกรดไม่มีเถ้า[ก]	40	ปานกลาง	340	ผลึกเล็ก
(ashless	41	เร็ว	54	ผลึกใหญ่ และเจลาติน
quantitative)	42	ช้า	1870	ผลึกเล็ก
	43	ปานกลางถึงเร็ว	155	ผลึกเล็ก
	44	ช้าถึงปานกลาง	995	ผลึกเล็ก

[ก]เกรดไม่มีเถ้า ปริมาณเถ้าที่เหลือน้อยกว่า 0.007% เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 900°C

ขั้นตอนการกรองสารละลาย

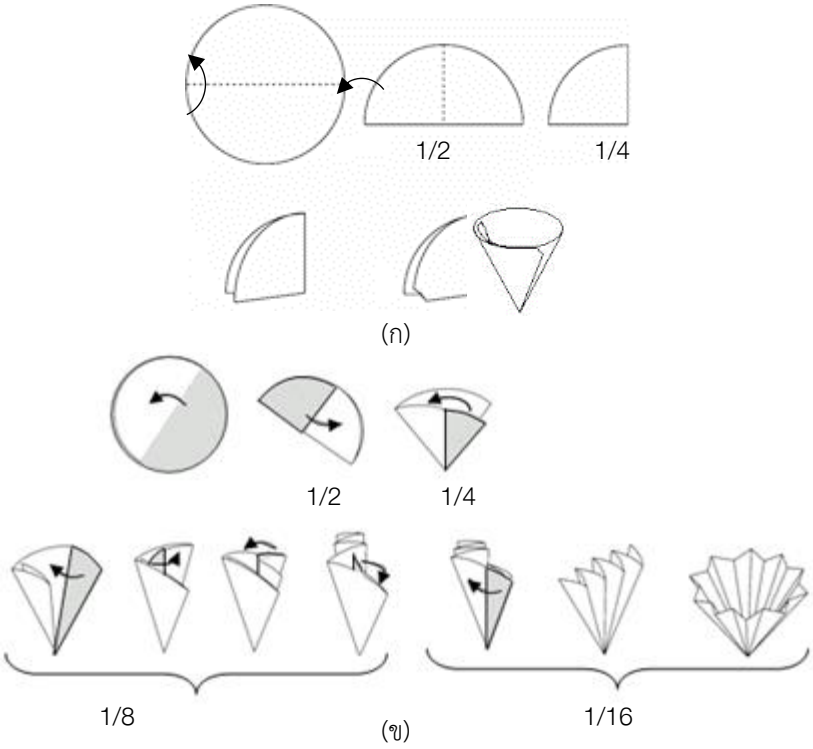
1) ก้านของกรวยแก้วควรแตะผนังภาชนะที่รองรับสารละลายดังรูปที่ 1.5(ก) เพื่อทำให้ของเหลวไหลได้อย่างรวดเร็วและป้องกันสารละลายกระเด็น แต่อย่าปล่อยให้ก้านกรวยแล้วจุ่มลงไปในสารละลาย การเทของเหลวลงบนกระดาษกรองในกรวยแก้วควรใช้แท่งแก้วนำ โดยให้แท่งแก้วแตะปากบีกเกอร์แล้วเทสารละลายไหลลงมาตามแท่งแก้ว แตะปลายล่างของแท่งแก้วใกล้กระดาษกรองด้านที่พับทับกันสามชั้น อย่าเทสารละลายมากจนล้นขอบกระดาษกรอง ถ้ายังมีตะกอนเหลือติดอยู่ที่ก้นบีกเกอร์ ใช้น้ำฉีดล้างตะกอนที่เหลือลงมาสู่กระดาษกรองบนกรวยแก้ว

2) การกรองด้วยครูซิเบิลซินเตอร์กลาส (sintered glass) ครูซิเบิลซินเตอร์กลาสประกอบด้วยชั้นแก้วมีลักษณะเป็นแก้วชนิดพิเศษมีรูเล็กๆ ทำหน้าที่เป็นกระดาษกรอง ใช้กรองตะกอนได้หลายขนาด ซึ่งขึ้นกับเบอร์ของครูซิเบิลซินเตอร์กลาส มีขนาดตั้งแต่เบอร์ 0-5 แต่ที่ใช้ในงานวิเคราะห์ส่วนมากเป็นเบอร์ 3 และ 4 ใช้สำหรับกรองตะกอนแบบหยาบ เช่น ซิลเวอร์คลอไรด์ ส่วนเบอร์ 4 ใช้กรองตะกอนละเอียด เช่น แบเรียมซัลเฟต ($BaSO_4$)

การพับกระดาษกรองสำหรับกรวยกรอง มี 2 ประเภท ดังนี้

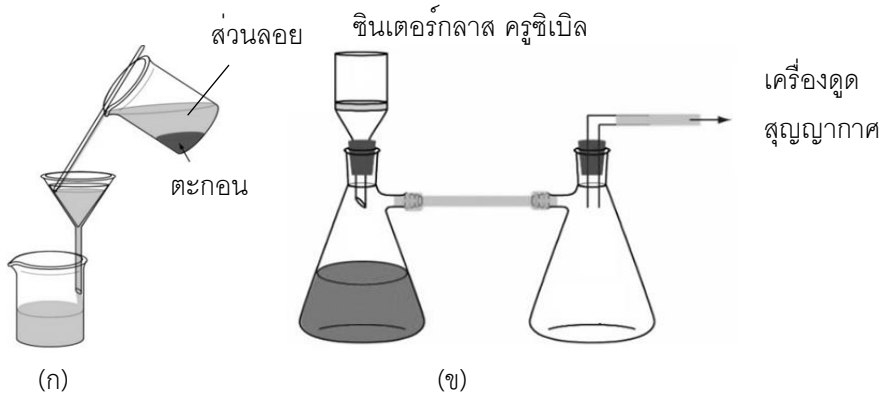
1) พับ 1/4 โดยการพับกระดาษกรองลงทีละครึ่งหนึ่งก่อน แล้วพับให้เหลือ 1/4 แล้วฉีกปลายด้านหนึ่งออกเล็กน้อย เพื่อให้กระดาษกรองในส่วนชั้นในสุดแนบสัมผัสกับผิวกรวยแก้วมากยิ่งขึ้น ดังภาพที่ 1.4(ก)

2) การพับแบบจีบทบ (fluted-fllter paper) พับทีละครึ่งไปเรื่อยๆ จน 1/16 ดังภาพที่ 1.4(ข)



ภาพที่ 1.4 การพับกระดาษกรอง (ก) แบบกรองช้า และ (ข) แบบจีบทบ

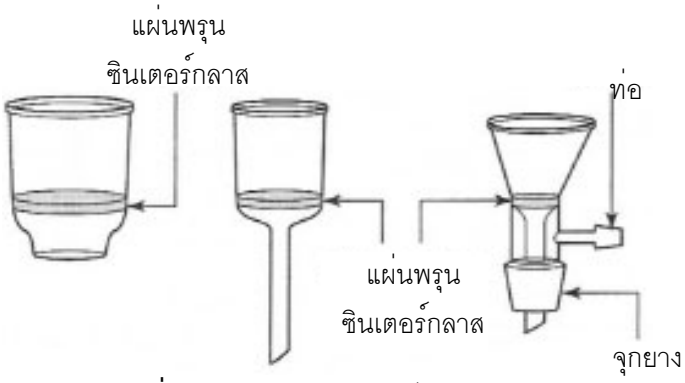
ขั้นตอนการกรองอาจดูเป็นขั้นตอนที่ไม่ยุ่งยากมากมัก แต่การใช้เทคนิคการกรองที่ถูกต้องจะช่วยให้การกรองได้ผลสำเร็จเร็วขึ้น โดยควรเทส่วนลอย (supernatant) ให้ผ่านกระดาษกรองก่อนที่จะถ่ายตะกอนลงในกระดาษกรองเพื่อป้องกันการอุดตันตั้งแต่เริ่มต้นการกรอง ควรล้างตะกอนตั้งแต่ตะกอนอยู่ในบีกเกอร์แล้วจึงเทตะกอนโดยใช้น้ำฉีดให้ตะกอนที่ติดผนังบีกเกอร์ไหลรวมกันในกระดาษกรอง ดังภาพที่ 6.2 (ก)



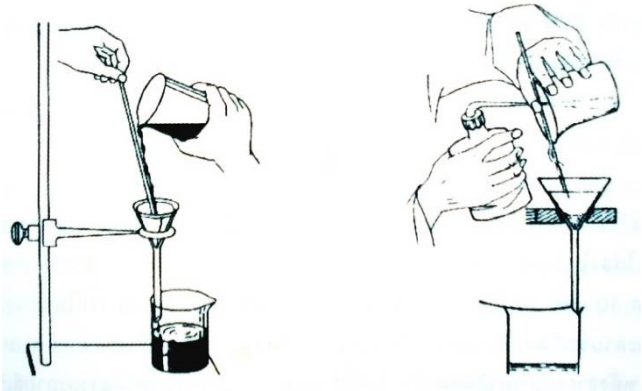
ภาพที่ 1.5 การกรอง (ก) การกรองด้วยแรงโน้มถ่วง และ (ข) การกรองแบบสุญญากาศ

การกรองตะกอนอีกแบบหนึ่งที่นิยมใช้ คือ การกรองโดยครูซิเบิล ซึ่งมีหลายชนิด เช่น ซินเตอร์-กลาสครูซิเบิล หรือ ครูซิเบิลแก้ว (filtered glass crucible) ตัวครูซิเบิลทำด้วยแก้วที่หลอมติดกับแผ่นพรุน โดยซินเตอร์กลาสครูซิเบิล แบ่งตามขนาดรูพรุน คือ แบบหยาบ (coarse) จะกักเก็บตะกอนขนาดใหญ่กว่า 40–60 μm แบบปานกลาง (medium) จะกักเก็บตะกอนขนาดใหญ่กว่า 10–15 μm และแบบละเอียด (fine) จะกักเก็บตะกอนขนาดใหญ่กว่า 4–5.5 μm ส่วนพอรซ์เลนฟิลเตอร์ครูซิเบิล ทำด้วยกระเบื้องทนความร้อน ครูซิเบิลกรองอีกประเภทที่นิยมใช้ คือ กูซครูซิเบิล (Gooch crucible) เป็นตัวกรองที่ก้นมีรูขนาดเล็กจำนวนมาก เมื่อใช้งาน

ต้องมีแผ่นกรองรองรับตะกอน ซึ่งการกรองแบบนี้จะใช้การดูด (suction) ด้วยเครื่องดูดสุญญากาศ (vacuum) ช่วยให้ส่วนใสไหลผ่านครูซิเบิลแทนที่จะเป็นการไหลจากแรงโน้มถ่วง



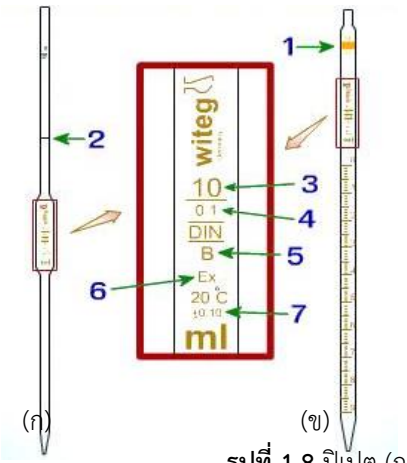
ภาพที่ 1.6 ครูซิเบิลชนิดซินเตอร์กลาสครูซิเบิล



รูปที่ 1.7 แสดงการกรองด้วยแรงโน้มถ่วงของโลก

เทคนิคการใช้ปิเปต

ปิเปตเป็นอุปกรณ์ในการวัดปริมาตรสำหรับถ่ายเทสารละลายที่มีความแม่นยำสูง ปิเปตมีอยู่หลายชนิด แต่โดยทั่วไปที่มีใช้อยู่ในห้องปฏิบัติการมีอยู่ 2 แบบ คือ transfer และ measuring pipet ดังรูป 1.8



1 สัญลักษณ์ blow-out pipet
2 ขีดบอกปริมาตร
3 ความจุ
4 ปริมาตรแต่ละขีด
5 ระดับชั้นคุณภาพ (A มีความคลาดเคลื่อนน้อยกว่า B)
6 วัตถุประสงค์การใช้งาน
7 ความคลาดเคลื่อนของปริมาตร

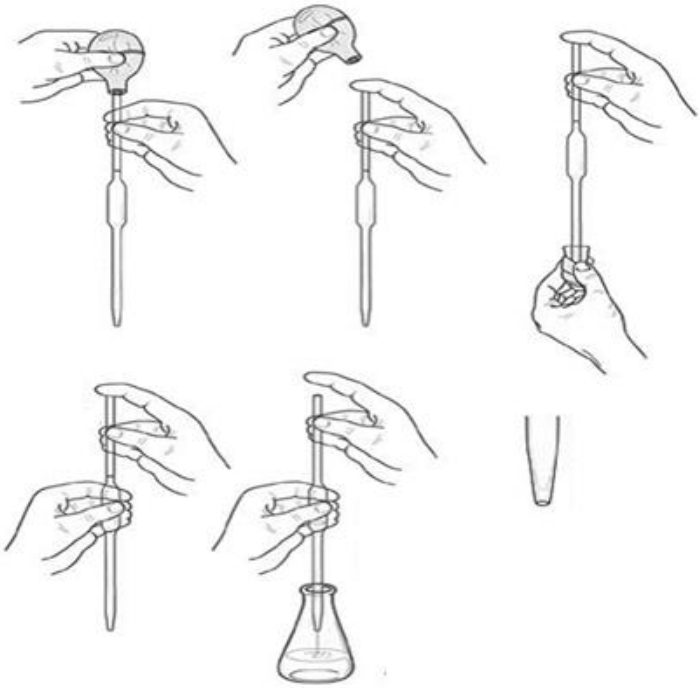
รูปที่ 1.8 ปิเปต (ก) transfer pipet และ (ข) graduate pipet

1. Transfer pipet ซึ่งใช้ในการวัดปริมาตรได้เพียงค่าเดียว คือถ้าหาก transfer pipet จุ 25 mL จะวัดปริมาตรของของเหลวได้เฉพาะ 25 mL เท่านั้น transfer pipet มีหลายขนาดตั้งแต่ 1 mL ถึง 100 mLถึงแม้ปิเปตชนิดนี้จะใช้วัดปริมาตรได้อย่างใกล้เคียงความจริงก็ตาม แต่ยังมีข้อผิดพลาดซึ่งขึ้นอยู่กับขนาดของปิเปต

2. Measuring หรือ graduated pipet จะมีขีดบอกปริมาตรต่างๆ ไว้ทำให้สามารถใช้ได้อย่างกว้างขวาง คือสามารถใช้แทน transfer pipet ได้ แต่ใช้วัดปริมาตรได้แน่นอนน้อยกว่า transfer pipet และมีความผิดพลาดมากกว่า

การใช้ปิเปต

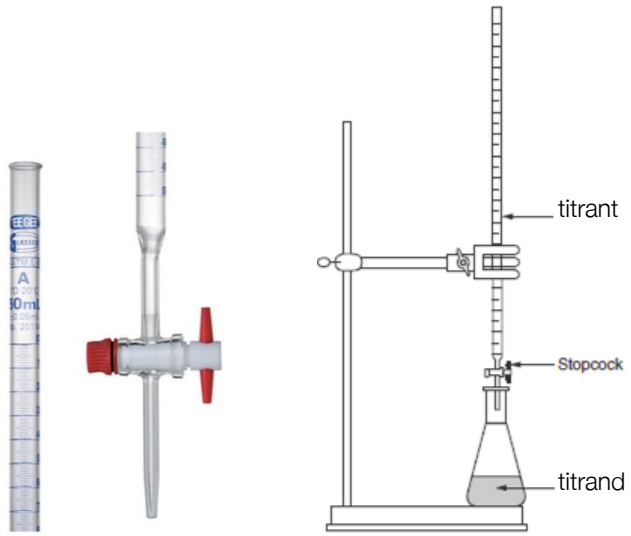
1. ก่อนใช้ปิเปตต้องทำความสะอาดโดยดูดน้ำกลั่นจนเกือบเต็ม แล้วปล่อยให้ไหลออกมาจนหมด
2. จุ่มปลายปิเปตลงในสารละลาย โดยที่ปลายปิเปตอยู่ต่ำกว่าระดับสารละลายตลอดเวลา
3. ใช้เครื่องดูดหรือกระเปาะยางดูดสารละลายเข้าไปในปิเปตอย่างช้าๆ (รูปที่ 1.9) จนกระทั่งสารละลายขึ้นมาอยู่เหนือขีดบอกปริมาตร และใช้นิ้วชี้ปิดปลายปิเปตให้แน่นโดยทันที จับก้านปิเปตด้วยนิ้วหัวแม่มือและนิ้วกลาง
4. จับปิเปตให้ตั้งตรงแล้วค่อยๆ ผ่อนนิ้วชี้เพื่อให้สารละลายที่เกินขีดบอกปริมาตรไหลออกไปจนกระทั่งส่วนโค้งล่างสุดของสารละลายพอดีกับขีดบอกปริมาตร กดนิ้วชี้ให้แน่นและแตะปลายปิเปตกับข้างภาชนะเพื่อให้หยดน้ำที่ติดอยู่ที่ปลายปิเปตหมดไป
5. ปล่อยสารละลายที่อยู่ในปิเปตลงในภาชนะที่เตรียมไว้โดยยกนิ้วชี้ขึ้น ให้สารละลายไหลลงตามปกติตามแรงโน้มถ่วงของโลกจนหมด แล้วแตะปลายปิเปตกับข้างภาชนะ



รูปที่ 1.9 ขั้นตอนการใช้ปิเปต

การไทเทรต (titration)

บิวเรต (buret) เป็นอุปกรณ์วัดปริมาตรที่มีขีดบอกปริมาตรต่างๆ และมีก๊อกสำหรับเปิด-ปิด เรียกว่า stop-cock เพื่อบังคับการไหลของของสารละลาย บิวเรตเป็นอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ มีขนาดตั้งแต่ 10 mL จนถึง 100 mL บิวเรตสามารถวัดปริมาตรได้อย่างใกล้เคียงความจริงมากที่สุด แต่ยังมีความผิดพลาดอยู่เล็กน้อย ซึ่งขึ้นอยู่กับขนาดของบิวเรต



(ก) (ข)

รูปที่ 1.10 (ก) บิวเรต และ (ข) การติดตั้งอุปกรณ์การไทเทรต

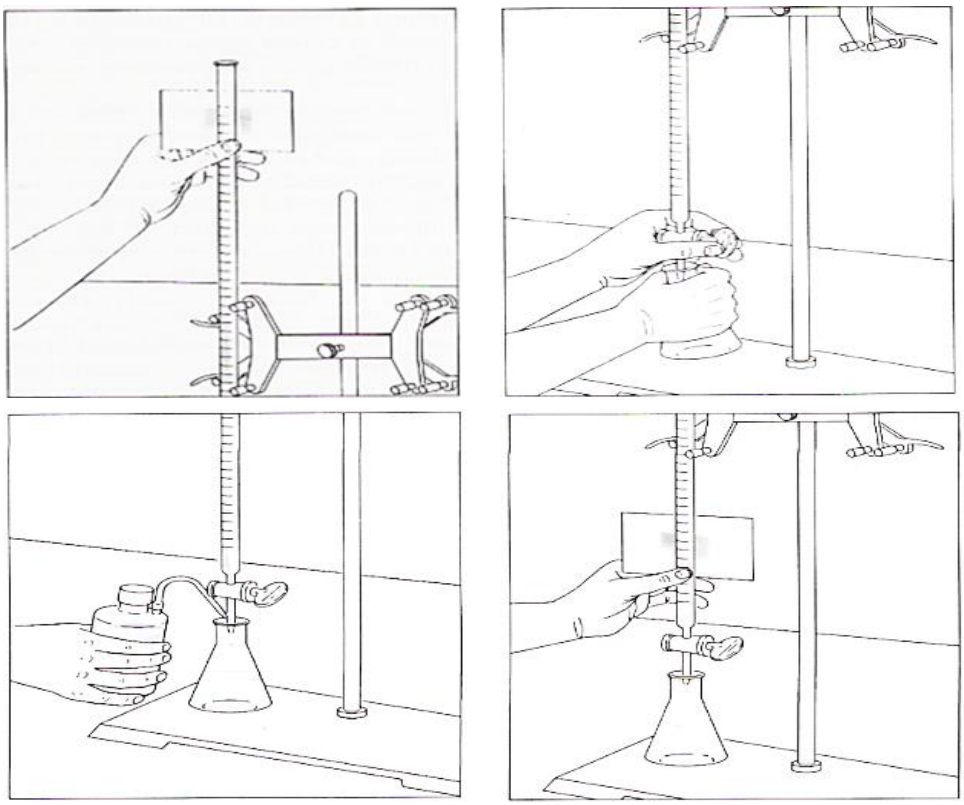
การติดตั้งอุปกรณ์ในการไทเทรต ดังรูปที่ 1.10(ข) สารละลายที่บรรจุในบิวเรต เรียกว่า ไทแทรนต์ (titrant) สารละลายที่อยู่ในขวดรูปชมพู่ เรียกว่า ไทแทรนด์ (titrand) เมื่อค่อยเปิด stop-cock ไทแทรนต์จะค่อยหยดลงในขวดรูปชมพู่ การอ่านสเกลบนบิวเรต ควรให้อยู่ในระดับสายตาและถือส่วนโค้งที่ต่ำที่สุดเป็นเกณฑ์ ในการอ่านปริมาตรอาจใช้กระดาษขาวบังบิวเรตเพื่ออ่านสเกลบนบิวเรตได้ชัดเจนยิ่งขึ้น

วิธีการไทเทรต

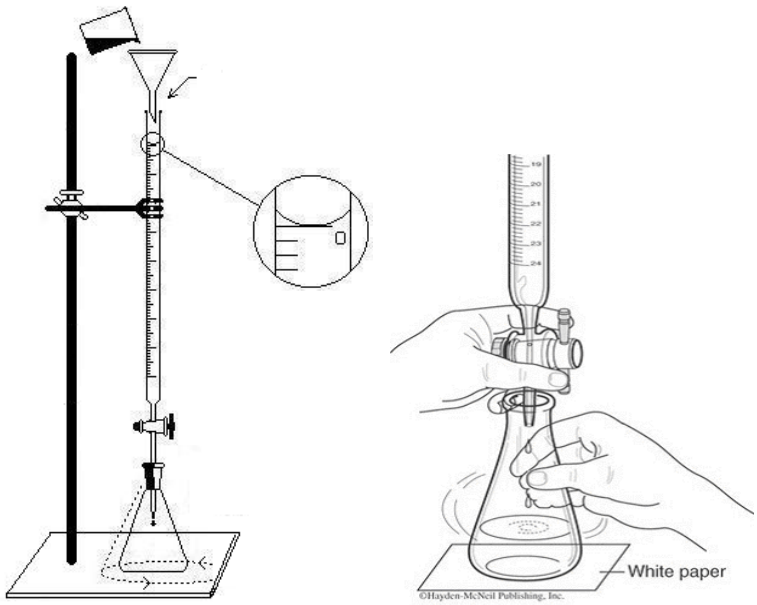
1. ล้างบิวเรตให้สะอาด ด้วยสารทำความสะอาด
2. บรรจุสารละลายเพียงเล็กน้อย เพื่อตรวจสอบการรั่วของ stopcock
3. ซะล้างบิวเรตด้วยสารละลายที่จะใช้บรรจุ ประมาณ 5 mL แล้วไขให้สารละลายไหลออกทางปลายบิวเรต
4. เทสารละลายลงในบิวเรตโดยผ่านทางกรวยกรอง ให้มีปริมาตรเหนือขีดศูนย์เล็กน้อย รูปที่ 1.12 (ก) เอากรวยออกแล้วเปิดก๊อกให้สารละลายไหลออกทางปลายบิวเรต เพื่อปรับให้ปริมาตรของสารละลายอยู่ที่ขีดศูนย์พอดี การปรับปริมาตรควรทำในระดับสายตา (ที่บริเวณปลายบิวเรตจะต้องไม่มีฟองอากาศ หากมีฟองอากาศจะต้องเปิดก๊อกให้สารละลายไล่อากาศออกไปจนหมด)
5. การจับปลายบิวเรตและการจับขวดรูปชมพู่ขณะไทเทรต ใช้มือที่ไม่ถนัดจับ stopcock เพื่อเปิดก๊อกให้สารละลายไหล และมืออีกข้างจับขวดรูปชมพู่พร้อมกวนสารละลายแบบวงกลมตลอดเวลา
6. ค่อยๆ หมุนปิด stopcock เมื่อใกล้ถึงจุดยุติเพื่อสารละลายไหลออกมาทีละหยด เพื่อไม่ให้เกิดจุดยุติ และต้องปิด stopcock ทันทีเมื่อถึงจุดยุติ ในกรณีที่ไทเทรตจะเกือบหมดบิวเรตแต่ยังไม่ถึงจุดยุติ อย่าปล่อยให้สารละลายเลยขีดบอกปริมาตรสุดท้ายลงมา จะไม่ทราบปริมาตรที่แน่นอนได้

7. ถ้าปลายบิวเรตรั่วซึม โดยสารละลายไม่ได้ไหลออกทางปลายบิวเรตเพียงด้านเดียว ให้หยุดไทเทรตและเปลี่ยนบิวเรตทันที

8. การไทเทรตโดยทั่วไปต้องทำอย่างน้อย 2 ครั้ง ถ้าการทดลองสองครั้ง ปริมาตรแตกต่างกันไม่เกิน 0.2 mL แต่ถ้าปริมาตรที่ไทเทรตสองครั้งต่างกันมากกว่า 0.2 mL ให้ทำไทเทรตครั้งที่ 3 แล้วจึงหาค่าเฉลี่ย



รูปที่ 1.11 ขั้นตอนการไทเทรต



(ก) (ข)

รูปที่ 1.12 การติดตั้งบิวเรต (ก) การบรรจุสารละลาย และ (ข) ลักษณะการจับ stopcock